



Université Abderrahmane Mira-Bejaia

Faculté de Technologie

Département des Mines et géologie

Memoire de Fin d'Etudes

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines

Option : Valorisation des Ressources Minérales

Présenté par

M^r BELHATTAB A/LMOUMENE

Thème

***Caractérisation et Stabilisation/Solidification
des boues résiduaires de CET Bejaia Sidi-
Boudrahem***

Soutenu le 05/ 10/2016 devant le jury composé de:

Présidente: M^{me} MALEK Nouara

Promoteur : M^r MOUSSACEB Karim

Co- promotrice : M^{elle} CHRIBET DAROUICHE Mira

Examineur: M^r AYADEN Ibrahim

Année Universitaire: 2015-2016

Remerciements

En préambule à ce mémoire, je souhaite adresser mes vifs remerciements accompagnés de toutes mes gratitude et de mon profond respect à mon promoteur Docteur K.MOUSSACEB pour son encadrement et ses précieuses aides.

Je tiens à remercier M^{elle} CHRIBET DAROUICHE

Pour son énorme soutien, son aide et surtout ses sincères conseils et ses encouragements.

Je tiens également à remercier les membres du jury pour avoir accepté de juger notre travail.

Mes vifs remerciements vont aussi à tous les membres des laboratoires de LTMGP et tous ceux qui ont contribué à la réalisation de ce travail.

Dédicace

J'ai l'honneur de dédier ce travail :

*A vous les plus chères de ma vie, mes très chers parents,
vous avez fait plus que votre devoir, je voudrai que vous
sachiez que vous aime ;*

A mes chères soeurs Keltoum, Meriem, Halima.

*A mes chères amies, chouaib , saad, mohamed, nasro, naiim,
mourad, bilel, avec lesquels j'ai partagé des moments
inoubliables, qu'ils soient assurés de ma profonde amitié et
ma profonde sympathie.*

*Grand MERCI pour leurs affections et leur soutien
permanent.*

MOUMEN

LISTE DES ABRÉVIATIONS

- CE:** Conductivité électrique.
- CET:** Centre d'Enfouissement technique.
- CKD:** Poussière de four du ciment.
- C-M-A:** Concentration maximale admise.
- CNE:** Capacité de neutralisation acide.
- CPA:** Ciment Portland Artificiel.
- C-S-H:** Calcium Silicate Hydrate.
- DBO:** Demande Biochimique en Oxygène.
- DCO:** Demande Chimique en Oxygène.
- DJA:** Dose journalière admissible.
- DRX:** Diffractométrie des rayons X.
- EP:** Test de l'eau des pores.
- ETM:** Eléments Traces Métalliques.
- FMM:** Test de fraction maximale mobilisable.
- FX :** Fluorescence X.
- HAP:** Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques.
- PCDD/F:** polychlorodibenzo-pdioxines / furannes
- IpH:** Test de l'influence du pH sur la solubilisation des polluants.
- IR:** Spectrométrie infrarouge.
- L/S:** Rapport liquide/solide (ml/mg).
- MEB:** Microscope Balayage Electronique.
- MES:** Matière En Suspension.
- PCB:** Poly-Chloro-Biphényles.

S/S: Stabilisation/Solidification.

TBE: Tri-Butyl-Etain.

TCLP: Toxicity Characteristic Leaching Procedure.

TLM: Test de lixiviation sur monolithe.

CSD: Centre de Stockage des Déchets.

EPA:

TCLP1: First Toxicity Characteristic Leaching Procedure

TCLP2: Second Toxicity Characteristic Leaching Procedure.

CNA: Capacité de neutralisation acide.

CKD :Pousiere de Four a ciment

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I

Figure I.1. Nom, poids moléculaire et structure des six Hydrocarbures polycycliques aromatiques (HPA) généralement ciblés.....	11
Figure I.2. Structure chimique des PCB	13
Figure I.3. Les boues résiduaires.....	14

CHAPITRE II

Figure II.3. Boue humide	27
Figure II.4. Boue sèche	27
Figure II.5. Concasseur de type Fritsch	28
Figure II.6. Tamiseuse	28
Figure II.7. Site de l'échantillonnage	30
Figure II.8. Vue Google - Points de prélèvement	28
Figure II.9. Organigramme de préparation mécanique de nos échantillons.	29
Figure II.10. Opération de quartage.....	30
Figure II.11. Schéma de diffraction de rayons X par une famille de plan (hkl).	35
Figure II.12. Image de l'appareille du spectrophotomètre IR	36
Figure II.13. Appareillage d'un spectromètre Infrarouge de Fourier	37
Figure II.14. Principe de la fluorescence X : a) ionisation de l'atome par un rayonnement ; b) désexcitation par émission fluorescente.	37
Figure II.15. Principe de fonctionnement d'un spectromètre UV-Visible monocanal (à gauche) et multicanaux (à droite).....	40
Figure II.16. Photo de l'appareille du spectrophotomètre d'absorption atomique.	42
Figure II.17. Moule utilisé pour la préparation des éprouvettes	43
Figure II.18. Malaxeur de laboratoire	43
Figure II.19. Mesure de la résistance à la flexion pour des éprouvettes.....	44
Figure II.20. Mesure de la résistance à la compression sur des éprouvettes 4×4×16 cm ³	45
Figure II.21. Machine de compression et flexion sur les ciments (Control) type 65-113M1.	45
Figure II.22. Appareil de Vicat	46
Figure II.23. Dispositif de lixiviation du matériau monolithique	49

CHAPITRE III

Figure III.1. Site de l'échantillonnage	51
Figure III.2. Vue Google - Points de prélèvement.....	52

Figure III.3. Organigramme de préparation mécanique de nos échantillons.	52
Figure III.4. Spectre DRX du déchet brut	55
Figure III.5. Spectres FT-IR de la boue et la boue de TCLP.....	56
Figure III.6. Résistance à 7 jours	58
Figure III.7. Résistance à 28 jours	58
Figure III.8. Spectres FT-IR pour F _{25%CKD}	60
Figure III.9. Evolution de la concentration Plomb en fonction du temps dans le milieu neutre et sulfaté.	62
Figure III.10. Evolution de la concentration fer en fonction du temps dans le milieu neutre et sulfaté	62
Figure III.11. Evolution de la concentration Zinc en fonction du temps dans le milieu neutre et sulfaté	63

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE I

Tableau I.1. Origine des micropolluants.....	13
Tableau I.2. Principales classes de CET	23

CHAPITRE III

Tableau III.1. Paramètres physico-chimiques de la boue du CET	53
Tableau III.2. Composition chimique élémentaire des lixiviats de la boue de CET	54
Tableau III.3. Composition chimique de la boue selon l'analyse par QCX.....	54
Tableau III.4. Valeurs d'angles de diffraction des phases identifiées lors la DRX pour la boue	55
Tableau III.5. Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de l'IRTF	56
Tableau III.6. Composition des matériaux réalisés.....	57
Tableau III.7. Temps de début et fin de prise.....	57
Tableau III.8. Résistance à la compression et à la flexion	58
Tableau III.9. Composition chimique des matières et des formulations	59
Tableau III.10. Identification des bandes observées sur les spectres IR pour F _{25%CKD}	59
Tableau III.11. Pourcentage relargué avant lixiviation dans les matériaux S/S.....	60
Tableau III.12. Pourcentage relargué après lixiviation dans les matériaux S/S	60
Tableau III.13. Résultats d'analyses physique des tests EP, FMM et IpH.....	61
Tableau III.14. Résultats d'analyses chimique des tests EP, FMM et IpH	61

SOMMAIRE

LISTE DES ABREVIATIONS	I
LISTE DES FIGURES	II
LISTE DES TABLEAUX	III
INTRODUCTION	1

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. CONTAMINANTS METALLIQUES ET ORGANIQUES	3
I.1.1. Généralité sur les métaux	3
I.1.1.1.Métaux lourds	3
I.1.1.1.2. Sources des métaux lourds.....	3
I.1.1.1. 3.Rejet des métaux lourds dans l'eau	3
I.1.1.1.4. Toxicité des métaux lourds	4
I.1.1.1.5. Zinc (Zn).....	4
I.1.1.1.6. Cuivre(Cu)	5
I.1.1.1.7. Cadmium (Cd)	7
I.1.1.1.8. Plomb (Pb)	8
I.1.1.1.9. Nickel (Ni)	9
I.1.1.1.10. Fer(Fe)	10
I. 1.2.Généralité sur la contamination organique.....	11
I.1.2.1. Hydrocarbures	11
I.1.2.1.1. HPA (hydrocarbures polycycliques aromatiques)	11
I.1.2.1.1.2. Poly-Chloro-Biphényles (PCB)	12
I.2.1.1.1. 3. Tri-Butyl-Etain (TBT)	13
I.1.2.2. Eléments nutritifs	13
I.2. LES BOUES RESIDUAIRES	14
I.2.1. Matière organique	14
I.2.2. Elements fertilisants et amendements	14
I.2.3.Nature et origine	15
I.2.4.Phenomene de polution	15
I.2.4.1. Evaporation	15
I.2.4.2. Emulsification.....	15
I.2.4.3. Sédimentation	15
I.2.5. Caractéristiques des boues résiduares	16
I.2.5.1. Caractéristiques chimiques des boues	16

I.2.5.1.1. Concentration MES et concentration on MS	16
I.2.5.1.2. pH.....	16
I.2.5.1.3. Demande biochimique en oxygène	16
I.2.5.1.4. Demande chimique en oxygène	16
I.2.5.2. Caractéristiques physiques des boues	16
I.15.2.1. Viscosité	16
I.1.5.2.2. Conductivité électrique CE	17
I.2.6. Généralités sur les traitements de boues	17
I.2.6.1. Désagrégation atmosphérique des boues	17
I.2.6.2. Incinération	18
I.2.6.3. Mélange des boues avec une matière inerte.....	18
I.2.7. Stabilisation/Solidification de déchets dangereux	18
I.2.7.1. Généralités	18
I.2.7.2. Stabilisation/Solidification par un liant hydraulique	19
I.2.7.3. Mécanismes de rétention des polluants dans les matrices cimentaires	20
I.2.8. Caractérisation du comportement à la lixiviation ; Tests de lixiviation choisis	20
I.2.8.1. Tests destinés à la caractérisation des propriétés intrinsèques des matériaux (tests d'extraction)	21
I.2.8.1.1. Test de l'influence du pH sur la solubilisation des polluants (IpH)	21
I.2.8.1.2. Test de l'Eau des Pores (EP).....	21
I.2.8.1.3. Test de la fraction maximale Mobilisable FMM	21
I.2.8.2. Tests destinés à la caractérisation des mécanismes de transfert en solution des polluants (Test de Lixiviation sur Monolithe (TLM))	21
I.3. GENERALITE SUR CENTRE D'ENFOUISSEMENT TECHNIQUE (CET)	21
I.3.1. Définition	21
I.3.2. Classification des Centres d'enfouissement technique	22

CHAPITRE II.

PROTOCOLES EXPERIMENTAUX ET TECHNIQUES D'ANALYSE

II.1. PRESENTATION GENERALE	24
II.1.1. Historique	24
II.1.2. Situation géographique	24
II.1.2.1. Géologie du site	25
II.1.2.2. Hydrographie	25
II.1.3. Biogéographie	25
II.1.3.1. La flore	25
II.1.3.2. La faune	26
II.1.3.3. Climatologie	26
II.1.3.4. Topographie	26
II.2. PROCOLES EXPERIMENTAUX	27
II.2.1. PREPARATION MECANIQUE ET ECHANTILLONNAGE	27
II.2.1.1. Séchage	27
II.2.1.2. Concassage	27
II.2.1.3. Broyage	28
II.2.1.4. Tamisage	28
II.2.1.5. Analyse granulométrique	29
II.2.1.6. Echantillonnage	29
II.2.1.7. Homogénéisation et quartage	29
II.2.2. METHODES DE CARACTERISATION DE LA BOUE	30
II.2.2.1. Potentiel Hydrogène (pH)	30
II.2.2.2. Conductivité Electrique (CE)	30
II.2.2.3. La matière sèche	30
II.2.2.4. Dosage de carbone organique total	31
II.2.2.5. Demande chimique en oxygène (DCO)	32
II.2.2.6. Détermination de la perte au feu (PAF)	33
II.3. CARACTERISATION STRUCTURALE	34
II.3.1. Caractérisations minéralogique par diffraction des rayons X	34
II.3.1.1. Définition	34
II.3.1.2. Principe	34

II.3.4. Test de lixiviation TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure)	38
II.3.4.1. Principe	38
II.3.4.2. Détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide	38
II.3.4.3. Dosage des chlorures : La méthode de Mohr	39
II.3.5. Spectrophotométrie UV-VISIBLE	39
II.3.6. Analyse des cations	41
II.3.7. Spectrométrie d'absorption atomique à flamme (SAA)	41
II.4. PROCÉDE DE TRAITEMENT STABILISATION/SOLIDIFICATION (S/S) DE LIXIVIATS DE LA BOUE	42
II.4.1. Essais mécaniques	43
II.4.1.1. Mesure des résistances à la compression et à la flexion (EN 196-1)	43
II.4.1.1.1. Objectif de l'essai	43
II.4.1.1.2. Essai de rupture par flexion	43
II.4.1.1.3. Résistance à la compression	44
II.4.1.2. Détermination du temps de début et de fin de prise des matériaux stabilisés/solidifiés	45
II.5. Tests de lixiviation	46
II.5.1. Test de l'influence du pH sur la solubilisation des polluants (IpH)	46
II.5.1.1. Principe	46
II.5.1.2. Protocole expérimentale	47
II.5.2. Test de l'eau des pores (EP)	47
II.5.2.1. Principe	47
II.5.2.2. Protocole expérimentale	47
II.5.3. Test de la fraction Maximale mobilisable (FMM)	48
II.5.3.1. Protocole expérimentale	48
II.5.4. Test de Lixiviation sur Monolithe (TLM)	48
II.5.4.1. Principe	48
II.5.4.2. Protocole expérimental	49
II.6. CONCLUSION	

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION

III.1. CARACTERISATION MECANIQUE DES ECHANTILLONS	51
III.1.1. Echantillonnage	51
III.2. CARACTERISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES DE LA BOUE	53
III.2.1. Paramètres physico-chimiques	53
III.2.2. Composition chimique élémentaire des lixiviats de la boue - SAA	53
III.2.3. Composition chimique - analyse par Fluorence X (QCX)	54
III.2.4. Composition minéralogique de la boue – par le Diffractomètre aux rayons X... 54	
III.2.5. Analyse par Infra-Rouge (IR)	56
III.3. APPLICATION DU PROCEDE DE STABILISATION/SOLIDIFICATION.....	57
III.3.1. Temps de début et fin de prise.....	57
III.3.2. Détermination des résistances mécaniques	58
III.3.3. Composition chimique par analyse QCX	59
III.3.4. Analyse par Infra-Rouge (IR)	59
III.3.5. Efficacité du procédé de S/S.....	60
III.3.6. Test EP et FMM	61
III.3.6.1. Paramètres physiques	61
III.3.6.2. Paramètres chimiques	61
III.3.7. TLM (test de lixiviation sur monolithe)	62
III.3.7.1. Paramètres chimiques	62
CONCLUSION GENERALE	64
REFERENCES BEBLIOGRAPHIQUES.....	
ANNEXES.....	

Introduction générale

Avec l'apparition de nouvelles habitudes de consommation des populations, l'ensemble des villes mondiales doit faire face au phénomène d'une brusque augmentation des quantités de déchets produites. La santé publique en a résulté.

Pour faire face à cette situation, une nouvelle politique de gestion intégrée des déchets solides a été mise en œuvre, sa traduction sur le terrain par un programme de réalisation d'infrastructures importantes et de dotations en moyens appropriés.

Un CET est donc un lieu de stockage des déchets pour lequel la conception, l'implantation et l'exploitation sont menées de manière à minimiser l'impact environnemental et social de cette infrastructure de service public.

L'objectif de notre travail est de caractériser les boues résiduelles du Centre d'Enfouissement Technique de SIDI-BOUDERHAM commune de Bejaia, afin d'évaluer le caractère polluant de ces déchets. Un deuxième objectif tracé dans cette étude concerne la proposition des solutions à cette problématique. La technique de traitement par Stabilisation/Solidification à l'aide de liants hydrauliques est la plus prometteuse.

Cette technique de traitement est utilisée pour diminuer la surface à travers laquelle se font les transferts ou les pertes de polluants et de limiter la solubilité et/ou la mobilité des constituants. L'évolution de la résistance mécanique à la compression a été suivie en fonction des différents dosages en liants et en fonction du temps. Le comportement des polluants dans la matrice solide de la boue traitée à court et à moyen terme a été étudié à l'aide des tests de lixiviation.

Le présent manuscrit, est divisé en trois chapitres :

Chapitre I intitulé « Étude bibliographique » constitue un rappel sur des connaissances concernant les boues résiduelles, les paramètres d'évaluation de la qualité de ce dernier la qualité et les polluants de ces derniers, ainsi que la description de la Stabilisation/Solidification.

Chapitre II intitulé « protocoles expérimentaux et techniques d'analyse », donne un aperçu sur le CET de Bejaia, et décrit l'échantillonnage, les méthodes analytiques et les techniques d'analyses utilisées.

Chapitre III intitulé « Résultats et Discussions », présente les résultats d'analyses obtenues, les interprétations de la caractérisation de la boue et ceux de la stabilisation et les tests de lixiviation.

A la fin de notre travail, nous donnerons une conclusion générale et nous traçons des perspectives.

CHAPITRE I. ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**I.1. CONTAMINANTS METALLIQUES ET ORGANIQUES**

La contamination est actuellement l'un des plus grands problèmes du siècle, auxquels s'attachent de nombreux pays dans le monde afin de le résoudre

I.1.1. Généralité sur les métaux**I.1.1.1 Métaux lourds**

De nombreuses activités industrielles utilisent des métaux. Leur importance est à noter dans l'électronique, les traitements de surface, l'industrie chimique...etc. [1]

On appelle métaux lourds les éléments métalliques naturels dont la masse volumique dépasse 5 g/cm^3 . Ceux-ci sont présents le plus souvent dans l'environnement sous forme de traces : mercure, plomb, cadmium, cuivre, arsenic, nickel, zinc, cobalt, manganèse. Les plus toxiques d'entre eux sont le plomb, le cadmium et le mercure ; Ainsi, tous les métaux sont plus ou moins solides à la température ordinaire, il n'y a que le mercure qui fasse exception ; ce métal ne peut se solidifier qu'à une température de 40° au-dessous de 0. [2]

I.1.1.1.2. Sources des métaux lourds

Les sources de métaux pour les milieux aquatiques sont multiples. On différencie principalement les sources d'origine naturelle et anthropique. Les principaux phénomènes naturels conduisant à la dissémination des métaux dans les compartiments environnementaux y compris les milieux aquatiques sont l'activité volcanique et l'érosion des roches. [3-4]

En plus des sources naturelles, les milieux aquatiques sont enrichis en métaux par les activités humaines. Les métaux sont utilisés par l'homme comme matériaux mais également comme réactifs dans l'industrie (traitement de surface, intermédiaire réactionnel,...etc.) et l'agriculture (phytosanitaire).

I.1.1.1.3. Rejets des métaux lourds dans l'eau

Pendant de nombreuses années, les industries situées à proximité de cours d'eau ont rejeté leurs effluents dans ceux-ci. À ce phénomène (de plus en plus limité par l'installation de station d'épuration au sein même des sites industriels), il faut ajouter l'érosion et le ruissellement de l'eau sur les sols et chaussées.

L'eau constitue un élément fondamental en matière de pollution, puisque dans le cas des métaux, comme pour d'autres composées. L'eau transporte les métaux lourds, et les inserts dans les chaînes alimentaires (algues, poisson, etc.). Même si les métaux lourds sont les plus souvent présents à l'état de traces, ils n'en restent pas moins très dangereux, puisque leur toxicité se développe par bioaccumulation dans l'organisme. [5-6]

I.1.1.1.4. Toxicité des métaux lourds

La toxicité des métaux lourds a conduit les pouvoirs publics à réglementer les émissions en fixant des teneurs limites. Cette réglementation n'est cependant d'aucun secours pour déterminer sans ambiguïté une liste de métaux à surveiller car la liste varie selon les milieux considérés : émissions atmosphériques, rejets dans l'eau, règles sur l'épandage des boues ou la mise en décharge,...etc. Le quart de la contamination par les métaux lourds est dû aux ordures ménagères (piles au cadmium, batteries au plomb, cuivre et zinc des pesticides, ...etc.). Le devenir des métaux lourds dépend de nombreux facteurs parmi lesquels on cite : la nature du sol et son acidité.

✓ Dans les sols acides et pauvres en humus, les métaux lourds ne s'accumulent pas. Ils sont transférés vers les nappes phréatiques ou absorbés par les plantes et présentent alors un risque pour la santé.

✓ Les sols basiques riches en humus piègent les métaux lourds, il n'y a donc pas de risque immédiat pour la santé. Mais le sol est contaminé durablement et la concentration en métaux lourds augmente avec les années. Ces derniers sont susceptibles d'être libérés quand l'environnement est modifié (acidification du sol sous l'effet des changements de température, d'humidité,...etc.). [7]

La toxicité des métaux lourds n'est plus à démontrer. La toxicité du mercure est par exemple connue depuis l'Antiquité. La plupart du temps, les effets toxiques des métaux lourds concernent le système nerveux, le sang ou la moelle osseuse. Ils sont généralement cancérigènes. [8]

I.1.1.1.5. Zinc

Le zinc est un métal, moyennement réactif, qui se combine avec l'oxygène et d'autres non-métaux, et qui réagit avec des acides dilués en dégageant de l'hydrogène. L'état d'oxydation le plus commun du zinc est +2. La principale utilisation du zinc est la galvanisation des aciers.

b). Effet sur la santé

Le zinc est une substance très commune qui est présente naturellement. Le niveau de zinc dans l'eau peut atteindre des niveaux qui peuvent causer des problèmes de santé à cause des rejets industriels et des lieux de déchets toxiques.

Le zinc est un élément qui est essentiel pour la santé de l'homme. Lorsqu'on absorbe trop peu de zinc on peut alors avoir une perte de l'appétit, une diminution des sensations de goût et d'odeur, les blessures cicatrisent lentement et on peut avoir des plaies. Les carences en zinc peuvent aussi provoquer des problèmes lors des naissances.

Bien que l'homme puisse proportionnellement gérer des quantités importantes de zinc, trop de zinc peut tout de même provoquer des problèmes de santé importants, comme des crampes d'estomac ; des irritations de la peau, des vomissements, des nausées, de l'anémie. De très hauts niveaux de zinc peuvent endommager le pancréas et perturber le métabolisme des protéines et provoquer de l'artérioclose. Une exposition intensive au chlorure de zinc peut provoquer des désordres respiratoires. Sur le lieu de travail la contamination au zinc peut mener à un état comparable à la grippe, que l'on appelle la fièvre du fondeur. Cet état disparaît après deux jours.

Le zinc peut être un danger pour les enfants à naître et les nouveau-nés. Quand la mère a absorbé des concentrations importantes de zinc, les enfants peuvent y être exposés par le sang ou la consommation de lait. [9]

c). Impact sur l'environnement

Le zinc est présent naturellement dans l'air, l'eau et le sol mais les concentrations en zinc de façon non naturelle du fait du rejet de zinc par les activités humaines. La plupart du zinc est rejeté par les activités industrielles, telles que l'exploitation minière la combustion du charbon et des déchets et l'industrie de l'acier.

L'eau est polluée en zinc du fait de la présence de grandes quantités dans les eaux usées des usines industrielles. Ces eaux usées ne sont pas traitées de façon satisfaisante. L'une des conséquences est que les fleuves déposent des boues polluées en zinc sur leurs rives. Le zinc peut aussi augmenter l'acidité de l'eau.

Certains poissons peuvent accumuler le zinc dans leur organisme lorsqu'ils vivent dans des eaux contaminées en zinc. [10]

Le zinc n'est pas seulement une menace pour le bétail, mais aussi pour les plantes. Du fait de l'accumulation de zinc dans le sol, les plantes absorbent souvent des quantités de zinc que leur système ne peut pas gérer.

Sur un sol riche en zinc seul un nombre limité de plantes a des chances de survivre. C'est pourquoi il n'y a pas beaucoup de diversité des plantes près des usines manipulant du zinc. Du fait de ces effets sur les plantes le zinc est une sérieuse menace pour la production des terres agricoles. Malgré ça les engrais contenant du zinc sont toujours utilisés.

I.1.1.1.6. Cuivre

Élément chimique de numéro atomique $Z = 29$. C'est un métal rougeâtre, malléable et ductile, de conductivités thermique et électrique élevées. Il résiste à l'air et à l'eau mais se patine lentement en présence de carbonate. Il est présent dans la nature sous forme de minerais de cuivre natif, de minerais oxydés ou sulfurés.

Le cuivre peut se retrouver dans certaines eaux à des teneurs inférieures à 1 mg/L sous forme ionique ou de complexes (cyanures, ammoniacale, produits organiques, etc.). En dehors des pollutions industrielles ou de traitements agricoles, ce métal provient habituellement de la corrosion des tuyauteries de distribution. [11]

b). Effet sur la santé

Le cuivre est une substance très commune qui est naturellement présente dans l'environnement et se diffuse dans l'environnement par des phénomènes naturels. Les hommes utilisent énormément le cuivre, il est utilisé par exemple dans l'industrie et dans l'agriculture (utilisation de la bouillie bordelaise par exemple). La production de cuivre a augmenté lors des dernières décennies et, de ce fait, les quantités de cuivre dans l'environnement ont augmenté.

On peut trouver du cuivre dans beaucoup de type d'aliments, dans l'eau et dans l'air. À cause de cela on absorbe des quantités importantes de cuivre chaque jour en mangeant, buvant et respirant. L'absorption de cuivre est nécessaire, car le cuivre est un élément qui est essentiel pour la santé. Bien que l'homme puisse gérer des concentrations proportionnellement importantes de cuivre, des quantités excessives peuvent causer des problèmes de santé importants.

Dans l'environnement du lieu de travail, une contamination au cuivre peut provoquer un état proche de la grippe que l'on appelle la fièvre du fondeur. Cet état disparaît après deux jours [12]. Une exposition au cuivre à long terme peut provoquer une irritation au nez, à la bouche et aux yeux et, peut provoquer des maux de tête, des maux d'estomac, des vertiges, des vomissements et des diarrhées. Les prises intentionnelles de fortes doses de cuivre peuvent provoquer des dommages aux reins et au foie et même la mort. [13]

c). Impact sur l'environnement

La production mondiale de cuivre est toujours en augmentation. Ce qui basiquement signifie que de plus en plus de cuivre se retrouve dans l'environnement. Les fleuves déposent sur leurs rives des boues contaminées par du cuivre, du fait du rejet d'eaux usées. Le cuivre pénètre dans l'air principalement lors de la combustion de combustibles fossiles. Il reste dans l'air pendant une période assez longue avant de se déposer lorsqu'il pleut. Il se retrouve alors essentiellement dans le sol. Par conséquent, les sols peuvent contenir une grande quantité de cuivre après que le cuivre de l'air se soit déposé.

Le cuivre peut être relâché dans l'environnement par des sources naturelles et par les activités humaines. On peut citer quelques exemples de sources naturelles : poussières soufflées par le vent, pourrissement de la végétation, feu de forêt, et dispersion de gouttelettes

d'eau de mer. Quelques exemples d'activité humaine contribuant à la dispersion du cuivre, l'exploitation minière, la production de métaux, la production de bois et la production de fertilisants aux phosphates. Comme le cuivre est dispersé à la fois par des procédés naturels et humains ; il est très énormément diffusé dans l'environnement. On le trouve souvent près des mines, des installations industrielles, des décharges et des broyeurs d'ordure. [14]

I.1.1.1.7. Cadmium

On peut trouver principalement le cadmium dans la croûte terrestre. Il est toujours présent en combinaison avec du zinc. Il est présent aussi dans l'industrie comme sous-produit inévitable de l'extraction du zinc, du plomb et du cuivre. On le trouve dans les pesticides et les engrais, il peut donc pénétrer dans l'environnement par le sol.

Le cadmium est un métal blanc argenté, mou et malléable. Il ternit au contact de l'air. Il a des propriétés physiques proches de celle du zinc. Lors de l'ébullition du cadmium, il se dégage des vapeurs jaunes toxiques. Il est ductile (résistance à l'étirement), malléable (résistance à l'aplatissement) et résiste à la corrosion atmosphérique ce qui en fait un revêtement de protection pour les métaux ferreux. [15]

b). Effet sur la santé

Les effets du cadmium sur la santé varient selon le mode d'exposition, la quantité à laquelle on est exposé et la durée de l'exposition [16]. L'exposition occasionnelle à court terme avec la terre, la poussière et l'eau contenant des niveaux quelque peu élevés de cadmium ne causera probablement pas de problèmes de santé. Toutefois, l'ingestion fréquente et à long terme de niveaux élevés pourrait présenter un risque pour la santé. Les niveaux élevés d'exposition ou l'exposition prolongée peut causer des maladies rénales et pulmonaires et fragiliser les os. Les effets sur la santé chez les enfants sont similaires. Le cadmium et les composés de cadmium sont connus pour être des agents cancérigènes pour les humains. [17-18]

c). Impact sur l'environnement :

Le cadmium est un contaminant qui se retrouve dans les différents compartiments de l'environnement, mais en particulier dans le sol, du fait de l'érosion, des activités industrielles humaines (sous-produits de l'industrie des métaux non ferreux) et des pratiques agricoles (engrais phosphatés, épandage de boues d'épuration) ; ces dernières contribuent largement à l'enrichissement du sol en cadmium et donc à la contamination des terres agricoles. Il se retrouve dans les effluents de nombreux processus de combustion tels que l'incinération des déchets. Le cadmium pénètre facilement dans les végétaux par leurs racines et il entre ainsi dans la chaîne alimentaire.

Dans les eaux douces de surface ou souterraines, en dehors des zones polluées, la concentration de cadmium est généralement faible (inférieure à 1 microgramme par litre). La pollution des eaux destinées à la consommation humaine peut résulter de celles des sols et des eaux naturelles, mais aussi du relargage du métal par les canalisations galvanisées (recouvertes de zinc pour protéger de la corrosion ; or le zinc peut contenir des impuretés de cadmium) et les soudures. [19]

I.1.1.1.8. Plomb

Le plomb fait partie de la grande famille des métaux lourds. Il est présent dans la croûte terrestre et dans tous les compartiments de la biosphère.

Le plomb est un métal de couleur gris, bleuâtre. Il est solide dans les conditions habituelles de température et de pression. Il est malléable, déformable, souple, et résiste bien à la corrosion et aux UV. En revanche, il conduit mal l'électricité.

Le plomb existe à l'état naturel dans le substrat rocheux, le sol, les sédiments, les eaux de surface, les eaux souterraines et l'eau de mer [20]. Parmi les métaux lourds dont le numéro atomique est supérieur à 60, le plomb est le plus abondant dans la croûte terrestre [21]. En raison de sa présence naturelle dans l'environnement, il est également présent de façon naturelle dans les aliments, à de faibles concentrations, suite à son absorption dans le sol par les plantes, dans l'eau et les sédiments par les poissons, et chez les plantes et les animaux qui consomment des plantes et d'autres animaux.

b). Effet sur la santé

Le plomb est un métal mou qui a eu beaucoup d'application au fil des ans. Il a été largement utilisé depuis 500 av-JC dans les produits en métaux, les câbles, les tuyaux mais aussi dans les peintures et les pesticides. Le plomb est l'un des quatre métaux les plus nocifs pour la santé. Il peut pénétrer dans le corps humain lors de l'ingestion de nourriture (65%), d'eau (20%) ou par l'air (15%).

Les aliments tels que les fruits, les végétaux, les viandes, les graines, les produits de la mer, les boissons sans alcool et le vin peuvent contenir des quantités significatives de plomb. Pour ce que l'on en sait le plomb n'effectue aucune fonction essentielle dans le corps humain, il a seulement des effets nocifs comme les problèmes aux reins, les fausses couches et la perturbation du système nerveux ...etc. [22]

c). Impact sur l'environnement

Le plomb est présent naturellement dans l'environnement. Cependant, la plupart des concentrations en plomb que l'on trouve dans l'environnement sont le résultat des activités

humaines. À cause de l'utilisation de plomb dans l'essence un cycle non naturel de plomb a été créé. Le plomb est brûlé dans les moteurs des voitures, ce qui crée des sels de plomb (chlorures, bromures, oxydes). Ces sels de plomb pénètrent dans l'environnement par l'intermédiaire des fumées d'échappement des voitures. Les particules les plus grandes retombent au sol immédiatement et polluent les sols ou les eaux de surface, les particules plus petites parcourent de longues distances dans l'air et restent dans l'atmosphère. Une partie de ce plomb retombe sur terre lorsqu'il pleut. Ce cycle du plomb provoqué par la production de l'homme est beaucoup plus étendu que le cycle naturel du plomb.

De ce fait la pollution au plomb est un problème mondial .Il n'y a pas seulement l'essence au plomb qui augmente les concentrations dans l'environnement, d'autres activités telles que la combustion de combustibles, des procédés industriels et la combustion des déchets solides, y contribuent aussi. [23]

I.1.1.1.9. Nickel

Le nickel est un métal tout à la fois très ancien et très jeune. Il est très ancien puisque dès la plus haute antiquité, l'homme a utilisé, pour fabriquer des armes du fer météorique.

Le nickel est également très jeune puisqu'il n'est entré dans l'industrie qu'au XIX^e siècle, bien après sa découverte par le chimiste Axel Cronstedt dans des minerais complexes de Suède vers 1750.

Le nickel pur est un métal gris-blanc, brillant, dur, à cassure fibreuse. Il est malléable (c'est-à-dire qu'il présente la propriété de pouvoir être facilement déformé par laminage), ductile (c'est-à-dire étirable en fils ou en barres, sans se rompre) et magnétique jusqu'à 353 °c environ. [24]

b). Effet sur la santé

Le nickel est un composé qui est présent dans l'environnement qu'à des concentrations très faibles. L'homme utilise le nickel pour différentes applications, la plus commune est l'utilisation du nickel comme composants de l'acier ou d'autres produits métalliques.

Notre consommation de nickel augmente lorsqu'on mange de grandes quantités de légumes provenant de sols contaminés. En effet on sait que les plantes assimilent le nickel. Les fumeurs ont des poumons qui voient passer plus de nickel que les non-fumeurs. Enfin, on peut trouver le nickel dans les détergents. L'homme peut être exposé au nickel en respirant, en buvant de l'eau, en consommant des aliments ou en fumant des cigarettes.

L'absorption de quantités trop importante de nickel peut avoir les conséquences suivantes :

- Plus de risque de développer un cancer des poumons, du larynx et de la prostate ;

- Nausées, vomissements et vertige après une exposition au gaz ;
- Embolies pulmonaires ;
- Échec respiratoire ;
- Échec de naissance ;
- Asthme et bronchite chronique ;
- Problèmes cardiaques.[25]

c). Impact sur l'environnement

Le nickel est relâché dans l'air par les centrales et les incinérateurs de déchets. Ensuite, il se dépose sur les sols ou retombe après réaction avec l'eau de pluie. Il faut en général un certain temps pour éliminer le nickel de l'air. Le nickel peut aussi finir dans les eaux de surfaces quand il est présent dans les eaux usées.

La part la plus importante du nickel relâché dans l'environnement est adsorbée par les sédiments et les particules du sol et devient par conséquent immobile. Cependant, dans les sols acides, le nickel devient plus mobile et il peut rejoindre les eaux souterraines. Il n'y a pas beaucoup d'informations disponibles sur les effets du nickel sur les organismes autres qu'humains. On sait que de hautes concentrations en nickel dans des sols sablonneux peuvent endommager les plantes et, de hautes concentrations en nickel dans les eaux de surface peuvent diminuer le taux de croissance des algues. Les micro-organismes peuvent aussi souffrir d'une diminution de croissance due à la présence de nickel mais, en général, après un certain temps, il développe une résistance au nickel.

Pour les animaux, le nickel est un aliment essentiel en petite quantité, mais il peut être dangereux lorsqu'on dépasse les quantités maximales tolérées. Il peut provoquer alors différents types de cancer à différents endroits du corps, et ce principalement chez les animaux vivant près des raffineries. [26]

I.1.1.1.10. Fer

C'est l'un des minéraux les plus abondants sur terre, dans la nature le fer se trouve le plus souvent sous forme d'oxydes ou en combinaison avec d'autres éléments.

Le fer est l'élément qui a aidé l'humanité à se hisser hors de l'âge de pierre et le conduit à la révolution industrielle. Il est capable de former des alliances avec nombre de ses voisins comme le cobalt, le nickel, le vanadium ou le manganèse. Il forme l'acier qui est la fondation de la société moderne. [27]

c). Impact sur l'environnement

Le Fer (III)-O-arsénite, pentahydrate peut être dangereux pour l'environnement. Une attention particulière devrait être portée aux plantes, à l'air et à l'eau. Il est fortement conseillé

de ne pas laisser entrer le produit chimique dans l'environnement parce qu'il persiste dans l'environnement. [28]

I.1.2. Généralité sur la contamination organique

I.1.2.1. Hydrocarbures

L'eau entraîne différents hydrocarbures ; des produits neufs ou des déchets, des huiles de vidange, des huiles à usage industriel. Ces pollutions ponctuelles d'origine accidentelle (ruptures de cuves de stockage d'essence, de fioul, de mazout, industrielles ou domestiques, rupture de pipeline, accidents de la circulation routière, ...) ont des effets variables selon la viscosité du produit renversé et la perméabilité des terrains traversés. Ces produits faiblement biodégradables peuvent polluer d'importants volumes d'eau par dissolution même à dose infinitésimale. À Cette densité relativement faible par rapport à l'eau forment des filtres de surface et empêchent toute oxygénation de celle-ci occasionnant des asphyxies de la faune et de la flore, ainsi que l'inconvénient principal est de développer des odeurs et des saveurs désagréable. [1]

Leur élimination fera appel à des procédés aussi bien physiques que biochimiques ; ils proviennent aussi bien de rejets domestiques qu'industriels. [29-30]

I.1.2.1.1. HPA (hydrocarbures polycycliques aromatiques) [31]

Les HPA sont composés de deux à cinq noyaux aromatiques associés d'une façon compacte. Les composés habituellement ciblés sont: le naphthalène, l'acénaphthène, le fluorène, le fluoranthène, le pyrène et le benzo(a)pyrène

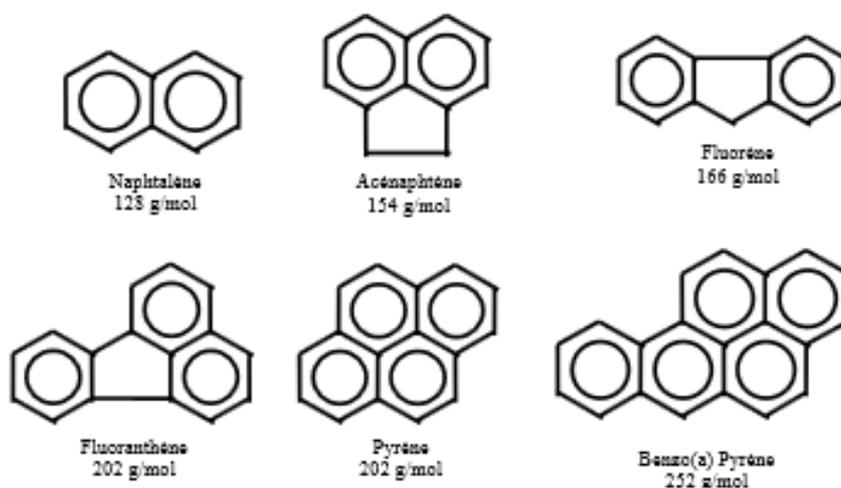


Figure I.1. Nom, poids moléculaire et structure des six Hydrocarbures polycycliques aromatiques (HPA) généralement ciblés.

Il y a trois sources possibles de HPA dans les boues :

- les HPA associés aux gaz d'échappement automobiles que l'on retrouve dans les eaux pluviales urbaines associés à ceux générés par l'usure des pneumatiques et ceux générés par l'asphalte, surtout à l'aval des zones de stationnement et axes de circulation,
- les HPA générés par les unités thermiques industrielles, au niveau des fumées et qui, à cause des précipitations, se retrouvent de manière diffuse au niveau du sol et s'ajoutent aux précédents dans les eaux pluviales,
- et les HPA associés à des déchets ou rejets de l'industrie que l'on retrouve anormalement dans les eaux usées (raccordements industriels).

Les HPA peuvent se concentrer fortement dans les boues et sont faiblement dégradés par les processus biologiques du traitement des eaux. Les HPA de bas poids moléculaire sont plus volatils et moins lipophiles que les HPA de haut poids moléculaire. Ces propriétés physico-chimiques vont déterminer le comportement de ces composés dans les sols après épandage des boues. Ainsi il apparaît que le transfert et la dégradation des HPA de bas poids moléculaire soit plus rapide que ceux de haut poids moléculaire.

Généralement plus le nombre de noyaux benzéniques est élevé plus le composé est résistant à la dégradation.

I.1.2.1.2. PCB (hydrocarbures polycycliques aromatiques halogénés de type polychlorobiphényles)

Ce sont des composés obtenus par chlorination des biphényles. Il y a à peu près 200 composés différenciés par leur niveau de chlorination.

Les PCB génèrent des PCDD/F (polychlorodibenzo-pdioxines / furannes) dans certaines conditions, quand ils sont brûlés par exemple. Il est également possible que les PCB s'accumulent dans l'environnement. Dans les boues, les PCB proviennent majoritairement d'huiles transformées.

Ils ont également comme origine des produits de la vie quotidienne, comme le papier ou l'alimentation, mais aussi de vieux appareils électriques. Ce sont des composés très stables physiquement, chimiquement et biologiquement. Ils sont lipophiles et ont tendance à se concentrer dans les boues et donc dans le matériel organique des sols. Ils peuvent être potentiellement dangereux pour les organismes vivants en raison de la grande toxicité de certains congénères et de la possibilité d'accumulation dans les tissus adipeux. Cependant, les PCB peuvent être biodégradés sous des conditions aérobies et anaérobies. Le taux de dégradation diminue généralement quand le nombre de chlore substitué augmente. Les teneurs moyennes en PCB dans les boues européennes varient entre 0 et 250 mg/kg MS. [31]

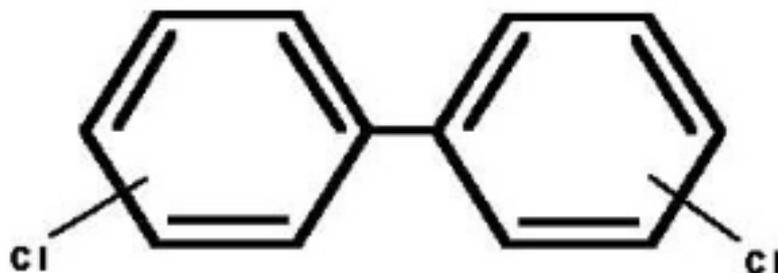


Figure I.2. Structure chimique des PCB

I.1.2.1.3. Tri-Butyl-Etain (TBT)

Les TBT font partie de la famille des composés organo-stanniques ou étain organique. Ils sont très toxiques pour les mollusques à des concentrations extrêmement faibles, on observe des modifications significatives de la sexualité des gastéropodes. Le tableau I.1. Représente les différentes sources des hydrocarbures.

Tableau I.1. Origine des micropolluants.

Hydrocarbure	Sources
HAP	Biosynthèse par des organismes vivants; Pyrolyse des matières organiques à haute température ; Usines de production d'Aluminium; Raffineries de pétrole; Rejets urbains; Utilisation des carburants fossiles (charbon, pétrole).
PCB	Pertes lors de remplissage et retraitement de systèmes clos (transformateurs, condensateurs); Activités liées à la récupération des matériaux ferreux; Rejets urbains et décharges de matériel usagé (additifs dans les peintures, les encres et les apprêts destinés aux revêtements muraux).
TBT	Matière active des peintures antisalissure de bateau.

I.1.2.2. Eléments nutritifs

Les éléments nutritifs proviennent des rejets des eaux usées et des effluents agricoles et industriels. Un apport excessif en substances nutritives (azote, carbone, phosphore) dégrade le milieu marin en augmentant la production des espèces aquatiques. Ces espèces provoquent un déséquilibre dans la production et la consommation de l'oxygène qui est accentuée par la décomposition de la matière organique morte. Ce

I.2. LES BOUES RESIDUAIRES

Ce sont des suspensions organiques ou minérales qui ne peuvent être rejetées dans le milieu naturel sans traitement préalable [32]. Les boues résiduairees représentent avant tout

une matière première composée de différents éléments (Matière organique, éléments fertilisants (N et P...), d'éléments traces métalliques, d'éléments traces organiques et d'agents pathogènes)

Les boues sont définies comme « les sédiments résiduaux des installations de traitement ou de prétraitement biologique, physique ou physico-chimique des eaux usées », la figure I.3. Représente les boues. [31]



Figure I.3. Les boues résiduaux

I.2.1 Matière organique

La concentration en matière organique peut varier de 30 à 80 %. La matière organique des boues est constituée de matières particulaires éliminées par gravité dans les boues primaires, des lipides (6 à 19 % de la matière organique), des polysaccharides, des protéines et des acides aminés (jusqu'à 33 % de la matière organique), de la lignine, ainsi que des produits de métabolisation et des corps microbiens résultant des traitements biologiques.

I.2.2 Eléments fertilisants et amendements

Selon la dose appliquée, les boues peuvent couvrir, en partie ou en totalité, les besoins des cultures en azote, en phosphore, en magnésie, calcium et en soufre ou peuvent aussi corriger des carences à l'exception de celle en potassium.

Les éléments en traces tels que le cuivre, le zinc, le chrome et le nickel présents dans les boues sont aussi indispensables au développement des végétaux et des animaux [33].

I.2.3. Nature et origine

- Boues de traitement primaire: produites par simple décantation des matières en suspension (MES) contenues dans les effluents liquides. Près de 70 % des MES peuvent ainsi être retenues.
- Boues de traitement physico-chimique: produites dans les stations de traitement physico-chimiques. Les flocculants minéraux et les coagulants organiques ajoutés lors de la floculation favorisent l'agglomération des matières organiques particulaires ou colloïdales contenues dans les effluents.
- Boues de traitement biologique: produites dans les stations de traitement biologiques, elles renferment essentiellement des résidus de bactéries. Les deux grands types de procédés biologiques par voie aérobie généralement mis en œuvre sont les boues activées et le lit bactérien [32]

I.2.4. Phénomènes de pollution

I.2.4.1. Evaporation

C'est la conséquence de volatilisation des composés chimiques légers (de faible masse molaire), comme les HAP, dont leur volatilité s'avère très contraignante pour l'environnement, du fait de leurs caractères toxiques.

I.2.4.2. Emulsification

Une emulsification est formée par l'action d'agents tensioactifs entre les phases d'huiles (ou d'autres matières organiques) et de l'eau, produisant ainsi une couche visqueuse et très persistante dans le temps, d'où sa dégradation prendra beaucoup de temps. [1]

I.2.4.3. Sédimentation

Elle concerne les composés de haute densité. On observe à partir de ce phénomène la formation d'une couche semi-solide (agrégat) difficilement biodégradable. Puis que les boues sont généralement stockées dans des borbiers (à l'air libre), ce milieu favorise l'action de microorganismes microbiens pour la dégradation de ces substances; d'où il y aura l'émission de CO₂ vers l'atmosphère. [1]

I.2.5. Caractéristiques des boues résiduelles

Les paramètres choisis pour illustrer les caractéristiques des boues résiduelles sont les définit comme suit :

I.2.5.1. Caractéristiques chimiques des boues

I.2.5.1.1. Concentration MES et concentration on MS

La pollution particulaire est due à la présence de particules de grande taille, supérieure à 10µm, en suspension dans l'eau, et que l'on peut assimiler aux matières en suspension (MES).

En fait, les matières en suspension ne sont des particules solides véritablement en suspension que dans des conditions moyennes d'écoulement des effluents correspondant à une vitesse minimale de 0,5 m/s. [34]

I.2.5.1.2. pH

Le pH d'une eau est dû à la concentration de cette eau en ions H^+ et OH^- une eau équilibrée aura un pH neutre de 7. Des variations trop élevées du pH par rapport à cette valeur moyenne de 7 constituent une pollution. Des eaux dont le pH présente de grands écarts par rapport à la neutralité sont polluées. [35]

I.2.5.1.3. Demande biochimique en oxygène (DBO)

La demande biochimique en oxygène représente la quantité d'oxygène nécessaire aux micro-organismes pour décomposer par oxydation les matières organiques contenues dans l'eau. Il s'agit donc d'une méthode d'évaluation de la fraction des composés organiques biodégradables, donc plus restrictive que les méthodes basées sur l'oxydation chimique et catalytique de toutes les matières organiques oxydables. [36]

I.2.5.1.4. Demande chimique en oxygène (DCO)

La DCO correspond à la quantité d'oxygène (en milligramme) qui a été consommée par voie chimique pour oxyder l'ensemble des matières oxydables présentes dans un échantillon d'eau de 1 litre (quelle que soit leur origine, organique, biodégradable ou non) ou minérale (fer ferreux, nitrites, ammonium, sulfate et chlorures). La DCO est particulièrement indiquée pour mesurer la pollution d'un effluent industriel. [37]

I.2.5.2. Caractéristiques physiques des boues

I.2.5.2.1. Viscosité

Les boues ne sont pas des liquides newtonien, on mesure leur viscosité en fonction de la contrainte de cisaillement (VISCOSITE DE BINGHAM), cette viscosité permet de définir leurs caractères thixotropiques (aptitude à se prendre en masse au repos et de devenir fluide après brassage) qui est important pour leur transport [38]

I.2.5.2.2. Conductivité électrique (CE)

La conductivité permet d'évaluer rapidement et approximativement la minéralisation globale de l'eau. La mesure de conductivité est réalisée en mesurant la conductance d'une eau entre 2 électrodes métalliques, elle est l'inverse de la résistivité électrique. [39]

I.2.6. Généralités sur les traitements de boues

Le procédé de traitement des boues résiduaires et de ses dérivés obtenues au stockage consiste à éliminer en toute sécurité l'ensemble des composés présents dans cette boue et qui sont toxique et actives (polluants).

Il est à noter que l'élimination finale de tous les déchets toxiques, nuisibles ou polluants est régie par un certain nombre des textes et décrets donc tout procédé de traitement est réalisé dans le but de permettre la récupération des boues provenant des bacs de stockages en général, des pipe-line des pétroliers et installations.

Certains procédés de traitement des boues, parmi eux sont cités :

- Mélange des boues dans le béton.
- Désagrégation atmosphérique des boues.
- Incinération des boues.
- Mélange des boues avec une matière inerte.
- Centrifugeuse des boues.

I.2.6.1. Mélange des boues dans le béton

Cette méthode permet d'enfermer matériellement les composés de plomb sous une forme inoffensive. Au début, il y aura quelques diffusions de vapeur de plomb alkyle provenant du bloc mais des essais ont vérifié que si la méthode est appliquée avec une boue type, le taux de plomb organique dans l'air au voisinage immédiat de la boue, tombera au bout de sept jours, au-dessous de C-M-A (concentration maximale admise). Egalement, il n'y aura aucun risque de filtration de composé soluble de plomb ou de poussière porteuse de plomb.

La quantité totale de plomb dans le béton sera pratiquement inférieure à 0.25% en masse et par conséquent le rejet sur des emplacements contrôlés sera sans danger.

Cette méthode de mélange de la boue dans le béton est la première à envisager pour les produits qui doivent rester sur les lieux de la raffinerie ou du parc de stockage.

I.2.6.2. Désagrégation atmosphérique des boues

La désagrégation atmosphérique est une méthode pour réduire seulement la teneur en plomb organique de la boue; elle ne réduit pas la teneur total en plomb. La méthode doit être appliquée sur les lieux de la raffinerie ou du parc de stockage sous un contrôle très strict. Afin de permettre un rejet en toute sécurité sur des emplacements contrôlés, il est désirable de réduire la teneur en plomb organique, et en suite de réduire le pourcentage total de plomb à une valeur inférieur à 0.25%. Ce dernier résultat peut être obtenu par des mélanges avec des solides inoffensifs comme de la terre ou du sable.

I.2.6.3. Incinération

L'incinération est un procédé onéreux estimé à des sommes d'environ 250-500 euro/tonnes pour le nettoyage, le transport et l'incinération de ces résidus est une méthode extrêmement efficace pour réduire la teneur en plomb organique de la boue.

La boue qui a été brûlée contient encore des composés non organiques de plomb et nécessite une dilution pour réduire la teneur totale en plomb avant qu'elle puisse être enterrée sur un emplacement anonyme.

I.2.6.4. Mélange des boues avec une matière inerte

Après que la teneur en plomb organique a été réduite par désagrégation atmosphérique ou incinération, la boue peut nécessiter un traitement supplémentaire pour réduire sa teneur totale en plomb, ceci ne concerne pas la boue incorporée dans du béton.

Comme les densités des solides inertes (par exemple du sable ou de la terre) sont sensiblement égales, il est sans importance que le mélange soit fait en poids ou en volume.

Evacuation des boues non traitées. Quelques directions de raffinerie ou de parc de stockages, peuvent ne pas désirer s'occuper elle mêmes des traitements écrits ci-dessous pour réduire la toxicité des boues d'essence au plomb ; mais voudraient s'en débarrasser dès qu'elles sont sorties des réservoirs. Dans ce cas, il est nécessaire de trouver un entrepreneur qui consente à enlever les résidus toxiques et des opérateurs qui consentent et qui sont qualifiés pour les verser à la décharge.

Il est évident que l'entrepreneur qui pratique l'enlèvement et l'ouvrier de la décharge soient conscient des dangers que présentent la boue d'essence au plomb, et qu'ils prennent les précautions nécessaires en la manipulant et que l'opérateur de la décharge en particulier ait obtenu l'autorisation nécessaire pour vider les résidus en conformité avec les règlements locaux et gouvernementaux. [40]

I.2.7. Stabilisation/Solidification de déchets dangereux

I.2.7.1. Généralités

Les procédés de Stabilisation/Solidification sont des procédés intéressants, car, avant de stocker et/ou d'utiliser un déchet, ils permettent de diminuer grandement ses grandes quantités ainsi que leurs caractères polluant toxiques. Le terme Stabilisation/Solidification combine en fait deux fonctions différentes :

- **Stabilisation**

Qui se traduit par une fixation chimique des polluants : elle désigne l'ensemble des mécanismes permettant de mettre les polluants contenus dans le résidu sous une forme stable, peu soluble et peu mobilisable par l'environnement ;

- **Solidification**

Qui se traduit par la transformation du résidu traité (pulvérulent, pâteux, granuleux...etc.) en une matrice peu poreuse et peu perméable, par réaction (ou non) avec un ou plusieurs réactifs intervenant dans le procédé. La solidification, si elle est dissociée d'une stabilisation, peut être considérée comme une encapsulation, qui a pour principal effet de limiter l'interface entre le déchet et le milieu extérieur, donc de réduire le passage en solution des polluants, tant que la structure du matériau reste intègre. Elle a en outre pour effet d'améliorer les propriétés physiques et mécaniques du déchet, si bien que le déchet traité se présente sous la forme d'un solide massif.

Les traitements de Stabilisation/Solidification ont donc comme objectifs:

- De réduire la solubilité des polluants contenus initialement dans le déchet ;
- D'améliorer les propriétés physiques du déchet, afin d'en faciliter la manipulation et/ou le stockage et d'en réduire la perméabilité ;
- De limiter l'interface entre le déchet et le milieu extérieur, l'eau en particulier, principal vecteur potentiel de pollution vers l'environnement. [41]

I.2.7.2. Stabilisation/Solidification par un liant hydraulique

La Stabilisation/Solidification (S/S) par les liants hydrauliques a été utilisée pour traiter les déchets nucléaires dans les années 1950, puis elle a été largement appliquée aux déchets dangereux au début des années 1970. Les principes scientifiques de la technologie de stabilisation/solidification à l'aide des liants hydrauliques ont été introduits par Pojasek. La technique de S/S a été identifiée par l'EPA des Etats-Unis comme la meilleure technologie disponible pour 57 types de déchets dangereux réglementés et elle est l'une des technologies les plus couramment appliquées sur les sites super fundaux États-Unis, elle est appliquée sur 24% des sites entre 1982 et 2002. Barth et al. ont montré que l'utilisation de ciment et/ou des matériaux pouzzolaniques comme liants dans la stabilisation des déchets contenant des polluants a été efficace pour réduire le lessivage et le danger de ces polluants. La simplicité de la mise en œuvre de ce procédé, la disponibilité des liants hydrauliques (ciment), son faible coût, une résistance mécanique élevée, la capacité de rétention chimique des polluants à l'intérieur des phases, une faible perméabilité et une durabilité relativement élevée ont rendu cette technique fiable pour la gestion des déchets ultimes.

I.2.7.3. Mécanismes de rétention des polluants au sein de la matrice cimentaire [42]

L'hydratation du ciment en présence des polluants est complexe. Au cours de l'hydratation, les espèces polluantes sont piégées dans la structure du ciment, cela diminue physiquement leur mobilité. Aussi, elles peuvent réagir avec les phases de ciment pendant les

réactions de l'hydratation, cela donne la naissance des phases complexes, moins solubles et immobiles. Les études recensées concernent majoritairement la rétention des métaux au sein de la matrice ciment. Les principaux phénomènes de piégeage des polluants contenus dans les déchets sont les suivants:

- **Précipitation**

Le milieu fortement basique et riche en cations Ca^{2+} de la matrice de ciment autorise la précipitation d'hydroxydes métalliques ou de sels de calcium ;

- **Adsorption**

Les C-S-H présentent effectivement une grande surface spécifique et, en milieu basique, des charges négatives superficielles non compensées, ces derniers favorisent l'adsorption des composés exogènes à la surface des hydrates et surtout à la surface des C-S-H

- **Intégration dans les hydrates**

Au cours de l'hydratation les polluants, en solution, peuvent être incorporés en tant qu'impuretés dans le réseau cristallin des hydrates. Tous les hydrates peuvent intégrer des particules par substitution, de l'aluminium ou du calcium dans tous les cas, des sulfates pour les monosulfates et l'ettringite, du fer et du silicium pour le C-S-H.

- **Piégeage mécanique**

Des contaminants métalliques peuvent agir comme centre de nucléation et rester piégés dans les hydrates ainsi formés. [42]

I.2.8. Caractérisation du comportement à la lixiviation ; Tests de lixiviation choisis

Les tests de lixiviation appliqués aux déchets ou aux déchets stabilisés/solidifiés sont actuellement indispensables pour aider à la prédiction du comportement de ces matériaux à long terme et pour la possibilité d'acceptation d'un déchet stabilisé dans un centre des stockages. Ces tests permettent la caractérisation physico-chimique des déchets sous forme granulaire ou massive (généralisé par un procédé de solidification) [31] et l'identification des principaux mécanismes contrôlant le relargage. Des tests de lixiviation spécifiques sont effectués afin de simuler le comportement à la lixiviation des matériaux stabilisés/solidifiés ou de déchets en conditions réelles d'utilisation ou de stockage. [42]

I.2.8.1. Tests destinés à la caractérisation des propriétés intrinsèques des matériaux (tests d'extraction)

I.2.8.1.1. Test de l'influence du pH sur la solubilisation des polluants (IpH)

Ce test a pour but la détermination de la solubilisation des espèces chimiques en fonction du pH, ainsi que la capacité du matériau de neutraliser les solutions acides ou basiques auxquelles il est soumis. [43]

I.2.8.1.2. Test de l'Eau des Pores (EP)

On distingue plusieurs méthodes de caractérisation de l'eau des pores. L'une consiste l'extraction de l'eau des pores du matériau et de l'analyser.

La méthode présentée ici reproduit des ratios L/S décroissants nous permettant d'extrapoler les résultats de solubilisation d'une quantité des espèces contenues dans le matériau dans un volume de liquide correspondant à la porosité du bloc monolithique. [43]

I.2.8.1.3. Test de la Fraction Maximale Mobilisable(FMM)

La fraction maximale mobilisable a été considérée comme la donnée absolue de caractérisation des matériaux stabilisés. Puis elle a fait l'objet de nombreuses remises en causes et l'intérêt de la prise en compte du scénario a été montré. Cependant dans une démarche de modélisation on a parfois besoin de déterminer le contenu total lixiviable.

I.2.8.2. Tests destinés à la caractérisation des mécanismes de transfert en solution des polluants (Test de Lixiviation sur Monolithe (TLM))

L'objectif du test est l'étude du relargage des polluants contenus dans un monolithe poreux avec renouvellement périodique de la solution en contact avec le matériau. [44]

Nous mettons en place des tests dynamiques qui se caractérisent par un fort renouvellement en lixiviant suivie par la macération qui incluent éventuellement un phénomène de saturation du lixiviant.

Les tests de lixiviation effectués sur les blocs monolithiques sont conformes à la Procédure d'Evaluation Approfondie des Procédés de stabilisation/solidification à base de liants hydrauliques. [43]

I.3. Généralité sur centre d'enfouissement technique(CET)

I.3.1. Définition

Centre d'enfouissement technique (CET) ou centre de stockage des déchets (CSD) est un ensemble de << casiers >> divisés en alvéoles, indépendants sur le plan hydraulique et entourés de disques étanches. Les lixiviats sont récupérés, traités par l'épuration des eaux fondé sur la desentrappisation et envoyés en station d'épuration. La réglementation est très stricte.

- ❖ Les centres d'enfouissement technique sont définis comme << un site d'élimination des déchets par dépôt des déchets sur ou dans la terre (c'est à dire en sous sol)>> [45]
- ❖ Un CET est une installation (classée) qui réceptionne les déchets ménagers pour les

enfouir dans des fosses appelées « Casiers d'enfouissement ».

Le CET est composé de [45] :

- ❖ Une zone de service où le contrôle, l'admission et la pesée des déchets se font. Cette zone abrite également les bureaux, vestiaires et autres locaux.
- ❖ La zone d'enfouissement qui comporte les casiers d'enfouissement et la station de traitement des lixiviats (liquides émanant des déchets).

I.3.2. Classification des Centres d'enfouissement technique [46]:

En Algérie et dans la plupart des pays européens les CET sont administrativement Classés en trois catégories, sur la base du coefficient de perméabilité K du substrat.

Divisées en trois classes :

- ✓ Classe 1 : réservée aux déchets industriels spéciaux au toxiques.
- ✓ Classe 2 : réservée aux déchets ménagers et assimilés.
« La durée de vie d'un CET classe II varie de 15 à 30 ans »
- ✓ Classe 3 : réservée aux déchets inertes.

Catégorie	Déchets Admissibles	Perméabilité K	Caractérisation du site
Classe I	Déchets spéciaux	$K < 10^{-9}$ m/s Sur 5m Site imperméable	1. Fond imperméable, 2. Conception de l'alvéole garantissant les écoulements vers un point bas, 3. Implantation d'un ouvrage, de contournement évitant l'entrée des eaux superficielles,
Classe II	Ordures ménagères et déchets assimilés	$10^{-9} < K < 10^{-6}$ m/s Sur 1 m Site semi imperméable	1. Capacité du site à s'assurer une épuration des lixiviats, 2. Infiltrations modérées, écoulements vers un point bas, 3. Protection des eaux souterraines contre les risques de pollution.
Classe III	Déchets inertes	Site perméable $K > 10^{-6}$ m/s Sur 1m	Migration trop rapide des lixiviats constituant un risque élevé de la pollution des nappes phréatiques.

Tableau I.2.: Principales classes de CET [45]

La dégradation est liée à des réactions bio-physico-chimiques complexes. Une partie des produits de la dégradation se retrouve en phase gazeuse, le biogaz, l'autre est transportée par les eaux de pluie qui s'infiltrent dans les déchets, le lixiviat.

I.7. CONCLUSION

Dans cette étude bibliographique, nous avons présenté et analysé les phénomènes de lixiviation des matériaux cimentaires ainsi que les différentes conditions d'essai permettant la détérioration de ces matériaux. Les différentes conditions d'essai employées par les chercheurs à travers le monde nous ont éclairés sur les mécanismes de dégradation et leurs conséquences sur les propriétés des matériaux cimentaires lorsqu'ils sont en contact avec une solution agressive.

CHAPITRE II**PROTOCOLES EXPERIMENTAUX ET TECHNIQUES D'ANALYSE**

Dans ce chapitre, nous présentons les techniques analytiques ainsi que les protocoles expérimentaux utilisés.

En premier lieu, nous donnerons une présentation générale du centre d'enfouissement technique de SIDI-BOUDERHAM.

Nous présentons en deuxième lieu, les différentes techniques et méthodes d'analyses de caractérisation des boues de CET.

En troisième lieu, nous donnerons un aperçu sur la localisation des stations de prélèvement et les détails des protocoles expérimentaux auxquelles on s'est référé pour doser les paramètres physico-chimiques.

II.1. Présentation du centre d'enfouissement technique**II.1.1. Historique**

Le Centre d'Enfouissement Technique de Bejaia est un CET de classe II, sa réception remonte à 2012, par contre son exploitation a débuté en Aout 2015. Ce retard est dû à l'absence d'un accès praticable « route nom bitumée », qui a été réalisé par la DTP en 2015.

Le CET se situe sur les hauteurs de SIDI-BOUDERHAM commune de Bejaia, sa superficie s'étend sur 32 hectare.

Le CET contient 01 casier d'un volume de 200 000 m³ et une durée de vie d'environ 04 ans [46].

D'autres casiers sont à prévoir et autres réalisations comme un bâtiment technique, administration et un poste de contrôle, la commune desservie par le CET est la commune de Bejaia, le nombre des habitants desservis sont 194 930 hab. la quantité des déchets enfouis par jour est de 153t/j et 55845t/an. [47]

II.1.2. Situation géographique

Le Centre d'Enfouissement Technique de SIDI-BOUDERHAM se situe selon ces coordonnées 36°43'27.4''N 5°00'50.3'' dans un territoire appartenant à la commune de Bejaia, dans un secteur occupant le piémont du massif forestier de Adrar SIDI-BOUDERHAM à 4 Km à l'Ouest de la ville de Bejaia et à 2.3 Km au Nord-est de l'agglomération chef-lieu de Oued Ghir.

Le CET occupe une superficie de l'ordre de 32 hectares et se localisent aux environs du lieu-dit « Ighzer Ou Zemmour » au Sud du Douar Smenda à 1.1 Km du chemin

communale reliant les différents Douars (Khaéra, Smenda, Ifithaouene) à la ville de Bejaia et à 2 Kilomètres de la route national 12 reliant Oued Ghir Bejaia.

L'implantation de ce site est conforme aux exigences environnementales qui consistent sur les critères du choix de terrain et la perméabilité du sol, qui se composent en général de flysch. [46]

II.1.2.1. Géologie du site

La formation géologique servant d'assise au versant du site du CET est constituée par flysch oligocène composée par des grés en gros banc réguliers, quartzeux ou friables qui sont souvent ferrugineux avec des lits schisteux.

La matrice enveloppant le matériel gréseux est en général argileuse, donc imperméable aux eaux de ruissellement. [46]

II.1.2.3. Hydrographie

Le site du centre d'enfouissement technique de Bejaia est drainé par l'oued Ighzer Ouzemour qui est de type intermittent.

Ce dernier joue un rôle de collecteur principale où viennent se jeter les eaux de ruissellement qui drainent le versant Ouest d'Adrar Boudersham, pour ensuite finir leurs parcours en bas dans le Oued Soummam qui se trouve à une distance d'environ 3.5 Kilomètre.

En revanche, la nature lithologique de ce type de flysch ne permet pas le développement d'aquifère dans la d'étude, de plus l'altération du flysch lui-même donne naissance à un résidu d'altération de type marneux- argileux.

En conséquence, la nature minéralogique de ces formations d'altération ne participe en aucune manière à la réunion de conditions adéquates pour la constitution des zones susceptibles d'être aquifères. [46]

II.1.3. Biogéographie

Sur le plan biogéographique, le site concerné par la présente note se trouve dans milieu humide, suivant les années, et reçoit une tranche pluviométrique supérieure à 970 mm en moyenne annuelle.

L'expression biogéographique de ce climat se traduit sur le terrain par des essences végétales bien adaptées à ce type de milieu. [46]

II.1.3.1. La flore

Au niveau du site du projet il existe et de façon très clairsemée et disparate que des formations artificialisées : olivier, acacia, eucalyptus et à proximité des constructions et des petits vergers.

Quant à la flore environnante, elle donne l'image d'un maquis de plus en plus dégradé au fur et à mesure que l'on s'approche de la mer.

Ce maquis en garrigue à chêne Kermes domine la majeure partie du paysage. C'est un groupement relativement pauvre en espèce et on y trouve principalement : *Ampelodesma mauritanica*, *Calicatum spinosa*, en *Cistus monspelliensis* et fréquemment le *buplenarum fruticosum*.

L'espèce dominante après les incendies et le débroussaillage est l'*Amoelodma mauritanica*. [46]

II.1.3.2. La faune

D'après les études faites dans la région et particulièrement au niveau du parc GOURAYA qui se trouve à quelque Kilomètre du site du projet, la faune n'est pas très abondante mais assez variée. [46]

II.1.3.3. Climatologie

Le climat de la zone d'étude est de type subhumide méditerranéen, caractérisée par un hiver pluvieux et doux et un été sec et chaud.

En effet, les facteurs climatiques interviennent dans les processus de transformation (Biodégradation) et la diffusion de polluants sont les pluies, les températures et vent. [46]

II.1.3.4. Topographie

Le relief du secteur du centre d'enfouissement technique est très simple, il se situe dans sa totalité dans le cadre du versant Ouest du massif forestier d'Adrar SIDI-BOUDERHAM à l'Ouest de la ville de Bejaia, à 2 Km de la vallée et à 2.5 Km environ au Nord de Oued Soummam. C'est un site qui se développe sur un relief à caractère collinaire, un relief qui joue le rôle de liaison entre la vallée de la Soummam au sud et le domaine montagneux au Nord.

Les altitudes ici varient de 150 m au niveau du piémont à 500 sur les hauteurs. Les points les plus hauts culminent dans cette zone à 501 m dans la forêt de SIDI-BOUDERHAM.

Quant aux altitudes autour du site du Centre d'Enfouissement Technique, elles varient entre 310 m à l'aval, et 400 m à l'amont, au niveau du maquis dégradé.

Le relief de ce site est accidenté ou les pentes sont généralement moyenne à fortes, elles varient de 10° à 20° à l'aval et de 20° à plus de 30° à l'amont. [46]

II.2. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

II.2.1. Préparation mécanique et échantillonnage

Avant de procéder à une analyse quelconque de la boue, celui-ci subit un traitement mécanique qui représente la phase la plus délicate pour obtenir un échantillon représentatif. Pour atteindre ce but, nous appliquons les différents procédés mécaniques suivants :

II.2.1.1. Séchage

Dans une étuve (figure II.1 à II.4), la boue est sèche à 105°C pendant 24h jusqu'à élimination total de l'humidité.



Figure II. 3. Boue humide.

Figure II.4. Boue sèche.

II.2.1.2. Concassage

Le concassage est un traitement mécanique qui sert à réduire le diamètre des grains des matières premières à un diamètre inférieur, grâce à un concasseur. Le diamètre de la particule de la boue après séchage est très grand, à l'aide de concassage, le diamètre des grains subit une réduction jusqu'à environ 2 mm. Pour réaliser cette réduction nous avons utilisé le concasseur disponible au laboratoire LTMGP représenté dans la figure II.5.



Figure II.5. Concasseur.

II.2.1.3. Broyage

Le broyage de l'échantillon a été effectué avec un mortier jusqu'à atteint diamètre $d < 1.6\text{mm}$.

II.2.1.4. Tamisage

Le tamisage permet de séparer les matériaux en fonctions des classes granulaires définies par la cote de la maille carrée du tamis. En pratique, la détermination de la distribution granulométrique ce fait par classement dimensionnel à travers une série de tamis (AFNOR) d'ouverture de mailles décroissantes. La tamiseuse utilisé ou cours de notre travail et celle du laboratoire (figure II.6) qui est de type AS200 basic. Retsch ; illustré dans la figure II.6 constituée de cinq tamis d'ouverture suivante (1.6mm, 1.25mm, 500 μm , 315 μm , 200 μm).



Figure II.6.Tamiseuse.

II.2.1.5. Analyse granulométrique

La granulométrie est l'étude de la répartition des éléments selon leur taille par tamisage.

Après avoir concassé les échantillons de sol à $< 1.6\text{ mm}$, on effectue leur tamisage par un vibre-tamis constitué de 5 tamis, et après chaque tamisage on pèse la quantité de l'échantillon retenu dans chaque tamis.

II.2.1.6. Echantillonnage

Notre échantillonnage a été effectué au niveau du Centre d'Enfouissement Technique de Bejaia. Nous avons prélevé trois échantillons, $P_{B1.1}$, $P_{B1.2}$ et $P_{B1.3}$, au niveau du deuxième bassin afin d'obtenir un échantillon homogène. Les points de prélèvements sont représentés sur la figure II.7 et II.8

Afin de réaliser notre échantillonnage, nous avons utilisé une pioche en bronze, une pelle en bronze, des sacs en plastique. L'homogénéisation de ces échantillons a été effectuée dans le laboratoire à l'aide d'une spatule de matériau non contaminé.

Les trois prélèvements ont été réalisés sur une profondeur de 0.5 m par rapport à la surface. La quantité de la boue prélevée est environ de 5000 g pour qu'il soit suffisamment représentatif.

L'échantillon a été conservé dans une glacière gardant la température à 4°C pendant le transport au laboratoire et cela pour ne pas altérer l'échantillon.

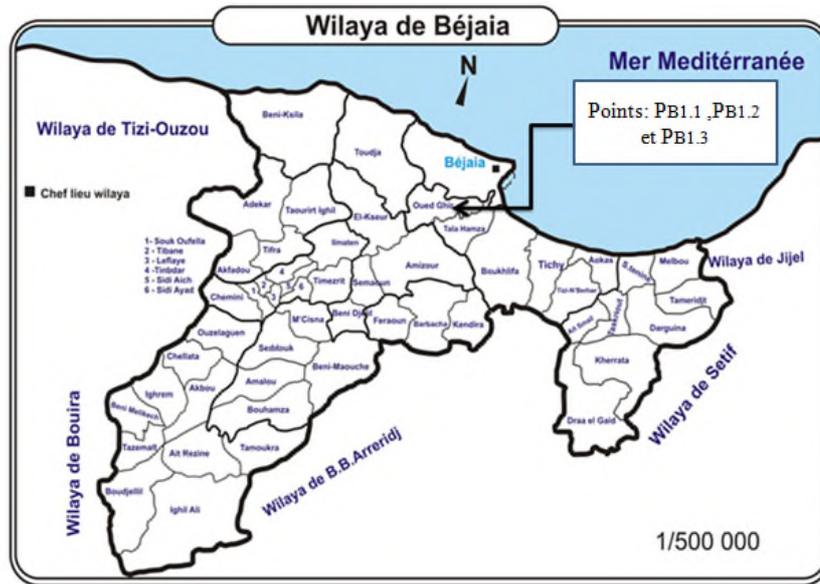


Figure III.7. Site de l'échantillonnage.



Figure II.8. Vue Google - Points de prélèvement.

Avant procéder à une analyse quelconque de la boue, celui-ci subit un traitement mécanique qui représente la phase la plus délicate pour obtenir un échantillon représentatif. La représentativité de notre échantillon est illustrée dans la figure II.9.

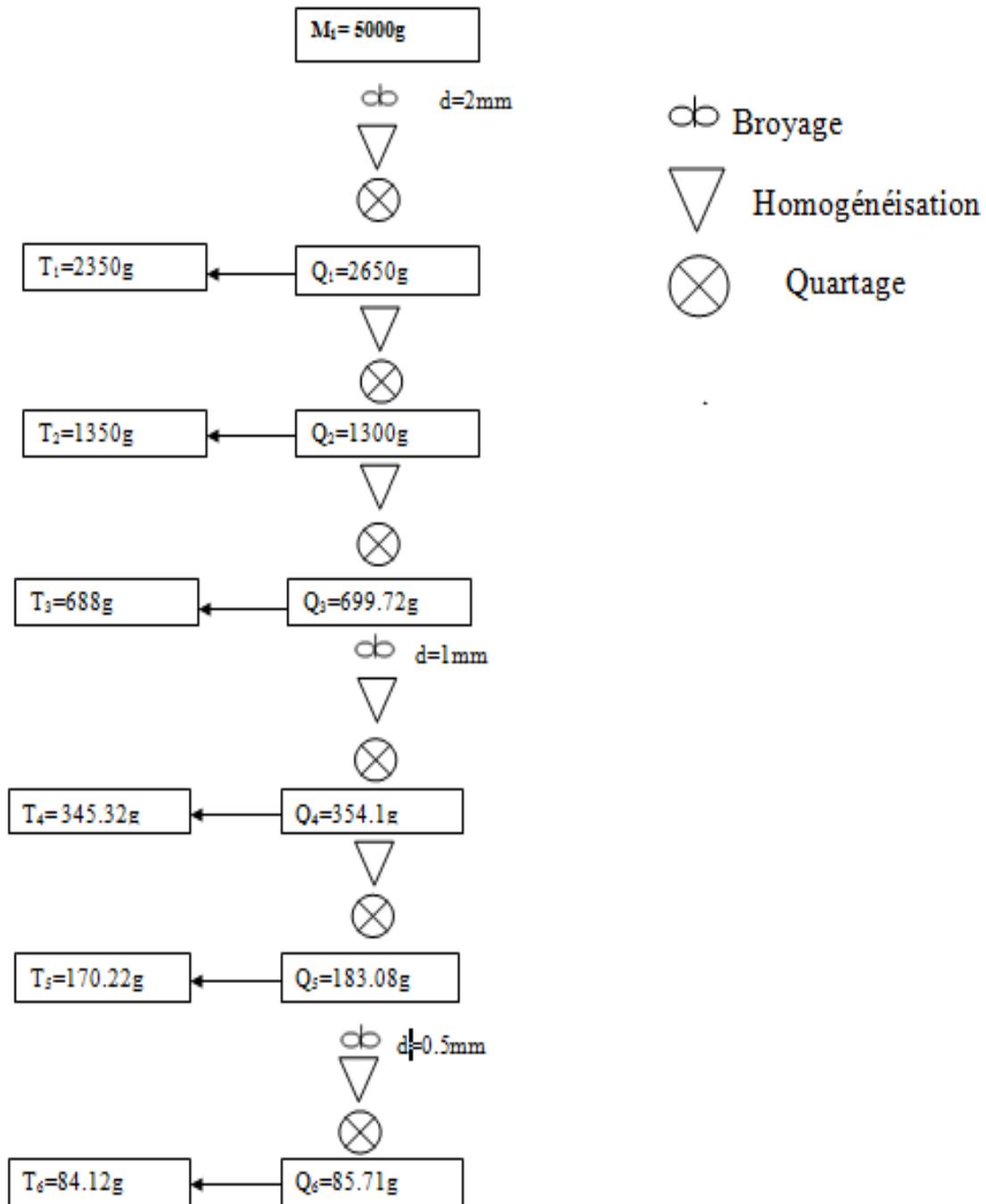


Figure II.9. Organigramme de préparation mécanique de nos échantillons.

II.2.1.7. Homogénéisation et quartage

C'est une opération indispensable pour une meilleure représentativité de l'échantillon.

Avant cette opération, il est nécessaire de procéder à une homogénéisation qui est un procédé mécanique qui consiste à mélanger l'échantillon à la main de manière à le rendre homogène.

La matière finement broyer est mise en forme d'un cercle partage en quatre parties égale dont nous prenons les deux parties opposés c'est une opération de réduction de poids de l'échantillon souhaiter pour l'analyse (figure II.10). Sa réalisation, nécessite l'application de la loi de Richard donnée par la relation suivante :

$$Q_i \geq kd^2 \dots\dots\dots \text{II.1}$$

$$m \leq Q_i / kd^2 \dots\dots\dots \text{II.2}$$

$$m = 2^n$$

Avec :

Q_i : masse initiale à quarter,

m : masse déterminant le nombre de quartage, utilisée comme moyen de vérification ;

d : diamètre de plus gros grain ;

k : coefficient de répartition de la minéralisation (matériau hétérogène; $k = 0,1$) ;

n : nombre de quartage.

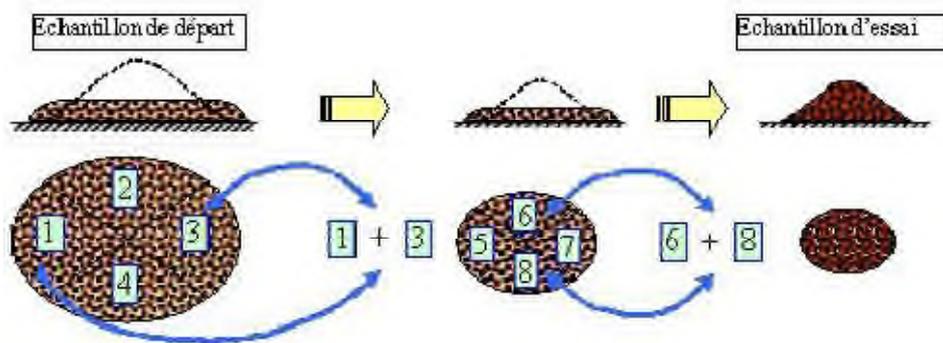


Figure II.10. Opération de quartage.

II.2.2. Méthodes de caractérisation de la boue

II.2.2.1. Potentiel Hydrogène (pH)

Le pH est représente la concentration en ions H^+ dissocié présent dans la solution de la boue à un instant donné, en équilibre avec les radicaux qui les ont libérés avec les autres ions dans le milieu. Le pH est le logarithme décimal de l'inverse de la concentration d'une solution en ion H^+ donné par la relation II.3 Le pH varie de 0 a 14 ; suivant qu'il supérieur ou inférieur à 7 ; la solution est basique ou acide.

$$pH = \text{Log}_{10} (1/ H^+) \dots\dots\dots \text{II.3}$$

➤ **Mode opératoire**

Pour la mesure de pH eau, 10 g de boue sont mis en suspension dans 25 ml d'eau distillée, agités pendant 1h puis laissés au repos pendant 2h. Le pH est ensuite mesuré dans le

filtrat à l'aide d'un pH-mètre. Le pH eau mesure l'acidité réelle et prend en compte les ions H_3O^+ libres dans la solution de boue. [47]

II.2.2.2. Conductivité Electrique (CE)

Quant à la mesure de conductivité électrique, un échantillon de boue sèche de granulométrie 500 μm , a été introduite dans l'eau distillée avec un rapport d'extraction de 1/10 (m/v), à l'aide de conductivité mètre. [47]

II.2.2.3. La matière sèche

➤ Mode opératoire

Placer durant au moins 30 min une capsule d'évaporation ou un creuset vide dans l'étuve de séchage réglée à 105 °C. Après refroidissement à la température ambiante dans le dessiccateur, peser à 1 mg près, la capsule (m_a).

En fonction de la teneur en eau présumée, peser dans la capsule d'évaporation ou le creuset une quantité appropriée (m_b) de boues, de telle sorte que la matière sèche obtenue ait une masse au moins égale à 0,5 g.

Placer la capsule d'évaporation ou le creuset contenant l'échantillon dans l'étuve de séchage réglée à 105 °C jusqu'à ce que le résidu apparaisse sec, généralement toute une nuit.

Après refroidissement dans le dessiccateur, peser une première fois la capsule d'évaporation ou le creuset et son contenu, (m_c). [41]

Calculer la teneur en matière sèche (W_{dr}), exprimées en pourcentage en masse à partir des formules suivantes :

$$W_{dr} \% = [(m_c - m_a) / (m_b - m_a)] * 100 \dots \dots \dots \text{II.4}$$

- W_{dr} : est la teneur en matière sèche de l'échantillon de boues, en pour cent ;
- m_a : est la masse de la capsule d'évaporation ou du creuset vide, en grammes ;
- m_b : est la masse de la capsule d'évaporation ou du creuset contenant l'échantillon de boues, en grammes ;
- m_c : est la masse de la capsule d'évaporation ou du creuset contenant la matière sèche de l'échantillon de boues, en grammes. [41]

II.2.2.4. Dosage de carbone organique total

➤ Principe de la détermination de la matière organique

Le taux de matière organique est déterminé après calcination de l'échantillon au four pendant 6 heures à 600 °C, l'augmentation de température se fait par paliers thermiques, pour éviter la perte de l'échantillon par projection suite à sa brusque combustion.

➤ Mode opératoire

- On a prélevé 2 g de la boue humide et on le place dans un creuset, on porte le creuset à l'étuve à 105° C pendant 24h. On retire le creuset et on le laisse refroidir dans un dessiccateur puis on le pèse.

- On porte le creuset au four à 600° C pendant 6h, on retire le creuset et on le laisse refroidir dans un dessiccateur puis on le pèse à nouveau.

➤ **Expression des résultats**

La MO est exprimée en pourcentage (%) massique et elle est égal à :

$$MO(\%) = 100 \times (Ps - Pc) / Ps \dots \dots \dots \text{II.5}$$

Où :

Ps : Poids de l'échantillon sec

Pc : Poids de l'échantillon après calcination

A partir des % de MO nous pouvons déterminer les pourcentages de COT (carbone organique total), ainsi en appliquant la relation suivante :

$$MO(\%) = COT(\%) \times 1,8 \dots \dots \dots \text{II.6}$$

Le calcul est basé sur le fait que la MO est constituée de presque 55,5% de carbone. [48]

II.2.2.5. Demande chimique en oxygène (DCO)

La demande chimique en oxygène (DCO) est la quantité d'oxygène consommée par les matières existant dans l'eau et oxydable dans des conditions opératoires définies. En fait la mesure correspond à une estimation des matières oxydables présente dans le sol, quelle que soit leur origine organique ou minérale (fer ferreux, nitrites, ammonium, sulfures et chlorures). La détermination de la DCO est faite avec une DCO-mètre de type : BEHROTEST TRS200.

➤ **Principe**

Dans des conditions définies, certaines matière contenues dans l'eau sont oxydées à l'ébullition (120°C) par un excès de dichromate de potassium, en milieu acide et en présence de sulfate d'argent jouant le rôle de catalyseur d'oxydation et de sulfate de mercure permettant de complexer les ions chlorure. L'excès de dichromate de potassium est dosé par le sulfate de fer et d'ammonium.

Les matières oxydables (et en particulier les matières organiques) de l'échantillon sont oxydées par le dichromate de potassium dans les conditions précitées.

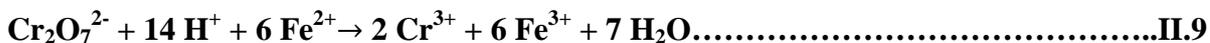
Le dichromate de potassium est réduit :



Le dichromate de potassium résiduel est dosé par une solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium (donc de Fe²⁺), en présence de ferroïne (indicateur d'oxydoréduction) :



La réaction globale du dosage est la suivante :



Il est alors possible de déterminer la quantité de dichromate de potassium consommé lors de l'essai et d'en déduire la quantité d'oxygène équivalente.

Pour limiter l'interférence des chlorures, on ajoute du sulfate de mercure, qui conduit à la formation de chloromercurate (II), soluble et peu oxydable :



➤ **Vérification de titre de la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium**

Dans un bécher, mettre 5 ml de dichromate de potassium 0.04 mol/l. Ajouter 100 ml de la solution d'acide sulfurique à 4 mol/l, laisser refroidir. Ajouter quelques gouttes de solution de ferroïne. Titrer avec la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium et déterminer la quantité nécessaire de sulfate de fer et d'ammonium pour obtenir le virage au rouge.

$$\mathbf{T} = \frac{V_{\text{dichromate}}(\text{ml}) \times 0.04 \times 6}{V_{\text{sulfatedefer}}(\text{ml})} \dots\dots\dots \text{II.11}$$

➤ **Mode opératoire**

- On introduit 8 ml de filtrat (1 g de Boue + 20 ml de l'eau distillée) et on complète avec de l'eau distillée jusqu'à 10 ml dans un tube de réaction ;
- On ajoute 5 ml de solution de dichromate de potassium 0.04 mol/l ;
- On Ajoute 15 ml de la solution sulfurique du sulfate d'argent ;
- On place le tube dans le bloc chauffant on porte à ébullition pendant 2 heures à 120°C sous réfrigérant à reflux adapté au tube ;
- On arrête le chauffage ;
- On retire les tubes avec leurs réfrigérants. On les laisse refroidir, puis on rince avec précaution le réfrigérant en recueillant les eaux de lavage dans le tube de réaction.
- On transvase le contenu du tube dans un erlenmeyer de 250 ml, on rince et on dilue avec l'eau distillée ;
- On ajoute 2 à 3 gouttes de solution de ferroïne ;
- On titre avec la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium et on détermine la quantité nécessaire de la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium pour obtenir le virage rouge brun ;

- Procéder de la même manière en remplaçant l'échantillon par 10 ml d'eau distillée

➤ Expression des résultats

La demande chimique en oxygène (DCO) exprimée en milligramme d'oxygène par litre est égale à :

$$\text{DCO} \left(\frac{\text{mg}}{\text{l}} \right) = \frac{v_0 - v_1}{v} \cdot 8000 \cdot T \dots \dots \dots \text{II.12}$$

v_0 : Volume de la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium nécessaire au dosage de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dans l'eau distillée "l'essai à blanc" (en ml) ;

v_1 : Volume de la solution de sulfate de fer et d'ammonium nécessaire au dosage de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ dans l'échantillon (en ml) ;

v : Volume de l'échantillon (en ml) ;

T : Titre de solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium (en mol/l).

II.2.2.6. Détermination de la perte au feu (PAF)

Sécher environ 3g d'échantillon dans une étuve à 105 °C. Prendre une pris d'essai de 1g dans un creuset en porcelaine préalablement taré .Soit P_1 . Introduire dans un four à moufle froid. Augmenter progressivement la température jusqu'à 1000°C et la maintenir pendant 1 heure. Retire le creuset et le mettre dans un dessiccateur puis laisser refroidir et peser P_2 . [48]

La valeur de la perte eue feu est donnée par la relation suivante :

$$\text{PAF} = (P_1 - P_2 / P_1) * 100 \dots \dots \dots \text{II.13}$$

II.3. CARACTERISATION STRUCTURALE

II.3.1. Caractérisations minéralogique par diffraction des rayons X

II.3.1.1. Définition

La diffraction des rayons X renseigne sur la structure du solide, la nature des éléments qui le composent, la maille cristalline et ses paramètres, les positions cristallographiques des atomes dans le solide, les distances interatomiques et angles de liaisons, le degré d'ordre.

Cette technique permet l'obtention de diffractogrammes Intensités diffractées/angle de diffraction, signature caractéristique de la structure cristalline analysée. [49]

II.3.1.2. Principe

Cette technique consiste à irradier un échantillon solide réduit en poudre très fine à l'aide d'un faisceau de rayons X de longueur d'onde (λ) donnée sous un angle d'incidence (θ). Lors de l'irradiation du matériau cristallin, le faisceau de rayons X se verra diffracté, selon un angle θ spécifique à la distance interréticulaire d (distance la plus courte entre deux plans réticulaires parallèles) et à la longueur d'onde λ du faisceau incident. Les conditions de

diffraction des rayonnements X sont connues et sont définies par la loi de Bragg qui s'exprime selon l'équation :

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin_{hkl}\theta \dots \dots \dots \text{II.14 [50]}$$

Avec :

- λ : longueur d'onde de la source (en nm)
- d : distance entre deux plans parallèles successifs du réseau cristallin (en Å)
- θ : angle entre le faisceau incident et le réseau plan (en °)
- hkl : indices de Miller : désignent la direction considérée dans le cristal

Ainsi, l'intensité diffractée est mesurée en fonction de l'angle 2θ , selon la géométrie de Bragg-Brentano (Figure II.11).

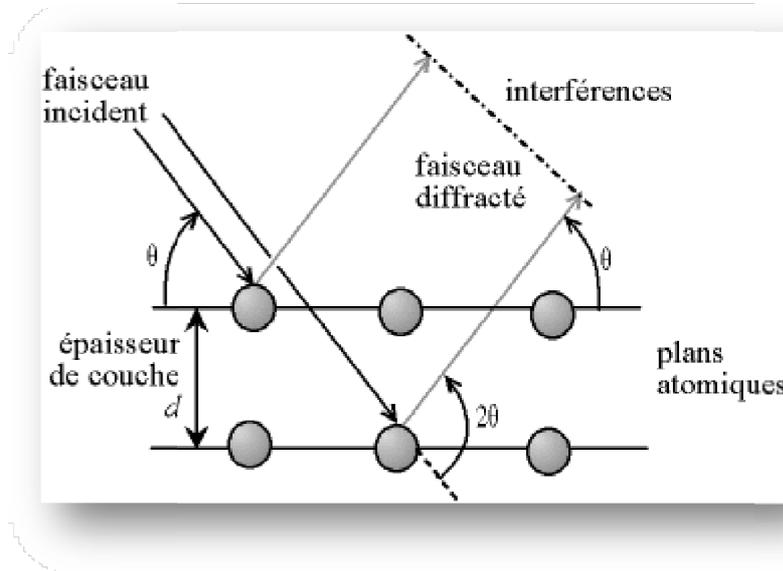


Figure II.11. Schéma de diffraction de rayons X par une famille de plan (hkl). [41]

Pour la diffraction des rayons X (DRX) les échantillons sont analysés sous forme de poudre très fine.

II.3.2. Spectroscopie infrarouge (IR)

II.3.2.1. Définition

La spectroscopie infrarouge est une technique de caractérisation largement utilisée pour l'analyse structurale. Le processus d'échange anionique peut en outre être mis en évidence par cette méthode. Les échantillons sont préparés sous forme de pastilles KBr (2mg d'échantillon + 0,2 mg de KBr). Les analyses sont réalisées sur un Spectromètre Infrarouge PerkinElmer 1600.

Les résultats sont ensuite présentés en absorbance pour des nombres d'onde variant de 400 à 4000 cm^{-1} avec une résolution de 8 cm^{-1} . Il s'agit du domaine d'énergie de vibration des molécules, ou se fait l'absorption du rayonnement infrarouge par l'analyte. [49]

II.3.2.2. Principe

Cette technique permet de traiter les fractions organiques complexes comme les substances humiques, afin d'étudier la structure (aliphatique ou aromatique) ou le degré de fonctionnalisation des substances humiques. L'infrarouge moyen concerne les rayonnements de longueurs d'onde variant de 4000 à 400 cm^{-1} . Un spectre IR se compose de bandes d'absorption correspondant aux différents modes de vibration de la molécule. L'obtention d'un spectre IR nécessite l'analyse de toutes les longueurs d'ondes émises par la source, après absorption par l'échantillon. Chaque bande d'absorption peut être attribuée à un groupement caractéristique, et le calcul des aires de bandes majeures permet de déterminer des rapports d'abondance utilisés pour caractériser la fonctionnalisation des échantillons. [51]

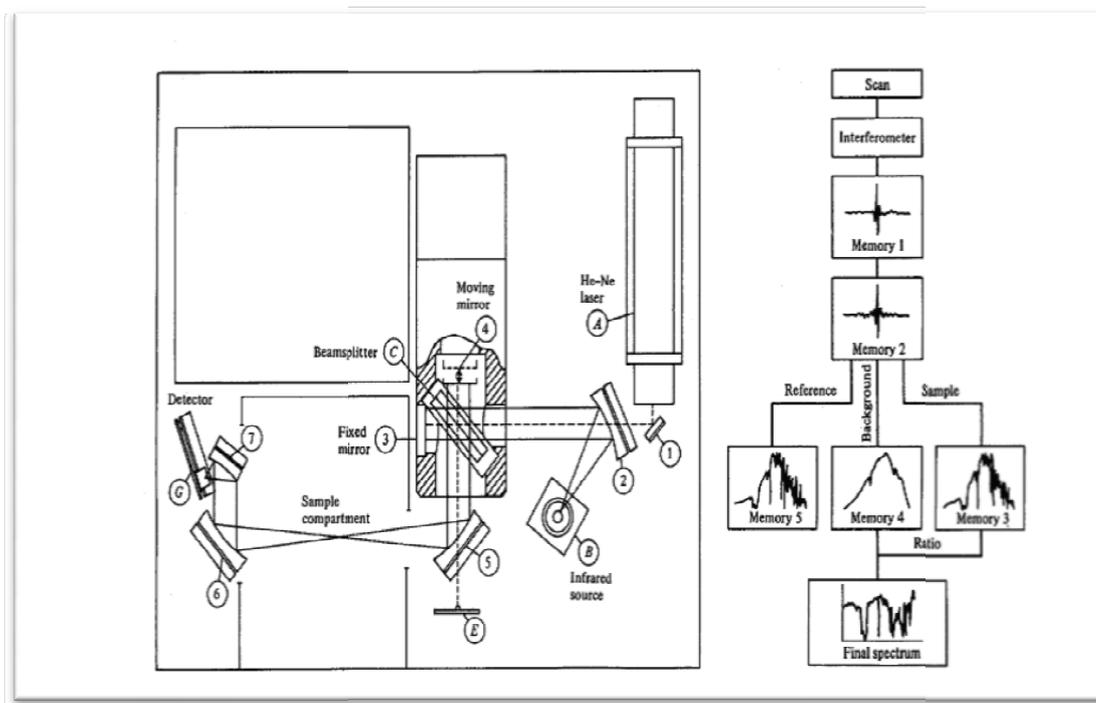


Figure II.12. Appareillage d'un spectromètre Infrarouge de Fourier. [52]

Figure II.11. Principe de la fluorescence X : a) ionisation de l'atome par un rayonnement ; b) désexcitation par émission fluorescente.[53]

La spectrométrie d'émission de fluorescence X est une technique analytique du solide et du liquide basée sur l'observation de l'intensité lumineuse émise immédiatement après excitation des éléments d'un échantillon par un rayonnement de photons X ou gamma, d'ions,

ou d'électrons. Le spectre de rayons X émis est caractéristique de la composition du matériau. Comme dans le cas de la spectrométrie d'émission atomique, en spectrométrie de fluorescence, ce spectre donne des informations qualitatives et quantitatives sur les composants de l'échantillon. [53]

II.3.4. Test de lixiviation TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure)

II.3.4.1. Principe

Le principe des tests de lixiviation est de déterminer les phénomènes de fixation des contaminants et de comprendre les mécanismes de relargage. Le principal agent susceptible de véhiculer les éléments toxiques vers l'environnement est l'eau.

Sont des tests caractéristiques du comportement à lixiviation de déchet. Ces tests sont effectués un déchet sous forme d'une boue. Le test TCLP vise à caractériser le comportement du déchet en cours du temps, nous mettons en contact le déchet avec solution de lixiviation de volume fixe.

II.3.4.2. Détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide

Nos échantillons (boue contaminée ou stabilisés) contenant seulement une phase solide à 100 %, visuellement doivent être lixiviés après broyage inférieur à 9,5 mm. La détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide (pré-test) dans le but d'évaluer la mobilité des espèces inorganiques seulement est effectuée comme suite :

200 ml de la solution de lixiviation est mis dans un bécher contenant 10 g d'échantillon (boue broyé à moins de 1mm), et qu'on couvre avec un para film. On agite vigoureusement avec un barreau aimanté pendant 18 heures \pm 2 heures.

➤ Mode opératoire

-Préparation de la solution de lixiviation

- Dans une fiole de 1000 ml on verse 5.7 ml d'acide acétique ;
- On dissoutre 2.572 g de NaOH dans l'acide acétique, et on complète avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.
- On mesure le pH du mélange il doit être égale à 4.93 ± 0.05
- On pèse 10 g de la boue de granulométrie < 1 mm ;
- On place le dans un bécher de 250 ml, on verse 200 ml de la solution de lixiviation puis on couvre le avec de para-film ;
- On porte le bécher sur une plaque chauffante et on laisse le sous agitation pendant 18 heures,
- Après la lixiviation, on laisse décanter le solide pour faciliter la filtration ;
- On mesure le pH et la conductivité après la lixiviation ;

- On filtre sur un filtre ayant une porosité de 0,45 µm ;
- On acidifie la moitié avec l'acide nitrique concentré à PH<2 pour l'analyse des cations
- Et on laisse l'autre pour l'analyse des anions.

Après lixiviation de l'échantillon solide, la boue a été récupérée et séchée pour effectuer le test de lixiviation TCLP et cela afin de caractériser le comportement de la boue lavée par la solution de lixiviation.

II.3.4.3. Dosage des chlorures : La méthode de Mohr

➤ Principe

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent. [54]

➤ Mode opératoire

L'essai consiste à introduire 100 ml de la solution à analyser dans une fiole jaugée de 250 ml puis ajouter 1 ml d'indicateur coloré ($K_2Cr_2O_7$ à 10%). L'ensemble du mélange est ensuite titré par la solution nitrate d'argent ($AgNO_3$ de 0.1N) jusqu'à apparition d'une teinte rougeâtre, qui doit persister 1 à 3 minutes. La concentration de chlorures est ensuite calculée par la formule suivante :

➤ Expression des résultats

$$[Cl^-] = (V)_{AgNO_3} \times 3.55 \times 10 \dots \dots \dots \text{II. 15}$$

OU:

[Cl]: concentration de chlore en (mg/l).

V_{AgNO_3} : Volume de nitrate d'argent ($AgNO_3$) en ml.

II.3.5. Spectrophotométrie UV-VISIBLE

➤ Définition

C'est une technique qui exploite les propriétés des composés à absorber la lumière. On utilise généralement des complexants qui donnent des couleurs avec les éléments à doser. Plus la teinte est vive, plus la concentration en élément (ion) de la solution est élevée, et inversement. En fait, c'est une technique comme dans le cas de la SAA, destinée à doser les composés en trace en solution aqueuse tels que (NO^{3-} , NO^{2-} , SO_4^{2-} , $P_2O_4^{-3}$...etc.) et qui exploite la loi de Beer Lambert. Dans ce cas, l'intensité de la couleur de la solution est fonction de la concentration de l'élément à doser. [51]

Principe

Le principe de la spectroscopie UV - visible repose sur des transitions électroniques (figure II.12). Le passage d'un électron d'une orbitale stable vers une orbitale instable, engendrées par l'absorption de radiations électromagnétiques dans les régions UV (200 - 400 nm) et visible (400 - 800 nm). Dans le cas des composés organiques, ces transitions électroniques correspondent à des changements d'orbitales moléculaires de groupes fonctionnels spécifiques (chromophores). Ainsi, les spectres d'absorption d'un composé peuvent être utilisés pour sa caractérisation. La spectroscopie UV - visible a ainsi été utilisée par de nombreux auteurs pour caractériser les substances humiques. [51]

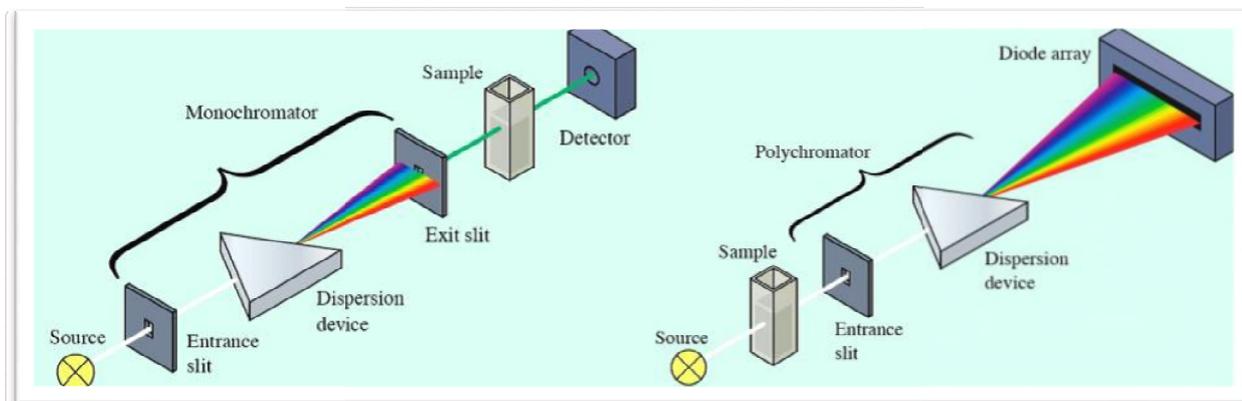


Figure II.13. Principe de fonctionnement d'un spectromètre UV-Visible monocanal (à gauche) et multicanal (à droite). [53]

Principes de dosage du sulfate

Le dosage des sulfates est basée sur la réaction en milieu acide, entre l'ion sulfate et le chlorures de baryum, qui conduit quantitativement à la formation de sulfate de baryum (sel très peu soluble):



➤ Mode opératoire

- On prélève 10 ml de l'échantillon ;
- On ajoute 0.2 ml d'acide chlorhydrique au 1/10 molaire ;
- Puis on ajoute 1 ml de la solution de chlorure de baryum + tween 20 ;

Puis on verse la suspension dans la cellule de mesure. La lecture s'effectue à l'aide d'un appareil de mesure (la spectrophotométrie UV) avec une longueur d'onde 560 nm.

Dosage des phosphates (Méthode au molybdate d'ammonium)**➤ Mode opératoire**

Introduire 40 ml d'eau à analyser dans une fiole jaugée de 50 ml ajouté 4 ml de solution de l'acide molybdate, puis on ajoute 10 gouttes de la solution de chlorure stanneux. Ajuster jusqu'au trait de jauge avec l'eau distillée, bien mélanger. Laisser 5 minutes puis effectuer les lectures au spectromètre à la longueur d'onde de 690 nm. [55]

II.3.6. Analyse des cations

En remplie les tube a essais de la solution préparé pour l'analyse des cations puis on les fait passé par la spectrophotométrie d'absorption atomique à flamme (SAA) et on lit la concentration.

II.3.7. Spectrométrie d'absorption atomique à flamme (SAA)**➤ Définition**

La spectrométrie d'absorption atomique est une technique qui s'est largement développée ces dernières années mais dont le phénomène de base était connu depuis très longtemps. Les séduisantes possibilités de la méthode et en particulier sa rapidité, l'ont fait adapter au dosage d'un certain nombre d'éléments rencontrés dans les eaux. [56]

➤ Principe de SAA :

L'échantillon à doser est amené à température élevée provoquant la rupture des liaisons entre les molécules et la formation d'atomes libres.

Ces atomes ont al propriété d'absorber des radiations lumineuses visibles et ultra-violettes à des longueurs d'onde qui leur sont propres.

L'absorption est fonction de la quantité d'atomes traversés par la radiation donnant ainsi accès à la concentration de l'élément considéré selon la loi de Beer-Lambert. [57]

$$D.O = \log I_0/I = K.l.c \dots \dots \dots II.17$$

Ou:

D.O= densité optique.

I₀ =intensité du faisceau incident.

I = intensité du faisceau émergent.

K =coefficient d'absorption.

l =longueur du chemin optique.

c =concentration de l'élément.

L'appareillage du spectrophotomètre d'absorption atomique à illustre dans la figure II.14



Figure II.14. Photo de l'appareille du spectrophotomètre d'absorption atomique.

II.4. PROCEDE DE TRAITEMENT STABILISATION/SOLIDIFICATION (S/S) DE LIXIVIATS DE LA BOUE

Les formulations réalisées dans cette étude sont confectionnées à base de ciment Portland Artificiel (CPA) provenant de la cimenterie d'Ain El KEBIRA- Sétif, dont les caractéristiques physico-chimiques sont présentées dans le troisième chapitre, du CKD provenant de la cimenterie de HAMMAM DALAA-Msila et des lixiviats de la boue du CET de Bejaia.

Des éprouvettes de ratio Eau/Ciment variable ont été moulées ($F_{0\%CKD}=0.33$, $F_{25\%CKD}=0.33$ et $F_{50\%CKD}=0.33$) Afin de rendre nos résultats comparables, une matrice témoin (sans ajouts de lixiviats) a été préparée par le ciment et l'eau déminéralisée .Chaque matériau est préparé dans un malaxeur de 3 kg. Le ciment et le CKD sont mélangés en premier à vitesse moyenne afin d'obtenir un mélange homogène, le lixiviat est alors ajouté et l'ensemble est malaxé pendant quelques minutes. Les mélanges ont été placés dans des moules rectangulaires en acier de dimension ($4*4*16\text{ cm}^3$) qui sont représentée sur la figue II.14 ci-dessus pour les essais mécaniques à 7 jours ainsi qu'à 28 jours.



Figure II.15. Moule utilisé pour
La préparation des éprouvettes.



Figure II.16. Malaxeur de laboratoire.

Un problème important qui peut survenir lors de la préparation des échantillons est la carbonatation de leurs surfaces : le dioxyde de carbone atmosphérique peut rapidement donner naissance à une fine couche de calcite (CaCO_3) de surface qui peut obstruer la porosité superficielle et avoir des conséquences importantes sur la vitesse de lixiviation. Ce qui nous amène à adapter un mode de préparation des échantillons qui les protège au maximum de l'air. Le meilleur moyen d'éviter cette carbonatation de surface serait le moulage des échantillons dans des moules rectangulaires en acier et l'enrober avec le papier para film, après le démoulage on les enveloppe à nouveau avec le para film et on les garde à l'abri de l'air.

II.4.1. Essais mécaniques

II.4.1.1. Mesure des résistances à la compression et à la flexion (EN 196-1)

II.4.1.1.1. Objectif de l'essai

Il s'agit de définir les qualités de résistance ; c'est-à-dire de déterminer la contrainte de rupture à la traction par flexion et la contrainte de rupture à la compression des pates en fonction du pourcentage des fines.

La résistance est mesurée par la charge maximale qui peut être appliquée à l'éprouvette dans des conditions déterminées avant qu'elle ne soit pliée ou cassée. Les conditions expérimentales utilisées pour la mesure des résistances mécaniques sont celles décrites par la norme NF EN 196-1 pour les mortiers. [58]

II.4.1.1.2. Essai de rupture par flexion

Les éprouvettes de mortier ont été placées dans un dispositif (figure II.16) de flexion avec une face latérale de moulage sur les rouleaux d'appui et son axe longitudinal perpendiculaire à ceux-ci. La charge a été appliquée verticalement par le rouleau de

chargement sur la face latérale opposée du prisme. La charge a été augmentée sans à-coups à raison de $50 \text{ N/s} \pm 10 \text{ N/s}$, jusqu'à rupture. [58]

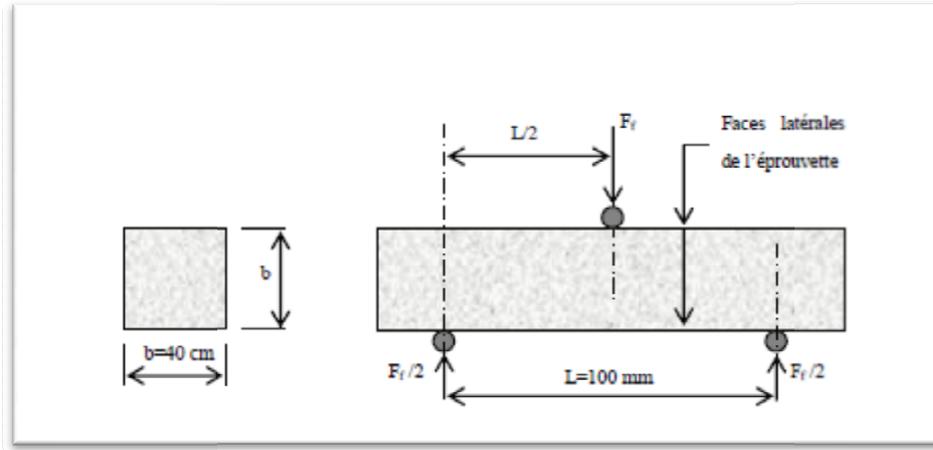


Figure II.17. Mesure de la résistance à la flexion pour des éprouvettes. [58]

L'appareil utilisé pour les essais est une machine reconfigurée au laboratoire (LTP EST). Pour chaque formulation ($F_{0\%CKD}$, $F_{25\%CKD}$ et $F_{50\%CKD}$) et à différents temps de cure (7^{ème} jour et 28^{ème} jour), trois éprouvettes soumit a la flexion pour déterminer les résistances à la flexion en moyenne avec les barres d'erreur. [58]

II.4.1.1.3. Résistance à la compression

Après la mesure de résistance en flexion, les demi-prismes ont été utilisés pour la mesure de la résistance en compression sur les faces latérales de moulage (figure II.17). Chaque demi-prisme a été centré latéralement par rapport aux plateaux de la machine à $\pm 0,5 \text{ mm}$ près et longitudinalement de façon que le bout du prisme soit en porte-à-faux par rapport aux plateaux ou aux plaques auxiliaires d'environ 10 mm.

La charge a été augmentée sans à-coups à la vitesse de $2400 \text{ N/s} \pm 200 \text{ N/s}$ durant toute la durée d'application de la charge jusqu'à la rupture. [58]

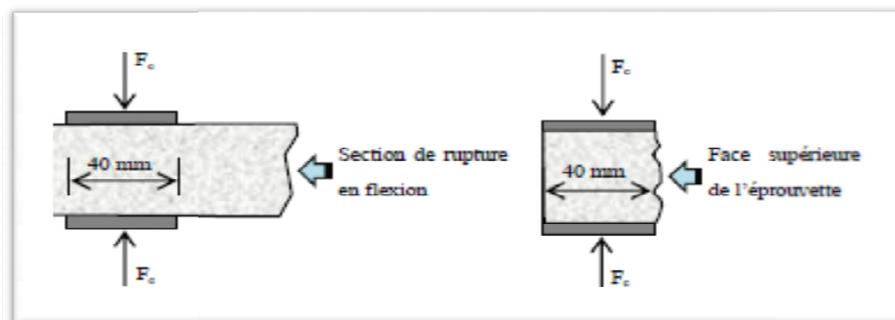


Figure II.18. Mesure de la résistance à la compression sur des éprouvettes $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$. [58]

L'appareil utilisé pour les essais est une SYR-300 asservie en effort, pilotage de marque 3R. Pour chaque formulation ($F_{0\%CKD}$, $F_{25\%CKD}$ et $F_{50\%CKD}$) et chaque temps de cure (7 jours et 28 jours), les six demi-prismes résultant des essais de résistance en flexion ont été soumé pour déterminer les résistances à la compression moyenne. [58]

L'appareil utilisé pour les essais de compressions et flexions est présenté sur la figure II.19.



Figure II.19. Machine de compression et flexion sur les ciments (Control) type 65-113M1.

II.4.1.2. Détermination du temps de début et de fin de prise des matériaux stabilisés/solidifiés

Le temps de début et de fin de prise est mesurés sur la confection $F_{0\%CKD}$ à l'aide de l'appareil de Vicat (figure III.19) suivant la norme NF EN 196-3, afin d'étudier l'influence de l'ajout du déchet sur le comportement des échantillons stabilisés/solidifiés. L'appareil est composé d'une tige mobile verticale pesant 300 g et prolongée d'une aiguille de section 1 mm^2 . L'aiguille est enfoncée à intervalles de temps réguliers dans un moule tronconique de 4 cm de haut contenant 80 ml de pâte. On dit qu'il y a début de prise lorsque l'aiguille n'est plus capable de transpercer la totalité de la pâte, mais s'arrête à 4 ± 1 mm du fond du moule. Le temps de fin de prise est le temps au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce que de 0,5 mm dans l'éprouvette. Trois essais simultanés à l'aiguille Vicat ont été réalisés sur la pâte de ciment étudiée.



Figure II.20. Appareil de Vicat.

II.5. TESTS DE LIXIVIATION

II.5.1. Test de l'influence du pH sur la solubilisation des polluants (IpH)

II.5.1.1. Principe

Le matériau est fragmenté et mis en contact pendant un certain laps de temps avec des solutions acides ou basiques pour un rapport L/S fixé. Les paramètres expérimentaux sont choisis afin d'atteindre un état stationnaire dans les transferts de masse en fin de période de lixiviation pour des valeurs de pH stabilisées. Les valeurs de pH en fin de test sont estimées par une titration préliminaire et doivent être comprises entre $\text{pH} = 2,4, 6, 7, 8$ et 12 ou 13 selon la quantité d'acide ou de base introduite au départ. Les résultats obtenus sont :

- Les concentrations des espèces exprimées en fonction du pH de l'éluât ou de la quantité d'acide (ou de base) ajouté.
- La capacité de neutralisation acido-basique du matériau.

Une autre méthode de détermination du comportement acido-basique du matériau est le test "pH statique" qui, par un système automatique, maintient la valeur du pH de la solution constante pendant toute la durée du test par injection d'acide ou de base. Le rapport L/S doit alors être évalué avec précision en fin d'expérimentation.

Le but de cette étape préliminaire est d'estimer les quantités d'acide (ou de base) à introduire dans les solutions du test IpH pour couvrir en fin de test l'échelle de pH souhaitée.

II.5.1.2. Protocole expérimentale

Le test consiste en une mise en contact en parallèle de divers échantillons d'un matériau avec des solutions acides ou basiques de concentrations différentes. Le matériau utilisé est broyé à 1mm mais non séché. Cependant, on prend en compte son humidité pour obtenir précisément un ratio $\text{L/S} = 10 \text{ ml/g}$. Une des solutions de lixiviation est l'eau

déminéralisée qui nous permettra d'obtenir le pH naturel du matériau. Les solutions acides sont préparées avec de l'acide nitrique (HNO_3) 1M et les solutions basiques avec de la soude (NaOH) 1M. Les flacons de lixiviation sont soumis à une agitation mécanique continue de 10 retournements/mn pendant toute la durée du test.[58]

Après 7 jours, les éluats obtenus sont filtrés à $0.45 \mu\text{m}$ et on mesure leur pH, conductivité et potentiel redox. Ils sont ensuite divisés en 2 parties : l'une est acidifiée à $\text{pH} = 2$ avec du HNO_3 à 65% pour être soumise à l'analyse des métaux, l'autre sera utilisée pour l'analyse des anions et la détermination de la fraction soluble. [58]

II.5.2. Test de l'eau des pores (EP)

II.5.2.1. Principe

Le test consiste en une mise en contact de matériau finement broyé (dont on suppose qu'on pourra extraire toute l'eau par une installation classique de filtration) et de volumes décroissants d'eau déminéralisée.

L'analyse physico-chimique des éluats nous permet de déterminer les tendances d'évolution des paramètres du matériau étudié pour des rapports.

Liquide/Solide décroissants. Si le nombre de points expérimentaux est suffisant pour déterminer une telle tendance, une extrapolation de la composition de l'eau des pores est alors possible. [58]

II.5.2.2. Protocole expérimentale

Comme pour le test IpH, le matériau est broyé à 1 mm mais non séché. La méthode de caractérisation de l'eau des pores consiste en une mise en contact en parallèle de divers échantillons de matériau avec de l'eau déminéralisée pour différents rapports L/S.

Des échantillons solides allant jusqu'à 20 g sont mis en contact avec des quantités différentes d'eau déminéralisée. Les rapports Liquide/Solide sont déterminés en tenant compte de l'humidité du matériau.

Les ratios L/S utilisés sont 5, 2, 10. Nous utiliserons les résultats de la CNA à l'eau déminéralisée pour avoir également le ratio $L/S=10$.

Les flacons sont soumis à une agitation mécanique par retournements pendant 7 jours à température ambiante ($23 \pm 3^\circ\text{C}$).

Les éluats obtenus sont filtrés à $0.45 \mu\text{m}$ et on mesure leur pH, conductivité et potentiel redox si le volume recueilli le permet. Ils sont ensuite divisés en deux parties : l'une est acidifiée à $\text{pH} = 2$ avec du HNO_3 à 65% pour être soumise à l'analyse des métaux, l'autre sera utilisée pour l'analyse des anions. [58]

II.5.3. Test de la fraction Maximale mobilisable (FMM)

Le test consiste en une mise en contact du matériau broyé avec de l'eau déminéralisée dans des rapports L/S croissants. Comme pour le test de l'eau des pores, l'analyse des éluats doit nous permettre de déterminer des tendances de comportement du matériau pour des ratios L/S de plus en plus élevés, et donc d'extrapoler les résultats à des rapports L/S infinis.

Le rapport L/S infini correspond à une situation dans laquelle l'évolution des paramètres de la solution et le transfert des éléments n'est plus limité par la saturation de la solution de lixiviation ce qui correspond à un renouvellement permanent de la solution. On atteint un maximum extractible.[42]

II.5.3.1. Protocole expérimentale

Le protocole opératoire du test de Fraction Maximale Mobilisable que nous avons utilisé est semblable à celui du test de l'Eau des Pores. Les échantillons utilisés sont de granulométrie inférieure à 1 mm et le lixiviant est l'eau déminéralisée.

Pour différents rapports L/S qui prennent en compte le degré d'humidité du matériau, on soumet les flacons à une agitation mécanique par retournement (10 retournements par minute) pendant 7 jours à température ambiante.

Les ratios L/S choisis sont 50, 100 et 200. Là encore on pourra le cas échéant utiliser les résultats du test IpH à l'eau déminéralisée pour avoir le rapport L/S=10.

Après filtration à 0.45 μm , on mesure les propriétés physico-chimiques des éluats et on acidifie la moitié de la solution à $\text{pH}<2$ pour effectuer l'analyse des métaux. [42]

II.5.4. Test de Lixiviation sur Monolithe (TLM)**II.5.4.1. Principe**

Pour le test TLM, un bloc monolithique de dimensions connues est mis en contact avec une solution de lixiviation de volume fixe. Le lixiviant est renouvelé à des durées de contact choisies de manière à pouvoir déterminer l'intensité et la dynamique de relargage de certains éléments par l'analyse des lixiviats obtenus. A chaque renouvellement de la solution de lixiviation, le ratio L/S est maintenu constant.

II.5.4.2. Protocole expérimental

Les éprouvettes soumises à la lixiviation sont obtenues par tronçonnage à sec du matériau non séché, dépoussiérées à l'air comprimé, mesurées et pesées. Elles sont de taille $4*4*4 \text{ cm}^3$. [42]

Le dispositif de lixiviation du matériau monolithique est représenté dans la figure II.21.

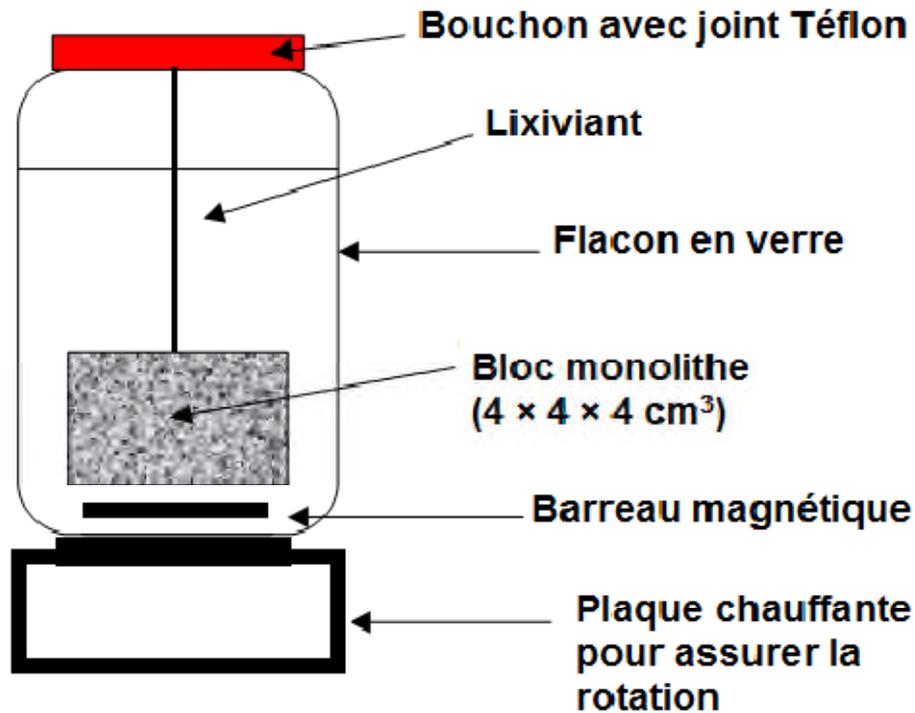


Figure II.21. Dispositif de lixiviation du matériau monolithique. [CHERIF]

Le rythme de changement de la solution est imposé par les temps de contact éprouvettes/solution qui sont successivement 6 heures, 18 heures, 1 jour, 2 jours, 5 jours, 7 jours, 20 jours, 28 jours. On obtient ainsi 8 solutions dont il faut mesurer les paramètres physico-chimiques et déterminer la composition.

A chaque renouvellement de solution on veille à ce que le temps passé par les éprouvettes hors du lixiviant soit réduit au maximum. On prévoit également les étapes suivantes :

- La solution de lixiviation est récupérée, après agitation du flacon et filtrée à $0.45 \mu\text{m}$. Le précipité obtenu sur le papier filtre est réintroduit dans le récipient pour la poursuite de la lixiviation. [42]
- Le nouveau volume de lixiviant est ajouté, le récipient fermé et la nouvelle séquence de lixiviation commence. Dans un premier temps, on analyse les paramètres physico-chimiques des éluats: le pH, le potentiel redox, la conductivité et la température. La solution est ensuite séparée en deux parties. [42]
- La première est acidifiée à $\text{pH} < 2$ à l'acide nitrique 65% pour l'analyse des cations. Les flacons sont gardés à température ambiante à l'abri de l'air et la lumière.
- La seconde est utilisée pour le dosage des anions et la détermination de la fraction soluble.

La fraction soluble représente la masse des solides dissous dans la solution. Un volume connu de solution de lixiviation est séché dans une étuve à température $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Le résidu sec est pesé après être refroidi dans un dessiccateur. La représentation de la fraction soluble est en masse (mg) par volume (L) de lixiviat.

II.6.CONCLUSION :

Les différentes phases expérimentales entreprises pour cette étude ont pour objectifs d'évaluer : la composition élémentaire, les propriétés physiques et mécaniques des formulations étudiées, les paramètres contrôlant le relargage des espèces chimiques suivies, l'efficacité du procédé de Stabilisation/Solidification et la dégradation chimique des matériaux stabilisés/solidifiés. Ces essais ont été menés sur deux types de formulation (des pâtes et des mortiers à base de ciment) et pour différentes quantités de déchets.

Les temps de début et de fin de prise, le retrait, et la résistance mécaniques ont été étudiés afin d'évaluer l'effet de l'ajout du déchet sur le comportement des matériaux stabilisés/solidifiés.

Les tests de lixiviation visent à déterminer les propriétés intrinsèques et à déterminer le comportement à la lixiviation des matériaux, en fonction de deux paramètres principaux:

Le pH, le ratio L/S et le ratio L/Sf. Ainsi, ils vont permettre d'appréhender les paramètres Contrôlant le relargages des espèces chimiques suivies à savoir les métaux lourds.

Les techniques, DRX, IR et MEB-EDX, ont été utilisées pour évaluer l'épaisseur dégradée des blocs monolithes soumis aux tests de lixiviation dans différents milieux (neutres et sulfatés) et pour confirmer la capacité du matériau cimentaires à piéger les polluants en leur sein.

Les modèles de transfert de matière ont pour but de simuler le comportement à la lixiviation des espèces considérées en conditions réelles d'utilisation sur le long terme, tout en se basant sur les paramètres calculés à partir des tests de lixiviation (porosité, surface géométrique, coefficient de diffusion, quantité maximale lixiviable d'une espèce...etc.).

Après cette phase descriptive des matériaux utilisés, formulations adaptées, dispositifs expérimentaux mis en œuvre et modèle de simulation proposé, nous allons procéder dans le chapitre suivant à l'exposition des résultats obtenus et à leurs discussions.

CHAPITRE III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

Nous présenterons dans ce chapitre les résultats obtenus lors de la campagne expérimentale menée sur la boue de lixiviation du CET de Bejaia, les matériaux cimentaires sains (sans l'ajout de déchets) et d'autres quantités de CKD.

Des différentes techniques d'analyses sont utilisées tel que la méthode : DRX, IRTF, TCLP, SAA.

III.1. CARACTERISATIONS PHYSICO-CHIMIQUES DE LA BOUE

III.1.1. Paramètres physico-chimiques

La première étape, de cette étude, consiste à la caractérisation de la boue. La détermination des caractéristiques physico- chimiques de la boue a été réalisée selon les modes opératoires indiqués dans le deuxième chapitre dont la mise en solution a été effectuée par le test TCLP. La conductivité électrique (CE) renseigne sur la salinité des boues. La Conductivité électrique de nos boues est d'ordre de 1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$, ce qui indique une présence significative des cations (métaux) dans la boue étudiée. La matière organique est un élément important qui qualifie la valeur des boues et sa destination agricole. Nos résultats ont montré un taux de 14.25% en matières organiques, cette valeur représente une teneur peu importante par rapport à la norme.

Les résultats enregistrés sur le tableau III.1 révèlent que les paramètres de la boue sont au dessous de la norme excepté la conductivité électrique.

Tableau III.1. Paramètres physico-chimiques de la boue du CET

Paramètre	Valeur	Norme AFNOR (boue)	Norme lixiviats après traitement
pH	7.16	Compris entre 4-13	4.5-9
CE (mS/cm)	1.22	-	2.5-3.5
Densité	1.08	-	-
Matière sèche en (%)	60.18	>35	>35
MO en (%)	15.34	40-65	40-65
MES en (mg/l)	180	-	-
PAF en (%)	21.32	-	-
COT	1.92	20.60	-
DCO (mg O ₂ /l)	10	2000	120

III.2.2. Composition chimique élémentaire des lixiviats de la boue – SAA

Les lixiviats successives obtenus lors des tests TCLP sont soumis à une analyse

chimique élémentaire, les résultats d'analyse de la boue de CET de Bejaia obtenus sont consignés dans le tableau III.2.

Tableau III.2. Composition chimique élémentaire des lixiviats de la boue de CET.

Eléments	Concentration (mg/kg)		Norme (mg/Kg)	Norme lixiviats après
	TCLP1	TCLP2		
Pb ⁺²	393.4	3.30	<50	5 mg/Kg
Zn ⁺²	18.80	2.44	<250	3 mg/Kg
K ⁺	3.35	2.50	-	-
Na ⁺	31.83	11.26	-	-
Fe ⁺²	23.24	4.54	100 mg/Kg	3 mg/Kg
Cu ⁺²	40.30	5.63	250 mg/Kg	0.5 mg/Kg
Cl ⁻	177.50	14.20	600 mg/Kg	600 mg/Kg
SO ₄ ⁻²	30.14	0.09	10 mg/kg	10 mg/Kg
P ₂ O ₅	0.12	0.03	-	<2 mg/Kg

Les résultats enregistrés dans le tableau III.2 montrent que les concentrations moyennes des métaux lourds dangereux avant et après lixiviation sont très importantes et dépassent de très loin les normes exigées par la réglementation en vigueur.

Par contre, on enregistre une diminution des concentrations en ces éléments dans la deuxième lixiviation (TCLP2). La teneur des chlorures dans la boue est de 177.50 mg/l, cette valeur représente une teneur importante en ions Cl⁻ dans la boue de CET de Bejaia. La concentration et des sulfates dans la boue sont 30.14 mg/l, ces valeurs montrent que la boue étudiée est riche en sulfates.

Il est à noter que les concentrations des éléments analysés dans les lixiviats de deuxième TCLP réalisés sur la même boue rentrent efficacement dans la gamme des normes. Ce qui démontre que notre boue devient inerte et sans danger sur l'environnement.

III.2.3. Composition chimique - analyse par Fluorescence à rayons X (FX)

L'analyse chimique a été déterminée par spectrométrie de fluorescence X (FX), disponibles dans la cimenterie Lafarge de M'Sila, les résultats obtenus sont représentés dans le tableau III.3.

Tableau III.3. Composition chimique de la boue selon l'analyse par QCX.

	Composition chimique en (%)								
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Autres
Boue	54.93	1.86	2.16	2.53	34.81	0.09	0.62	0.12	2.88

D'après les résultats enregistrés dans le tableau III.3, on conclut que la boue est riche en éléments SiO₂ et MgO, et présente de faibles teneurs en d'autres éléments analysés.

III.2.4. Composition minéralogique de la boue – par le Diffractomètre aux rayons X

La minéralogie est le principal moyen de comprendre l'état de coalescence des métaux lourds dans les boues de lixiviation. La figure III.4 illustre le spectre DRX de la boue de lixiviation

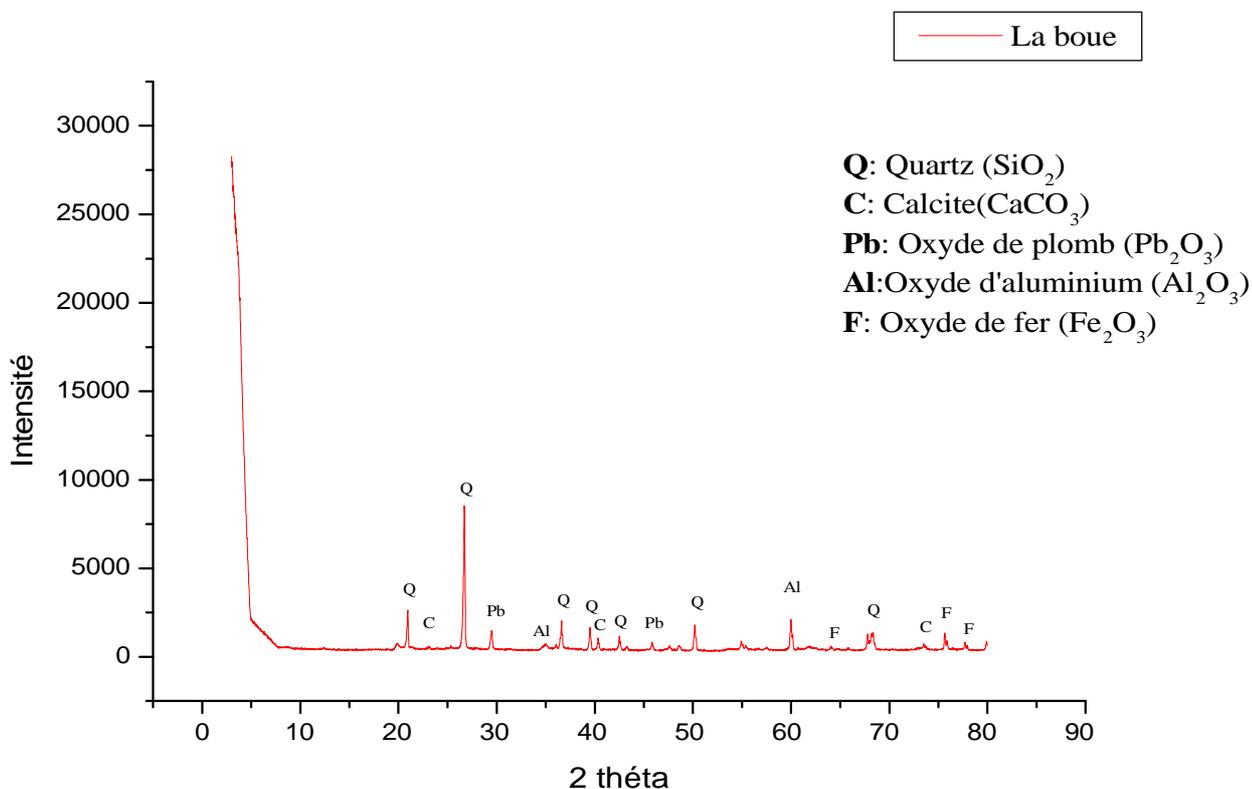


Figure III.4. Spectre DRX du déchet.

Le spectrogramme obtenu lors de cette caractérisation minéralogique montre la présence de phases cristallines complexes (comme illustré sur la figure III.4) contenant les éléments chimiques tels que, le Plomb, le Fer et le Zinc.

Les phases minéralogiques cristallisées détectées à des valeurs d'angle de diffraction différentes sont illustrées dans le tableau III.4.

Tableau III.4. Valeurs d'angles de diffraction des phases identifiées lors la DRX pour la boue

Phase	Formule chimique	2 thêtas (θ)
Quartz	SiO_2	21.001-26.798-42.452-50.182-68.155
Calcite	CaCO_3	23.126-39.553-43.225-73.566
Oxyde de plomb	Pb_2O_3	29.504-45.931
Oxyde de fer	Fe_2O_3	64.097-65.836-75.692-77.818
Oxyde d'aluminium	Al_2O_3	34.915-57.526-60.038

A travers cette caractérisation (chimique et minéralogique) de la boue, on constate que la concentration moyenne du plomb et du Fer et du Zinc obtenue sont très importante, en termes de quantité, elles sont de l'ordre de 393.4mg/L de plomb et de 18,80 mg/L pour le zinc. Ces valeurs dépassent largement les normes. De ce fait, ce déchet est classé comme déchet dangereux et toxique.

III.2.5. Analyse par Infra-Rouge (IR)

Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration sont illustrés sur la figure III.5 et dans le tableau III.5. La large bande présentant un maximum aux environs de 3300 cm^{-1} correspond à amine aromatique(C-N). La bande d'absorption a environ de 646 cm^{-1} est attribuable à la vibration (C-H) de groupe Alcyne $\equiv\text{C-H}$. la bande a environ 3520 cm^{-1} correspond aux groupements hydroxyles d'alcools ou d'acides.

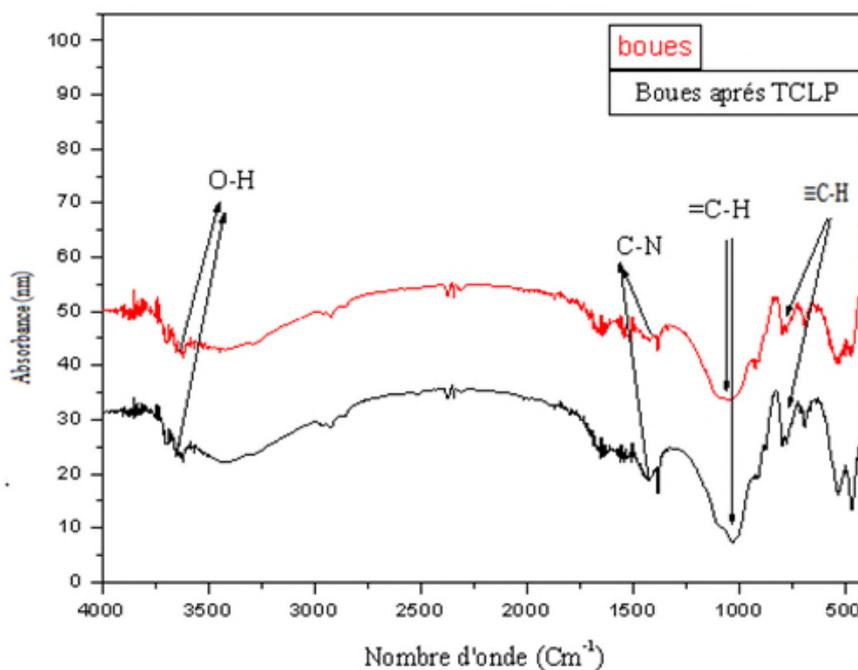


Figure III.5. Spectres FT-IR de la boue et la boue de TCLP.

Tableau III.5. Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de l'IRTF.

Nombre d'onde (cm^{-1})	Attributions
3100 – 3640	Elongation O-H
1340-1250	C-N, élongation, amine aromatique
600-700	$\equiv\text{C-H}$ déformation hors du plan
800-860	$=\text{C-H}$ déformation hors du plan

D'après le spectre infrarouge de la boue récupérée après le test TCLP, on observe la présence de mêmes groupes fonctionnels de la boue à l'état normal (avant le traitement par TCLP), dont la bande la plus large est celle de l'amine aromatique(C-N), La bande observée autour de 3520 Cm^{-1} correspond aux groupements hydroxyles d'alcools ou d'acides.

Conclusion

D'après cette investigation par un tas de méthodes physiques et chimiques, on déduit que la boue du CET de SIDI-BBOUDRAHEM –Bejaia est contaminée au moins par le plomb qui a une concentration qui est d'ordre de 400 mg/Kg , dépassant ainsi de quatre fois la norme autorisée qui est de 50 mg/Kg pour acceptation au CET des déchets ultimes. De ce fait la boue de CET de Bejaïa doit subir un traitement de Stabilisation/Solidification par liants hydrauliques afin de diminuer son potentiel polluant.

III.3. APPLICATION DU PROCEDE DE STABILISATION/SOLIDIFICATION

Afin de suivre l'évolution du caractère polluant de notre échantillon de boue, plusieurs formulations ont été conçues à cet effet. Il est à signaler à ce niveau, que le lixiviat de la boue, récupéré lors du test TCLP, qui a été S/S et non la boue elle-même. On a constaté qu'à la deuxième lixiviation notre boue devient un déchet inerte non dangereux. De ce fait, la S/S du lixiviat a été proposée. Ce lixiviat est utilisé comme substituant complet du l'eau de gâchage des formulations conçues. Les formulations conçues sont enregistrés dans le tableau III.6.

Tableau III.6. Formulation des matériaux.

Désignation	Ciment (g)	CKD (g)	Lixiviat (ml)	Rapport
F _{0%CKD}	450	00	145	0.33
F _{25%CKD}	337.5	114.5	145	0.33
F _{50%CKD}	225	225	145	0.33

Une fois les formulations mortiers et pâtes ont été confectionnées selon le protocole expérimental présenté en chapitre II, les matériaux obtenus après une période de cure de 7 et 28 jours ont subis un tas de tests. Les résultats obtenus sont illustrés dans ce qui suit.

III.2.1. Temps de début et de fin prise des pâtes de ciment

Le temps de début et de fin de prise pour toutes les pâtes a été mesuré à l'aide de l'aiguille de Vicat. Les résultats obtenus sont mentionnés dans le tableau III.7.

Tableau III.7. Temps de début et fin de prise pour la formulation F_{25%CKD}

	Temps début de prise (min)	Temps de fin de prise (min)
F _{25%CKD}	115	290

D'après les résultats illustrés dans le tableau III.7, Il semble que la présence en quantité importante du lixiviat dans les matrices cimentaires retarde le processus du temps de début et de fin de prise des pâtes de ciment, ceci est dû essentiellement aux aspects quantitatifs et qualitatifs des éléments chimiques présents dans lixiviat à savoir les métaux lourds tels que: le plomb et le zinc, car ces deux derniers retardent la formation de nouveaux composés qui retardent la prise du ciment. En outre, les alcalins (sodium (Na) et potassium (K)) contenus dans lixiviat ont participé à diminuer le temps de prise des pâtes de ciment et cela dépend amplement de leurs disponibilité dans lixiviat.

III.3.2. Détermination des résistances mécaniques

L'essai de résistance mécanique a été réalisé pour étudier l'effet du lixiviat et les liants utilisés sur les paramètres de résistance mécanique des formulations. Les propriétés mécaniques du matériau sont acquises par les réactions d'hydratations du ciment et des CKD principalement au cours de la prise, laquelle correspond à la cristallisation et à l'organisation des hydrates formées (exp ; portlandite, C-S-H...etc) en une structure mécaniquement résistante. La résistance à la flexion et à la compression, des formulations confectionnées, a été suivie à 7 jours et à 28 jours de cure. Les résultats de l'évolution des résistances mécaniques obtenus sur les formulations confectionnées sont montrés sur les figures III.7 à III.8 et le tableau III.8.

Tableau III.8. Résistance à la compression et à la flexion.

	7 jours		28 jours	
	Résistance à compression (MPa)	Résistance à flexion(MPa)	Résistance à compression (MPa)	Résistance à flexion(MPa)
F ₀ (norme)	≥ 10,0	-	52.5	-
F _{0%CKD}	35.55	7.1	71.61	7.50
F _{25%CKD}	21	5.0	46.55	5.55
F _{50%CKD}	12.57	3.7	31.85	5.35

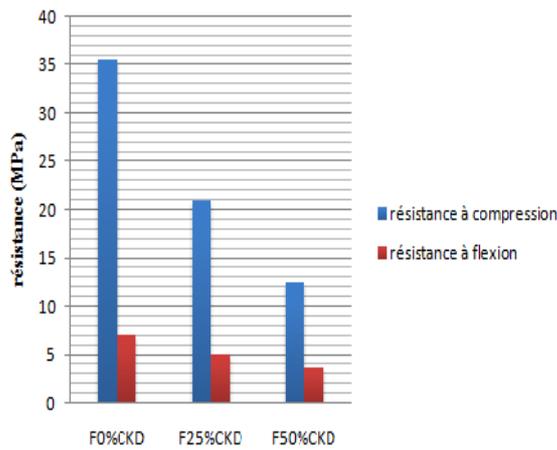


Figure III.6. Résistance à 7 jours.

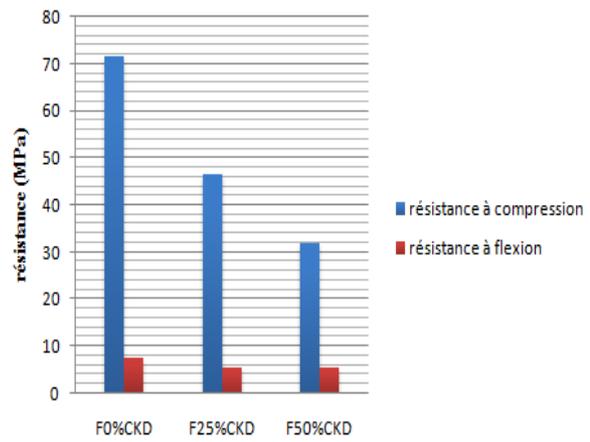


Figure III.7. Résistance à 28 jours.

D’après les résultats illustrés en tableau III.8, figure III.7 à III.8 on constate que les résistances mécaniques à la compression obtenues sont inférieures à la norme qui est de l’ordre de 52.5MPa excepté celle de la formulation F_{0%CKD} à 28 jours. Les résistances des formulations évoluent en fonction du temps. Il a été constaté que la résistance mécanique diminue avec l’augmentation de la quantité des CKD dans les formulations. L’affaiblissement de résistances mécaniques des formulations est engendrés par la diminution des phases minéralogique du ciment dans le mélange vu la substitution du ciment.

On conclu que les résistances présentées par les formulations malgré l’incorporation du lixiviat dans les matrices cimentaires restent importantes et dépassent largement la norme qui est de l’ordre de 1MPa.

III.3.3. Composition chimique

La composition chimique des matières utilisées dans les formulations conçue et matériaux enregistre dan le tableau III.9

Tableau III.9. Composition chimique des matières et des formulations.

	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃	K ₂ O	Na ₂ O	Autre
Ciment	23.35	6.01	6.77	59.40	1.89	1.76	0.43	0.12	0.27
CKD	11.81	4.05	2.28	43.48	1.13	0,74	0.50	00	36.01
F_{0%CKD}	21.36	5.32	6.46	56.55	1.40	1.53	0.41	0.12	6.85
F_{25%CKD}	21.32	4.79	5.39	54.40	1.07	1.31	0.44	0.11	11.17
F_{50%CKD}	17.08	4.84	4.53	57.68	0.97	1.10	0.49	0.11	13.2

Il a été observé que la composition chimique des formulations conçues est semblable à celle du ciment; même ordre de grandeur pour les éléments SiO₂ et CaO. Ceci explique clairement les grandes valeurs des résistances de nos formulations qui ont été engendrées par

la formation des hydrates telle que la portlandite, les silicates hydrates de calcium et l'ettringite pendant la période d'hydratation.

III.3.4. Analyse par Infra-rouge (IR)

La technique IRTF nous apporte des réponses complémentaires intéressantes suite à l'analyse par DRX. L'identification des différentes bandes d'adsorption a été réalisée à l'aide des tables de vibration de Mollah et Silva. Le tableau **III.10** et la figure **III.9** illustrent les résultats d'identification des spectres IR obtenus pour $F_{25\%CKD}$.

Tableau **III.10**. Identification des bandes observées sur les spectres IR pour $F_{25\%CKD}$.

Nombre d'onde (cm^{-1})	Identification des bandes
3624.57	O-H élongation de portlandite
3435.73	Si-O
1431.47	CO_3^{-2}
995.10	C-S-H

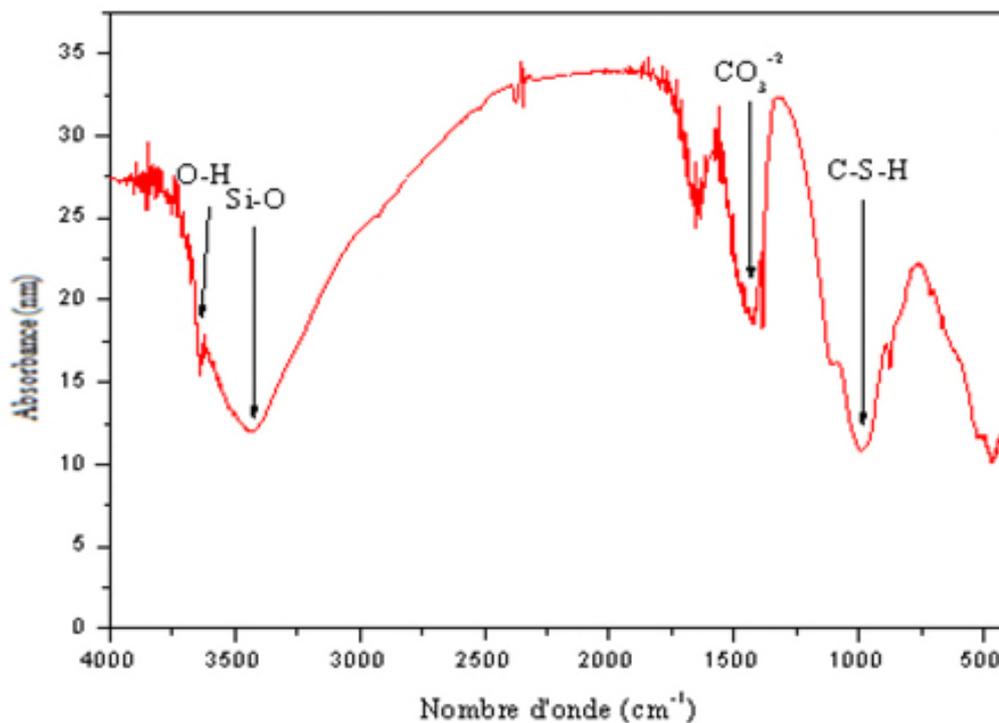


Figure III.8. Spectres FT-IR pour $F_{25\%CKD}$.

D'après le spectre IR, nous observons la présence des bandes correspondant à la vibration de la liaison C-S-H (libre élongation) autour de 995.10cm^{-1} . Une autre bande large a été observée à environ de 3624.57cm^{-1} correspond à O-H, qui signifie que la formulation $F_{25\%CKD}$ contient un groupement O-H de la portlandite.

III.3.5. Efficacité du procédé de S/S

Afin de se prononcer sur l'efficacité du procédé utilisé dans notre étude, le rapport entre la quantité extraite du matériau en éléments chimiques avant et après S/S ont été déterminés par l'utilisation du test TCLP et la méthode d'analyse SAA. Les résultats d'analyse des lixiviats et des pourcentages relargués sont donnés dans les tableaux III.11 et III.12.

Tableau III.11. Pourcentage relargué avant lixiviation dans les matériaux S/S.

Elément	Composition chimique en (mg/l)		
	F _{0%CKD}	F _{25%CKD}	F _{50%CKD}
Pb ⁺²	5.23	8.49	17.49
Zn ⁺²	4.09	2.02	2.08
Fe ⁺²	7.65	6.66	3.24

Tableau III.12. Pourcentage relargué après lixiviation dans les matériaux S/S.

Elément	Pourcentage relargué (mg/l)		
	F _{0%CKD}	F _{25%CKD}	F _{50%CKD}
Pb ⁺²	1.33	2.15	4.44
Zn ⁺²	21.80	10.75	11.11
Fe ⁺²	32.91	28.65	13.94

Les résultats enregistrés dans le tableau III.12 montrent que le procédé de S/S utilisé dans cette étude est efficace dans le piégeage des métaux lourds.

III.3.6. Test EP, FMM et IpH

III.3.6.1. Paramètres physiques

Dans le tableau III.13 sont consignés les résultats des paramètres physiques des tests EP, FMM et IpH, il ressort en général :

- ✓ Que les pH de nos solutions sont basique dans le test EP et FMM, cela est dû généralement à la décomposition des hydrates dans la matrice cimentaire qui engendre le relargage des ions OH⁻.
- ✓ Que la conductivité électrique est importante ; cela est justifié par la présence de cations (en particulier les métaux lourds) en proportions élevées dans nos solutions.

Tableau III.13. Résultats d'analyses physique des tests EP, FMM et IpH

		Rapport L/S						
		2	5	10	50	100	200	
EP et FMM	pH	12.45	12.32	12.22	12.14	11.58	11.31	
	CE (mS/cm)	6.02	6.90	7.03	3.70	2.25	4.70	
IpH	pH	2	4	6	7	10	12	13
	CE (mS/cm)	1.84	30.40	25.80	21.40	23.11	22.10	16.10

III.3.6.2. Analyse chimique

Les résultats d’analyses chimiques des lixiviats obtenus, lors des tests EP, FMM et IpH sont enregistrés dans le tableau III.14. En théorie ces tests sont appliqués afin de déterminer la quantité maximale extractible en éléments des matrices cimentaires réalisées. Il ressort :

- ✓ Que la quantité maximale du Pb^{2+} extraite est réalisée à pH 2 dans le test de lixiviation IpH, soit un taux de relargage de 30,32% ; qui demeure intéressant de point de vu efficacité du procédé utilisé.

Tableau III.14. Résultats d’analyses chimique des tests EP, FMM et IpH.

		Rapport L/S							
		2	5	10	50	100	200		
EP et FMM	Pb^{+2} (mg/l)	2.80	7.19	10.22	10.94	13.0 2	17.56		
	Zn^{+2} (mg/l)	1.82	2.76	5.18	12.0 5	16.07	16.88		
	Fe^{+2} (mg/l)	17,03	8.23	7,17	6,35	3.98	1,23		
IpH	pH	2	4	6	7	8	10	12	13
	Pb^{+2} (mg/l)	130.31	76.74	43.33	66.02	50.19	37.25	26.9	18.23
	Zn^{+2} (mg/l)	2.78	3.85	4.76	18.37	14.26	13.72	8.67	7.94
	Fe^{+2} (mg/l)	13.03	14.60	11.05	5.05	10.71	7.76	6.70	5.92

III.3.7. TLM (test de lixiviation sur monolithe)

III.3.7.1. Paramètres chimiques

Les résultats de lixiviation sur monolithe obtenus pour les espèces chimiques analysés sont illustrés sur la figure III.9, III.10, III.11 qui représentent l’évolution des flux de relargage en fonction du temps moyen de lixiviation dans les deux milieux d’études (neutre et sulfaté) pour le type de formulation choisie ($F_{25\%CKD}$). Pour éviter le phénomène inverse ou le passage des éléments de la solution de lixiviation vers le matériau, la solution de lixiviation a été renouvelée pour qu’aucune espèce suivie n’atteigne sa limite de solubilité dans le lixiviat. En effet, si cela arrivait, le transfert de matière de la matrice monolithique vers la solution de lixiviation serait contrôlé par sa saturation et le test ne serait alors plus réalisé en conditions dynamiques.

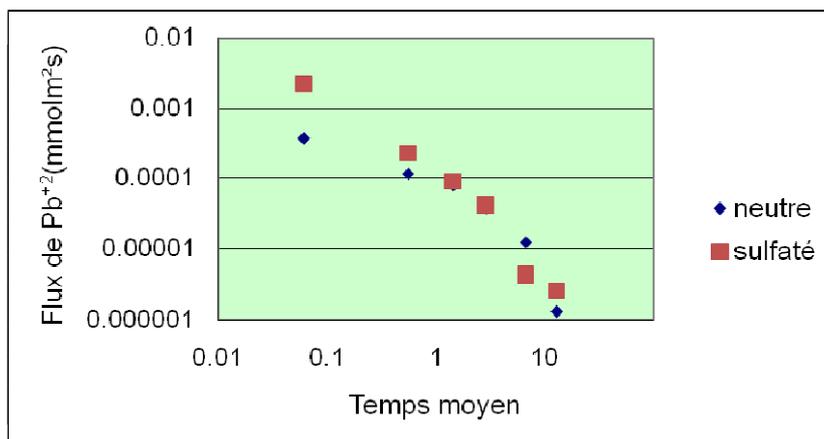


Figure III.9. Evolution de la concentration Plomb en fonction du temps dans le milieu neutre et sulfaté.

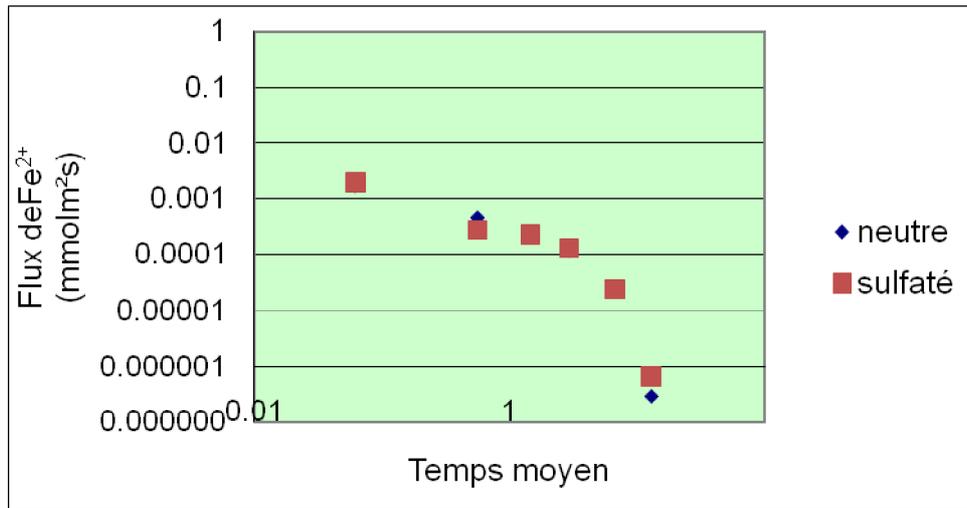


Figure III.10. Evolution de la concentration fer en fonction du temps dans le milieu neutre et sulfaté.

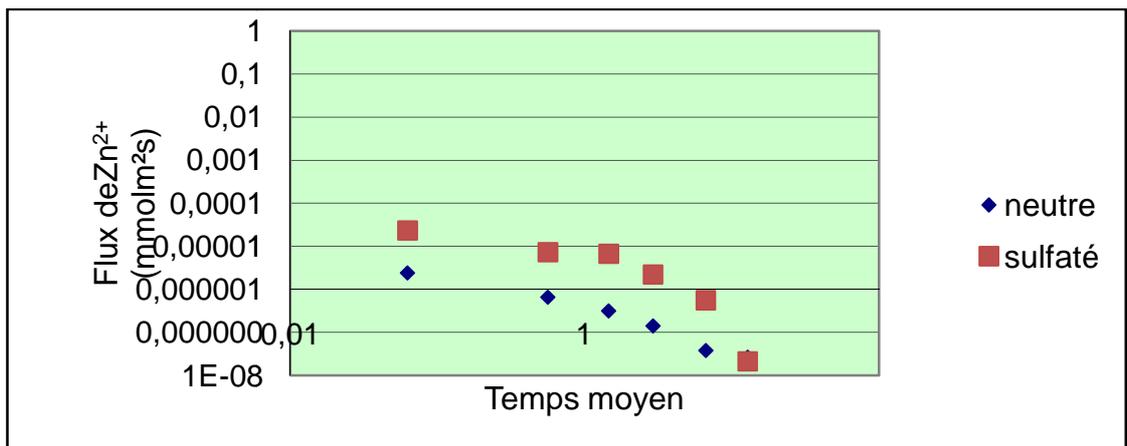


Figure III.11. Evolution de la concentration Zinc en fonction du temps dans le milieu neutre et sulfaté.

D'après les figures III.9, III.10, III.11, on constate que les flux totaux relargués des espèces suivies dans le milieu sulfaté sont supérieurs à ceux du milieu neutre, ceci est dû à la force ionique élevée de la solution sulfatée par rapport à celle de l'eau déminéralisée. Lorsque les blocs sont en contact avec la solution sulfatée plusieurs phénomènes peuvent être exécutés, une partie de la portlandite se dissout suivie par la diffusion des sulfates vers l'intérieur de la matrice cimentaire. Les sulfates entrants réagissent avec les ions de la solution interstitielle, les phases de ciment hydraté et les grains de ciment restés anhydres. Ces réactions engendrent la précipitation des espèces secondaires à savoir : l'ettringite et le gypse

et induisant l'apparition des pressions de cristallisation et des fissures. L'accroissement de la porosité augmente la surface réactive (solution-solide) et par conséquent la libération des polluants sera plus importante.

III.4. CONCLUSION

L'ensemble des expériences réalisées sur des pâtes et des mortiers de référence et sur d'autres matériaux obtenus par stabilisation/solidification contenant différentes quantités de déchet a été présenté dans ce chapitre. Ces tests visent à faire la lumière sur l'impact de l'ajout des déchets industriels toxiques de centre d'enfouissement de Sidi Boudrahem sur les propriétés physiques et mécaniques, le comportement à la lixiviation et la durabilité vis-à-vis des agressions chimiques sur les matériaux cimentaires. L'exploitation des résultats des tests appliqués sur le déchet et les matériaux obtenus par le procédé de stabilisation/solidification (S/S), nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- La caractérisation du déchet par la mise en solution par attaque acide, DRX, MEB-EDX montre que la boue de sédimentation de Sidi Boudrahem contient des concentrations importantes de plomb, le Fer et le zinc. De ce fait, la boue de sédimentation peut être classée comme un déchet ultime dangereux et doit subir un traitement de stabilisation/solidification afin de réduire son caractère polluant et de le mettre dans un centre de stockage de déchets ultimes ;
- La boue a été stabilisé/solidifié par un liant hydraulique. Il a été constaté que l'ajout du déchet retarde la prise des pâtes à ciment ;
- Les matériaux témoins (sans ajout de déchet) ont présenté des résistances mécaniques supérieures à celles des matériaux contenant des déchets à 7 et 28 jours de cure. Cependant, les résistances des matériaux S/S restent supérieures à celle recommandée par la norme
- L'analyse des matériaux par DRX nous a permis d'identifier les principales phases du ciment hydraté (Portlandite, C-S-H et ettringite), ainsi l'apparition des métaux lourds sous forme des phases complexes pour les matériaux dopés par le déchet ;
- L'effet du pH (test IpH) a été étudié, d'une part sur le matériau par sa capacité neutralisation acide et, d'autre part, sur la solubilité des espèces chimiques.
- L'eau des pores contient pratiquement toute la quantité disponible de sodium et de potassium qui provient de la dissolution quantitative de phases fortement solubles (KOH et NaOH) et leurs concentrations dépendent du ratio L/S ;

- Les concentrations, de certains éléments, données par le test « eau des pores » sont supérieures à celles données par le test fraction maximale mobilisable. Ceci peut être expliqué par le fait que les quantités relarguées données par ce dernier sont contrôlées par la saturation de la solution de lixiviation. Cet état de saturation qui dépend du rapport liquide/solide, du temps de contact et de la surface d'échange confirme que les matériaux broyés relarguent plus de métaux lourds que les blocs monolithiques ;

Les résultats obtenus en termes de quantités des métaux lourds lixiviés par rapport au contenu total dans le matériau dans les deux milieux d'études (eau déminéralisé et solution sulfatée) et par rapport au contenu total du déchet à l'état brut, démontrent l'efficacité du procédé adopté pour la S/S du déchet par les liants hydrauliques. Ce faible taux peut être expliqué par le fait que les métaux lourds ont formé dans le matériau des formes très complexes qui sont plus résistantes aux attaques agressives du scénario envisagé. D'après ces faibles taux lixiviés, on n'enregistre aucune dégradation notable dans les matériaux d'étude ;

- Les taux des métaux lourds relargués dans le milieu sulfaté sont supérieurs à ceux relargués dans le milieu neutre, ceci est dû à la force ionique élevée de la solution sulfatée par rapport à celle de l'eau déminéralisée. Les sulfates réagissent avec les différentes phases de ciment hydratés et engendrent la précipitation des espèces secondaires (l'ettringite et le gypse), ces derniers induisent l'apparition de pressions de cristallisation et de fissures dans les blocs. L'accroissement de la porosité augmente la surface réactive (solution-solide), augmentant la libération des polluants ;

CONCLUSION GENERALE

Les objectifs fixés dans cette étude à savoir une caractérisation des boues résiduaire du Centre d'Enfouissement Technique de SIDI-BOUDERHAM commune de Bejaia -Algérie, la Stabilisation/Solidification de ces boues par un ciment de type CPA, l'évaluation du relargage de différents espèces chimiques polluantes contenues dans les matrices poreuses sous différentes conditions de lixiviation (eau pure et milieu sulfaté, Na_2SO_4 à 15 mol/L), ont été atteints. Ces objectifs sont programmés afin d'améliorer nos connaissances sur la faisabilité de la Stabilisation/Solidification des boues riches en métaux lourds par liants hydrauliques pour qu'ils soient acceptables dans le centre d'Enfouissement Technique de Bejaia.

L'étude bibliographique réalisée sur le processus de lixiviation et de dégradation des matrices cimentaires soumis à différents milieux nous a éclairé, d'une part, sur les causes et les mécanismes de dégradation liés à la mise en contact des matériaux cimentaires avec des solutions agressives et, d'autre part, elle a aussi permis de rassembler le maximum d'informations sur : la stabilisation/solidification par les liants hydrauliques, l'étude des interactions entre les phases de ciment hydraté et les métaux lourds, les mécanismes d'immobilisation des métaux lourds et les facteurs qui contrôlent l'efficacité de la solidification/stabilisation à base de liants hydrauliques. L'ensemble de ces connaissances a conduit à mettre en place une campagne expérimentale adaptée aux exigences de notre étude.

Plusieurs tests et techniques d'analyse (TCLP, DRX, IR, MEB...etc.) ont été réalisés sur nos boues et éprouvettes afin de rendre les résultats comparables et cela pour évaluer cette technique de traitement.

A travers cette étude un tas de conclusions ont été tiré, on cite essentiellement :

-Les résultats de caractérisation des boues de CET montre que ces derniers ont un caractère polluants (riche en métaux lourds en particulier le plomb, le Zinc et le fer. Ces concentrations dépasse de très loin les normes exigées) d'où sa stabilisation/solidification est nécessaire ;

-Les résultats de résistance mécanique (à la compression et à la flexion) s'avèrent très intéressants car ils répondent à la norme en vigueur ;

-Le CKD seul n'est pas satisfaisant pour la confection des éprouvettes et pour la rétention des polluants.

-La série de tests de lixiviation appliquée, à savoir : l'influence du pH (IpH), l'eau de pore (EP), la fraction maximale mobilisable (FMM) et le test de lixiviation dynamique sur monolithe (TLM) dans un milieu neutre (eau pure) et dans un milieu sulfaté nous a permis de suivre : la solubilité des espèces chimiques en fonction du pH, l'évolution de la capacité d'absorption en eau au cours du test TLM pour les deux milieu d'étude (neutre et sulfaté) pendant 7 jours de lixiviation ;

-Le procédé de traitement par Stabilisation/Solidification permet de traiter les boues résiduaires. En effet, une rétention totale de la majorité des métaux lourds est observée ;

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] THOMAS DESCHAMPS BENZAZOUA MUSTAFA, BRUNO BOUSSIERE, TIKOU BELEM ET MAMERT MBONIMT Mécanisme de rétention des métaux lourds en phase solide : cas de la stabilisation des sols contaminés et des déchets industriels, revue LA – VERTIGO, September 2006.
- [2] BENGUEDDA-RAHAL Wacila, Contribution à l'étude de la bioaccumulation métallique dans les sédiments et différents maillons de la chaîne trophique du littoral extrême ouest algérien, thèse, page 15.
- [3] Emilie Jarde. Composition organique de boues résiduaires de stations d'épuration lorraines Caractérisation moléculaire et de la biodégradation. Géochimie. Université Henri Poincaré - Nancy I, 2002. Français
- [4] M. BERNARD, Cours de chimie minérale, 2^{ème} édition DUNOD, Paris, France, 1994.
- [5] L. Sigg, W. Stumm, P. Behra, Chimie des milieux aquatiques. Chimie des eaux naturelles et des interfaces dans l'environnement. Edition MASSON, p391, Paris, France, 1992.
- [6] J. L. Lassaigne, Abrégé élémentaire de chimie 2^{ème} édition « Béchet jeune » Tome I, 1836.
- [7] M. Di Benedetto, méthodes spectrométriques d'analyse et de caractérisations, livre 1997, page 23.
- [8] OECD, Indicateurs environnementaux pour l'agriculture Méthodes et résultats .Volume 3, éditeur : OECD publishing, p.440, 2001.
- [9] D. CALAMARI, food and agriculture organization of the united nations, COMITÉ DES pêches continentales pour l'Afrique, Revue de la pollution dans l'environnement Aquatique africain Volume 25 de Document technique du CPCA, Food & Agriculture Org., p.38, 1994.
- [10] C. RAIFFAUD, Produits « bio » : de quelle qualité parle-t-on, Références (Dijon) Educagri Editions, p.192, 2001.
- [11] P. GOUDET, A. KOWALSKI, Physique et chimie : 1^{er} et terminale bac pro. Educagri Editions, p.288, 2011.
- [12] D. CHAPMAN, Water quality assessments and monitoring second edition. (UNESCO/WHO/UNEP), 1996.
- [13] J. EMSLEY, Les éléments chimiques, 2^{ème} édition Polytech, 1993.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [14] P. HARRY, A. CAUBET, G. DURAND, C. MATHIEU, J. MARIONNEAU, Y. MAURAS, P. ALLAIN -Intoxications aiguës par inhalation de chlorures de Zinc et d'aluminium. *J. Toxicol. Clin*, 1989.
- [15] P. ROBERT, S. LAUWERY, *Toxicologie industrielle et intoxications professionnelles*, Masson, p 961, 2003.
- [16] C.D. HEBERT, M.R. ELWELL, G.S. TRAVLOS, C.J. FITZ, J.R. BUCHER, Subchronic toxicity of cupric sulfate administered in drinking water and feed to rats and mice. *Fund. Appl. Toxicol*, p 461, 1993.
- [17] J. M. STELLMAN, A. VIROT, *Encyclopédie de sécurité et de santé au travail*, Volume 2, International Labour Organisation, 4838 pages, 2000.
- [18] V. RIIHIMAKI Cadmium, occurrence and effects - *Work. Environ. Health*, p9-91, 1972.
- [19] L. LUBOMIR I. SIMEONOV, *Environmental Heavy Metal Pollution and Effects on Child Mental Development: Risk Assessment and Prevention Strategies* NATO Science for Peace and Security Series C: Environmental Security, Edition Springer Science & Business Media, p344, 2010.
- [20]] MATIAS Miguel, *Contamination en métaux lourds des eaux de surface et des sédiments du Val de Milluni (Andes Boliviennes) par des déchets miniers*, université de Lyon, thèse, avril 2008, Page 21.5.
- [21] KADEM Dhaou-El-Djabine, *Évaluation et comportement des métaux lourds (Cd – Cr – Cu – Ni – Pb – Zn et Mn) dans les sols à vocation agricole et à végétation naturelle soumis à une pollution atmosphérique. (el-hadjar – Annaba – Est algérien)*. Influence de la végétation sur la dynamique de ces métaux, thèse, université Mentouri de Constantine, 07/2005, page 12.
- [22] U.S. National Committee for Geochemistry. Panel on the Geochemistry of Water in Relation to Cardiovascular Disease, *Geochemistry of Water in Relation to Cardiovascular Disease* Volume 2884 de Publication. National Research Council; éditeur: National Academies, p 9, 1979.
- [23] Philippe Thonart, Sory Ibrahim Diabaté, *Code de pratiques écologiques pour les mines de métaux*, 2009 1/MM/17 Section des mines, Division mines et traitement, Direction secteurs publics et des ressources
Direction générale de l'intendance environnementale, Environnement Canada, page 83.
- [15] Gérard Grosclaude, *l'eau*; livre, Tom II, INRA, Paris 1999-ISSN, page 195.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [24] PROBST Anne, Contamination en métaux lourds des eaux de surface et des sédiments du Val de Milluni (Andes Boliviennes) par des déchets miniers, thèse, Page 11.
- [25] J. M. STELLMAN, Encyclopédie de sécurité et de santé au travail, Volume 2, , International Labour Organization, pages 4838, 2000.
- [26] BICOCCHI, Les polluants et les techniques d'épuration des fumées, Lavoisier, p 70.72, 2009.
- [27] J. DAVIS, Nickel, Cobalt, and Their Alloys, ASM specialty handbook, editor: ASM International, p3-55, 2000.
- [28] MUSTAPHA DJEBBAR, Argiles de maghnia : purification et adsorption de pollution, thèse, Université Mentouri de Constantine, Page 27.
- [29] BEL HADJ ALI Imen, contribution à l'étude des sédiments marins tunisiens : cas des ports de radès et de Gabès, thèse, l'école centrale de lille et l'école nationale d'ingénieurs de Tunis, décembre 2013, page 6.
- [30] BELABED BOURHANE al EDDINE, Biologie et physiologie des organismes marins La pollution par les métaux lourds dans la région D'Annaba « Sources de contamination des écosystèmes aquatiques », thèse, université Badji Mokhtar, Annaba, 2010, P23.
- [31] C. BOCARD, Marées noires et sols pollués par des hydrocarbures: enjeux environnementaux et traitement des pollutions Institut français du pétrole publications, Éditions TECHNIP, 2006 .
- [32] Emilian Koller, traitement des pollutions industrielles (eau, air, déchets, sols, boues), livre, 2^e édition , 2002, page 142, 148, 170.
- [33] JEAN Francois, la contamination métallique, livre, P23, 25.
- [34] EMMANUEL Adler, Gestion des boues de stations d'épuration, Série Technique DT 52 Novembre 2012 (enquête), page 34.
- [35] ALEXANDRA bertron , Unité physico-chimie "sur site " (unité accréditée COFRAC) lozere.fr, Document, page 2.
- [36] Gwénaëlle Bröns-Laot, Evaluation environnementale de la valorisation de mâchefers d'incinération d'ordures ménagères en remplissage de carrière, Thèse, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2002, page 48, 49.
- [37] OECD , Perspectives de l'environnement de l'OCDE à l'horizon 2050 Les conséquences de l'inaction: éditeur : OECD Publishing, p 425 , 2012.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

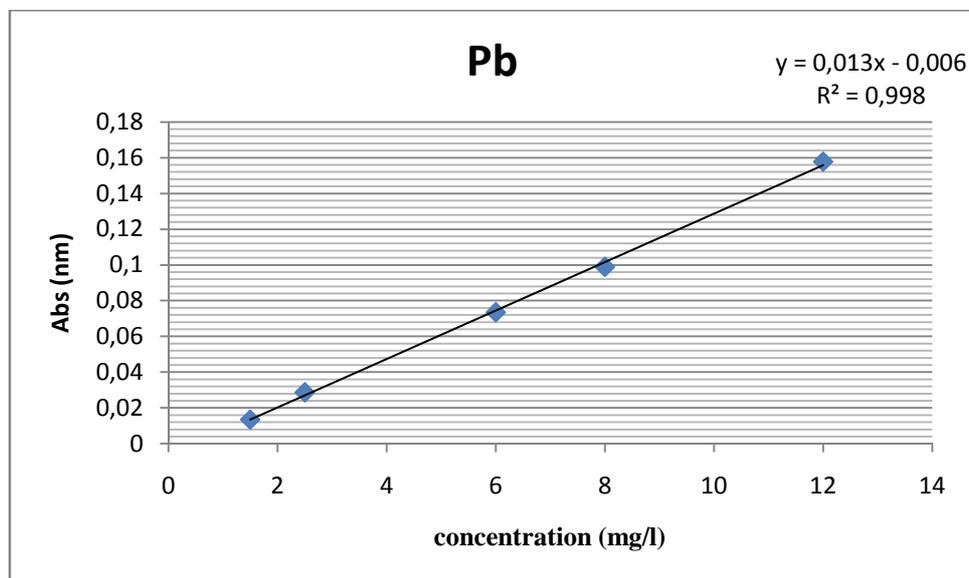
- [38] D.GOUJONS, La pollution des milieux aquatiques, aide-mémoire ,2^{ème} édition, Gauthier Villards , Paris, p275,1995.
- [39]J. PELOUZE, E. FREMY, Traité de chimie générale, analytique, industrielle et agricole: Chimie inorganique II ,p 600- 640, Volume 2, édition :3,éditeur : Victor Masson et Fils, , p59-61, 1861.
- [40]J. W. KIJNE, Déverrouiller le potentiel de l'eau en agriculture ,Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture, éditeur : Food & Agriculture Org. p 46-48, 2003.
- [41] OCTEL France, société anonyme, édition 1977.
- [42] APICHAT Imiyim, D'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques, thèse, l'institut national des sciences appliqué de Lyon, Décembre 2000, page 61, 62, 63, 64, 65, 65.
- [43] MÉHU J, Stabilisation à base de liants hydrauliques de matériaux ou déchets contaminés par des polluants organiques, rapport final, étude n° 99-0325/1a, décembre 2000, Page 104,105, 106.
- [44] PROBST Anne, Contamination en métaux lourds des eaux de surface et des sédiments du Val de Milluni (Andes Boliviennes) par des déchets miniers, thèse, Page 11, 12,13.
- [45] MEZOUARI. SANDJAKDINE Fadila, Conception et exploitation des centres de stockage des déchets en Algérie et limitation des impacts environnementaux, Thèse, l'universite de limoges, Mars 2011, page 61.
- [46] CERRA Iris, DESAGNAT Mathieu, DUBART Romain, JUVEN Lucas ZHOU, Ning ZIANI Hamza, Traitement des boues des stations d'épuration des petites collectivités Mercredi 19 février 2014 page 2.
- [47] CHERIFI Mouna, Décontamination électrocinétique d'une boue d'eau potable contenant de l'aluminium, thèse, universite badji mokhtar badji mokhtar , 2013, page 48.
- [48] EL FELS Loubna, Suivi physico-chimique, microbiologique et ecotoxicologique du compostage de boues de STEP mélangées a des déchets de palmier: validation de nouveaux indices de maturité, thèse, l'université de TOULOUSE, décembre 2014, page 81.
- [49] TATANGELO Adeline, Optimisation de la précipitation des Métaux lourds en mélange et valorisation des boues d'hydroxydes : application aux effluents de traitement de surfaces, Thèse, l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, février 2013, page116 ,227.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [50] MÉHU J, Stabilisation à base de liants hydrauliques de matériaux ou déchets contaminés par des polluants organiques, rapport final, étude n° 99-0325/1a, décembre 2000, Page 104,105, 106.
- [51] EMILIE JARDE, composition organique de boues résiduaire de stations d'épuration lorraines : caractérisation moléculaire et effets de la biodégradation, Thèse , l'université Henri Poincaré, Nancy, décembre 2002, page 43,65.
- [52] AGDAL V, Etude de l'inclusion du Fer dans les ciments Sulfo-alumineux et valorisation du caoutchouc dans leurs mortiers, thèse, février 2012, page40, 41 et 42.
- [53] JESSICA Picard, Développement de la LIBS pour l'analyse en ligne de produits uranifères et plutonifères solides, université de bourgogne ufr Sciences et Techniques, thèse, thèse, l'Université de Bourgogne Discipline : Physique – Chimie, janvier 2015, page 71
- [54] M.TARDAT-HENRY, J.PAUL-BEAUDRY, Chimie des eaux, Edition Le Griffon d'argile, livre, 1984, Page 45.
- [55]ISO6878/1-1986(F), Qualité de l'eau, Dosage du phosphore, partie 1 : Dosage Spectrométrique à l'aide du molybdate d'ammonium, page 1-12.
- [56] JEAN RODIER .BERNARD LEGUBE.NICOLE MERLET ET COLL. Analyse de l'eau, livre, 9^{ème} édition © Dunod, Paris 2009, © Dunod Paris, 1959, ISBN 978-2-10-054179-9, page 172.
- [57] M.TARDAT-HENRY, J.PAUL-BEAUDRY, Chimie des eaux, Edition Le Griffon d'argile, livre, 1984, Page 45.
- [58] PEYRONNARD Olivier, Apports méthodologiques pour la modélisation du comportement à la lixiviation de résidus minéraux. Application aux solidifiats de boues d'hydroxydes métalliques, Thèse, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Année 2008, page 62, 63, 75.

Tableau 1. Données expérimentale de la courbe d'étalonnage du plomb.

Abs (nm)	1,5	2,5	6	8	12
Concentration (mg/l)	0,0136	0,0288	0,0736	0,099	0,1578

**Figure 1.** La courbe d'étalonnage de plomb (Pb).**Tableau 2.** Données expérimentale de la courbe d'étalonnage du zinc.

Abs (nm)	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Concentration (mg/l)	0,0247	0,0509	0,0766	0,0982	0,1248

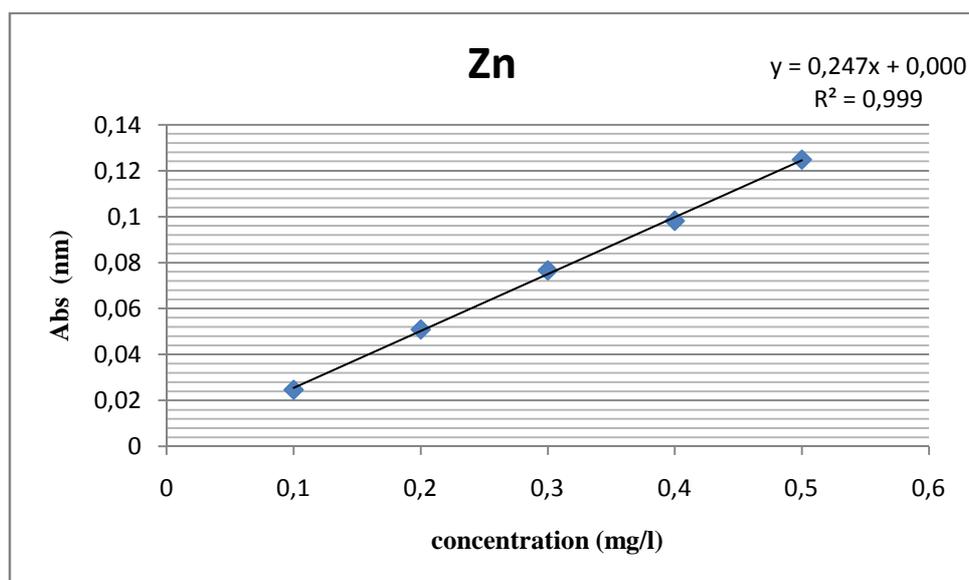
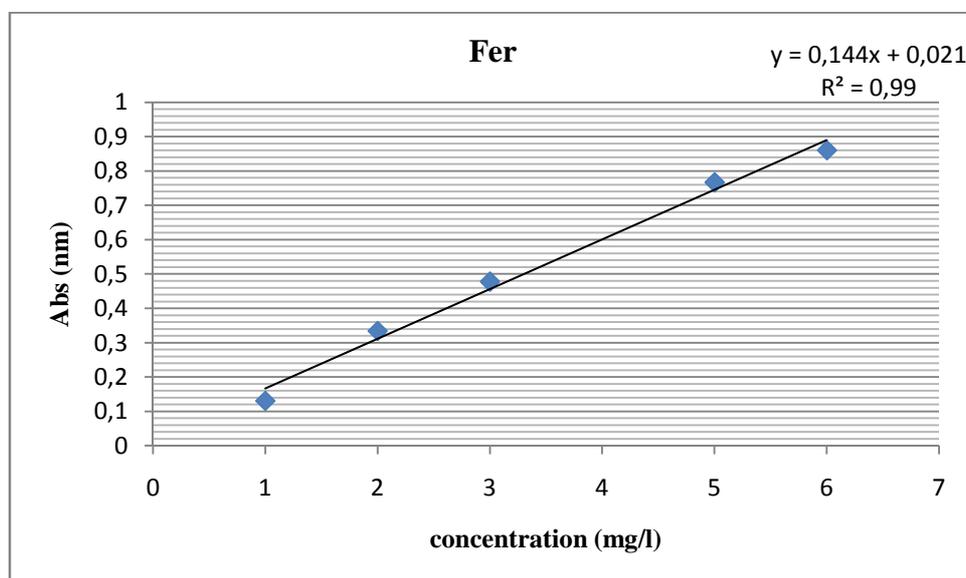
**Figure 2.** La courbe d'étalonnage de zinc

Tableau 3. Données expérimentale de la courbe d'étalonnage du fer.

Concentration (mg/l)	1	2	3	5	6
Abs (nm)	0,131	0,3341	0,4779	0,7668	0,8599

**Figure 3.** La courbe d'étalonnage de fer**Spectroscopie infrarouge(IR)****Figure II.9.** Image de l'appareille du spectrophotomètre IR**➤ Mode opératoire**

L'analyse IR s'effectue sur des pastilles de KBr fabriquées en représentant les proportions suivantes : 300 mg de KBr et 5 mg de matériau finement broyé. La masse du mélange prélevée pour faire la pastille est de 30 mg.

Les analyses par spectroscopie infrarouge (IR) sont effectués dans le laboratoire de chimie industrielle de l'université A/Mira de Bejaia à l'aide d'un spectrophotomètre IR de type Affinity-1 SHIMADZU, représenté dans la figure II.9.

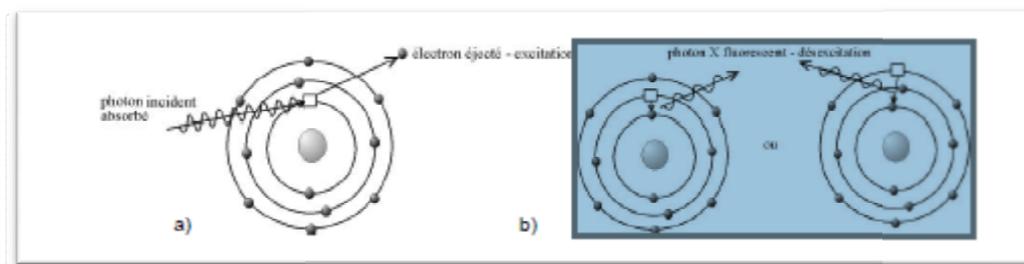
Spectrométrie d'émission de fluorescence X (QCX)

Définition

La fluorescence des rayons X peut être une analyse semi quantitative des éléments de l'échantillon. L'échantillon est excité par un rayonnement X et le spectre de fluorescence émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon. [48]

Principe

Lorsqu'un électron d'une couche interne (d'énergie E_0) est arraché à un atome par un rayonnement électromagnétique ou par des particules de forte énergie, un électron d'une couche d'énergie supérieure E_1 vient immédiatement prendre la place en émettant un photon d'énergie $E_1 - E_0$ caractéristique de l'atome (Figure II.11). Il faut noter que la longueur d'onde du rayonnement émis appartient alors au domaine des rayons X.[48]



RESUME

Le procédé de S/S consiste à évaluer le comportement des déchets stabilisés soumis à une lixiviation à long terme,

La réduction de caractère polluant présents dans les boues résiduaire de centre d'enfouissement technique (CET) par Stabilisation/Solidification sur des matériaux naturels constitue une option technologique de plus en plus étudiée à travers le monde. Toute fois, la mise en application d'un tel procédé à l'échelle industrielle requiert l'utilisation de la Stabilisation/Solidification facilement disponibles et peu couteux..

Nous avons dans un premier temps caractérisé la boue de (CET), du CKD et du ciment afin de confirmer sa synthèse. Pour cela, différentes méthodes de caractérisation ont été utilisées à savoir : DRX, MEB, SAA, DRX, IR et l'UV-visible.

Dans un second temps, nous avons étudié la réduction du caractère polluant métaux lourds. pour ce là on suit l'évolution de la concentration de métaux lourds restants dans la solution de TCLP pendant le traitement a été réalisé par la technique SAA.

Plusieurs paramètres ont été étudié tel que le PH, le potentiel, la conductivité des solution du TCLP, EP, TLM, FMM. Il ressort que a travers cette étude que la boue résiduaire de CET de SIDI BOUDRAHAM sont contaminés par les métaux lourds.