

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Université Abderrahmane Mira de Bejaia

Faculté de Technologie

Département de Génie des procédés

Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en génie des procédés

Option : Genie chimique

Thème

Etude de la spéciation chimique du plomb avec les phases d'hydratation formées dans des matrices cimentaires

Présenté par :

BENABDESSLAM Fahima

DJAOUH Hanane

Président: M^r LEMOUARI Messaoud

Examinatrice : M^m MAKHLOUFI Houa

Promoteur : M^r HADDAD Said

Co-promoteur : M^r MOUSSACEB Karim

Année Universitaire : 2019-2020

Remerciements

Nous remercions tout d'abord le bon Dieu qui a nous donné la volonté et le courage afin de réaliser ce travail.

Nos remerciement les plus sincère vont à notre promoteur Dr HADDAD SAID et plus particulièrement à notre Co-promoteur Dr MOUSSACEB Karim de nous avoir encadré, conseillé et encouragé et de nous avoir permit de travailler dans un cadre très agréable, nous vous sommes infiniment reconnaissantes.

Nous remercions les membres du jury d'avoir évaluer notre travail.

Enfin, nos remerciements s'adressent à toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce mémoire

*Aux deux personnes les plus importantes au monde, ma très chère mère et mon très cher père pour
Leur soutien, Leur confiance et Leur amour inestimable, Leur sacrifices et toutes les valeurs qu'ils ont
su m'inculquer.*

*A ma chère sœur **Lila***

*A mes chers deux frères **Nabil** et **Ryad***

*A mes très chers et adorables amis **Fahima, Radia, souad, Yasmina, Sissa***

HANANE

Dédicaces

Je dédie ce mémoire

Aux deux personnes les plus importantes au monde, ma très chère mère et mon très cher père pour
Leur soutien, Leur confiance et Leur amour inestimable, Leur sacrifices et toutes les valeurs qu'ils ont
su m'inculquer

A mes chères sœurs **Nabila** et **Lylia**

A mes chers frères **Aissa** et **Nassim** et **Rahim**

A mes très chers et adorables amis **Hanane** et **Wassila**, **Imane**, **Hanane**, **Fatiha**, **laila**

FAHIMA

SOMMAIRE

LISTE DES ABREVIATIONS

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

INTRODUCTION.....1

CHAPITRE I

RECHERCHE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Introduction2

I.2. Notions sur les déchets.....2

I.2.1. Définition des déchets2

I.2.2. Classification des déchets3

- Selon leur nature3

- Leur mode de traitement et d'élimination.....3

- Le comportement et les effets sur le plan environnement.....3

- Selon leur origine.....4

I.2.3. Les catégories des déchets5

- Les déchets agricoles.....5

- Les déchets ménagers et assimilés.....5

- Les déchets industriels.....6

I.3. Métaux lourds.....7

I.3.1. Définition.....7

I.3.2. La toxicité.....7

I.3.3. Sources d'émissions (naturelles, industrielles).....8

- Sources naturelles.....8

- Sources industrielles.....8

I.3.3.1. Plomb.....8

• Impact sur l'environnement et la santé.....	9
I.3.3.2 Chrome.....	10
• Impact sur l'environnement et la santé.....	11
I.3.3.3. Nickel.....	12
• Impact sur l'environnement et la santé	14
I.4. Procédé de stabilisation et solidification des déchets dangereux.....	15
I.4.1. Généralités.....	15
I.4.2. Principe.....	15
I.4.3.Solidification.....	15
I.4.4. Stabilisation.....	15
I.4.5. Les critères d'admissibilité des déchets au centre de stockage.....	15
I.4.6. Caractérisation des déchets stabilisés/solidifiés S/S.....	16
I.4.7. Objectif de S/S.....	17
I.4.8. Efficacité/Performances.....	18
I.4.9. Procédé de S/S.....	18
I.4.10. Avantages de S/S aux liants hydrauliques et aux solutions chimiques.....	19
I.5. La stabilisation/solidification à base des liants hydrauliques- Ciment.....	19
I.5.1. Les liants hydrauliques.....	19
I.5.2. Le ciment.....	19
I.5.3. Les différents types de ciment.....	21
I.5.4. Hydratation du ciment portland	23
I.5.5.Les différents hydrates formés lors de l'hydratation du ciment.....	24
I.5.6.Caractéristiques de la matrice de cimente hydrate.....	25

CHAPITRE II

TEST DE CARACTERISATION DES MATERIAUX

II.1.Introduction.....	27
II.2.Formulation des matériaux.....	27
II.2.1. le choix des polluants.....	27
II.2.2. Les constituants de base de pates.....	27
II.2.3. Formulation des pates.....	27
II.3. Mise en œuvre de la solidification.....	28
II.2.3. Préparation des échantillons.....	28
II.4. Essais mécaniques.....	29
II.4.1. Mesure des résistances à la compression et à la flexion (EN 196-1).....	29
II.4.1.1. Objectif de l'essai.....	29
II.4.1.2. Définition de l'essai.....	29
II.4.1.3. Principe de l'essai.....	29
II.4.1.4. Equipement nécessaire.....	29
II.4.1.5. Malaxage des mortiers.....	30
II.4.1.6. Moulage des éprouvettes.....	30
II.4.1.7. démoulage des éprouvettes prismatiques.....	31
II.4.1.8. Essai de rupture par flexion.....	31
II.4.1.9. Essai de rupture par compression.....	31
II.4.1.10. Préparations des matrices monolithiques et des fractions granulaires.....	32
II.4.1.10.1. Préparations des monolithes.....	32
II.4.1.10.2. Préparations de la poudre à analyser.....	32
II.4.2. Mesure des temps de début et de fin de prise.....	35

II.4.2.1. objectif d'essai.....	35
II.5. Méthodes physique d'analyse.....	37
II.5.1. Analyse par diffraction des rayonnements X (DRX).....	37
II.5.2. Analyse thermogravimétrique (ATG).....	38
II.5.3. Microscopie Electronique à balayage (MEB).....	39
II.5.4. Spectroscopie infrarouge transformée de Fourier(IRTF).....	39
II.6. Méthodes d'analyse des solutions aqueuses utilisées.....	41
II.6.1. Analyse par spectrophotométrie UV Visible.....	41
II.7. Test de lixiviation.....	42
II.7.1 Test de lixiviation TCLP	42
II.7.1.1. Tests de lixiviations.....	42
II.7.1.2. Détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide	42
II.7.1.3. préparation de l'échantillon pour la lixiviation.....	43
II.7.2 Test de l'influence du pH (IpH).....	43
II.7.2.1. titrage préliminaire.....	43
II.7.3 Test de l'Eau des Pores (EP).....	44
II.7.4. Test fraction maximale mobilisable (FMM).....	45
II.7.5. Tests de lixiviation sur monolithe (TLM).....	46

CHAPETRE III
RESULTATS ET DISCUSSIONS

III. Introduction.....	48
III.1. Diffractions des rayons X (DRX).....	48
III.2. Micrographie (analyse MEB).....	49
III.3. Résistance mécanique.....	50
III.4. Test de lixiviation TLCP.....	51

CONCLUSION.....	54
REFERENCES BOBLIOGRAPHIQUE.	

LISTE DES ABRIVIATIONS

CPA : ciment portland artificielle

E(t) : échantillon témoin

E/C : eau/ciment

S/S : solidifié/stabiliser

D/C : rapport déchet ciment

L/S : rapport de volume de liquide/masse sèche de solide (ml/g)

DRX : diffraction des rayons X

MEB : Microscopie Electronique a Balayage

ATG : Analyse Thermogravimétrique

ATD : Analyse Thermogravimétrique Différentielle

IR : Spectrométrie Infrarouge

IRTF : Spectrométrie Infrarouge Transformée de Fourier

UV: Ultraviolet –Visible

TCLP: Toxicity Characteristic Leaching Procédure

IpH: Influence pH

EP: Eau de pore

FMM : Fraction Maximale mobilisable

TLM : Test de Lixiviation sur Monolithe

BCR : Boulonnerie, Coutellerie, Robinetterie

CEN : Comité Européenne de Normalisation

AFNOR : Association Française de Normalisation

La liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1: Classification des déchets radioactifs se fait selon les types.....	4
Tableau I.2: Classification des déchets radioactifs se fait selon les catégories.....	4
Tableau I.3: Propriétés chimiques du Plomb.....	9
Tableau I.4: Propriétés chimiques du chrome.....	11
Tableau I.5: Propriétés chimiques du nickel.....	13
Tableau I.6: Critères d'admission des déchets ultimes.....	16
Tableau I.7: Différents technique de stabilisation et /ou solidification.....	18
Tableau I.8: composition minéralogique du ciment.....	21
Tableau I.9: Les différents types de ciment.....	22
Tableau I.10: Principaux hydrates formés lors de l'hydratation du ciment.....	25

Chapitre II

Tableau II.1: Formulation des matériaux à étudier.....	28
Tableau II.2: caractéristiques du concasseur à mâchoire.....	33
Tableau II.3: Présentations des quantités de matériaux nécessaires pour l'élaboration des tests EP et FMM.....	46

Chapitre III

Tableau III.1: Comparaison des résultats de micrographe MEB.....	50
Tableau III.2: Comparaison des résultats de la résistance mécanique.....	51
Tableau III.3: Quantification des métaux retenus dans les matériaux mortiers S/S.....	52
Tableau III.4: Composition chimique élémentaire des lixiviats des matériaux S/S.....	52

Listes des figures

Chapitre I

Figure I.1: Étapes des différentes voies de fabrication du clinker.....	20
--	----

Chapitre II

Figure II.01: Malaxeur à mortiers utilisé pour la fabrication des monolithes.....	30
Figure II.2: Le moule utilisé dans la préparation des monolithes.....	31
Figure II.3: La rupture des éprouvettes.....	31
Figure II.4: Appareil de compresser les matériaux.....	32
Figure II.5: concasseur à mâchoire.....	33
Figure II.6: Schéma de quartage.....	34
Figure II.7: Mortier.....	35
Figure II.8: tamiseuse électrique.....	35
Figure II.9: Phase d'évolution du ciment.....	36
Figure II.10: Malaxeur du mortier de ciment.....	36
Figure II.11: Appareil de Vicat.....	36
Figure II.12: Schéma d'un spectromètre de diffraction des rayons X pour les échantillons poudre.....	38
Figure II.13: Thermobalance SETARAM.....	39
Figure II.14: Schéma du principe de la spectroscopie IR.....	40
Figure II.15: Image de l'appareil du spectrophotomètre IR.....	41

Chapitre III

Figure III.1: Spectre obtenu par DRX pour le déchet de l'unité de BCR.....	48
Figure III.2: Spectre DRX du déchet brut.....	48

Figure III.3: Micrographie et spectre EDX d'une vue globale du déchet brut.....	49
Figure III.4: Micrographe MEB et analyse EDS du matériau F5%.....	49
Figure III.5: Illustre une comparaison de Résistances mécaniques à la compression et par flexion à 7 jours.....	50
Figure III.6: Illustre une comparaison de Résistances mécaniques à la compression et par flexion à 28 jours.....	50
Figure III.7: Variation de la compression fonction des taux de déchet pour 7et 28 jours.....	51
Figure III.8. Variation de la flexion mécanique en fonction des taux de déchet pour 7et 28 jours.....	51
Figure III.9: Evolution des quantités des espèces chimiques Pb retenues, pour les deux matériaux S/S mortier.....	52

Introduction générale

Le problème de la pollution de l'environnement reste toujours d'actualité car de nombreuses activités industrielles continuent à générer divers polluants, notamment certains produits chimiques d'origine industrielle (hydrocarbures, métaux lourds...) sont susceptibles de créer des nuisances importantes. Les effluents industriels et les polluants résultant de l'utilisation intensive de réactifs chimiques constituent les causes majeures de pollution de l'environnement. [1]

Les déchets solides sont considérés parmi les dangereux problèmes environnementaux comme ils contribuent significativement à polluer les éléments de l'environnement ; sol ; air et eau. Ils contribuent également à déformer la vue d'ensemble en raison de leur augmentation et de ne pas suivre les méthodes appropriées dans leur processus de collecte, transport, stockage et traitement. [2]

Leur gestion rationnelle et leur réduction sont devenues indispensables afin de préserver l'environnement et l'avenir des générations futures. C'est pourquoi nous avons retournés vers des filières de traitement. Pour les déchets industriels spéciaux minéraux, la filière la plus utilisée à ce jour est la stabilisation/solidification (s/s) à l'aide des liants hydrauliques. Ces déchets s/s peuvent représenter une source de pollution dans le milieu de stockage ou de valorisation. La pollution est provoquée par l'émission de polluants contenus dans les déchets s/s lors du contact avec différents milieux (l'eau) [3]

L'objectif principal de notre travail est d'étudier le comportement des déchets ultimes, solidifiés ou non, soumis à la lixiviation. Nous allons également chercher l'impact du procédé stabilisation/solidification du déchet de l'unité BCR par différentes pâtes à ciment sur la cinétique de relargage des métaux lourds, particulièrement le plomb, présent en trace dans notre déchet [3]. Pour mener à bien cette étude, entièrement réalisée au niveau du laboratoire génie des procédés, ce mémoire est réparti en trois parties essentielles.

Premièrement, nous présenterons une revue bibliographique générale sur les déchets et sur la méthodologie d'immobilisation des déchets ultimes par le procédé de stabilisation/solidification par des liants hydrauliques.

Ensuite, nous présenterons, dans cette section de notre travail, l'ensemble des techniques expérimentales et la méthodologie suivie dans la caractérisation des matériaux synthétisés (avant et après stabilisation/solidification) à savoir : les méthodes physico-chimiques d'analyse.

Nous allons essayer de comprendre le comportement du plomb dans les phases cimentaires à travers cette partie réservée particulièrement à la revue de la littérature des résultats expérimentaux de différentes recherches scientifiques réalisées dans le domaine de la stabilisation et solidification de déchets.

CHAPITRE I

GENERALITES SUR LES DECHETS

I.1. Introduction

Les déchets, qu'ils soient d'origine domestique, agricole ou industrielle, constituent un des problèmes incontournables du XXI^e siècle. En effet, l'augmentation de la population mondiale et sa concentration dans les villes, ainsi que le développement d'équipements industriels et de biens de consommation génèrent des quantités astronomiques de résidus : en moyenne plus de 400 kilogrammes par habitant et par an dans les pays développés et parfois plus de 700 kilogrammes pour certains d'entre eux. Leur gestion rationnelle et leur réduction sont devenues indispensables pour préserver l'environnement et l'avenir des générations futures. [4]

Le déchet peut être défini comme un produit à la fin de sa vie. Nous pouvons trouver les déchets partout sur la terre même dans les endroits où les populations de consommation ne vivent pas, tels que les sites sous-marins de dépôt de déchets. Quel que soit le matériau, un «Déchet» peut toujours être réintroduit dans le cycle de production, mais c'est le marché qui décide de cette possibilité en fonction de son coût de traitement. [5].

I.2. Notions sur les déchets

I.2.1. Définition

L'article 541-1 du code de l'environnement définit le déchet comme « tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, toute substance, matériau, produit ou plus généralement tout bien meuble abandonné ou que son détenteur destine à l'abandon ».

La directive du 15 juillet 1975, considère comme déchet « toute substance ou tout objet figurant à l'annexe I. Cette dernière présente les 16 catégories de déchets définies à cette date dont le détenteur se défait ou dont il a l'intention ou l'obligation de se défaire. [6]

Chapitre I

I.2.2 Classification des déchets

❖ Selon leur nature

La classification des déchets d'après leur nature aboutit à trois catégories essentielles.

-Déchets solides. -Déchets liquides. -Déchets gazeux.

❖ Selon leur mode de traitement et d'élimination

Les déchets solides sont regroupés en quatre grandes familles.

- **Déchets inertes** : Généralement constitués d'éléments minéraux stables ou inertes au sens de leur incompatibilité avec l'environnement et qui proviennent de certaines activités d'extraction minières ou de déblais de démolition (terre, gravats, sables, stériles,...etc.)

- **Déchets banals** : cette catégorie regroupe essentiellement des déchets constitués de papiers, plastiques, cartons et bois produit par des activités industrielles ou commerciales et déchets ménagers.

- **Déchets spéciaux** : Ils peuvent contenir des éléments polluants et sont spécifiquement issus de l'activité industrielle (boues de peintures ou d'hydroxyde métallique, cendres d'incinération...etc.). Certains déchets sont aussi dits spéciaux lorsque leur production importante sur un même site entraîne des effets préjudiciables pour le milieu naturel (déchets des centrales thermiques, phosphogypse, ainsi que certains déchets provenant des laboratoires universitaires et hospitaliers...etc.).

- **Déchets dangereux** : Issus de la famille des déchets spéciaux, ils contiennent des quantités de substances toxiques potentiellement plus importantes et présentent de ce fait beaucoup plus de risques pour le milieu naturel (poussières d'aciéries, rejets organiques complexes, bains de traitement de surface contenant soit du chrome, cyanure ou une forte acidité, les déchets de C.F.C et mercuriels).

❖ Selon le comportement et les effets sur l'environnement

A ce titre on distingue.

- **Les déchets inertes** : Pouvant être différenciés suivant leur caractère plus ou moins encombrant, en débris plus ou moins volumineux jusqu'aux carcasses d'automobiles, chars, avions, bus,...etc.

- **Les déchets fermentescibles** : Principalement constitués par la matière organique, animale ou végétale à différents stades et fermentation aérobies ou anaérobies.

- **Les déchets toxiques** : Poisons chimiques ou radioactifs qui sont générés soit par des industries, soit par des laboratoires ou tout simplement par des particuliers qui se débarrassent avec leurs ordures de certains résidus qui devraient être récupérés séparément (ex : flacons de médicament, seringues, piles,...etc.).

Chapitre I

❖ Selon l'origine

Principalement cette classification comprend de grandes classes de déchets solides basée sur la source de déchets : Déchet industriel et déchets urbains.

➤ **Les déchets industriels** : Hormis les résidus assimilables ou ordures ménagères, tant par leur nature que par leur volume modeste, on distingue dans cette classe :

➤ **Les déchets inertes** : provenant de chantiers de construction, transformation des combustibles et de l'énergie (gravats, cendres, ...etc.), métallurgie (scories, laitiers, mâchefers, ...etc).

-Les déchets des industries agricoles et alimentaires.

-Les déchets pouvant contenir des substances toxiques par des industries variables (ex ateliers artisanaux, galvanoplasties, chromage, miroiteries, ...etc). [7]

-Les déchets radioactifs. [8] La classification des déchets **Tableau.1:** Classification des déchets radioactifs se fait selon les types [8]

Les types des déchets radioactifs	Temps
Type I	$T < 6j$
Type II	$6j < T < 74j$
Type III	$74j < T < 30 \text{ ans}$
Type IV	$T > 30 \text{ans}$ à l'exclusion du carbone 14(C 14)

T représente la période de décroissance d'un radioélément donné.

* C 14 bien que la période de ce radioélément soit élevée, il y a lieu de l'assimiler au type III en raison de sa radio toxicité modérée et des faibles activités généralement utilisées.

Tableau I.2: Classification des déchets radioactifs se fait selon les catégories. [9]

Les catégories des déchets radioactifs	Temps
Catégories A	déchets solides combustibles.
Catégories B	déchets solides non combustibles.
Catégories C	déchets mixtes (flacons contenant moins de 20 ml de liquide).
Catégories D	liquides aqueux.
Catégories E	liquides organiques.
Catégories F	déchets putrescibles.
Catégories G	sources scellées

➤ **Les déchets urbains** : A partie de la notion << d'ordure ménagère >>, vocable par lequel on a longtemps désigné les résidus des ménages correspondant, par leur origine et leur nature, à une certaine

Chapitre I

limitation en quantité et en dimensions, on a été conduit du fait de l'évolution du niveau de vie répercuté par les caractéristiques quantitatives et qualitatives des déchets, à passer à la notion

Plus générale de résidu ou déchets urbains. Selon le mode d'enlèvement des déchets on distingue quatre catégories :

- Les déchets constitués par des éléments de faible dimension (ordures ménagères, ordures de marché, déchets artisanaux et commerciaux assimilables aux ordures ménagères).
- Les déchets hospitaliers qui, sans exception, font l'objet de collecte séparée.
- Les déchets encombrants appelés aussi << les monstres >> constituent par des objets volumineux qui ont été reformés et mis au rebus (vielle baignoire, vieux sommier...,etc).
- Les souillures qui proviennent du nettoyage et du balayage des voies publiques (feuilles, branchage, déchets des plages...etc.).[10][11]

I.2.3.Catégories de déchets

Les déchets sont regroupés en trois grandes catégories :

Les déchets agricoles.

Les déchets ménagers et assimilés.

Les déchets industriels.

I.2.3.1. Les déchets agricoles

Ils ne sont pas traités dans ce référentiel. Toutes les informations concernant la gestion de ces déchets se trouvent dans le guide de la prévention publié par l'Institut National de Recherche Agronomique (INRA), intitulé "Rejets et pollution agricole" n° S-08.

I.2.3.2. Les déchets ménagers et assimilés

Les communes ou les établissements publics de coopération intercommunale assurent, éventuellement en liaison avec les départements et les régions, l'élimination des déchets des ménages. Ces collectivités assurent également l'élimination des autres déchets définis par décret, qu'elles peuvent, eu égard à leurs caractéristiques et aux quantités produites, collecter et traiter sans sujétions techniques particulières". (Art. L. 2224-13 et 14 du code général des collectivités territoriales, CGCT).Il faut distinguer :

- **Les déchets ménagers** (déchets produits par les ménages) qui se composent des :

Chapitre I

- Ordures ménagères collectées dans le cadre des tournées de ramassage organisées par les municipalités.

- Déchets volumineux ou "encombrants" soit collectés en porte à porte, soit réceptionnés dans une installation mise à la disposition des ménages.

- Déblais et gravats produits par les ménages réceptionnés dans des déchetteries ou des dépôts réservés aux seuls déchets inertes.

- Déchets ménagers spéciaux (DMS), ne pouvant en raison de leur danger être éliminés sans risques avec les déchets ménagers. Ils sont réceptionnés dans des déchetteries équipées à cet effet.

- Déchets végétaux issus de l'habitat pavillonnaire.

- Déchets de l'automobile (huiles, épaves, batteries, pneus, ...).

- **Les déchets des espaces publics** (rues, marchés, égouts, espaces verts) ou des **établissements publics** (administrations, écoles, hôpitaux, casernes).
- **Les déchets artisanaux et commerciaux.**
- **Les "déchets assimilables aux ordures ménagères"** synonymes de déchets industriels banals (**DIB**), ne sont pas des déchets des ménages mais peuvent être éliminés dans les mêmes installations que les ordures ménagères.

I.2.3.3. Les déchets industriels

Ils sont classés, selon leurs caractères plus ou moins polluants en trois grandes catégories :

□ **Les déchets industriels spéciaux (D.I.S.)** contiennent des éléments polluants en concentration plus ou moins forte. Ils présentent certains risques pour la santé de l'homme l'environnement. Ils sont signalés en raison de leurs propriétés dangereuses par une astérie que dans la liste des déchets figurant à l'annexe II décret n° 2002-540 du 18 avril 2002. Les propriétés qui rendent les déchets dangereux sont définies à l'annexe I du présent document.

□ **Les déchets industriels banals (D.I.B.),** appelés quelquefois déchets industriels assimilés aux déchets ménagers, sont constitués de déchets non dangereux et non inertes. Ils contiennent effectivement les mêmes composants que les déchets ménagers mais en proportions différentes.

Le traitement et l'élimination de ces déchets sont couverts par le même plan départemental ou interdépartemental que celui des déchets ménagers.

□ **Les déchets industriels inertes** sont des déchets non susceptibles d'évolution physique, chimique ou biologique importante. Ils sont essentiellement constitués de déblais et gravats et ne doivent pas être mélangés avec d'autres déchets. Les dépôts de déchet inertes sont souvent à l'origine de décharges sauvages.

Chapitre I

Une circulaire du 15 février 2000 sur la mise en place d'une planification de la gestion des déchets de chantier du bâtiment et des travaux publics précise dans son annexe 3 que les maîtres d'ouvrage ont «*la responsabilité de prévoir de donner aux entreprises et artisans du bâtiment et des travaux publics (B.T.P.), les moyens, notamment financiers, mais également en terme d'organisation et de délai, leur permettant de gérer les déchets de chantier*» [12].

I.3.Les métaux lourds

I.3.1.Définition

On appelle métaux lourds les éléments métalliques naturels dont la masse volumique dépasse 5 g/cm³. Ceux-ci sont présents le plus souvent dans l'environnement sous forme de traces : mercure, plomb, cadmium, cuivre, arsenic, nickel, zinc, cobalt, manganèse etc. [13]. Les métaux lourds sont présents dans tous les compartiments de l'environnement, mais en de très faibles quantités. Certains de ces éléments comme le cuivre, le zinc et le sélénium, sont essentiels à l'ensemble des organismes vivants ou à de grands groupes d'organismes. D'autres ont des fonctions plus ou moins importantes comme le nickel pour l'uréase, mais aussi l'arsenic et le chrome dans certains constituants. Enfin, certains n'ont pas de fonctions biologiques reconnues (oligo-élément), mais ils peuvent pour des teneurs élevées et sous forme chimique bio disponible, devenir toxique [14][15].

Par ordre décroissant de toxicité spécifique, les métaux sont classés comme suit:

Hg > Cr > Ti > Mo > Cu > Ni > Pb > Zn [16].

I.3.2.Toxicité des métaux lourds

La toxicité des métaux lourds a conduit les pouvoirs publics à diminuer les émissions en fixant des teneurs. L'annexe 1, donne les normes de rejet des métaux lourds. Donc, il est important de doser ces éléments avec précision afin de s'assurer que les normes sont respectées. Dans le cas contraire, il est indispensable d'utiliser des procédés de dépollution afin de les éliminer. [17]. Tout élément est toxique quand il est absorbé en excès par rapport aux capacités d'assimilations de l'organisme [18].

La toxicité d'un élément métallique dans l'environnement dépend de la forme chimique sous laquelle il existe. On peut citer comme exemple, le cas du MnVII et de l'AsIII qui sont plus toxiques que le MnII et l'AsV [19]. L'une des caractéristiques de la toxicité des métaux est leur pouvoir de former des complexes La disponibilité et la toxicité dépendent de la concentration des ions libres de l'élément, ainsi que de la concentration totale du métal ou de celle du complexe du métal [20]

I.3.3.Sources d'émissions des métaux lourds

- **Sources naturelles**

Chapitre I

Les métaux lourds, comme tout minerai, sont présents dans les roches, et sont diffusés avec l'érosion. Les métaux lourds en surface ne viennent cependant pas tous de la roche, puisqu'il peut y avoir cumul entre ce qui vient du sous-sol et ce qui est apporté par l'air, qui peut provenir de très loin (plomb dans les glaces des pôles). En règle générale, les métaux sont fixés dans les roches sous deux formes. Il y a d'une part, les oxydes et silicates, peu altérables en climat tempéré. Les oxydes sont libérés de la roche par érosion et transportés tels quels ils sont dans les sols et sédiments. Il y a d'autre part, les sulfures et carbonates, très altérables, qui seront attaqués chimiquement. Les métaux changeront de support. Une partie soluble sera évacuée avec l'eau, vers les sols, les sédiments ou la nappe phréatique. Une partie sera piégée dans les argiles et sédiments de ruisseau. Dans les climats tempérés, le passage des métaux lourds de la roche vers le sol s'accompagne d'une diminution des concentrations du métal dans son environnement par un mécanisme de dilution. Ces métaux lourds sont répartis sur l'ensemble de la surface du globe, Une concentration anormale d'un métal peut signifier la présence d'un gisement exploitable. Mais il existe un grand nombre d'anomalies naturelles en métaux qui n'ont pas fait l'objet d'une exploitation et qui constituent pourtant des réservoirs en métaux importants [21] [22]

- **Sources industrielles**

Le plomb, le mercure, le cadmium, l'arsenic, le chrome, le cuivre, le nickel, le sélénium et le zinc sont les principaux métaux lourds émis dans l'atmosphère par les activités humaines ; seuls les trois premiers font l'objet d'objectifs chiffrés de réduction d'émissions, d'où le choix du suivi de leurs émissions pour cet indicateur. Les métaux lourds proviennent de la combustion du charbon, de pétrole, des ordures ménagères et de certains procédés industriels particuliers. Voici l'illustration de quelque élément avec leurs impacts sur la santé et sur l'environnement Voici l'illustration de quelque élément avec leurs impacts sur la santé et sur l'environnement. [23].

I.3.3.1.Plomb

Le plomb est un métal lourd largement utilisé dans les activités métallurgique dès l'antiquité [24] est un élément chimique de la famille des cristallogènes, de symbole Pb et de numéro atomique 82. Le plomb est un produit naturel de la désintégration de l'uranium et le Pb natif est rare [25], Pendant l'hydratation du ciment, une partie du plomb précipite sous forme d'oxyde de plomb PbO et/ou d'hydroxyde de plomb Pb(OH)₂. Il peut également se former l'ion complexe Pb(OH)₃⁻. Le plomb sous sa forme cationique (Pb⁺³) est susceptible de s'adsorber sur la surface des grains de ciment ou

Chapitre I

être intégrer les couches structurales lors de la précipitation des silicates de calcium hydratés (C-S-H) ou être substituer au calcium dans les C-S-H ou l'étringite [26]

▪ Propriétés chimiques

Les propriétés chimiques du plomb sont illustrées dans le tableau [27]

Tableau I.3: Propriétés chimiques du Plomb [27]

Désignation	Propriétés chimiques
Numéro atomique	82
Masse atomique	207,2 g.mol ⁻¹
Electronégativité de Pauling	1,8
Masse volumique	11,34 g.cm ⁻³ à 20°C
Température de fusion	327 °C
Température d'ébullition	1755°C
Rayon atomique (Vander Waal)	0,154 nm
Rayon ionique	0,132 nm (+2) ; 0,084 nm(+4)
Isotopes	4
Configuration électronique	[Xe] 4f ¹⁴ 5d ¹⁰ 6s ² 6p ²

▪ Impact sur la santé

Le plomb est l'un des quatre métaux nocifs pour la santé. Il peut pénétrer dans le corps humain lors de l'ingestion de nourriture (65%), d'eau (20%) où par l'air (15%), et le plomb peut avoir plusieurs effets indésirables, tels que :

- perturbation de la biosynthèse de l'hémoglobine et anémie,
- augmentation de la pression artérielle,
- problèmes aux reins,
- perturbation du système nerveux,
- dommages au cerveau,
- Perturbation du comportement des enfants : agressivité, comportement impulsif -

Hyperactivité, Capacités d'apprentissage des enfants des enfants diminuées etc...)[28]

▪ 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. A cause de l'utilisation de plomb dans l'essence un cycle non naturel de plomb a été créé. Le plomb est

Chapitre I

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 plus grandes particules 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 les productions de l'homme est beaucoup plus étendu que le cycle naturel du plomb. De ce fait la pollution au plomb est un problème mondial. Le plomb ne peut être détruit, il peut seulement changer de forme. Le plomb s'accumule dans le corps des organismes aquatiques et ceux du sol. Le plomb est un produit chimique particulièrement dangereux car il peut s'accumuler dans des organismes individuels, mais aussi dans la chaîne alimentaire toute entière [28].

I.3.3.2. Chrome

Le chrome est un métal gris-acier, très dur. Le métal pur a une couleur bleutée. Il est dur, cassant et résiste à la corrosion aux températures ordinaires. Les composés hexavalents sont toxiques au contact de la peau [29].

Les formes les plus stables du chrome sont le Cr⁺³ et le Cr⁺⁶. Le chrome est beaucoup plus toxique à l'état d'oxydation +VI. Il se trouve souvent dans les gâteaux de filtration, les boues de traitement des eaux usées issues de l'industrie de dépôt des métaux. Plusieurs études ont démontré que le chrome provoque une accélération de la prise de ciment. Au cours de l'hydratation du ciment, le Cr³⁺ oxydé en Cr⁶⁺, le chrome est incorporé dans la matrice C-S-H, CrO₄⁻⁵ se substitue à SiO₄⁻⁴ dans la structure de C-S-H, Cr³⁺ se substitue à Ca²⁺ et Si⁴⁺, forme de chaînes Ca-Cr ainsi que CaCrO₄.2H₂O. Dans le milieu alcalin les espèces suivantes apparaissent : Cr(OH)₃, [Cr(OH)₆]³⁻. [30]

- **Propriétés chimiques**

Les propriétés chimiques du chrome sont illustrées dans le tableau [31]

Tableau I.4: Propriétés chimiques du chrome [31]

Désignation	Propriétés chimiques
Numéro atomique	24
Masse atomique	51,996 g/mol
Electronégativité de Pauling	1,6
Masse volumique	7,19g .cm-3 à 20°C
Température de fusion	1875°C
Température d'ébullition	2672°C
Rayon atomique (Vander Waal)	0,127 nm
Rayon ionique	0,061 nm (+3) ; 0,044nm (+6)
Isotopes	5
Configuration électronique	[Ar] 3d4 4s2
Energie de première ionisation 1	651,1 KJ/mol-
Potentiel standard	-0,71 V (Cr 3+ / Cr)

▪ Impacts sur la santé

On peut être exposé au chrome en respirant, en mangeant, en buvant ou par contact de la peau avec du chrome ou des composés chromés. Le niveau de chrome dans l'air et dans l'eau est en général faible, mais les puits d'eau contaminés peuvent contenir le chrome dangereux : le chrome hexavalent (+VI). L'absorption excessive de chrome (III) peut provoquer des problèmes de santé, par exemple des éruptions cutanées. Le chrome (+VI) est dangereux pour la santé, principalement pour les personnes travaillant dans l'industrie de l'acier et de textile. Les personnes qui fument du tabac ont aussi un risque plus important d'exposition au chrome. On sait que le chrome (VI) a diverses conséquences sur la santé. Le chrome (VI) peut avoir d'autres conséquences qui sont :

- Eruption cutanée ;
- Estomac dérangé et ulcères ;
- Problèmes respiratoires ;
- Système immunitaire affaibli ;
- Dommages au foie et au rein ;
- Altération du matériel génétique

▪ Impacts sur l'environnement

Il y a plusieurs types de chrome qui n'ont pas tous le même effet sur les organismes. Le chrome pénètre dans l'air, l'eau et le sol sous formes chrome (+III) et chrome (+VI) lors des processus naturels et du fait de l'activité humaine.

Les principales activités humaines qui augmentent les concentrations en chrome (+III) sont la fabrication de produits chimiques, de cuir, de textile, l'électro-peinture et autres applications du Chrome (+VI) dans l'industrie. Ces applications augmentent principalement les concentrations en chrome dans l'eau. Lors de la combustion du charbon, il peut aussi se retrouver dans l'air et lors de l'évacuation des eaux le chrome peut se retrouver dans le sol.

La plupart du chrome se lie fortement aux particules du sol et, par conséquent, il ne se déplace pas jusqu'aux eaux souterraines. Dans l'eau, le chrome est absorbé sur les sédiments et devient immobile, seul une petite partie du chrome qui se retrouve dans l'eau finit par se dissoudre. Le chrome (+IV) est principalement toxique pour les organismes. Il peut altérer le matériel génétique et provoquer le cancer.

Les cultures possèdent un système contrôlant la consommation du chrome. Mais lorsque la quantité du chrome dans le sol augmente, cela peut mener à des concentrations plus élevées dans les cultures. L'acidification des sols influence aussi la consommation de chrome par des cultures. En générale, les plantes absorbent uniquement le chrome (+III). Chez les animaux, le chrome peut provoquer des problèmes respiratoires, une capacité plus faible à lutter contre les maladies, des défauts à la naissance, une infertilité ou la formation de tumeurs. [28]

I.3.3.3. Nickel

Le nickel est connu de l'homme depuis des millénaires. Les hommes préhistoriques se servaient déjà du nickel contenu dans les météorites pour réaliser des objets usuels. Il a été ensuite utilisé pour la fabrication de pièces de monnaies au début de notre ère. Longtemps confondu avec l'oxyde de cuivre, il n'a été réellement identifié et isolé qu'en 1751 par le chimiste suédois Alex CRONSTEDT [32].

Les débuts de la métallurgie moderne du nickel remontent en 1865, où les français GARMIER découvrent les ressources minières de la nouvelle Calédonie. Les premiers procédés thermiques de raffinage du nickel ont été mis au point dans les années 1900. Vers 1950, de nouveaux procédés furent utilisés. Les procédés hydro métallurgiques (lixiviations acides ou basiques) pour aboutir de nos jours à une part de marché égale pour ces 2 types de traitements. Dans un premier temps, nous nous attacherons à présenter un bref aperçu des minerais existants. Ensuite nous étudierons une des

Chapitre I

applications industrielles les plus importantes du nickel : le nickelage, qui permet un dépôt de nickel sur des pièces métalliques [33]

▪ Propriétés chimiques

Les propriétés chimiques du nickel sont illustrées dans le tableau ci-après.

Tableau I.5: Propriétés chimiques du nickel. [33].

Désignation	Propriétés chimiques
Numéro atomique	28
Masse atomique	58,71 g.mol ⁻¹
Electronégativité de Pauling	1,8
Masse volumique	8,9 g.cm ⁻³ à 20°C
Température de Fusion	1453°C
Température d'ébullition	2732 °C
Rayon atomique (Van der Waal)	0,124 nm
Rayon ionique	0,069 nm (+2) ; 0,06 nm (+3)
Isotopes	5
Configuration électronique	[Ar] 3d8 4s2
Energie de première ionisation	735 kJ.mol ⁻¹
Energie de deuxième ionisation-1	1753 kJ.mol ⁻¹
Energie de troisième ionisation	3387 kJ.mol ⁻¹
Potentiel standard	- 0,25 V

▪ Impact sur la santé

L'homme utilise le nickel pour différents applications, la plus commune est l'utilisation du nickel comme composants de l'acier ou d'autres produits métalliques ; On peut le trouver dans des produits à base de métaux comme les bijoux. Les aliments contiennent naturellement de petites quantités de nickel. Le chocolat et les graisses sont connus pour en contenir des quantités importantes. Notre consommation de nickel augmente lorsqu'on mange de grandes quantités de légumes provenant de sols contaminés. En effet, on sait que les plates assimilent le nickel. Les fumeurs ont des poumons qui voient passer de nickel que les non-fumeurs.

Enfin, on peut trouver le nickel dans les détergents. L'homme peut être exposé au nickel en respirant, n buvant de l'eau, en consommant des aliments ou en fumant des cigarettes. Le contact de la peau avec des sols ou de l'eau contaminés par du nickel peut être une forme d'exposition au nickel. En

Chapitre I

petites quantités, le nickel est essentiel mais, quand l'absorption est trop importante il peut présenter un risque pour la santé. L'absorption de quantités trop importantes de nickel peut avoir les conséquences suivantes :

- Augmentation du risque de développer un cancer des poumons, du larynx et de la prostate
- Nausées, vomissements et vertige après une exposition au gaz
- Echec respiratoire
- Echec de naissance
- Asthme et bronchite chronique
- Réaction allergiques telles que des éruptions cutanées (principalement avec les bijoux)
- Problèmes cardiaques.

▪ Impacts sur l'environnement

Le nickel est relâché dans l'air par les centrales et incinérateurs de déchets. Ensuite, il se dépose sur les sols à la retombée 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 surface 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.

I.4. Procédés de solidification/stabilisation des déchets dangereux

I.4.1. Généralités

Les procédés de stabilisation/solidification sont des procédés intéressants, car, avant déstocker et/ou d'utiliser un déchet, ils permettent de diminuer grandement ses grandes quantités ainsi que leurs caractères polluant toxiques. [35]

I.4.2.Principe

Les procédés de solidification et de stabilisation ont pour but de piéger les polluants afin de réduire leur mobilité. Les polluants sont soit liés physiquement, soit inclus dans une matrice stabilisée, soit liés chimiquement [36] [37]

I.4.3.Solidification

Est un procédé qui permet de transformer des déchets liquides, pulvérulents ou pâteux, en un matériau solide massif par le développement d'un réseau de liaisons entre les différentes particules. La solidification ne modifie pas forcément le potentiel dangereux du déchet mais permet de réduire la lixivabilité des contaminants présents dans les déchets en réduisant la surface de contact et la perméabilité des déchets.[38] [39]

I.4.4. Stabilisation

La stabilisation ou la fixation chimique, est un procédé qui consiste à réduire le potentiel dangereux et/ou la lixivabilité des contaminants présents dans une matrice en faisant appel aux propriétés physico-chimiques d'un réactif. Le réactif permettra de transformer les contaminants en des composés de formes plus stables (moins solubles, moins mobiles ou moins toxiques) grâce à la formation de liaisons chimiques entre les contaminants et les constituants de la matrice ou entre les contaminants et les réactifs employés. [40]

I.4.5. Critères d'admissibilités des déchets au centre de stockage

Les déchets admissibles sont essentiellement solides, minéraux, avec un potentiel polluant constitué de métaux lourds peu mobilisables. Ils sont très peu réactifs, très peu évolutifs, très peu solubles. De plus, ces déchets doivent être stabilisés à court terme. Un déchet est considéré comme stabilisé quand sa perméabilité à l'eau et sa fraction lixiviable ont été réduites et quand sa tenue mécanique a été améliorée de façon que ses caractéristiques satisfassent aux critères d'acceptation des déchets stabilisés fixés.

Tableau.6: Critères d'admission des déchets ultimes [41]

Caractéristique	Critère d'acceptation
pH	compris entre 4 et 13
Siccité	> 35%
Fraction soluble	< 10%
DCO	< 2 000 mg/kg
Phénols	< 100 mg/kg
Cr⁶⁺	< 5 mg/kg
Cr	< 50 mg/kg
Pb	< 50 mg/kg
Zn	< 250 mg/kg
Cd	< 25 mg/kg
CN	< 5 mg/kg
Ni	< 50 mg/kg
As	< 10 mg/kg
Hg	< 5 mg/kg

I.4.6. Caractérisation des déchets stabilisés/solidifiés

Il existe deux niveaux de caractérisation. Le premier concerne la vérification de la conformité du déchet stabilisé/solidifié avec les critères d'admission en centre de stockage. Ils 'agit d'un contrôle réglementaire. Le second concerne une étude approfondie des phénomènes de solidification et surtout de stabilisation au sein du déchet stabilisé/solidifié. Cette étude, destinée à appréhender le comportement du déchet stabilisé à long terme, doit permettre de définir les performances de la stabilisation et de fixer ses limites. Elle doit aussi fournir des éléments de réflexion relatifs aux devenir possibles des déchets stabilisés/solidifiés, dans la perspective non plus du stockage mais de la réutilisation, en tant que matériaux de construction par exemple [42] [43]

➤ Tests réglementaires :

Pour la plupart des déchets, le caractère toxique ou nuisible est lié à la composition chimique. Le traitement de stabilisation/solidification est destiné à mettre une barrière entre ces éléments toxiques et l'environnement. Les tests réglementaires visent alors à vérifier l'efficacité de cette barrière. Le principal agent susceptible de véhiculer les éléments toxiques du déchet traité vers l'environnement, autrement dit d'éprouver la barrière, est l'eau. La plupart des tests réglementaires

consiste donc en la mesure d'une fraction lixiviable dans des conditions arbitraires de contact eau-déchet stabilisé/solidifié [44].

► Etude approfondie

Il s'agit de :

- étudier les propriétés physiques et mécaniques du déchet traité.
- déterminer les phénomènes de fixation des polluants.
- comprendre les mécanismes de leur relargage.

Selon les objectifs fixés, les tests réalisés sont extrêmement divers.

Les mesures de la résistance mécanique, en compression ou en traction, le fluage, le module d'élasticité, la ductilité, la densité, la tortuosité, la perméabilité et la porosité déterminent les caractéristiques physiques et mécaniques du déchet traité.

La diffraction des rayons X, la microscopie, optique ou électronique, la spectrométrie infrarouge, la spectroscopie de photoélectrons permettent d'étudier les phénomènes de fixation des polluants.

La compréhension des mécanismes de relargage nécessite de combiner la «disponibilité physique» des polluants à leur «disponibilité chimique». La caractérisation physique du déchet déjà exposée est alors complétée par des tests de lixiviation dans différents contextes physico-chimiques. Le déchet traité est mis en contact avec des solutions plus ou moins complexes, de pH, de potentiel d'oxydoréduction, de composition diverse et dans des atmosphères variables. La mise en contact elle-même, simulant l'exposition à un contexte donné, peut faire l'objet de grandes variations. Elle peut être permanente, séquentielle, alternée avec d'autres types de contact, elle peut avoir lieu sur le déchet traité tel quel ou seulement sur une fraction ou encore sur un broyat.

En pratique, cet exercice de caractérisation répété sur de nombreux déchets traités par différents procédés permet de définir les possibilités et les limites des couples déchet à traiter /matrice liante. Ainsi à terme, il est possible d'établir des outils d'aide à la décision du traitement à adopter en fonction des caractéristiques du déchet considéré.[41]

I.4.7.Objectif de la stabilisation /solidification

Les procédés de la stabilisation /solidification doivent donc répondre aux objectifs suivants :

- Transformer le déchet en un solide plus facile à transporter et à stocker ;
- Diminuer la surface d'exposition déchet – environnement ;
- Limiter la solubilité des polluants en cas de contact avec un fluide lixiviant.

Chapitre I

Un matériau liant est utilisé pour atteindre les objectifs de stabilisation/solidification. Cependant le terme de stabilisation est plus souvent retenu par les matrices qui interagissent chimiquement avec le déchet en immobilisant ses polluants [45] Ces procédés de stabilisation/solidification visent donc à améliorer les propriétés physico-chimiques des déchets en vue de faciliter leur stockage. [41] [46]

I.4.8.Efficacité/Performances

L'efficacité de la solidification/stabilisation in situ est d'une manière moins importante que celle réalisée en site. Les concentrations dans les lixiviats après traitement peuvent être diminuées de 95 %. [47]

I.4.9.Procédé de stabilisation /solidification

Quel que soit le procédé mis en œuvre pour rendre un déchet, il est très souvent intéressant, d'effectuer un prétraitement qui a pour but, d'une part de faciliter la manipulation lorsque le traitement ne se fait pas sur site, d'autre part de réduire la quantité d'agent solidifiant nécessaire. Ainsi dans certains cas, on peut avoir recours à une déshydratation, procéder à un ajustement du pH ou même provoquer des réactions d'oxydoréduction. La déshydratation peut permettre une réduction du volume d'un déchet de 20 à 40 % [48]. On distingue généralement trois types des procédés qui sont classés dans le tableau ci-après.

Tableau.7: Différents technique de stabilisation et /ou solidification. [49]

Définition	Application
Les procédés à haute température (1200à 1500°C)	reposent sur une fusion du déchet, en présence éventuellement d'additifs, aboutissant à un matériau vitreux et/ou cristallin.
Les procédés à basse température (110à250°C)	reposent sur le mélange de déchets avec des liants thermoplastiques afin d'aboutir à un enrobage des déchets dans une matrice imperméable.
Les procédés à froid	reposent sur le mélange de déchets avec des liants hydrauliques aux minéraux et aboutir, selon les réactifs utilisés, à une S/S.

I.4.10. Avantages de la stabilisation et de la solidification au liants hydrauliques- ciment

La stabilisation/solidification au ciment protège la santé de la population et l'environnement, en fixant des contaminants dangereux dans la matière traitée. L'efficacité du ciment comme moyen de stabilisation ou de solidification est démontrée par plus de 50 ans d'utilisation dans des projets de toutes sortes. Le ciment est un produit générique, qu'on peut facilement se procurer n'importe où au pays, en petite ou en grande quantité. La matière contaminée traitée au moyen des techniques Stabilisation/Solidification peut être réutilisée surplace, ce qui permet d'éviter d'avoir à se procurer du remblai pour la remplacer et à payer son transport, ainsi que de réduire la demande à laquelle doivent satisfaire les sites d'enfouissement dont la capacité est limitée. L'utilisation de ciment peut réduire l'augmentation de volume comparativement à celle qui découle de l'emploi d'autres réactifs. [50]

I.5. La stabilisation/solidification à base des liants hydrauliques- Ciment

I.5.1. Les liants hydrauliques

Il s'agit de poudres constituées de sels minéraux anhydres instables. En présence d'eau, ils s'hydratent, forment une pâte qui fait prise et qui durcit progressivement. Au sens strict du terme, les liants hydrauliques sont les ciments et la chaux. Les matériaux pouzzolaniques (cendres volantes, scories, ciment au laitier ...) sont souvent utilisés en tant qu'additifs à ces liants. Notre intérêt dans ce travail se focalise sur les ciments. [41]

I.5.2. Le ciment

Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcie par suite de réactions et processus d'hydratation. Après durcissement, le ciment conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau [51]. La composition de base des ciments Portland est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium résultant de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO₂), l'alumine (Al₂O₃), et l'oxyde de fer (Fe₂O₃). Cette composition de base du ciment provient du clinker qui est le principal constituant d'un ciment.

Fabrication du clinker

Dans le clinker, la chaux nécessaire est apportée par des roches calcaires alors que l'alumine, la silice et l'oxyde de fer sont apportés par des argiles. Il existe quatre voies différentes de fabrication du clinker à savoir la voie sèche, la voie humide, la voie semi-sèche la voie semi-humide (ces deux dernières étant des voies intermédiaires) [52]

Chapitre I

La **Figure I.1** montre les étapes des différentes voies de fabrication. Cependant, c'est la voie sèche qui est généralement utilisée de nos jours, car elle est plus économique et permet d'atteindre de très grandes capacités de production.

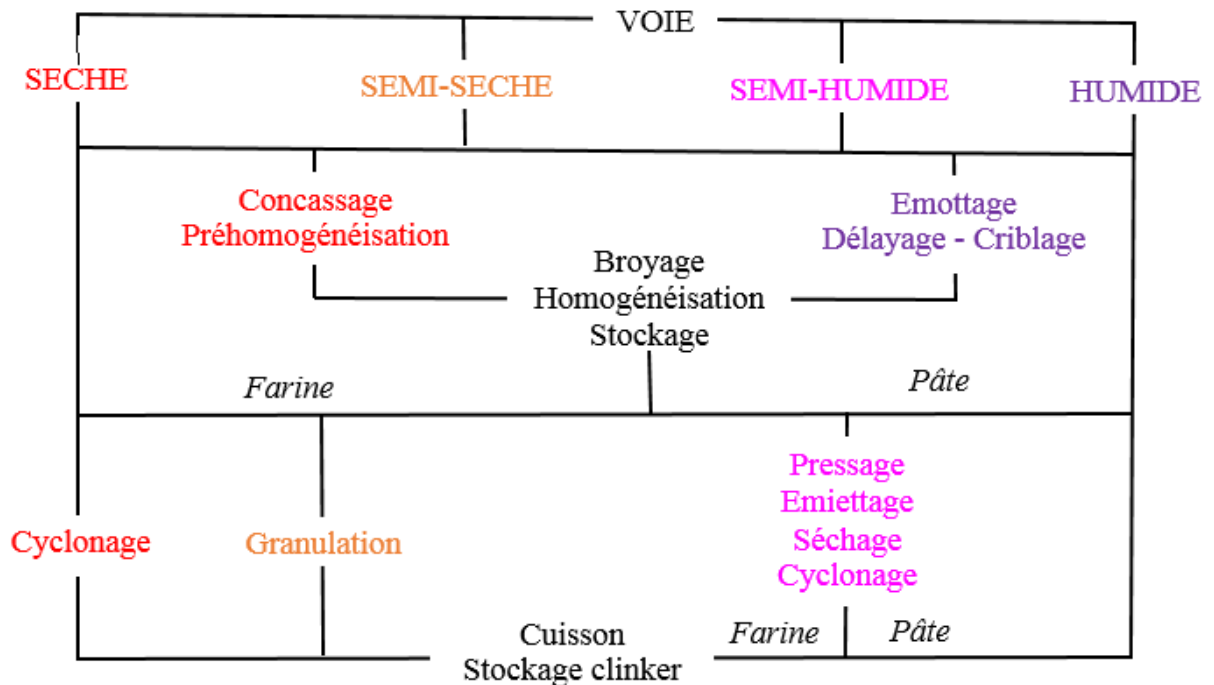


Figure I.1: Étapes des différentes voies de fabrication du clinker [52]

Ainsi, de façon générale, pour la production du clinker, calcaires (80%) et argiles (20%) sont extraits des carrières, puis concassés et homogénéisés pour donner ce qu'on appelle le «cru». Ce cru est ensuite porté à une température de 1450°C pendant environ une heure dans un four rotatif. La cuisson passe également par plusieurs étapes où se déroulent des réactions chimiques complexes.

On a d'abord un préchauffage à une température inférieure à 700°C où l'eau libre et combinée s'évaporent, suivi d'une phase à l'entrée du four où la température est entre 700 et 900°C. À cette étape, le carbonate de calcium CaCO_3 se décompose pour donner CaO et CO_2 [53] selon l'équation:



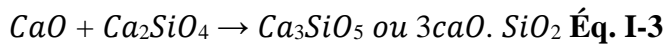
Le mélange est alors acheminé dans la première section du four où la température est entre 900 et 1200°C. La décarbonatation devient complète et il y a formation de petits cristaux ronds de C_2S selon l'équation :



Dans la deuxième section du four, la température est entre 1200 et 1350°C. La matière se divise en deux phases ; la phase liquide (Al, Fe, P, S) et la phase solide (Si, Ca) [53].

Chapitre I

La phase liquide joue un rôle important pour minimiser la distance entre les particules de la phase solide ce qui accélère la réaction entre ses constituants. Le pourcentage de C₂S augmente et une partie de cette phase réagit avec la chaux libre pour produire le C₃S (cristaux hexagonaux) selon l'équation :



Enfin à la sortie du four (la zone de cuisson), la température est entre 1350 et 1450°C.

Le pourcentage de chaux libre est négligeable, celui de C₂S diminue et leur taille augmente tandis que le pourcentage et la taille de C₃S augmentent.

À la fin de la cuisson, le mélange est refroidi brusquement de 1450°C à environ 100°C en quelques minutes (la trempe) dans un refroidisseur afin de figer les espèces minérales qui seraient instables à la température ambiante. La phase liquide se cristallise pour donner le C₃A et le C₄AF et on obtient une matière sous forme de granules qui constitue le clinker dont les composants sont donnés dans le **Tableau I.5**.

Tableau I.8: Composition minéralogique du ciment. [53].

Nom	Formule	Abréviati on	Proportion massique (%)
Alite (silicate tricalcique)	3CaO, SiO ₂	C ₃ S	45-65
Bélite (silicate bicalcique)	2CaO, SiO ₂	C ₂ S	15-25
Aluminate tricalcique	3CaO, Al ₂ O ₃	C ₃ A	0-10
Aluminoferritetétracalcique	4CaO, Al ₂ O ₃ , Fe ₂ O ₃	C ₄ AF	0-15

I.5.3. Les différents types de ciment

Lorsque le clinker est refroidi, on ajoute du gypse (minéral de formule CaSO₄, 2(H₂O)) à un taux de 3 à 5 % qui permettra de réguler la prise du ciment. Le tout est ensuite broyé en une fine poudre (grains de 20 microns environ) pour donner le ciment Portland.

Cependant, on peut avant le broyage mélanger le clinker à d'autres matériaux (additions minérales) pour obtenir des ciments composés. Le taux utilisable de ces matériaux est limité par les normes ciments [51]. Les additions minérales sont des matériaux minéraux finement divisés utilisés en substitution partielle ou en ajout au ciment afin d'améliorer certaines de ses propriétés ou pour conférer des propriétés particulières au béton [54]

Chapitre I

La norme NF EN 197-1[14] définit deux types d'additions à savoir les additions quasiment inertes (type I) : les additions calcaires, les additions siliceuses, les fillers ; et les additions à caractère pouzzolanique ou hydraulique latent (type II): La fumée de silice, les cendres volantes de houille, le laitier vitrifié moulu de hauts fourneaux.

Avec ces différentes additions, la norme [51] définit 27 ciments courants regroupés en cinq (5) types

Tableau I.9: Les différents types de ciment. [55]

Types de ciments courants	Notation	Clinker (K)	Autres constituants (S,D, P, Q, V, W,T, L et LL)	Constituants secondaires
Ciment Portland	CEM I	95 – 100	-	0 – 5
Ciment Portland composé	CEM II/A	80 – 94	6 – 20	0 – 5
	CEM II/B	65 – 79	21 – 35	0 – 5
Ciment de haut fourneau	CEM III/A	35 – 64	36 – 65	0 – 5
	CEM III/B	20 – 34	66 – 80	0 – 5
	CEM III/C	5 – 19	81 – 95	0 – 5
Ciment pouzzolanique	CEM IV/A	65 – 89	11 – 35	0 – 5
	CEM IV/B	45 – 64	36 – 55	0 – 5
Ciment composé	CEM V/A	40 – 64	36 – 60	0 – 5
	CEM V/B	20 – 38	62 – 80	0 – 5

I.5.4. Hydratation du ciment portland

L'hydratation du ciment commence dès le gâchage, c'est-à-dire lorsque le ciment anhydre est mis en contact avec de l'eau, et s'accompagne d'un dégagement de chaleur. Cette chaleur provient de la réaction des quatre phases minérales qui composent le ciment, mais essentiellement du C_3A . L'hydratation du ciment présente les mêmes étapes que celles des phases seules, mais il existe une synergie entre les différentes réactions des quatre phases cimentaires. En résumé, dès le contact du ciment avec l'eau on observe une dissolution des différentes espèces, les C-S-H et l'ettringite se forment et la vitesse de la réaction d'hydratation diminue. La précipitation de la portlandite provoque l'accélération de l'hydratation et les hydrates formés sont la portlandite (CH), les silicates de calcium hydratés (C-S-H) et l'ettringite (Aft). À l'épuisement du gypse, l'ettringite se dissout et libère des ions sulfates qui réagissent avec l'excès de C_3A pour former le monosulfoaluminate de calcium (Afm). D'un point de vue cinétique, le processus d'hydratation s'articule autour de cinq phases:

□ **Période de gâchage:** C'est la dissolution initiale des constituants du ciment. Elle est très rapide et exothermique. Le C_3S et le C_3A des grains de ciment réagissent immédiatement avec l'eau, formant de l'ettringite et des C-S-H (métastables).

□ **Période dormante:** Sa durée est de quelques heures et le dégagement de chaleur est faible. Aucune évolution de la pâte ne semble se produire, mais les réactions chimiques ont pourtant commencé : des ions passent en solution dans l'eau durant cette phase (ions calcium, silicates, hydroxydes et sulfates). Le pH de la solution augmente, ce qui ralentit la dissolution des constituants du ciment. Par conséquent, la formation des C-S-H et d'ettringite se poursuit lentement et la phase aqueuse devient sursaturée en chaux.

□ **Période de la prise ou d'accélération:** Cette période débute lorsque la concentration en ions Ca^{2+} et OH^- de la solution devient critique. Cette sursaturation induit la précipitation de la portlandite qui consomme ces ions. La chute de la teneur en Ca^{2+} et OH^- dans l'eau de gâchage accélère la dissolution de tous les constituants du ciment. Il s'ensuit alors les mécanismes de dissolution, de nucléation et de précipitation des différentes phases, permettant la formation des hydrates (ettringite, portlandite, C-S-H). Cette activité chimique dégage beaucoup de chaleur.

Les hydrates formés commencent à s'enchevêtrer et la pâte devient de plus en plus solide. La fin de période de prise est caractérisée par une accélération de l'hydratation.

□ **Période de durcissement:** Les résistances mécaniques se développent et la porosité se remplit progressivement des C-S-H. Les grains anhydres se trouvent recouverts d'une couche d'hydrates qui s'épaissit de plus en plus. Pour que l'hydratation se poursuive, il faut que l'eau diffuse à

travers les pores de gel de C-S-H. La chaleur dégagée diminue. Le gypse est épuisé, le C₃A résiduel réagit avec l'ettringite pour former du monosulfoaluminate de calcium.

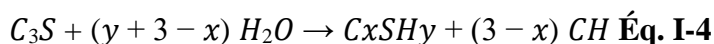
□ **Période de ralentissement:** La diffusion de l'eau vers l'interface réactionnelle des grains de ciment devient de plus en plus lente, par conséquent, les réactions d'hydratation sont limitées.

I.5.5. Les différents hydrates formés lors de l'hydratation du ciment

Lorsque le ciment Portland est mélangé avec de l'eau, il se produit plusieurs réactions chimiques qui sont plus ou moins rapides. Ces réactions font intervenir les différents constituants du ciment et aboutissent à la formation de plusieurs hydrates.

Le C₃S est la phase la plus importante du ciment. La chaleur dégagée par cette phase est l'une des plus élevées. La majeure partie de son hydratation se passe dans les 28 premiers jours et sa réaction complète peut prendre jusqu'à une année [56] L'hydratation du C₃S se produit suivant la réaction principale suivante :

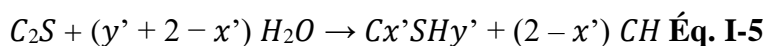
Dissolution du C₃S, précipitation des C-S-H et précipitation de la portlandite



L'hydratation du C₃S est responsable des performances mécaniques des pâtes de ciment aux échéances courtes et moyennes.

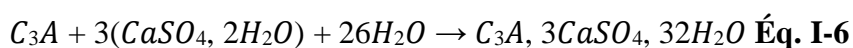
Le C₂S a une vitesse d'hydratation beaucoup plus faible que celle du C₃S. Il participe sur tout au développement des résistances après 28 jours et dégage une très faible chaleur.

Les produits d'hydratation du C₂S sont également le silicate de calcium hydraté (C-S-H) et l'hydroxyde de calcium ou portlandite (CH).

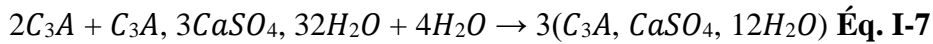


Selon des calculs de stœchiométrie, l'hydratation de C₃S produirait 61% de gel de C-S-H et 39% de CH alors que l'hydratation de C₂S produirait 82% de gel de C-S-H et seulement 18% de CH. Ainsi le C₂S produit plus de C-S-H, mais sa réaction étant plus lente que celle du C₃S, il agit principalement sur les résistances à long terme.

L'hydratation des aluminates est considérablement influencée par la présence du gypse (CaSO₄ 2H₂O). La réaction du C₃A avec l'eau est très violente et exothermique en l'absence de gypse et mène au raidissement immédiat de la pâte, connu sous le nom de prise éclair. En présence du gypse, les C₃A réagissent d'abord pour former le trisulfoaluminate hydraté (Ettringite: C₃A. 3CaSO₄. 32H₂O). L'ettringite réagit par la suite avec le C₃A excédentaire pour former du monosulfoaluminate (C₃A. CaSO₄. 12H₂O) de calcium hydraté.



Chapitre I



Le C_3A a une influence sur la prise initiale de la pâte, mais passée cette étape, il influence peu le comportement de la pâte sauf en cas d'attaque par les sulfates. Il contribue peu à la résistance de la pâte.

L'hydratation du C_4AF est similaire à celle du C_3A , mais la réaction est beaucoup plus lente. Tout comme dans le C_3A , le C_4AF produit une forme élevée de sulfoaluminate de calcium qui réagit avec l'excès de C_4AF pour donner une basse forme de sulfoaluminate. Ces sulfoaluminates occupent environ 15-20% du volume de solide dans la pâte. [55]

Tableau I.10: Principaux hydrates formés lors de l'hydratation du ciment. [55]

Hydrates	Formule chimique	Notation
Portlandite	$Ca(OH)_2$	CH
Silicate de calcium hydraté	$(CaO)_xSiO_2(H_2O)_y$	C-S-H
Trisulfoaluminate de calcium hydraté ou ettringite	$[Ca_3Al(OH)_6]_2, 3SO_4, 26H_2O$	$C_3A(C\bar{S})_3H_{32}$
Monosulfoaluminate de calcium hydraté	$[Ca_2Al(OH)_6]_2, SO_4, 6H_2O$	$C_3A(C\bar{S})H_{12}$
Aluminate bicalcique hydraté	$(CaO)_2Al_2O_3(H_2O)_8$	C_2AH_8
Hydrogrenat	$(CaO)_3Al_2O_3(H_2O)_6$	C_3AH_6
Aluminate tétracalcique hydraté	$(CaO)_4Al_2O_3(H_2O)_{13}$	C_4AH_{13}

I.5.6. Caractéristiques de la matrice de ciment hydrate

La pâte de ciment, mélange de ciment et d'eau initialement fluide, se structure au cours de l'hydratation pour devenir une pierre artificielle. La multiplication et la croissance des hydrates permettent de constituer un réseau solide poreux et résistant mécaniquement. La phase de structuration physique et chimique peut s'accompagner de la rétention d'éléments exogènes apportés au cours du gâchage.

Par la suite, la pâte de ciment durcie est désignée par l'expression matrice ciment. [57].

L'hydratation des constituants du ciment conduit à la formation de différents hydrates selon de nombreux mécanismes aux cinétiques diverses, comme nous l'avons vu précédemment. Ces hydrates

Chapitre I

de structures cristallines multiples et complexes s'enchevêtrent et se soudent dans la matrice ciment. Il résulte de cet assemblage des « vides » de deux types :

- **les micropores**, de diamètres inférieurs à 10 nanomètres, correspondant à la porosité interne des hydrates ;
- **les capillaires**, de 50 à 500 nanomètres de diamètres, qui sont les espaces inter granulaires de la pâte de ciment fraîche, remplis au fur et à mesure de la croissance des hydrates.

Plusieurs modèles sont proposés pour illustrer la résistance mécanique induite par la cohésion des particules, parmi lesquels l'enchevêtrement des cristaux, les ponts cristallins, les forces de van der Waals et les liaisons par pont hydrogène.

Les caractéristiques physiques de la matrice ciment, tant sa résistance mécanique que sa structure poreuse, dépendent essentiellement du taux d'hydratation des constituants du ciment. Ce taux est conditionné par le rapport massique eau/ciment (E/C). La modification de E/C entraîne des variations de nombreux phénomènes parmi lesquels la distance initiale entre les grains de ciment, la probabilité d'établissement de ponts d'hydrates entre les grains, le volume des capillaires, la densité des hydrates formés, la résistance à la compression en fin de prise. On donne couramment $0,35 < E/C < 0,80$; au dessous de 0,35, l'hydratation est incomplète et la matrice contient du ciment anhydre, et au dessus de 0,80, l'eau en excès reste dans les capillaires. [41]

Références

- [1]: Effet double de la substitution du ciment par le marbre et de remplacement de l'eau de gâchage par lixiviat issu de déchet ENIEM sur l'efficacité de procédé stabilisation/solidification 2018.
- [2]: Identification et Caractérisation des déchets ménagers solides de la ville de Tlemcen 2017].
- [3]: Impact de la Stabilisation/Solidification sur la cinétique de relargage des métaux lourds dans les matériaux poreux.
- [4]: Berabez S Mr YasriB « Effet double de la substitution du ciment par le marbre et de remplacement de l'eau de gâchage par lixiviat issu de déchet ENIEM sur l'efficacité de procédé stabilisation/solidification » Université A. MIRA – BEJAIA 2018.
- [5]: www.sytcom-Paris.Fr « valorisation des déchets », 2016
- [6]: Loi n° 75-633 du 15 juillet 1975 relative à l'élimination des déchets et la récupération des matériaux », Journal Officiel, 16 juillet 1975]
- [7]: 2 VIOLAINE, Minjo. Thèse N° [7-2007], Modification de la composition de déchets métallifères, miniers et industriels, stabilisés par liant hydrauliques et soumis à des tests de lixiviation, le mars 2007.
- [8]: PEYRONNARD, Olivier, Apport méthodologiques pour la modélisation du comportement à la lixiviation de résidus minéraux. Application aux solidifiâtes de boues d'hydroxydes métalliques, Thèse, L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, Années 2008.
- [9]: Gwenaëlle Brons-Laot thèse en sciences et technique de l'ingénieur, institut national des sciences appliquées de Lyon 2002
- [10]: CHEN, QY. HILLS, CD .TYRER, M. Slipper I, SHEN, HG. BROUHG, A. (2007) Characterization of products of tricalcium silicate hydration in the presence of heavy metals. Journal of Hazardous Materials147:817-825]
- [11]: Journal officiel de la république algérienne n° 27 :4 rabie el aoul 1426 13 avril 2005
- [12]: Guide des déchets ; « la gestion des déchets » guide par les établissements publics d'enseignement supérieur ou de recherche en France]
- [13]: Arris S. (2008) « Etude expérimentale de l'élimination des polluants organiques et inorganiques par adsorption sous produits de céréale » Thèse de doctorat de l'université de Constantine- Algérie.
- [14]: Recherches Google. Les effets des métaux lourds sur l'environnement. [Http://www.senat.fr/rap/100-2611.pdf](http://www.senat.fr/rap/100-2611.pdf). 14 décembre 2007.]

Référence

- [15]: TIZAOUI.KH (2013) «.ELIMINATION DES METAUX LOURDS EN SOLUTION AQUEUSE PAR DES ARGILES ALGERIENNES»UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAID – TLEMCCEN- Algérie
- [16]: J.BERTHELIN.PAUL-HENRI BOURRELIER. Contamination des sols par les éléments en traces : les risques et leur gestion. Académie des sciences. Rappel n°42. Technique et documentation, 1998.]
- [17]: C. TIFFREAU, Sorption du mercure II à l'interface eau/solide, étude expérimentale et modélisation, thèse de doctorat de l'université Louis pasteur, Strasbourg, Juin 1996.].
- [18]: Gadras C. (2000) «Influence des conditions physico-chimique sur la mobilité du Plomb et du Zinc dans le sol et un sédiment en domaine routier» Thèse de doctorat de l'université de Pau et des pays de L'Adour - France .]
- [19]: Geldmacher-vonMallinckrodt M, Acute metaltoxicity in humans, In: Metals and their compounds in the environment, Edit Merian E., VCH, Weinheim, Germany, (1991) 481-489..
- [20]: Sanders B. M Jenkins K. D;Sunda W. G and Costlow J. D, Free cupric ion activity in sea water : effects on methallothionein and growth in crablarvae, science, N°.222 (1983) 53-55]
- [21]: Sénat. «Caractérisation des métaux lourds. Les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé».].
- [22]: [6CONNER, J. Chemical fixation and Solidification/Stabilization]
- [23]: BOURRELIER, P.BERTHELIN, J. Contamination des sols par les éléments en traces les risques et leur gestion. Rapport n°42à l'Académie des Sciences. Paris, France : Lavoisier Tec& Doc , p440, (2008).
- [24]: OLIVIER.CH, CATHERINE.D, GUY.H, STÉPHANE.M, PHILIPPE.H «plomb dans l'environnement : quels risques pour la santé» Institut national de la santé et de la recherche médicale(INSERM) 1999 : hal -01571950]
- [25]: Matías M. Salvarredy A. « Contamination en métaux lourds des eaux de surface et des sédiments du Val de Milluni (Andes Boliviennes) par des déchets miniers Approches géochimique, minéralogique et hydro chimique.». Planète et Univers [physics]. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2008. Français. tel-00277431
- [26]: ICR Research-corporate, profiles, International, cement Review, 2008, August
- [27]: A. Pisch, LCR - Lafarge Centre de Recherch, «Cours Matériaux cimentaires».]
- [28]: KADEM, D. Evaluation et comportement des métaux lourds (cd – cr- cu- ni-pb et zn) dans les sols à vocation agricole et à végétation naturelle soumis à une pollution atmosphérique. (el-Hajjar-Annaba –Algérie). Influence de la végétation sur la dynamique des métaux, thèse, université Mentouri de CONSTANTINE ,07/2005

Référence

- [29]: BENYOUB A BERKOUKI A. « Impact de la Stabilisation/Solidification sur la cinétique de relargage des métaux lourds dans les matériaux poreux. ». Mémoire de fin de cycle université de Bejaia, 2013.
- [30]: Méthodes spectrométriques d'analyse et de caractérisations, livre 1997]
- [31]: Godblee, H.W.ET Joy, D.S. «Assesment of the loss of radioactive isotopes fromwastesolids.To the environnement».Part 1 : Background and theory. ORNI-4962(1975).]
- [32]: J-H VEGNS, G.AVDRE, F.KAPALA. « Données sur les principaux produits chimiques métaux et matériaux ».7éme édition : centre de ressources pédologiques en chimie.1997-1998.458p.
- [33]: LOUCOURCELLE, LOUIS. Nickelage chimique (M1565+. Techniques de l'ingénieur, traité matériaux métalliques.07/1997.13p]
- [34]: NGÖ, C. et REGENT,A. Déchets et pollution, édition Dunod, 2004]
- [35]: BOUCHELAGHEM A, stabilisation et solidification des déchets industriels spéciaux techniques, science et méthode, no4, 1994].
- [36]: FREEMAN, H. M HARRIES, F. Solidification/Stabilization of Organics and Inorganics.In: Hazardouswasteremediation - Innovativetreatment technologies. Pennsylvanie (USA), p.261, (2005)
- [37]: Alunno et Medici, 1995 ; Conner et Hoeffner, 1998 ; Malviya et Chaudhary, 2006),] LACHI
- [38]: A. IMYIM. « Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques ». Thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. 2000
- [39]: V. MIJNO. « Modifications de la composition de déchets métallifères, miniers et Industriels, stabilisés par liants hydrauliques et soumis à des tests de lixiviation ». Thèse de doctorat. Université de Limoges. 2007
- [40]: M. BENZAAZOUA, B. BUSSIÈRE, T. BELEM. « Mécanismes de rétention des métaux lourds en phase solide : cas de la stabilisation des sols contaminés et des déchets industriels». VertigO – La revue en sciences de l'environnement. 2006. 1,11p]
- [41]: Christelle SING-TENIERE « Etude des procédés de stabilisation/solidification (des déchets solides poreux)à base de liants hydrauliques ou de liants bitumineux »thèse doctorat L'INSTITUT NATIONAL DES SCIENCES APPLIQUEES DE LYON1998
- [42]: 8MEHU, J. Evaluation environnementale des procédés de stabilisation des déchets : les interactions entre réglementation, normalisation et recherche. **In** : *Actes du congrès international sur les procédés de solidification et de stabilisation des déchets* ; Grenoble ; Société Alpine de Publications, 1997. p. 21-26.]
- [43]: VAN DER SLOOT, H.A. Environmentalefficiancy of immobilization techniques for wastes in relatio to utilization and disposal. **In** : *Actes du congrès international sur lesprocédés de solidification et de stabilisation des déchets* ; Grenoble ; Société Alpine de Publications, 1997. p. 327-337].

Référence

- [44]: VAN DER SLOOT, H.A., HOEDE, D., BONOUVRIE, P. *Comparison of different regulatory leaching test procedures for waste materials and construction materials*. Petten :Energieonderzoek Centrum Nederland (ECN), 1991, 90 p., Rapport ECN-C-91-082
- [45]: WILES, C.C. A review of solidification/stabilization technology. *Journal of Hazardous Materials*, 1987, N° 14, p. 5-21,16 CONNER, J.R. Chemical fixation and solidification of hazardous wastes. New York:Van Nostrand Reinhold, 1990. p 692].
- [46]: OCTEL France, société anonyme, édition 1977.]
- [47]: JEROME STERPENICH. « Altération des vitraux médiévaux contributions a L'étude du comportement a long terme des verres de confinement ». Thèse de doctorat. Université Henri Poincaré. Nancy I .1998
- [48]: S.MARAVAL, D.MATHURIN, J .VERON ET M.MUTAT, *Environnement & Technique/info-déchets*, n121, Novembre 1991, p31-34.
- [49]: **Berabez S Yasri B** « Effet double de la substitution du ciment par le marbre et de remplacement de l'eau de gâchage par lixiviat issu de déchet ENIEM sur l'efficacité de procédé stabilisation/solidification » Université de Bejaïa 2018
- [50]: BARTH, E. PERCIN. AROZARENA, M. ZIELENIEWSKI, J. DOSANI, M. MAXEY, HR. HAKANSON, S.PRYATELY, C.WHIPPLE, T. KRACITZ, R. CULLINANE, M. JONES JR, L. MALONE, P. (1990) *Stabilization and solidification of Hazardous Wastes*. US-EPA, Noyes Data Corporation. New Jersey
- [51]: Norme, «NF EN 197-1 : Ciment, spécifications et critères de conformité - Partie 1 : Ciments courants», 2001
- [52]: T. Dang, «Valorisation des sédiments marins bretons comme matériaux déconstruction», Rennes: Thèse de Doctorat, 2011.*Références bibliographiques*154]
- [53]: V. Baroghel-Bouny, «Caractérisation microstructurale et hydrique des pâtes de cimente des bétons ordinaires et à très hautes performances», *Ecole Nationale des Ponts et Chaussées*, 1994]
- [54]: Norme, *EN 197-1: Composition, spécifications et critères de conformité des ciments secourant*, Avril 2012
- [55]: Nafissatou .Savadogo « Élaboration et caractérisation d'un éco ciment à base de poudre de mâchefer de charbon ». *Matériaux*. INSA de Rennes, 2017. Français. NNT : 2017ISAR0013. tel-01626685
- [56]: B. Monsef, «Comportement thermo-chimio-hydro-mécanique d'un ciment pétrolier autres jeune âge en conditions de prise HP/HT : approche expérimentale et analyse par changement d'échelle», *Engineering Sciences [physiques]*. , Université Paris-Est, 2010.

Référence

[57]: **REGOURD, M.** L'hydratation du ciment Portland. **In** : *Le béton hydraulique*. Edited by J.BARON et R. SAUTEREY. Paris : Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1982.p. 193-221

Chapitre II

TEST DE CARACTERISATION DES MATERIEUX

II.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons les tests expérimentaux qu'on a besoin pour élaborer les paramètres physico-chimiques nécessaires pour étudier le phénomène de lixiviation.

Différentes analyses ont été réalisées, à savoir détermination du comportement thermique à l'aide d'Analyse Thermogravimétrique (ATG/ATD), analyse morphologique au Microscopie Electronique à Balayage (MEB), analyse par Diffraction aux Rayons X (DRX) et analyse de son comportement à la lixiviation par le test TCLP.

II.2. Formulation des matériaux

II.2.1. Le choix des polluants

D'après les études effectuées m'a permis de choisir quelques éléments chimiques à étudier qui sont représentatifs dans chaque déchet industriel. Comme il y a des difficultés d'avoir un déchet réel, j'ai opté à étudier tous ces paramètres à partir d'un déchet pur tels que le plomb, chrome, nickel, zinc et le cuivre.

II.2.2. Les constituants de base depates

Pour l'étude des tests de lixiviation des déchets s/s, nous ramène à préparer des pates on utilise les produits suivants :

- Le ciment portland artificiel : CPA
- Le déchet réel
 - L'eau déminéralisée
 - Les éléments suivis pendant l'étude expérimentale sont : • Anions : Cl⁻ Cations : Na⁺, K⁺, Ni²⁺, Cu²⁺, Pb²⁺, Cr³⁺, Cr⁶⁺ □ Un matériau de référence E(T) a été réalisé ; Pour comparer le relargage des éléments en trace.
 - Un matériau de référence E(T) a été réalisé

II.2.3. Formulation des pates

La pâte de ciment correspond à l'ensemble ciment, additions, eau efficace, air et adjuvants. La pâte présente à l'intérieur du béton, joue à la fois le rôle de liant et de remplissage. Elle contribue à l'écoulement suivant un processus rhéologique lié essentiellement à sa viscosité. Celle-ci peut être

Chapitre II

présentée schématiquement comme une suspension de particules colloïdales suspendues dans un liquide newtonien qui est l'eau. Les forces colloïdales et la force de la pesanteur régissent alors complètement ses propriétés macroscopiques[58].

Tableau II.1:Formulation des matériaux à étudier

FORMULATION DES PATES					
Nom de l'échantillon (g)	E(T)	E (0.1)	E (0.2)	E (0.3)	E (0.45)
Ciment CPA (g)	450	450	450	450	450
Eau distille (g)	225	225	225	225	225
Déchet (g)	0	45	90	135	202.5
Rapport déchet/ciment	0	0.1	0.2	0.3	0.45
Rapport eau/ciment	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5

II.3. Mise en œuvre de la solidification

II.3.1 Préparation des échantillons

Le ratio eau/ciment (E/C) de ces mélanges est très important, même s'il ne peut pas toujours être optimisé lors de la mise en œuvre du procédé de solidification. Il conditionne la qualité de la pâte et la porosité ouverte du matériau (volume des pores, taille et géométrie des pores, distribution poreuse) ainsi que le taux d'hydratation à 7 et à 28 jours. Un ratio de 0.5 permet de favoriser la diffusion ; ce qui permet d'obtenir une capacité constante sans avoir besoin d'utiliser une « table à chocs » ou une « table vibrante ». 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 qu'il nous amène à adapter un mode de préparation des échantillons qui les protègent 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 de dimension (4*4*16 cm³) 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.

Chaque matériau est préparé dans un malaxeur par Gachet. Le ciment et le déchet sont mélangés en premier à vitesse moyenne afin d'obtenir un mélange homogène. Il est alors nécessaire de stopper l'agitation pour racier le fond de récipient à l'aide d'une spatule afin que l'hydratation se

Chapitre II

produise de façon homogène. Après le malaxage, la pâte de ciment est versée dans son moule. Les moules obtenus ont été stockés à l'abri de l'air à température ambiante (20 ± 3 °C) pendant 28 jours et on a fait des tests à 7 et 28 jours.

II.4. Essais mécaniques

L'ingénieur mécanicien a besoin de connaître le comportement mécanique des matériaux utilisés pour fabriquer diverses structures. Ce sont les essais mécaniques qui peuvent lui fournir ces données nécessaires. Elles sont tout d'abord indispensables pour la mise au point des procédés de mise en forme. Les essais mécaniques sont des expériences dont le but est de caractériser les lois de comportement des matériaux (mécanique des milieux continus). La loi de comportement établit une relation entre les contraintes (pression=force/surface) et les déformations (allongement unitaire adimensionnel). Il ne faut pas confondre une déformation avec un déplacement ou une dilatation [59].

II.4.1. Mesure des résistances à la compression et à la flexion (EN 196-1)

II.4.1.1. 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 mortiers.

II.4.1.2 Définition de l'essai

L'essai de rupture par flexion est effectué sur une éprouvette prismatique de $4 \times 4 \times 16$ cm³ en pâte placée sur deux rouleaux distants de 100 mm. À partir des deux morceaux obtenus par rupture de l'éprouvette de flexion, on effectue l'essai de rupture par compression, en plaçant chaque demi-prisme entre deux plaques carrées de 40×40 mm qui seront déposées.

II.4.1.3 Principe de l'essai

L'essai consiste à étudier les résistances à la traction par flexion et à la compression d'éprouvettes de la pâte.

II.4.1.4 Equipement nécessaire

- Malaxeur normalisé.
- Des moules normalisés, permettant de réaliser trois (03) éprouvettes prismatiques de section carrée 4×4 cm et de longueur 16 cm (ces éprouvettes sont appelées éprouvettes $4 \times 4 \times 16$).

Chapitre II

- Une machine d'essais de résistance à la flexion, permettant d'appliquer des charges jusqu'à 10 K
- N, avec une vitesse de mise en charge de (50 ± 10) N/s.
- Une machine d'essai à la compression, permettant d'appliquer les charges jusqu'à 150 KN avec une vitesse de mise en charge de (2400 ± 200) N/s. Cette machine est équipée d'un dispositif de compression.

II.4.1.5. Malaxage des mortiers

Ces mortiers sont malaxés pendant 4 minutes conformément aux prescriptions de la norme :

On introduit l'eau en premier dans la cuve du malaxeur, y on verse ensuite le ciment, aussitôt après, on met le malaxeur à vitesse lente.

Après 30 s de malaxage, on introduit régulièrement le sable, le déchet et les fibres pendant les 30 s qui suivent. On met alors le malaxeur à sa vitesse rapide et on continue le malaxage pendant 30s supplémentaires.

On arrête le malaxeur pendant 1min 30s. Pendant les 15 premières secondes, on enlève au moyen d'une raclette tous le mortier adhère aux parois et au fond du récipient en le repoussant vers le de celui-ci.

On reprend ensuite le malaxage à grande vitesse pendant 60s



Figure II.1: Malaxeur à mortiers utilisé pour la fabrication des monolithes

II.4.1.6. Moulage des éprouvettes

Avec le mortier préparé pour chaque série d'éprouvette, on remplit le moule $4 \times 4 \times 16$ cm³. Le moule utilisé dans la préparation des monolithes est présenté sur figure II.02.



Figure II.2: Le moule utilisé dans la préparation des monolithes

II.4.1.7 Démoulage des éprouvettes prismatiques

Le démoulage est exécuté entre 20 et 24 heures après la mise en moule. Le démoulage doit être effectué avec précaution.

II.4.1.8. Essai de rupture par flexion

L'essai de rupture par flexion est effectué sur une éprouvette prismatique de $(4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3)$ en mortier placé sur deux rouleaux distant de 100 mm. En veillant à ce que l'axe longitudinal de l'éprouvette soit dans le plan de flexion de l'appareil. On actionne la machine qui va appliquer une charge progressive et continue et sans chocs à vitesse constante sur l'éprouvette jusqu'au moment de rupture. Ensuite, on récolte les résultats de la charge de rupture F_f et de la contrainte R_f correspondantes qui sont données directement par la machine d'essai. Cette contrainte est appelée résistance à la traction par flexion et si F_f est exprimée en Newton, R_f est exprimée en MPA.

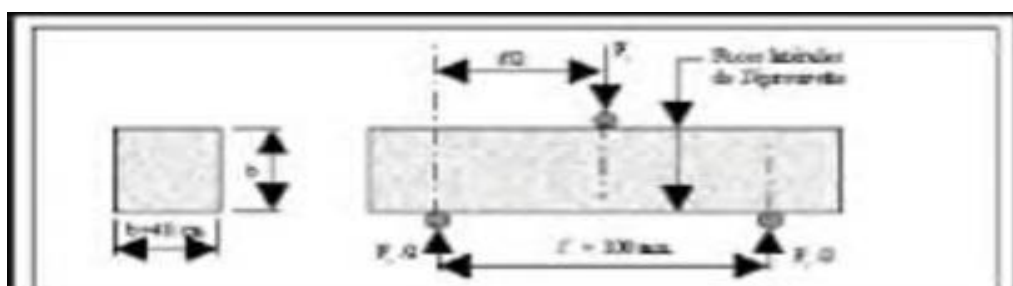


Figure II.3: La rupture des éprouvettes

II.4.1.9 Essai de rupture par compression

L'essai consiste à placer l'extrémité du demi-prisme, de chaque éprouvette obtenu après rupture par flexion, dans la machine d'essai à la compression entre deux plaques d'acier. Elle est disposée de telle sorte que la section comprimée soit de $(4 \times 4 \text{ cm}^2)$. A l'aide de la machine on presse le

de mi éprouvette à vitesse constante, en lui appliquant une charge progressive jusqu'à rupture de l'éprouvette. On lit sur la machine la charge de rupture FC et la contrainte de rupture Rc . Cette contrainte est appelée résistance à la compression et si FC est exprimée en Newton, Rc est exprimée en MPa.



Figure II.4: Appareil de compresser les matériaux.

II.4.1.10. Préparation des matrices monolithiques et des fractions granulaires

Après une période de (28 jours), les échantillons sont préparés en vue de la réalisation du test de lixiviation sur des blocs monolithiques ($4 \times 4 \times 4$) cm^3 et des tests de caractérisation physico-chimique de matériau sur granulats ($< 100 \mu\text{m}$).

II.4.1.10.1. Préparation des monolithes

Les cubes monolithiques sont obtenus par tronçonnage à sec des blocs de $4 \times 4 \times 16 \text{cm}^3$ de manière à obtenir des cubes $4 \times 4 \times 4 \text{cm}^3$.

II.4.1.10.2 Préparation de la poudre à analyser

- ✓ **Echantillonnage :** Avant de procéder à une analyse quelconque d'un échantillon solide, celui-ci subit un traitement mécanique qui est la phase la plus délicate pour obtenir un échantillon représentatif. Pour atteindre cet objectif, nous appliquons les différents procédés mécaniques suivants :

Chapitre II

- ✓ **Concassage** : Cette opération sert à réduire les dimensions des blocs de matière première à une granularité de l'ordre de quelques millimètres. Pour cela, nous avons utilisé le concasseur à mâchoire de type FRITSCH (01.302), (Tableau IV.1 et Figure II.5)

Tableau II.2: caractéristiques du concasseur à mâchoire.

Série	1097
Voltage	220 V
Fréquence	50/60 Hz
Puissance	75KW
Intensité	7,3 A



Figure II.5: concasseur à mâchoire.

- **Homogénéisation** : est une opération indispensable pour avoir un bon mélange et une meilleure représentativité de l'échantillon. Dans notre cas, cette opération vient juste après le concassage. Donc, le matériau concassé subit une homogénéisation afin d'avoir une distribution minéralogique homogène des éléments composants l'échantillon.
- **quartage** : Le quartage est une opération indispensable pour une meilleure représentativité de l'échantillon. Avant cette opération, il est nécessaire de procéder à une homogénéisation du minerai, par transformation petit à petit en une galette circulaire, puis on la partage en quatre quarts égaux, dont on prélève deux quarts opposés. Les deux autres quarts seront ainsi gardés comme témoins. La même procédure est suivie jusqu'au quartage finale.

Chapitre II

L'échantillonnage obéit à une loi bien définie qui est la loi de RICHARDS :

$$Q_i \geq K \cdot d^2 \quad (1)$$

$$m < Q_i / K \quad (2)$$

$$m = 2^n \Rightarrow n = \ln(m) / \ln(2) \quad (3)$$

Q_i : masse de l'échantillon vérifiant la loi de Richards en (kg) ;

D : diamètre du plus gros grain qui est égale à 4 mm ;

K : coefficient de répartition de la minéralisation qui est égale à 0,1 ;

n : le nombre de quartages.

m : masse après le quartage qui est égale à 3 kg ;

La représentativité de l'échantillon est déterminée par la loi de RICHARDS :

$$Q_i = p \text{ et } K d^2 = p'$$

$Q_i \geq K d^2 \Rightarrow p \geq p'$ la loi de RICHARDS est vérifiée donc l'échantillon est représentatif.

La figure jointe en annexe représente le traitement de l'échantillon d'une masse initiale 3000 g et de diamètre de 4 mm de phosphate noir de Kef Es Sennoun, de la mine de Djebel Onk.

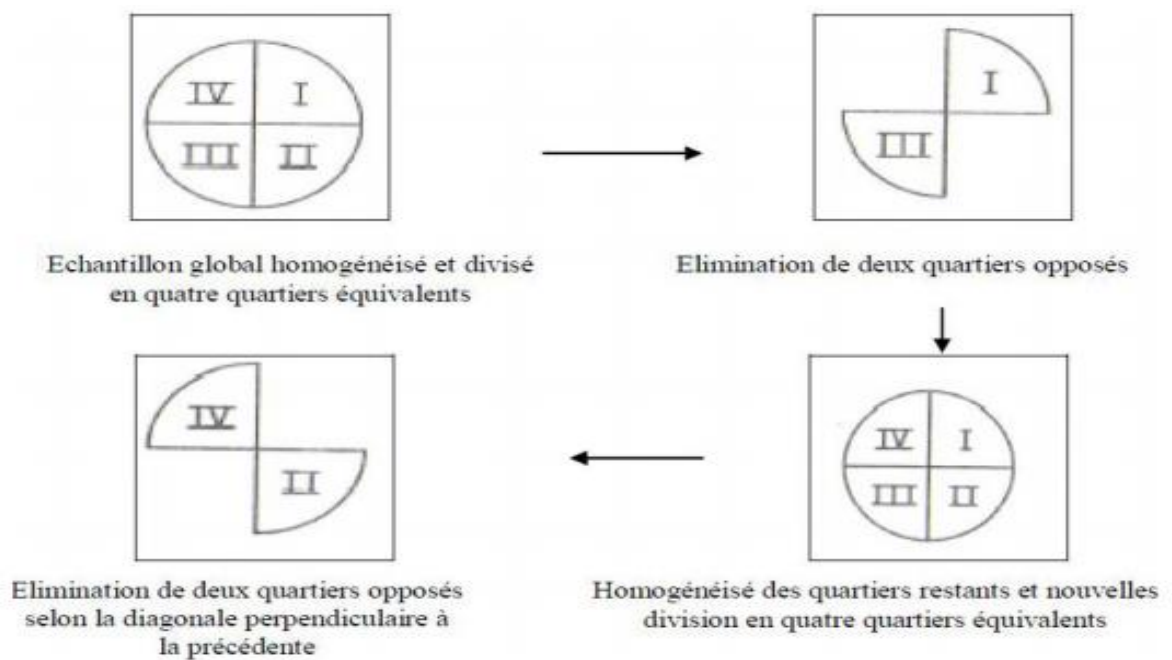


Figure II.6: Schéma de quartage

- **Broyage** : On effectue un broyage dont le but est de réduire les diamètres des grains de la matière première afin de favoriser la représentativité lors de l'analyse chimique. Il a été réalisé par un broyeur amorti.



Figure II.7:Mortier

- **Tamissage :** Le tamissage permet de séparer les matériaux en fractions granulaires définies par la cote de la maille carrée du tamis. En pratique, la détermination de la distribution granulométrique se fait par classement dimensionnel à travers une série de tamis AFNOR, d'ouvertures de mailles décroissantes. Notre tamissage est réalisé à l'aide de tamis de (100 μ m) et une tamiseuse qui est représenté dans la figure II-8. [60]



Figure II.8: tamiseuse électrique

II.4.2. Mesure des temps de début et de fin de prise

II.4.2.1. Objectif de l'essai

Cet essai consiste à déterminer le temps de début de prise et temps de fin de prise. On note le temps du début de l'essai, (mais cette fois on utilise l'aiguille de Vicat à la place de la sonde), on note une distance de 3 et 5 mm et le début temps de prise (EN 196-3) [61].

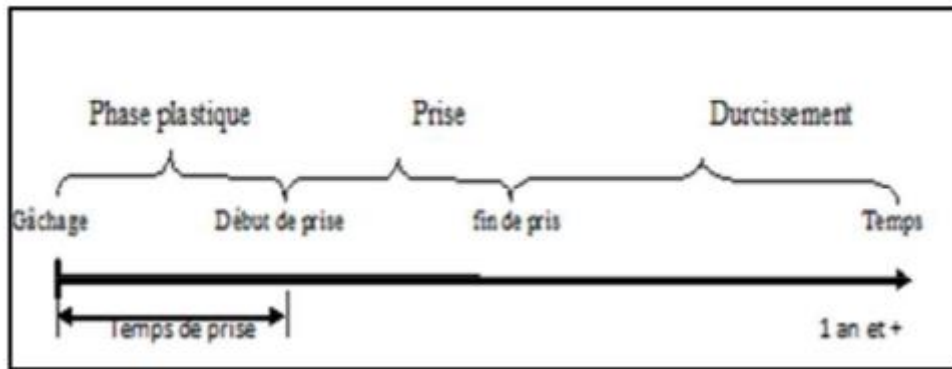


Figure II.9: Phase d'évolution du ciment.



FigureII.10: Malaxeur du mortier de ciment



FigureII.11: Appareil de Vicat

➤ Principe

La méthode de détermination du temps de début et de fin de prise « Vicat » a été utilisée pour caractériser l'influence de l'ajout des RFB sur l'hydratation des mortiers modifiés. L'essai consiste à suivre l'évolution de la consistance d'une pâte normalisée en fonction du temps.

➤ Equipement nécessaire :

- Salle climatisée : l'essai doit se dérouler dans une salle, dont la température est de $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ et dont l'humidité relative est supérieure à 90%. A défaut d'une telle humidité relative, l'échantillon testé pourra, entre deux mesures, être entreposé dans l'eau maintenue à $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.
- Malaxeur normalisé : avec une cuve de 5 litres de contenance et d'une pale de malaxage pouvant tourner à 2 vitesses (dites lente 140Tr/min et rapide 285 Tr/min).

Chapitre II

- Appareil de Vicat (l'appareil est composé d'un moule tronconique de 40 mm de hauteur et d'une tige coulissante équipée à son extrémité dans l'aiguille de 1.13 mm de diamètre.
- Balance précise à 0.1 g près.
- Chronomètre précise à 0.1 s pré

➤ **Mode opératoire**

L'appareil utilisé est l'appareil de Vicat équipé d'une aiguille de 1.13 mm de diamètre et un moule tronconique ($h=40$ mm, $d_1= 70$ mm et $d_2= 80$ mm). Quand sous l'effet d'une charge de 300 g l'aiguille s'arrête à une distance $d= 4\text{mm} \pm 1\text{mm}$ du fond du moule, on considère que la prise du matériau a commencé, et cet instant est appelé le « début de prise ». Le temps de « fin de prise » est atteint lorsque l'aiguille ne s'enfonce plus que de 0.5 mm. Trois essais simultanés à l'aiguille Vicat ont été réalisés sur chaque matériau S/S.

II. 5. Méthodes physiques d'analyses

II.5.1. Analyse par diffraction des rayonnements X (DRX)

La diffraction des rayons X permet d'identifier des phases cristallisées ainsi que de caractériser l'arrangement des réseaux cristallins. Seule l'interprétation qualitative est utilisée ; on ne peut identifier que les phases cristallisées majoritaires. [62]

➤ **Principe et mode opératoire**

La méthode générale consiste à bombarder le matériau par un faisceau de rayons X monochromatique ($0,1 \text{ \AA} \ll \lambda < 10 \text{ \AA}$) de longueur d'onde $1,54051 \text{ \AA}$, produit par une anticathode de cuivre, à mesurer l'angle par rapport au rayonnement incident des rayons X diffractés et l'intensité des rayonnements X diffractés au moyen d'un compteur à scintillation. Celui-ci tourne autour du même axe que l'échantillon mais à une vitesse double de celle de l'échantillon. Pour un angle d'incidence Θ , l'angle mesure par le déplacement du compteur sera donc de 2Θ .

Le traitement des diffractogrammes ou spectres s'effectue à l'aide d'un logiciel basé sur les fiches d'une base de données faisant correspondre les distances inter réticulaires d aux angles 2Θ enregistrés. La position des pics de diffraction permet l'identification des structures ou phases cristallines présentes et donc la détermination de la composition cristallographique de l'échantillon analysé.

L'un des principaux intérêts de cette méthode est la mesure précise d'intensité et la possibilité d'effectuer des estimations semi quantitatives, en considérant que l'intensité d'une raie est proportionnelle à la quantité de la substance correspondant dans l'échantillon. Cependant, les substances mal cristallisées ou amorphes ne pourront pas être observées par cette technique

Chapitre II

Les analyses par DRX sont effectués dans le laboratoire de LTMGP de l'université A/Mira de Bejaia à l'aide d'un diffractomètre a poudre.

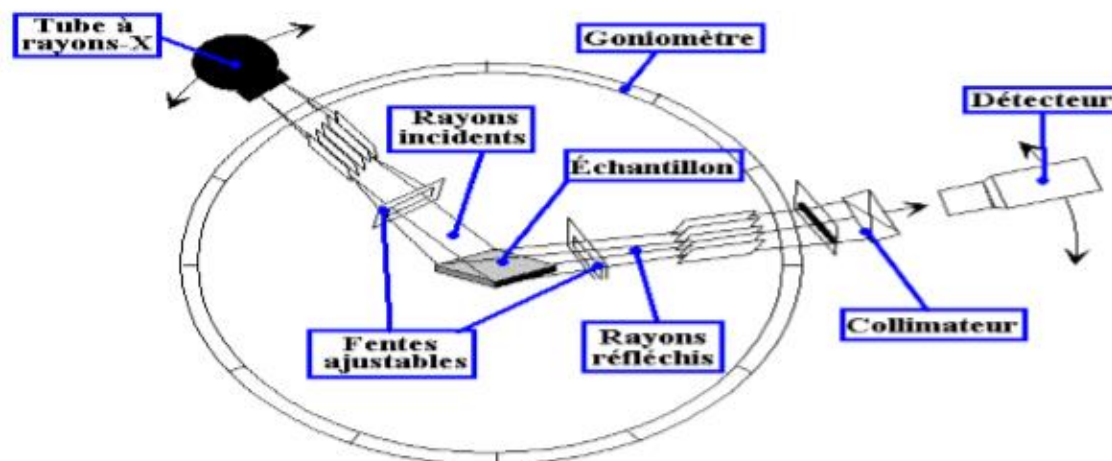


Figure II.12:Schéma d'un spectromètre de diffraction des rayons X pour les échantillons poudre.

II.5.2 Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) est une technique d'identification chimique basée sur l'analyse thermique. L'ATG fait la mesure d'une propriété physique (masse) d'un échantillon en fonction du changement de la température à une vitesse dans un environnement contrôlé[63].

➤ principe

L'analyse thermogravimétrique (ATG) à pour objectif la caractérisation des matériaux par mesure directe de leur masse en fonction de la température qui peut aller de 20 à 1000°C en présence de gaz inerte (Azote).

L'échantillon à analyser est placé sur la nacelle d'une balance de précision. Cette nacelle est ensuite introduite dans un four permettant de soumettre l'échantillon à des cycles de températures tout en mesurant en continu l'évolution de sa masse. L'étude thermique été réalisée sur un appareil SETARAM TG-DTA 92, sous un flux d'azote dans un intervalle de température compris entre 20 et 1000°C, avec une vitesse de montée 20°C/min.

L'appareillage est constitué principalement d'une thermobalance, connecté par un circuit électrique à une unité d'acquisition de données assistée par ordinateur, qui permet d'enregistrer et de tracer des thermogrammes d'un échantillon solide préalablement broyé sous forme de poudre fine. Ces

courbes représentatives Poids / Température, sont sous l'aspect de plusieurs paliers (ou le poids est constant malgré la variation de la température). Chacun d'eux correspond à une perte en poids due à l'évaporation d'éléments plus ou moins volatils, tels que l'eau d'hydratation (à 100°C), l'eau de constitution (à partir de 200°C), les matières organiques (200°C – 500°C) et à des changements de structures tel que la décarbonatation et de phases. La perte en poids Δm , est donnée par la relation suivante : $\Delta m \text{ (mg)} = m_0 - m$ m_0 : poids en mg de l'échantillon avant l'analyse. m : poids en mg de l'échantillon après l'analyse[64].



Figure II.13: Thermobalance SETARAM.

I.5.3. Microscopie Electronique à Balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) (Scanning Electron Microscopie ; SEM), est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons matière. Le principe du balayage consiste à explorer par lignes successives et point par point, la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface de l'échantillon.

Le MEB permet d'obtenir une image réfléchie (agrandi jusqu'à 100 000 fois ou plus) de l'échantillon, mettant en évidence des détails, comme l'effet profondeur, impossible à déceler autrement et de dimensions excessivement réduites [65].

II.5.4. Spectroscopie infrarouge transformée de Fourier (IRTF) :

L'analyse des matériaux par IRTF peut nous permettre d'accéder à des informations concernant les phases amorphes (figure II.14). La spectrométrie infrarouge à transformer de fourrier est une méthode d'analyse non destructive pour l'échantillon, elle est basée sur l'absorption d'un rayonnement

Chapitre II

infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau. [23]

➤ Principe

Dans les conditions normales de température et de pression (CNTP), les atomes et les groupements fonctionnels constituant la matière, sont animés de mouvement vibratoire. Si ces constituants sont exposés à un rayonnement électromagnétique dont la fréquence de vibrations proche de celle de l'une ou l'autre de leurs fréquences de vibrations propres, ils entrent en résonance, empruntant pour ce faire, de l'énergie dans le faisceau incident. Il y a alors absorption d'énergie.

Sous l'effet d'un rayonnement électromagnétique infrarouge, les liaisons moléculaires absorbent une partie de cette énergie et vibrent selon des mouvements de différents types (vibration d'élongation ou de déformation).[66]

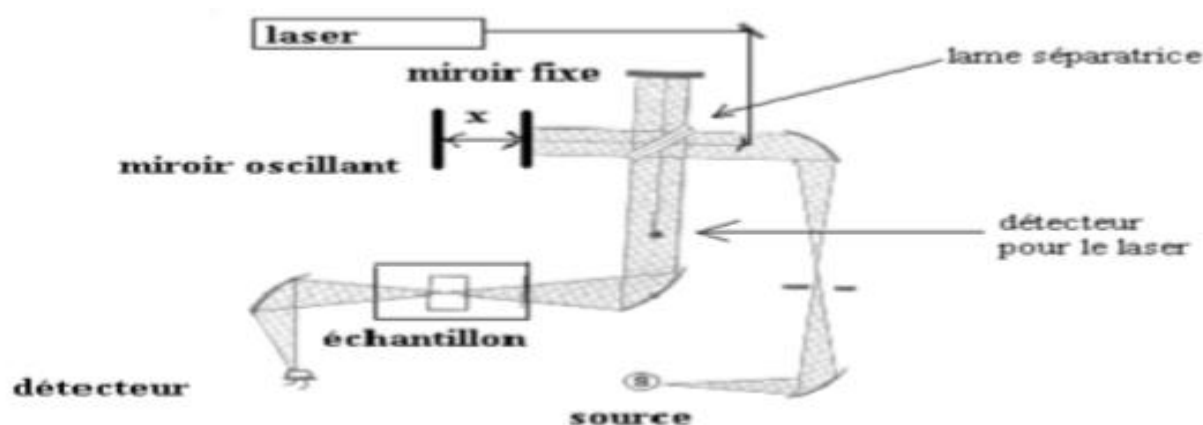


Figure II.14 : Schéma du principe de la spectroscopie IR.

Le spectre IR conduit à l'obtention d'un spectre pour chaque longueur d'onde, le rapport des intensités transmittance (T) qui est exprimée en pourcentage (%) sur les spectres que nous avons obtenus. De même les longueurs d'ondes ont été exprimées sous forme de nombre d'onde ν (cm^{-1}) sachant que $\nu = 1/\lambda$ (pour moyen IR : $400\text{-}4000\text{cm}^{-1}$). [67] :

Le domaine infrarouge, dans lequel se trouvent les énergies de vibration des liaisons moléculaires, est divisé en trois zones :

- Proche infrarouge : $\lambda = 0.8 \text{ à } 2.5 \mu\text{m}$ (ou $\nu = 4000 \text{ à } 12500\text{cm}^{-1}$).
- Moyen infrarouge : $\lambda = 2.5 \text{ à } 25 \mu\text{m}$ (ou $\nu = 400 \text{ à } 4000\text{cm}^{-1}$).
- Lointain infrarouge : $\lambda = 25 \text{ à } 1000 \mu\text{m}$ (ou $\nu = 4000 \text{ à } 12500\text{cm}^{-1}$). Les analyses par spectroscopie infrarouge (IR) sont effectuées 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.12.

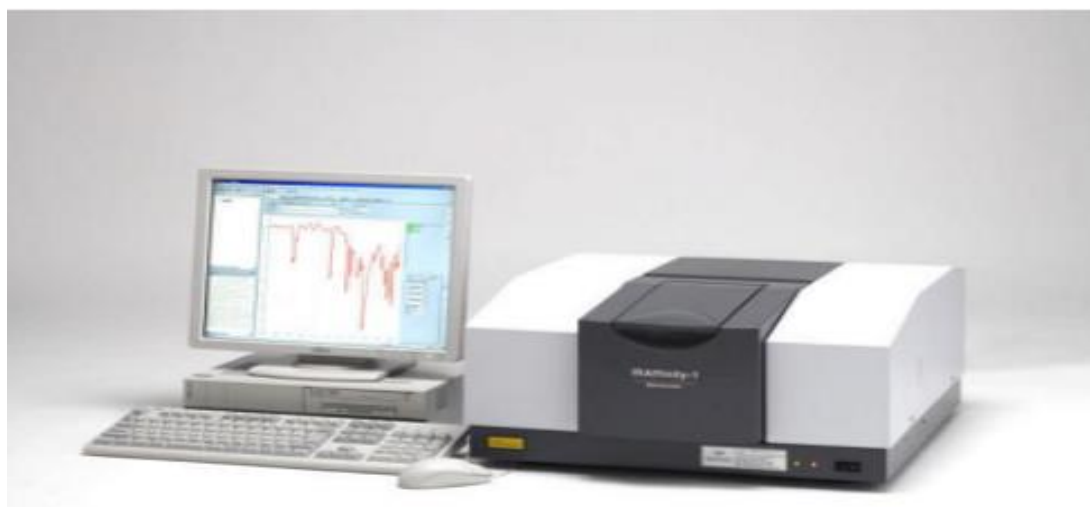


Figure II.15 : Image de l'appareil du spectrophotomètre IR.

II.6. Méthodes d'analyse des solutions aqueuses utilisées

II.6.1. Analyse par spectrophotométrie UV Visible

La spectroscopie d'absorption dans l'UV et le visible est une méthode très commune dans les laboratoires. Elle est basée sur la propriété des molécules d'absorber des radiations lumineuses de longueur d'onde déterminée.

➤ **Principe**

Le principe de l'appareillage est basé schématiquement sur un ensemble formé par une source lumineuse, un système optique dispersif et un détecteur. Cet ensemble nous permet d'obtenir un spectre UV Visible sous forme de courbe d'absorbance A en fonction de la longueur d'onde λ , et de réaliser un dosage en faisant varier l'absorbance en fonction de la concentration. La limite peut atteindre parfois une valeur en concentration estimée à quelque ppm seulement. L'intensité de cette absorption est en fonction de la concentration de l'espèce absorbée, elle est exprimée par la loi de Beer-Lambert : [68].

$I_0 / I = \log \epsilon \cdot C \cdot l$ Avec :

A : Absorbance ;

I_0 : Intensité initiale ;

I : Intensité transmise ;

ϵ : Coefficient d'extinction ou d'absorptivité des particules dissoutes ;

Chapitre II

L : épaisseur de la cellule de mesure ;

C : Concentration de la solution en particules considérées ;

La diminution de l'intensité lumineuse d'une radiation monochromatique est proportionnelle au nombre de particules qui absorbent la lumière.

- **Validité de la loi de Beer-Lambert**

- La lumière utilisée doit être monochromatique.

- Domaine de concentration doit être faible (<10⁻³M).

- La solution ne doit pas être hétérogène ou fluorescente. Cette analyse dépend de la construction d'une courbe d'étalonnage qui doit être linéaire dans le domaine des concentrations choisies, à partir des solutions de concentrations connues des composés à doser. Cette courbe est une droite d'équation $A=aC+b$, qui permet de déduire la concentration de la solution inconnue

II.7. Test de Lixiviation

II.7.1. Test de lixiviation TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure)

II.7.1.1. Tests de lixiviations

- **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.7.1.2. Détermination de la solution de lixiviation pour l'échantillon solide

Nos échantillons (déchet et matériaux stabilisés) contenant seulement une phase solide à 100 %, visuellement doivent être lixiviés après broyage 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 : 5 g d'échantillon (déchet broyé à moins de 5 mm), non séchés sont pesés et mis dans un bécher contenant 96,5 ml d'eau et qu'on couvre avec un verre de montre. On agite vigoureusement avec un barreau aimanté pendant 5 minutes. 3,5 ml de la solution d'acide chlorhydrique 1 N sont ajoutés ensuite et mélangés légèrement. Le mélange est chauffé avec agitation à $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant 10 minutes. Après 1 heure de refroidissement et homogénéisation de la solution obtenue, on mesure pH tout en agitant légèrement.

II-7.1.3. Préparation de l'échantillon pour la lixiviation

- Les échantillons solides sont lixiviés avec la solution de lixiviation appropriée dans un rapport solide-tampon de 1 : 20.

Note : L'échantillon ne doit pas être séché. Si l'échantillon ne contient qu'une seule phase solide, il est considéré comme 100 % solide.

- Dans une bouteille de 1 litre en verre ou en plastique, peser 20 g d'échantillon solide préalablement broyé, si nécessaire, à 9,5 mm et ajouter 400 ml de la solution de lixiviation appropriée (solution N°1 ou N°2).

Note : Si l'échantillon ne semble pas homogène, utiliser un poids d'échantillon et de tampon plus grand, par exemple 40 g de solide et 800 ml de tampon.

- Boucher la bouteille et placer sur l'appareil de lixiviation pendant 18 heures \pm 2 heures avec une vitesse de rotation de 30 ± 2 tours/minute.
- Après la lixiviation, laisser décanter le solide pour faciliter la filtration.
- Filtrer sur un filtre ayant une porosité de 0,45 μ m.
- Mesurer le pH après la lixiviation
- . Acidifiée la moitié avec l'acide nitrique concentré à PH

II. 7.2. Test de l'influence du pH (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 [69].

➤ Principe

Le matériau est fragmenté et mis en contact pendant un certain laps de temps avec des solutions acides ou basiques pour un rapport Liquide/Solide (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.

II.7.2.1. Titrage préliminaire

Le but de cette étape préliminaire est d'estimer les quantités d'acide (ou de base) à introduire dans les solutions du pH pour couvrir en fin de test l'échelle de pH souhaitée. • Un titrage acido-basique s'effectue sur une masse connue (10 g de matière sèche) de matériau broyé à 1 mm de matériau sec. La totalité du test se fait sous agitation continue dans un récipient fermé. Après une

période de 48 heures, le pH de la solution de lixiviation est mesuré (c'est le « pH naturel » du matériau à L/S =10). On procède alors à l'ajout d'un volume déterminé d'acide dans la solution de lixiviation. La valeur stabilisée du pH est notée et on effectue une nouvelle injection d'acide pour obtenir une nouvelle valeur de pH. la succession des étapes est arrêtée quand on approche la valeur de pH souhaitée. On obtient aussi des valeurs de pH en fonction de la quantité d'acide ou de base ajoutée.

➤ **Protocole expérimental**

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. La solution 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) 0.1N. Une titration acido-basique s'effectue sur une masse de 10 g de matériau broyé et tamiser à 1 mm après 28 de cure. Initialement, on introduit de l'eau déminéralisée dans un rapport L/S=10 (ml/g) de matériau sec.

La totalité du test se fait sous agitation continue dans un récipient fermé pendant 7 jours. Après une période de 48 heures, le pH de la solution de lixiviation est mesuré.

On obtient aussi des valeurs de pH en fonction de la quantité d'acide ou de base ajoutée, les valeurs du pH à atteindre sont : 2, 4, 6, 7, 8, 10, 12 et 13. Les lixiviats ont alors été filtrés sur une membrane filtrante en acétate de cellulose de porosité égale à 0.45 μm et analysés.

II.7.3. Test de l'Eau des Pores (EP)

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

➤ **Principe**

Le test consiste en une mise en contact de matériau finement broyé 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.

➤ **Protocole expérimental**

La méthode de caractérisation de l'eau des pores consiste en une mise en contact en parallèle de divers échantillons de matériau (matériau broyé et tamiser à une granulométrie <1mm) avec de l'eau déminéralisée pour différents rapports L/S. Des échantillons en poudre sont mis en contact avec des quantités différentes d'eau déminéralisée. Les ratios Liquide/Solide utilisés sont : 1.24, 2, 5, 10, 50, 100 et 200 (ml/g). s

On maintient le test sous agitation pendant une période de 7 jours, les éluats obtenus sont filtrés. Les lixiviats ont alors été filtrés sur une membrane filtrante en acétate de cellulose de porosité égale à $0.45\ \mu\text{m}$ et analysés.

II.7.4. Test de fraction maximale mobilisable (FMM)

La fraction maximale mobilisable est considérée comme la donnée absolue de caractérisation des matériaux stabilisés.

➤ Principe

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 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.

➤ Protocole expérimental

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 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 $0.45\ \mu\text{m}$, 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, tandis que l'autre sert à analyser les anions.

Tableau II.3: Présentations des quantités de matériaux nécessaires pour l'élaboration des tests EP et FMM.

	Le ratio L/S	La masse du matériau en (g)
Test Ep	2	94.11
Test Ep	5	47.05
Test EP	10	11.76
Test FMM	50	4.9
Test FMM	100	2.4
Test FMM	200	1.2

II.7.5. Tests de lixiviation sur monolithe (TLM) :

La dynamique du comportement à la lixiviation des matériaux S/S a été étudiée grâce à un essai de lixiviation séquentielle sur monolithe. Ces tests de lixiviation effectués sur les blocs monolithiques sont conformes à la procédure d'évaluation approfondie des procédés de stabilisation/solidification à base de liants hydrauliques proposée par l'Agence de l'Environnement et de la Maîtrise et l'Energie (ADEME). Ce type d'essai peut être réalisé sur matériau granulaire en suspension ou sur bloc massif ou sur matériau granulaire compacté. Les matériaux sont soumis à des renouvellements successifs du fluide d'extraction sous ou sans agitation pour appréhender le comportement à long terme des polluant.

➤ 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.

➤ 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 cm³. Le lixiviat est introduit dans un rapport volume de liquide/surface du bloc (L/S) de 10 cm³ /cm² suffisant pour assurer un comportement dynamique, c'est-à-dire que les conditions stationnaires ne sont pas atteintes avant le renouvellement de la solution. Les éprouvettes sont introduites dans des flacons et posées sur une grille à 2 cm du fond pour permettre au lixiviant de circuler et donc au transfert de matière de s'effectuer par toutes les faces du bloc. Les flacons sont soigneusement fermés pour éviter au maximum l'admission d'air et l'évaporation des solutions. Le rythme de changement de la solution est imposé par les temps de contact éprouvettes/solution qui sont successivement 6 heures, 18heures, 24jour, 48 jours, 5 jours ,7 jours. On obtient ainsi 5 solutions dont il faut mesurer les paramètres

Chapitre II

physico-chimiques et déterminer la composition. A chaque renouvellement de solution on veille à ce que le temps passé par les éprouvettes hors du lixiviat soit réduit au maximum. On prévoit également les étapes suivantes : -la solution de lixiviation récupérée, après agitation du flacon et filtrée à 0.45 μm . le précipité obtenu sur le papier filtre est mis pour sécher 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, la conductivité. La solution est ensuite séparée en deux parties : -la première est acidifiée à $\text{pH} \leq 2$ par 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 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.

Références

[58]: NGUYEN T.L.H. (2007) ; Outils pour la modélisation de la mise en oeuvre des bétons, Thèse de Doctorat à l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, décembre, 139 p.

[59]: <https://www.youscribe.com/BookReader/Index/1713511?documentId=1691429>.

[60]Dr. KARIM MOUSSACEB, optimisation du système de gestion de l'homogénéisation du cru et du processus technologique de fabrication du ciment dans le système carrière usine de fabrication, application aux cimenteries Algériennes, laboratoire de technologie des matériaux et de génie des procédés Thèse Doctorat, université de Bejaia 2007.

[61]: Norme Européenne NF EN 196-3.,(1990);Méthodes d'essais des ciments –Partie 3: Prise de Ciment, Paris.

[62]: Rouessac, F. and Rouessac, A. Analyse Chimique: Méthodes et Techniques Instrumentales Modernes, 3ème Edition, Paris : Masson Ed, 1997, 372 p.

[63]: Association canadienne du ciment Portland, 2004; Musa, 2014; Scrivener, Snellings, & Lothenbach, 2.

[64]: Bhatti,J,I. A Review of the application of thermal analysis to cement-admixture systeme Thermochemica Acta , 1991, V°02, 313 p.

[65]: RUSTE, J. (2009) Microanalyse X par sonde électronique-Principe et instrumentation. Les techniques de l'ingénieur Doc. P 885.

[66]: BAIZE, D. Teneurstotalesenéléments tracesmétalliquesdanslessols. EditionINRA, (France) p 408, (1998).

[67]: TOKALIOGLU, S. KARTAL, S. ELCI, L. Determination of heavy metals and Speciation in lake sediments by flame absorption spectrometry after four-stageextraction procedure. AnalyticalChimical. Acte, p33-40, (2000).

[68]: J.RODIER (Analyses des eaux naturelles eaux résiduaires eaux de mer) 7èmeEdition DUNOD .1984.

[69]: Environment Agency EA (2005) EA NEN 7375:2004: leachingcharacteristics of mouldedormonolithic building and wastematerials: determination of leaching of inorganiccomponentswith the diffusion test 'the tank test' based on a translation of the NetherlandsNormalisationInstitute Standard, Version 1.0.

Reference

- [70] : BENYOUB Assia. BERKOUKI Amel « Impact de la Stabilisation/Solidification sur la cinétique de relargage des métaux lourds dans les matériaux poreux » Université A. MIRA – BEJAIA 2013.
- [71]: CHAABANE Loubna « Caractérisation de la mobilisation potentielle des polluants inorganiques dans les matrices cimentaires » Université A.MIRA-BEJAIA 2019.
- [72]: BELLACHE dihia « Stabilisation/Solidification et valorisation des déchets ultimes organiques et inorganiques, application aux résidus pétroliers de fond de bacs » Université A.MIRA-BEJAIA 2019.
- [73]: BELAKHIDER Amel BENHIDJEB Celia «Caractérisation et Solidification/stabilisation par des résidus pétroliers par liant hydraulique » Université A. MIRA – BEJAIA 2016.
- [74]: LACHI A/HALIM « Caractérisation physico-chimique des déchets industriels stabilisés/solidifiés par des liants hydrauliques-pats à ciment » Université A. MIRA – BEJAIA 2012.

Chapitre III

III. Introduction

Dans ce chapitre, nous présenterons quelques résultats expérimentaux obtenus dans le cadre des études sur l'efficacité des procédés de traitement des déchets ultimes par liants hydrauliques. Une comparaison des résultats sur la stabilisation/solidification par liants hydrauliques permettent de dégager les paramètres d'influence majeurs et mineurs sur le relargage des déchets dans les matrices cimentaires.

III.1. Diffractions des rayons X (DRX)

Les deux figures III.1.2.présente le spectre de diffraction aux rayons x du déchet, broyé et passé au tamis de 100 µm. On constate que le spectre obtenu présente une série de pics de diffraction, bien définie. Les résultats suivant ont été obtenue par CHAABANE Loubna illustrés sur la figure III.2 [71]. et ceux obtenus par BENYOUB Assia BERKOUKI Amel sont représentés par figure III.1 [70].

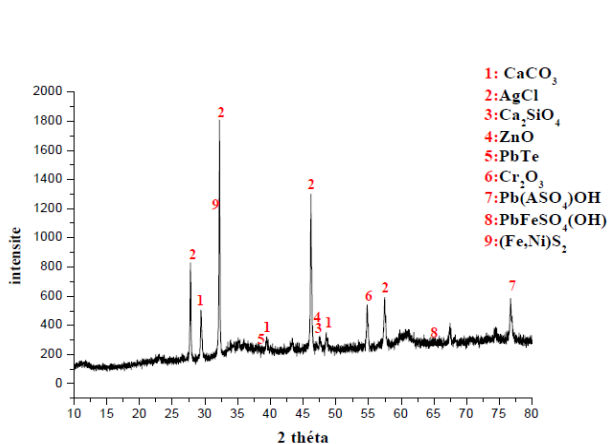


Figure III.1.Spectre obtenu par DRX pour le déchet de l'unité de BCR [70]

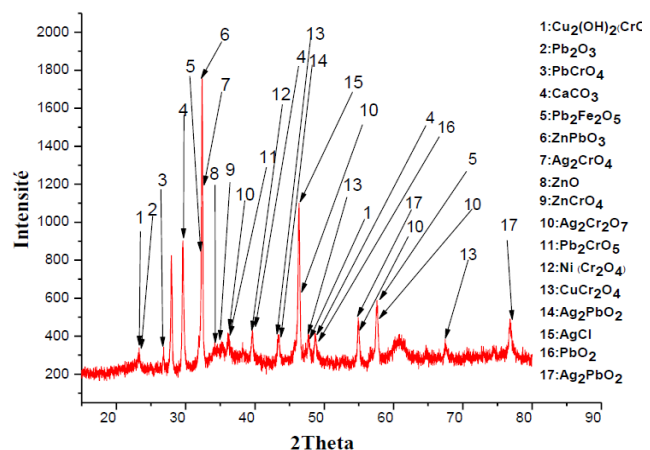


Figure III.2.Spectre DRX du déchet brut [71].

Discussion des résultats

D'après les résultats obtenus des deux tests DRX pour les déchets on remarque la présence de métaux lourds (Pb, Zn, Ni,...) au sein des phases minéralogiques identifiées sous forme (Pb₂O₃, PbCrO₄, Pb₂Fe₂O₅, Pb₂CrO₅, PbO₂, Ag₂PbO₂, PbTe, Pb(AsO₄)OH).

La présence des métaux lourds identifiés dans le déchet, rend ce dernier nocif et toxique vis-à-vis de l'environnement et la santé humaine, dans le cas où les quantités de ces éléments dépassent les normes exigées par les institutions compétentes.

III.2. Micrographie (analyse MEB)

Les micrographies obtenues, les spectres EDX et la quantification en éléments chimiques sont représentés sur les figures III.1.2. Les résultats suivants ont été obtenus par CHAABANE Loubna sont illustrés sur la figure III.3 [71] et ceux obtenus par dihia BELLACHE sont représentés par figure III.4 [72].

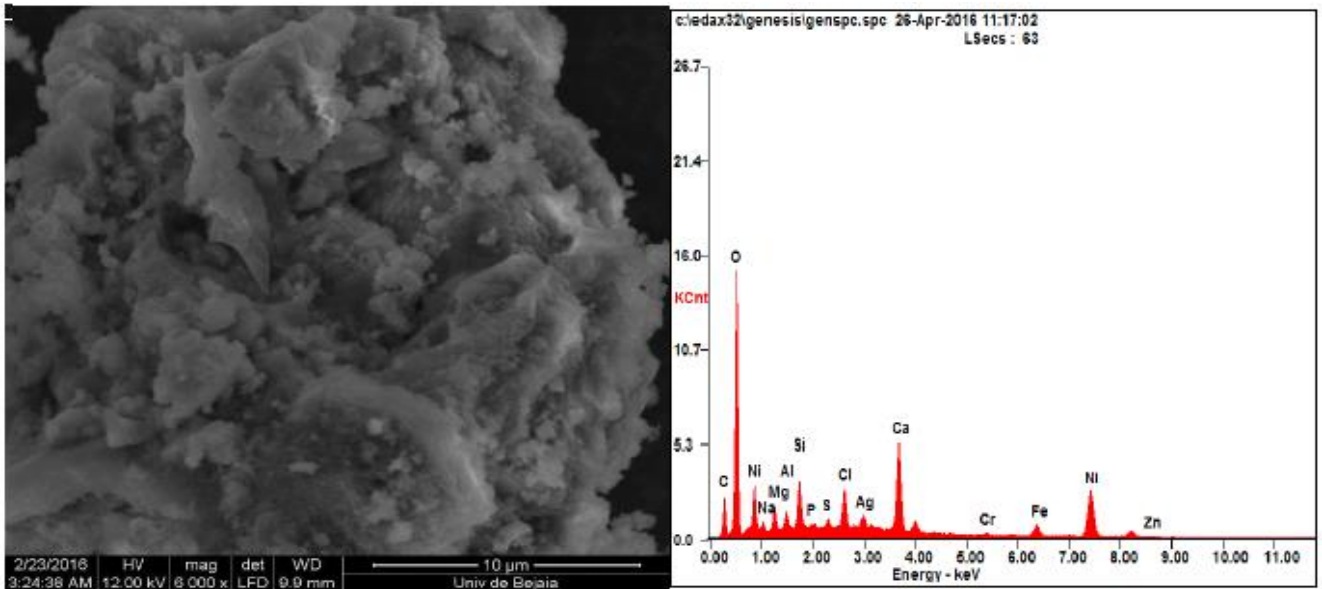
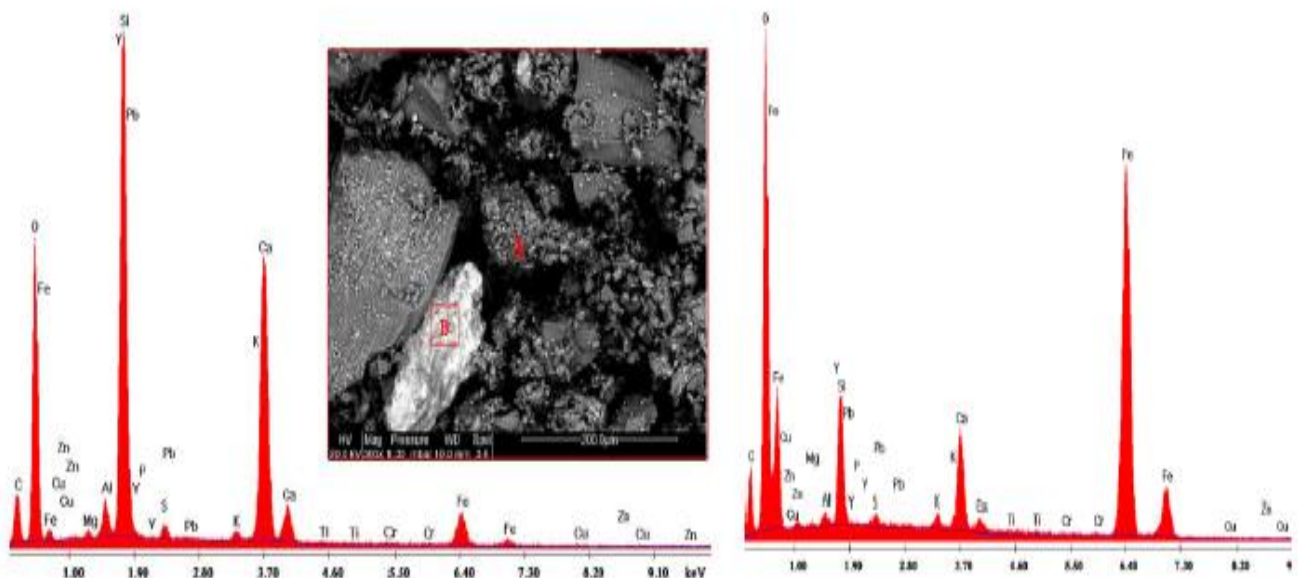


Figure III.3. Micrographie et spectre EDX d'une vue globale du déchet brut [71].



a. Micrographie MEB et le spectre EDS de la zone A.

b. Spectre EDS de la zone B

Figure III.4. Micrographie MEB et analyse EDS du matériau F5% [72].

Chapitre III

Etude comparative :

Tableau III.1: Comparaison des résultats de micrographe MEB.

Résultat obtenus par Chaabane Loubna	Résultat obtenus par Bellache Bihia
<ul style="list-style-type: none"> - On remarque sur ce micrographe différent distributions de particules à la surface de l'échantillon. - L'EDX montre la présence du nickel en grande proportion suivi du chlore, du fer et du zinc. 	<ul style="list-style-type: none"> -On trouve des phases riches en élément de traces métallique. - On peut apercevoir sur le micrographe de la zone b. a une particule brillante sur le bas à gauche.

Conclusion

On conclut que cette hétérogénéité est expliquée par la présence de différents métaux (plomb, zinc, chrome...etc).

III.3. Résistance mécanique

Les résistances mécaniques moyennes à la compression et à la flexion ont été mesurées après 7 et 28 jours de cure. Les résultats obtenus par LACHI A/HALIM illustrés sur les figures III.5 et III.6 [74] et ceux obtenus par BENHIDJEB Celia sont représentés par figure III.7 et III.8 [73].

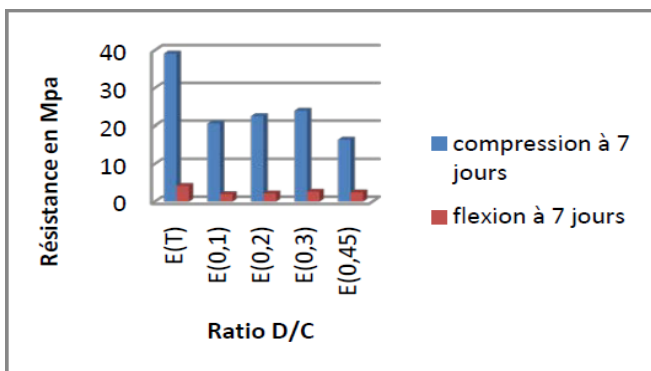


Figure III.5. Illustre une comparaison de Résistances mécaniques à la compression et par flexion à 7 jours [74].

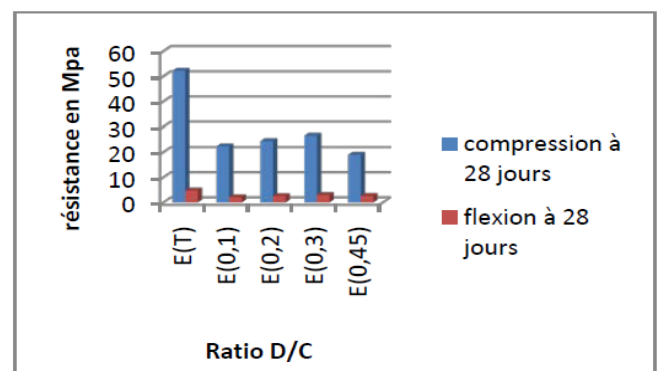


Figure III.6. Illustre une comparaison de Résistances mécaniques à la compression et par flexion à 28 jours [74].

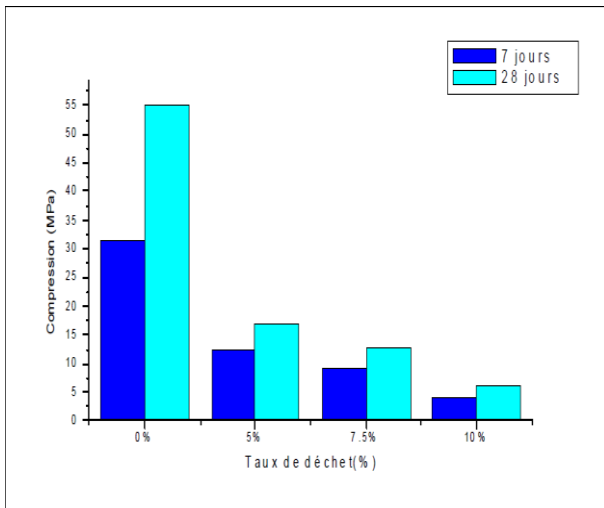


Figure III.7. Variation de la compression en fonction des taux de déchet pour 7 et 28 jours [73].

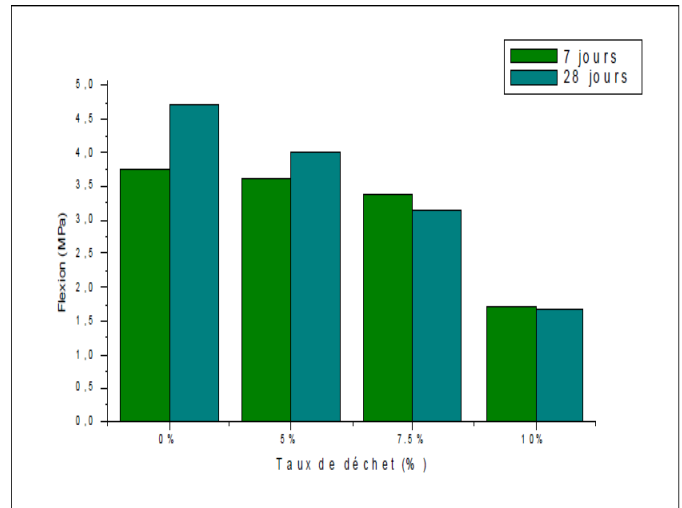


Figure III.8. Variation de la flexion mécanique en fonction des taux de déchet pour 7 et 28 jours [73].

Etude comparative

Tableau III.2. Comparaison des résultats de la résistance mécanique.

Les résultats obtenus par belkhide amel	Les résultats obtenus par benhidjeb celia
-Les valeurs des résistances mécaniques sont différentes. -Les valeurs des résistances à la compression sont plus grandes que celle a la flexion.	-Les résistances, à la flexion et la compression, sont inversement proportionnel à l’augmentation du pourcentage du déchet dans les formulations; cela est du essentiellement à l’inhibition des réactions d’hydratations.

Conclusion

On peut dire que la résistance mécanique d’un matériau se distingue par la nature et la quantité du polluant qu’il contient.

III.4. Test de lixiviation TCLP

Le test de toxicité (TCLP) a été utilisé, en vue de quantifier la lixiviation des métaux lourds à partir des matériaux S/S mortiers.

Les résultats suivant ont été obtenue par CHAABANE Loubna sont illustrés par Le tableau III.3 et Figure III.9 [71], et ceux obtenus par Dihia BALLACHE sont représentés par le tableau III.4 [72].

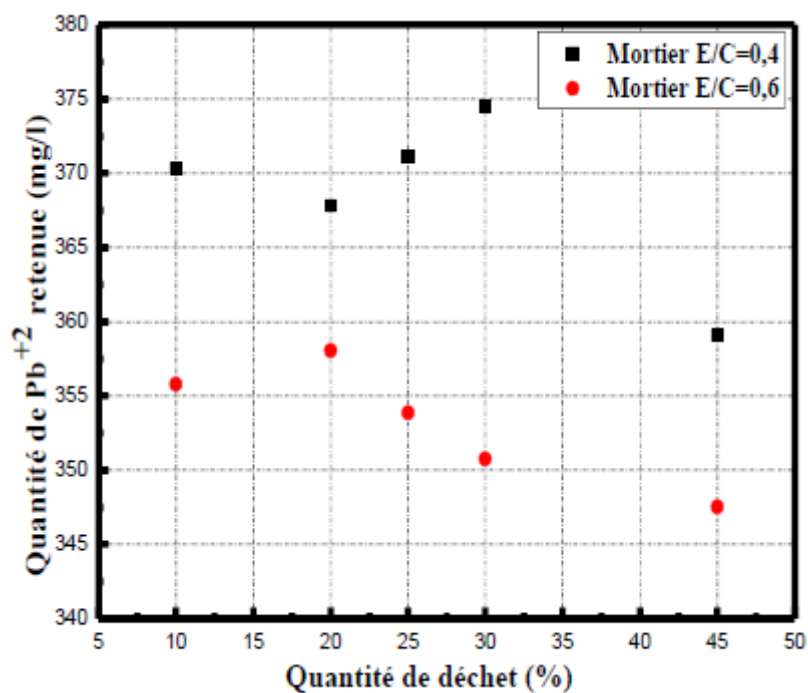


Figure III.9. Evolution des quantités des espèces chimiques Pb retenues, pour les deux matériaux S/S mortie [71]

Tableau III.3. Quantification des métaux retenus dans les matériaux mortiers S/S [71].

Elément	Pb ²⁺	Pb ²⁺
Déchet(%)	M (0.4)	M (0.6)
0	0	0
10	96,64	92,84
20	95,98	93,43
25	96,85	92,34
30	97,73	91,53
45	93,7	90,69

Tableau III.4. Composition chimique élémentaire des lixiviats des matériaux S/S [72].

		Valeurs	Taux de rétention (%)	Limites seuils NF X31210 (mg/kg)
Concentration (mg/kg)	Pb ²⁺	5,46	99,13	<50
	Zn ²⁺	0,089	99,98	<200
	Fe ²⁺	0,294	99,67	ND
	Cu ²⁺	2,028	37,21	ND
	Cl	12660	61,23	ND
	SO ₄ ²⁻	2348	80,6	ND

Chapitre III

Etude comparative

Les résultats obtenus comme le montre la figure III.9 Confirment que les deux matériaux peuvent immobilisés les métaux lourds contenus dans le déchet sous une lixiviation dynamique.

Le Tableau III.3 montrent que les quantités de métaux lourds retenues par le matériau M (0.4) sont supérieures à celles retenues par le matériau M (0.6). Ceci est due à la grande porosité du matériau formulé avec un rapport E/C=0.6.

Le tableau III.4 montre que le taux du plomb dans le lixiviat est d'environ 5.46 mg/kg soit environ 99% de réduction.

De manière générale, il est reconnu que le plomb se prête bien au traitement par S/S au ciment.

Conclusion

Les résultats obtenus pour le test TCLP sur matériaux Stabilisés/solidifiés montrent l'efficacité du procédé de Stabilisation/Solidification par la réduction du potentiel toxique et polluant du déchet.

L'analyse par DRX et MEB montre la présence des métaux lourds à l'intérieur de la structure des matériaux Stabilisée/Solidifiés.

Reference

- [70] : BENYOUB Assia. BERKOUKI Amel « Impact de la Stabilisation/Solidification sur la cinétique de relargage des métaux lourds dans les matériaux poreux » Université A. MIRA – BEJAIA 2013.
- [71]: CHAABANE Loubna « Caractérisation de la mobilisation potentielle des polluants inorganiques dans les matrices cimentaires » Université A.MIRA-BEJAIA 2019.
- [72]: BELLACHE dihia « Stabilisation/Solidification et valorisation des déchets ultimes organiques et inorganiques, application aux résidus pétroliers de fond de bacs » Université A.MIRA-BEJAIA 2019.
- [73]: BELAKHIDER Amel BENHIDJEB Celia «Caractérisation et Solidification/stabilisation par des résidus pétroliers par liant hydraulique » Université A. MIRA – BEJAIA 2016.
- [74]: LACHI A/HALIM « Caractérisation physico-chimique des déchets industriels stabilisés/solidifiés par des liants hydrauliques-pats à ciment » Université A. MIRA – BEJAIA 2012.

Conclusion

Notre travail s'illustre dans le cadre de l'application du procédé de stabilisation/solidification du traitement de déchet, tout en utilisant le ciment comme liants hydraulique, ainsi que de suivre la cinétique de relargage des espèces chimiques de caractère polluantes présentes dans la matrice cimentaire dans les différents tests de lixiviation.

L'étude expérimentale adaptée a été divisée en plusieurs parties : une première partie a été consacrée à la caractérisation des matériaux d'étude, une seconde partie a été dédiée à la détermination des propriétés physiques et mécaniques des formulations adoptées (mortiers et pâtes de ciment), une troisième partie est consacrée à l'étude du comportement à la lixiviation de ces formulations sous différents milieux (milieu pur et milieu sulfaté).

Les analyses par DRX, MEB ont permis l'identification des phases les plus importantes présentes dans nos échantillons stabilisés tel que la Portlandite, C-S-H qui peuvent être plus au moins dans la lixiviation.

Les quantités de métaux lourds retenues par le matériau M (0.4) sont supérieures à celles retenues par le matériau M (0.6). Ceci est due à la grande porosité du matériau formulé avec un rapport E/C=0.6

Le taux du plomb dans le lixiviat est d'environ 5.46 mg/kg soit environ 99% de réduction. De manière générale, il est reconnu que le plomb se prête bien au traitement par S/S au ciment.

Les résultats obtenus pour le test TCLP sur matériaux stabilisés/solidifiés montrent l'efficacité du procédé de stabilisation /solidification par la réduction du potentiel toxique et polluant du déchet



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Abderrahmane MIRA BEJAIA Faculté de
Technologie Département de Génie des Procédés
Spécialité Génie chimique

Thème : Etude de la spéciation chimique du plomb avec les phases d'hydratation formées dans des matrices cimentaires.

Résumé

La première partie de notre étude porte un regard bibliographique sur le sujet. Elle aborde les aspects réglementaires concernant les déchets ultimes ainsi que leurs classifications et leur impact sur l'environnement puis on développe le principe du procédé de stabilisation/solidification pour finir par les principales méthodes et tests abordé lors de l'évaluation environnementale du la matrice cimentaire contenant de déchet.

Une étude de la littérature des résultats expérimentaux de recherches scientifiques effectuées dans le cadre de la s/s des déchets par liants hydrauliques nous a permis de comprendre le procédé en question. Les analyses principales effectuées dans cette étude telles que la DRX, IR, MEB, ATG ont montrées les principales phases cristallisées et les fonctions chimiques du matériau et le TCLP pour évaluer le taux de relargage.

Mots clés: stabilisations/solidifications, métaux lourd, déchets ultime, liant hydraulique

Présenté

M^{elle} BENABDESSLAM Fahima

M^{elle} DJAOUD Hanane

Encadreur

M^r HADDAD Said