

Mémoire

Présenté par

Mr DJENNADI Rachedine

Pour l'obtention du diplôme de Magister

Filière : Génie Civil

Option : Matériaux et Structures

Thème

Influence de la composition des déchets métallifère,
minier et industriel stabilisés par liants hydrauliques et
soumis à des tests de lixiviation sur la dégradation
chimico-mécanique des matrices cimentaires

Soutenu le : 17/12/2015

Devant le Jury composé de :

Mr MAZA	Mustapha	Professeur	Univ. de Bejaia	Président
Mr MOUSSACEB	Karim	M.C.A	Univ. de Bejaia	Rapporteur
Mr TAHAKOURT	Abdelkader	Professeur	Univ. de Bejaia	Examineur
Mr CHELOUAH	Nasser	M.C.A	Univ. de Bejaia	Examineur
Mr BELEBCHOUCHE	Chérif	M.C. B	Univ. de Constantine	Invité

Année Universitaire : 2014/2015

REMERCIEMENTS

En premier lieu, je remercie DIEU clément et miséricordieux tout puissant qui m'a donné tant de force, de courage, de patience et de santé pour mener à terme ce mémoire.

Je veux exprimer ma reconnaissance à mon encadreur Dr Karim MOUSSACEB qui m'a guidé et orienté durant l'élaboration de ce mémoire et aussi pour sa patience.

J'adresse de chaleureux remerciements à tous mes amis qui ont contribué de près ou de loin à l'achèvement de mon travail.

Je tiens à remercier chaleureusement les membres de jurys pour avoir accepté de juger mon travail.

Je tien également à remercier Mr Belebchouche Chérif pour son aide, son soutien, ses conseils et ses encouragements.

J'exprime ma reconnaissance envers ma famille (mon père, mes frères et mes sœurs) pour leurs soutiens et leurs encouragements.

Je remercie ma femme pour ses encouragements et son soutien moral durant l'élaboration de ce mémoire.

Dédicaces

Avec une main chaude sur le cœur que je dédie se modeste travail à :

- ✚ La mémoire de ma chère mère qui voulait me voir réussir dans mes études ;*
- ✚ A mon cher père qui m'a beaucoup soutenu et encouragé à aller de l'avant ;*
- ✚ A ma sœur Lydia ;*
- ✚ A ma sœur Mélissa et son mari Mohand Taiab ;*
- ✚ A ma femme Nawel et mon petit ange Aylane ;*
- ✚ A mon frère Naguib et sa femme Salima et sans oublier Massyle et Zahia ;*
- ✚ A mon frère Amirouche et sa femme Assia;*
- ✚ A mes beaux parents ;*
- ✚ A toutes mes tantes ;*
- ✚ A toute la famille Djennadi ;*
- ✚ A mon directeur de thèse Docteur Karim MOUSSACEB ;*
- ✚ A toute la promo de génie civil 2014/2015(magister) ;*
- ✚ A mes chers amis :*
Razik, Nacer, Ramtane, Kamel, Fouad, Didine, Abdelkader, Chérif, Fawzi, Rachid,
Medjahad, Bendahmane, Loucif.

DJENNADI RACHEDINE (HAMZA).

Résumé

La problématique de dégradation des matériaux cimentaires stabilisés/solidifiés des polluants dangereux par une attaque d'actualité dans le domaine du stockage des déchets ultimes, puisque les eaux souterraines sont susceptibles d'être en contact avec ces matériaux et engendrent la lixiviation des espèces toxiques vers l'environnement. Ce mémoire participe à l'étude d'une part, des mécanismes de dégradation sous l'effet des eaux pures et celles sulfatées, acide et basique et d'autre part, de la possibilité de confinement des polluants inorganiques au sein de matériaux cimentaires.

La campagne expérimentale réalisée dans cette étude a eu pour but de mettre en évidence les paramètres contrôlant le relargage des espèces chimiques polluantes lors d'une attaque externe, de suivre l'impact de l'ajout du déchet et l'effet des agressions extérieures sur les propriétés et le comportement des matériaux cimentaires à long terme dans le contexte du stockage de déchets ultimes.

Des tests de lixiviation en eau pure et en milieu sulfaté, acide et basique sur des mortiers et des bétons (à base de ciment CEMII, E/C = 0,5) contenant du déchet, ont été menés en parallèle afin de pouvoir comparer leurs effets respectifs. L'analyse du lixiviat a permis de suivre l'évolution du relargage des espèces polluantes dans différents milieux d'études. Les résultats obtenus ont montré l'efficacité du confinement des déchets dans les matrices cimentaires.

Mots clés : ciment CEMII ; stabilisation/solidification ; relargage ; lixiviation ; environnement ; béton.

Abstract

The cementitious materials stabilized/solidified degradation problems containing hazardous pollutants by an external attack is still relevant in the field of final waste disposal, since groundwater is likely to be in contact with these materials and cause leaching of toxic species to environment. This thesis contributes to the study, on the one hand, the degradation mechanisms under the effect of pure water and those sulfated, acidified and based and secondly, the possibility of confinement of inorganic contaminants within the structure of cementitious materials.

The experimental research carried out in this study had the objective to highlight the parameters controlling the release of polluting chemical species in an external attack, to monitor the impact of the addition of the waste and the effect of external aggression on the properties and the behavior of long-term cementitious materials in the context of hazardous wastes storage.

Leaching tests in pure water and in sulfated medium, acidified and based), on mortars and concrete (cement based CEMII, W/C = 0.5) containing different waste contents, have been carried out in parallel, in order to compare the results. The analysis of the leachate has allowed following the changes in the release of polluting species in different mediums. The results have shown the efficiency of waste confinement within cementitious matrices.

Keywords: cement CEM II ; stabilization/solidification ; release ; leaching ; environment; concrete.

ملخص

مشكلة تدهور المواد الأسمنتية المستقرة / المصلبة التي تحتوي على الملوثات الخطرة عن طريق هجوم خارجي لا تزال حديث الساعة في مجال النهائى من النفايات الخطيرة، لأن المياه الجوفية من المرجح أن تكون على اتصال مع هذه المواد وتسبب الرشح من الأنواع السامة ل البيئة. وتساهم هذه الأطروحة إلى دراسة منفصلة، وآليات تدهور تحت تأثير المياه النقية وتلك المكبرت الحمض والقاعدة من جهة أخرى، وإمكانية الحبس من الملوثات غير العضوية في المواد الأسمنتية.

كانت الحملة التجريبية لهذه الدراسة بهدف تسليط الضوء على العوامل المسيطرة على الإفراج عن الملوثات الكيميائية في الهجوم الخارجي، رصد تأثير إضافة إلى النفايات وتأثير العوامل الخارجية على خصائص وسلوك المواد الأسمنتية على المدى الطويل في سياق تخزين النفايات النهائية.

اختبار الرشح في الماء النقي والمتوسطة مكبرت، الحمضية والأساسية على الملاط والخرسانة (مركبة من CEMII أسمنتي، الماء/الاسمنت=0.5) التي تحتوي على محتويات النفايات المختلفة، وأجريت بالتوازي ل مقارنة آثار كل منهما. وقد تعقب تحليل الراشح من قبل جهاز مطيافية الامتصاص الدري سمح بمتابعة تطور الإفراج عن لأنواع الملوثات في بيئات تعليمية مختلفة. أظهرت النتائج كفاءة احتواء النفايات في المصفوفات الأسمنتية.

كلمات المفتاحية: الاسمنت CEMII. الاستقرار / التصلب؛ الإفراج. الرشح. البيئة. الخرسانة.

Table des matières

Remerciement	i
Dédicace	ii
Résumé	iii
Abstarct	iv
ملخص	v
Table des matières	01
Liste des abréviations	05
Liste des figures	06
Liste des tableaux	09
INTRODUCTION GENERALE	10
CHAPITRE I	
Reuves bibliographiques	
I.INTRODUCTION	12
I.1. LES CIMENTS	12
I.1.1. Définition	12
I.1.2. Constituants du ciment.....	12
I.1.2.1. Constituants principaux.....	13
I.1.2.1.1. Clinker Portland	13
I.1.2.1.2. Laitier granulé de haut fourneau.....	13
I.1.2.1.3. Cendres volantes	13
I.1.2.1.4. Pouzzolanes naturelles.....	14
I.1.2.1.5. Schistes calcinés	14
I.1.2.1.6. Calcaires.....	14
I.1.2.1.7. Fumée de silice	14
I.1.2.1.8. Sulfate de calcium (gypse).....	15
I.1.2.2. Constituants secondaires.....	15
I.1.2.3. Additifs.....	15
I.2. ETAPES DE FABRICATION DES CIMENTS	15
I.2.1. Extraction des matières premières.....	16
I.2.2. Concassage des matières premières.....	16
I.2.3. Préparation du cru	16

I.2.3.1. Pré-homogénéisation.....	17
I.2.3.2. Broyage – séchage.....	17
I.2.3.3. Séparation.....	17
I.2.3.4. Homogénéisation.....	17
I.2.4. Fabrication du clinker.....	17
I.2.4.1. Refroidissement.....	17
I.3. LES CIMENTS COURANTS.....	18
I.4. LES DECHETS.....	18
I.4.1. Classification des déchets.....	19
I.4.1.1. Déchets urbains.....	19
I.4.1.2. Déchets hospitaliers.....	20
I.4.1.3. Déchets industriels.....	20
I.4.1.3.1. Déchets industriels inertes.....	21
I.4.1.3.2. Déchets industriels banals.....	21
I.4.1.3.3. Déchets industriels spéciaux.....	21
I.4.2. Stabilisation/Solidification à base de liants hydrauliques.....	22
I.4.3. Mécanismes de rétention des polluants au sein de la matrice cimentaire....	23
I.4.4. Comportement des polluants toxiques dans les matrices cimentaires.....	24
I.5. LIXIVIATION DU BETON	25
I.5.1. Milieux agressifs.....	25
I.5.2. Mécanismes de dégradation du béton.....	26
I.5.2.1. Action des Eaux Douces.....	26
I.5.2.2. Action des chlorures.....	27
I.5.2.3. Action des sulfates.....	27
I.5.2.3.1. Action du sulfate de sodium.....	28
I.5.2.3.1.1. Formation du gypse secondaire.....	28
I.5.2.3.1.2. Formation de l'étringite secondaire.....	28
I.5.2.3.2. Action du sulfate de magnésium.....	28
I.5.2.4. Action du dioxyde de carbone.....	29
I.5.2.5. Action du nitrate d'ammonium.....	30
I.6. Conclusion.....	30

CHAPITRE II

Matériaux et protocoles expérimentaux

II. INTRODUCTION	31
II.2.CARACTERISATION DES MATERIAUX UTILISES ET FORMULATIONS	
31	
II.2.1. Ciment.....	31
II.2.2. Eau.....	31
II.2.3. Mortier	31
II.2.3.1. Formulation des mortiers.....	32
II.2.4. Béton.....	34
II.2.4.1. Analyse granulométrique par tamisage.....	34
II.2.4.3. Traçage de la courbe granulométrique.....	35
II.2.5. Formulation et mise en œuvre des bétons.....	35
II.2.5.1. Méthode de formulation de béton	35
II.2.5.2. Traçage de la courbe de référence	36
II.2.5.3 : Formulation du béton ordinaire.....	37
II.2.5.4. Formulation du béton contaminé par le déchet ultime de l'unité BCR.....	38
II.2.6.Confection et cure des éprouvettes.....	
38	
II.2.7.Composition des bétons.....	
38	
II.2.7.1.Préparation des moules.....	
39	
II.2.7.2.Malaxage et réalisation du béton.....	
39	
II.2.7.3.Mesure de l'affaissement.....	
39	
II.2.7.4.Coulage du béton.....	
40	
II.2.7.5.Démoulage et cure.....	
40	
II.3. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	41
II.3.1. Propriétés des matériaux à l'état frais et à l'état durci.....	41

II.3.1.1. Détermination des propriétés physiques (l'humidité et masse volumique)..	41
III.3.1.2. Détermination du temps de début et de fin de prise des matériaux stabilisés / solidifiés.....	41
II.3.1.3. Détermination des résistances mécaniques des matériaux stabilisés /solidifiés.....	42
II.3.1.4. Détermination du retrait et du gonflement.....	42
II.3.1.5. Préparation mécanique des matériaux bruts et S/S.....	43
II.3.1.6. Analyse des matériaux par Diffraction des Rayons X (DRX)	43
II.3.1.6. Analyse Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	44
II.3.1.7. Analyse thermogravimétrique ATG.....	46
II.4. TESTS DE LIXIVIATION	47
III.4.1. Test de Lixiviation sur Monolithe (TLM).....	47
II.5.CONCLUSION	48

CHAPITRE III

Résultat et discussion

III.1. CARACTERISATION DU DECHET DE L'UNITE BCR	49
III.1.1. Analyses thermogravimétrique et différentielle (ATG6ATD).....	51
III.1.2. Analyse Infrarouge (IR).....	52
III.2. CARACTERISATION DES MATERIAUX SOLIDIFIES/STABILISES ...53	
III.2.1 Temps de prise des mortiers de ciment.....	53
III.2.2 Influence de l'ajout du déchet sur le retrait total et le retrait endogène des matériaux stabilisés / solidifiés.....	54
III.2.2 Influence de l'ajout du déchet sur le gonflement des matériaux stabilisés / solidifiés.....	56
III.2.4. Etude de relargage des espèces polluantes (Ni ²⁺ , Pb ²⁺ et Cr ³⁺) lors du test gonflement.....	57
III.2.5. Résistance mécanique des matériaux stabilisés/solidifiés	58
III.2.6. Influence de l'ajout du déchet sur la quantité des hydrates formés lors l'hydratation du ciment	60
III.2.7 Comportement des matériaux solidifiés/stabilisés aux conditions d'expositions – test de lixiviation sur monolithe TLM.....	63

III.2.7.1. Evaluation de la dégradation en termes des résistances mécaniques après lixiviation.....	68
III.3. CONCLUSION.....	69
CONCLUSION GENERALE	71
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	73

Liste des abréviations

ATG	Analyse thermogravimétrie
BCR	Boulonnerie, coutellerie, robinetterie et évier
DRX	Diffraction par rayons X
E/C	Rapport de l'eau / ciment
IRTF	Infra- rouge à transformée de fourrier
S/S	Stabilisation/solidification
TLM	Test de lixiviation sur monolithe
D/C	Rapport déchet /ciment
FBC	Formulation béton contaminé
FBO	Formulation béton ordinaire
Vb	Volume de béton.
Vs	Volume de sable.
Vgr	Volume de granulat 8/15mm.
Vg	Volume de granulat 15/25.
Ve	Volume d'eau.
Vc	Volume du ciment.
M	La Masse de matériau
d	La densité du matériau
V	Le volume du matériau
Ms	La masse du sable
Mgr	La masse du gravier 8/15
Mg	La masse du gravier 15/25
ds	La densité du sable
dgr	La densité du gravier 8/15
dg	La densité du gravier 15/25
Vs	Volume du sable
Vgr	Volume du gravier 8/15
Vg	Volume du gravier 15/25

Liste des figures

Figure I.1 Processus de fabrication de ciment par voie sèche.....	16
Figure I.2 .Déchets domestique.....	19
Figure I.3 Déchets hospitaliers.....	20
Figure I.4 Déchets industriels.....	20
Figure I.5Déchets industriels Spéciaux	21
Figure I.6 Dégradation du béton par réaction chimique.....	26
Figure I.7 Formation de l'étringite secondaire	28
Figure II. 1 Mode de confection de mortier témoin	32
Figure II. 2. Malaxeur de laboratoire pour mortier	32
Figure II. 3 Mode de confection de mortier avec ajout de déchet.....	33
Figure II. 4: Eprouvettes 4*4*16 cm ³ confectionnées de type mortier.....	33
Figure II. 5. Tracé des courbes granulométriques.....	35
Figure II. 6 Détermination des pourcentages de granulats à partir des courbes granulométriques et la courbe de référence.	36
Figure II. 7: Eprouvettes cylindrique et prismatique en béton.....	39
Figure II. 8. Illustration d'affaissement du béton par le cône d'Abrams.	40
Figure II. 9. Forme cylindrique d'éprouvettes en béton confectionnées.....	40
Figure II. 10. Appareil de Vicat.	42
Figure II. 11. Presse pour mortier	42
Figure II. 12. Presse pour béton	42
Figure II. 13. Rétractomètre à mortier.....	43

Figure II. 14. Rétractomètre à béton.....	43
Figure II. 15. Appareillage pour analyse des matériaux par Diffraction des Rayons X	44
Figure II. 16. Schéma d'un diffractomètre expliquant le principe d'analyse par l'infrarouge.	45
Figure II. 17 Schema de base d'appareil d'ATG	46
Figure II. 18. Procédé du test de lixiviation sur bloc monolithique	47
Figure III. 1. Déchet de l'unité BCR présenté sous forme de poudre après broyage.....	49
Figure III.1. Spectre DRX du déchet brut.....	50
Figure III. 3. Analyses thermogravimétrique et différentielle du déchet de l'unité BCR.....	51
Figure III. 4. Spectre infrarouge du déchet réel de l'unité BCR.	52
Figure III. 5. Effet du déchet réel sur le temps de prise des mortiers à ciment.....	54
Figure III. 6. Influence de l'ajout du déchet sur le retrait total et endogene des mortiers(00% et 25%)	55
Figure III. 7. Influence de l'ajout du déchet sur le retrait total et endogène des bétons (00% et 25%)	55
Figure III. 8. Influence de l'ajout du déchet sur le gonflement des bétons et des mortiers.	56
Figure III. 9. Evolution des quantités relarguées du Ni ²⁺ et Pb ²⁺ en fonction du temps lors du test de gonflement.....	57
Figure III. 10 Evolution des quantités relarguées du Cr ³⁺ en fonction du temps lors du test de gonflement.	57
Figure III. 11 Résistance à la compression des mortiers.....	58
Figure III. 12 Résistance à la compression des bétons.....	59
Figure III. 13. ATG-DTG de la formulation béton B (00%).....	60
Figure III. 14. ATG-DTG de la formulation béton B (25%).....	60

Figure III. 15. ATG-DTG de la formulation mortier M (00%).....	61
Figure III. 16. ATG-DTG de la formulation mortier M (25%).....	61
Figure III. 17. Evolution de flux de relargage du Cr^{3+} en fonction du temps moyen T_i pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation M (25%).....	63
Figure III. 18. Evolution de flux de relargage du Pb^{2+} en fonction du temps moyen T_i pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation M (25%).....	63
Figure III. 19 Evolution de flux de relargage du Ni^{2+} en fonction du temps moyen T_i pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation M (25%).....	64
Figure III. 20 Evolution de flux de relargage du Cr^{3+} en fonction du temps moyen T_i pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation B (25%).....	64
Figure III. 21. Evolution de flux de relargage du Pb^{2+} en fonction du temps moyen T_i pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation B (25%).....	65
Figure III. 22 Evolution de flux de relargage du Ni^{2+} en fonction du temps moyen T_i pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation B (25%).....	65
Figure III. 23. Dégradation des blocs monolithes dans le milieu sulfaté.	66
Figure III. 24 Résistance en compression du mortier après TLM.....	68
Figure III. 25. Résistance en compression du béton après TLM.....	68

Liste des tableaux

Tableau I. 1 Différents types de ciments selon la norme NF EN 197-1	18
Tableau I. 2 Valeurs limites des critères d'admission des déchets dans un centre de stockage de déchets ultimes dangereux après Stabilisation/Solidification	23
Tableau I. 3 Classes d'agressivité	26
Tableau II.1 Composition chimique et propriétés du ciment CMII 42.5.....	31
Tableau II. 2 Granulométrie du sable normalisé.....	32
Tableau II. 3 Formulation des mortiers	33
Tableau II. 4 Analyse granulométrique du sable 0/4 mm	34
Tableau II. 5 Analyse granulométrique du granulat 8/15mm	34
Tableau II. 6 Analyse granulométrique du granulat 15/25mm	35
Tableau II. 7 Pourcentage des composants de béton pour un mètre cube de volume.....	37
Tableau II. 8 Volume de chaque composant du béton.....	37
Tableau II. 9 poids des composants du béton pour un mètre cube de volume.....	38
Tableau II. 10 Quantités utilisées dans la formulation du béton avec ajout du déchet BCR.....	38
Tableau II. 11 composition des bétons	39
Tableau III. 1 Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité BCR obtenue par l'eau régale.....	49
Tableau III. 2 Bandes identifiées par IR du déchet brut réel	53
Tableau III. 3 Teneurs en portlandite et en hydrates formées lors les réactions d'hydratation.	62
Tableau III. 4 Taux des métaux lourds lixiviés pendant 64 jours des matériaux dans les différents milieux d'études.....	67

Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

Aujourd'hui l'humanité est appelée à gérer les déchets qu'elle produit, que ce soit industriel, métallifère ou minier qui nuisent à l'environnement dans lequel nous vivons. La gestion de ces déchets est très complexe et difficile d'où la nécessité de chercher de nouvelles stratégies pour exploiter et valoriser ces déchets.

Le domaine du bâtiment offre et propose d'importantes alternatives dans la réutilisation des déchets ultime. Avant cela, le génie civil est appelé à réaliser éventuellement des études de durabilité sur les matériaux dans lesquels on injecte ces déchets; les mortiers et les bétons sont deux matériaux de grand potentiel à retenir des ajouts tels que les déchets industriels.

Le procédé de Stabilisation/Solidification par liants hydrauliques est de faible coût et engendre des résistances mécaniques relativement élevées du matériau durci, justifiant le fait qu'il soit actuellement le plus utilisé parmi les différents procédés de stabilisation existants. Toutefois, si le métier de construire a une grande importance pour l'homme, la durabilité des ouvrages constitue l'une de ces préoccupations indispensables dans la conception, la réalisation ou l'entretien des ouvrages de génie civil car les ouvrages en béton sont conçus et construits pour durer.

La durabilité est une propriété du béton qui détermine la durée de service des structures en béton de manière significative. En raison de l'intervention du béton avec des influences externes, les propriétés mécaniques et physiques du béton peuvent être menacées. Parmi les facteurs menaçants, on trouve les produits chimiques tels que les acides, bases et les sulfates qui sont nuisibles pour les bétons et les mortiers.

Habituellement la capacité d'un béton à résister à la dégradation est mesurée par sa résistance à la compression. Bien que la résistance soit une propriété liée étroitement à la structure poreuse, à la perméabilité et la diffusivité et par conséquent à la durabilité. Ces deux grandeurs physiques permettent de caractériser la capacité des bétons à résister à l'intrusion des agents agressifs. L'attaque chimique constitue un facteur de menace pour les structures en béton puisqu'elle rentre en réaction avec la matrice cimentaire. Bien que, le ciment Portland ordinaire est le plus couramment utilisé dans la construction d'infrastructures, sa résistance aux attaques chimiques, tels que les sulfates est un sujet préoccupant de nos jours.

Dans ce travail de recherche, nous étudions la possibilité de confinement des déchets ultimes, de l'unité de coutellerie B.C.R. de l'industrie Algérienne, par le procédé de stabilisation/solidification par les liants hydrauliques (ciment Portland). Notre objectif est de comprendre le comportement des déchets stabilisés/solidifiés soumis à des milieux chimiquement agressifs afin de prédire la pérennité du confinement des déchets.

Pour bien cerner cette thématique, ce mémoire est divisé en trois chapitres illustré comme suit :

Le chapitre I on traitera une recherche bibliographique sur les ciments en général, les phénomènes de dégradation des matériaux cimentaires (lixiviation) dans différents milieux agressifs.

Le chapitre II sera consacré à la caractérisation des matériaux utilisés, aux différentes formulations à exécuter et à la présentation des différents principes des protocoles expérimentaux nécessaires pour cette étude.

Dans le chapitre III, nous présenterons les différents résultats obtenus lors des essais menés sur le déchet et les matériaux stabilisés/solidifiés ainsi que leurs interprétations.

On terminera, cette étude, par une conclusion générale dans laquelle on évoquera les résultats obtenus et les perspectives nouvelles.

Chapitre I

Revue bibliographique

CHAPITRE I.

REVUES BIBLIOGRAPHIQUES

I. INTRODUCTION

Les matériaux cimentaires sont les matériaux les plus utilisés au monde. Ce sont essentiellement eux qui façonnent notre environnement : Voies de circulation, ouvrages d'art et d'assainissement, bâtiments de toute nature, édifices historiques, rien n'échappe à leur omniprésence.

Le ciment est un composant essentiel des matériaux cimentaires comme le béton. Il assure une fonction mécanique, car il lie le squelette granulaire, mais il est aussi en grande partie responsable de la tenue à long terme du matériau béton. La conception d'un béton est extrêmement liée à l'environnement dans lequel sera exposé durant sa durée de vie (attaque chimique).

Le confinement des polluants inorganiques par le procédé de stabilisation / Solidification à base de liants hydrauliques ainsi que les mécanismes de piégeage des polluants toxiques et leurs interactions avec les phases de ciment hydraté a été l'objet de beaucoup de travaux de recherche [1].

I.1. LES CEMENTS

I.1.1. Définition

Le ciment est un liant hydraulique capable de faire prise avec la présence de l'eau. Il se présente sous forme d'une poudre très fine qui est mélangée avec de l'eau, forme une pâte faisant prise et durcissant progressivement dans le temps. Ce durcissement est dû à l'hydratation de certains composés minéraux, notamment des silicates et des aluminates de calcium. [2]

I.1.2. Constituants du ciment

Les ciments courants ont pour constituant principal le clinker, auquel il peut être ajouté d'autres matériaux (calcaire, laitier de haut fourneau, les cendre volantes, ... etc.) dont le but est de modifier certaines de leurs propriétés et de proposer une gamme de produits capables de résoudre les différents problèmes qui se posent lors de la réalisation de certains ouvrages, soit en raison des conditions environnementales, soit pour des raisons de performances mécaniques. On distingue des constituants principaux, secondaires et additifs [2] :

I.1.2.1. Constituants principaux

I.1.2.1.1. Clinker Portland [2]:

Le clinker, obtenu à la sortie des fours à la suite de la cuisson des matières premières constituées principalement de calcaire, d'argile, de minerai de fer et de matières de correction, est un matériau hydraulique se présentant sous la forme de petits nodules très durs composés essentiellement des quatre phases cristallines à savoir :

- Le silicate tricalcique : $3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (C_3S) avec un pourcentage de 50 à 70 %.
- Le silicate bicalcique : $2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ (C_2S) avec un pourcentage de 15 à 30 % .
- L'aluminate tricalcique : $3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ (C_3A) avec un pourcentage de 5 à 10 %

➤ L'aluminoferrite tetracalcique : $4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ (C_4AF) avec un pourcentage de 5 à 15 %.

Le clinker comporte également :

- De la chaux libre dont le pourcentage ne doit pas excéder 2% dans le clinker pour ne pas provoquer une expansion en présence d'eau ;
- De l'oxyde de magnésium MgO , encore appelé périclase, qui, non combiné (qui n'a pas la forme suivante : MgCO_3 , MgCl_2 , $\text{Mg}(\text{OH})_2$), peut être à l'origine d'une expansion par réaction avec l'eau.

I.1.2.1.2. Laitier granulé de haut fourneau

Le laitier se produit de la fabrication de la fonte brusquement refroidi par aspersion d'eau, est un matériau hydraulique lorsqu'il est activé. Il se présente sous forme de nodules dont la composition chimique comporte de l'oxyde de calcium dans des proportions de l'ordre de 40 à 50 %, de la silice entre 25 et 35 %, de l'alumine entre 12 et 30 % ainsi que de la magnésie et d'autres oxydes (Fe_2O_3 , P_2O_5 , MnO , TiO_2) en très faibles quantités. Tous ces éléments sont pratiquement les mêmes que ceux du clinker. Le laitier retient moins bien l'eau de gâchage que le ciment Portland et appréhendé donc davantage la dessiccation. Par contre, il résiste mieux à l'action destructrice des sulfates, à la dissolution de la chaux par les eaux pures ainsi qu'à celles contenant du gaz carbonique.

I.1.2.1.3. Cendres volantes

Les cendres volantes sont des produits pulvérulents de grande finesse, proviennent du dépoussiérage des gaz des chaudières des centrales thermiques et peuvent être:

- Siliceuses, elles présentent des propriétés pouzzolaniques, c'est-à-dire,

qu'elles sont capables de fixer la chaux à température ambiante, faisant prise et durcissant par hydratation.

➤ Calciques, outre leurs propriétés pouzzolaniques, elles peuvent présenter des propriétés hydrauliques.

Les cendres volantes siliceuses sont constituées de silice réactive, entre 40 et 55%, proportion qui ne doit jamais être inférieure à 25%, d'alumine entre 20 et 30 % environ, et de chaux réactive dont la proportion doit être inférieure à 5 %. Les cendres calciques, moins souvent utilisées, doivent contenir, quant à elles, une proportion de chaux réactive supérieure à 5 %.

I.1.2.1.4. Pouzzolanes naturelles

Les pouzzolanes naturelles sont des produits généralement d'origine volcanique, ou des roches sédimentaires, présentant des propriétés pouzzolaniques. Elles sont essentiellement composées de la silice réactive (dans des proportions supérieures à 25%), d'alumine et d'oxyde de fer. Cependant, lorsqu'ils sont finement broyés, ils réagissent à température ambiante, en présence d'eau, avec l'hydroxyde de calcium dissous pour former des composés de silicates de calcium et d'aluminates de calcium générateurs de résistance.

I.1.2.1.5. Schistes calcinés

Ces produits, obtenus à des températures de l'ordre de 800°C, contiennent des phases du clinker (silicate bicalcique et aluminate monocalcique) ainsi que des oxydes réagissant de façon pouzzolanique (SiO_2) et présentent, outre leurs propriétés pouzzolaniques, des propriétés hydrauliques lorsqu'ils sont finement broyés.

I.1.2.1.6. Calcaires

Les calcaires sont utilisés comme un ajout principal dans la fabrication du ciment lorsqu'ils sont ajoutés au clinker avec un pourcentage de plus de 5% de la masse totale du clinker. Les calcaires utilisés dans la fabrication du ciment doivent, présenter une proportion de carbonate de calcium CaCO_3 supérieure à 75% en masse et une teneur en matières organiques (TOC) inférieure à 0.5%.

I.1.2.1.7. Fumée de silice

Les fumées de silice, constituées de particules environ 100 fois plus petites que les grains de ciment avec un diamètre moyen de l'ordre de 1/10 de micron, présentent des propriétés pouzzolaniques en raison de leur forte teneur en silice amorphe. En outre, en raison de leur finesse, elles complètent la granulométrie des ciments. Ces deux effets

entraînent à la fois une forte augmentation de la compacité et une amélioration des résistances mécaniques du fait de la réaction pouzzolanique des fumées de silice.

Elles doivent contenir au moins 85% de silice réactive, la réaction pouzzolanique s'avérant plus élevée que celles des pouzzolanes naturelles ou des cendres volantes.

I.1.2.1.8. Sulfate de calcium (gypse)

Le sulfate de calcium a pour effet de réguler la prise du ciment. Le sulfate de calcium qui peut être du gypse, de l'anhydrite ou de l'hémihydrate, doit être ajouté en faible quantité, c'est-à-dire, de l'ordre de 3 à 5 % maximum.

I.1.2.2. Constituants secondaires

Les constituants secondaires peuvent être:

➤ Soit l'un des constituants définis précédemment s'ils sont en proportion inférieure à 5%, exception faite du clinker .

➤ Soit des fillers (F), leur nature exacte et leur proportion devant d'ailleurs être précisées par le fabricant dès que cette proportion dépasse 3 %.

Lorsque le constituant secondaire est un filler, il s'agit de poudres minérales très fines, généralement inertes mais pouvant parfois présenter des propriétés légèrement hydrauliques ou pouzzolaniques, Ces poudres peuvent améliorer la maniabilité du ciment, ce qui conduit à une augmentation de la maniabilité du béton. De plus, ces constituants ne doivent pas accroître sensiblement la demande en eau du ciment, ni diminuer la résistance du béton ou du mortier à la détérioration et la protection des armatures contre la corrosion.

I.1.2.3. Additifs

Les additifs ne doivent présenter aucune action nocive sur les propriétés des ciments mais ils peuvent, suivant les cas, modifier certaines de leurs caractéristiques.

Il peut s'agir d'agents de mouture, fréquemment employés, qui sont des sels organiques solubles utilisés à des doses extrêmement faibles. Ils agissent comme défloculants, empêchant ainsi les phénomènes de réagglomération des grains en cours de broyage.

Il peut s'agir également de sels solubles, tels certains adjuvants pour mortiers, bétons ou coulis qui, dans ce cas, agissent sur une caractéristique précise mais dont la présence dans le ciment doit être obligatoirement indiquée en vue d'éviter d'éventuelles incompatibilités avec d'autres produits.

La proportion d'additifs doit toujours rester très faible, le pourcentage admis ne doit pas dépasser 0,5% de la masse totale du mélange.

I.2. ETAPES DE FABRICATION DES CIMENTS

Il est nécessaire de connaître les principes généraux et les différentes phases du processus de fabrication.

Les matières premières utilisées dans la fabrication du clinker sont le calcaire et l'argile dans des proportions d'ordre de 80 et 20 % respectivement. Le calcaire (CaCO_3) apporte le calcium CaO , l'argile apporte la silice SiO_2 , l'alumine Al_2O_3 , et l'oxyde ferrique Fe_2O_3 , nécessaires au processus de formation du clinker.

La fabrication du ciment comporte les étapes suivantes illustrées dans la figure I.1 :

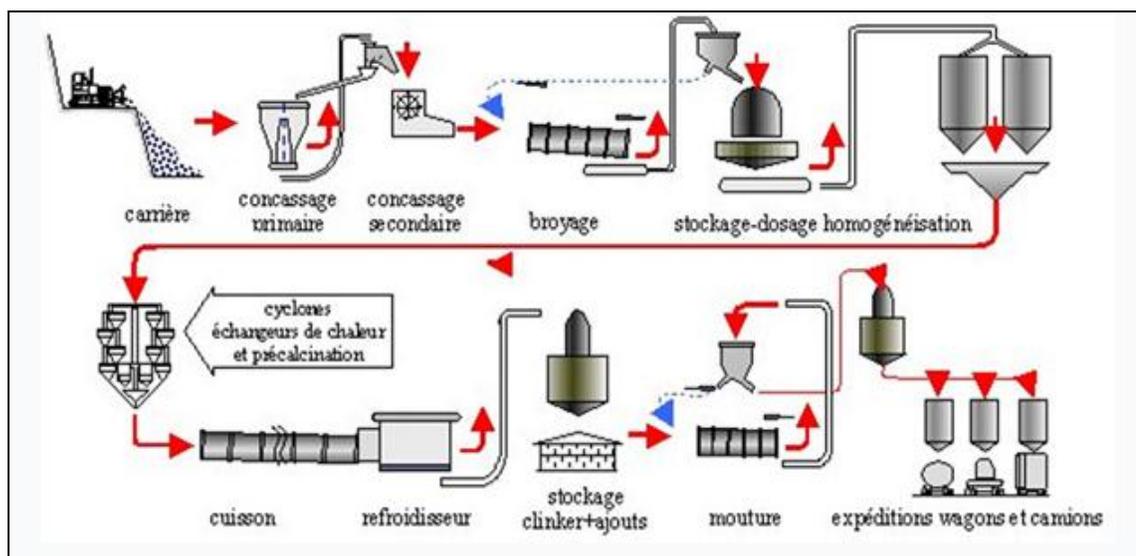


Figure I.1. Processus de fabrication de ciment par voie sèche.

I.2.1. Extraction des matières premières

L'extraction consiste en général pour le calcaire, à abattre la roche à l'explosif, dans des carrières généralement à ciel ouvert, de façon à fragmenter la roche en petit blocs chargés ensuite dans des dumpers pour alimenter les concasseurs, par contre pour l'argile, beaucoup plus meuble est exploitée au moyen d'excavateurs ou de roues-pelles avant d'être transportée par camions aux halls de stockage.

I.2.2. Concassage des matières premières

Les matériaux extraits des carrières présentent des granulométries grossières volumineuses allant jusqu'à m^3 , le concassage effectué le plus souvent sur les lieux mêmes de l'extraction a pour but d'en limiter la granulométrie à 50 mm, voire 100 mm au maximum. Les concasseurs utilisés à cette fin peuvent être mobiles, ou fixes.

I.2.3. Préparation du cru

La préparation du cru au cours de laquelle on réalise le mélange homogène du calcaire et de l'argile dans des proportions définies en fonction de leurs compositions chimiques particulières (hétérogènes), mais toujours proches du rapport 80 % de calcaire pour 20 % d'argile. Le calcul du cru peut se faire aussi par des méthodes numériques en utilisant le logiciel HEFC [3].

La préparation du cru peut être réalisée suivant quatre procédés différents, on cite essentiellement:

- fabrication par voie sèche, elle est la plus utilisée dans le monde ;
- Fabrication par voie humide ;
- Procédé par voie semi-sèche ;
- Procédé par voie semi-humide ;

I.2.3.1. Pré-homogénéisation

Cette phase qui a pour but de réaliser un mélange préliminaire, consiste à déposer les matériaux constitutifs du cru en couches successives, de faible épaisseur, formant le « tas de pré-homogénéisation ».

I.2.3.2. Broyage - séchage

Repris à l'aide de roues-pelles ou de gratteurs, le mélange précédent est envoyé à la station de broyage afin d'être réduit en une poudre de grains inférieurs à 160 microns.

I.2.3.3. Séparation

Cette phase consiste, suivant le type de séparateurs utilisés, à renvoyer dans le broyeur les particules insuffisamment broyées et à récupérer les fines contenues dans les gaz.

I.2.3.4. Homogénéisation

C'est au cours de cette phase que grâce à un brassage pneumatique ou mécanique vigoureux, peut être obtenu un produit parfaitement homogène, de caractéristiques chimiques uniformes, apte à être cuit.

I.2.4. Fabrication du clinker

Réalisée dans des fours rotatifs dont les dimensions les plus courantes sont de l'ordre de 5 m de diamètre et de 80 à 100 m de longueur dans le procédé par voie sèche (150 m dans le procédé par la voie humide), à une température comprise entre 1400 et 1500 °C. La cuisson permet la transformation du cru en clinker, le cycle du traitement comporte les

phases suivantes :

- Le préchauffage qui s'effectue dans un échangeur de chaleur situé à l'amont du four, les gaz chauds provenant du four y brassant la farine à contre-courant ;
- La décomposition des argiles qui se réalise au dessus de 500°C ;
- La décarbonatation des calcaires qui s'effectue à 950 °C dans la partie médiane du four dont les températures sont comprises entre 550 et 1000 °C ;
- La formation du clinker à 1450 °C qui s'effectue en partie aval du four près du brûleur.

I.2.4.1. Refroidissement

Cette opération a pour but d'abaisser la température du clinker qui est de l'ordre de 1450°C à la sortie du four à environ 50/250 °C suivant les types de refroidisseurs. Cette opération a également une incidence sur la qualité du ciment, un refroidissement trop lent pouvant amener la libération de chaux libre et la transformation du C₃S en C₂S.

I.3. LES CIMENTS COURANTS

Selon les constituants, autres que le gypse, ajoutés ou non au clinker lors des étapes de fabrication, on obtient les différents types de ciments définis par la norme des ciments (NF EN 197-1). Le tableau I.1 présente les cinq types de ciments courants normalisés avec indication, pour chacun d'eux.

Tableau I.1. Différent type de ciments selon la norme NF EN 197-1[2].

Désignation	Types de ciments	Teneur en clinker	Teneur en % de l'un des constituants suivant : laitiers, schistes, pouzzolanes, cendres, calcaires et fumées de silice	Teneur en constituants secondaires
CEM I	Ciment Portland Artificiel	95 à 100%		0 à 5%
CEM II/A	Ciment Portland composé	80 à 94%	- de 6 à 20 % de l'un quelconque des constituants sauf dans le cas où le constituant est des fumées de silices auquel cas la proportion est limitée à 10% (*) ;	0 à 5%
CEM II/B		65 à 79%	- de 21 à 35 % avec les mêmes restrictions que ci-dessus (*).	0 à 5%
CEM III/A	Ciment de hauts fourneaux	35 à 64%	- de 36 à 65% de laitier de hauts fourneaux	0 à 5%
CEM III/B		20 à 35%	- de 66 à 80% de laitier de hauts fourneaux	0 à 5%
CEM III/C		5 à 19%	- de 81 à 95% de laitier de hauts fourneaux	0 à 5%
CEM IV/A	Ciment pouzzolanique	65 à 90%	- de 10 à 35% de pouzzolanes, cendres siliceuses ou fumées de silice, ces dernières étant limitées à 10%	0 à 5%
CEM IV/B		45 à 64%	- de 36 à 55% comme ci-dessus	0 à 5%
CEM V/A	Ciment aux laitiers et aux cendres	40 à 64%	- de 18 à 30% de laitier de haut fourneau et 18 à 30% de cendre siliceuses ou de pouzzolanes	0 à 5%
CEM V/B		20 à 39%	- de 31 à 50% de chacun des 2 constituants comme ci-dessus	0 à 5%

(*) Le pourcentage de fillers est limité à 5%.

I.4. LES DECHETS

La réglementation Algérienne de 08 Février 1983 relative à la protection de l'environnement- loi 83-03, définit un déchet comme étant: " 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 "[4]. Selon la loi N°01-19 du 12-12-2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets, retient la définition précédente en ajoutant la notion d'obligation: "Tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, et plus généralement toute substance, ou produit et tout bien meuble dont le propriétaire ou le détenteur se défait, projette de se défaire, ou dont il a l'obligation de se défaire ou de l'éliminer" [4].

I.4.1. Classification des déchets

Dans les pays industrialisés, les déchets ont toujours été référencés empiriquement sur la base de cinq principales approches complémentaires [5] à savoir:

1. Le danger ou l'absence de danger présumé (déchets dangereux, toxiques, non

dangereux, inertes...etc.) ;

2. L'origine (via le secteur ou l'activité industrielle, l'opération unitaire génératrice, le produit associé...etc.) ;

3. Les caractéristiques (combustibles, fermentescibles...etc.) souvent associées à une ou plusieurs filières potentielles ;

4. La nature ou le contenu (déchets de matières plastiques, déchets arséniés, boues de peinture...etc.) ;

5. Pour les déchets de consommation, la fonction du produit avant sa « fin de vie » (piles, solvants, emballages...etc.).

La classification des déchets par la réglementation Algérienne est basée sur la source de production [1]. On peut distinguer les catégories suivantes:

I.4.1.1. Déchets urbains

Ce sont (figure I.2) généralement: les ordures ménagères et assimilés, les déchets des collectivités locales (feuilles mortes, résidus d'élagage de taille de haie ou de tontes et les résidus du nettoyage des rues ...etc.) et les encombrants (déchets de l'activité domestique, carton, déchets de chantier. etc.).



Figure I.2. Déchets domestiques

I.4.1.2. Déchets hospitaliers

Ce sont les déchets issus des activités de diagnostic, de suivi et de traitement préventif, curatif ou palliatif, dans les domaines de la médecine humaine et vétérinaire. Ils peuvent présenter divers risques (infectieux, chimique et toxique, radioactif, mécanique) qu'il convient de réduire pour protéger les patients, le personnel de soins, les agents chargés de l'élimination des déchets et l'environnement. Ces déchets (figure I.3) sont classés comme

des déchets dangereux, et doivent être séparés des autres déchets.



Figure I.3. Déchets hospitaliers.

I.4.1.3. Déchets industriels

Les déchets industriels (figure I.4) sont des déchets dangereux, inertes ou banals, résultant d'une activité de production artisanale, commerciale, industrielle ou tertiaire, dont l'élimination doit être assumée financièrement par leurs producteurs [6]. Les déchets industriels peuvent être solides, liquides ou gazeux qui sont divisés en deux catégories: les déchets dangereux et les déchets non dangereux.



Figure I.4. Déchets industriels.

Les déchets dangereux peuvent résulter de la fabrication du produit ou par le processus industriel. Cette catégorie regroupe :

I.4.1.3.1. Déchets industriels inertes

Ce sont des déchets qui ne subissent aucune modification physique, chimique ou biologique importante. Les déchets inertes ne se décomposent pas, ne brûlent pas et ne

produisent aucune réaction physique ou chimique, ne sont pas biodégradables et ne détériorent pas d'autres matières avec lesquelles ils entrent en contact, d'une manière susceptible d'entraîner une pollution de l'environnement ou de nuire à la santé humaine. La production totale de lixiviats et la teneur des déchets en polluants ainsi que l'écotoxicité des lixiviats doivent être négligeables et, en particulier, ne doivent pas nuire à la qualité des eaux de surfaces et / ou des eaux souterraines. Ces déchets proviennent des activités de construction, de réhabilitation (rénovation) et de démolition liées au secteur du bâtiment ainsi que des activités liées à la réalisation et à l'entretien d'ouvrages publics.

I.4.1.3.2. Déchets industriels banals

Les déchets industriels banals : non dangereux et non inertes, ils peuvent être assimilés aux ordures ménagères et suivre à ce titre les mêmes circuits de collecte et de traitement dans les centres d'enfouissement technique avec les ordures ménagères [7]. Les DIB sont en général composés de papiers, cartons, plastiques, bois, métaux, verres, matières organiques, végétales ou animales, résultant de l'utilisation d'emballages, de rebuts ou de chutes de fabrication.

I.4.1.3.3. Déchets industriels spéciaux

Les déchets industriels spéciaux (figure I.5) sont des déchets dont l'élimination nécessite des précautions particulières de protection de l'environnement. Ces déchets sont considérés comme une source menaçant la santé des êtres humains et l'environnement lorsqu'ils sont en contact direct avec l'eau. Les déchets industriels spéciaux font l'objet d'un contrôle administratif renforcé en matière de stockage, transport, prétraitement et élimination.



Figure I.5. Déchets industriels spéciaux.

Ils se composent notamment de déchets:

- Contenant des substances telles que l'amiant ;
- Constitués de boues de peinture, d'hydrocarbures, de produits de vidange ;
- Provenant de l'industrie pétrolière, pharmaceutique et phytopharmaceutique ;
- Provenant des ateliers de traitement de surfaces ;
- Provenant de l'activité radioactive ;
- Provenant de l'industrie chimique et contenant des métaux lourds nommés « déchets ultimes ».

On conclut que, L'augmentation de la quantité des déchets générée par l'humanité a conduit vers la recherche de nouvelles technologies appropriées afin de trouver des solutions à la problématique actuelle des déchets ultimes dangereux. La contamination des nappes phréatiques par ces déchets provoque des effets indésirables sur la santé humaine et l'environnement. Il est donc primordial de gérer et de traiter les déchets pour les éliminer de manière sûre et dans des conditions harmonieuses de l'environnement.

Dans notre étude nous intéresserons aux déchets ultimes dangereux. Un déchet ultime est un résidu qui ne peut pas être traité dans le contexte technique et économique actuel, notamment par extraction de la part valorisable ou par réduction de son caractère polluant ou dangereux. Ces déchets ultimes doivent donc être stockés de manière définitive ou jusqu'à la mise au point de nouveaux procédés permettant de les valoriser de manière rentable [5].

I.4.2. Stabilisation/Solidification à base de liants hydrauliques

La Stabilisation / Solidification par les liants hydrauliques a été pratiquée pour traiter les déchets nucléaires dans les années 1950 [9], puis elle a été largement appliquée aux déchets dangereux au début des années 1970 [8]. Les principes scientifiques de la technologie de stabilisation/solidification à l'aide des liants hydrauliques ont été introduits par Pojasek [12]. La technique de Stabilisation/Solidification a été identifiée par l'EPA des États-Unis comme la meilleure technologie disponible pour 57 types de déchets dangereux réglementés [13] et elle est l'une des technologies les plus couramment appliquées sur les sites superfund¹ aux États-Unis, elle est appliquée sur 24% des sites entre 1982 et 2002 [11]. Barth et al. [14] ont montré que l'utilisation de ciment et/ou des matériaux pouzzolaniques

comme liants dans la stabilisation des déchets contenant des polluants a été efficace pour réduire le lessivage et le danger de ces polluants.

Le procédé de stabilisation/solidification à base de liants hydrauliques s'avère le procédé le plus adéquat qui a conduit à l'immobilisation des espèces toxiques dangereuses. A cet effet, Ce procédé de Stabilisation/Solidification à base de liants hydrauliques a été appliqué largement aux déchets inorganiques contenant principalement des métaux lourds [15].

Une fois la stabilisation/solidification faite, les blocs massifs doivent être stockés dans un centre de stockage des déchets ultimes. Ces déchets massifs S/S doivent répondre à des critères fixés par la législation. Le tableau I.2 fixe les valeurs limites des critères d'admission des déchets dangereux stabilisés/solidifiés dans un centre de stockage de déchets ultimes.

Tableau I.2. Valeurs limites des critères d'admission des déchets dans un centre de stockage de déchets ultimes dangereux après Stabilisation/Solidification [16].

Critères	Seuils limites
pH	Compris entre 4 et 13
Siccité	> 30 %
Fraction soluble	< 10 %
Indice phénols	< 100 mg/kg
Carbone Organique Total	< 2000 mg/kg
Cr ^{VI}	< 5 mg/kg
Cr total	< 50 mg/kg
Pb	< 50 mg/kg
Zn	< 250 mg/kg
Cd	< 25 mg/kg
Cu	< 5 mg/kg
Ni	< 50 mg/kg
As	< 10 mg/kg
Hg	< 5 mg/kg
Résistance à la compression R _c	> 1 MPa
Résistance à la traction R _t	> 0.1 MPa

I.4.3. Mécanismes de rétention des polluants au sein de la matrice cimentaire

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

et immobiles. Les études recensées concernent majoritairement la rétention des métaux au sein de la matrice ciment. Les principaux phénomènes de piégeage des polluants contenus dans les déchets sont les suivants [10] :

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

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

➤ **L'intégration dans les hydrates** : Au cours de l'hydratation les polluants, en solution, peuvent être incorporés en tant qu'impuretés dans le réseau cristallin des hydrates. Tous les hydrates peuvent intégrer des particules par substitution, de l'aluminium ou du calcium dans tous les cas, des sulfates pour les monosulfates et l'ettringite, du fer et du silicium pour le C-S-H [17-18].

➤ **Piégeage mécanique** : Des contaminants métalliques peuvent agir comme centre de nucléation et rester piégés dans les hydrates ainsi formés [19].

I.4.4. Comportement des polluants toxiques dans les matrices cimentaires

Nous intéresserons plus particulièrement au cas des métaux lourds pour lesquels les mécanismes de l'hydratation sont largement étudiés. Généralement, les cations métalliques sont piégés dans des phases de C-S-H et sous forme de composés peu solubles (hydroxydes métalliques). Les anions sont piégés par substitution dans des phases de type étringite. Ces phénomènes de fixation permettent de réduire la fraction lixiviable; lorsque les solidifiés/stabilisés sont en contact avec l'eau.

Dans notre étude, on s'intéressera particulièrement aux principales interactions des métaux lourds dans une matrice cimentaire qui sont décrites ci-après :

➤ **Chrome (Cr)** : On le trouve sous les formes +III et +VI, la forme +VI étant la plus toxique pour l'environnement. Son rôle sur la prise du ciment est encore mal cerné (des fois il retarde la prise et des fois il accélère la prise de ciment) [27-28]. Le chrome peut se substituer à l'aluminium, au calcium ou à la silice dans les hydrates ; dans les C-S-H, CrO_4^{5-} il peut se substituer à SiO_4^{4-} [29]. Au cours de l'hydratation, le Cr^{3+} est oxydé en $\text{Cr}^{\text{VI}+}$ [30]. Pour stabiliser le chrome avec du ciment Portland, il faut donc utiliser des agents réducteurs pour favoriser la forme +III, la forme +VI n'étant pas stabilisée avec du ciment Portland

[31-32]. La présence de chrome augmente la formation d'ettringite [20, 32].

➤ **Plomb (Pb) :** Il est présent sous les degrés d'oxydation +2 et +4. Il peut se substituer au calcium dans les hydrates. Le plomb retarde l'hydratation des ciments, car il précipite sous forme, très peu soluble, de sulfate ou de carbonate sur la surface des silicates de calcium et d'aluminium [21, 34]. Cela forme une couche imperméable, qui gêne la diffusion de l'eau et par conséquent l'hydratation et engendre la diminution de la résistance mécanique. On le retrouve aussi sous les formes PbO ou Pb(OH)₂ grâce à la solution basique présente pendant l'hydratation. Il peut également être présent sous la forme de l'ion complexe Pb(OH)₃⁻ qui forme des sels plus solubles que PbO ou Pb(OH)₂ [35]. Dans des environnements très basiques, il peut se former des ions complexes pouvant contenir jusqu'à six atomes de Plomb [21].

➤ **Nickel (Ni) :** le nickel est un métal lourd toxique qui cause des maladies respiratoires et du cancer, son état d'oxydation est 2+. Les études menées sur le nickel montrent que la présence de ce dernier pendant l'hydratation du ciment conduit à une accélération de l'hydratation du ciment. Il a été observé que l'augmentation de la quantité du nickel dans les matrices cimentaires engendre une augmentation de la résistance en compression aux jeunes âges [36].

I.5. LIXIVIATION DU BETON

La lixiviation provoque des déséquilibres liés au transport d'ions vers la solution interstitielle directement en contact avec les phases solides du béton. A priori, ce transport peut être assuré par diffusion.

- un transport de matière par diffusion, engendré par les gradients de concentration entre la solution interstitielle du béton et la solution agressive.

- des réactions chimiques de dissolution - précipitation, provoquées par les variations de concentrations résultant de la diffusion. Si l'on compare la cinétique de ces réactions par rapport au temps caractéristique du transport, on s'aperçoit que les réactions chimiques sont beaucoup plus rapides [37].

I.5.1. Milieux agressifs

Selon La norme Française NF P 18-011 [39] définit les environnements agressifs les plus courants qui agit sur la matrice cimentaire en trois catégories à savoir :

➤ Milieux gazeux: gaz et vapeur, auquel cas l'agressivité dépend de l'humidité relative ambiante, de la pression, de la température et du renouvellement des gaz ;

➤ Milieux liquides: eaux douces, eaux de mer, solutions de sel, d'acides ou de bases, eaux résiduaires, liquides organiques (huile, pétrole, solvants) ;

➤ Milieux solides: sols, produits de stockage. Ils agissent surtout par extraction ou

dissolution, le plus souvent par l'eau, des agents nocifs.

Quatre classes d'agressivité sont définies, environnement faiblement agressif, moyennement agressif, fortement agressif et très fortement agressif. Elles sont regroupées dans le tableau I.3 qui donne en outre leurs symboles et les niveaux de protection correspondants.

Tableau I.3. Classes d'agressivité

Environnement	Symbole	Niveau de protection
Faiblement agressif	A1	1
Moyennement agressif	A2	2
Fortement agressif	A3	3
Très fortement agressif	A4	4

I.5.2. Mécanismes de dégradation du béton

La dégradation du béton est généralement causée par des réactions chimiques de la matrice cimentaire qui compose le béton avec le milieu dans le quel il se trouve. L'organigramme suivant (figure I.6) illustre la dégradation du béton par réaction chimique.

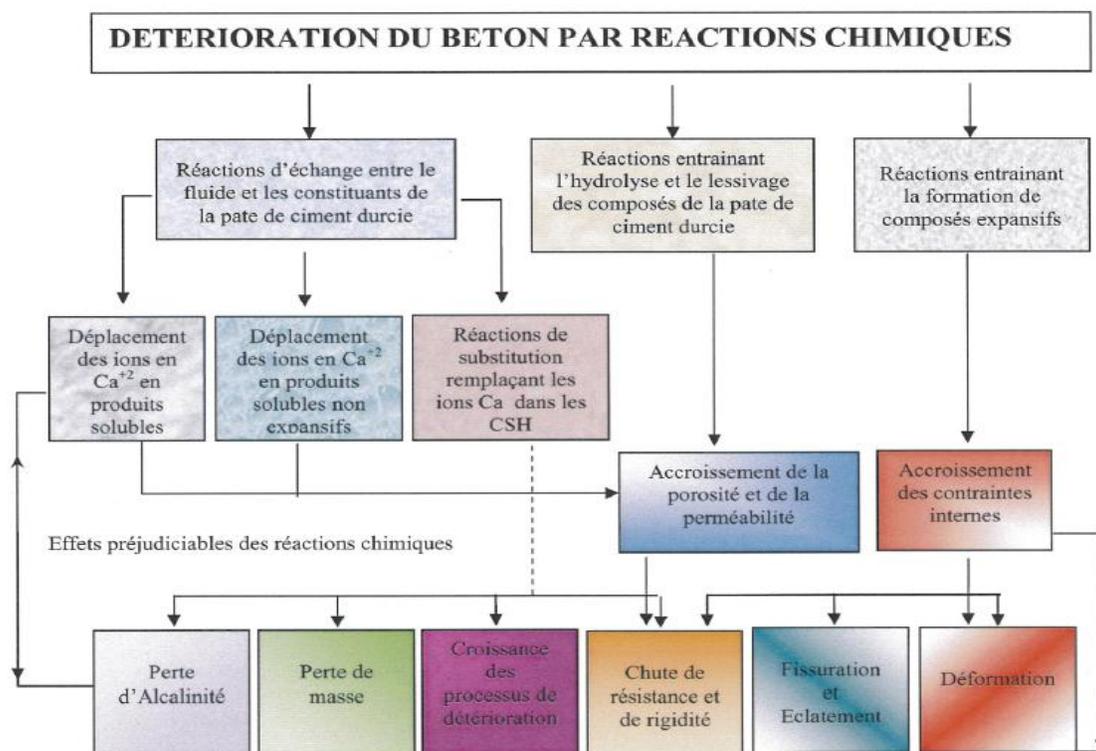


Figure I.6. Dégradation du béton par réaction chimique [37]

I.5.2.1. Action des Eaux Douces [40]

Les eaux douces sont considérées parmi les milieux agressifs selon de trois paramètres qui sont :

- **Le PH** de l'eau se traduit par son caractère acide ou basique, on dit qu'une eau est acide si elle renferme du dioxyde de carbone libre, des acides minéraux ou des sels d'acide fort et de base

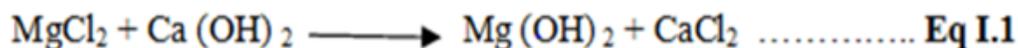
faible. Elle est dite basique si elle contient des bicarbonates, des carbonates ou des hydroxydes.

- **Le titre hydrotimétrique** d'une eau correspond à la somme des concentrations en cations métalliques à l'exception de l'hydrogène et des métaux alcalins.
- **Le dioxyde de carbone** agressif représente une partie du dioxyde de carbone dissout dans l'eau.

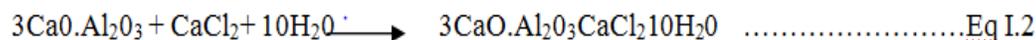
I.5.2.2. Action des chlorures

En dehors de leur effet nuisible sur les aciers du béton armé, les chlorures peuvent être à l'origine d'altération du liant lorsqu'ils sont en proportion élevés. Une partie des chlorures est fixée par les silicates de calcium hydratés, une autre partie se combine avec le C₃A sous forme de monochloroaluminate de calcium (3CaO,Al₂O₃,CaCl₂,10H₂O) [41].

Le chlorure de magnésium réagit également avec la portlandite selon l'Eq I.1 :



La brucite (Mg(OH)₂) est insoluble et se dépose à la surface du béton. Le chlorure de calcium réagit avec l'aluminate tricalcique (C₃A) du ciment selon l'équation Eq I.2 pour former le monochloroaluminate de calcium (3CaO, Al₂O₃, CaCl₂, 10H₂O) [34 et 37] :



I.5.2.3. Action des sulfates

Les sulfates représentent le risque majeur d'agression chimique pour le béton [42]. L'action du sulfate de calcium est connue depuis longtemps, elle a été signalée en 1887 par CANDLOT [43].

Parmi les principales réactions décrivant les mécanismes fondamentaux de l'altération des bétons par réactions chimiques, on trouve les sulfates. La conjugaison de ce processus, conduisant à la dégradation chimique du matériau et la formation d'un hydrate expansif, ont des conséquences d'ordre macroscopiques, en particulier d'ordre mécanique [44] : chute de résistance et de rigidité, fissuration et déformation du matériau et physico-chimiques [45], affaiblissement des propriétés liantes, modification de la porosité et des propriétés de transport. [46]

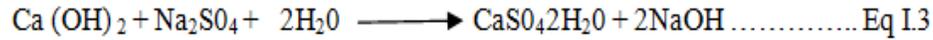
L'attaque par les sulfates est accompagnée d'une précipitation de produits sulfatés dits (secondaires), d'une expansion importante et de détériorations chimico-mécaniques (modification des propriétés de transport et de la porosité, fissures, pertes de résistance et de cohésion.). Ceci conduit à la ruine du matériau cimentaire, à plus ou moins long terme en fonction de l'attaque (nature, teneur et concentration des sulfates au contact) et du ciment utilisé (type et rapport E/C).

I.5.2.3.1. Action du sulfate de sodium

La dégradation des bétons par les sulfates est due principalement à des phénomènes d'expansion en relation avec la cristallisation de gypse ou d'étringite secondaire expansive [47].

I.5.2.3.1.1. Formation du gypse secondaire

La formation du gypse secondaire résulte d'une réaction de substitution entre la portlandite et le sulfate selon l'équation Eq I.3 :



Gypse Produit

Secondaire soluble

Une expansion peut se manifester mais dans la majorité des cas elle restera limitée dans la mesure où le gypse secondaire se forme selon un processus de dissolution et de cristallisation [41].

I.5.2.3.1.2. Formation de l'étringite secondaire

La formation de l'étringite secondaire (figure I.7) peut résulter de la réaction chimique entre le gypse secondaire et les aluminates de calcium anhydres (C₃A) selon l'équation (Eq I.4).

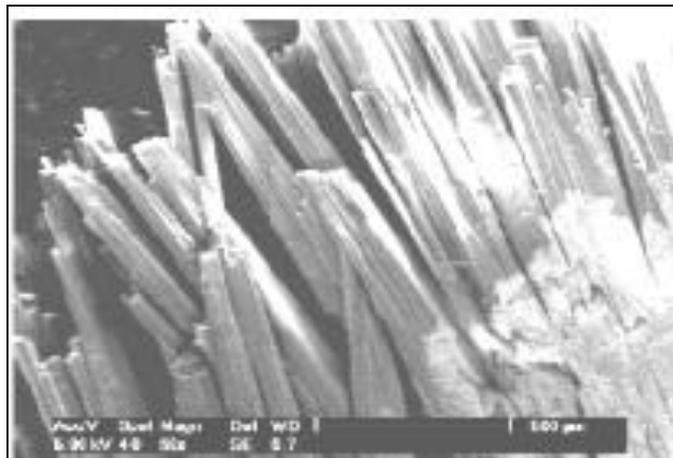
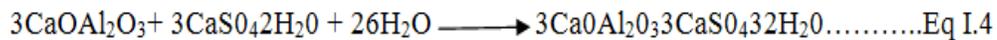
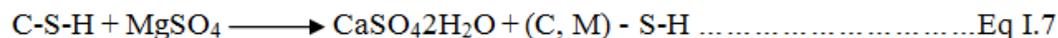
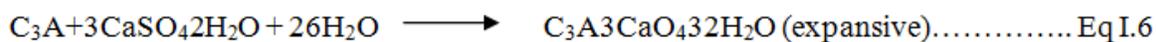
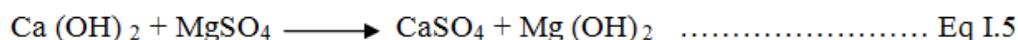


Figure I.7. Formation de l'étringite secondaire[48]

I.5.2.3.2. Action du sulfate de magnésium

Le sulfate de magnésium est particulièrement agressif par la double action du cation Mg^{2+} qui s'échange avec le cation Ca^{2+} selon les équations 5, 6 et 7 [41].

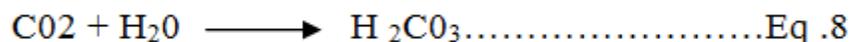


Les échanges de Mg^{2+} avec Ca^{2+} conduisent à la formation de la brucite Mg(OH)_2 qui peut ralentir temporairement la pénétration des sulfates. Ils provoquent aussi la transformation processive des CSH en un silicate de magnésium hydraté MSH sans propriétés liantes. De plus la cristallisation de l'étringite instable en présence de sulfate de magnésium intensifie la réaction de fondation du gypse secondaire.

I.5.2.4. Action du dioxyde de carbone

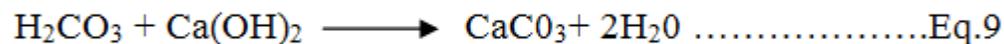
La carbonatation, du béton à l'air résulte de la fixation du gaz carbonique (CO_2) par les hydrates du ciment et principalement la portlandite Ca(OH)_2 . La réaction est favorisée par une humidité du milieu comprise entre 60 et 70 %.

Il faut préciser que l'agent réel de carbonatation est l'acide carbonique H_2CO_3 résultant de l'équation 8, car le dioxyde de carbone à l'état gazeux n'est pas réactif.



L'action du dioxyde de carbone se manifeste même à de très faibles concentrations telles celles que l'on rencontre dans l'air qui varie de 0.03 % (en volume) dans un milieu non pollué à 0.3 % dans les grandes villes et peut atteindre exceptionnellement 1 % dans les lieux fortement pollués [49].

Le dioxyde de carbone (CO_2) réagit avec la portlandite Ca(OH)_2 , le carbonate de calcium précipite sous forme d'aragonite et de calcite selon l'équation 9, mais d'autres hydrates peuvent être décomposés, des silicates hydratés, de l'alumine et de l'oxyde de fer étant formés.



La carbonatation en soi n'endommage pas directement le béton. Néanmoins ses effets constituent un risque de corrosion de l'acier. La carbonatation de la portlandite entraîne une diminution du pH de la pâte de ciment hydratée, qui peut descendre à une valeur inférieure à celle que nécessiterait la protection de l'acier (pH = 9 environ). Lorsque toute la portlandite est carbonatée, la valeur du pH descend à 8.3 [50].

La baisse du pH couplée à une profondeur de carbonatation suffisante (égale ou inférieure de quelques millimètres à l'épaisseur de l'enrobage) [49] conduit inévitablement à la disparition de la couche de passivation de l'acier et la corrosion peut alors se développer.

La carbonatation se développe progressivement à partir de la face extérieure exposée au CO_2

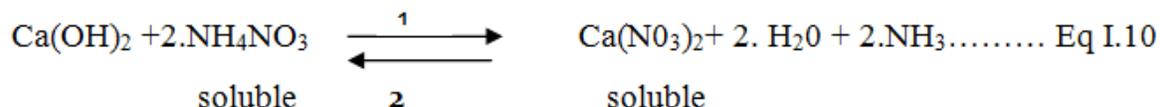
mais à une vitesse décroissante qui dépend de :

- La porosité de la pâte de ciment, car le CO₂ diffuse à travers le réseau poreux ;
- Du degré de saturation en eau des pores, car la diffusion de CO₂ dans l'eau est quatre fois plus

lente que dans l'air [49].

I.5.2.5. Action du nitrate d'ammonium

Le nitrate d'ammonium est très soluble dans l'eau et réagit dans un premier temps avec la pâte de ciment par des réactions d'échange d'ions avec la formation d'un sel de calcium soluble [Ca(NO₃)] et un dégagement gazeux d'ammoniac (NH₃) et dans un second Temps avec celle d'un nitro aluminate de calcium de formule (3.CaO.Al₂O₃.Ca(NO₃)₂.10H₂O) [51]. La décalcification progressive de la pâte de ciment durcie se traduit par la combinaison de la chaux avec la partie acide NO₃ qui conduit à la formation d'un nitrate de calcium soluble. La formation d'ammoniac tend à réduire légèrement le pH et empêche la solution d'atteindre son état d'équilibre. En effet ce dégagement de NH₃ est compensé par une mise en solution de la chaux pour maintenir la constante d'équilibre de la réaction chimique (déplacement de la réaction dans le sens 1) [52].



I.6. Conclusion

Dans cette étude bibliographique, nous avons présenté les processus de fabrication des ciments en général ainsi que les différents types de ciment utilisés et on a étudié les phénomènes de lixiviation des matériaux cimentaires ainsi que les différentes conditions d'essai permettant la détérioration de ces matériaux.

Cette étude permet de choisir la méthode la plus utilisée pour le confinement des polluants. La technique de Stabilisation/Solidification à base de liants hydrauliques semble la plus efficace en raison de sa facilité de mise en œuvre, son intérêt économique et sa capacité de rendre les polluants stables physiquement et chimiquement. Tous ces gains nous pousse à utiliser cette technique comme une solution temporaire pour notre déchet jusqu'à la mise au point de nouvelles technologies pour le traitement final de ce genre de déchets.

Le principal risque de pollution engendré par les déchets stabilisés/solidifiés est le relargage des polluants lors du contact avec le milieu extérieur.

Chapitre II

Matériaux et protocoles expérimentaux

CHAPITRE II.

MATERIAUX ET PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

I. INTRODUCTION

Cette partie sera consacrée à la présentation des matériaux utilisés, des tests expérimentaux et des techniques de caractérisation d'analyses afin d'évaluer l'influence de l'ajout du déchet ultime de l'unité BCR de Bordj Menaïel -Algérie sur le comportement des matériaux cimentaires à court et à long terme. Les différents essais ont été réalisés au Laboratoire de Technologie des Matériaux et de Génie des Procédés (LTMGP) et de génie civil de l'université A/MIRA –Béjaia.

L'étude des bétons et mortiers consiste à déterminer la formulation optimale à partir des différents constituants à savoir : Granulat, ciment, eau et ajouts afin de confectionner des bétons et des mortiers de qualité. Il est nécessaire de réaliser une caractérisation complète des matériaux au moyen des essais normalisés, afin de déterminer le dosage des constituants qui rentrent dans les formulations bétons et mortiers.

II. 2. CARACTERISATION DES MATERIAUX UTILISES ET FORMULATIONS**II.2.1. Ciment**

La composition chimique et propriétés du ciment CEM II 42.5 utilisées pour la confection des mortiers et bétons sont données dans le tableau II.1.

Tableau II.1. Composition chimique et propriétés du ciment CEM II 42.5.

Elément	CaO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MgO	SO ₃	K ₂ O + Na ₂ O	Perte au feu
Teneur (%)	64.13	20.39	5.96	3.57	1.13	2.57	0.05	2.37
SSB =3270 cm²/g masse volumique= 3100 kg/m³								

II.2.2. Eau

L'eau utilisée pour la confection des mortiers et des bétons est une eau déminéralisée, afin d'éviter l'ajout d'autres contaminants à nos formulations tels que les métaux lourds.

II.2.3. Mortier

Les mortiers sont préparés à partir du ciment, de l'eau et du sable normalisé de norme NF EN 196-1, conditionné en sachets de 1350±5g dont la granulométrie est présentée

dans le tableau II.2. Le rapport $\frac{E}{C} = 0.5$ a été utilisé dans la confection des mortiers afin de favoriser la lixiviation des éléments chimiques vers le milieu environnant.

Tableau II.2. Granulométrie du sable normalisé.

Ouverture du tamis (mm)	2.00	1.60	1.00	0.50	0.16	0.08
Refus cumulés	0	7 ± 5	33 ± 5	67 ± 5	87 ± 5	99 ± 1

II.2.3.1. Formulation des mortiers

La confection des mortiers est généralement basée sur la norme NF EN196-1. Les figures II.1, II.2 et II.3 illustrent le mode de confection des éprouvettes de type mortier.

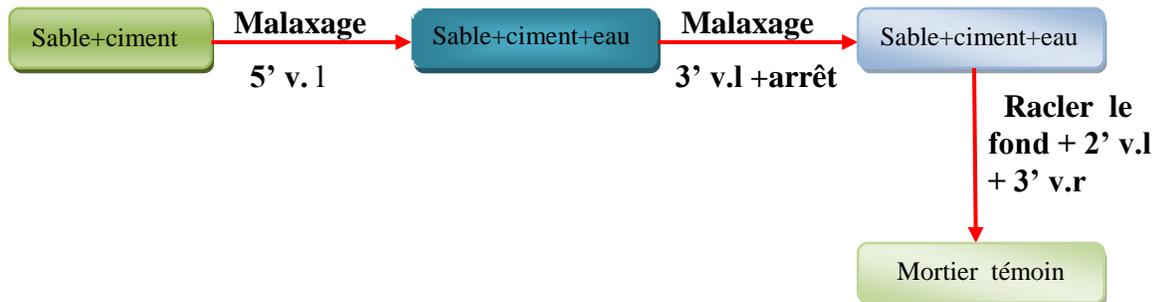


Figure II.1. Mode de confection de mortier témoin

D'après l'organigramme présenté en figure II.1, le sable normalisé est introduit en premier dans le malaxeur puis on ajoute le ciment de telle manière à ce que les grains de ciment se mélangent avec les grains du sable, d'une manière homogène, pendant cinq minutes à vitesse lente. Puis, on rajoute l'eau avec un malaxage de trois minutes à vitesse lente après on effectue un arrêt et on racle le fond afin d'avoir un mélange homogène. Et enfin, on continue un malaxage de deux minutes à vitesse lente puis trois minutes à vitesse rapide on aura un mélange pour le mortier témoin.

La figure II.2 présente le malaxeur utilisé dans la préparation des formulations mortiers.



Figure II.2. Malaxeur de laboratoire pour mortier

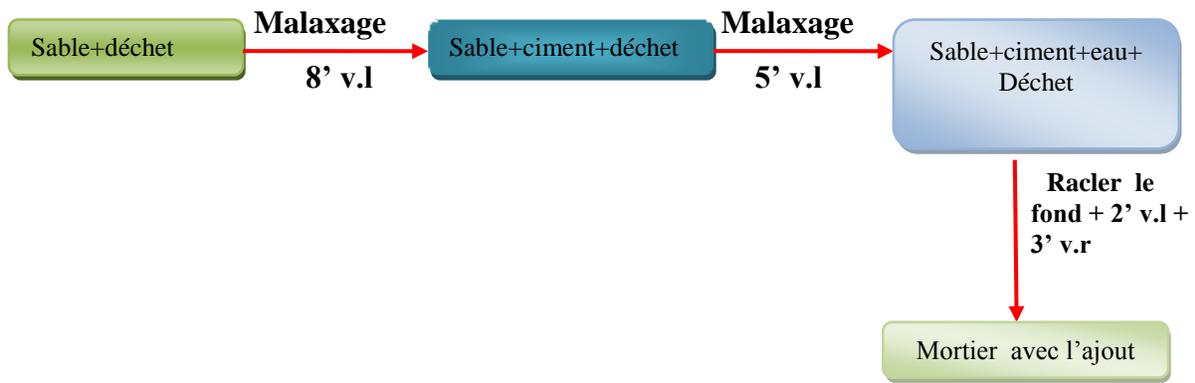


Figure II.3 : Mode de confection de mortier avec ajout de déchet

D'après l'organigramme présenté en figure II.3, le sable normalisé et le déchet sont introduits en premier dans le malaxeur avec un malaxage de huit minutes. Puis, on ajoute le ciment de telle manière à ce que les grains de ciment se mélangent avec les grains du sable et ceux du déchet, d'une manière homogène, pendant cinq minutes à vitesse lente. Par la suite, on rajoute l'eau avec un malaxage de trois minutes à vitesse lente après on effectue un arrêt et on racle le fond afin d'avoir un mélange homogène. Enfin, on continue un malaxage de deux minutes à vitesse lente puis trois minutes à vitesse rapide entous on aura un mélange de type mortier contaminé avec les métaux lourds.

Les mortiers réalisés sont moulés afin de préparer des éprouvettes (en triplicatas de chaque matériaux) de dimensions de 40 mm * 40 mm *160 mm pour des essais mécanique à 7j et 28j et pour des essais de TLM. Les moules remplis sont ensuite arasés et stockés dans une chambre de caractéristiques suivantes : température 25° et de 90% d'humidité. Les formulations réalisées sont données dans le tableau II.3.

Tableau II.3. Formulation des mortiers

Désignation	Sable (g)	Ciment (g)	Eau (g)	Déchet (g)	Rapport déchet/ciment %
FM1	1350	450	225	0	0
FM2	1350	450	225	112.5	25

Les éprouvettes obtenues sont illustrées sur la figure II.4.



Figure II.4 : Eprouvettes 4*4*16 cm³ confectionnées de type mortier.

II.2.4. Béton

La conception d'un béton de qualité, du point de vue consistance et résistance, nécessite une détermination de sa composition, donc une analyse granulométrique sera primordiale pour l'identification des différents granulats qui constituent le béton.

II.2.4.1. Analyse granulométrique par tamisage

Pour la réalisation des bétons, des granulats naturels (concassés), roche naturelle calcaire d'origine locale extraite de la carrière de Ain roua- wilaya de Sétif sont utilisés.

L'analyse granulométrique des granulats a été déterminée selon la norme NF p18-560, et réalisée par voie sèche. L'échantillon M ($200D < M < 600D$, préalablement séché dans une étuve ($105 \pm 5^\circ\text{C}$) est tamisé à travers une série de tamis qui correspond à chaque type de granulat.

- ❖ Série de tamis pour sables concassés est : 8 ; 5 ; 2.5 ; 1.25 ; 0.63 ; 0.4 ; 0.16 ; 0.08 mm.
- ❖ Série de tamis pour graviers classe 8/15 est : 16 ; 12.5 ; 10 ; 8 ; 6.3 ; 5 mm.
- ❖ Série de tamis pour graviers classe 15/25 est : 31.5 ; 25 ; 20 ; 16 ; 12.5 ; 10 mm.

Les résultats obtenus de l'analyse granulométrique des granulats sont donnés dans les tableaux II.4, II.5 et II.6.

Tableau II.4. Analyse granulométrique du sable 0/4 mm

Ouverture de tamis en [mm]	Masse de refus cumulé en [g]	Masse de refus cumulé en [%]	Masse de tamisât cumulé en [%]
8	0	0	100
5	0	0	100
2.5	400	19.52	80.48
1.25	964	47.04	52.96
0.63	1342.22	65.48	34.52
0.40	1519.72	74.16	25.84
0.16	1805.72	88.19	11.81
0.08	1965.97	95.93	4.07
Fond	1999.26	100	0

Tableau II.5. Analyse granulométrique du granulat 8/15mm

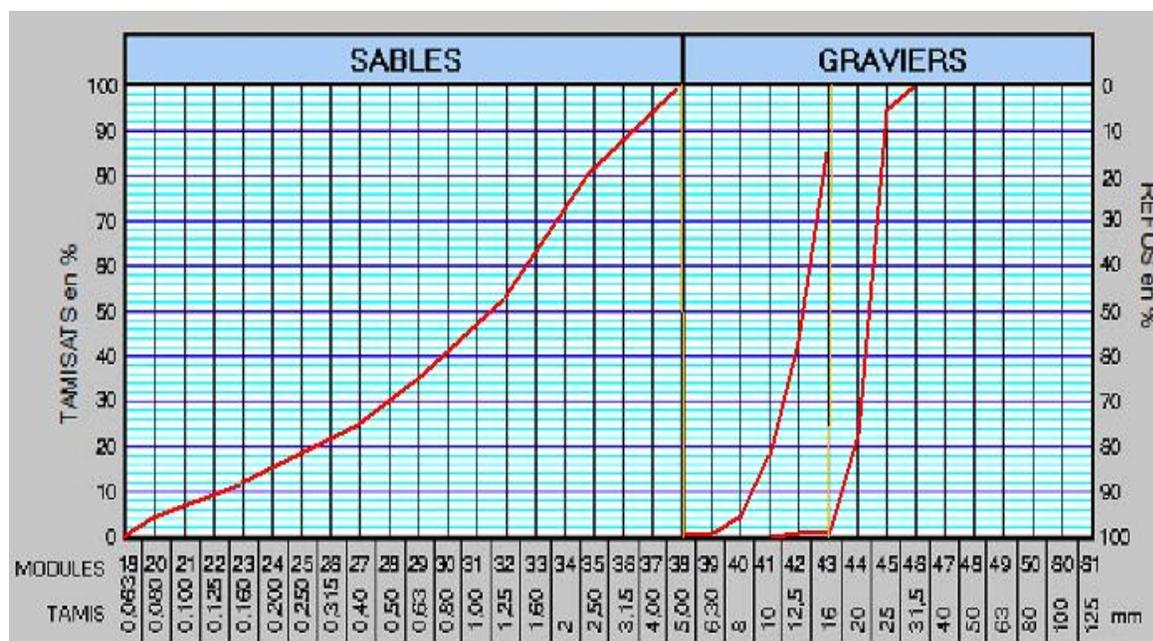
Ouverture de tamis en [mm]	Masse de refus cumulé en [g]	Masse de refus cumulé en [%]	Masse de tamisât cumulé en [%]
16	39.4	13.13	86.70
12.5	1672.00	55.73	44.27
10	2444.00	81.46	18.54
8	2860.00	95.33	4.67
6.3	2984.00	99.46	0.54
5	2994.00	99.80	0.2

Tableau II.6. Analyse granulométrique du granulat 15/25mm

Ouverture de tamis en [mm]	Masse de refus cumulé en [g]	Masse de refus cumulé en [%]	Masse de tamisât cumulé en [%]
31.5	0	0	100
25	144.00	4.8	95.20
20	2306.00	76.86	23.14
16	2964.00	98.80	1.20
12.5	2988.00	99.60	0.40
10	2996.00	99.88	0.12

II.2.4.3. Traçage de la courbe granulométrique

Le tracé des courbes granulométriques des différents granulats est représenté dans la figure II.5. Il illustre l'évolution du tamisât cumulé en fonction des dimensions des tamis.

**Figure II.5.** Tracé des courbes granulométriques.

II.2.5. Formulation est mise en œuvre des bétons

Toute formulation de béton passe par le choix d'une méthode de calcul des différents composants du béton.

II.2.5.1. Méthode de formulation de béton

Pendant la réalisation des formulations de béton, l'ajout d'adjuvants a été évité de sorte à supprimer tous risques d'interaction chimique. Les bétons ont été formulés sur la base de la méthode de Faury. Comme toutes les méthodes classiques, Faury distingue les grains fins et moyens inférieurs à $D_{max}/2$ des gros grains supérieurs à $D_{max}/2$. La courbe granulométrique de référence est composée de deux droites dont l'abscisse du point de rencontre (point de brisure) est fixé à $D_{max}/2$ et son ordonnée Y est donnée par :

$$Y = A + 17\sqrt[5]{D_{max}} + \frac{B}{R/D_{max} - 0,75} \dots\dots\dots\text{Eq.II.1}$$

II.2.5.2. Traçage de la courbe de référence

La courbe de référence se définit par trois points (A, B et C) qui sont déterminés de la manière suivante:

✓ Point A : X=0.0065 mm (à traduire en $\sqrt[5]{d}$)
Y= 0%

✓ Point B : X=D_{max}/2

$$Y = A + 17 \times \sqrt[5]{D_{max}} + \frac{B}{\left(\frac{R}{D_{max}} - 0.75\right)} \quad \text{Avec : } D_{max}=25 \Rightarrow X=25/2=12.5 \text{ mm ; } A= 22$$

et B=1.5. R= Vb/Sc. Avec Vb= volume de l'éprouvette et Sc : surface latérale et surface de la face inférieure de l'éprouvette. On trouve R=35.5mm. Donc Y en point B est estimé à 56%.

✓ Point C : X=D_{max} ⇒ X= 25 mm
Y= 100%

Après avoir déterminé les trois points, on trace la courbe de référence qui est constituée de deux segments sur la figure II.5 où sont portées les courbes granulométriques des granulats. De l'analyse granulométrique et de la courbe de référence, nous tirons les dosages des granulats entrant dans la composition du béton illustrés en figure II.6.

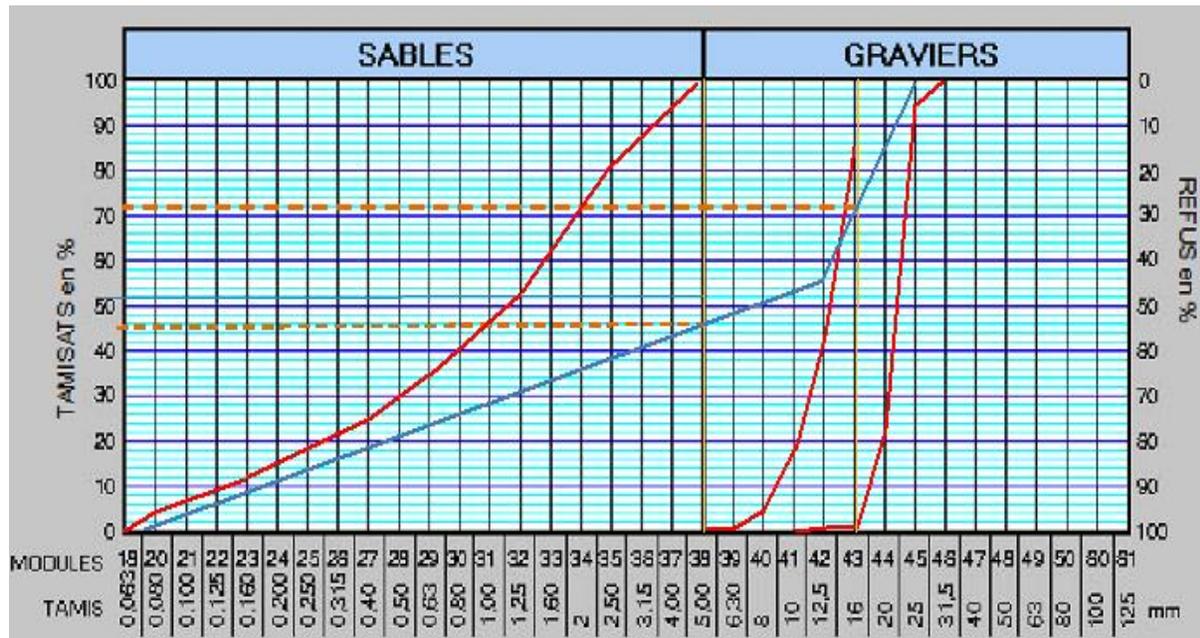


Figure II.6. Détermination des pourcentages de granulats à partir des courbes granulométriques et la courbe de référence.

II.2.5.3 . Formulation du béton ordinaire

Le béton ordinaire à pour un rapport E/C=0,5.

$$E=0.5 * C = 0.5 * 350 = 175 \text{ k g}$$

$$V_b = V_s + V_{gr} + V_g + V_e + V_c \dots\dots\dots \text{Eq.II.2}$$

Avec :

- V_b : Volume de béton.
- V_s : volume de sable.
- V_{gr} : Volume de granulat 8/15mm.
- V_g : Volume de granulat 15/25.
- V_e : Volume d'eau.
- V_c : volume du ciment.

$$1\text{m}^3 = \frac{M_s}{d_s} + \frac{M_{gr}}{d_{gr}} + \frac{M_g}{d_g} + \frac{M_e}{d_e} + \frac{M_c}{d_c}$$

Avec :

- d** : la densité du matériau.
- M** : la masse du matériau.

$$1\text{m}^3 = \frac{M_s}{d_s} + \frac{M_{gr}}{d_{gr}} + \frac{M_g}{d_g} + \frac{175}{1000} + \frac{350}{3100}$$

$$0.712\text{m}^3 = \frac{M_s}{d_s} + \frac{M_{gr}}{d_{gr}} + \frac{M_g}{d_g}$$

Le volume des granulats calculé est égal à 0.712 m³. D'après la courbe de référence nous avons trouvé les proportions suivantes des granulats illustrées dans le tableau II.7.

Tableau II.7. Pourcentage des composants de béton pour un mètre cube de volume.

Granulat	Sable	Gravillon 8/15mm	Gravier 15/25mm
Pourcentage	46%	26%	28%

Donc après calcul, nous trouvons les résultats de volume de chaque composant du béton dans le **tableau II.8.**

Tableau II.8 . Volume de chaque composant du béton

Exemple de calcul	V _t		100%
	V _i		A%
	V _i = (V _t * A%) / 100		
	Volume	Volume calculé en m ³	Pourcentage
Volume total des granulats	V _t	0.712	100%
Volume de sable	V _s	0.327	46%
Volume de granulat 8/15mm	V _{gr}	0.185	26%
Volume de granulat 15/25mm	V _g	0.199	28%

Une fois les volumes sont déterminés, on calcul les masses de chaque type de granulats en utilisant la formule suivante :

$$M = d * V \dots\dots\dots \text{Eq.II.3}$$

Avec M : masse de matériau et d et V sont la densité et le volume du matériau respectivement, les résultats obtenus sont donnés dans le tableau II.9.

Tableau II.9. poids des composants du béton pour un mètre cube de volume

Désignation	Formules de calcul	Masse volumique en kg/m ³	Masse en kg
Sable	$M_s = d_s * V_s$	2586 kg/m ³	845.62 kg
Gravillon 8/15mm	$M_{gr} = d_{gr} * V_{gr}$	2586 kg/m ³	478.41 kg
Gravier 15/25	$M_g = d_g * V_g$	2586 kg/m ³	514.61kg

II.5.4. Formulation du béton contaminé par le déchet ultime de l'unité BCR

Pour le béton avec ajout du déchet de BCR, on a utilisé les mêmes quantités de granulats comme celle du béton ordinaire juste on rajoute une quantité du déchet qui est optimisée durant une étude réalisée dans le cadre d'une thèse de Doctorat au laboratoire LTMGP de l'université A/MIRA - Bejaia [53]. Les quantités utilisées dans ce type de formulations sont représentées dans le tableau II.10.

Tableau II.10. Quantités utilisées dans la formulation du béton avec ajout du déchet BCR.

Désignation	Sable en Kg	Gravier 8/15+15/25 en Kg	Ciment en Kg	Eau en Kg	Déchet en Kg	Rapport déchet/ciment %
FBC	845.62	993.02	350	175	87.5	25

II.2.6. Confection et cure des éprouvettes

Dans cette étude, deux types d'éprouvettes sont utilisées à savoir : prismatiques de (7x7x28cm) et cylindriques de (16x32 cm).

Dans chaque type, certaines éprouvettes sont couvertes par du papier aluminium pour empêcher le contact avec l'air, d'autres éprouvettes laissées à l'air libre sont démoulées après 24 heures.

Une moyenne de 3 éprouvettes de béton et une poutre ont été admises pour chaque essai.

II.2.7. Composition des bétons

Deux types de formulations bétons ont été réalisés:

- ❖ Béton ordinaire dosé à 350 Kg/m³.

- ❖ Béton contaminé par le déchet BCR utilisé comme ajout.

Le tableau II.11 illustre les formulations des bétons confectionnés.

Tableau II.11. Composition des bétons

Désignation	Sable en (kg)	Gravier 8/15+15/25 en (kg)	Ciment en (kg)	Eau en (kg)	Déchet en (kg)	Rapport déchet/ciment (%)
FBC	845.62	993.02	350	175	87.5	25
FBO	845.62	993.02	350	175	0	0

II.2.7.1. Préparation des moules

Le béton est mis en œuvre dans des moules cylindriques 16 cm * 32cm, pour l'essai de la compression; ils sont de type métallique solide résistant à la déformation et vibration, réutilisables, avec des caractéristiques constantes pour chaque utilisation.

Les moules prismatiques de dimensions 7*7*28 cm³ possèdent un trou de chaque coté afin de pouvoir placer des plots pour permettre la mesure des variations dimensionnelles (retrait et ou / gonflement) des bétons. La figure II.7 illustre les types d'éprouvettes.

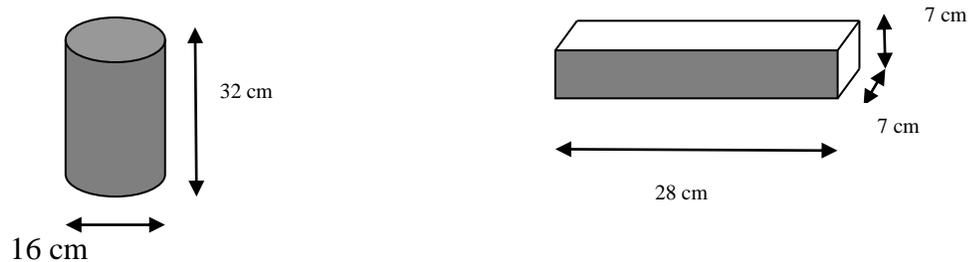


Figure II.7 : Eprouvettes cylindrique et prismatique en béton

II.2.7.2. Malaxage et réalisation du béton

La bétonnière utilisée est de type B.ALCO Top 1200, de capacité de 30 litres. Le principe de mise en œuvre commence par l'introduction tout d'abord de deux types de gravier suivi du sable et du ciment en second tour de malaxage et en dernier l'eau de gâchage est versée à plusieurs reprises. La durée de malaxage est de trois minutes.

Il est à signaler que pour la préparation du béton avec le déchet, la même procédure est utilisée sauf que le mélange, déchet et sable, est considéré comme une seule matière.

II.2.7.3. Mesure de l'affaissement

Pour chaque moitié de gâché confectionné, on mesure l'affaissement selon la norme NF EN 123650 [54], on humidifie le cône d'Abrams (surface intérieure) préalablement, le béton est introduit à l'intérieur du cône en trois couches de même hauteur d'ordre de 7cm,

et avec le bourroir on pique 25 fois chaque couche tout autour des coins vers le centre (le bourroir est vertical), la dernière couche est remplie avec excès, pilonnée puis rasée. Le cône est enlevé de manière à tirer vers le haut pendant une durée n'excédant pas cinq secondes.

Par définition, l'affaissement « A » est la différence de hauteur entre le cône plein du béton et l'échantillon affaissé (le point le plus élevé). Le résultat obtenu, montre que l'affaissement du béton ordinaire est d'ordre de 4 cm, par contre celui du béton avec ajout du déchet BCR est de 2 cm. La figure II.8 illustre l'affaissement du béton donné par le cône d'Abrams.

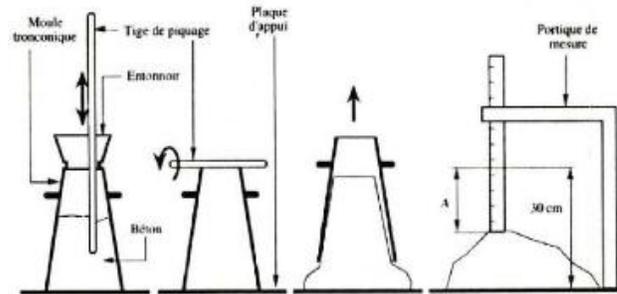


Figure II.8. Illustration d'affaissement du béton par le cône d'Abrams.

II.2.7.4. Coulage du béton

La mise en place du béton dans le moule se fait en deux couches égales. Pour les éprouvettes cylindrique et prismatique, on a utilisé le vibreur à aiguille comme moyen de vibration, les 2 couches sont vibrées jusqu'à l'arrêt d'apparition des bulles d'air à la surface de moulage.

II.2.7.5. Démoulage et cure

Selon NF En 13892 [55], Les éprouvettes sont démoulées au bout de 24h éventuellement au bout de 48h. On commence par l'enlèvement des visées de fixation (plots), ensuite on identifie les éprouvettes avec un marqueur permanent, on indique le numéro de l'essai. Afin d'assurer une dégradation chimique significative, les éprouvettes confectionnées ont été lixiviées dans différents milieux agressifs et non agressifs à savoir : acide, base, sulfate et eau déminéralisée. La figure II.9 illustre la forme cylindrique des éprouvettes en bétons confectionnées.



Figure II.9. Forme cylindrique d'éprouvettes en béton confectionnées.

II.3. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX

II.3.1. Propriétés des matériaux à l'état frais et à l'état durci

II.3.1.1. Détermination des propriétés physiques (l'humidité et masse volumique)

Le principe de la détermination de l'humidité consiste à sécher dans l'étuve à $103^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ un échantillon d'une masse connue de matériau humide (m_0) jusqu'à stabilisation de la masse (m_{0s}). L'évolution de la masse est suivie par pesée pendant plusieurs jours. On considère que le matériau est sec si la variation de la masse de l'échantillon est négligeable. L'humidité est déterminée par l'expression mathématique suivante (Eq.II. 4) :

$$\text{Humidité (\%)} = [(m_0 - m_{0s}) / m_0] * 100 \dots\dots\dots \text{Eq.II. 4}$$

La mesure de la masse volumique (ρ_s) des échantillons consiste à déterminer avec précision la masse m_1 du pycnomètre rempli d'eau, la masse m_2 de l'échantillon sec et la masse m_3 de la totalité du pycnomètre contenant l'échantillon rempli d'eau. La masse volumique de l'échantillon est donnée par l'expression mathématique suivante (Eq.II.5) :

$$\rho_s = [m_2 / (m_1 + m_2 - m_3)] * \rho_w \dots\dots\dots \text{Eq.II.5}$$

Avec :

$$\rho_w : \text{masse volumique de l'eau } 1000 \text{ kg/m}^3$$

III.3.1.2. Détermination du temps de début et de fin de prise des matériaux stabilisés / solidifiés

Les temps de début et de fin de prise sont mesurés à l'aide de l'appareil de Vicat (Figure II.10) suivant la norme NF EN 196-3, afin d'étudier l'influence de l'ajout du déchet sur le comportement des échantillons stabilisés/solidifiés [56]. L'appareil est composé d'une tige mobile verticale pesant 300 g et prolongée d'une aiguille de section 1 mm^2 . L'aiguille est enfoncée à intervalles de temps réguliers dans un moule tronconique de 4 cm de hauteur contenant 80 ml de pâte. On dit qu'il y a début de prise lorsque l'aiguille n'est plus capable de transpercer la totalité de la pâte, mais s'arrête à $4 \pm 1 \text{ mm}$ du fond du moule. Le temps de fin de prise est le temps au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce que de 0,5 mm dans l'éprouvette. Trois essais simultanés à l'aiguille Vicat ont été réalisés sur chaque mortier de ciment étudié.



Figure II.10. Appareil de Vicat.

II.3.1.3. Détermination des résistances mécaniques des matériaux stabilisés /solidifiés

Les résistances mécaniques à la compression et à la flexion pour les mortiers sont réalisées sur une presse hydraulique de type Controls 65-L11M2 (Figure II.11). Par contre, pour les bétons, elles sont réalisées sur une presse à béton (figure II.12).



Figure II.11. Presse pour mortier



Figure II.12. Presse pour béton

II.3.1.4. Détermination du retrait et du gonflement

Les déformations du retrait endogène ont été mesurées grâce à un rétractomètre (Figure II.13) et (Figure II.14) sur des éprouvettes prismatiques de dimensions $4 \times 4 \times 16$ et $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$, placées dans une salle climatisée à $23 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ et à 50 % d'humidité relative selon la norme NF P 15-433 [57]. Les moules utilisés sont équipés de plots de retrait. Il s'agit de suivre l'évolution des variations dimensionnelles et pondérales des éprouvettes placées à l'abri de l'air (les éprouvettes sont protégées avec un papier aluminium autocollant pour éviter leurs séchages). Après démoulage (à 24 heures), les mesures du retrait endogène sont effectuées à des échéances très courtes au début, la périodicité de mesure augmente ensuite.

Pour la mesure des déformations du gonflement, le même protocole expérimental est utilisé, en émergeant les éprouvettes dans l'eau distillée (une ambiance saturée) dans un rapport Liquide/Solide égal à 10. La solution est renouvelée pour chaque échéance de

mesure ainsi nous suivons le relargage des espèces chimiques pour chaque solution récupérée.



Figure II.13. Rétractomètre à mortier



Figure II.14. Rétractomètre à béton

II.3.1.5. Préparation mécanique des matériaux bruts et S/S

La préparation mécanique des matériaux, selon la loi de Richards, conduit à l'obtention des poudres très fines représentatives (<100 μm) prêtes pour les différentes analyses physico-chimiques selon l'équation (Eq II.3).

$$Q \geq k * d^2 \quad \text{avec} \quad \begin{cases} m \leq (Q_i / k * d^2) \\ M = 2^n \end{cases} \quad \dots\dots\dots \text{Eq II.6}$$

Avec:

- Q_i : masse de l'échantillon (tamisât) en (kg);
- d : diamètre du plus gros grain en (mm) ;
- K : coefficient de répartition de la minéralisation ($k=0.1$ si l'échantillon est considéré homogène et $k= 0.5$ dans le cas ou l'échantillon est considéré hétérogène) ;
- n : nombre de quartage.

II.3.1.6. Analyse des matériaux par Diffraction des Rayons X (DRX) [58]

La méthode générale consiste à bombarder le matériau par un faisceau de rayons X monochromatique et parallèle de longueur d'onde 1,54051 \AA , produit par une anticathode de cuivre et 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 (Figures II.15). 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 mesuré par le déplacement du compteur sera donc de 2θ . Cela a pour conséquence la production d'un spectre continu sur

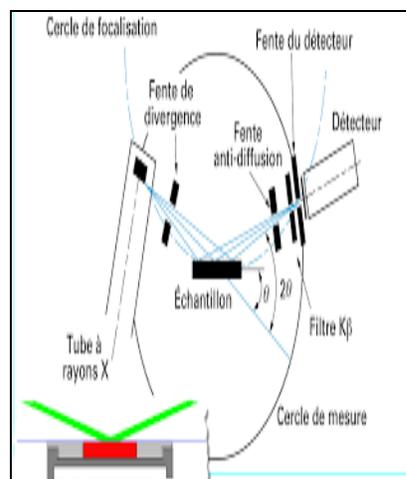
lequel se détachent les raies caractéristiques de l'échantillon analysé.

La condition d'existence des raies de diffractions est traduite par la loi de Bragg (Eq.III.4) :

$$n \lambda = 2d \sin\theta \dots\dots\dots \text{Eq.II.7}$$

Avec :

- n : l'ordre de la diffraction ;
- d : distance inter réticulaire séparant deux plans diffractant de même famille ;
- λ : longueur d'onde du rayonnement diffracté ;
- θ : est l'angle entre le faisceau incident.



Figures II.15. Appareillage pour analyse des matériaux par Diffraction des Rayons X

II.3.1.6. Analyse Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF) [59]

L'utilisation de la DRX permet d'étudier les principales phases minérales cristallisées présentes dans la matrice mais ne donne aucune information concernant les phases amorphes présentes dans le matériau. L'analyse des matériaux par IRTF peut permettre d'accéder à des informations concernant les phases amorphes. La spectrométrie infrarouge à transformé de fourrier est une méthode d'analyse non destructive pour l'échantillon, elle est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet, à travers la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau.

Lorsque la longueur d'onde (énergie) apportée par le faisceau lumineux est voisine de l'énergie de vibration de la molécule, cette dernière va absorber le rayonnement et on enregistrera une diminution de l'intensité réfléchié ou transmise. Le domaine infrarouge

entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} ($2.5 - 25\ \mu\text{m}$) correspond au domaine d'énergie de vibration des molécules.

Toutes les vibrations ne donnent pas lieu à une absorption. Cela va dépendre aussi de la géométrie de la molécule et en particulier de sa symétrie. Pour une géométrie donnée on peut déterminer les modes de vibration actifs en infrarouge grâce à la théorie de groupes. La position de ces bandes d'absorption va dépendre en particulier de la différence d'électronégativité des atomes et de leur masse. Par conséquent à un matériau de composition chimique et de structure donnée va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau.

L'analyse s'effectue sur des pastilles de KBr (300 mg de KBr et 5 mg du matériau finement broyé) à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement infrarouge et mesure les longueurs d'ondes auxquelles le matériau absorbe les intensités d'absorption. La figure III.6 décrit le schéma d'un spectromètre à transformée de Fourier.

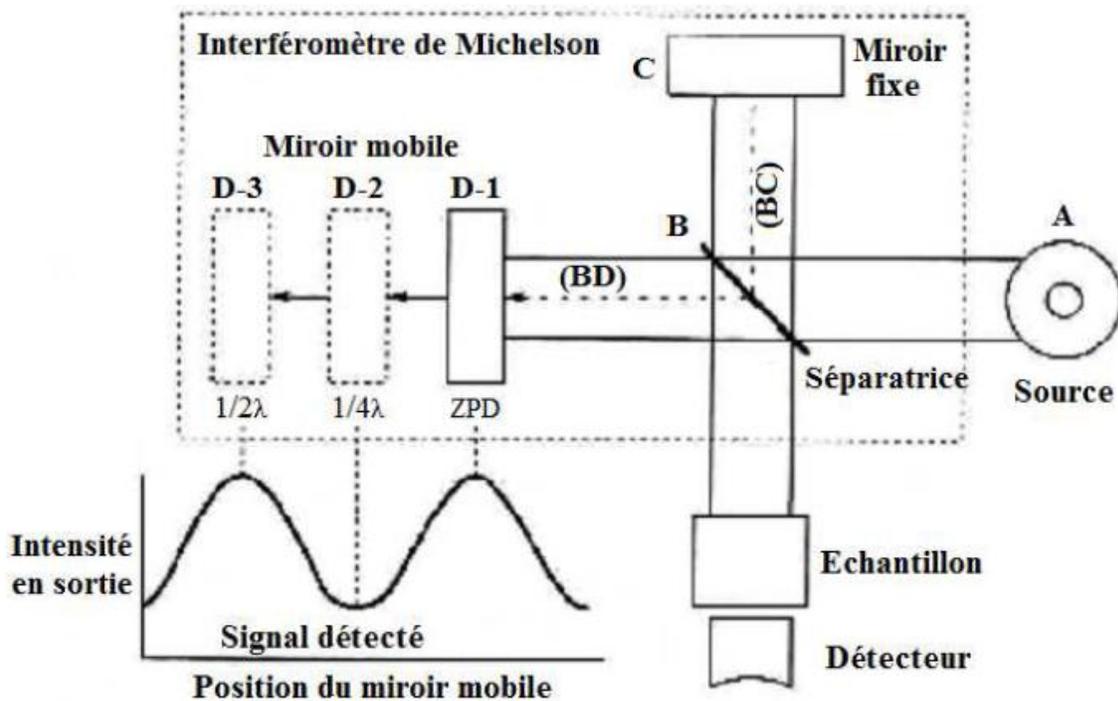


Figure II.16. Schéma d'un interféromètre expliquant le principe d'analyse par l'infrarouge.

a) Principe

Le faisceau infrarouge provenant de la source « A » est dirigé vers l'interféromètre de Michelson qui va moduler chaque longueur d'onde du faisceau à une fréquence différente. Dans l'interféromètre le faisceau lumineux arrive sur la séparatrice. La moitié du faisceau est alors dirigée sur le miroir fixe, le reste passe à travers la séparatrice et est dirigé sur le miroir mobile. Quand les deux faisceaux se recombinent, des interférences destructives ou constructives apparaissent en fonction de la position du miroir mobile. Le faisceau modulé est alors réfléchi des deux miroirs vers l'échantillon, où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur pour être transformé en signal électrique. Le signal du détecteur apparaît comme un interférogramme, c'est à dire une signature de l'intensité en fonction de la position du miroir. L'interférogramme est la somme de toutes les fréquences du faisceau. Cet interférogramme est ensuite converti en un spectre infrarouge par une opération mathématique appelée transformée de Fourier puis traité avec le logiciel « IR solution ».

II.3.1.7. Analyse thermogravimétrique ATG

L'ATG est une technique d'analyse thermique qui consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon exposé à un régime de montée en température dans une atmosphère contrôlée [60]. Dans notre cas, cette technique d'analyse est utilisée pour étudier l'influence de l'ajout des déchets sur la quantité des phases formées lors d'hydratation et sur le degré d'hydratation des matériaux d'études.

L'appareil utilisé dans notre étude est de marque SETARAM de type TG-DTA 92. Il se compose d'une enceinte étanche permettant de contrôler l'atmosphère de l'échantillon, d'un four permettant de gérer la température, d'une microbalance, d'un thermocouple pour mesurer la température et d'un ordinateur permettant d'enregistrer les données (Figure II.17).

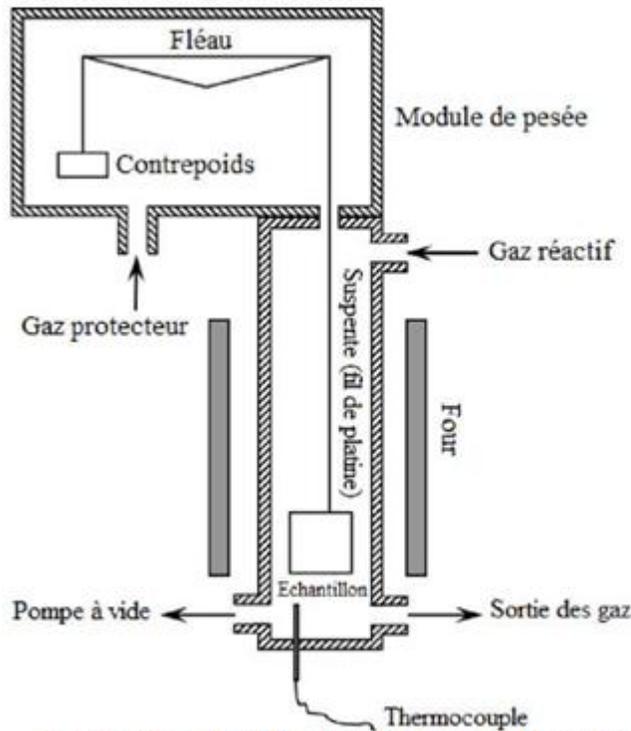


Figure II.17 schéma de base d'appareil d'ATG

II.4. TESTS DE LIXIVIATION

III.4.1. Test de Lixiviation sur Monolithe (TLM) [61-62]

En ce qui concerne ce test, 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 (Figure II.18). Les lixivants utilisés sont l'eau déminéralisée (cas du milieu neutre) et une solution sulfatée de 5% de Na_2SO_4 (équivalent à 33.8 g/L de SO_4^{2-} . Soit une concentration de 0.352 mol/L) [63-64].

A chaque renouvellement de la solution de lixiviation, le ratio Liquide/Surface (L/S_f) est maintenu constant égale à $10 \text{ cm}^3/\text{cm}^2$. Les cubes monolithiques, soumis à la lixiviation, sont obtenus par tronçonnage à sec des éprouvettes de 80 mm x 80 mm x 210 mm de manière à obtenir des cubes d'arêtes de 4 cm. Après dépoussiérage, la masse de l'éprouvette est relevée et ses dimensions sont mesurées avec soin de telle sorte à pouvoir calculer aussi précisément que possible sa surface et son volume. Les flacons en verre sont fermés avec soin par un bouchon muni d'un joint téflon afin d'éviter l'évaporation des solutions et l'entrée d'air (contenant le CO_2) qui entraîne différents processus physico-chimiques telle

que la carbonatation des matrices solides; ce qui perturbe le test de lixiviation.

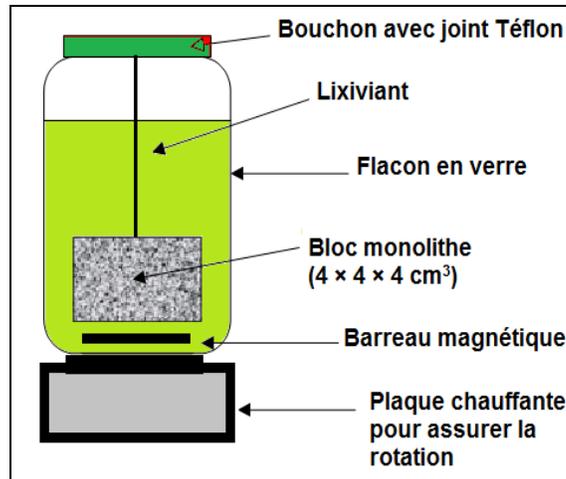


Figure II.18. Procédé du test de lixiviation sur bloc monolithique [65].

L'expérience est réalisée à température ambiante ($23 \pm 1^\circ\text{C}$) et à l'abri de la lumière. Pour chaque matériau, le test a été réalisé en duplicata afin d'observer la reproductibilité des résultats. Le rythme de changement des solutions est imposé par les temps de contact matrice/solution de 6 h, 18 h, 1j, 2 j, 5 j, 7 j, 20 j et 28 jours. Soit un total de 64 jours de lixiviation continu. Cette durée est l'équivalent de 96 ans de lixiviation. On obtient ainsi huit solutions de lixiviation à caractériser (détermination des paramètres physico-chimiques et la composition chimique élémentaire). Après chaque séquence de contact les blocs monolithiques sont soigneusement égouttés et réintroduits dans les éprouvettes de lixiviation avec renouvellement du volume de lixiviant. Les résultats du test TLM sont les paramètres chimiques de pH et les flux de relargage des espèces chimiques suivies. Ces résultats sont présentés graphiquement en fonction du temps du contact.

II.5. CONCLUSION

Les diverses phases expérimentales présentées dans cette partie ont pour buts d'évaluer : la composition élémentaire, les propriétés physiques et mécaniques des formulations étudiées, les éléments contrôlant le relargage des espèces chimiques suivies, l'efficacité du procédé de Stabilisation / Solidification et la dégradation chimique des matériaux stabilisés / solidifiés. Ces essais ont été réalisés sur deux types de formulation (des bétons et des mortiers à base de ciment) et pour une quantité de déchets ajoutée optimisée à 25%.

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

Chapitre III

Résultats et discussion

CHAPITRE III.

RESULTATS ET DISCUSSION

Dans ce chapitre, nous exposerons les résultats obtenus lors de l'étude expérimentale effectuée sur le déchet de l'unité BCR, les matériaux cimentaires témoins (sans l'ajout de déchets) et d'autres contenantants 25% en quantité de déchets.

III.1. CARACTERISATION DU DECHET DE L'UNITE BCR

Le déchet de l'unité BCR, présenté sous forme de poudre en figure III.1, a été caractérisé par différentes techniques d'analyses afin de déterminer ces caractéristiques physico-chimiques, de prédire son impact polluant sur l'environnement et de se prononcer sur son admission ou non au centre de stockage des déchets dangereux.



Figure III. 1. Déchet de l'unité BCR présenté sous forme de poudre après broyage

Les résultats de caractérisation chimique élémentaire, déterminés par la technique ou méthode d'absorption atomique « SAA », obtenus pour le déchet brut de l'unité BCR-Algérie sont illustrés dans le tableau III.1.

Tableau III. 1. Composition chimique élémentaire du déchet de l'unité BCR obtenue par l'eau régale.

El	Concentration en (mg/L)	Concentration en (mg/kg)
N	610.7	348.9
P	289.9	165.6
C	53.01	30.29
C	0.079	0.045
Z	< Limite de détection	< Limite de détection
F	1.079	0.616
M	N'est pas détecté	N'est pas détecté
N	1.026	0.586
C	1532	875.4
K	N'est pas détecté	N'est pas détecté
A	7.684	4.391
Cl	184.6	105.5

Les résultats de caractérisation consignés dans le tableau 1 sont assez proches de ceux publiés dans des revues bibliographiques [53]. Nous n'avons constaté que la concentration moyenne des métaux lourds à savoir : le nickel, le chrome et le plomb qui est très importante et dépasse de très loin les normes exigées par la réglementation en vigueur (50 mg/kg pour le Nickel, le Plomb et le chrome trivalent) [16]. Les techniques DRX, ATG-ATD et IR sont les principales moyens de comprendre l'état de coalescence des métaux lourds dans les matrices cimentaires. Les résultats de DRX obtenus sur le déchet brut sont illustrés sur la figure III.2.

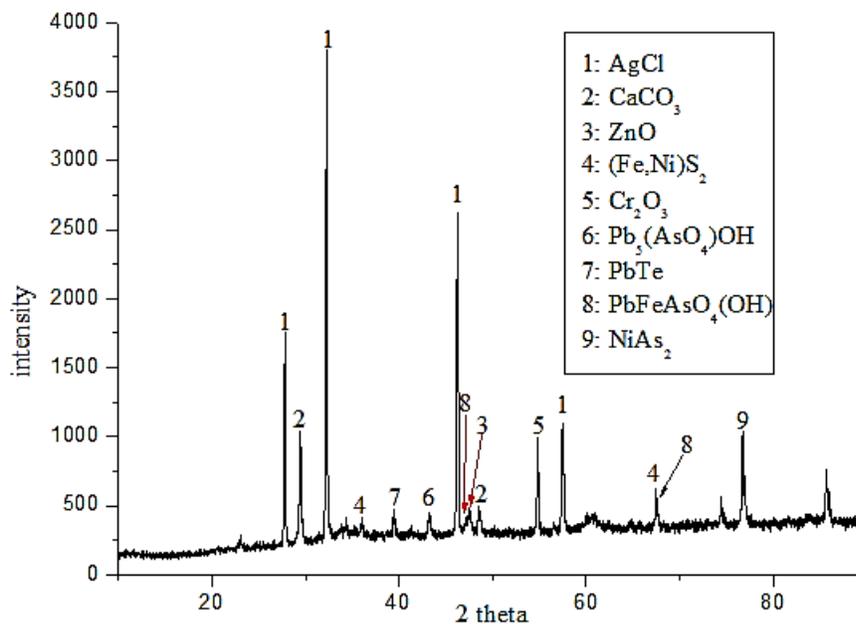


Figure III.2. Spectre DRX du déchet brut.

Nous constatons que tout le spectre obtenu présente une série de pic de diffraction bien définie qui correspond à des phases bien cristallisées, et un bruit de fond dont la forme indique la présence des phases males cristallisées et/ou des phases amorphes.

Le spectrogramme obtenu lors de cette caractérisation minéralogique montre la présence de phases complexes, comme illustré sur la figure III.2, contenant des métaux lourds tels que le nickel, le plomb et le chrome.

Les phases minéralogiques cristallisées sont détectées à des valeurs d'angle de diffraction différentes à savoir: 1 : AgCl ($2\theta = 27.831^\circ, 32.244^\circ, 46.234^\circ$ et $57,480^\circ$), 2 : CaCO₃ ($2\theta = 29.400^\circ$ et 48.505°), 3 : ZnO ($2\theta = 47.569^\circ$), 4 : (Fe, Ni)S₂ ($2\theta = 36.041^\circ$ et 67.307°), 5 : Cr₂O₃ ($2\theta = 54.865^\circ$), 6 : Pb₅(AsO₄)OH ($2\theta = 43.254^\circ$), 7 : PbTe ($2\theta = 39.411^\circ$), 8 : PbFeAsO₄(OH) ($2\theta = 46.209^\circ$ et 67.779°) et 9 : NiAs₂ ($2\theta = 76.736^\circ$).

Pour mieux confirmer ces résultats, des analyses complémentaires ont été effectuées (ATG-ATD et IR).

III.1.1. Analyses thermogravimétrique et différentielle (ATG-ATD)

L'analyse thermique a pour objet la caractérisation des matériaux par l'étude de leurs propriétés ou changement d'état en fonction de la température et du temps. Les différentes techniques thermiques utilisées dans cette étude sont la thermogravimétrie (ATG) et sa dérivée (ATD).

La thermogravimétrie est une étude quantitative qui consiste à suivre l'évolution de la masse d'un matériau en fonction de la température sous atmosphère contrôlée.

La dérivée de la thermogravimétrie (ATD) consiste à suivre la vitesse de dégradation des échantillons en fonction de la température.

Les analyses ATG-ATD ont été réalisées, sous atmosphère d'azote, dans un domaine de température allant de la température ambiante jusqu'à 900°C à l'aide d'un microanalyseur de marque NETZCH STA 409 disponible à l'université A/Mira de Bejaia. Le thermogramme obtenu du déchet est représenté sur la figure III.3 :

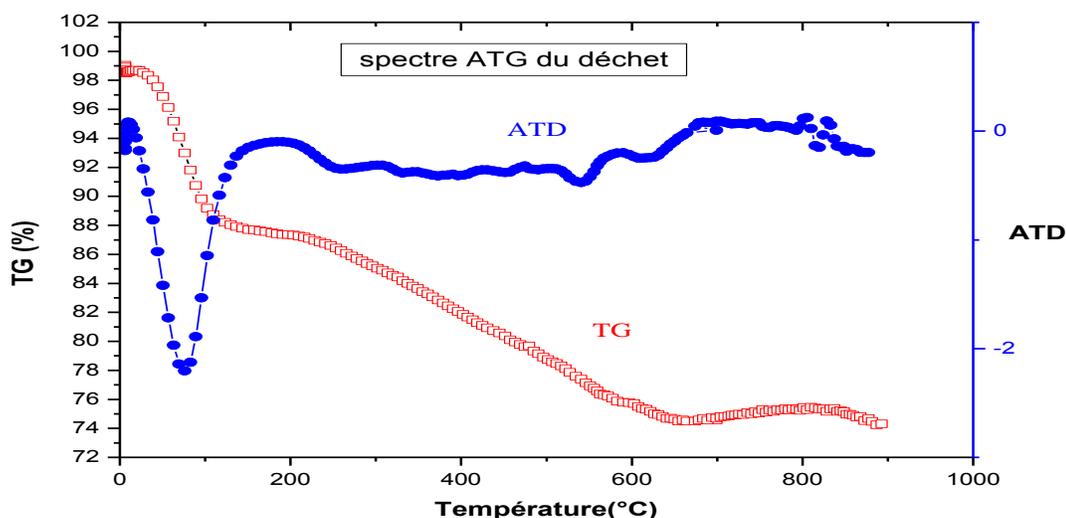


Figure III. 3. Analyses thermogravimétrique et différentielle du déchet de l'unité BCR.

Les résultats illustrés sur le thermogravimètre montrent :

- 1) Le premier effet thermique se manifeste par un pic endothermique entre 50°C et 150 °C, le maximum de pic se trouve approximativement à 90°C et correspond principalement à la vaporisation de l'eau libre (l'eau de surface);

2) Le second phénomène matérialisé par un pic endothermique qui se situe entre 200 °C et 300°C et qui correspond à la déshydroxylation du plomb, ceci confirme les résultats obtenus par la DRX ;

3) Un troisième phénomène endothermique observé correspond à la décomposition des carbonates principalement les carbonates de calcium, qui se produit entre 520°C et 680°C, selon la réaction suivante : $CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$. La température théorique dans le cas de calcium est de 725 °C mais le pic peut s'étaler entre 680 °C et 1000°C.

4) La première perte de masse de 25°C à 100°C est de 9.49 % et correspond à la déshydratation (départ de l'eau libre) ;

5) La deuxième perte de masse entre 220 °C et 650°C est de 13.4 %, cette forte perte de masse est attribuée à la déshydroxylation du plomb qui est accompagnée par deux pics endothermiques qui apparaissent respectivement à des températures de 240°C et de 540°C, au départ de l'eau contenue dans les pores et à la disparition des matières organiques.

III.1.2. Analyse Infrarouge (IR)

La technique IR nous apporte des réponses complémentaires intéressantes suite à l'analyse par DRX. L'identification des différentes bandes d'adsorption a été réalisée à l'aide des tables de vibration [66].

L'analyse par spectrométrie IR révèle différentes bandes de vibration de déformation et d'élongation de déchet réel. Les résultats obtenus sont illustrés sur la figure III.4 et dans le tableau III.2.

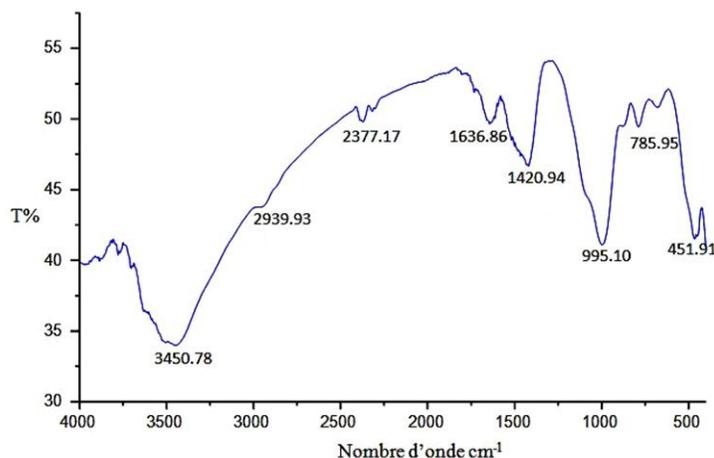


Figure III.4. Spectre infrarouge du déchet réel de l'unité BCR.

Tableau III.2. Bandes identifiées par IR du déchet brut réel

Fonction	Bande d'absorption cm^{-1}	Remarque
N-H	3450,48	Vibration de déformation d'une bande moyenne (N-H)
	1636,86	Vibration d'élongation d'une bande faible de (N-H)
C-H	2377,17	Vibration de déformation d'une bande faible (C-H)
Polluant organique	2939,93	Vibration de déformation d'une bande faible de polluants organiques
O-Métal	785,95	Vibration d'élongation d'une bande moyenne de (O-M)
O-H	1420,94	Vibration d'élongation d'une bande moyenne de (O-H)
O-Métal	451,91	Vibration de déformation d'une bande faible (O-M)

D'après les spectres IR, nous observons la présence des bandes correspondant à la vibration de la liaison O-H, cette liaison peut provenir de l'eau de surface (l'eau libre) et/ou de l'eau chimiosorbée. Des bandes larges de type Métal-Oxygène (M-O) ont été observées, ceci reflète la présence des métaux lourds et confirme les résultats de DRX et ATG-ATD. Nous constatons aussi l'apparition de la bande caractéristique des polluants organiques.

A travers cette caractérisation (chimique et minéralogique) du déchet brut de l'unité BCR, on conclut que ce déchet est classé comme un déchet dangereux et ultime dû à la présence des métaux lourds en grande proportion. A cet effet, le déchet de l'unité B.C.R. doit subir un traitement de Stabilisation/Solidification par les liants hydrauliques afin de diminuer son caractère polluant nocif.

III.2. CARACTERISATION DES MATERIAUX SOLIDIFIES/STABILISES

Le déchet de l'unité BCR a été Stabilisé/Solidifié par des mortiers et des bétons pour réduire son impact environnemental nocif. Les matériaux obtenus ont subis un tas de tests à l'état frais et à l'état durci afin d'étudier l'influence de l'ajout du déchet sur les différentes propriétés des matériaux cimentaires. Les résultats obtenus sont présentés dans ce qui suit.

III.2.1. Temps de prise des mortiers de ciment

Les temps de début et de fin de prise des mortiers (matériau témoin et matériau contenant du 25% du déchet par rapport au poids du ciment) ont été mesurés. Les résultats obtenus sont illustrés sur la figure III.5.

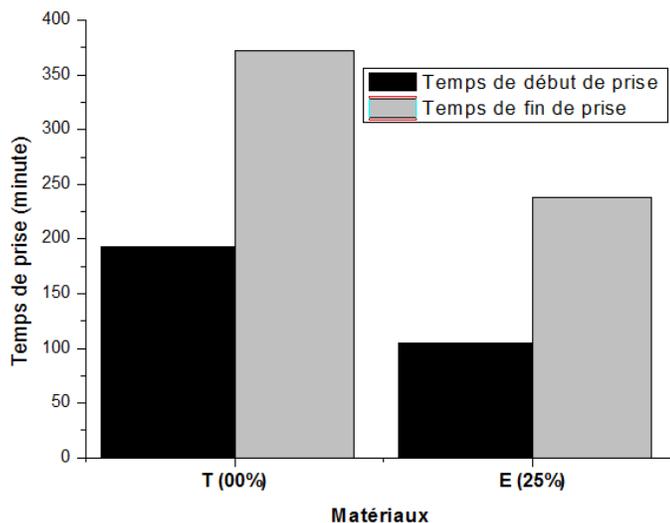


Figure III.5. Effet du déchet réel sur le temps de prise des mortiers à ciment.

D'après les résultats illustrés dans la figure III.5, il apparaît que l'ajout du déchet au matériaux cimentaires accélère le processus de prise du ciment par rapport à l'échantillon témoin, ceci est due à la grande quantité du chrome, du nickel et de calcium contenue dans le déchet, car ces deux derniers contribuent à la formation de nouveaux composés qui accélèrent l'hydratation et la prise du ciment. Aussi, il peut être provoqué par l'absorption de déchet d'une certaine quantité d'eau nécessaire pour l'hydratation qui favorise la formation de la portlandite, responsable en grande partie de la solidité du matériau, au sein du déchet vue sa richesse en calcium.

III.2.2. Influence de l'ajout du déchet sur le retrait total et le retrait endogène des matériaux stabilisés / solidifiés

Les résultats du retrait endogène (sans échange avec le milieu environnant) et du retrait total (avec échange avec le milieu environnant) des formulations de mortiers et de bétons sont présentés dans les figures III.6 et III.7.

On observe que, quelque que soit la nature de la formulation, les courbes du retrait présentent approximativement la même allure et manifestent le même comportement le long de la durée d'essai. Lors de l'évolution des déformations du retrait, on peut distinguer deux paliers: dans le premier, le retrait continue son augmentation jusqu'à l'âge de 28 jours et puis dans le deuxième, l'évolution se stabilise quelque soit l'âge du matériau suivi.

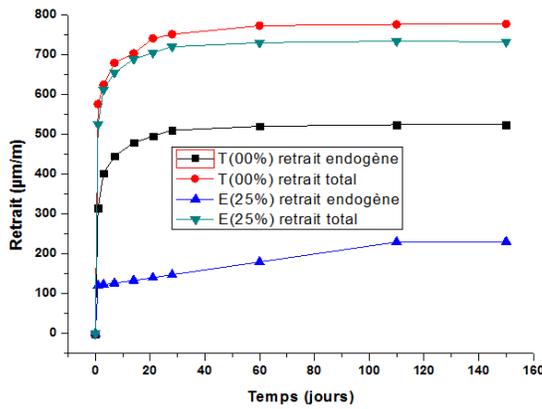


Figure III.6. Influence de l'ajout du déchet sur le retrait total et endogène des mortiers pour les formulations T (00%) et E (25%)

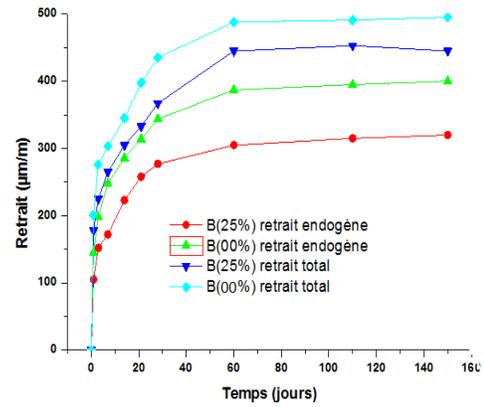


Figure III.7. Influence de l'ajout du déchet sur le retrait total et endogène des bétons pour les formulations B (00%) et B (25%)

Les figures III.6 et III.7 montrent que les formulations contenant du déchet développent un retrait (endogène et total) faible que celui développé par les échantillons témoins à l'âge de 150 jours. Une étude comparative a permis de mettre en évidence que les amplitudes des déformations obtenues à 28 jours pour les deux types de formulations contenant de déchet, présentent des retraits endogènes faibles par rapport aux retraits enregistrés pour les matériaux témoins (sans l'ajout du déchet). Cependant, ceci peut être expliqué par le fait que l'ajout du déchet dans le mélange diminue la réactivité du ciment avec l'eau et induit la formation des gros pores capillaires. Cette très grande porosité capillaire force la formation des ménisques d'interface faiblement courbés et engendre de faibles dépressions capillaires. Cette dernière provoque une compression dans le squelette solide de la formulation, et par conséquent on aura moins de retrait c'est-à-dire plus le rayon du pore est important, plus l'angle de mouillage s'accroît, ce qui résulte en une faible dépression et par conséquent un faible retrait.

Il est montré sur les figures III.6 et III.7 que les bétons développent moins de retrait que les formulations de mortier, ceci peut être expliqué par le fait que l'ajout des granulats dans les bétons absorbe une quantité d'eau supplémentaire, ce qui en résulte à un retrait faible que dans les mortiers. Il a été observé que le retrait total est plus important que le retrait endogène ceci est dû à l'évaporation de l'eau qui est dans les réseaux poreux dû à l'effet de température (échange avec le milieu environnant). A partir de 28 jours d'âge, le retrait se stabilise du fait que la réaction d'hydratation s'arrête lorsque la teneur en eau dans le réseau poreux baisse à un certain seuil. Il a été observé que le taux de retrait dans notre étude est plus faible qu'à ceux observés dans la thèse [53], ceci montre que le type de

ciment influe sur le taux de retrait (dans la récente étude le ciment CPJ a été utilisé. Par contre, dans l'étude de Belebchouche. Le ciment utilisé est le CPA).

On conclut que l'ajout du déchet de l'unité BCR dans les matrices cimentaires diminue le taux de retrait ce qui est considéré comme un gain avantageux limitant la fissuration des blocs après leurs durcissements avant de les mettre dans les centres de stockage des déchets ultimes.

III.2.3. Influence de l'ajout du déchet sur le gonflement des matériaux stabilisés / solidifiés

L'évolution du gonflement en fonction du temps, pendant une période de 150 jours, est présentée sur la figure III.8 pour les formulations étudiées. Les mesures du gonflement ont été effectuées sur des éprouvettes de $4 \times 4 \times 16 \text{ cm}^3$ et de $7 \times 7 \times 28 \text{ cm}^3$, dans la cimenterie d'Ain El Kebira, où les conditions de travail sont : $T = 23^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ et une humidité relative de 100%.

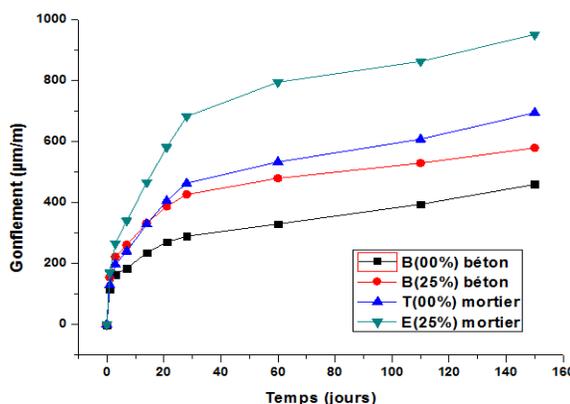


Figure III.8. Influence de l'ajout du déchet sur le gonflement des bétons et des mortiers.

D'après la figure III.8, le taux de gonflement des matériaux suivis prend la même allure pour les deux types de formulations, Cela montre que l'ajout du granulat (gravier) sable n'a aucune influence sur le gonflement. Les courbes, illustrées en figure III.8, montrent que le gonflement est d'autant plus important dans les matériaux contenant du déchet. Ceci peut être expliqué comme suit :

L'augmentation de la quantité du déchet dans les mélanges perturbe et empêche l'hydratation complète de tous les grains de ciment anhydre et contribue à l'augmentation de la porosité du matériau après son durcissement. En milieu saturé d'eau, le gel de C-S-H absorbe facilement l'eau, les grains de ciment restés anhydre, réagissent avec l'eau

absorbée, contribuent à la formation d'aiguilles d'étringite et des gros cristaux de portlandite et engendrent une poussée cristalline qui se traduit par un gonflement.

Nous avons observé que le taux de gonflement des bétons est plus faible par rapport à celui observé dans les mortiers, ceci peut être expliqué par le fait que l'ajout des granulats (graviers) diminue la porosité et la perméabilité du béton et par conséquent on aura moins de gonflement.

D'après les résultats des essais de gonflement, on constate que la mise en contact des matériaux cimentaires contenant du déchet avec l'eau augmentent le taux du gonflement et peuvent induire la lixiviation en quantités très importantes des métaux toxiques vers le milieu environnant. A cet effet, pour remédier à cette problématique, le recours aux tests de lixiviation est inévitable pour assurer une bonne évaluation du procédé de stabilisation / solidification par les liants hydrauliques.

III.2.4. Etude de relargage des espèces polluantes (Ni^{2+} , Pb^{2+} et Cr^{3+}) lors du test de gonflement

Le relargage des espèces polluantes a été suivi lors des essais de gonflement afin d'étudier l'influence du taux de gonflement sur la quantité libérée du Nickel, Plomb et Chrome. Les résultats obtenus sont illustrés sur les figures III.9 et III.10.

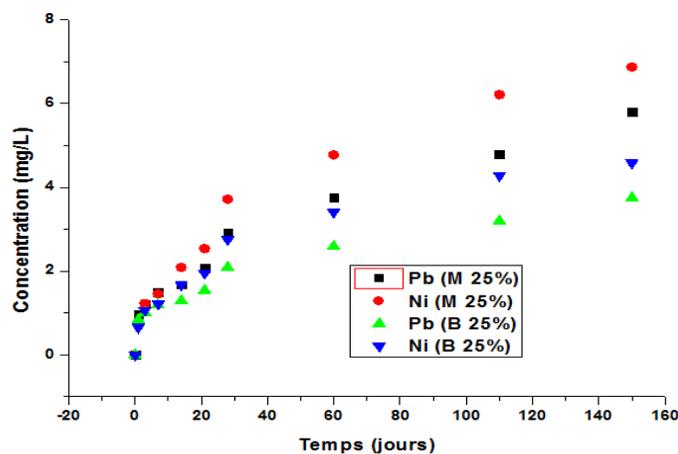


Figure III.9. Evolution des quantités relarguées du Ni^{2+} et Pb^{2+} en fonction du temps lors du test de gonflement.

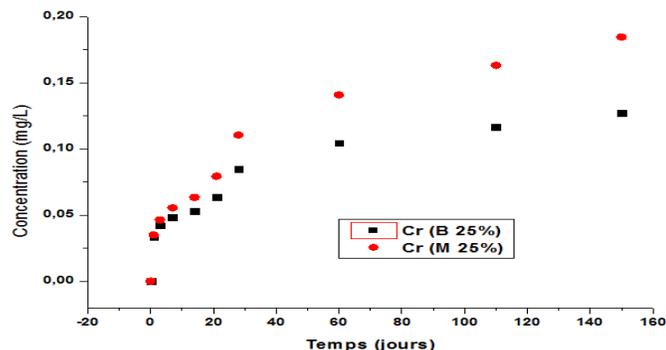


Figure III.10. Evolution des quantités relarguées du Cr^{3+} en fonction du temps lors du test de gonflement.

Le relargage des espèces polluantes a été suivi lors des essais de gonflement afin d'étudier l'influence des taux de déformation sur la quantité relarguée des espèces polluantes.

Une libération des métaux lourds a été observée lors de la mise en contact des éprouvettes avec l'eau déminéralisée, ceci est dû aux gradients de concentration entre la solution de lixiviation peu chargée et la basicité du matériau, créant ainsi un transfert d'ions par diffusion.

Les matériaux sains (sans l'ajout de déchet) ne présentent aucun relargage des métaux lourds, ceci confirme l'indisponibilité de ces métaux à l'intérieur dans ces matrices cimentaires.

Il a été observé une augmentation des concentrations des éléments suivis dans les solutions de conservations en fonctions du temps, ceci peut être attribué au taux de déformation (gonflement).

L'augmentation du taux de gonflement engendre une grande porosité conduisant ainsi à l'augmentation de la surface d'échange qui provoque une libération des métaux liés (destruction et dissolution des phases cristallisées) et libres (disponibles vue la quantité importante du déchet dans le matériau) favorisant ainsi leurs diffusion en grande quantité dans les solutions de conservation.

Il a été observé que les concentrations moyennes des métaux libérés à partir de la formulation du mortier est plus importante que celle libérée à partir de la formulation de béton, cela peut être dû à l'ajout des granulats (gravier) qui jouent un rôle important dans la réduction de la porosité du matériau.

III.2.5. Résistance mécanique des matériaux stabilisés/solidifiés

Les résistances à la traction et à la compression, des formulations confectionnées, ont été suivies à 7 jours et à 28 jours de cure. Les figures III.11 et III.12 représentent l'évolution des résistances mécaniques des formulations confectionnées.

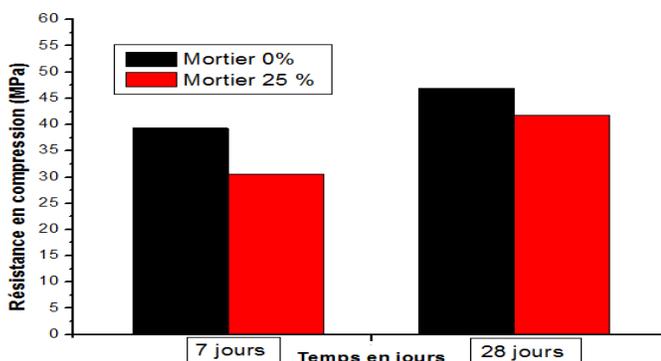


Figure III.11. Résistance à la compression des mortiers

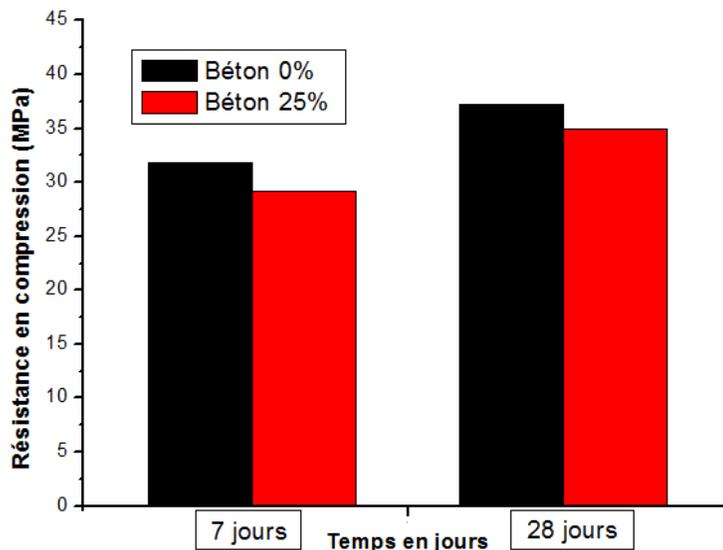


Figure III.12. Résistance à la compression des bétons

Il a été observé que la résistance des matériaux confectionnés (mortiers et bétons) à 28 jours de cure est supérieure à celle de 7 jours, ceci est dû à l'évolution des réactions d'hydratation au cours du temps. Cette observation est commune dans les études et les expériences relatives à la résistance du béton ou de la pâte de ciment rapportées dans la littérature [53].

Les résistances mécaniques des matériaux S/S sont supérieures à celle recommandée par la norme XP X 31-212 (1 MPa pour la résistance en compression et 0.1 MPa pour la résistance à la traction). Les résultats obtenus montrent que les mortiers présentent des

résistances meilleures que celles présentées par les bétons (Figures III.11 et 12), cela est dû probablement à la granularité (angularité) du gravier qui participe à l'augmentation du taux réduction de la porosité, diminuant ainsi la résistance des bétons.

Il a été observé que les matériaux témoins (sans l'ajout du déchet) présentent des résistances élevées à 7 et à 28 jours de cure par rapport aux matériaux dopés par le déchet. Pour les matériaux dopés par le déchet, on observe une chute de résistance qui est due à :

(i) Le déchet n'a pas une activité pouzzolanique ou a une faible réactivité importante que le ciment ;

(ii) l'absorption de déchet d'une certaine quantité d'eau nécessaire pour l'hydratation.

Pour confirmer ces résultats des analyses ATG-ATD ont été effectuées afin d'étudier l'influence de l'ajout du déchet sur la quantité des hydrates formés lors l'hydratation du ciment.

III.2.6. Influence de l'ajout du déchet sur la quantité des hydrates formés lors l'hydratation du ciment

Les résultats des essais d'analyse thermogravimétrique effectués sur les matériaux sains (sans l'ajout du déchet) et sur ceux dopés par le déchet sont présentés sur les figures III.13, III.14, III.15 et III.16.

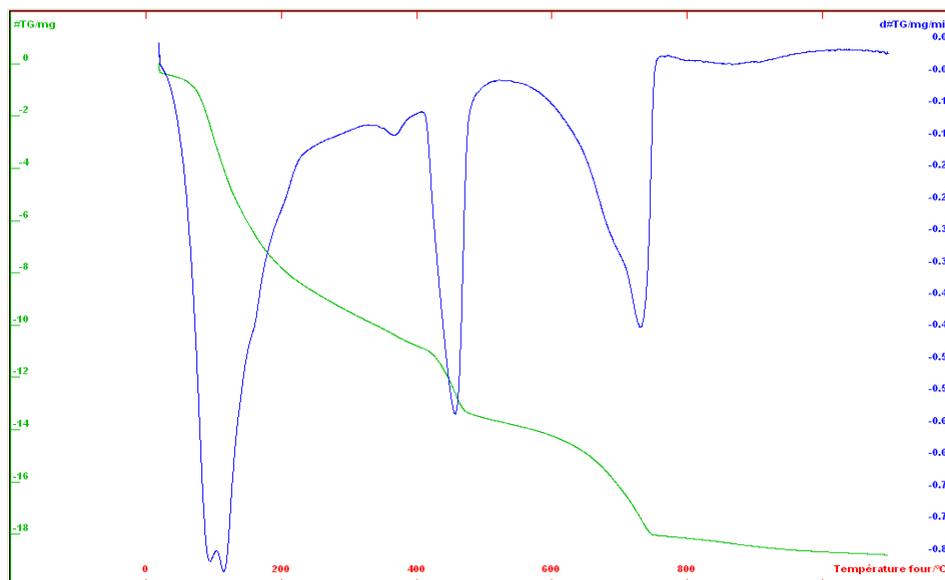


Figure III.13. ATG-DTG de la formulation béton B (00%).

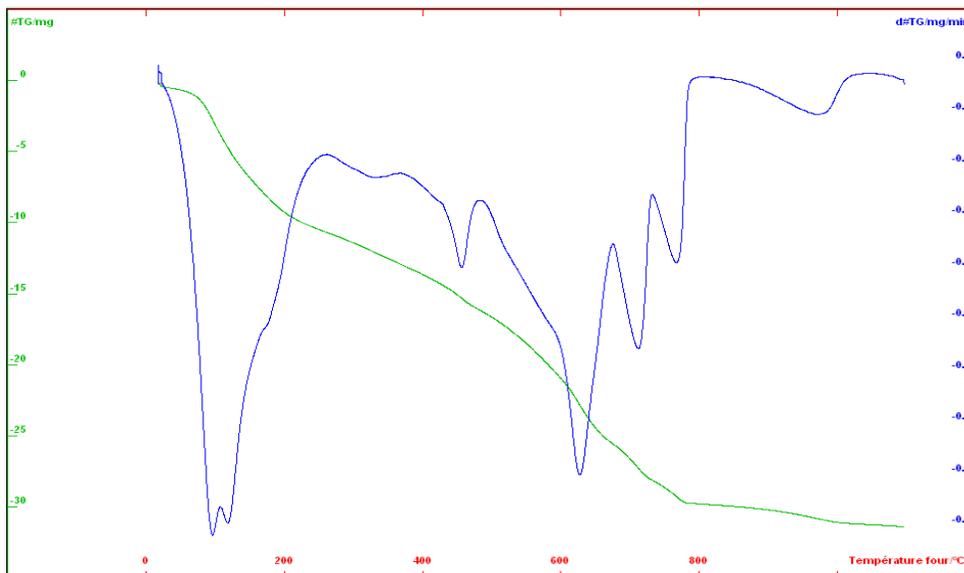


Figure III.14. ATG-DTG de la formulation béton B (25%).

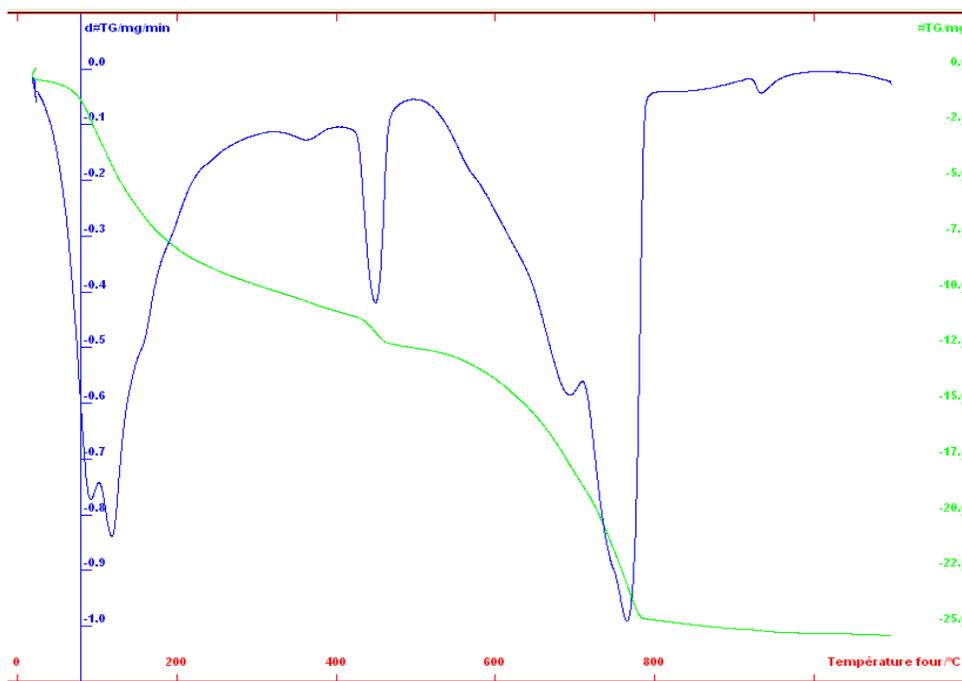


Figure III.15. ATG-DTG de la formulation mortier M (00%).

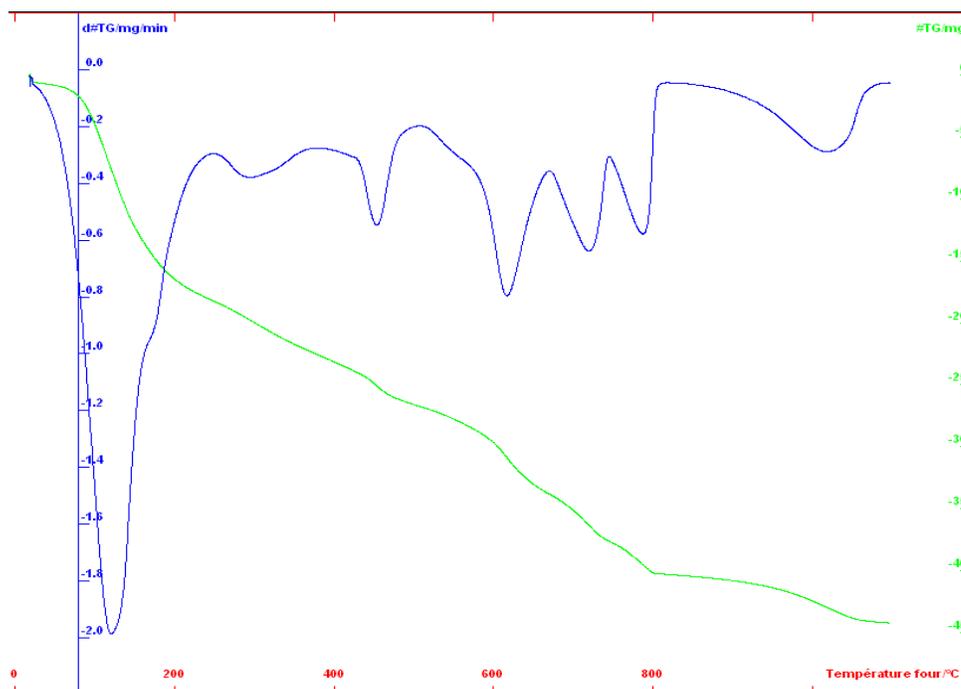


Figure III.16. ATG-DTG de la formulation mortier M (25%).

L'analyse, des thermogrammes obtenus pour les matériaux sains (sans l'ajout du déchet) et les matériaux dopés par le déchet, M(0 et 25%) et B(0 et 25%), a permis de détecter trois phases endothermique majeures dans le processus de décomposition et de perte de masse de nos échantillons, à savoir :

Phase 1 : Départ de l'eau des pores et décomposition des hydrates (100°C-400°C) ; Le premier pic endothermique concerne l'évaporation de l'eau présente dans toute la porosité du matériau à 100 C° (l'eau libre, l'eau capillaire et l'eau adsorbée plus ou moins liée aux hydrates) et de l'eau chimiquement liée aux hydrates (C-S-H à 140 °C, Ettringite à 130°C, Monosulfoaluminate « AFm » à 200 °C et les Hydragarnet entre 270°C et 360°C). La présence de différentes catégories de tailles de pores induit des départs d'eau à différentes températures. Aussi, les températures de décomposition sont très variables et très proches d'un hydrate à l'autre. Ainsi, le pic observé entre 100 et 400°C est, en fait, la résultante du chevauchement de plusieurs pics de départ de l'eau des pores et l'eau chimiquement liée. Les valeurs citées précédemment justifient la difficulté de la quantification de la contribution individuelle de l'eau des pores et de l'eau chimiquement liée aux hydrates ;

Phase 2 : Perte de masse entre 400°C et 600°C ; La plupart des chercheurs se mettent d'accord que cette partie corresponde au départ de l'eau liée aux hydrates,

principalement celle liée à la portlandite (Equation III.1). La perte de masse engendrée par cette décomposition correspond à un départ d'eau chimiquement liée à la portlandite.



Les teneurs en portlandite et en hydrates (C-S-H, ettringite, monosulfoaluminate, Hydragarnet, Gypse ...etc.) pour les matériaux analysés sont enregistrées dans le tableau III.3

Tableau III.3. Teneurs en portlandite et en hydrates formées lors les réactions d'hydratation.

Matériau analysé	Teneur en hydrates (mg par g de ciment)	Teneur en portlandite (mg par g de ciment)
Béton - B (00%)	425.6	235.1
Béton - B (25%)	377.4	171.7
Mortier - T (00%)	391.1	183.5
Mortier - M (25%)	240.8	91.9

Les résultats enregistrés dans le tableau III.3 montrent que la teneur en portlandite et la teneur des hydrates dans les matériaux sains est importante par rapport à celle obtenue pour les matériaux contenant du déchet ; cela peut être expliqué par le fait que l'ajout du déchet dans le matériau S/S affaiblit l'hydratation totale des grains du ciment anhydre et favorise la substitution et le piégeage des métaux toxiques dans les hydrates. Ceci montre que le degré d'hydratation des matériaux sains est plus important que celui dans les matériaux dopés par le déchet et confirme les résultats de résistances obtenues au cours des essais d'écrasement.

Phase 3 : Perte de masse entre 600°C et 800°C; Cette phase correspond à la décarbonatations du CaCO₃. La décomposition de la calcite se fait selon l'équation III.2. La perte de masse concorde au départ du CO₂.



III.2.7. Comportement des matériaux solidifiés/stabilisés aux conditions d'expositions – test de lixiviation sur monolithe TLM

Les résultats de lixiviation sur monolithe, obtenus pour les espèces chimiques suivies sont illustrés sur les figures III.17, III.18, III.19 , III.20 , III.21 et III.22 .Elles représentent

l'évolution des flux de relargage en fonction du temps moyen pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'études (neutre, basique, acide et sulfaté) pour les deux types de formulations choisies « Mortier M(25%) et Béton B(25%) ». Le lixiviant a été renouvelé dans des échéances bien définies pour éviter le phénomène inverse et pour qu'aucune espèce suivie n'atteigne sa limite de solubilité dans le lixiviat.

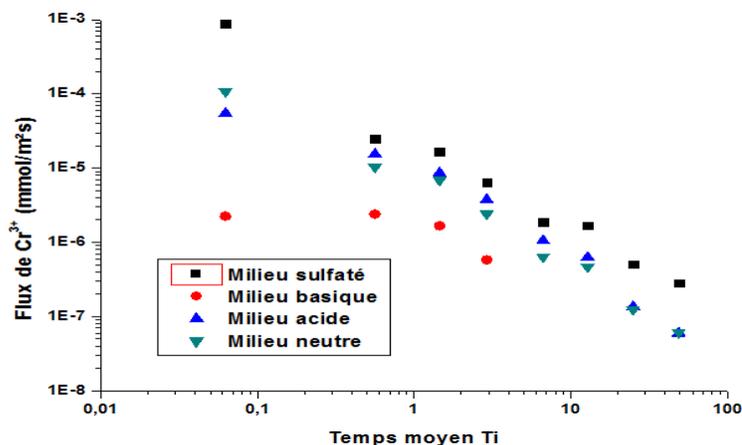


Figure III.17. Evolution de flux de relargage du Cr^{3+} en fonction du temps moyen T_i pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation M (25%).

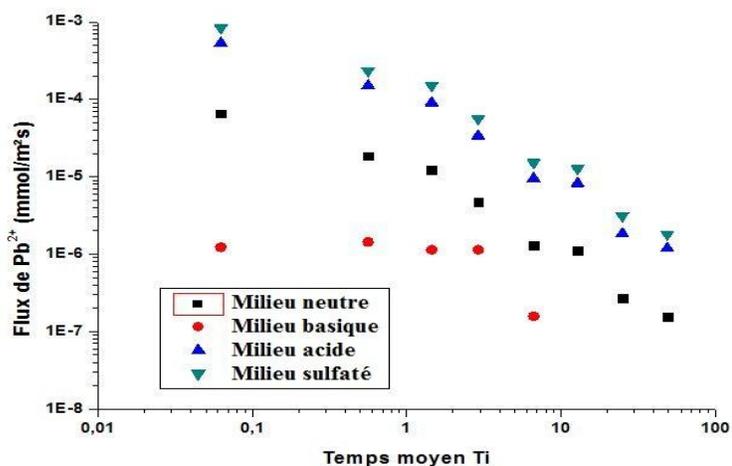


Figure III.18. Evolution de flux de relargage du Pb^{2+} en fonction du temps moyen T_i pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation M (25%).

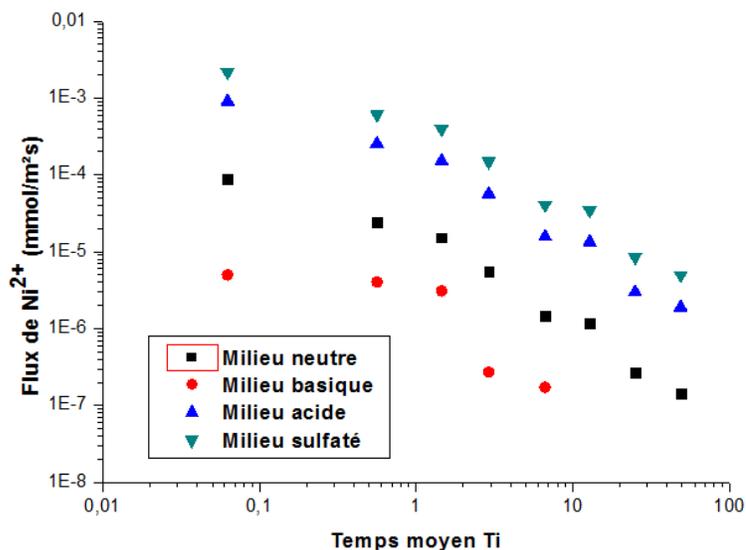


Figure III.19. Evolution de flux de relargage du Ni²⁺ en fonction du temps moyen Ti pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation M (25%).

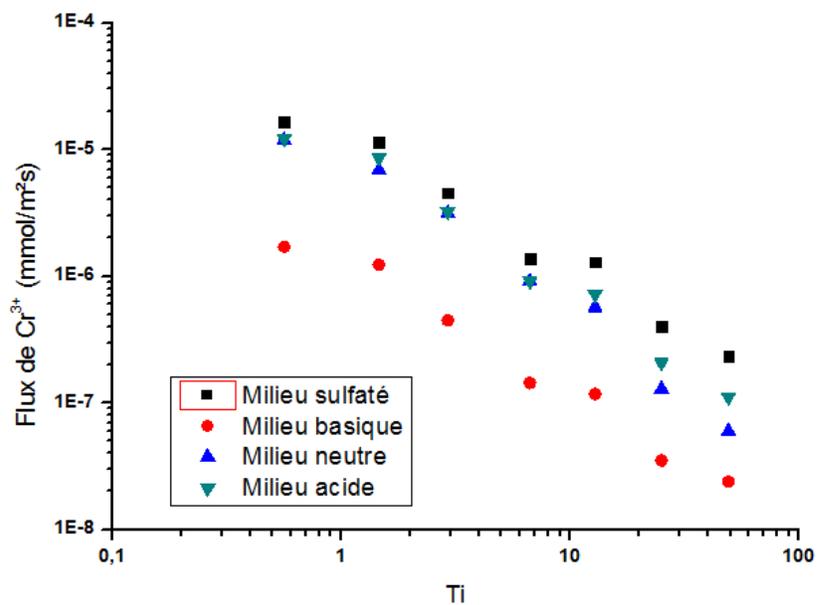


Figure III.20. Evolution de flux de relargage du Cr³⁺ en fonction du temps moyen Ti pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation B (25%).

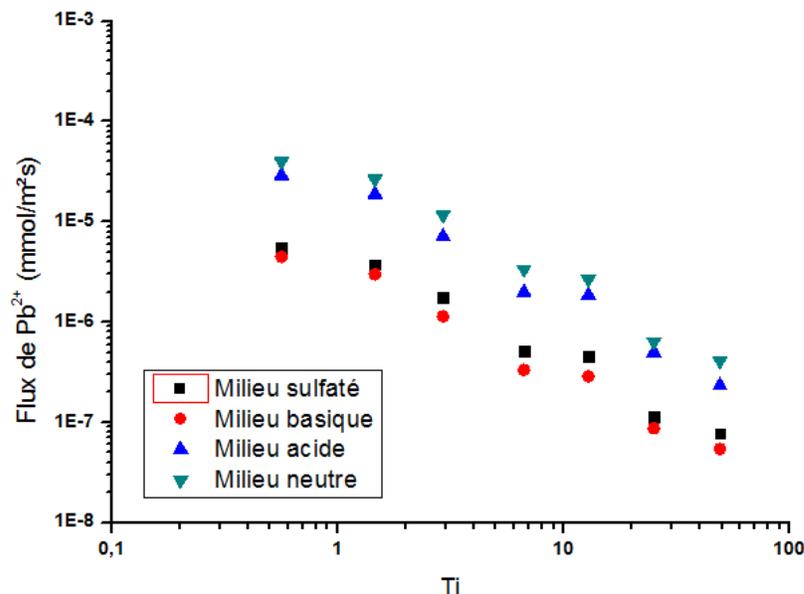


Figure III.21. Evolution de flux de relargage du Pb²⁺ en fonction du temps moyen Ti pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation B (25%).

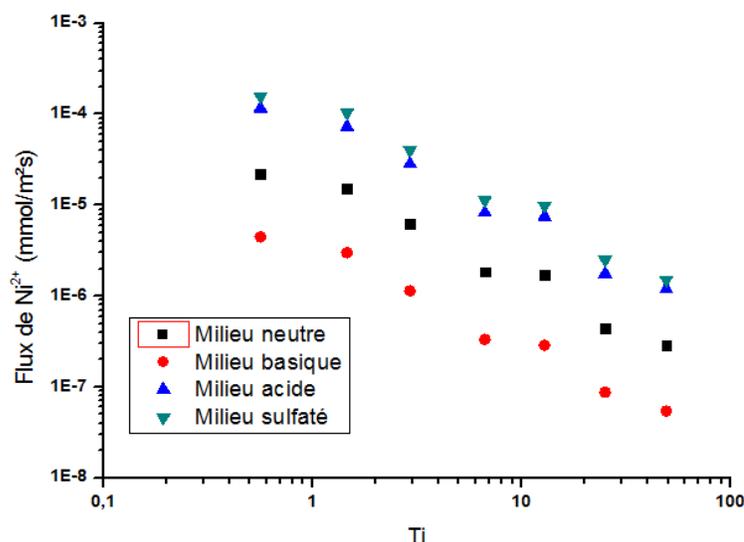


Figure III.22. Evolution de flux de relargage du Ni²⁺ en fonction du temps moyen Ti pendant 64 jours de lixiviation dans les quatre milieux d'étude pour la formulation B (25%).

En général, quelque soit la nature du milieu, nous observons, un début de relargage de type diffusionnel, ou la pente de la courbe étant de -0.5 [67]. Ce fait est dû aux gradients de concentration entre l'eau interstitielle du matériau cimentaire, très chargée et la solution agressive peu chargée créant un transfert d'ions par diffusion. Ce relargage se traduit par la contribution importante de la surface extérieure du bloc monolithe (phénomène de lessivage), ensuite les flux relargués diminuent à cause d'un phénomène d'épuisement du déchet libre qui se trouve sur la surface extérieure du bloc monolithique. Le relargage de

ces métaux continue à diminuer et devient contrôlé par les variations des concentrations résultantes de la diffusion provoquée par des réactions chimiques de dissolution-précipitation (conditions chimiques d'équilibre).

D'après les figures précédentes, on constate que les flux totaux relargués des espèces suivies dans le milieu sulfaté sont très importants à ceux relargués dans les milieux acide, neutre et le basique. Il a été constaté que les flux relargués évoluent par ordre décroissant pour le même type de matériau et dans les milieux : sulfaté, acide, neutre et basique respectivement. ceci est dû à la force ionique élevée de la solution sulfatée par rapport aux autres lixiviants et la teneur élevée en aluminat tricalcique présente dans le ciment ($C3A > 3\%$ pour le ciment utilisé).

Lorsque les blocs sont en contact avec la solution sulfatée plusieurs phénomènes peuvent être exécutés, une partie de la portlandite se dissout suivie par la diffusion des sulfates vers l'intérieur de la matrice cimentaire. Les sulfates entrants réagissent avec les ions de la solution interstitielle. Ces réactions engendrent la précipitation des espèces secondaires à savoir : l'étringite et le gypse et induisant l'apparition des pressions de cristallisation et des éclatements et des fissures visuelles (Voir figure III. 23).

Cependant la dégradation du mortier était très importante et rapide par rapport au béton, ceci est dû à l'ajout du gravier qui ralentit la diffusion des sulfates vers l'intérieur du bloc et diminuant donc la cadence de dégradation du béton.



Figure III.23. Dégradation des blocs monolithes dans le milieu sulfaté.

L'accroissement de la porosité (figure III.23) augmente la surface réactive (solution-solide) et par conséquent la libération des polluants sera plus importante. Pour le cas de milieu basique, la quantité des métaux lourds relargués étaient très faible est cela est dû à la basicité du matériau qui est proche de celle du lixiviant. Cependant, la quantité des métaux lourds dans les milieux neutre et acide était très importante par rapport au milieu basique, ceci est dû à la dissolution de la plupart des hydrates qui fixent les métaux lourds et qui deviendront instables lorsque le pH de la solution ne devient plus basique.

Les flux totaux relargués de la formulation M (25%) sont supérieurs à ceux relargués de la formulation B (25%), cela est dû à l'ajout du gravier qui ralentit la diffusion des métaux lourds vers le lixiviant.

Les faibles quantités des espèces chimiques lixiviés pendant 64 jours (qui est l'équivalent de 96 ans de relargage) consignés dans le tableau III.4, démontrent l'efficacité du procédé de S/S du déchet de l'unité B.C.R par les liants hydrauliques qui participe efficacement dans le piégeage des métaux lourds.

Les résultats de DRX sur les échantillons M (25%) et B (25%) montrent l'apparition des phases complexes contenant des métaux lourds; ceci confirme la rétention de ces métaux au sein de la structure des matériaux cimentaires vu le faible taux relargué.

Tableau III.4. Taux des métaux lourds lixiviés pendant 64 jours des matériaux dans les différents milieux d'études.

Matériaux	Milieu	Pourcentage relargué de Chrome en (%)	Pourcentage relargué de Nickel en (%)	Pourcentage relargué de Plomb en (%)
Mortier M (25%)	Milieu sulfaté	11.85	28.67	23.01
	Milieu acide	8.23	17.33	14.42
	Milieu neutre	4.65	10.24	7.63
	Milieu basique	0.84	2.23	1.61
Béton B (25%)	Milieu sulfaté	8.66	19.41	14.66
	Milieu acide	3.92	13.07	10.53
	Milieu neutre	2.66	6.72	4.72
	Milieu basique	0.23	1.81	1.12

D'après les résultats enregistrés dans le tableau III.4, nous constatons que:

✓ Les quantités des métaux lourds relargués pendant 64 jours restent toujours inférieures par rapport à celles relarguées à partir du déchet brut de l'unité BCR dans les

milieux d'études, ce qui prouve l'efficacité du traitement par stabilisation/solidification à l'aide des liants hydrauliques ;

✓ Les quantités du chrome lixiviées sont très faibles par rapport aux autres métaux dans les quatre milieux d'études et pour les deux types de formulation, ceci peut être expliqué par sa nature chimique qui est difficilement soluble ;

✓ La quantité des métaux lourds relargués dans le milieu sulfaté sont importantes par rapport à celles observées dans les autres milieux. Ceci, montre clairement l'effet brutal des sulfates dans la détérioration des matériaux cimentaires ainsi que la libération des métaux lourds toxiques vers le milieu environnant ;

✓ D'après les résultats du tableau III.4, les matériaux soumis au milieu sulfaté sont plus détériorés par rapport à ceux soumis dans les autres milieux. Pour mieux confirmer cette remarque, les blocs monolithes récupérés après 64 jours de lixiviation ont subi des essais d'écrasements afin d'évaluer la dégradation des ces matériaux en terme de résistance en compression.

III.2.7.1. Evaluation de la dégradation en termes des résistances mécaniques après lixiviation

²Les résistances en compressions des blocs monolithes lixiviés pendant 64 jours (test normalisé) dans différents milieux pour les formulations M (25%) et B (25%) sont illustrées sur les figures III.24 et III. 25.

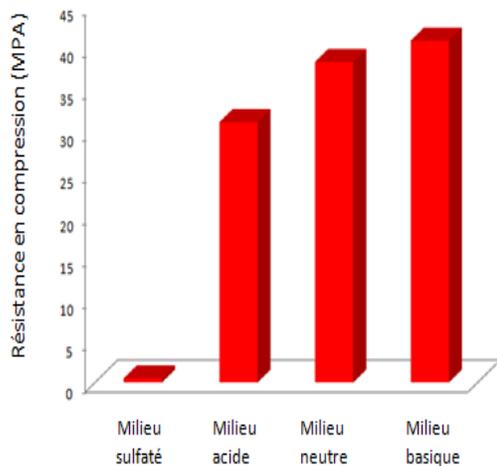


Figure III.24. Résistance en compression du mortier après TLM

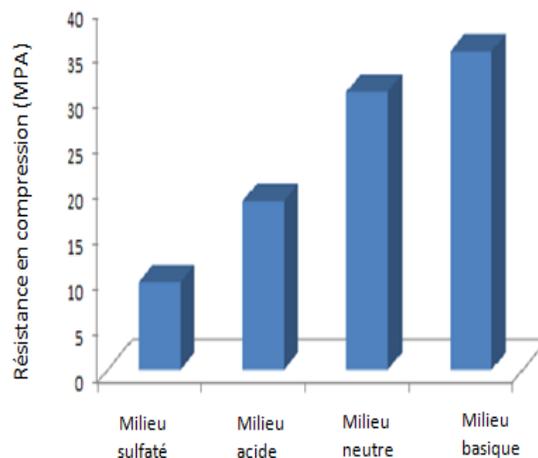


Figure III.24. Résistance en compression du béton après TLM

D'après les figures III.24 et III. 25 nous constatons ce qui suit :

- ✓ Les résistances mécaniques des matériaux lixiviés dans les milieux neutre, acide et sulfaté sont inférieures à celles obtenues à 28 jours avant le lancement du test de lixiviation, Ceci montre l'effet des solutions agressives sur la dégradation des matériaux cimentaires, cependant les matériaux soumis à l'attaque sulfaté semblent les plus détériorés par rapport aux autres milieux d'études (Résistance en compression < 1MPa) ceci est dû à la teneur élevée du C₃A présent dans le ciment utilisé et à la force ionique élevée de la solution sulfatée ;
- ✓ Aucune dégradation n'a été observée pour les matériaux soumis au milieu basique, c'est-à-dire les matériaux ont presque la même résistance mécanique avant et après la lixiviation, ceci est dû à la basicité des matériaux cimentaires (pH >12.5) qui est proche à celle du milieu basique utilisé (pH=13) ;
- ✓ Les matériaux soumis au milieu sulfaté sont plus dégradés puis, par ordre décroissant, ceux soumis au milieu acide, milieu neutre et milieu basique. Ceci montre que la nature de la solution de lixiviation ainsi que leur force ionique ont une influence directe sur la dégradation des matériaux cimentaires et par conséquent la libération des métaux lourds ;
- ✓ L'utilisation d'un ciment résistant aux sulfates CRS est indispensable afin de limiter la dégradation sous l'action des sulfates et pour diminuer la libération des métaux lourds vers le lixiviat.

III.3. CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons mis en évidence des expériences réalisées sur des mortiers et des bétons témoins et sur d'autres matériaux obtenus par stabilisation/solidification contenant le déchet. Ces essais visent à mettre au claire l'impact de l'ajout des déchets industriels toxiques de l'unité BCR sur les propriétés physiques et mécaniques ainsi que le comportement à la lixiviation et la durabilité vis-à-vis des agressions chimiques sur les matériaux cimentaires. L'exploitation des résultats des tests appliqués sur le déchet et les matériaux obtenus par le procédé de stabilisation/solidification (S/S) a permis de tirer les conclusions suivantes :

- ✓ le déchet de l'unité de BCR est classé comme un déchet dangereux et ultime dû à la présence des métaux lourds en grande proportion. A cet effet, le déchet de l'unité B.C.R. doit subir un traitement de Stabilisation/Solidification par les liants hydrauliques afin de diminuer son caractère polluant nocif.

- ✓ Le déchet brut a été stabilisé/solidifié par un liant hydraulique. Il a été constaté que l'ajout du déchet accélère la prise des pâtes à ciment.
- ✓ l'ajout du déchet de l'unité BCR dans les matrices cimentaires diminue le taux de retrait ce qui est considéré comme un gain avantageux limitant la fissuration des blocs après leurs durcissements avant de les mettre dans les centres de stockage des déchets ultimes.
- ✓ la mise en contact des matériaux cimentaires contenant du déchet avec l'eau augmentent le taux du gonflement et peuvent induire la lixiviation en quantité très importante des métaux toxiques vers le milieu environnant. A cet effet, pour remédier à cette problématique, le recours aux tests de lixiviation est inévitable pour assurer une bonne évaluation du procédé de stabilisation / solidification par les liants hydrauliques.
- ✓ Les matériaux témoins (sans l'ajout du déchet) présentent des résistances élevées à 7 et à 28 jours de cure par rapport aux matériaux dopés par le déchet.
- ✓ La présence du déchet au sein de nos matériaux participe dans la chute des résistances mécaniques.
- ✓ Les résultats obtenus en terme de quantités des métaux lourds lixiviés pendant 64 jours (test normalisé équivalent à 96 ans de relargage) par rapport au contenu total dans le matériau dans les quatre milieux d'études (neutre, basique, acide et sulfaté) et par rapport au contenu total du déchet à l'état brut, démontrent l'efficacité du procédé adopté pour la S/S du déchet de l'unité BCR par les liants hydrauliques.
- ✓ Les taux des métaux lourds relargués dans le milieu sulfaté sont supérieurs à ceux relargués dans les milieux neutre, basique et acide ; ceci est dû à la force ionique élevée de la solution sulfatée par rapport à celle des autres milieux. Les sulfates réagissent avec les différentes phases de ciments hydratés et engendrent la précipitation des espèces secondaires (l'étringite et le gypse). Ces derniers induisent l'apparition de pression de cristallisation et de fissures dans les blocs. L'accroissement de la porosité augmente la surface réactive (solution-solide) en augmentant la libération des polluants.

Conclusions générales

CONCLUSIONS GENERALES

Les objectifs tracés dans cette étude, à savoir une caractérisation des rejets de l'unité B.C.R - Algérie, la Stabilisation/ Solidification de ces déchets par liant hydraulique (ciment de type CEM II), l'estimation du relargage de différentes espèces chimiques polluantes contenues dans les matrices poreuses sous différentes conditions de lixiviation (eau déminéralisée, milieu basique, acide et sulfaté), l'évaluation de la dégradation des matrices poreuses contenant des polluants, sont atteints.

Ces objectifs ont participé amplement à l'amélioration de nos connaissances sur la faisabilité de la Stabilisation/Solidification des déchets industriels riches en métaux lourds par des liants hydrauliques pour qu'ils soient admissibles dans les centres de stockage de déchets ultimes.

La recherche bibliographique réalisée sur le processus de lixiviation et de dégradation des matrices cimentaires soumis à différents milieux nous a éclairé, d'une part, sur les causes et les mécanismes de dégradation liés à la mise en contact des matériaux cimentaires avec des solutions agressives et, d'autre part, elle a permis de rassembler le maximum d'informations sur : la stabilisation/solidification par les liants hydrauliques.

L'étude expérimentale a été consacrée à la caractérisation des matériaux d'étude, la détermination des propriétés physiques et mécaniques des formulations adoptées (mortiers et bétons), et le comportement à la lixiviation des mortiers et des bétons sous différents milieux (neutre, basique, acide sulfaté).

A travers cette étude, un ensemble de conclusions a été tiré. On cite essentiellement :

- ✓ Les résultats de caractérisation du déchet de l'unité BCR montrent que ce dernier a un caractère polluant (riche en métaux lourds, en particulier le nickel : sa concentration dépasse de très loin la norme exigée), d'où le fait que sa stabilisation/solidification est inévitable ;
- ✓ Les temps de début et de fin de prise ont facilement permis d'enregistrer des variations de temps de prise en fonction de la quantité de déchet ajoutée dans la matrice, montrant en général que les réactions d'hydratation sont accélérées.

✓ Les résultats de résistance mécanique (à la compression) s'avèrent très acceptables car ils répondent à la norme en vigueur et ils sont influencés par la présence (nature et teneur) des polluants. Ainsi, il apparaît que les matériaux dopés par le déchet ont des résistances faibles par rapport aux matériaux témoins (sans l'ajout du déchet). Ce résultat a été confirmé par les résultats du degré d'hydratation, calculé à partir des analyses ATG.

✓ L'immersion des matériaux d'études dans l'eau a favorisé le phénomène de gonflement au sein des matrices cimentaires. Ce dernier a induit à une libération des quantités très importantes des métaux toxiques vers le milieu environnant. Cette problématique a nécessité le recours aux tests de lixiviation pour assurer une bonne estimation environnementale du procédé de stabilisation/solidification par les liants hydrauliques.

✓ L'utilisation du test de lixiviation sur monolithe (TLM) dans des milieux neutre (eau pure), sulfaté, acide et basique a permis la détermination des paramètres contrôlant le relargage des espèces chimiques.

✓ Les essais TLM, menés sur des mortiers et bétons à base du ciment CEM II (immergés dans un milieu sulfaté, acide, basique et neutre) ont mis en évidence pour le milieu sulfaté: le relargage de flux importants, de métaux lourds (nickel, chrome et plomb), par rapport aux autres milieux d'étude.

✓ Le matériau soumis au milieu sulfaté consomme une partie des sulfates de la solution externe (une diffusion des sulfates vers le cœur de la matrice cimentaire). Ce phénomène entraîne des précipitations d'espèces secondaires, créant ainsi des fissures au niveau du bloc qui accélère la dégradation des matériaux cimentaires et le relargage des polluants toxiques vers le milieu environnant en quantité considérable.

L'étude réalisée sur les procédés de stabilisation/solidification, par les liants hydrauliques, initiée au laboratoire LTMGP de l'université de Bejaia concerne uniquement les rejets industriels riches en Nickel, Chrome et Plomb.

En guise de perspectives, on envisage :

➤ De diversifier la gamme des bétons utilisés dans le piégeage des déchets minéraux (déchet BCR), entre autre, on cite les bétons auto – plaçants ;

➤ De diversifier les paramètres d'étude à savoir : le rapport entre eau et ciment (E/C), le rapport entre déchet et ciment (D/C), ajout d'adjuvants, ...etc ;

- De valoriser définitivement ce genre de déchet par son utilisation dans les travaux de fondation et travaux routiers.
- D'étudier l'influence d'ajout de fibres métalliques en guise de renforcement (augmentations des résistances mécaniques) des matrices dopées par les déchets ultimes ;
- Modélisation chimique et mécanique de la cinétique de relargage des espèces chimiques toxiques vers l'environnement.

Références bibliographiques

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Méhu J, Bazin C, Grelier-Volatie L (2004) : Classification réglementaire et éco compatibilité des déchets. Les techniques de l'ingénieur Doc. G 2 030.
- [2] AFNOR (2000) Ciments -partie 1 : Composition, spécifications et critères et conformité des ciments courants EN 197-1.
- [3] Moussaceb, K (2007) : 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. thèse de Doctorat, Université Abderrahmane Mira de Bejaia.
- [4] Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement-Algérie (2014) : Principaux textes législatifs et réglementaires.
- [5] Méhu J, Bazin C, Grelier-Volatie L (2004) : Classification réglementaire et écopcompatibilité des déchets. Les techniques de l'ingénieur Doc. G 2 030
- [6] Damien A (2004) : Guide du traitement des déchets. Dunod, Paris
- [7] Koller E (2009) :Traitement des pollutions industrielles Eau. Air. Déchets. Sols. Boues.
Dunod, Paris
- [8] Conner JR (1990): Chemical fixation and solidification of hazardous wastes. Van Nostrand Reinhold, New York
- [9] Bouchelaghem A, Magnié MC (2001) : Inertage et mise en forme des déchets industriels. Les techniques de l'ingénieur Doc. J 3 968
- [10] Barna R, Blanc D (2011) :Stabilisation-solidification des déchets. Les techniques de l'ingénieur, Doc. G 2 080
- [11] Marval S (1994) : Stabilisation/solidification de déchets ultimes, étude comparative de divers liants hydrauliques et de la vitrification. Cas des cendres d'incinération des ordures ménagères. thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon
- [12] Pojasek RB (1979) :Toxic and Hazardous Waste Disposal, Vol.1, Processes for Stabilization/Solidification. Ann-Arbor science Publishers, Michigan

- [13] Shi C, Spence R (2004): Designing of cement-based formula for solidification/stabilization of hazardous, radioactive and mixed wastes. *Critical Reviews in Environmental Science and Technology* 34:391-417
- [14] Barth EF, Percin P, Arozarena MM, Zieleniewski JL, Dosani M, Maxey HR, Hokanson SA, Pryately CA, Whipple T, Kravitz R, Cullinane MJ, Jones Jr LW, Malone PG (1990): *Stabilization and Solidification of Hazardous Wastes*. US- EPA, Noyes Data Corporation, New Jersey
- [15] Dewil R, Baeyens J, Appels L (2007): Enhancing the use of waste activated sludge as bio-fuel through selectively reducing its heavy metal content. *Journal of Hazardous Materials* 144:703-707
- [16] AFNOR (2012) : Caractérisation du déchet-Essai de lixiviation d'un déchet solide initialement massif ou généré par un procédé de solidification NF X31-211
- [17] Cocks DL, Mollah MAY (1992) :The chemistry and leaching mechanisms of hazardous substances in cementitious solidification/stabilization. *Chemistry and Microstructure of Solidified waste forms*. RD Spence-The USA Lewis Publishers
- [18] Glasser, FP (1992): *Chemistry of cement-Solidified waste forms*. *Chemistry and Microstructure of Solidified waste forms*. RD Spence-The USA Lewis Publishers
- [19] Roy A, Eaton HC, Cartledge FK, Tittlebaum ME (1992) Solidification/stabilization of hazardous waste: evidence of physical encapsulation. *Environmental science and technology* 26 :1349-1353
- [20] Malviya R, Chaudhary R (2006): Factors affecting hazardous waste solidification/stabilization: a review. *Journal of Hazardous Materials B137* :267-276
- [21] Cocks DL (1990) The binding chemistry and leaching mechanism of hazardous substances in cementitious solidification/stabilization systems. *Journal of hazardous materials* 24 :231-253
- [23] Heimann RB, Conrad D, Florence LZ, Neuwirth M, Ivey DG, Mikula RJ, Lam WW (1992):Leaching of simulated heavy metal waste stabilized/solidified in different cement matrices. *Journal of hazardous materials* 31 :39-57
- [24] Akhter H, Butler LG, Branz S, Cartledge FK, Tittlebaum ME, (1990) :Immobilization of As, Cd, Cr, and Pb-containing soils by using cement or pozzolanic fixing agents. *Journal of hazardous materials* 24 :596-614

- [25] Doye I, Duchesne J (2003): Neutralisation of acid mine drainage with alkaline industrial residues: laboratory investigation using batch-leaching tests. *Applied Geochemistry* 18 :1197-1213
- [26] Shawabkeh RA (2005): Solidification and stabilization of cadmium ions in sand–cement–clay mixture. *Journal of Hazardous Materials B125* :237–243 70
- [27] Moussaceb K, Belebchouche Ch, Aït-Mokhtar A (2013): Modélisation et évaluation des performances du procédé de Stabilisation/Solidification (S/S) du Cr (VI) par le test TCLP. *Proceedings of the International Symposium on Materials and Sustainable Development, Boumerdes*
- [28] Wang S, Vipulanandan C (2000) :Solidification/stabilization of Cr (VI) with cement:
Leachability and XRD analyses. *Cement and Concrete Research* 30 :385-389
- [29] Ivey DG, Heimann RB, Neuwirth M, Shumborski S, Conrad D, Mikula RJ, Lam WW (1990): Electron microscopy of heavy metal waste in cement matrices. *Journal of Materials Science* 25 :5055-5062
- [30] Trezza MA, Scian AN (2007): Waste with chrome in the Portland cement clinker production. *Journal of Hazardous Materials* 147 :188-196
- [31] Zamorani E, Sheikh IA, Serrini G (1988): Physical property measurements and leaching behaviour of chromium compounds solidified in a cement matrix. *Waste management* 8 :239-245
- [32] Deschamps T, Benzaazoua M, Bussièrè B, Belem T, Mbonimpa M (2006) : Mécanismes de rétention des métaux lourds en phase solide: cas de la stabilisation des sols contaminés et des déchets industriels. *VertigO* 7 : Article numéro 2
- [33] Kakali G, Tsivilis S, Tsialtas A (1998): Hydratation of ordinary Portland cements made from raw mix containing transition elements oxides. *Cement and concrete research*, 28 :335-340
- [34] Fowler GD, Asavapisit S (1995): A study of the chemical effect of metal hydroxides upon cement hydration reaction. *Proceeding of International Congress on Wastes Solidification- Stabilization processes, Nancy*
- [35] Cartledge FK, Butler LG (1990): Immobilisation mechanisms in solidification/stabilization of Cd and Pb salts using Portland cement fixing agents. *Environmental Science and Technology*, 24 :867-873

- [36] Hekal EE, Hegazi WS, Kishar EA, Mohamed MR (2011): Solidification/stabilization of Ni(II) by various cement pastes. *Construction and Building Materials* 25 :109-114
- [37]- BEHIM M., Sous produits industriels et Développement Durable : Réactivité, Rçole et durabilité des Laitiers d'El Hadjar dans les matériaux à matrice cimentaire. Doctorat université Badji Mokhtar Annaba-Algérie 2005.
- [38] VIET-HUNG NGUYEN, « Couplage Dégradation Chimique -Comportement en compression du Béton» Doctorat de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 2005.
- [39] NORMES FRANCAISES NF P 18 - 011, « Bétons - Classification des environnements agressifs », juin 1982.
- [40] CODINA M., Les bétons bas PH Formulation, Caractérisation et étude à long terme; Doctorat INSA Toulouse 2007.
- [41] DUVAL R. et HORN AIN H., « La durabilité des bétons vis à vis des eaux agressives », in la durabilité des bétons. Presses de l'ENPC, 1992
- [42] DUVAL. R, « La durabilité des armatures et du béton d'enrobage », in : La durabilité des bétons, presse de l'ENPC, 1992, P 453
- [43] CANDLOT.E, « Ciments et chaux hydrauliques, fabrication, propriétés et emploi », 3ème Ed, Librairie Polytechnique Ch Berranger Ed, Paris, 1906, p 408.
- [44]- MEHTA P.K., (1986) « Concrete: structure, properties and materials ». Prentice-Hall, p. 105-169, Ed. 1986
- [45] LOVERA P., Le Bescop P., Gallé C., Adenot F., Bouniol P., Richet C., (1999) « Synthèse des connaissances sur le comportement à long terme des colis bétons », Rapport Technique CEA Saclay, DESD/SESD/LBSE W99-201.
- [46] PLANEL D., Les effets couplés de la Précipitation d'espèces secondaires sur le comportement mécanique et la dégradation chimiques des bétons. Doctorat Juin 2002, Université de marne la vallée.
- [47] ALEXANDRE L. ET SEBILEAU J L. , « Le laitier de haut fourneau », édité par le centre technique et de promotion des laitiers, 1988, 340 p.
- [48] REGOURD M., « Les laitiers de haut fourneau », rapport principal du 8ème Congrès International de la Chimie du Ciment, Rio, volume 1, thème 3, 1986, P 200 - 229.
- [49] NEVILLE A.M., « Propriétés des bétons » édition Eyrolles, 2000, p 806.

- [50] DOUGLAS E., « Mortier de ciment au laitier et béton de laitier, caractéristiques de durabilité », Matériaux complémentaires en cimentation, CANMET, V.M. Malhore Ed, 1989, P 330
- [51] LUDWING U., « Zement - kalk - gips in the chemistry of cement and concrete", 3ème édition, Edouard amold publishers, London, 1970
- [52] CARDE.C, « Caractérisation et modélisation de l'altération des propriétés mécaniques de la lixiviation des matériaux cimentaires », Doctorat - INSA de Toulouse, 1996
- [53] BELEBCHOUCHE Chérif, « Etude expérimentale du comportement des matériaux cimentaires exposés à des environnement chimiquement agressifs et modélisation de la lixiviation », thèse de Doctorat – A/Mira Bejaia 2015.
- [54] NF EN 12350, « Essai pour béton frais partie 2 : Essai d'affaissement »,2 avril 2012.
- [55] NF EN 13892, « méthode d'essais des matériaux pour chape partiel, échantillonnage confection, cure des éprouvettes d'essai »,01 septembre 2003.
- [56] AFNOR (2009) Méthodes d'essais des ciments: Partie 3: détermination du temps de prise et de la stabilité NF EN196-3
- [57] NF P 15-433 (1994) : Méthodes d'essais des ciments – Détermination du retrait et du gonflement.
- [58] Broll N (1996) : Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X. Les techniques de l'ingénieur Doc. PE 1080
- [59] Humbert B, Mevellec JY, Grausem J, Dossot M, Carteret C (2012) :Spectrométrie d'absorption dans l'infrarouge. Les techniques de l'ingénieur Doc. P 2850
- [60] Wirth E, Guitteny F, Mathonat C (2014): Thermogravimétrie. Les techniques de l'ingénieur Doc. P 1260
- [61] Conner JR (1990): Chemical fixation and solidification of hazardous wastes. Van Nostrand Reinhold, New York
- [62] Environment Agency EA (2005) :EA NEN 7375:2004: leaching characteristics of moulded or monolithic building and waste materials: determination of leaching of inorganic components with the diffusion test 'the tank test' based on a translation of the Netherlands Normalisation Institute Standard, Version 1.0

- [63] Wang JG (1994): Sulfate attack on hardened cement paste. *Cement and Concrete Research*,24 :735-742
- [64] Yang S, Zhongzi X, Mingshu T (1996) :The Process of sulfate attack on cement mortars.*Advanced Cement Based Materials* 4 :1-5
- [65] Fantozzi-Merle C (2003) : Etude de matériaux à base de liant hydraulique contenant des polluants organiques modèles: propriétés structurales et de transfert. Dissertation, thèse de doctorat, l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon
- [66] Mollah MY, Kesmez M, Cocke DL (2004): An X-ray diffraction (XRD) and Fourier transform infrared spectroscopic (FT-IR) investigation of the long-term effect on the solidification/stabilization (S/S) of arsenic(V) in Portland cement type-V. *The Science of the total Environment* 325 :255-262.
- [67] Imyim A. (2000) :Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques. Dissertation, thèse de doctorat, Institut National des Sciences appliquées de Lyon

Les résultats de DRX sur les échantillons M (25%) et B (25%) montrent l'apparition des phases complexes contenant des métaux lourds; ceci confirme la rétention de ces métaux au sein de la structure des matériaux cimentaires vu le faible taux relargué.

Tableau III.4. Taux des métaux lourds lixiviés pendant 64 jours des matériaux dans les différents milieux d'études.

Matériaux	Milieu	Pourcentage relargué de Chrome en (%)	Pourcentage relargué de Nickel en (%)	Pourcentage relargué de Plomb en (%)
Mortier	Milieu sulfaté	11.85	28.67	23.01

M (25%)	Milieu acide	8.23	17.33	14.42
	Milieu neutre	4.65	10.24	7.63
	Milieu basique	0.84	2.23	1.61
Béton B (25%)	Milieu sulfaté	8.66	19.41	14.66
	Milieu acide	3.92	13.07	10.53
	Milieu neutre	2.66	6.72	4.72
	Milieu basique	0.23	1.81	1.12

D'après les résultats enregistrés dans le tableau III.4, nous constatons que:

✓ Les quantités des métaux lourds relargués pendant 64 jours restent toujours inférieures par rapport à celles relarguées à partir du déchet brut de l'unité BCR dans les milieux d'études, ce qui prouve l'efficacité du traitement par stabilisation/solidification à l'aide des liants hydrauliques ;

✓ Les quantités du chrome lixiviées sont très faibles par rapport aux autres métaux dans les quatre milieux d'études et pour les deux types de formulation, ceci peut être expliqué par sa nature chimique qui est difficilement soluble ;

✓ La quantité des métaux lourds relargués dans le milieu sulfaté sont importantes par rapport à celles observées dans les autres milieux. Ceci, montre clairement l'effet brutal des sulfates dans la détérioration des matériaux cimentaires ainsi que la libération des métaux lourds toxiques vers le milieu environnant ;

✓ D'après les résultats du tableau III.4, les matériaux soumis au milieu sulfaté sont plus détériorés par rapport à ceux soumis dans les autres milieux. Pour mieux confirmer cette remarque, les blocs monolithes récupérés après 64 jours de lixiviation ont subi des essais d'écrasements afin d'évaluer la dégradation des ces matériaux en terme de résistance en compression.

III.2.7.1. Evaluation de la dégradation en termes des résistances mécaniques après lixiviation

Les résistances en compressions des blocs monolithes lixiviés pendant 64 jours (test normalisé) dans différents milieux pour les formulations M (25%) et B (25%) sont illustrées sur les figures III.24 et III. 25.

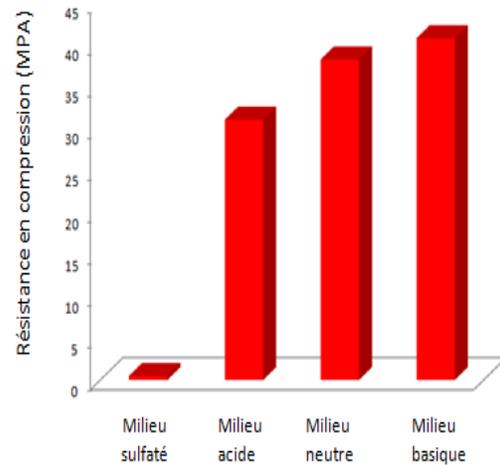


Figure III.24. Résistance en compression du mortier après TLM

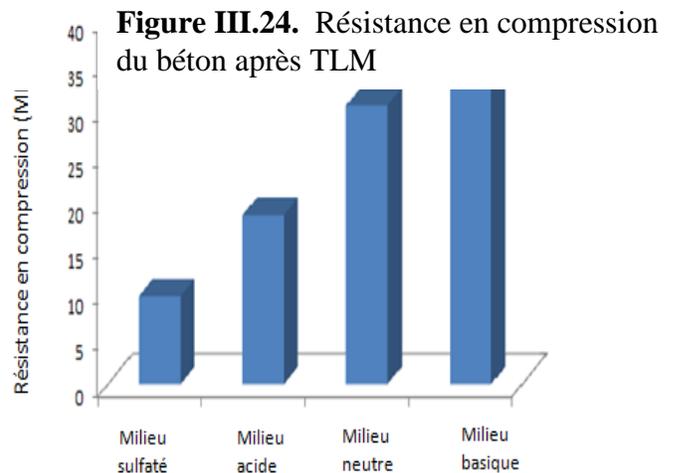


Figure III.24. Résistance en compression du béton après TLM

D'après les figures III.24 et III. 25 nous constatons ce qui suit :

✓ Les résistances mécaniques des matériaux lixiviés dans les milieux neutre, acide et sulfaté sont inférieures à celles obtenues à 28 jours avant le lancement du test de lixiviation, Ceci montre l'effet des solutions agressives sur la dégradation des matériaux cimentaires, cependant les matériaux soumis à l'attaque sulfaté semblent les plus détériorés par rapport aux autres milieux d'études (Résistance en compression < 1MPa) ceci est dû à la teneur élevée du C₃A présent dans le ciment utilisé et à la force ionique élevée de la solution sulfatée ;

✓ Aucune dégradation n'a été observée pour les matériaux soumis au milieu basique, c'est-à-dire les matériaux ont presque la même résistance mécanique avant et

après la lixiviation, ceci est dû à la basicité des matériaux cimentaires ($\text{pH} > 12.5$) qui est proche à celle du milieu basique utilisé ($\text{pH} = 13$) ;

✓ Les matériaux soumis au milieu sulfaté sont plus dégradés puis, par ordre décroissant, ceux soumis au milieu acide, milieu neutre et milieu basique. Ceci montre que la nature de la solution de lixiviation ainsi que leur force ionique ont une influence directe sur la dégradation des matériaux cimentaires et par conséquent la libération des métaux lourds ;

✓ L'utilisation d'un ciment résistant aux sulfates CRS est indispensable afin de limiter la dégradation sous l'action des sulfates et pour diminuer la libération des métaux lourds vers le lixiviat.

III.3. CONCLUSION

Dans ce chapitre nous avons mis en évidence des expériences réalisées sur des mortiers et des bétons témoins et sur d'autres matériaux obtenus par stabilisation/solidification contenant le déchet. Ces essais visent à mettre au clair l'impact de l'ajout des déchets industriels toxiques de l'unité BCR sur les propriétés physiques et mécaniques ainsi que le comportement à la lixiviation et la durabilité vis-à-vis des agressions chimiques sur les matériaux cimentaires. L'exploitation des résultats des tests appliqués sur le déchet et les matériaux obtenus par le procédé de stabilisation/solidification (S/S) a permis de tirer les conclusions suivantes :

✓ le déchet de l'unité de BCR est classé comme un déchet dangereux et ultime dû à la présence des métaux lourds en grande proportion. A cet effet, le déchet de l'unité B.C.R. doit subir un traitement de Stabilisation/Solidification par les liants hydrauliques afin de diminuer son caractère polluant nocif.

✓ Le déchet brut a été stabilisé/solidifié par un liant hydraulique. Il a été constaté que l'ajout du déchet accélère la prise des pâtes à ciment.

✓ l'ajout du déchet de l'unité BCR dans les matrices cimentaires diminue le taux de retrait ce qui est considéré comme un gain avantageux limitant la fissuration des blocs après leurs durcissements avant de les mettre dans les centres de stockage des déchets ultimes.

✓ la mise en contact des matériaux cimentaires contenant du déchet avec l'eau augmentent le taux du gonflement et peuvent induire la lixiviation en quantité très importante des métaux toxiques vers le milieu environnant. A cet effet, pour remédier à cette problématique, le

recours aux tests de lixiviation est inévitable pour assurer une bonne évaluation du procédé de stabilisation / solidification par les liants hydrauliques.

✓ Les matériaux témoins (sans l'ajout du déchet) présentent des résistances élevées à 7 et à 28 jours de cure par rapport aux matériaux dopés par le déchet.

✓ La présence du déchet au sein de nos matériaux participe dans la chute des résistances mécaniques.

✓ Les résultats obtenus en terme de quantités des métaux lourds lixiviées pendant 64 jours (test normalisé équivalent à 96 ans de relargage) par rapport au contenu total dans le matériau dans les quatre milieux d'études (neutre, basique, acide et sulfaté) et par rapport au contenu total du déchet à l'état brut, démontrent l'efficacité du procédé adopté pour la S/S du déchet de l'unité BCR par les liants hydrauliques.

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