

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université A. MIRA – BEJAIA

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés

Option : Génie des procédés de l'environnement



**En vue de l'obtention du diplôme de Master en Génie des Procédés**

**Option : Génie des procédés de l'environnement**

**Présenté par**

**M<sup>elle</sup> Berabez Siham**

**M<sup>r</sup> Yasri Billal**

**Thème**

***Effet double de la substitution du ciment par le marbre et de remplacement de l'eau de gâchage par lixiviat issu de déchet ENIEM sur l'efficacité de procédé stabilisation/solidification***

**Les membres du jury :**

<b>Président</b>	Mr Fatmi Sofiane	M.C.A	U.A.M.Bejaia
<b>Examineur</b>	Mr Boudrahem Farouk	M.C.A	U.A.M.Bejaia
<b>Promoteur</b>	Mr MOUSSACEB Karim	Professeur	U.A.M.Bejaia
<b>Co-promotrice</b>	M <sup>elle</sup> Araoune Fatima	Doctorante	U.A.M.Bejaia

**Promotion : 2017-2018**

# *Remerciement*

Ce travail a été effectué dans le laboratoire de génie des procédés, **département génie des procédés Faculté de technologie de l'Université A/Mira de Bejaia**. Il a été mené grâce à l'aide de très nombreuses personnes que nous voudrions ici remercier.

Nous tenons tout d'abord à remercier très sincèrement **Pr Moussaceb Karim**, à titre de promoteur qui nous a apporté tout le support pour la réalisation de ce mémoire. Aussi, un remerciement particulier et très chaleureux à **M<sup>me</sup> Araoun Fatima** notre Co-promotrice qu'elle a été toujours prête à nous aider et à nous transmettre son expérience.

Nous tenons aussi à remercier les membres de jury composé de **Mr Fatmi Sofiane** et **M<sup>r</sup> KACHBI** qui ont accepté la lourde tâche de juger ce mémoire.

On remercie l'ensemble des membres du laboratoire **GP** de l'Université de Bejaia enseignants, chercheurs, étudiants ingénieurs de laboratoire surtout **Mr Benidri Lhassen** pour son aide et contribué à la réalisation de ce travail.

Nous adressons également notre remerciement à tous les enseignants qui ont contribué à notre formation, aussi qu'à toute l'équipe du laboratoire de **Technologie des Matériaux et de Génie des Procédés (LTMGP)**.

Nous remercions tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin afin de réaliser ce travail.

Merci a vous tous...

# *Dédicaces*

*Je remercie le Bon Dieu pour le courage qu'il m'a offert durant mes études  
Je dédie ce Modest travail :*

*A mes très chers parents, honorables, aimables qui ont œuvrées pour ma réussite, de par leur amour, leur soutiens, tous les sacrifices consentis et leur précieux conseils, pour toute leur assistance et leur présence dans ma vie, reçoivent à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.*

*Mes frères, qui n'ont cessé d'être pour moi des exemples de persévérance, de courage et de générosité Tout au long de toutes mes années d'étude.*

*En fin, je tiens à remercier infiniment mes amis: M.Sabrina S.Amina que Sans vous deux, il est clair que ce mémoire n'aurait pas été pareille. Merci pour le soutien moral et physique qu'ils m'ont offert, merci pour avoir partagé en même temps les mêmes galères. Petite mention pour vous deux, l'absence de nos débats autour des analyses labo et de l'eau distillé « qui ne servent à rien mais qui sont cool », va créer un vide...*

*A ma binôme B.Siham et sa famille .*

*Et Merci encore, à ceux qui m'ont tout donné sans rien en retour....*

*Y-Billal*

# DEDICACES

*Je dédie ce travail à*

*Mes parents :*

*Ma mère, qui a œuvré pour ma réussite par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et ses précieux conseils, pour toute son assistance et sa présence dans ma vie, reçois à travers ce travail aussi modeste soit-il, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.*

*Mon père, qui peut être fier et trouver ici le résultat de longues années de sacrifices et de privations pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse Dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit ; Merci pour les valeurs nobles, l'éducation et le soutien permanent venu de vous.*

*Toute la famille Berabez.*

*Mes chers frères Sofiane, Hilal , Kamel*

*A mes sœurs Kahina, Smail et leurs fils ILYAN, ma petite Tita, Lynda, Selia, Hala , sinouh, lila qui n'ont cessé d'être pour moi des exemples de persévérance, de courage et de générosité.*

*A mes chères copines : Sabrina, Fatiha, Sabrina , Sinia, Kahina*

*A mon cher ami IDIR*

*A mes chers amis(es), Sofiane , Lounis , Zino , Tarik, Zouhir , Nassim, Halim , Hanafi , à qui je souhaite le succès et le bonheur,*

*Pour l'amitié qui nous a toujours unis et les bons moments que nous avons passés ensemble.*

*Mes professeurs, qui doivent voir dans ce travail la fierté d'un savoir bien acquis.*

*B-Siham*

## Liste d'abréviations

**OM** : Ordures Ménagères

**DM** : Déchets municipaux

**DEI** : Déchets entreprises industrielles

**BATNEEC** : Best Available Technology Not Entailing Excessive Costs (Meilleure technologie disponible n'entraînant pas de cout excessifs)

**DID** : Déchets Industriels dangereux

**DH**: Déchets hospitaliers

**DAS** : Déchets activités des soins

**As** : Arsenic

**Cd** : Cadmium

**Cr** : Chrome

**Cu** : Cuivre

**Hg** : Mercure

**Ni** : Nickel

**Mn** : Manganèse

**Pb** : Plomb

**Zn** : Zinc

**Fe** : fer

**Co**: Cobalt

**V** : Vanadium

**Se** : Sélénium

**Mo**: Molybdène

**Ti**: Titane

**DASRI** : Déchets d'activité des soins à risque infectieux

**BTP** : Bois traité ou peint

**CFC** : chlorofluocabure

**PCB /PCT** : Pilychlorobiphényles/polychloroterphényles

**S/S** : Stabilisation/solidification

**CET** : Centre d'enfouissement technique

**CaO** : La chaux

**SiO<sub>2</sub>** : La silice

**Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** : L'alumine

**Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>** : L'oxyde de fer

**MgO** : Oxyde de magnésium

**Kbr** : Bromures de Potassium.

**CPA** : Ciment portland artificielle

**E(t)** : Echantillon témoin

**E/C** : Rapport eau/ciment

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

**DRX** : Diffraction des rayons X

**SAA** : Spectrophotométrie d'Absorption Atomique

**IR** : Spectroscopie Infrarouge

**UV** : Ultraviolet –Visible

**CPA** : Ciments Portland Artificiels

**PH** : Potentiel d'hydrogène

**TCLP** : Toxicity characteristic leaching procedure

**TLM** : Test de Lixiviation sur Monolithe

**C-S-H** : Silico-calciques hydratés

**C<sub>3</sub>S** : Silicate tricalcique

**C<sub>2</sub>S** : Silicate bicalcique

**C<sub>3</sub>A** : Aluminate tricalcique

**C<sub>4</sub>AF** : Ferroaluminate tétracalcique

## Liste des figures

### Chapitre I

<b>Figure I.1.</b> Schéma représentatif des différentes classes des déchets.....	4
<b>Figure I.2.</b> Les différents types des déchets inertes et banals.....	5
<b>FigureI.3.</b> Différentes possibilités de gestion des déchets dangereux.....	12
<b>FigureI.4.</b> Schéma général de la gestion des déchets.....	13
<b>Figure I.5.</b> Principales interactions entre un atome ou une molécule et un solide à l'interface solide/liquide .....	20

### Chapitre II

<b>Figure II.1. Figure II.1 :</b> Principe du quartage .....	25
<b>Figure II.2 .</b> Protocol de préparation de la solution de lixiviation TCLP.....	26
<b>Figure II.3:</b> Principe de la diffraction de rayons X-DRX par un réseau cristallin.....	28
<b>Figure II.4. :</b> Schéma de principe de l'analyse par spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier FTIR .....	29
<b>Figure II.5. Figure II.5.</b> Schéma de principe fonctionnement de la SAA.....	30
<b>Figure II.6. Figure II.6 :</b> Schéma présentant les tests et la caractérisation effectuée sur les matrices cimentaire .....	32
<b>Figure II.7. Figure II.7 :</b> Moule utilisé pour la confection des éprouvettes.....	33
<b>FigureII.8 :</b> La formulation moulée.....	34
<b>Figure II.9.</b> Appareil Vicat.....	35
<b>FigureII.10.</b> Machine à la flexion mécanique.....	36
<b>Figure II.11.</b> Machine à la résistance mécanique.....	37
<b>Figure II.12:</b> Mise en marche du test TLM .....	39

### Chapitre III

<b>Figure III. 1</b> Spectre FT-IR de lixiviat.....	40
<b>Figure III.2.</b> Spectre DRX de poussier du marbre.....	42
<b>Figure III.3.</b> Début du prise pour les différentes formulations .....	44
<b>Figure III.4.</b> Fin de prise pour les différentes formulations.....	44

<b>Figure III.5.</b> Evolution de la résistance mécanique à la compression et à la flexion des matériaux S/S à base des ciments et de lixiviat en fonction de pourcentage de déchet de marbre.....	45
<b>FigureIII.6</b> Spectre DRX de la matrice cimentaire 0% poussières de marbre.....	47
<b>FigureIII.7.</b> Spectre Infrarouge du la matrice 0% poussières de marbre. . . . .	49
<b>Figure III.8.</b> Spectre Infrarouge des éluâtes issues du test TLM en milieu neutre . . . .	50
<b>FigureIII.9.</b> Spectre Infrarouge des éluâtes issues du test TLM en milieu sulfaté.....	51

# LISTE DES TABLEAUX

## chapitre I

<b>Tableau I.1</b> .Quelques types de déchets hospitaliers .....	9
<b>Tableau I.2</b> . Différents technique de stabilisation et /ou solidification.....	15
<b>Tableau I.3</b> .Composition typique d'un clinker en % massique.....	16
<b>Tableau I.4</b> . Comportement d'As, Cd, Cr, Cu, Hg, Pb et Zn dans les matrices cimentaires.	20

## chapitre II

<b>Tableau II.1</b> . Formulation des pâtes de ciment.....	33
<b>Tableau II.2</b> . Les formulations des pates pour l'essai de début et fin de prise.....	36

## chapitre III

<b>Tableau III.1</b> .Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de la FTIR de lixiviat.....	41
<b>Tableau III.2</b> :Composition chimique élémentaire du Lixiviat.....	41
<b>Tableau III.3</b> . Valeurs d'angles de diffraction des phases identifiées lors de la DRX pour la poussière de marbre.....	42
<b>Tableau III.4</b> . Composition chimique du ciment CEM I 52.5N.....	43
<b>Tableau III.5</b> . Composition minéralogique du CEM I 52.5N.....	43
<b>Tableau III.6</b> . Temps de début et de fin de prise des formulations conçues.....	43
<b>Tableau III.7</b> :.Résultats des essais mécanique des formulations à 28 jours de cure.....	45
<b>Tableau III.8</b> : Valeurs d'angles de diffraction des phases identifiées lors de la DRX pour la matrice cimentaire 0%.....	48
<b>Tableau III.9</b> : Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de la FTIR du la matrice 0% poussière de marbre. ....	49
<b>Tableau III.10</b> : Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de la FTIR des éluâtes issues du test TLM dans un milieu neutre .....	50
<b>Tableau III.11</b> : Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de la FTIR des éluâtes issues de TLM dans un milieu sulfaté.....	51
<b>Tableau III.12</b> Résultats de la conductivité et pH dans différents milieux et différentes formulations.....	52

**Tableau III.13** : Composition chimique par ICP après TLM de 5 jours pour la formulation 0% et 15%.....53

**Tableau III.14** : Taux de rétention des métaux dans la matrice 0% pendant 5 jours de lixiviation. ....53

**Tableau III.15** .Taux de rétention des métaux dans la matrice 15% après 5 jours de TLM..54

<b>Remerciements</b>	
<b>Sommaire</b>	
<b>Liste des figures</b>	
<b>Liste des tableaux</b>	
<b>Liste d'abréviation</b>	
Introduction générale .....	1

## **Chapitre I**

### **Revus bibliographique**

I.1 Introduction.....	3
I.2. Notions sur les déchets.....	3
I.2.1. Définition.....	3
I.3 Les différents types des déchets.....	4
I.3.1 Déchets inerte, banale (classe 3) .....	4
I.3.2 Déchets non dangereux (classe 2) .....	5
I.3.2.1 Les déchets ménagers et assimilés(DMA) .....	5
I.3.3 Déchets dangereux (classe 1) .....	6
I.3.3.1 Les déchets ultimes.....	6
I.3.3.2 Les métaux lourds.....	7
I.3.3.2.1 Les métaux lourds dans l'environnement.....	7
I.3.3.2.2 Impact des métaux lourds sur l'environnement.....	8
I.3.3.2.3 Impact des métaux lourds sur la santé.....	8
I.3.3.3 Les Déchets Industriels dangereux (DID) .....	9
I.3.3.3.1. Les déchets hospitaliers (DH) , des activités des soins (DAS). .....	9
I.4 Gestion des déchets.....	11
I.4.1 Définition.....	11
I.4.2 Principe de gestion des déchets.....	11
I.5. La hiérarchie de la gestion des déchets.....	11
I.5.1 La prévention des déchets et de leur nocivité.....	11

I.5.2 La valorisation énergétique des déchets.....	11
I.5.3 Traitements.....	11
I.5.4 Elimination.....	11
I.6 Procédés de Stabilisation/Solidification des déchets dangereux.....	14
I.6.1 Généralités.....	14
I.6.2 Définition de stabilisation et solidification.....	14
I.6.2.1 Stabilisation.....	14
I.6.2.2 Solidification.....	14
I.6.3 Objectifs de la stabilisation/solidification.....	14
I.6.4. Les procédés de stabilisation /solidification.....	14
I.6.5 Stabilisation/solidification à base de liants hydraulique.....	15
I.6.5.1 Définition des liants hydrauliques.....	15
I.6.5.1.2 les ciments.....	16
I.6.5.2.1 Définition .....	16
I.6.5.1.3 Composition du ciment portland .....	16
I.6.5.1.3.1 Composition du ciment anhydre.....	16
I.6.5.1.3.2 Compositions chimiques générales des ciments .....	16
I.6.6 hydratation du ciment .....	17
I.7. Comportement des métaux lourds dans les matrices cimentaires. ....	18
Conclusion.....	22

## **CHAPITRE II**

### **MATERIELS ET METHODES EXPERIMENTALES**

II.1. Matériels utilisés.....	23
II.2 Réactifs utilisés.....	23
II.3 matériaux utiliser .....	24
II.4. Préparation et traitement mécanique des matériaux .....	24
II.5 Caractérisation physico-chimique et minéralogique .....	25
II.5.1 potentiel d'hydrogène .....	25
II.5.2 mesure de la conductivité électrique .....	25

II.5.3 Test de lixiviation TCLP.....	25
II.5.4 Diffraction des Rayons X (DRX) .....	27
II.5.5 La spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier .....	28
II.5.6 Spectrophotométrie d’Absorption Atomique (SAA) .....	29
II.5.7 fluorescence X (FX) .....	30
II.6.stabilisation/solidification du lixiviat du déchet .....	31
II.6.1. Formulation de la pâte de ciment.....	34
II.6.2 Mesure des temps de début et de fin de prise .....	34
II.6.2.1 Définition de l’essai .....	34
II.6.2.2 Principe de l’essai .....	34
II.6.2.3 Equipement nécessaire.....	35
II.6.2.4 Mode opératoire de l’essai .....	35
II.6.3 Formulation des pates pour l’essai de vicat .....	35
II.7.ESSAIS MECANIQUES SUR LES EPRUVETTES S/S.....	36
II.7.1 Mesure des résistances à la compression et à la flexion (EN 196-1).....	36
II.7.1.1 Objectif de l’essai.....	36
II.7.2 Principe de l’essai.....	36
II.7.3 Equipement nécessaire.....	36
II.7.4 Essai de rupture par flexion.....	37
II.7.5 Essai de compression.....	38
II.8 teste de lixiviation sur monolithe.....	38
II.8.1 Principe du test.....	38
II.8.2 Protocole experimental.....	38

## **CHAPITRE III**

### **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

III.1 Caractérisation physico-chimique et minéralogique des matières premières.....	39
III.1.1 Lixiviat .....	39
III.1.1.1 Analyse par Infrarouge (IR).....	39
III.1.1.2 Analyse SAA du Lixiviat du déchet avant S/S.....	40

III.1.2 Poussière du marbre.....	41
III.1.2.1 Analyse DRX pour la matrice 0%.....	41
III.1.3 ciment CEM I 52.5N.....	42
III.1.3.1 Caractérisation par la Fluorescence X (FX).....	42
III.2.Application du procédé de stabilisation/solidification.....	43
III.2.1 Détermination de temps de début et fin de prise .....	43
III.2.2 Détermination des résistances mécaniques.....	45
III.3 Caractérisation physico-chimique et minéralogique après S/S.....	46
III.3.1 Résultats de l'analyse par la DRX.....	46
III.3.2 Analyse FTIR.....	48
III.4 Test de lixiviation sur monolithe (TLM), dynamique de relargage.....	52
III.4.1 Matériau S/S 0% de poussières de marbre milieu neutre et sulfaté .....	52
III.4.1.1 Evolution du PH et la conductivité.....	52
III.4.1.2 Evolution des teneurs des éléments chimiques dans les éluâtes issues du test	
TLM .....	53
III.CONCLUSION.....	53
Conclusion générale .....	55

## **Références bibliographiques**

### **Anneses**

## **INTRTODUCTION GENERALE**

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

La production mondiale de déchets municipaux est estimée à 1,5 milliards de tonnes de déchets solides en 2012. Les deux tiers de déchets ont été produits par les 2,2 milliards, soit 1,6Kg par personne et par jour. En 2025, il est estimé que la charge sera de 1,42 kg par personne et par jour et que la population urbaine va doubler soit une hausse de 70% de déchets solides municipaux. Cette hausse est due à la croissance démographique mondiale, au développement économique ainsi qu'à l'évolution des modes de consommation et des habitudes alimentaires [1].

Chaque civilisation génère des résidus inutilisés qui, avec le temps, deviennent une source de danger pour la vie des êtres humains et l'environnement L'augmentation de la fréquence et de l'intensité des risques naturels implique des enjeux de protection des installations de stockage et de traitement des déchets industrielle pour la maîtrise du risque de pollution des sols et des eaux, ces polluants possèdent la capacité de se concentrer le long de la chaîne alimentaire et de s'accumuler dans certains organes du corps humain. Il est donc indispensable d'éliminer ces éléments toxiques présents dans les différents effluents industriels ou de réduire leur quantité en dessous des seuils admissibles définis par les normes.

Au cours de ces dernières années, différentes techniques de traitement des déchets ont été développées afin de diminuer les volumes de résidus à stocker et de minimiser les dispersions des produits polluants (confinement, traitement par Stabilisation/Solidification, traitements thermiques, traitements physicochimiques, traitements biologiques comme la remédiation et la phytoremédiation).

La technique de traitement par Stabilisation/Solidification par les liants hydrauliques est la plus prometteuse, elle est employée pour diminuer la surface à travers laquelle se font les transferts ou les pertes de polluants et de limiter la solubilité et/ou la mobilité des polluants.

L'efficacité d'un traitement de stabilisation/solidification est déterminée par l'adéquation entre les propriétés du liant et les caractéristiques du déchet considéré. Le choix du liant

représente donc une phase préliminaire importante du traitement, les données disponibles de la compatibilité entre une catégorie de liants et une catégorie de déchets considèrent individuellement les caractéristiques de ces derniers elles sont inexploitable compte tenu de la complexité des déchets industriels.

L'objectif de ce travail est donc, non pas de mettre au point un procédé de stabilisation, mais d'évaluer, de façon la plus complète possible, la durabilité d'un déchet ultime stabilisé aux liants hydrauliques. Il faut, pour cela, caractériser au mieux le déchet avant et après stabilisation et étudier le plus complètement possible son comportement lorsqu'il est soumis à un essai de lixiviation.

Le déchet que nous nous proposons d'étudier est un déchet L'unité de l'ENIEM tizi-ouzou qui s'occupe de la fabrication des outillages ménagers, rejet à la fins de l'opération d'argentage de ces derniers un déchet qui contient des quantités de métaux lourds.

Pour faire valoir notre étude, notre mémoire est composé essentiellement de trois parties à savoir :

Dans la première partie nous présenterons une revue bibliographique sur le thème et la problématique, qui consiste en une synthèse des connaissances sur la stabilisation et la solidification des métaux lourds.

Dans la deuxième partie nous présenterons l'ensemble des protocoles expérimentaux et la méthodologie suivie dans la caractérisation des matériaux synthétisés (solidifiés/stabilisé) , déchet d'ENIEM à savoir : méthode chimique d'analyse, et méthode physique d'analyse. Nous nous appliquerons au moyen de différente technique de caractérisation telle que la DRX. IR, SAA, la flexion et la traction mécanique, le test TLM.

La troisième partie sera consacrée à l'exposition et discussion des résultats obtenus par les différentes techniques utilisées, et on termine par une conclusion.

**CHAPITRE I****GENERALITES SUR LES DECHETS****I.1 Introduction**

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

**I.2. Notions sur les déchets****I.2.1. Définition**

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

Au regard du Code de l'environnement de la loi française n° 75-633 du 15 juillet 1975, le déchet est défini comme étant " un 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" (article L.541-1 du Code de l'environnement). La directive du Conseil Européen en 1991 reprend la notion de déchet comme « une substance ou un objet dont le détenteur se défait ou dont il a l'intention ou l'obligation de se défaire ».

La législation française définit trois classes de déchets : dangereux, non dangereux, banals et inertes. On peut également distinguer les déchets selon leur origine comme déchets ménagers, industriels, agricoles, hospitaliers, ...etc.) Pour connaître la classification des déchets, il faut consulter le catalogue européen des déchets (Décision 94/3/CEE) qui liste les différents types de déchets et identifie leur caractère dangereux. Il identifie également quels déchets peuvent être assimilés aux déchets ménagers [2].

### I.3 Les différents types des déchets [3]

La protection de l'environnement prend aujourd'hui une place considérable dans notre société et constitue un enjeu majeur. Depuis quelques années déjà, une progression de la prise de conscience de l'état de l'environnement se traduit par la volonté de relever des défis environnementaux. L'amélioration de la gestion des déchets et plus particulièrement des déchets dangereux fait partie de ces évolutions à opérer.

Les déchets sont classés en fonction de leurs nature L'Union Européenne a mis en place une typologie en fonction de la nature des déchets mais également de leur origine, de leur mode de collecte ainsi que de l'autorité compétente. On s'intéressera ici à la typologie en fonction de leur nature. Le classement des déchets est dépendant de leur nature et de leur impact sur l'homme ou sur l'environnement. On distingue alors trois classes des déchets dans la figure I.1

1. Classe 1 déchets dangereux ;
2. Classe 2 déchets non dangereux ;
3. Classe 3 déchets inerte, banale ;



**Figure I.1** : Schéma représentatif des différentes classes des déchets

#### I.3.1 Déchets inerte, banale (classe 3) [4].

Les déchets inertes sont pour la majeure partie composés des déchets de chantier à savoir déblais, gravats et déchets de démolition. Plus concrètement, il s'agit principalement d'ardoises naturelles ou en béton, d'asphalte (dépourvu de goudron), de béton, de blocs et de briques, de ciment, d'empierrements, de céramiques, de dalles, de graviers, de parpaings, de terres non contaminées, de sable, verre, ...etc. On présente en figure II.2 exemple de types des déchets.



**Figure I.2 :** Exemple de types des déchets inertes et banals

### I.3.2 Déchets non dangereux (classe 2)[4]

Il n'existe pas de définition type pour les déchets de classe 2. Ce sont tout simplement les déchets qui n'entrent pas dans les classifications de déchets inertes ou dangereux. Cette catégorie reprend donc un bon nombre de déchets à savoir: bois non traité, cartons, cuivre, déchets verts, emballages non souillés, ferrailles, huiles végétales, isolants, métaux non dangereux, plastiques, plâtre, pneus, etc. Ces déchets sont triés suivant les filières d'élimination adéquates.

#### I.3.2.1 Déchets ménagers et assimilés(DMA)

Cette catégorie recouvre les ordures ménagères (OM), les déchets municipaux (DM) ou urbains, les résidus urbains (déchets du nettoyage).leur traitement relève de la responsabilité des municipalités qui peuvent en déléguer la responsabilité à des sociétés ou à des syndicats. Ces déchets produit par les ménages sont passé à 22Mt/an en 2004.les déchets occasionnels (déchets verts, encombrants et déchets de bricolage) atteignent pour leur part 6Mt/an

Le terme assimilé désigne les déchets entreprises industrielles (DEI), des artisans des commerçants des écoles des services publics, du secteur tertiaire et hôpitaux qui présentent des caractéristiques physico-chimiques ou toxicité équivalentes à celles des odeurs ménagères .Ceci permette de les diriger vers les même unités de traitement que les ordures ménagères. «Les collectivités assurent également l'élimination des déchets non ménagers qu'elles peuvent, eu égard à leurs caractéristique techniques aux quantités produites, collecter et traiter sans sujétions techniques particulières» (article L2224-14 du code général des collectivités territoriale).

- **Impact des déchets ménagers et assimilés sur la santé humaine et l'environnement**

Les effets directs des déchets ménagers sur la santé peuvent être divers, en fonction des substances toxiques présentes. Outre les déchets classés comme dangereux, les nuisances engendrées par les déchets ménagers peuvent provenir de matières organiques, support d'organismes susceptibles d'être pathogènes par eux-mêmes ou en tant que vecteur ; de matières coupantes, piquantes ; de matières combustibles susceptibles de dégager des substances nocives ; de résidus de substances toxiques. Les effets indirects sur la santé proviennent des nuisances environnementales associées aux modes de gestion. La valorisation des déchets est préconisée pour réduire la part qui sera incinérée ou stockée. L'incinération et le stockage sont en effet des modes de gestion porteurs de nuisances potentielles sur l'environnement et sur la santé.

### **I.3.3. Déchets dangereux (classe 1)**

Les déchets dangereux sont la source de nombreux impacts sur l'environnement et peuvent provoquer des incidences sur la santé humaine. Ils peuvent être de nature organique (solvants, hydrocarbures...), minérale (acides, boues d'hydroxydes métalliques...) ou gazeuse. Les déchets dangereux peuvent être classés en trois sous-catégories [5].

- Les déchets ultimes.
- Les métaux lourds.
- Les déchets Industriels dangereux (DID).
- Les déchets hospitaliers (DH) , des activités des soins (DAS).

#### **I.3.3.1 Déchets ultimes**

Les opérations de traitement produisent de nouveaux déchets : les déchets des déchets en quelque sorte. Ceux-ci seront traités et fournissent encore des déchets .Il arrive un moment où l'opération ne devient plus rentable et l'on obtient ainsi le déchet ultime [4].

La définition rigoureuse est fournie par la loi du 15 juillet 1975 (4): c'est un déchet, résultant ou non du traitement d'un déchet, qui n'est plus susceptible d'être traité dans les conditions techniques et économiques du moment, notamment par extraction de la part valorisable ou par extraction de son caractère polluant ou dangereux.

Il est ainsi fait référence implicitement à l'utilisation de BATNEEC. Cette définition est évolutive. Un déchet classé dangereux à une époque ne le sera peut-être plus à une époque ultérieure du fait de l'évolution des techniques et/ou des cours des matières premières. Ceci explique que la réglementation prévoit explicitement la possibilité de récupérer les matériaux (ce ne sont plus dès lors des déchets) enfouis dans les décharges dans le futur. Il y a

manifestement absence de sécurité juridique puisque le déchet ultime est fondé sur des bases mobiles appelées à évoluer avec le temps. Il était prévu que son usage entre dans la pratique courante à partir du 1er juillet 2002, date à laquelle les installations de stockage ne devaient plus recevoir que ce type de déchet.

Des études psychologiques ultérieures ont montré que le mot ultime était associé à l'idée de mort. Ce terme favorise le rejet des installations traitant ce type de déchet par les populations. Il devrait donc logiquement être remplacé à terme par une autre expression un peu moins rébarbative ou tout simplement disparaître [4].

### I.3.3.2 Métaux lourds

Les éléments traces métalliques sont généralement définis comme des métaux lourds. On appelle métaux lourds tout élément métallique naturel dont la masse volumique dépasse ( $5\text{g/cm}^3$ ). Ils englobent l'ensemble des métaux et métalloïdes présentant un caractère toxique pour la santé et l'environnement [6].

Les métaux lourds les plus souvent considérés comme toxiques pour l'homme sont : le plomb, le mercure, l'arsenic et le cadmium. D'autres comme le cuivre, le zinc, le chrome, pourtant nécessaires à l'organisme en petites quantités, peuvent devenir toxiques à doses plus importantes.

Dans les sciences environnementales, les métaux lourds associés aux notions de pollution et de toxicité sont généralement : l'arsenic (As), le cadmium (Cd), le chrome( $\text{Cr}^{\text{IV}}$ ), le cuivre (Cu), le mercure (Hg), le manganèse (Mn), le nickel (Ni), le plomb (Pb), et le zinc (Zn)

#### I.3.3.2.1 Métaux lourds dans l'environnement

L'origine des métaux présents dans l'environnement est double :

➤ **Naturellement** : présents dans la biosphère, ils proviennent, d'une part, de l'érosion mécanique et chimique des roches et du lessivage des sols [7]

Ces métaux lourds répartis sur l'ensemble de la surface du globe, une concentration d'un métal peut signifier la présence d'un gisement exploitable. Mais il existe un grand nombre d'anomalies naturelles en métaux qui n'ont pas fait l'objet d'une exploitation et qui constituent pourtant des réservoirs en métaux importants.

➤ **Contribution d'origine anthropique** : issue des rejets industriels et domestiques, l'activité minière et les eaux d'écoulement contaminées par les engrais et les pesticides utilisés en agriculture [8]

Les métaux lourds proviennent de la combustion du charbon, du pétrole, des ordures ménagères et de certains procédés industriels particuliers [9].

### ➤ La toxicité des métaux lourds

De nombreux toxiques, polluants chimiques présents dans l'environnement, induisent une toxicité au niveau des organismes vivants. Les métaux sont généralement séparés en deux catégories selon leur caractère essentiel ou non pour les êtres vivants. En effet, ils peuvent s'avérer indispensables au déroulement de processus biologique (oligo-éléments), c'est le cas du fer (Fe), du cuivre (Cu), du zinc (Zn), du nickel (Ni), du cobalt (Co), du vanadium (V), du sélénium (Se), du molybdène (Mo), du manganèse (Mn), du chrome (Cr<sup>+3</sup>), de l'arsenic (As). D'autres ne sont pas nécessaires à la vie, et peuvent être même préjudiciables comme le mercure (Hg), le plomb (Pb), le cadmium (Cd), et l'antimoine (Sb) [10].

#### I.3.3.2. Impact des métaux lourds sur l'environnement

Contrairement aux contaminants organiques, les métaux lourds générés par les activités anthropiques ne peuvent pas être dégradés biologiquement et persistent indéfiniment dans l'environnement. De plus, les environnements pollués tels que les sites miniers sont généralement soumis à de fortes contraintes climatiques et hydriques, érodant fortement les déchets et induisant une pollution pour les eaux et les sols environnants. Les sols miniers sont pauvres en matières organiques et en minéraux fertilisants comme l'azote ; empêchant alors le développement d'une couverture végétale pouvant faire office de barrière à la dispersion des métaux lourds. De ce fait, la non-gestion des sites miniers pose un problème environnemental conduisant à de graves dégâts écologiques, car une accumulation excessive de métaux lourds dans un milieu réduit l'activité et la diversité microbienne [11].

#### I.3.3.3 Impact des métaux lourds sur la santé

En général, les humains sont exposés aux métaux lourds par voie orale (l'ingestion, boisson ou nourriture), par voie respiratoire (inhalation) ou par voie cutanée [12]. une exposition permanente à de petites doses de métaux peut déclencher de nombreuses réactions chez l'être humain [13].

Les métaux lourds sont donc des polluants qui ont un fort impact toxicologique. Selon leurs natures et leurs concentrations, ils ont des effets spécifiques sur la santé. On distingue trois grandes catégories [13].

- Les métaux lourds toxiques même à très faibles concentrations, tels que le mercure, le cadmium, le chrome et le plomb.
- Les métaux moyennement toxiques, tels que le cuivre et le nickel.
- les métaux faiblement toxiques, tels que le fer ou l'aluminium

### I.3.3.3 Déchets Industriels dangereux (DID)

Ils regroupent les déchets dangereux autres que les déchets dangereux des ménages et les déchets d'activité de soins à risque infectieux[4].

#### I.3.3.3.1 Déchets hospitaliers (DH), des activités des soins (DAS)

Ce sont des déchets spécifique des activités de diagnostic, de suivi et de traitement préventif, curatif ou palliatif dans les domaines de la médecine humaine et vétérinaire, ainsi que des activités de recherche et d'enseignement associées, de production industrielle . Les déchets d'activité des soins à risque infectieux (DASRI) sont classés comme des déchets dangereux. Leurs production est de l'ordre de 150000 ton/an. Le décret du 6 novembre 1997 impose obligation d'élimination de ce type de déchet au producteur. Une convention écrite lie le producteur et le prestataire en charge de l'élimination des déchets. Des documents sont établie afin d'assurer la traçabilité des opérateurs de collecte et de traitement .Ces déchets doivent être séparés des autres déchets. Ils utilisent des emballages a usage unique avant l'enlèvement. Des durées maximales d'entreposage sont imposées. Le transport de ces DAS répond aux exigences imposées aux matières dangereuses (conditionnement, étiquetage, classement par risques biologiques). [4] . Quelques types de déchets dangereux sont montrés dans le tableau I.1.

**Tableau I.1** : quelques types de déchets hospitaliers

Type de déchet	Exemple
déchets infectieux	déchets contaminés par le sang déchets de malades infectieux animaux de laboratoire infectés matériel, appareils contaminés
déchets génotoxiques	très dangereux (cancérogènes, tératogènes, mutagènes) notamment utilisés dans le traitement du cancer
produits radioactifs	issus de matériel de diagnostic radioactif ou de radiothérapie
déchets à forte teneur en métaux lourds	thermomètres cassés

De manière générale, la moitié des déchets dangereux provient des activités industrielles (chimie, métallurgie), environ un tiers du BTP (bois traité ou peint).

## I.4 Gestion des déchets

Avant de valoriser un déchet, il faut connaître son origine, l'analyser, caractériser son état actuel et son comportement dans le temps et évaluer sa traitabilité. Il s'agit donc de « Mesurer pour connaître et connaître pour agir ». L'approche globale du déchet permettra d'en définir son devenir, à savoir quel type de valorisation choisi [14].

### I.4.1 Définition

La gestion des déchets désigne l'ensemble des opérations et moyens mis en œuvre pour limiter, recycler, valoriser ou éliminer les déchets, c'est-à-dire des opérations de prévention, de pré-collecte, collecte, et transport et toute opération de tri, de traitement, jusqu'au stockage. Alain Navarro a identifié deux stratégies pour la gestion des déchets (préventive et curative) qui est subdivisé en cinq sous stratégies :

- Arrêt de la production : stratégie préventive radicale, qui consiste à ne plus produire un produit qui pose des problèmes de valorisation ou d'élimination en fin de vie ou générant, lors de sa production, des déchets difficilement éliminables. En contrepartie, on recherchera des produits de substitution. Exemples : CFC, PCB/PCT, amiante, ...etc.
- Optimisation et innovation sur les technologies est une stratégie préventive qui consiste à réduire la production de déchets et leur toxicité : c'est le concept de technologies propres.
- Mise en œuvre d'une politique de recyclage, de valorisation et de réutilisation des déchets de production et de la consommation cette technique rentre dans la stratégie curative, la principale difficulté étant de trouver des procédés de transformation, ainsi que des débouchés pour les matières issues de la valorisation.
- Rejet éco-compatible des déchets est une stratégie curative consiste au rejet d'effluents dépollués dans le milieu naturel après des phases de traitement et de concentration des polluants pour ne stocker qu'un déchet ultime.
- Stockage, enfouissement : il ne s'agit pas d'une stratégie à proprement parler mais bien de l'ultime exutoire de tout traitement qui débouche systématiquement sur un déchet ultime [15].

### **I.4.2 Principe de gestion des déchets**

Des solutions doivent désormais être mises en place pour le recyclage, la réutilisation ou la valorisation de ces déchets. La gestion de cette filière correspond au tri des déchets, à leur collecte, au transport, et au traitement et/ou au stockage des déchets. Le principe des 3 R - **Réduire, Réutiliser, Recycler** - permet de réduire la production d'ordures ménagères nécessitant un traitement collectif, de réutiliser les déchets tel que la consigne des bouteilles en plastique, ainsi que le recyclage des déchets par la transformation des matières, compostage, transformation énergétique via les centrales thermiques [16].

### **I.5. Hiérarchie de la gestion des déchets**

La gestion des déchets consiste en toute opération relative à la collecte, au tri, au transport, au stockage, à la valorisation et à l'élimination des déchets, y compris le contrôle de ces opérations (article 3 de la loi 01-19). A partir de cette définition, on distingue les différentes opérations dans le mode de gestion des déchets [17].

#### **I.5.1 Prévention des déchets et de leur nocivité**

Elle consiste à :

- La réduction de la production de déchet ;
- La limitation de leur nocivité ;
- L'organisation du transport. [18]

#### **I.5.2 Valorisation énergétique des déchets**

Toute opération de recyclage, de réemploi, de récupération, d'utilisation des déchets comme source d'énergie toute autre action visant à obtenir des matières premières ou des produits réutilisables provenant de la récupération des déchets, et ce, afin de réduire ou d'éliminer l'impact négatif de ces déchets sur l'environnement [19].

#### **I.5.3 Traitements**

Toute opération physique, thermique, chimique ou biologique conduisant à un changement dans la nature ou la composition des déchets en vue de réduire dans des condition contrôlées, le potentiel polluant ou le volume et la qualité des déchets, ou d'en extraire la partie recyclable[19].

#### **I.5.4 Elimination**

L'élimination des déchets constitue le niveau hiérarchique le plus bas de la gestion des déchets. Elle est réservée aux seuls déchets qui ne se prêtent plus à une opération de réutilisation, de recyclage ou de valorisation.

L'élimination des déchets doit être effectuée dans des installations qui répondent aux meilleures techniques disponibles en la matière. Les techniques d'élimination à mettre en œuvre doivent répondre à la nature des différentes fractions de déchets. Dans la mesure du possible et de l'utile, les déchets à éliminer doivent être soumis au préalable à une opération de prétraitement. Les objectifs en sont notamment la modification des propriétés des déchets pour réduire leur impact lors de l'élimination proprement dite (par exemple: traitement biologique des déchets municipaux préalablement à leur mise en décharge) ou encore une séparation des différentes composantes des déchets en vue de les soumettre aux opérations d'élimination les plus appropriées [20]. La figure I.3 résume les possibilités de gestion des déchets dangereux.

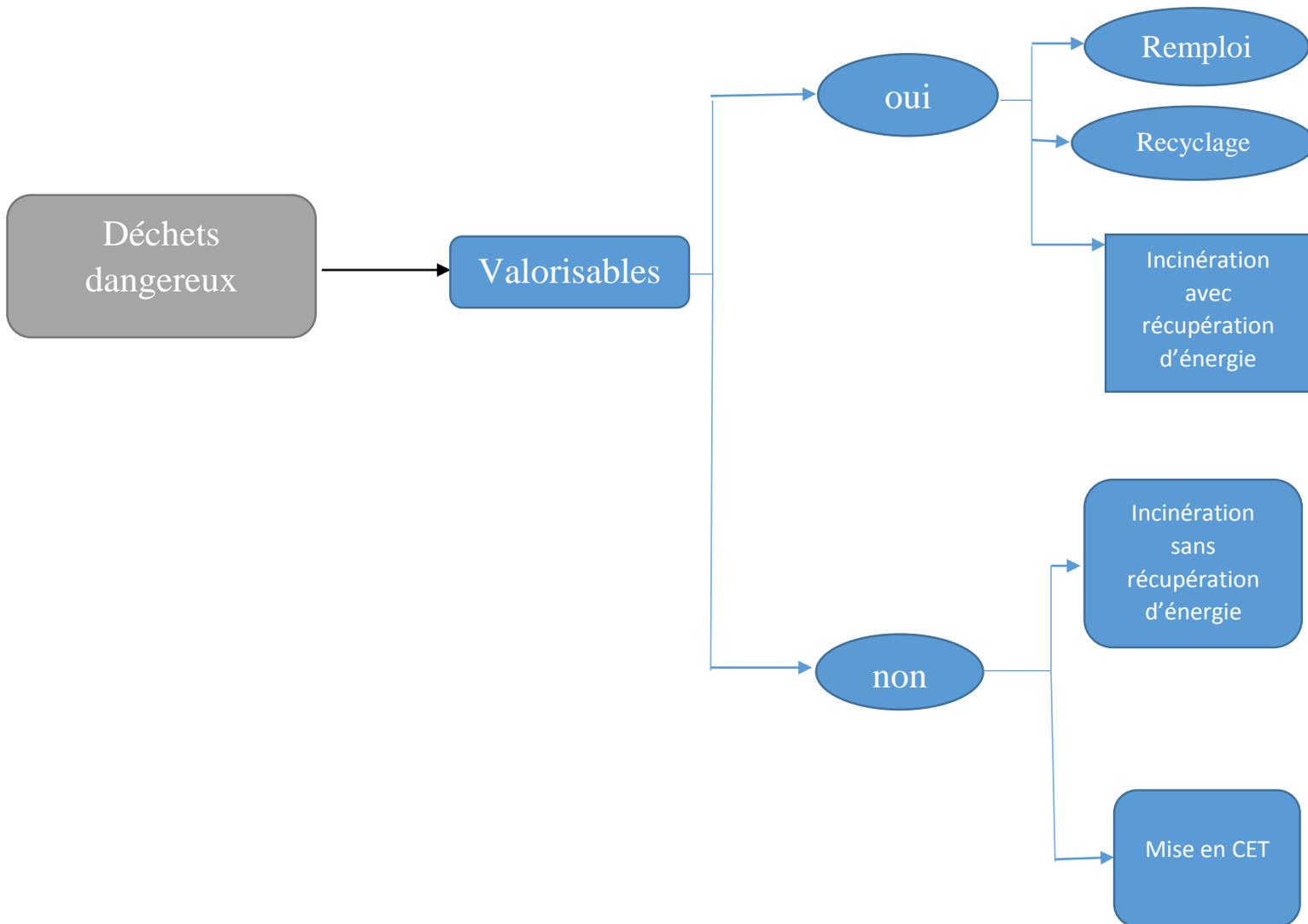


Figure I.3 : Différentes possibilités de gestion des déchets dangereux

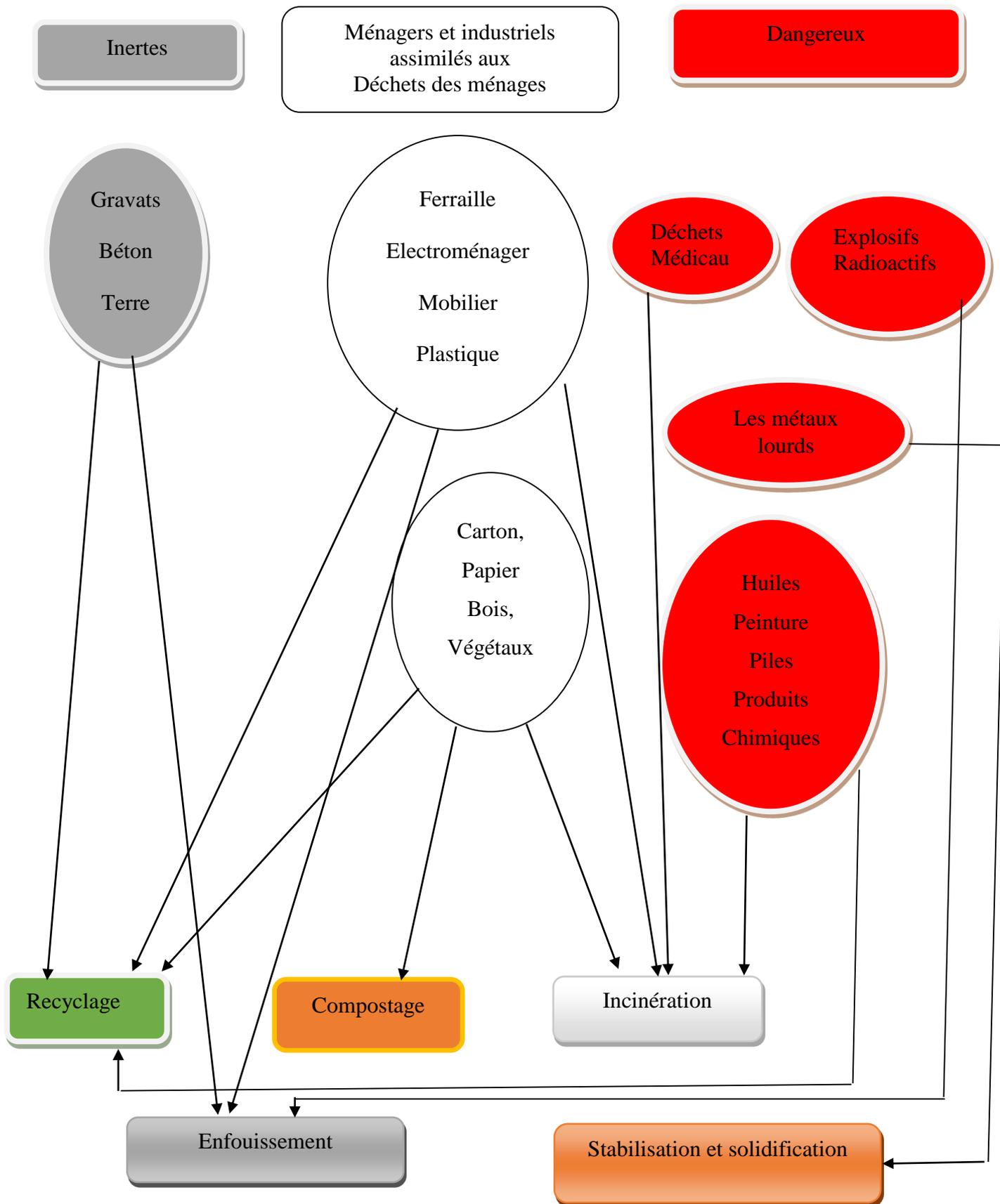


Figure I.4: Schéma général de la gestion des déchets

## I.6 Procédés de Stabilisation/Solidification des déchets dangereux

### I.6.1 Généralités

Les procédés de stabilisation/solidification sont des procédés intéressants, car, avant de stocker et/ou d'utiliser un déchet, ils permettent de diminuer grandement ses grandes quantités ainsi que leurs caractères polluant toxiques [21].

### I.6.2 Définition de stabilisation et de solidification

#### I.6.2.1 Stabilisation

Elle se traduit par une fixation chimique des polluants. Elle désigne l'ensemble des mécanismes permettant de mettre les polluants contenus dans le résidu sous une forme stable, peu soluble et peu mobilisable par l'environnement. [22]

#### I.6.2.2 Solidification

Elle se traduit par la transformation du résidu traité (pulvérulent, pâteux, granuleux...) en une matrice peu poreuse et peu perméable, par réaction (ou non) avec un ou plusieurs réactifs intervenants dans le procédé. La solidification, si elle est dissociée d'une stabilisation peut être considérée comme une encapsulation, qui a pour principal effet de limiter l'interface entre le sol et le milieu, autrement dit le piégeage mécanique de polluée, donc de réduire le passage en solution des polluants, tant que la structure du matériau reste intègre [23].

### I.6.3 Objectifs de la stabilisation/solidification

Les traitements de Stabilisation/Solidification ont donc comme objectifs [24] :

- Réduire la solubilité des polluants contenus initialement dans le déchet ;
- Améliorer les propriétés physiques du déchet, afin d'en faciliter la manipulation et/ou le stockage et d'en réduire la perméabilité ;
- Limité l'interface entre le déchet et le milieu extérieur, l'eau en particulier, qui est le principal vecteur potentiel de pollution vers l'environnement.
- Limiter la solubilité des contaminants en cas de contact avec un fluide lixiviant

### I.6.4 Procédé de stabilisation /solidification

Quel que soit le procédé mis en œuvre pour inerte un déchet, il est très souvent intéressant, d'effectuer un prétraitement qui a pour but, d'une part de faciliter la manipulation lorsque le traitement ne se fait pas sur site, d'autre part de réduire la quantité d'agent solidifiant nécessaire. Ainsi dans certains cas, on peut avoir recours à une déshydratation, procéder à un ajustement du pH ou même provoquer des réactions d'oxydoréduction. La déshydratation peut permettre une réduction du volume d'un déchet de 20 à 40 % [25]. On distingue généralement trois types des procédés qui sont classés dans le tableau I.2 :

**Tableau I.2** : Différents technique de stabilisation et /ou solidification

Définition	Application
Les procédés à haute température (1200à1500 c)	reposent sur une fusion du déchet, en présence éventuellement d'additifs, et aboutissant à un matériau vitreux et/ou cristallin.
Les procédés à basse température (110à250°C)	reposent sur le mélange de déchets avec des liant thermoplastiques afin d'aboutir à un enrobage des déchets dans une matrice imperméable.
Les procédés à froid	reposent sur le mélange de déchets avec des liants hydrauliques aux minéraux et aboutir, selon les réactifs utilisés, à une S/S,

### I.6.5 Stabilisation/solidification à base de liants hydraulique

La sévérité des nombreuses normes d'acceptation des déchets en centre de stockage ou en décharge a permis l'essor des procédés physico-chimique d'inertage notamment par l'utilisation de la technique de stabilisation/solidification .

La facilité de mise en œuvre de cette technique de S/S par liants hydrauliques ainsi que son faible cout [26] en font une des plus utilisées actuellement pour le traitement des déchets minéraux ultimes.

Jusqu'à présent en France, le procédé de stabilisation/solidification à base de liant hydraulique est appliqué uniquement aux déchets inorganiques contenant principalement des métaux lourds mais ne contenant aucune trace de de polluants organique [26]

#### I.6.5.1 Définition des liants hydrauliques

Il faut maintenant aborder les aspects de la composition d'un liant, pour comprendre comment se produit le développement de résistance lors du traitement. Les liants hydrauliques [27] sont les liants les plus utilisés pour la construction. Il s'agit de produits qui, en présence d'eau, ou de lixiviant, s'hydratent en donnant naissance à des espèces cristallines résistantes. Les liants hydrauliques sont des mélanges de différents composants formulés avec des proportions adaptées au mieux au lixiviat à traiter.

## I.6.5.2 les ciments

### I.6.5.2.1 Définition [28]

Le ciment est un mélange de silicates et d'aluminates de calcium, résultant de la combinaison de la chaux (CaO) avec la silice (SiO<sub>2</sub>), l'alumine (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) et l'oxyde de fer(Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>). Le ciment est un liant hydraulique, c'est-à-dire une matière inorganique finement moulue qui, gâchée avec de l'eau, forme une pâte qui fait prise et durcit par suite de réaction et processus d'hydratation et qui, après durcissement, conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

### I.6.5.2.2 Composition du ciment [29]

Le clinker portland résulte de la cuisson, autour de 1450 C°, d'un mélange homogène de matières premières finement divisées (fer, calcaires, marnes) en proportion convenable. Son analyse chimique révèle en moyenne les teneurs massiques d'oxydes ces oxydes sont combinés dans le four pour former quatre phases solides principales, avec essentiellement des silicates de calcium et des aluminates de calcium dans les proportions moyennes indiquées dans le tableau I.3

**Tableau I.3** Composition typique d'un clinker en % massique

élément	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O
Pourcentage en %	62-67%	19-25%	2-9%	1-5%	0-3%	1-3%	0,6%	0,2%

### I.6.5.2.3 Compositions chimiques des ciments

Les ciments classiquement utilisés sont fabriqués par mélange et Co-broyage de clinker Portland et d'autres constituants minéraux, avec une certaine quantité de gypse -sulfate de calcium (= de 3 à 5 % du gypse) nécessaire pour réguler la prise.

Pour désigner les phases cimentières, on utilise en général une notation abrégée dite « notation shorthand » ou « notation cimentière » utilisant l'initiale des oxydes à la place des symboles chimiques classiques : C pour CaO (Chaux), S pour SiO<sub>2</sub> (silice), A pour Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (alumine), M pour MgO (Oxyde de magnésium ou périclase) et F pour Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (hématite)

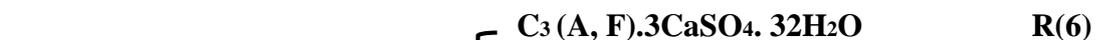
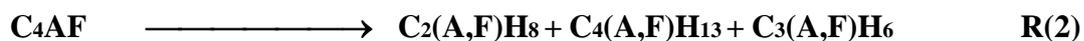
Les phases couramment rencontrées dans l'industrie du ciment sont :

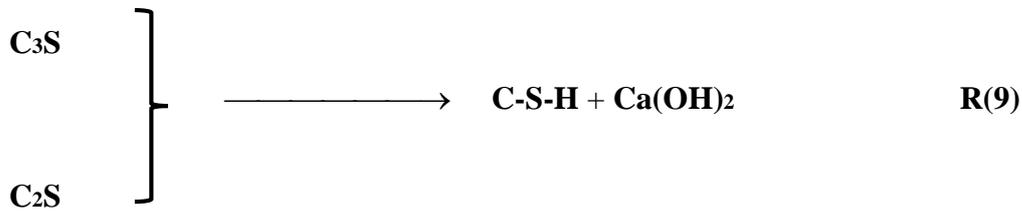
- Alite ou silicate tricalcite C<sub>3</sub>S : (CaO)<sub>3</sub>(SiO<sub>2</sub>) ; cette phase est la plus importante. Elle consiste en environ deux tiers du produit final.
- Aluminate ou aluminate tricalcite C<sub>3</sub>A : (CaO)<sub>3</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ;

- Belite, silicate dicalcite ou silicate de dicalcium, C<sub>2</sub>S : (CaO)<sub>2</sub>(SiO<sub>2</sub>) ;
- Calcite
- Cérite phases « interstitielles » « celite » C<sub>3</sub>A, impure et solution solide de ferrite « C<sub>4</sub>AF » ;
- Chaux libre (free lime) : CaO, la teneur doit être en général inférieure à 2 % en masse dans le clinker (la quantité de chaux libre augmente lorsque la température du four baisse) ;
- Ferrite, aluminoferrite, brownmillerite (en) ou ferro-aluminate tétracalcique(en) C<sub>4</sub>AF  
C<sub>4</sub>AF : (CaO)<sub>4</sub>(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), on voit parfois la demi-formule (CaO)<sub>2</sub>FeAlO<sub>3</sub> ;
- Gypse: CaSO<sub>4</sub>.2(H<sub>2</sub>O) ; chauffé entre 60 °C et 200 °C, le gypse se déshydrate et donne le plâtre;
- Périclase: MgO ;
- silice : SiO<sub>2</sub>

### I.6.6 HYDRATATION DU CIMENT

Le mélange du ciment et de l'eau s'apparente à un système dispersé constitué d'un réseau de particules dans une phase aqueuse. Les atomes de ces particules (C<sub>3</sub>S, C<sub>2</sub>S, C<sub>3</sub>A, C<sub>4</sub>AF) présentent des liaisons insaturées qui, au contact de l'eau, sont le siège ou l'origine de nombreuses réactions d'adsorption, d'hydrolyse, de dissolution, de solvatation ou de cristallisation. Les mécanismes d'hydratation sont résumés ci-après par les évolutions des principaux constituants [30]





Les aluminates  $\text{C}_3\text{A}$  et  $\text{C}_4\text{AF}$  réagissent, formant immédiatement des hydrates d'aluminates de calcium (1 et 2). Lorsque des sulfates (issus du gypse) entrent en solution, ils réagissent avec ces aluminates pour les envelopper d'hydrates de sulfoaluminates de calcium appelés ettringite (3 et 6). Ce dernier composé, très peu soluble dans la solution basique de gypse, ralentit l'hydratation des grains de ciment. Quelques heures après l'ajout de l'eau, la quantité de sulfates de calcium disponible est faible, l'ettringite réagit alors avec les aluminates de calcium ( $\text{C}_3\text{A}$ ) et se transforme en monosulfates (4 et 7). Le  $\text{C}_3\text{A}$  réagit avec de l'eau et de l'hydroxyde de calcium pour former des aluminates de tétracalcium (5 et 8). Après quelques jours, très peu d'ettringite subsiste.

Parallèlement aux premières réactions des aluminates, les silicates s'hydratent, plus lentement. Les principaux produits d'hydratation sont au nombre de 3 : un gel de silicate de calcium hydraté, la tobermorite encore désignée par C-S-H selon sa composition stochiométrique approximative, et l'hydroxyde de calcium cristallisé appelé portlandite (9).

Le durcissement, la résistance et quelques autres propriétés du ciment hydraté sont principalement dus au gel C-S-H [31-32- 33].

### I.7. Comportement des métaux lourds dans les matrices cimentaires

Les principales interactions entre les métaux lourds et une matrice cimentaire sont décrites ci-après. Ces informations sont résumées dans le Tableau I.4.

➤ Arsenic : Ses états d'oxydation sont +3 (arsénite), +5 (arséniate) et -3. Il peut former des complexes de calcium-arsénite ( $\text{Ca-AsO}_3^{3-}$ ) ce qui limite sa mobilité et augmente la prise du ciment [34]. En présence d'ions  $\text{As}^{5+}$ , l'hydratation est retardée à cause de la formation de  $\text{Ca}_3(\text{AsO}_4)_2$ , très peu soluble, sur les particules de clinker [35]. L'arsenic est donc immobilisé efficacement quand il est oxydé sous la forme +5. Des arséniate de fer (III) peuvent aussi se former [36]. L'arséniate peut se substituer partiellement au sulfate dans l'ettringite [37]. Les ions  $\text{As}^{3+}$  peuvent être adsorbés de manière significative par les C-S-H ; cette capacité d'adsorption diminue quand le ratio Ca/Si augmente [38].

➤ **Cadmium** : Son degré d'oxydation est +2 et il peut se substituer au calcium dans les hydrates. Au cours de l'hydratation, il peut se retrouver sous forme d'hydroxyde ( $\text{Cd}(\text{OH})_2$ ) qui a une très faible solubilité en milieu alcalin [36] ou sous la forme  $\text{CaCd}(\text{OH})_4$  [39].  $\text{Cd}(\text{OH})_2$  peut servir de centre de nucléation pour les C-S-H. De manière générale, les ciments et les agents pouzzolaniques sont efficaces pour stabiliser le cadmium, mais pas le laitier [40]. La présence de cadmium augmente la formation d'ettringite [41]

➤ **Chrome** : On le trouve sous les formes +3 et +6, la forme +6 étant la plus toxique pour l'environnement. Son rôle sur la prise du ciment est encore mal cerné. Le chrome peut se substituer à l'aluminium, au calcium ou à la silice dans les hydrates ; dans les C-S-H,  $\text{CrO}_4^{2-}$  il peut se substituer à  $\text{SiO}_4^{4-}$  [42]. Au cours de l'hydratation, le  $\text{Cr}^{3+}$  est oxydé en  $\text{Cr}^{6+}$ . Pour stabiliser le chrome avec du ciment Portland, il faut donc utiliser des agents réducteurs pour favoriser la forme +3, la forme +6 n'étant pas stabilisée avec du ciment Portland [39]. La présence de chrome augmente la formation d'ettringite.

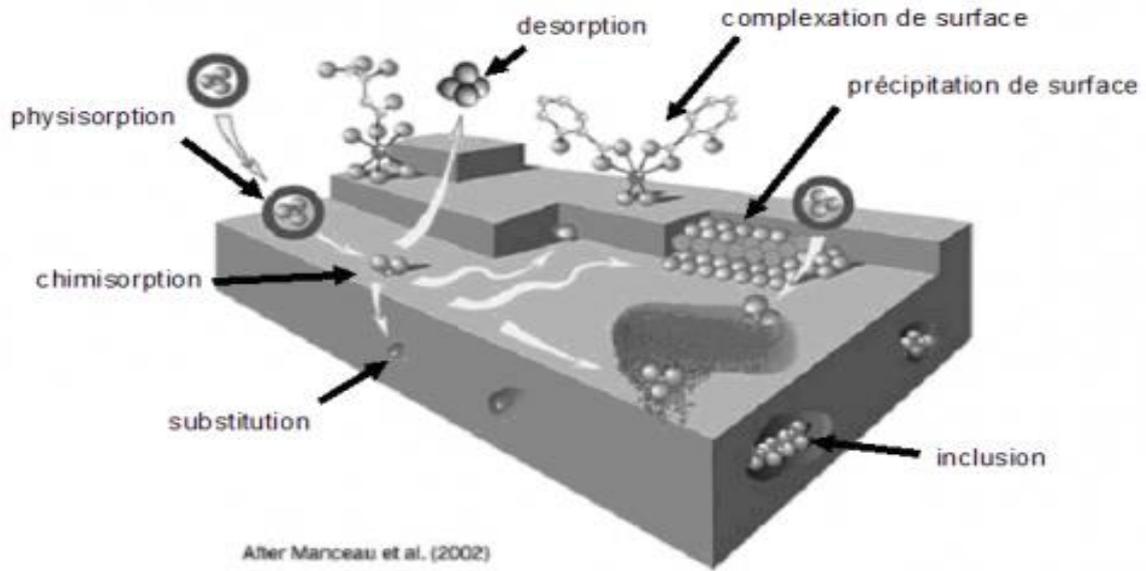
➤ **Cuivre** : Le cuivre a un effet retardateur sur l'hydratation. Les formes  $\text{Cu}(\text{OH})_2$  et  $\text{CuSiO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  sont produites pendant l'hydratation [43]

➤ **Mercure** : On peut le retrouver sous sa forme  $\text{HgO}$  [43]. Il a été observé que sa présence est souvent accompagnée de carbonates (de calcium et autres), qui se forment avec le dioxyde de carbone atmosphérique, ce qui peut affecter la structure cimentaire [33,44]. Le mercure est efficacement immobilisé par un ciment enrichi en sulfate.

➤ **Plomb** : 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 [45]. Cela, forme une couche imperméable, qui gêne la diffusion de l'eau et par conséquent, l'hydratation. On le retrouve aussi sous les formes  $\text{PbO}$  ou  $\text{Pb}(\text{OH})_2$ . Il peut également être présent sous la forme de l'ion complexe  $\text{Pb}(\text{OH})_3^-$ , qui forme des sels plus solubles que  $\text{PbO}$  ou  $\text{Pb}(\text{OH})_2$  [45]. Dans des environnements très basiques, il peut se former des ions complexes pouvant contenir jusqu'à six atomes de Pb (par exemple  $[\text{Pb}_6\text{O}(\text{OH})_6]^{4+}$ ).

➤ **Zinc** : Le zinc (degré d'oxydation +2) est un métal amphotère.  $\text{ZnO}$  ralentit fortement l'hydratation du ciment et  $\text{Zn}^{2+}$  retarde la formation de la portlandite au début de l'hydratation [43]. Il peut se substituer au calcium dans les hydrates. La présence de zinc diminue la perméabilité du ciment, probablement en favorisant la formation d'ettringite [41]. Dans des conditions très basiques, on peut retrouver les hydroxydes complexes  $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$  et  $\text{Zn}(\text{OH})_3^-$ , qui ne peuvent alors pas être adsorbés sur les C-S-H [46-47]. D'autres études mettent en

évidence le fait que, dans les C-S-H, le zinc ne semble pas se substituer au calcium mais plutôt être incorporé dans les espaces interfoliaires [47].



**Figure I.5.** Principales interactions entre un atome ou une molécule et un solide à l’interface solide/liquide

**Tableau I.4. :** Comportement d’As, Cd, Cr, Cu, Hg, Pb et Zn dans les matrices cimentaires.

Élément	État d’oxydation	Effet sur l’hydratation	Précipitation	Substitution dans les hydrates	Notes
As	-3, +3, +5	Augmente la prise sous forme +3. Retarde l’hydratation sous forme +5.	Complexe calcium-arsénite, arséniate de calcium et de fer.	L’arséniate peut se substituer au sulfate des ettringite.	As <sup>3+</sup> peut être adsorbé de manière significative par les CSH, l’adsorption dépend du rapport Ca/si.
Cd	+2	Augmente la formation d’ettringite	Cd(OH) <sub>2</sub> , CaCd(OH) <sub>4</sub>	Peut se substituer au calcium	

Cr	+3, +6	Accélérateur ou retardateur de prise selon les auteurs. Augmente la formation d'ettringite.	$\text{Cr}(\text{OH})_3$ , $\text{CaCrO}_5 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	$\text{CrO}_4^{5-}$ peut se substituer à $\text{SiO}_4^{4-}$ , $\text{Cr}^{3+}$ à $\text{Ca}^{2+}$ et $\text{Si}^{4+}$ .	
Cu	2+	Retarde l'hydratation.	$\text{Cu}(\text{OH})_2$ , $\text{CuSiO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$		
Hg	2+		HgO		HgO souvent accompagné de carbonates.
Pb	+2, +4	Retarde l'hydratation.	Sulfate, carbonate, PbO, $\text{Pb}(\text{OH})_2$ , ions complexes en environnement très basique (ex : $[\text{Pb}_6\text{O}(\text{OH})_6]^{4+}$ )	Peut se substituer au calcium.	
Zn	+2	ZnO ralentit l'hydratation, $\text{Zn}^{+2}$ retarde la formation de portlandite. Augmente la formation d'ettringite.	$\text{Zn}(\text{OH})_2$ , dans des conditions très basique on peut aussi trouver $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ et $\text{Zn}(\text{OH})_3^-$ .	Peut se substituer au calcium.	$\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ et $\text{Zn}(\text{OH})_3^-$ ne peuvent pas être adsorbés.

**I.8 Conclusion**

Les déchets constituent un réel problème, inhérent à toute vie biologique et à toute activité industrielle, agricole ou urbaine, et à ce titre, la recherche de solutions est une vraie nécessité pour les collectivités.

La stabilisation/solidification d'un déchet à l'aide d'un liant hydraulique s'est avérée être la meilleure solution de traitement de déchets dangereux, en raison des avantages qu'elle offre comparés aux autres techniques.

## CHAPITRE II

### MATERIELS ET METHODES EXPERIMENTALES

Le but de ce chapitre est de présenter les différentes techniques d'analyses utilisées dans notre étude. Parmi ces techniques d'analyses utilisées, on cite essentiellement ; DRX, FTIR, UV,SAA, Fx. les techniques des formulations utilisées pour la stabilisation de ce déchet ainsi que le test de lixiviation utilisé pour évaluer l'efficacité du procédé de stabilisation/solidification du déchet.

#### II.1. Matériels utilisés

- pH-mètre ;
- Conductimètre ;
- Balance analytique ;
- Etuve ;
- Spectrophotometer UV- visible;
- Diffraction des rayon X;
- Sepectoscopie infrarouge à transformée de fourier;
- Sepectrophotométrie d'absorption atomique ;
- Fluorescence X ;

#### II.2 Réactifs utilisés

- Sulfate de sodium(99.9% de purté);
- Hydroxyde de sodium NaOH (99.99% de purté);
- Acide nitrique HNO<sub>3</sub>(52.5% de purté) ;
- Acide acétique ;
- Réactifs (fer, nickel, plomb, sulfates , nitrates...ect)

#### II.3 Matériaux utilisés

**Ciment CEM I 52.5N** produit par l'unité SCAEK (sétif) les caractéristiques du ciment sont présentées dans le chapitre 3.

**Déchet:** le déchet utilisé est un rejet de l'unité de production de l'industrie électro ménagère ENIEM, Ce rejet est issu du traitement de surface des pieces méttaliques par électrodéposage

**Poussière de marbre:** ells sont issues du decoupage et ponçage du marbre, les poussières ont été récupérée dans un bain de séchage au sein d'une unité de fabrication d'éléments en marbre

**II.4. Préparation et traitement mécanique des matériaux**

**Séchage**

Les poussières de marbre récupérées ont été séchées à l'étuve à 50°C

**Tamissage** est le passage d'un produit solide à travers un tamis pour réaliser la séparation et éventuellement l'analyse granulométrique de certains éléments, l'écartement des mailles du tamis est généralement compris entre quelques millimètres et quelques micromètres. On récupère les échantillons après tamissage à l'aide d'un tamis d'ouverture de maille 80µm .

**Homogénéisation**

C'est un procédé mécanique qui consiste à mélanger l'échantillon de manière à le rendre homogène.

**Quartage**

La matière finement broyée est mise en forme d'un cercle partagé en quatre parties égales, dont nous prenons les deux parties opposées comme la montre la figure II.1 . C'est une opération de réduction de poids de l'échantillon souhaité pour l'analyse. Sa réalisation, nécessite l'application de la loi de RECHARDSE donnée par la relation suivante:

$Q_i \geq Kd^2$  .....Eq II.1

$m \leq Q_i / Kd^2$  .....Eq II.2

$m = 2^n \ln m / \ln 2$  .....Eq II.3

avec :

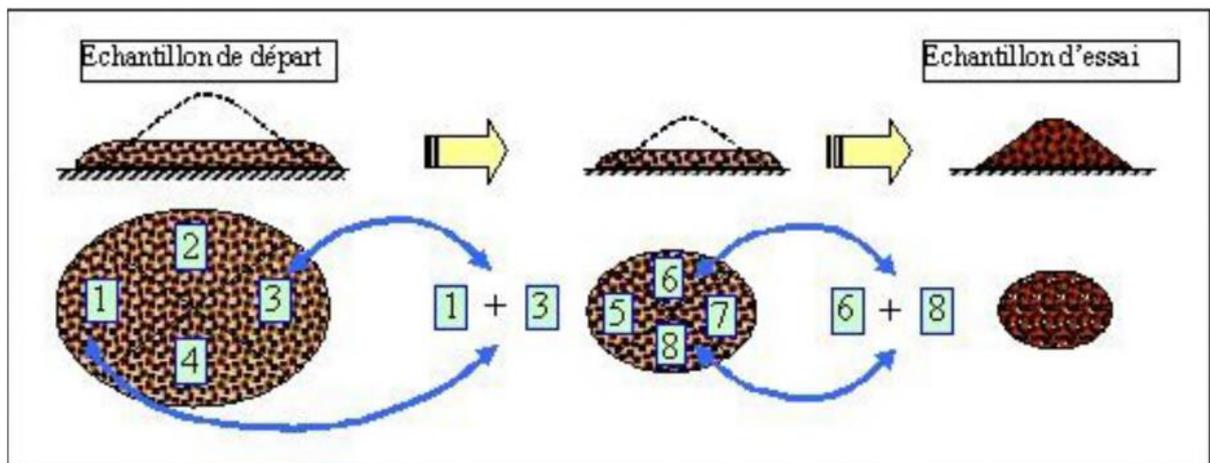
**Q** : masse à quarter a chaque stade

**m** : masse.

**d** : diamètre de plus grand grain

**K** : coefficient de répartition k=0.1

**n** : nombre de quartage.



**Figure II.1** : Principe du quartage.

**NB :** les monolithes de déchets S/S ont subit les mêmes étapes de préparation afin de subir une caractérisation physico-chimique

## II.5 Caractérisation physico-chimique et minéralogique

### II.5.1 Potentiel d'hydrogène (pH)[48]

Ce paramètre permet d'évaluer la concentration des ions hydrogène dans une solution. Cette grandeur chimique mesure le caractère acide ou basique d'une solution aqueuse. Plus la solution est acide plus la valeur du pH est faible et inversement, Le pH est défini par la relation:  $\text{pH} = -\log \text{H}^+$  .....Eq II.4

Où:  $\text{H}^+ \Rightarrow$  l'activité des ions d'hydrogène en solution.

### II.5.2 Mesure de la conductivité électrique

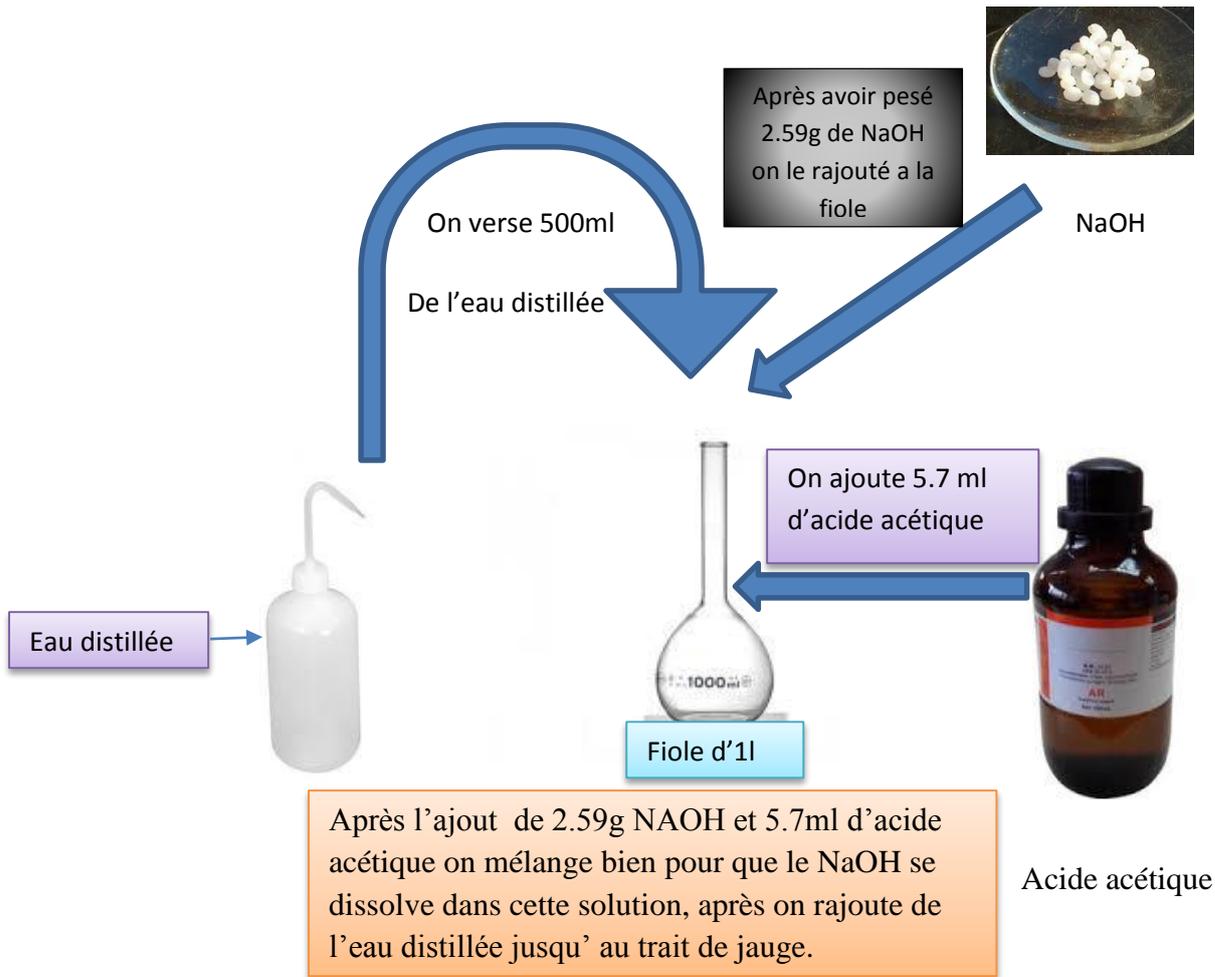
La conductivité électrique est une mesure qui donne une approximation de la concentration des sels solubles présents dans l'échantillon.

- **Principe**

La norme utilisée est la NF X 31-113 qui est basée sur l'extraction des sels d'un échantillon, solubles dans l'eau, dans des conditions bien définies (m/m). Deux électrodes en platine maintenues en parallèle dans une colonne d'extrait aqueux de sédiment permettent de mesurer le courant conduit par les ions présents.

### II.5.3 Test de lixiviation (TCLP, EPA 1311) [49]

De façon générale, la lixiviation d'un solide correspond à diffusion d'un ou plusieurs Éléments/composés solubles par l'eau ou par un solvant spécifique. D'un point de vue environnemental, l'impact des déchets, est principalement liée à leur capacité à relargué, lors d'un entrainement par l'eau, un certain nombre d'éléments et notamment des sels solubles et des métaux lourds. L'Étude au laboratoire du comportement plus ou moins à long terme, des déchets se fait donc par l'intermédiaire d'essais de lixiviation à l'eau, afin de déterminer le degré de dissolution des certains constituants. Les méthodes d'évaluation de l'impact sur l'environnement des déchets consistent à les altérer en phase aqueuse, dans des conditions physico-chimiques plus ou moins sévères (activité des éléments, Ph, etc.). Les essais de lixiviation classiques sont réalisés par contact du solide avec l'eau, à température ambiante, en milieu ouvert ou fermé, sous agitation ou non . A l'issue de cette extraction solide- liquide, les teneurs du lixiviat en éléments polluants ( $\text{Pb}^{+2}$ ,  $\text{Zn}^{+2}$ ,  $\text{SO}^{-2}$ ,  $\text{Cl}^-$ ... ect) sont déterminées.



**Figure II.2** : protocole de preparation de la solution de lixiviation TCLP

➤ **Mode opératoire**

- On prépare la solution de lixiviation comme suit :
- Dans une fiole d'1 L on verse 200 ml d'eau distillée ;
- On ajoute 5.7 ml d'acide acétique ;
- On pèse 2.572g de NaOH, et on le dissout dans la fiole ;
- On ajuste le volume jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée ;
- On mesure le pH, il doit être  $4.93 \pm 0.05$  ;
- En respectant le rapport  $L/S = 20$ , on pèse 10 g déchet et on mesure 200 ml de la solution de Lixiviation; on met le mélange dans un béccher qu'on couvre par un para-film; Le béccher est porté sur une plaque chauffante et est soumis à une agitation pendant  $18h \pm 2h$ ;
- Pour faciliter la filtration, on laisse le solide se décanter ;
- La filtration est faite avec un papier filtre de  $0.45 \mu m$  de porosité ;

### II.5.4 Diffraction des Rayons X (DRX)

La découverte des rayons X était un évènement très important qui a bouleversé le sens des progressions scientifiques, éventuellement dans le domaine de la cristallographie, car la diffraction des rayons X est une technique d'analyse non destructive pour l'identification et la détermination quantitative des différentes formes cristallines présentes dans un solide. La Diffraction des Rayons X consiste à appliquer un rayonnement de la longueur d'onde des rayons X ( $0.1 < \lambda < 10\text{nm}$ ) sur un échantillon argileux orienté ou non. Le rayonnement pénètre le cristal, il ya absorption d'une partie de l'énergie et excitation des atomes avec émissions de radiations dans les toutes les directions. Les radiations émises par des plans atomiques qui sont en phases vont engendrer un faisceau cohérent qui pourra être détecté. La condition pour que les radiations soient en phase s'exprime par la loi de Bragg [50].

Si l'on calcule les directions dans lesquelles on a du signal, on s'aperçoit que l'on obtient une loi très simple : si l'on trace des plans imaginaires parallèles passant par les atomes, et si l'on appelle  $d$  la distance entre ces plans (ou « distance interréticulaire »), alors les interférences sont constructrices si :

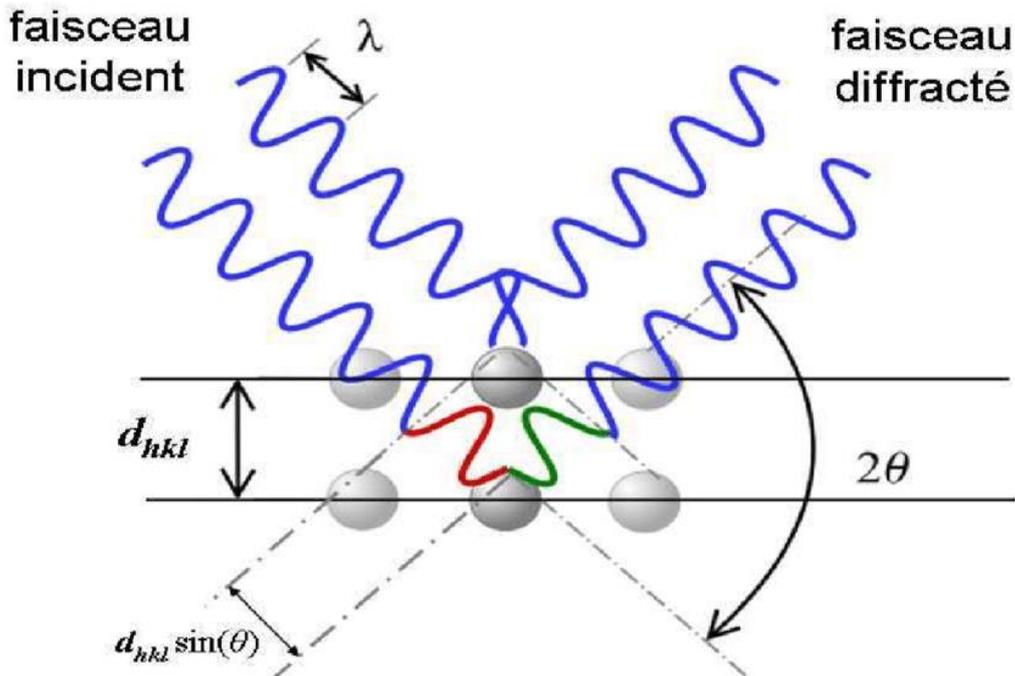
$$n\lambda = 2d \sin\Theta \dots\dots\dots\text{Eq II.5}$$

Avec  $n$ : ordre de la diffraction (entier);

$\lambda$ : La longueur d'onde des rayons x;

$\Theta$ : L'angle entre le faisceau incident et les plans diffractants, il dépend que du réseau du cristal

$d$ : La distance inter réticulaire entre deux plans diffractants d'un cristal



**Figure II.3:** Principe de la diffraction de rayons X-DRX par un réseau cristallin

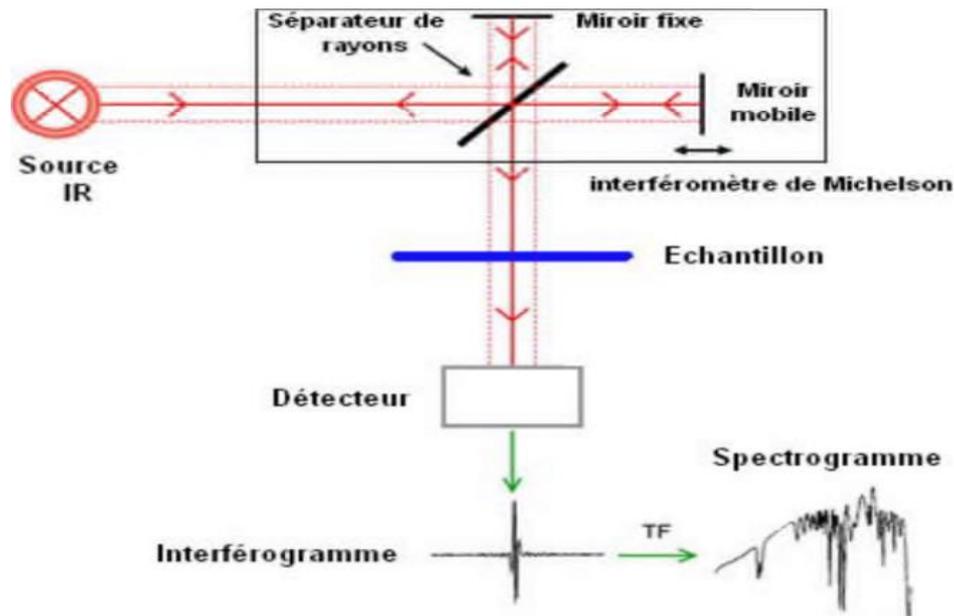
### II.5.5 spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier [51]

La spectroscopie infrarouge est une méthode rapide permettant la caractérisation des groupements fonctionnels et des composantes majeures de différents échantillons.

Elle est une méthode d'analyse physico-chimique qui est des liaisons entre les noyaux atomiques et leurs arrangements.

Le spectrophotomètre permet d'observer des radiations infrarouges dans la gamme 400-4000 $\text{cm}^{-1}$ .

La spectroscopie infrarouge se caractérise par des excitations vibrationnelles et rotationnelles à chacune des régions spécifiques du spectre électromagnétique. La molécule absorbe ainsi de l'énergie par ses vibrations de valence (stretching) ou de déformations angulaires (bending) ou autres. Les vibrations des liens de valence sont caractérisées par une variation de la distance entre les atomes considérés. Les vibrations de déformations angulaires se caractérisent par une variation de la position des atomes par rapport à l'axe de la liaison initiale. Ces vibrations peuvent donner des effets de cisaillement, de rotation, de balancement et de torsion.



**Figure II.4 :** Schéma de principe de l'analyse par spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier FTIR [51].

### II.5.6 Spectrophotométrie d'Absorption Atomique (SAA)

La Spectrophotométrie d'Absorption Atomique SAA est une méthode d'analyse quantitative des solutions aqueuses repose sur des mesures d'absorption d'une radiation lumineuse, réalisées sur une substance ramenée à l'état d'atomes libre, elle nous permet de déterminer les quantités des éléments chimiques dans une solution suivant la relation de Beer-Lambert [52] :

$$\text{Log } I_0/I = K.L.C \dots \dots \dots \text{Eq .III.6}$$

En désignant par :

**I<sub>0</sub>** : intensité de courant du flux incident.

**I** : intensité de courant du flux après absorption.

**K** : constante dépendant de la fréquence caractéristique de l'élément à doser.

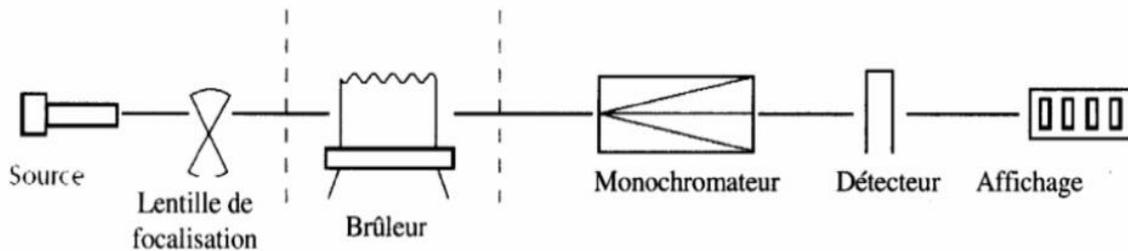
**C** : concentration de l'élément à doser.

**L** : longueur du trajet optique dans la flamme contenant l'élément à doser.

La SAA est basée sur le principe qu'une population d'atomes à l'état E<sub>0</sub> peut absorber des photons d'énergie (h<sub>n</sub>) et qu'une estimation du nombre de photons absorbés peut être reliée à la concentration de l'élément dans la solution à analyser.

En SAA, le phénomène d'absorption se visualise lorsque la radiation caractéristique d'un élément traverse un nuage de vapeur atomique du même élément. Le spectromètre se compose d'une source lumineuse qui émet un rayonnement à une longueur d'onde spécifique

de l'élément à analyser. La solution à analyser est aspirée par effet venturi via un nébuliseur qui projette en fines gouttelettes la solution dans le brûleur, dont la flamme très chaude sert d'atomiseur. Les atomes excités par la source absorbent son énergie. La disparition du signal est répercutée via des systèmes optiques puis détectée et amplifiée. On mesure une absorbance. La Figure (II.12) schématise ce principe.



**Figure II.5.** Schéma de principe fonctionnement de la SAA.

Les analyses par la SAA ont été réalisées à l'aide d'un appareil de marque SHIMADZU de type AA-6501F (Atomique absorption flamme émission spectrophotomètre), qui dispose des hautes températures (2000 à 3000°C) avec une source de gaz (air+C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) utilisée.

**C:** Concentration de la solution en particules considérées;

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

### II.5.7 fluorescence X (FX)

La fluorescence X est une méthode spectrale d'analyse qui exploite la fluorescence des atomes dans le domaine des rayons X, afin d'obtenir des renseignements quantitatifs sur la composition élémentaire d'un échantillon solide. Lorsqu'un échantillon est irradié avec une source de photons à grande énergie (5 à 60 keV), une photoluminescence située dans le domaine des rayons X, caractéristique des éléments présents, est émise par ce dernier. Cette fluorescence, perpendiculaire au faisceau primaire, se diffracte alors sur un cristal analyseur selon la loi de Bragg illustrée par la relation [53] :

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

Avec :

**d** : la distance inter réticulaire des plans cristallins assurant la diffraction ;

**θ** : l'angle de diffraction ;

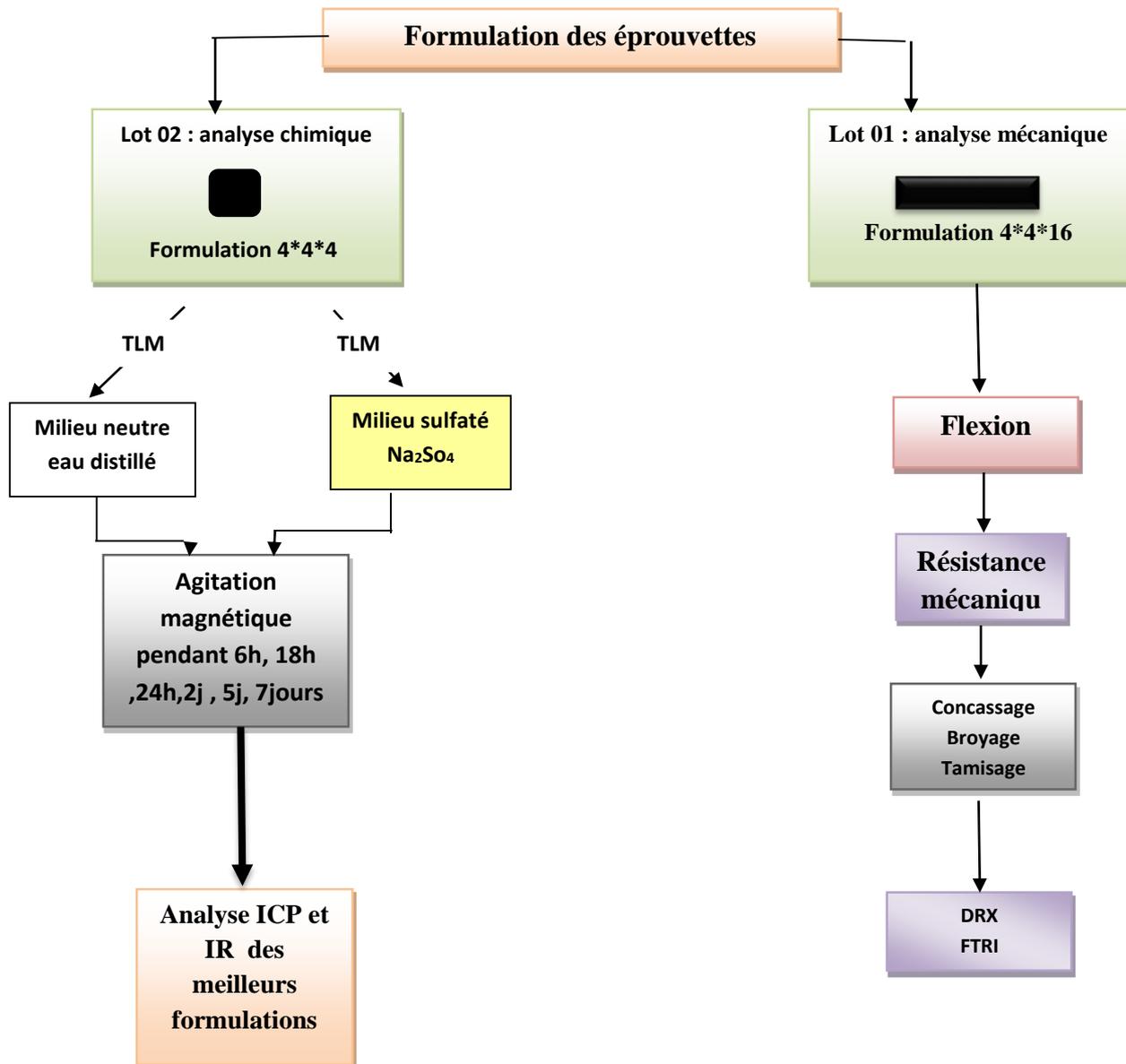
**λ** : la longueur d'onde diffractée .

## II.6. Stabilisation/Solidification du lixiviat du déchet

Des pates de ciment ont été fabriquées, afin de stabiliser le lixiviat contaminé aux métaux lourds à l'aide d'un ciment CEM I et par ajout de quantités variables de poussières de marbre afin de suivre l'impact de cet ajout sur l'efficacité du procédé de S/S. Pour cela deux lots d'échantillons ont été identifiés:

- Lot 01 : matrices cimentaires de dimension  $4*4*16\text{cm}^3$  âgés de 28 jours destinées pour les tests mécaniques (flexion et compression) ainsi que l'analyse structurale à savoir la DRX, IR.
- Lot 02 : matrices cimentaires de dimension  $4*4*4\text{ cm}^3$  âgés de 28 jours destinées pour le test de lixiviation sur monolithe (TLM) dans les milieux : sulfaté et neutre. .

(Le schéma de la figure II.6) montre les tests et les analyses effectués sur différentes formulations.



**Figure II.6** : Schéma présentant les tests et les caractérisation effectués sur les matrices cimentaire

### II.6.1 LES FORMULATIONS DES MATERIAUX S/S

Les formulations utilisées sont présentées dans le tableau II-1

**Tableau II.1:** Formulation des éprouvettes

N° formulation	Ciment (g)	Poudre de Marbre (g)	Lixiviat(ml)	E/S	Pourcentage
01	1350	0	375	0.28	0%
02	1282.5	67.5	375	0.28	5%
03	1215	135	375	0.28	10%
04	1080	270	375	0.28	20%
05	1012,5	337.5	375	0.28	25%

Des éprouvettes de ratio lixiviat/Ciment+ poussière de marbre fixé à 0,28 (pour avoir une bonne maniabilité), ont été moulées, Chaque matériau est préparé dans un malaxeur de 3Kg. Le ciment et les poussières de marbre ont été mélangés en premier à vitesse moyenne afin d'obtenir un mélange homogène, le lixiviat est ensuite ajouté, et l'ensemble malaxé pendant 3 minutes environ. Les mélanges ont été placés dans des moules rectangulaires en acier des dimensions citées en haut, les éprouvettes ont été démoulés après 24 heures.

Les moules utilisés sont présentés sur la figure II.7

**Figure II.7 :** Moule utilisé pour la confection des éprouvettes.



**Figure II.8 :** Les formulations moulées

Lors de la préparation des éprouvettes, un problème important peut survenir, qui est la carbonatation des surfaces, où le dioxyde de carbone atmosphérique peut rapidement donner naissance à une fine couche de calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) sur la surface, qui peut obstruer la porosité superficielle et avoir des conséquences importantes sur la vitesse de lixiviation, Ce qui nous a amené à adapter un mode de préparation des échantillons qui les protègent au maximum de l'air, et le meilleur moyen d'éviter cette carbonatation de surface a été le moulage des échantillons dans des moules en acier, enrobés avec du plastique ou bien du para-film après démoulage les éprouvettes ont été conservées à une température ambiante

## **II.6.2 Mesure des temps de début et de fin de prise [54]**

### **II.6.2.1 Définition de l'essai**

L'essai de prise du ciment est un essai en laboratoire qui consiste à déterminer le temps disponible pour la mise en œuvre in situ des pâtes de ciment .en présence d'un déchet ou de tout autre ajout cet essai permet de détecter une variation dans la vitesse de prise . Les essais se font à l'aide de l'appareil de Vicat qui donne deux repères pratiques: le début de prise et la fin de prise.

### **II.6.2.2 Principe de l'essai**

L'essai consiste à suivre l'évolution de la consistance d'une pâte de consistance normalisée; l'appareil utilisé est « appareil de VICAT » (figure II.9) équipé d'une aiguille de 1.13 mm de diamètre. Quand sous l'effet d'une charge 300g l'aiguille s'arrête à une distance  $d$  du fond de moule telle que  $d = 4\text{mm} \pm 1\text{mm}$  on dit que le début de prise est atteint. Ce moment, mesuré à partir de début de malaxage, est appelé « temps de debut de prise ». le « temps de fin de prise » est celui au bout duquel l'aiguille ne s'enfonce plus que de 0.5 mm.

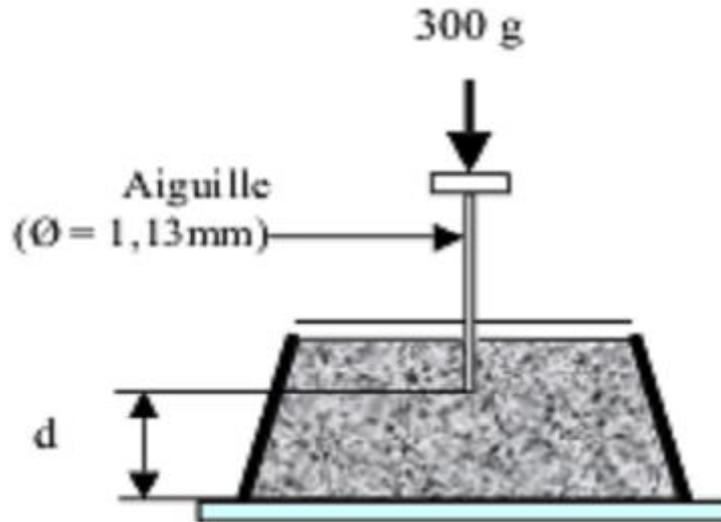


Figure II.9: Appareil Vicat

### II.6.2.3 Equipement nécessaire

- Malaxeur normalisé: avec une cuve de 5 litres de contenance et d'une pale de malaxage pouvant tourner à 2 vitesses (dites lente 140Tr/min et rapide 285 Tr/min).
- Appareil de Vicat (l'appareil est composé d'un moule tronconique de 40 mm de hauteur et d'une tige coulissante équipée à son extrémité dans l'aiguille de 1.13 mm de diamètre).
- Balance précise à 0.1 g près
- Chronomètre précise à 0.1 s près.

### II.6.2.4 Mode opératoire de l'essai

L'essai de prise se réalise selon les étapes suivantes: préparer 0.4 kg de ciment, une pâte pure de rapport E/C égale 0.28, verser l'eau dans la cuve du malaxeur contenant le ciment, mettre le malaxeur en marche et déclencher le chronomètre la pâte est alors rapidement introduite dans le moule tronconique posé sur une plaque de verre, sans tassement ni vibration excessifs. IL faut enlever l'excès de pâte par un mouvement de va-et-vient effectué avec une truelle maintenue perpendiculairement à la surface supérieure du moule. Puis l'ensemble est placé sur la platine de l'appareil de Vicat. La sonde est amenée à la surface de l'échantillon et relâchée sans élan (sans vitesse). La sonde alors s'enfonce dans la pâte. Lorsqu'elle est immobilisée on relève la distance  $d$  séparant l'extrémité de l'aiguille de la plaque de base.

A chaque essai, il faut jeter la pâte, nettoyer, sécher le matériel et recommencer avec une nouvelle pate.

### II.6.3 Formulation des pates pour l'essai de vicat

Les pates pour l'essai de début et fin de prise ont été formulées dans les memes proportions que les formulations utilisées lors la S/S .le tableau II.2 résume les quantités utilisées lors de les formulations.

**Tableau II.2:** Formulations des pates pour l'essai de début et de fin de prise.

Pourcentage	Ciment (g)	Déchet de marbre (g)	E/(c+ p.m)	Volume de lixiviat (ml)
0%	400	0	0.3	112
5%	380	20	0.3	112
10%	360	40	0.3	112
15%	340	60	0.3	112
20%	320	80	0.3	112
25%	300	100	0.3	112

## II.7.ESSAIS MECANIKES SUR LES EPRUVETTES S/S

### II.7.1 Mesure des résistances à la compression et à la flexion (EN 196-1)[55]

#### II.7.1.1 Objectif de l'essai

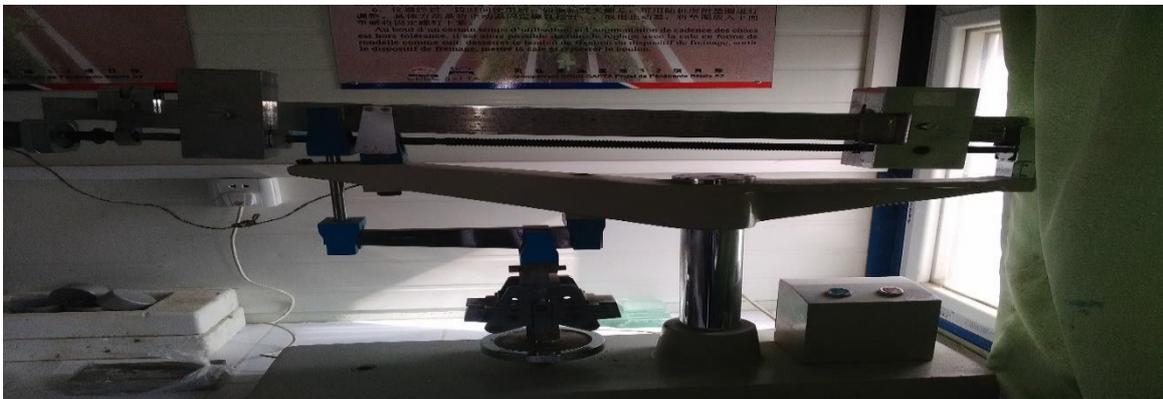
Le but de la détermination des résistances mécaniques des matériaux S/S , à base de liant hydraulique est de simuler la situation dans laquelle ces matériaux seraient traités par les procédés de stabilisation/solidification.

#### II.7.1.2 Principe de l'essai

L'essai consiste à étudier les résistances à la traction par flexion et à la compression d'éprouvettes de  $(4*4*16) \text{ cm}^3$

#### II.7.1.3 Equipement nécessaire

L'ensemble est décrit de manière détaillée par la norme EN 196-1. Il est énuméré Ci-dessous.



**FigureII.10 :** machine à la flexion mécanique



**Figure II.11:** machine à la résistance mécanique

### II.7.2 Essai de rupture par flexion

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

La rupture de chaque éprouvette en flexion est effectuée en augmentant progressivement la charge de rupture.

### II.7.3 Essai de compression

L'essai consiste à placer l'extrémité du demi-prisme, de chaque éprouvette obtenu après rupture par flexion, dans la machine d'essai à la compression entre deux plaques d'acier. Elle est disposée de telle sorte que la section comprimée soit de  $(4*4)$  cm<sup>2</sup>. A l'aide de la machine on presse la demi éprouvette à vitesse constante, en lui appliquant une charge progressive jusqu'à rupture de l'éprouvette. On lit sur l'enregistreur la charge de rupture et la contrainte de rupture RC. Cette contrainte est appelée résistance à la compression et si est exprimée en Newton, RC est exprimée en MPa.

### II.8. Test de lixiviation sur monolithe (TLM)

Les tests de lixiviation effectués sur les blocs monolithiques sont élaborés à partir de la procédure d'évaluation approfondie des procédés de stabilisation/solidification à base de liants hydrauliques proposée par l'Ademe [56].

#### II.8.1 Principe du test

Le test TLM vise à caractériser les mécanismes de transfert de masse par l'observation des flux d'éléments chimiques relégués par les blocs monolithiques poreux. Le bloc est mis en contact avec un volume fixe de solution de lixiviation. La solution est renouvelée périodiquement et la dynamique du relargage de certains éléments est déterminée par l'analyse physico-chimique des éluât obtenus.

#### II.8.2 Protocole expérimental

Les éprouvettes utilisées pour cet essai sont de dimension  $(4*4*4)$  cm<sup>3</sup> et le lixiviant est l'eau déminéralisée et une solution de sulfates de sodium. Le rapport volume de liquide/surface du bloc (L/S) est de 10 cm<sup>3</sup>/cm<sup>2</sup>. Ce rapport couple avec des périodes de renouvellement adaptées est optimal pour assurer un comportement dynamique (non saturation du lixiviat). Les éprouvettes sont introduites dans des flacons et posées sur une grille a 2 cm du fond pour permettre au lixiviant de circuler et donc au transfert de matière de s'effectuer par toutes les faces du bloc (figure II.12). Les éprouvettes sont soigneusement fermée pour éviter au maximum l'admission d'air et l'évaporation des solutions. Le rythme de changement de la solution est imposé par les temps de contact éprouvettes/solution qui sont successivement 6 heures, 18 heures, 1 jour, 2 jours, 5 jours, 7 jours, 20 jours, 28 jours, 64 jours.

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

- La solution de lixiviation est récupérée après l'agitation du flacon et filtrée à 0,45 µm.

Le précipité obtenu sur le papier filtre est réintroduit dans le récipient- pour la poursuite de la lixiviation;

- Le nouveau volume de lixiviant est ajouté, le récipient fermé et la nouvelle séquence de lixiviation commence.

Dans un premier temps, on analyse les paramètres physico-chimiques des éluas: le Ph, le potentiel chimique et la conductivité.



**Figure II.12:** Mise en marche du test TLM

## CHAPITRE III. RESULTATS ET DISCUSSIONS

L'objectif essentiel de cette étude est d'appliquer le procédé de stabilisation/solidification sur le lixiviat du déchet de l'unité ENIEM et les poussières de marbre.

Différentes matières premières ont été utilisées dans la mise en œuvre de la S/S. La caractérisation de ces dernières, essentiellement : le lixiviat, le ciment, les poussières de marbre, est exposée dans la première partie de ce chapitre. Différentes techniques de caractérisation physico-chimiques sont employées pour atteindre nos objectifs à savoir : la diffraction des rayons X, la spectroscopie Infrarouge (FTIR), la fluorescence X et les tests de lixiviation TCLP, et TLM. Dans la deuxième partie nous exposerons les résultats de comportement mécanique des matériaux S/S à la flexion et à la compression, la détermination de temps de début et de fin de prise, ainsi que les propriétés intrinsèques via les tests TCLP et TLM

### III.1 Caractérisation physico-chimique et minéralogique des matières premières

#### III.1.1 Lixiviat

##### III.1.1.1 Analyse par Infrarouge (IR)

La figure (III.1) présente le spectre IR du lixiviat de déchet dans un intervalle allant de 500 à 4500 $\text{cm}^{-1}$ . Les intensités des vibrations et les groupes fonctionnels associés à chaque vibration sont illustrés sur la figure III.1 et le tableau III.1

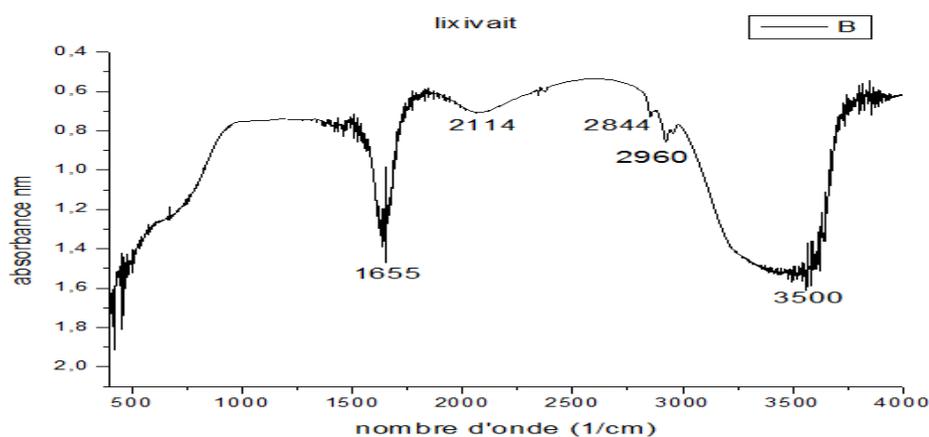


Figure III. 1. Spectre FTIR de lixiviat .

**Tableau III.1 :** Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de la FTIR de lixiviat

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Attributions		
	Groupement	Vibration	Intensité
1655	Acyclique $\alpha$ - $\beta$ insaturée	C=O élongation	Forte
2114	Alcyne	C $\equiv$ C élongation	Faible
2844	Aldéhyde	C-H élongation	Faible
2960	CH <sub>3</sub> -(alcanes)	C-H élongation	Forte
3500	Amine secondaire	N-H élongation	Moyenne

### III.1.1.2 Analyse par SAA du lixiviat issu de déchet ENIEM

Si on remonte au procédé de fabrication des électroménagers au niveau de l'ENIEM, particulièrement au traitement de surface où ils font appel à des métaux lourds à savoir le (Nickel, Chrome, Zinc,...etc), l'existence de ces métaux dans le déchet étudié n'est pas inévitable. C'est ce qui est illustré dans le tableau III.2

**Tableau III.2 :** Composition chimique élémentaire du Lixiviat.

Type d'analyse	Concentration en (mg/kg)	Norme (mg/kg) Norme NF X31-21 (mg/kg) [1]	Observation
Cd <sup>2+</sup>	Non détecté	25	Conforme
Fe <sup>2+</sup>	5.6mg/kg	5	Conforme
Ni <sup>2+</sup>	546.6mg/kg	50	Non conforme
Cu <sup>2+</sup>	0.076mg/kg	50	Conforme
Pb <sup>2+</sup>	250mg/kg	50	Non conforme
Cr <sup>III+</sup>	9mg/kg	50	Conforme

Les teneurs du Nickel et du plomb, dans le déchet sont élevées et supérieures aux normes fixées par la réglementation, il y' a donc contamination du déchet de l'ENIEM par le nickel et le plomb d'où la nécessité d'un traitement de stabilisation afin de réduire son caractère polluant.

### III.1.2 Poussières de marbre

#### III.1.2.1 Analyse DRX pour la

La caractérisation minéralogique réalisée par (DRX) sur la poussière de marbre montre l'existence des phases cristallisées comme montré sur la figure III.2.

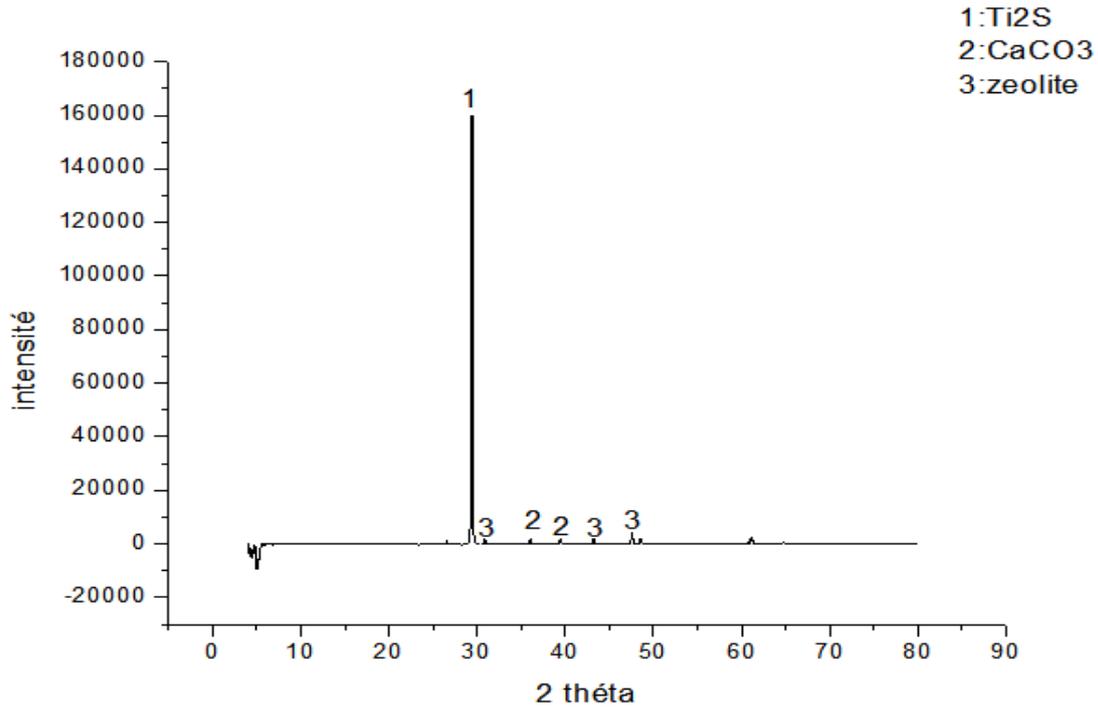


Figure III.2 : Spectre DRX des poussières du marbre

Les formules chimiques et les angles de diffractions des phases minéralogiques cristallisées sont enregistrés dans le tableau III.3.

Tableau III.3 : Valeurs d’angles de diffraction des phases identifiées lors de la DRX pour la poussière de marbre

Elément	Formule chimique	Nom du composé	2 thêtas
1	Ti <sub>2</sub> S	Carlinite	29.32
2	CaCO <sub>3</sub>	Calcite	36.11-39.28-64.77
3	Na <sub>2</sub> (Si <sub>3</sub> AlO <sub>10</sub> )	Zeolite	30.80-43.33-47.58

### III.1.3 Ciment CEM I 52.5N

#### III.1.3.1 Caractérisation par Fluorescence X (FX)

Le tableau III.4 regroupe les éléments constituant le ciment CEM I obtenu par FX. Cette analyse chimique montre que le CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sont les constituants principaux du ciment, par contre les autres éléments sont présents en traces et leurs effets à certaines valeurs deviennent dangereux et jouent un rôle important dans la dégradation des matériaux confectionnés à base de ciment.

**Tableau III.4** : Composition chimique du ciment CEM I 52.5N

L'élément	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	Cl
Pourcentage(%)	26.18	4.61	5.39	61.36	1.32	0.24	0.28	0.12	0.001

Dans le tableau III.5 on présente la quantification des phases minéralogiques cristallisées calculée par les formules de BOUGUE. Les valeurs des phases minéralogiques sont conformes aux normes d'un CEM I 52.5N.

**Tableau III.5** : Composition minéralogique du CEM I 52.5N

Eléments	C <sub>4</sub> AF	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A
Pourcentage	15.36	55	24.61	2.4

## III.2. Application du procédé de stabilisation/solidification

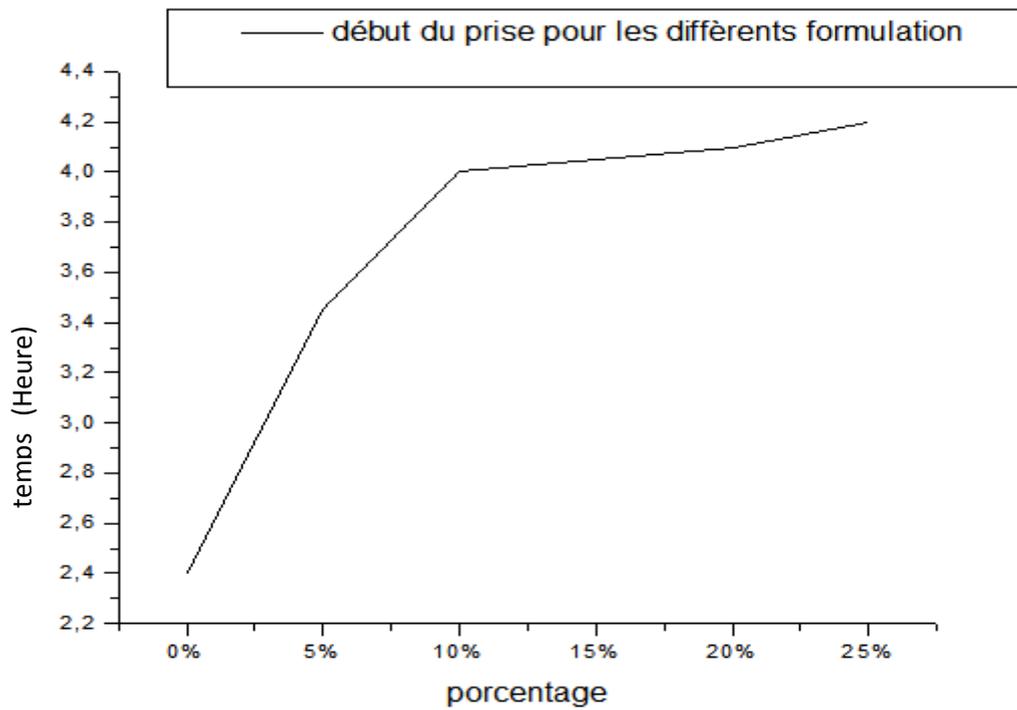
Afin de suivre l'évolution du caractère polluant de notre échantillon de lixiviat du déchet issu de l'unité ENIEM et des poussières de marbre, plusieurs formulations ont été conçues à cet effet, selon le protocole expérimental présenté dans le chapitre II. Ces formulations ont subi un test de Vicat qui est le test de début et de fin de prise. Les matériaux obtenus après une période de cure de 28 jours, ont été soumis à des tests de résistance à la compression et à la flexion pour la sélection de la meilleure formulation, et les résultats obtenus sont illustrés dans ce qui suit.

### III.2.1 Détermination de temps de début et de fin de prise

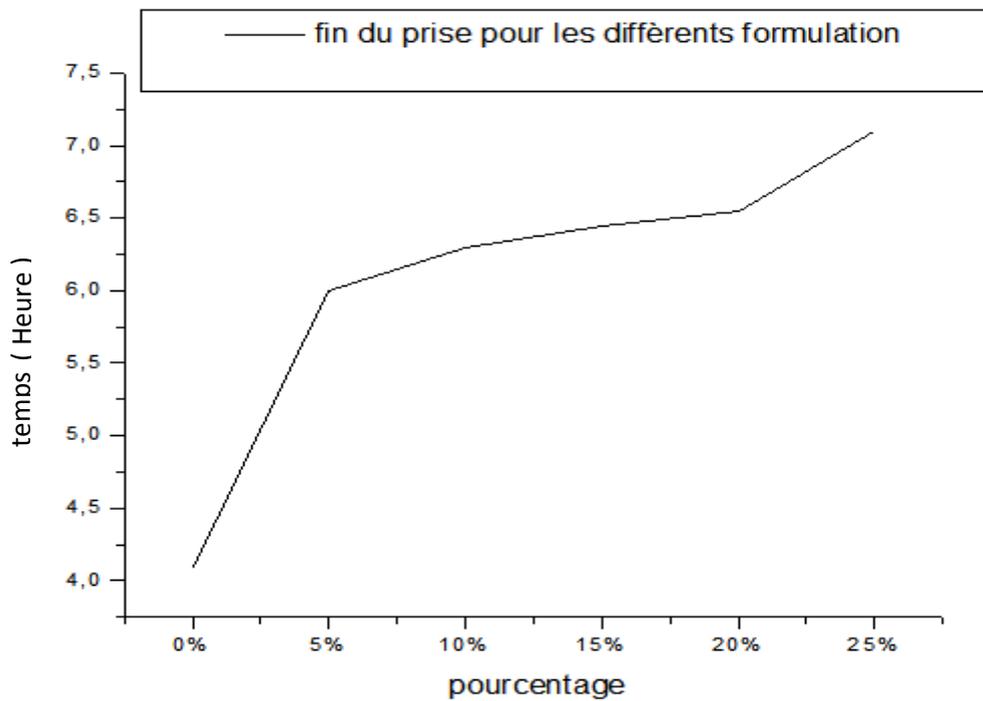
La variation de temps de début et de fin de prise est indiquée dans le tableau III.6 et les figures III.3 et III.4.

**Tableau III.6.** Temps de début et de fin de prise des formulations conçues.

Pourcentage	0%	5%	10%	15%	20%	25%
Temps de début de prise	2h40m	3h45m	4h	4h05m	4h10m	4h20m
Temps de fin de prise	4h10m	6h	6h30m	6h45m	6h55m	7h10m



**Figure III.3 :** début du prise pour les différentes formulations.



**Figure III.4 :** fin de prise pour les différentes formulations

D'après les résultats illustrés dans le tableau III.6, on constate que la poussière de marbre ralenti la prise des matériaux confectionnés.

III.2.2 Détermination des résistances mécaniques

L’essai de résistance mécanique a été réalisé afin d’étudier l’effet du lixiviat et des poussières de marbres sur les paramètres de résistance mécanique des formulations. Les propriétés mécaniques du matériau sont acquises par les réactions d’hydratations du ciment, de déchet de marbre et du lixiviat au cours de la prise, qui correspond à la cristallisation et à l’organisation des hydrates formés en une structure mécaniquement résistante.

La résistance à la flexion et à la compression, des formulations confectionnées a été réalisée à 28 jours de cure, et les résultats de l’évolution des résistances mécaniques obtenus sont montrés dans le tableau III.7 et la figure III.5.

Tableau III.7 : Résultats des essais mécanique des formulations à 28 jours de cure.

pourcentage de la poussière de marbre ajoutée	résistance a la compression en (MPa)	La flexion en (MPa)
0%	68.54	10.95
5%	66.58	9.45
10%	57.62	9.05
15%	43.75	8.8
20%	42.02	7.5
25%	28.22	7.05

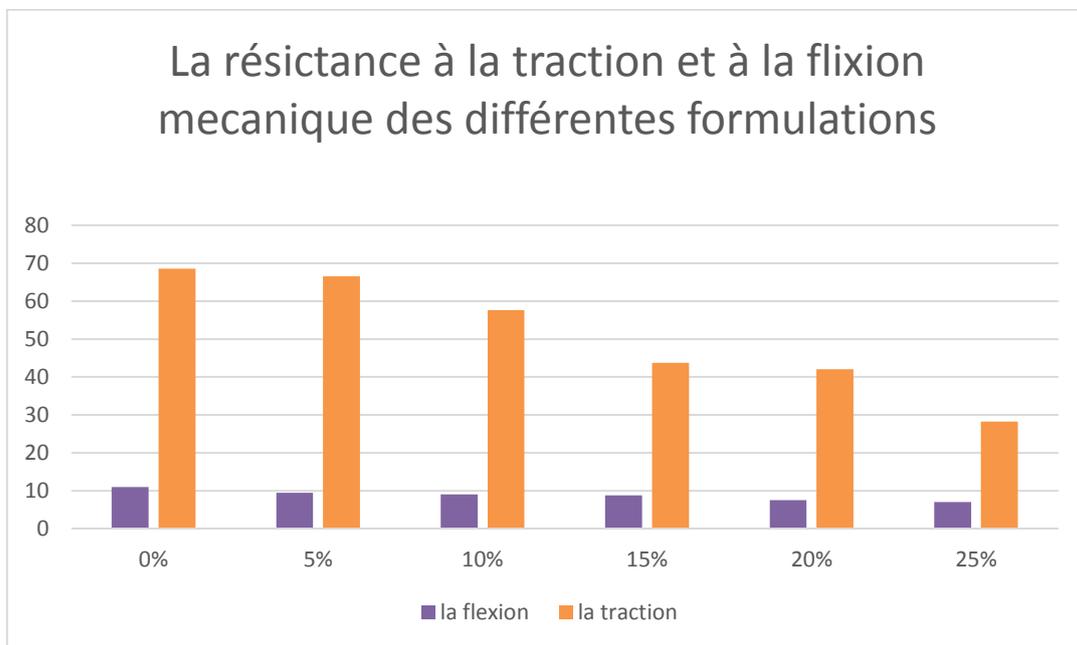


Figure III.5 : Evolution de la résistance mécanique à la compression et à la flexion des matériaux S/S à base des ciments et de lixiviat en fonction de pourcentage de déchet de marbre ajouté.

D’après l’évolution des résistances des formulations, il a été constaté que la résistance mécanique diminue avec l’augmentation de la quantité du déchet de marbre rajoutée.

L'affaiblissement des résistances mécaniques des formulations, néanmoins son dans un ordre de grandeurs acceptable par rapport aux normes, est engendré par la diminution des quantités du ciment dans les formulations par effet de substitution.

En général, les métaux lourds (exemple : Plomb), de leurs natures, empêchent et retardent la formation des différents hydrates à savoir la Portlandite, les silicates de calcium hydratés et l'ettringite responsables de la résistance mécanique des matériaux S/S.

En conclusion, on conclut que la tenue mécanique d'un matériau se distingue par la nature (qualité et quantité) du polluant qu'il contient. Pour la suite de notre travail, uniquement la formulation (0%) qui présente une meilleure résistance mécanique fera l'objet d'une caractérisation globale.

### **III.3 Caractérisation physico-chimique et minéralogique des matériaux S/S**

#### **III.3.1 Analyse DRX**

La minéralogie est le principal moyen de comprendre l'état de coalescence des métaux lourds dans les matrices cimentaires, la figure III.6 illustre le spectre DRX de la matrice cimentaire à (0%) de marbre. Le spectrogramme obtenu lors de cette caractérisation minéralogique montre la présence des phases cristallines complexes, et montre bien que les métaux lourds sont piégés (stabilisé et solidifié) dans ces matrices.

Les phases minéralogiques cristallisées recherchées à des valeurs d'angles de diffraction différentes sont illustrées dans le tableau III.8.

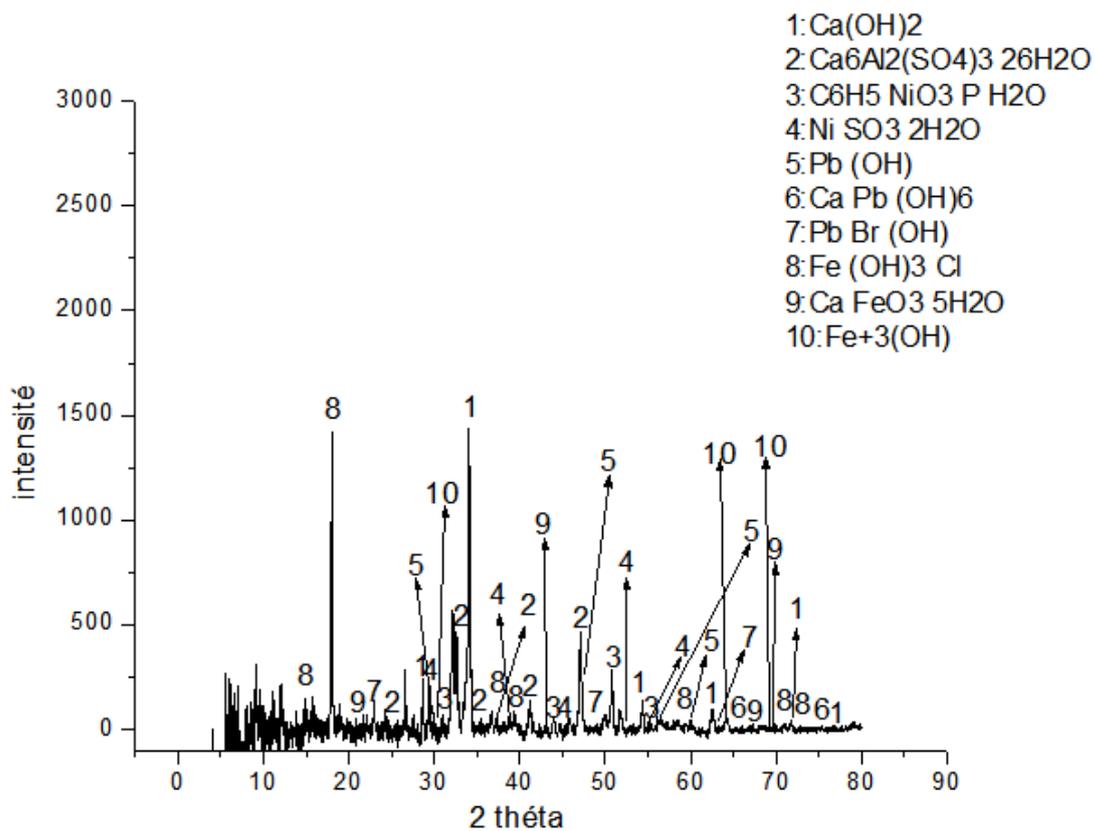


Figure III.6. Spectre DRX de la matrice cimentaire 0% poussières de marbre.

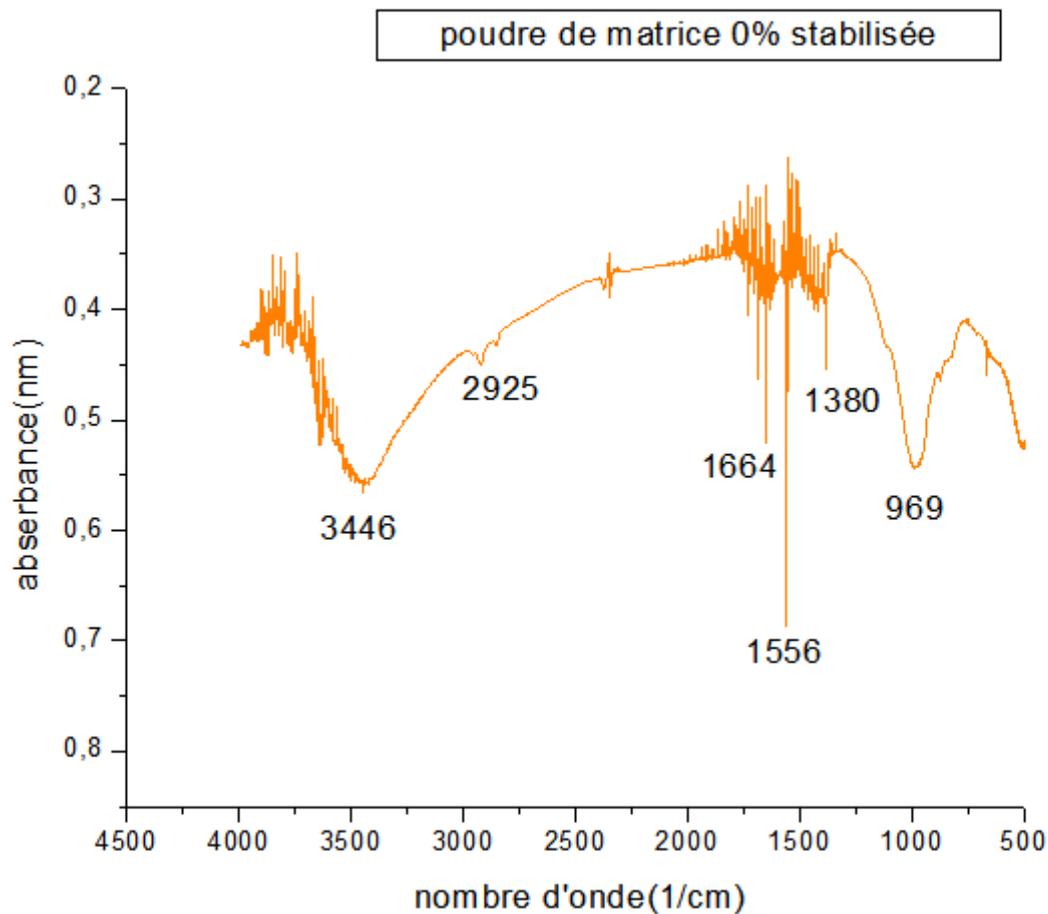
**Tableau III.8 :** Valeurs d'angles de diffraction des phases identifiées lors de la DRX pour la matrice cimentaire 0% .

Elément	Formule chimique	Nom du composé	2 $\theta$ (degrés)
1	Ca(OH) <sub>2</sub>	Portlandite	28.6511-34.0635-54.2993-62.559-71.7501-77.5996
2	Ca <sub>6</sub> Al <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) <sub>3</sub> 26H <sub>2</sub> O	Ettringite	24.2410-25.5513-34.9515-37.3266-40.8272-51.6598
3	C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> NiO <sub>3</sub> P H <sub>2</sub> O	Nickelphenylphosphate hydrate	30.9013-44.0360-50.93889-55.4083
4	Ni SO <sub>3</sub> 2H <sub>2</sub> O	Nickel sulfite Hydrate	29.0607-38.1897-43.0509-55.4083
5	Pb (OH)	Lead Iodide hydroxyde	29.5034-47.0718-56.1763-59.8868
6	Ca Pb (OH) <sub>6</sub>	Calcium lead hydroxyde	66.0007-76.4386
7	Pb Br (OH)	Lead Bromide d'hydroxyde	24.025-49.7557-63.6245
8	Fe (OH) <sub>3</sub> Cl	Iran chloride hydroxyde	15.8886-18.0361-36.6797-40.1238-59.8868-71.0917-72.2596
9	Ca FeO <sub>3</sub> 5H <sub>2</sub> O	Calcium Iran oxyde Iodide hydrate	22.0558-43.7260-66.9154-70.0152-72.2596
10	Fe <sup>+3</sup> (OH)	Lepidocrocite	30.007-62.2136-64.1304-68.3447

### III.3.2 Analyse FTIR

La technique FTIR nous apporte des réponses complémentaires intéressantes suite à l'analyse par DRX. L'identification des différentes bandes d'absorption a été réalisée à l'aide des tables de vibration (annexe1). Les figures (III.7, III.8 et III.9) et les tableaux (III.9., III.10 et III.11) illustrent les résultats d'identification obtenus pour l'échantillon 0%.

Les intensités des vibrations et les groupes fonctionnels associés à chaque vibration sont illustrés sur les figures III.7 à III.9 et les tableaux III.9 à III.11.



**Figure III.7 :** Spectre Infrarouge de la matrice 0% poussières de marbre. .

**Tableau III.9 :** Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de la FTIR de la matrice 0% poussière de marbre.

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Attributions		
	Groupement	Vibration	Intensité
969	Vinyle	C-H déformation hors de plan	Forte
1380	Aromatique	C -N élongation	Intense
1556	Groupe nitro	C-NO <sub>2</sub> élongation	Intense
1664	Alcènes	C=C élongation	Moyenne
2925	-CH <sub>2</sub> -(alcanes)	C-H élongationa symétrique	Forte
3446	Amines secondaires	N-H élongation	Moyenne et fine

TLM pour la formulation du 0% dans un milieu neutre (eau distillée)

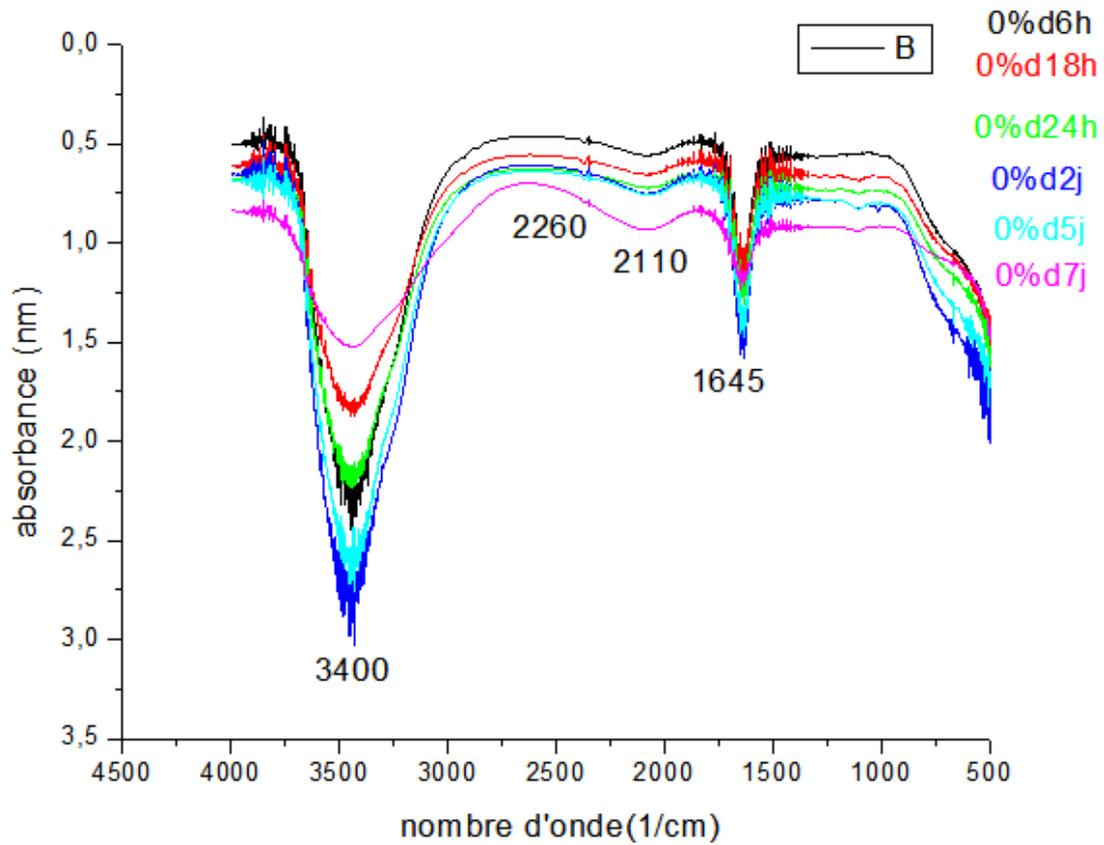


Figure III.8 : Spectre Infrarouge des éluâtes issues du test TLM en milieu neutre.

Tableau III.10 : Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de la FTIR des éluâtes issues du test TLM dans un milieu neutre

Nombre d'onde (cm-1)	Attributions		
	Groupement	Vibration	Intensité
1645	Alcènes	C=C élongation	Moyenne
2110	Nitriles	C≡N élongation	Moyenne à forte
2660	Acides	O-H élongation	Forte et très large
3400	Alcools et phénols	O-H élongation	Forte et large

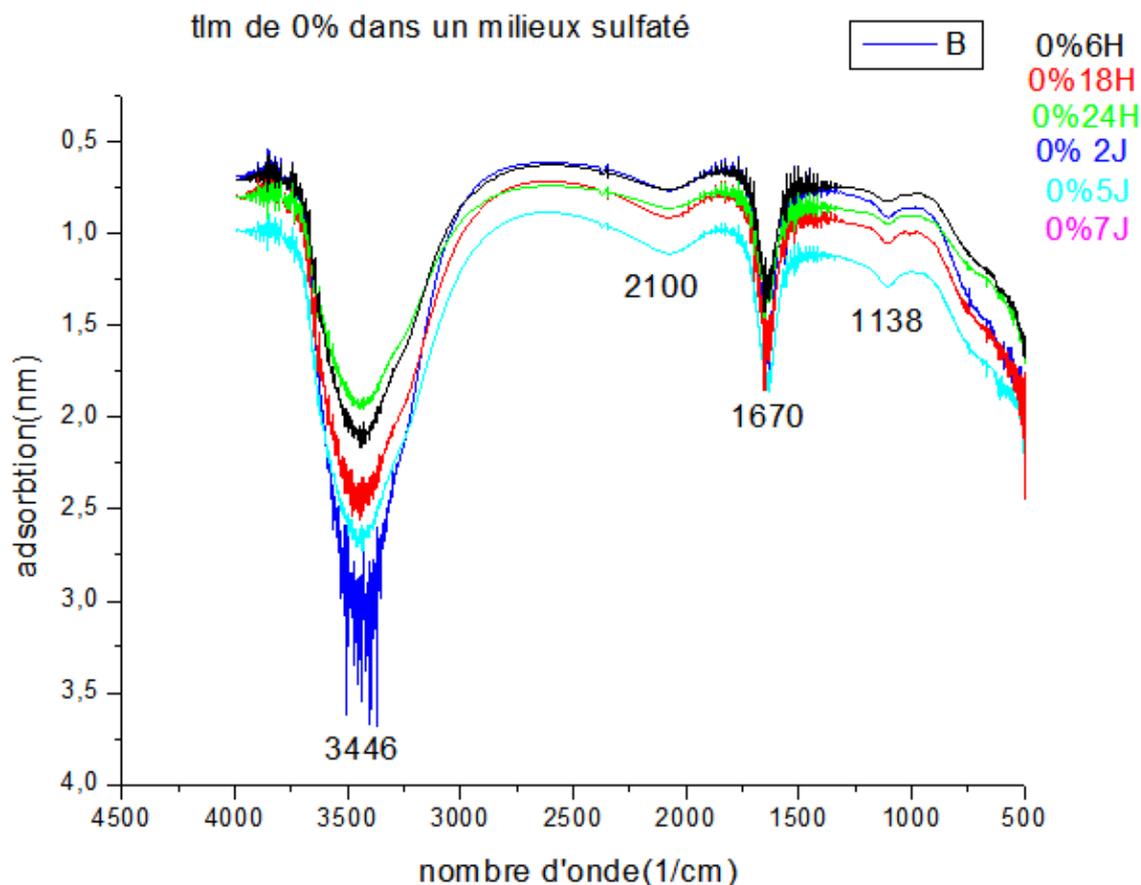


Figure III.9 : Spectre Infrarouge des éluâtes issues du test TLM en milieu sulfaté.

Tableau III.11 : Les groupements fonctionnels associés à chaque vibration de la FTIR des éluâtes issues de TLM dans un milieu sulfaté .

Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Attributions		
	Groupement	Vibration	Intensité
1138	Ethers	C-O élongation	Forte
1670	Cétones aromatiques	C=O élongation	Forte
2100	Alcynes	C≡C élongation	Faible
3446	Amines secondaire	N-H élongation	Moyenne

On conclut que le spectre de l'échantillon stabilisé (0%) de poussières de marbre, présente les mêmes groupes fonctionnels avec le lixiviat issu du déchet, dont la bande la plus large est celle d'OH intermoléculaire, observée sur 3400 à 3446 cm<sup>-1</sup>, néanmoins la vibration et d'une intensité moindre.

### III.4 Test de lixiviation sur monolithe (TLM), dynamique de relargage

La dynamique de relargage a été étudiée sur deux matériaux S/S, (0%) et (15%), le test a été effectué en utilisant l'eau déminéralisée et une solution sulfatée pour un ratio  $L/S=10\text{cm}^3/\text{cm}^2$ . Les résultats du test TLM sont les paramètres chimiques dep, conductivité et les concentrations des espèces chimiques en fonction du temps du contact.

#### III.4.1 Matériau S/S 0% de poussières de marbre milieu neutre et sulfaté

##### III.4.1.1 Evolution du pH et conductivité

L'évolution du pH en fonction du temps montre une nature alcaline des éluâtes obtenues après chaque séquence. Les résultats présentés dans le tableau III.12 montrent un pH entre 9 et 11 dans le milieu neutre par contre dans le milieu sulfaté le pH est un peu élevé, cette alcalinité est due au relargage progressif et continu des espèces chimiques vers la solution de lixiviation.

On constate d'après les résultats illustrés dans le tableau III.12 que l'évolution de la conductivité est due aux ions relargués pendant la période de test TLM

**Tableau III.12** : Résultats de la conductivité et pH dans différents milieux et différentes formulations.

Temps	0% milieu neutre		0% milieu sulfaté		15% milieu sulfaté	
	pH	Conductivité (ms/cm)	pH	Conductivité (ms/cm)	pH	Conductivité (ms/cm)
6H	9.25	0.119	11.62	30.4	11.29	30.1
18H	9.27	0.614	11.67	30.4	11.32	30.1
24H	9.99	0.078	11.70	30.2	11.36	29.9
2J	10.39	0.577	11.73	30.4	11.54	30.2
5J	10.57	0.780	11.79	30.7	11.65	30.5
7j	10.60	0.635	11.92	30.4	11.68	30.3

### III.4.1.2 Evolution des teneurs des éléments chimiques dans les éluâtes issues du test TLM

Les analyses ICP obtenus pour les éluâtes issues du test TLM, pour la séquence de 5 jours et pour les deux pourcentages 0 et 15%, sont illustrés dans le tableau III.13.

**Tableau III.13** : Composition chimique par ICP après TLM de 5 jours pour la formulation 0% et 15%

Type d'analyse	Concentration après s/s 0% 5j (mg/kg)	Concentration après s/s 15% 5j (mg/kg)
Cd <sup>2+</sup>	0.0051	0.0265
Fe <sup>2+</sup>	0.0094	4.799
Ni <sup>2+</sup>	0	0
Cu <sup>2+</sup>	0	0.0612
Pb <sup>2+</sup>	0.0128	0.1929
Cr <sup>III+</sup>	0.0925	0.366

**Tableau III.14** : Taux de rétention des métaux dans la matrice 0% pendant 5 jours de lixiviation.

Type d'analyse	Concentration avant S/S (mg/kg)	Concentration après S/S 0% 5j (mg/kg)	Taux de rétention En (%)
Cd <sup>2+</sup>	ND	0.0051	–
Fe <sup>2+</sup>	5.6mg/kg	0.0094	99.83
Ni <sup>2+</sup>	546,6mg/kg	ND	100
Cu <sup>2+</sup>	0.076mg/kg	ND	100
Pb <sup>2+</sup>	250mg/kg	0.0128	99.99
Cr <sup>III+</sup>	9mg/kg	0.0925	98.97

**Tableau III.15** Taux de rétention des métaux dans la matrice 15% après 5 jours de TLM

Type d'analyse	Concentration avant (mg/kg)	Concentration après s/s 15% 5j (mg/kg)	Taux de rétention (%)
Cd <sup>2+</sup>	0mg/l	0.0265	-
Fe <sup>2+</sup>	5.6mg/kg	4.799	14.30
Ni <sup>2+</sup>	546,6mg/kg	ND	100
Cu <sup>2+</sup>	0.076mg/kg	0.0612	19.48
Pb <sup>2+</sup>	250mg/kg	0.1929	99.92
Cr <sup>III+</sup>	9mg/kg	0.366	95.93

En général, quel que soit le type du milieu, on observe, un début de relargage de type diffusionnel [56], ce fait est dû aux gradients de concentration entre l'eau interstitielle du matériau cimentaire, très chargée, et la solution agressive, peu chargée, créent 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 relégués 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 ensuite continue à diminuer et devient contrôler par les variations des concentrations résultants de la diffusion provoquée par des réactions chimiques de dissolution-précipitation (conditions chimiques d'équilibre).

D'après les tableaux III.14 et III.15, on constate que les flux totaux relégués des espèces suivies dans le milieu sulfaté sont supérieurs à ceux du milieu neutre, ceci est dû à la force ionique élevée de la solution sulfatée par rapport à celle de l'eau déminéralisée. Lorsque les blocs sont en contact avec la solution sulfatée plusieurs phénomènes peuvent être exécutés, une partie de la portlandite se dissout suivie par la diffusion des sulfates vers l'intérieur de la matrice cimentaire. Les sulfates entrants réagissent avec les ions de la solution interstitielle, les phases de ciment hydraté et les grains de ciment restés anhydres. Ces réactions engendrent la précipitation des espèces secondaires à savoir : l'ettringite et le gypse et induisant l'apparition des pressions de cristallisation et des fissures. L'accroissement de la porosité augmente la surface réactive (solution-solide) et par conséquent la libération des polluants sera plus importante.

### III.5 CONCLUSION

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

- La caractérisation du lixiviat de déchet par ICP a montré que le déchet contient des concentrations importantes de nickel, et de plomb. De ce fait, le déchet brut peut être classé comme un déchet ultime dangereux et doit subir un traitement de stabilisation/solidification afin de réduire son caractère polluant et de le mettre dans un centre de stockage de déchets ultimes.
- Le déchet brut a été stabilisé/solidifié par un liant hydraulique. Il a été constaté que l'ajout des poussières de marbre retarde la prise des pâtes à ciment.
- La formulation 0% présente de meilleures résistances mécaniques par rapport aux autres contenant un pourcentage élevé des poussières de marbre.
- L'analyse des matériaux par DRX nous a permis d'identifier les principales phases du ciment hydraté (Portlandite, C-S-H et ettringite), ainsi l'apparition des métaux lourds sous forme des phases complexes pour les matériaux dopés par le déchet.
- Les taux des métaux lourds relargués dans le milieu sulfaté sont supérieurs à ceux relargués dans le milieu neutre, ceci est dû à la force ionique élevée de la solution sulfatée par rapport à celle de l'eau déminéralisée. Les sulfates réagissent avec les différentes phases de ciment hydratés et engendrent la précipitation des espèces secondaires (l'ettringite et le gypse).
- L'efficacité du procédé de S/S par liants hydrauliques dans le piégeage et le confinement des espèces dangereuses (métaux lourds) a été démontrée par le faible taux de relargage.

## CONCLUSION GENERALE

Les objectifs fixés dans cette étude, à savoir une caractérisation du lixiviat du déchet, la stabilisation/solidification de lixiviat par un ciment ont été atteints. Ces objectifs sont programmés afin d'améliorer nos connaissances sur la faisabilité de S/S, par les liants hydrauliques.

L'étude bibliographique réalisée a permis de rassembler le maximum d'informations sur : les déchets et leurs dangers, le procédé de stabilisation/solidification par liants hydrauliques, et l'étude des interactions entre phases hydratées du ciment et les métaux lourds. L'ensemble de ces connaissances ont conduit à mettre en place une campagne expérimentale (un tas de tests) adaptée aux exigences de notre étude.

Plusieurs tests et techniques d'analyse à savoir : TCLP, TLM, SAA, DRX et IR, ont été réalisés sur le lixiviat et les éprouvettes afin de rendre les résultats comparables et cela pour évaluer l'efficacité de la technique de traitement employée.

Au cours de cette étude plusieurs conclusions ont été tirées, on cite essentiellement :

- Les résultats de la caractérisation de lixiviat montrent que ce derniers est riche en métaux lourds en particulier le nickel, le plomb, le zinc et le fer. La concentration de l'élément Ni dépasse de très loin la norme exigée, d'où la nécessité d'utilisation d'une méthode de traitement à savoir le procédé stabilisation/solidification par liants hydrauliques.
- Les résultats de résistance mécanique à la compression et à la flexion s'avèrent très intéressants car ils répondent à la norme exigée.
- Le procédé de traitement par stabilisation/solidification a montré ces capacités, dans la rétention des métaux lourds. Une rétention de métaux lourds, à l'intérieure de la matrice cimentaire, d'ordre de 99.99% a été enregistrée. Cela permet de se prononcer en faveur du procédé utilisé en l'occurrence la S/S par liants hydrauliques.

En perspective, nous projetons une contribution à la création de centres de stockage des déchets ultimes en Algérie. En attente d'une avancée technologique dans ce domaine, nous procéderons à la valorisation de ce genre de rejets par la récupération de ces métaux lourds très onéreux par un système favorable.

## Références Bibliographiques

- [1] Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement-Algérie Principaux textes législatifs et réglementaires (2014).
- [2] [www.sytcom-Paris.Fr](http://www.sytcom-Paris.Fr) « valorisation des déchets », 2016.
- [3] [www.ademe.fr](http://www.ademe.fr) « Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Énergie »,2014.
- [4] A.DAMIEN , Guide du traitement des déchets 5eme Edition, Série Environnement et Sécurité
- [5] ACKER P : Techniques de l'ingénieur, traité construction, 1980.
- [6] ADRIANO D.C. Trace elements in the environment. Springer Verlag, New York. (1986).
- [7] LACOUÉ-LABARTHE, THOMAS. « Incorporation des métaux dans les œufs de la seiche commune *Sepia officinalis* et effets potentiels sur les fonctions digestives et Immunitaires ». Thèse de doctorat : Océanologie Biologique & Environnement Marin.2007, 200 p.
- [8] BELANGER DAVID. « Utilisation de la faune macro benthique comme bio indicateur de la qualité de l'environnement marin côtier. Canada, Août 2009, p67.
- [9] A. KABATA-PENDIAS, H. PENDIAS. « Trace elements in soils and plants ». CRC Presse. London. 2001
- [10] GERARD MIQUEL, Les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé. Sénat/Assemblée Nationale, Rapport de l'Office parlementaire d'évaluation des choix Scientifiques et technologiques, 2001.
- [11] SMEJKALOVA, M., MIKANOVA, O., BORUVKA, L, Effects of heavy metal concentrations on biological activity of soil micro-organisms. Plan. Soil and Environ, 2003, p49, 321–326.
- [12] MARTIN, S., GRISWOLD, W, Human Health Effects of Heavy Metals. Environ. Scien. And Technol. Bri. For Citizen, 2009, p 15, 1-6.
- [13] SOUSSOU, S. Adaptation de la symbiose Fabacées-rhizobium aux sites miniers :

Absorption du zinc par *Anthyllis vulneraria* et analyse de la diversité des bactéries symbiotiques d'*Hedysarum coronarium*, Thèse de Doctorat ; Sousse, Tunis.2013, 190p.

[14] AMIR S : contribution à la valorisation de boues de stations d'épuration par compostage : devenir des micropolluants métalliques et organiques et bilan humique du compost, thèse doctorat, 'institut national polytechnique de Toulouse, France, mars 2005.

[15] Wwww.ademe .fr , « les types de déchets et leur stockage »,juin 2004,

[16] Wwww.ademe .fr , « une-filière-gestion-déchets» 2004.

[17] DAHMANE SANAA. « Evaluation de la gestion des déchets ménagers et assimilés de la ville d'Oran ». Mémoire Magister. Université des Sciences et de la Technologie d'Oran.2012.

[18] LACHI A.HALIM Mémoire de fin d'étude en génie chimique 2011/2012

[19] MARTIN, S., GRISWOLD, W., Human Health Effects of Heavy Metals. Environ. Scien. And Technol. Bri. For Citizen. 2009 ,p15, 1-6.

[20] SOUSSOU, S. Adaptation de la symbiose Fabacées-rhizobium aux sites miniers : Absorption du zinc par *Anthyllis vulneraria* et analyse de la diversité des bactéries symbiotiques d'*Hedysarum coronarium*, Thèse de Doctorat ; Sousse, Tunis. 2013, 190p.

[21] BOUCHELAGHEM A, stabilisation et solidification des déchets industriels spéciaux techniques, science et méthode, no4, 1994.

[22] FREEMAN. H.M HARRIES. F, « Solidificatin/Stabilization of Organics and Inorganic. In: Hazardous waste remediation - Innovative treatment technologies», Pennsylvania (USA), 2005, p261.

[23] MOYEUX. V, « Evaluation des procédés de stabilisation », la démarche française In : Actes du congrès international sur les procédés de solidification et de stabilisation des déchets ; Grenoble ; Société Alpine de Publications, 2001, p49.

[24] OCTEL France, société anonyme, édition 1977.

[25] S.MARAVAL, D.MATHURIN, J .VERON ET M.MUTAT, Environnement & Technique/info-déchets, n121, Novembre 1991, p31-34.

- [26] SHERIFF, T. S., SOLLARS, C.J., MONTGOMERYN, D.M., AND PERRY, R. the use of Activated Charcoal and Tetra-Alky lammonium-Substituted Clays in cement –Based Stabilization/Solidification of Phenols and Chlorinated Phenols. In : coté, P.L., Gilliam, T.M., Environnement Aspects of Stabization and Solidifidation of Hazardous and Radioactive Wastes. Philadelphia : ASTM, 1989, p .273-286.
- [27] J. ABDO, LIANTS Hydraulique Routiers, Techniques de l'ingénieur, 2010.
- [28] COCKE, D.L; The binding chemistrty and leaching mechanism of hazardons substances in cementious solidification/stabilisation systems. Journal of hazardous materials, 1990 ,p 24,231-253.
- [29]SALHI, K.. Etude de l'influence de l'ajout du sable de dune et le laitier granulé finement broyés au ciment sur la stabilité de béton, Mémoire de magister Université Mohamed Khider Biskra, le 03 juillet 2007.
- [30] REGOURD, M. L'hydratation du ciment Portland. In : Le béton hydraulique. Edited by J. BARON et R. SAUTEREY. Paris: Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussées, 1982 ,p 193-221.
- [31]TAYLOR, H.F.W.Cement chemistry. 2ème édition. London : Academic Press, 1992. p475.
- [32] VERNET, C.Petit memento de chimie des ciments. In : La durabilité des bétons. Edited by J. BARON et J.P. OLLIVIER. Paris : Presses de l'Ecole Nationale des Ponts et Chaussée, 1992, p100-106.
- [33] COCKE, D.L.The binding chemistry and leaching mechanisms of hazardous substances in cementitious solidification/stabilization systems. Journal of Hazardous Materials, 1990, Vol. 24, N° spécial, p. 231-254
- [34] GRESS, D.L., EL KORCHI, T., Microstructural characterisation of cement-solidified heavy metal wastes. In: R.D. Spense (Ed.), Chemistry and microstructure of solidified waste forms (Ed. by R.D. Spense), 1992 ,p. 169-185.
- [35] YOUSUF, M., MOLLAH, M.Y.A., LU, F., COCKE, D.L., An x-ray diffraction XRD and Fourier transform infrared spectroscopic FT-IR characterization of the speciation of arsenic V in Portland cement type-V.Science of the total environment, 1998, p 224, 57-68.

[36] MACPHEE, D.E., GLASSER, F.P. Immobilization science of cement systems. MRS bulletin, March 1993, p 66-71.

[37] KUMARATHASAN, P., MCCARTHY, G.J., Oxyanion substitution ettringites: Synthesis and characterisation and their potential role in immobilisation of As, B, Cr Se and V. Materials research society symposium proceedings, 1990, p178, 83-103.

[38] STRONACH, A., WALKER, N.L., MACPHEE, D.E., GLASSER, F.P., Reaction between cement and As(III) oxide: The system CaO-SiO<sub>2</sub>-As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O at 25°C. Waste management, 1997, p12, 9-13.

[39] ZAMORANI, E., SHEIKH, I.A., SERRINI, G., Physical property measurements and leaching behaviour of chromium compounds solidified in a cement matrix. Waste management, 1988, p 239-245.

[40] AKHTER, H., BUTLER, L.G., BRANZ, S., CARTLEDGE, F.K., TITTLEBAUM, M.E., Immobilization of As, Cd, Cr, and Pb- containing soils by using cement or pozzolanic fixing agents. Journal of hazardous materials, 1990, p 24, 596-614.

[41] POON, C.S., PETERS, C.J., PERRY, R., BARNNES, P., BARKER, A.P Mechanisms of metal stabilization by cement based fixation processes. Science of the total environment, .1985, p 41, 55-71.

[42] Ciment Portland par les substances contenues dans les boues d'hydroxydes métalliques, Thèse de doctorat, INSA Lyon. France, p170.

[43] KAKALI, G., TSIVILIS, S., TSIALTAS, A., Hydratation of ordinary Portland cements made from raw mix containing transition elements oxides. Cement and concrete research, 1998, p335-340.

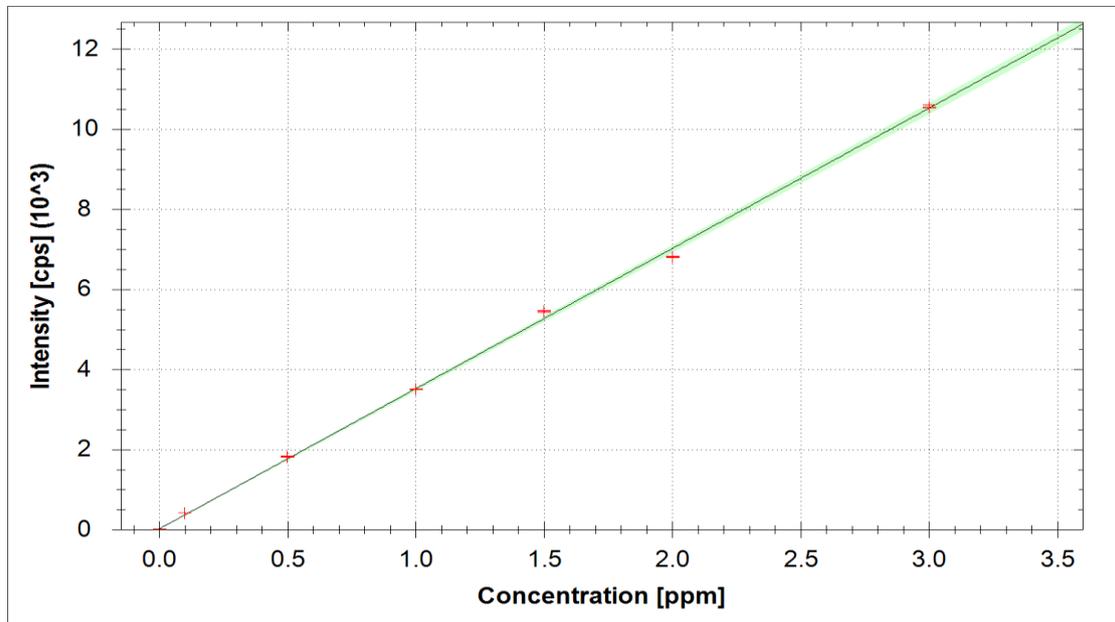
[44] COCKE, D.L., ORTEGO, J.D., MCWHINNEY, H.G., LEE, K., SHULKA, S., A model for lead retardation of cement setting. Cement and concrete research, 1989, p 156-159.

[45] CARTLEDGE, F.K., BUTLER, L.G Immobilisation mechanisms in solidification/stabilization of Cd and Pb salts using Portland cement fixing agents. Environmental science and technology, 1990, p 867-873

- [46] COCKE, D.L., MOLLAH, M.Y.A., The chemistry and microstructure of solidified waste forms. In: R.D. Spense (Ed.), Chemistry and microstructure of solidified waste forms (Ed. by R.D. Spense), 1992 ,p. 1-39. Lewis.
- [47] POON, C.S., CLARK, A.I., PERRY, R., Permeability study on the cement based solidification process for the disposal of hazardous wastes. Cement and concrete composites, 1986 ,p161-172.
- [48] APICHAT.I, PIERRE.M, LIGIA.T, FLORENCE.S, RADU.B, JACQUES.M Laboratoire d'analyse environnementale des procédés et des systèmes industriels (Laepsi) PoldenInsa de Lyon. Article sciences et techniques - N° 18 - 2eme Trimestre 2000.
- [49]APICHAT.I MYIM. "Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques", thèse, école doctorale de chimie de Lyon- France, 2000.
- [50] SERNA FREDERIC, LAGNEAU JEAN et CARPENTIER JEAN-MARC, "diffraction des rayons X et catalyse", Centre de Recherches de l'Industrie Belge de la Céramique Chimie nouvelle N° 116 - octobre 2014.
- [51] CHOUMANE FATIMA ZOHRRA. "Elimination des métaux lourds et pesticides en solution aqueuse par des matrices argileuses", Thèse. Université de Tlemcen. Algérie.
- [52]PINTA MAURICE, Spectroscopie d'absorption atomique, Technique de l'ingénieur, 1985.
- [53]BENHIZIA.L et MADOU.I, stabilisation/solidification d'un déchet réel par un liant hydraulique avec l'ajout d'un géopolymère synthétisé, mémoire de fin d'étude (master II), université d'Abderrahmane Mira Bejaia, octobre 2016.
- [54] BELEBCHOUCHE.C. Étude expérimentale du comportement des matériaux cimentaires exposés à des environnements chimiquement agressifs et modélisation de la lixiviation, thèse doctorat, Université A. Mira-Bejaia.
- [55]PEYRONNARD OLIVIER. "Apports méthodologiques pour la modélisation du Comportement à la lixiviation de résidus minéraux, application aux solidifias de boues D'hydroxydes métalliques", Thèse, l'institut national des sciences appliquées de Lyon- France, 2008.
- [56]ILMYIM A. (2000) Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques. Dissertation, thèse de doctorat, Institut National des Sciences appliquées de Lyon.

## Annexe 1

### Courbe d'étalonnage (ICP)



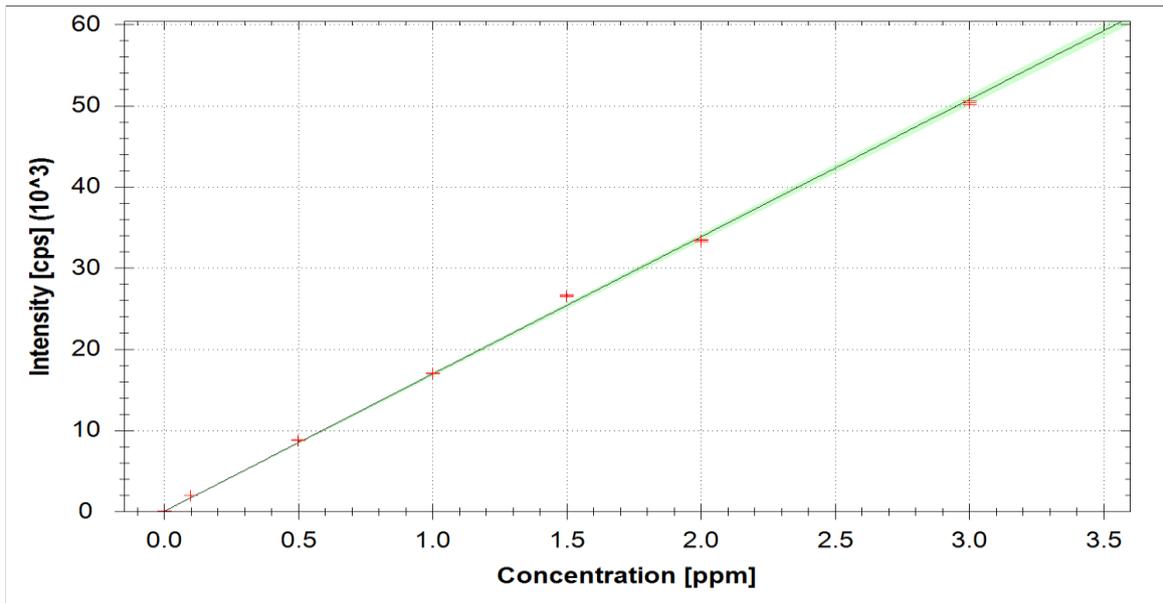
**Figure 2:** courbe d'étalonnage du Plomb

$$F(x) = 3501.5607 * x + 15.2228$$

$$R^2 = 0.9990$$

$$\text{BEC} = 0.004 \text{ ppm}$$

$$\text{LoD} = 0.0008 \text{ ppm}$$



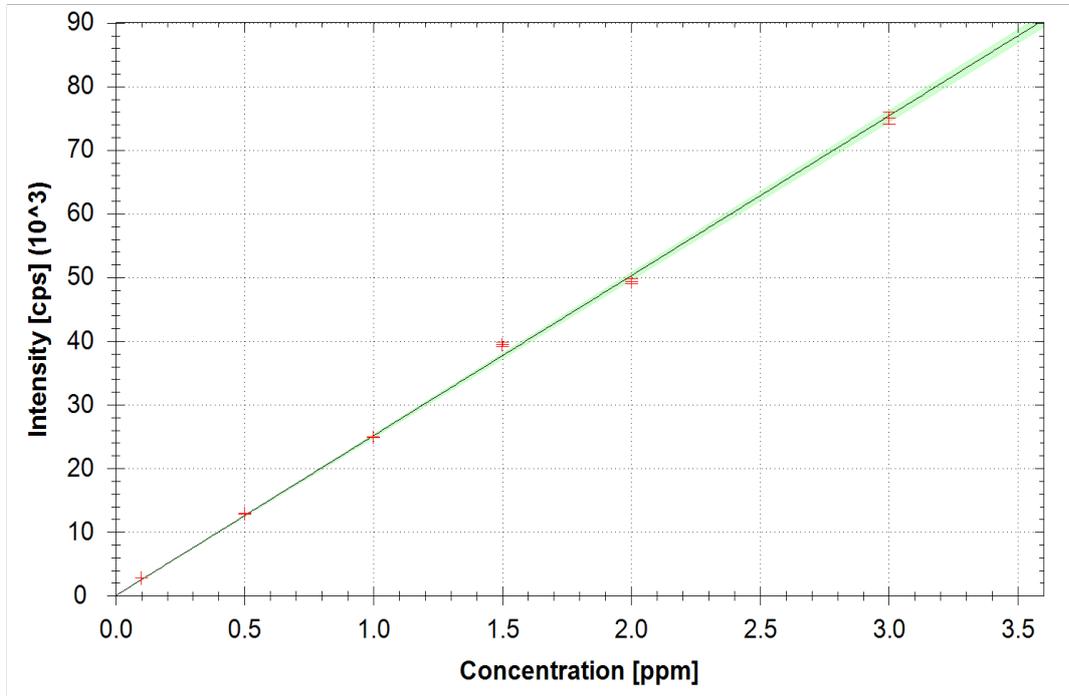
**Figure 3:** Courbe d'étalonnage du Nickel

$$F(x) = 16906.0781 * x + 15.1043$$

$$R^2 = 0.9990$$

$$BEC = 0.001 \text{ pp}$$

$$LoD = 0.0004 \text{ ppm}$$



**Figure 4 :** Courbe d'étalonnage du Fer

$$F(x) = 25130.0147 * x + -0.5220$$

R2 = 0.9990

BEC = 0.000 ppm

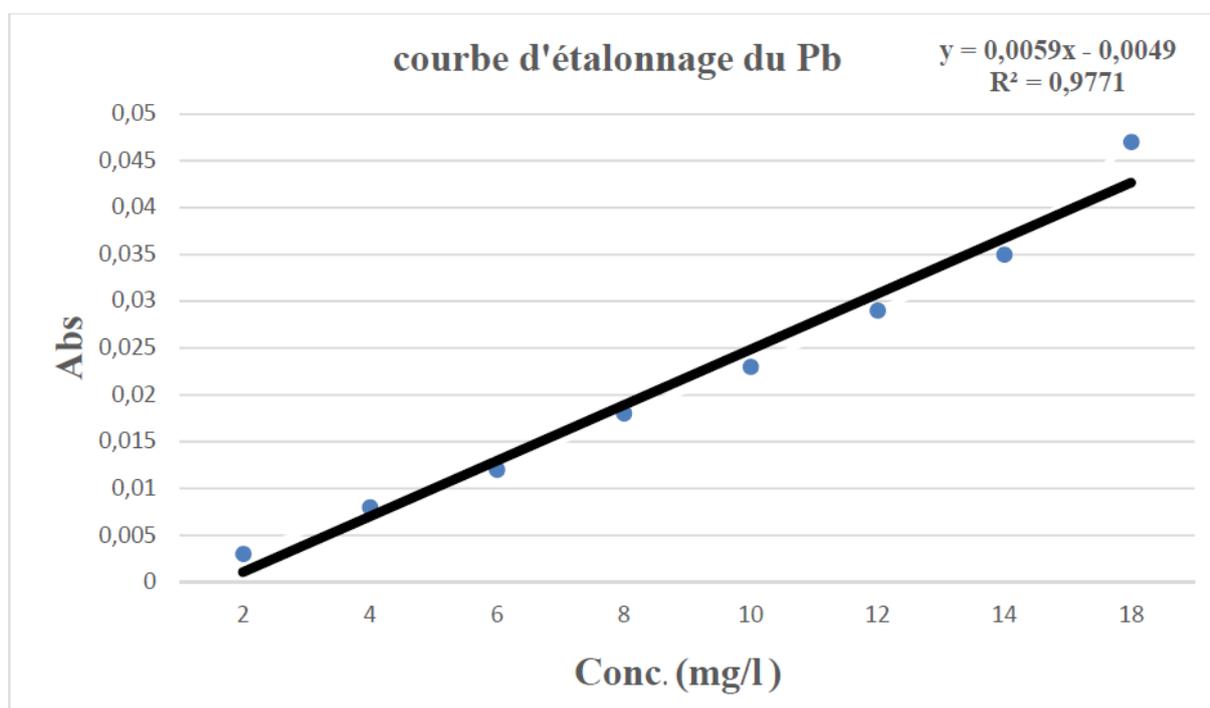
LoD = 0.0015 ppm

## Annexe 2

### Les courbes d'étalonnage

**Tableau 1.** Les valeurs d'étalonnage du Pb

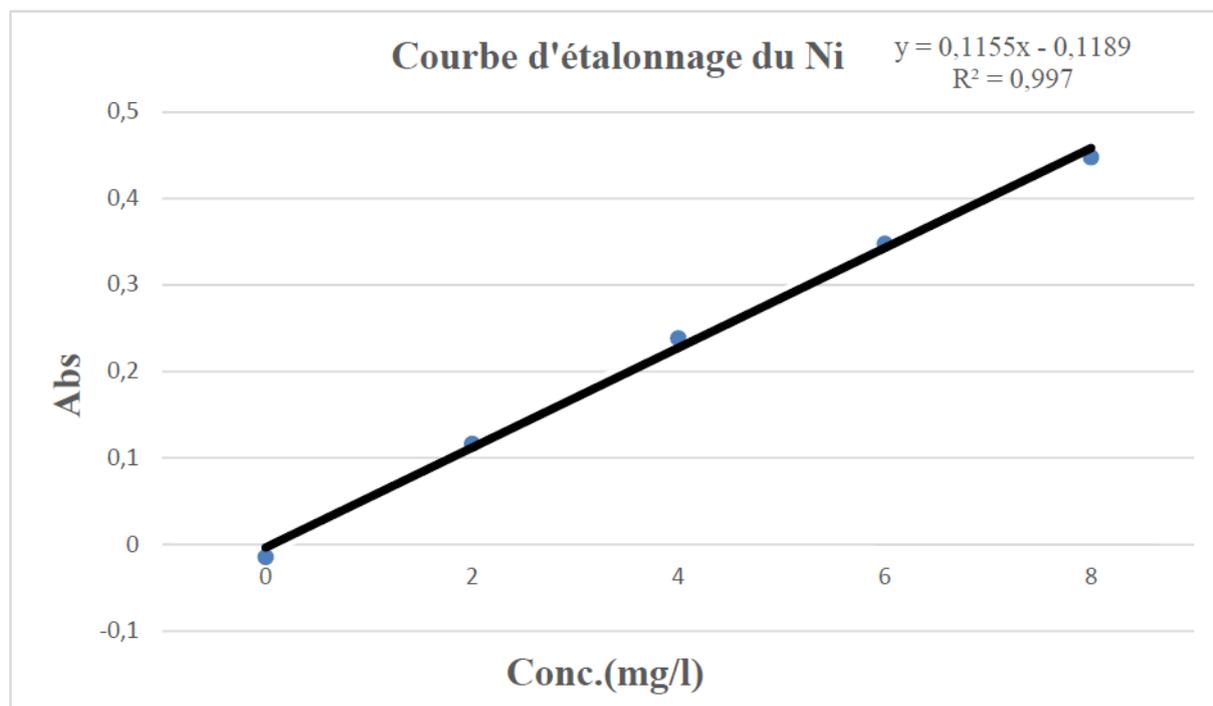
C (mg/l)	2	4	6	8	10	12	14	18
Abs	0.003	0.008	0.012	0.018	0.023	0.029	0.035	0.047



**Figure 1:** courbe d'étalonnage du plomb

**Tableau 2.** Les valeurs d'étalonnage du nickel

C(mg/l)	0	2	4	6	8
Abs	-0.014	0.117	0.239	0.348	0.448



**Figure 2 :** courbe d'étalonnage du nickel

## Annexe 3

**Tableau 3 :** Tables de fréquence des vibrations de valence caractéristiques en IR

1

**TABLES DE FREQUENCE DES VIBRATIONS DE VALENCE  
CARACTERISTIQUES EN IR**

Groupement	Liaison	Nombre d'onde (cm <sup>-1</sup> )	Vibration	Intensité
Alcools et phénols	O-H libre	3650-3590	élongation	variable et fine
Alcools et phénols	O-H assoc.	3400-3200	élongation	forte et large
Acides	O-H assoc.	3300-2500	élongation	forte et très large
Amines primaires	N-H	3500	élongation asymétrique	moyenne
		3410	élongation symétrique	moyenne
Amines secondaires	N-H	3500-3310	élongation	moyenne
=C-H (alcynes)	C-H	≈ 3300	élongation	moyenne et fine
Aromatiques	C-H	3080-3030	élongation	variable
HC=CH <sub>2</sub> (vinyl)	C-H	3095-3075	élongation	moyenne
		3040-3010	élongation	moyenne
=CH <sub>2</sub> (alcènes disubstitués gémés)	C-H	3095-3075	élongation	moyenne
		3040-3010	élongation	moyenne
HC=CH ou C=CH	C-H	3040-3010	élongation	moyenne
-CH <sub>3</sub> (alcanes)	C-H	≈ 2960	élongation asymétrique	forte
		≈ 2870	élongation symétrique	forte
-CH <sub>2</sub> - (alcanes)	C-H	≈ 2925	élongation asymétrique	forte
		≈ 2850	élongation symétrique	moyenne à forte
-C-H (aliphatiques)	C-H	2890-2880	élongation	faible
Aldéhydes	C-H	2900-2800	élongation	faible
		2775-2700	élongation	moyenne
Nitriles	C≡N	2260-2210	élongation	moyenne à forte
Alcynes	C≡C	2140-2100	élongation	faible
Aldéhydes aliphatiques	C=O	1740-1720	élongation	forte
Aldéhydes aromatiques	C=O	1715-1690	élongation	forte

Cétones aliphatiques	C=O	1725-1705	élongation	forte
Cétones aromatiques	C=O	1700-1670	élongation	forte
Acides	C=O	1725-1700	élongation	forte
Esters aliphatiques	C=O	1750-1730	élongation	forte
Alcènes	C=C	1675-1645	élongation	moyenne
Aromatiques	C=C	1600 ; 1880 1500 ; 1450	élongation ; 4 bandes	variables
Groupement nitro (aliphatique)	C-NO <sub>2</sub>	1570-1550 1380-1370	élongation élongation ; 2 bandes	intense
Groupement nitro (aromatique)	C-NO <sub>2</sub>	1570-1500 1370-1300	élongation élongation ; 2 bandes	intense
Amines aliphatiques	C-N	1220-1020	élongation	moyenne
Amines aromatiques	C-N	1360-1180	élongation	moyenne à forte
Esters	C-O	1300-1050	élongation ; 2 bandes	fortes
Acides	C-O	1300-1200	élongation	forte
Alcools tertiaires	C-O	1200-1125	élongation	variable
Alcools secondaires	C-O	1125-1085	élongation	variable
Alcools primaires	C-O	1085-1050	élongation	variable
Ethers	C-O	1150-1020	élongation	forte

**Tableau 4 :** Composition chimique élémentaire du Lixiviat.

Type d'analyse	Concentration en (mg/kg)	Norme (mg/kg) Norme NF X31-21 (mg/kg) [1]	Observation
Cd <sup>2+</sup>	Non détecté	25	Conforme
Fe <sup>2+</sup>	5.6mg/kg	5	Conforme
Ni <sup>2+</sup>	546.6mg/kg	50	Non conforme
Cu <sup>2+</sup>	0.076mg/kg	50	Conforme
Pb <sup>2+</sup>	250mg/kg	50	Non conforme
Cr <sup>III+</sup>	9mg/kg	50	Non conforme

**Tableau 5:** Composition chimique du ciment CEM I 52.5N

L'élément	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	Cl
Pourcentage(%)	26.18	4.61	5.39	61.36	1.32	0.24	0.28	0.12	0.001

**Tableau 6 :** Composition minéralogique du CEM I 52.5N

Eléments	C <sub>4</sub> AF	C <sub>3</sub> S	C <sub>2</sub> S	C <sub>3</sub> A
Pourcentage	15.36	41.9	24.61	2.4

**Tableau 7:** Temps de début et de fin de prise des formulations conçues.

Pourcentage	0%	5%	10%	15%	20%	25%
Temps de début de prise	2h40m	3h45m	4h	4h05m	4h10m	4h20m
Temps de fin de prise	4h10m	6h	6h30m	6h45m	6h55m	7h10m

**Tableau 8:** Résultats des essais mécanique des formulations à 28 jours de cure.

pourcentage de la poussière de marbre ajoutée	résistance à la compression en (MPa)	La flexion en (MPa)
0%	68.54	10.95
5%	66.58	9.45
10%	57.62	9.05
15%	43.75	8.8
20%	42.02	7.5
25%	28.22	7.05

**Tableau 9 :** Résultats de la conductivité et pH dans différents milieux et différentes formulations.

Temps	0% milieu neutre		0% milieu sulfaté		15% milieu sulfaté	
	pH	Conductivité (ms/cm)	pH	Conductivité (ms/cm)	pH	Conductivité (ms/cm)
6H	9.25	0.119	11.62	30.4	11.29	30.1
18H	9.27	0.614	11.67	30.4	11.32	30.1
24H	9.99	0.078	11.70	30.2	11.36	29.9
2J	10.39	0.577	11.73	30.4	11.54	30.2
5J	10.57	0.780	11.79	30.7	11.65	30.5
7j	10.60	0.635	11.92	30.4	11.68	30.3

**Tableau 10:** Composition chimique par ICP après TLM de 5jours pour la formulation 0% et 15%

Type d'analyse	Concentration après s/s 0% 5j (mg/kg)	Concentration après s/s 15% 5j (mg/kg)
Cd <sup>2+</sup>	0.0051	0.0265
Fe <sup>2+</sup>	0.0094	4.799
Ni <sup>2+</sup>	0	0
Cu <sup>2+</sup>	0	0.0612
Pb <sup>2+</sup>	0.0128	0.1929
Cr <sup>III+</sup>	0.0925	0.366

**Tableau 11 :** Taux de rétention des métaux dans la matrice 0% pendant 5 jours de lixiviation.

Type d'analyse	Concentration avant S/S (mg/kg)	Concentration après S/S 0% 5j (mg/kg)	Taux de rétention En (%)
Cd <sup>2+</sup>	ND	0.0051	–
Fe <sup>2+</sup>	5.6mg/kg	0.0094	99.83
Ni <sup>2+</sup>	546,6mg/kg	ND	100
Cu <sup>2+</sup>	0.076mg/kg	ND	100
Pb <sup>2+</sup>	250mg/kg	0.0128	99.99
Cr <sup>III+</sup>	9mg/kg	0.0925	98.97

**Tableau 12** : Taux de rétention des métaux dans la matrice 15% après 5 jours de TLM

Type d'analyse	Concentration avant (mg/kg)	Concentration après s/s 15% 5j (mg/kg)	Taux de rétention (%)
Cd <sup>2+</sup>	0mg/l	0.0265	-
Fe <sup>2+</sup>	5.6mg/kg	4.799	14.30
Ni <sup>2+</sup>	546,6mg/kg	ND	100
Cu <sup>2+</sup>	0.076mg/kg	0.0612	19.48
Pb <sup>2+</sup>	250mg/kg	0.1929	99.92
Cr <sup>III+</sup>	9mg/kg	0.366	95.93

## Résumé

L'objectif de ce travail est l'évaluation de la performance du procédé destabilisation/solidification pour le traitement de déchet générée essentiellement par les ateliers de traitement de surface de l'ENIEM.

Pour s'arrêter sur l'efficacité des matériaux utilisés dans la mise en œuvre de la S/S, des tests de caractérisation physico-chimiques sont indispensables. Ainsi que les différents tests de lixiviation qui donnent des indices sur le pouvoir de cimentaire à immobiliser les déchets.

Avant application du procédé S/S. Pour vérifier l'efficacité de procédé S/S on a fait une caractérisation du déchet stabilisé en préparant des formulations à différents pourcentage de ce déchet.

Les résultats de la caractérisation de déchet montrent la concentration élevée en métaux lourds. L'étude réalisé sur la possibilité d'utilisé le procédé S/S pour le traitement de la boue résiduaire de l'ENIEM a révélé que ce procédé est applicable à des pourcentages déterminés à 0% de déchet.

**Mots clés :** stabilisation/solidification, liant hydraulique (ciment CEMI), déchets, caractérisation, lixiviation.

## Abstract

The objective of this work is to evaluate the performance of the destabilization / solidification process for waste treatment generated mainly by the ENIEM surface treatment workshops.

Insist on the effectiveness of the materials used in the implementation of S/S. Physicochemical characterization tests are essential. As well as the various leaching tests that give clues on the cementing power to immobilize the waste.

Prior to the application of the S/S process. To verify the efficiency of the S/S process, a characterization of the stabilized waste was made by preparing formulations at different percentages of this waste.

The results of the waste characterization show the high concentration of heavy metals. The study carried out on the possibility of using the S/S process for the treatment of ENIEM waste sludge revealed that this process is applicable to the percentages determined at 0% waste.

**Key words:** stabilization/solidification, hydraulic binder (CEMI cement), waste, characterization, leaching.