

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES



Faculté des Sciences de l'Ingénieur

Thèse de Doctorat

Présentée par :

Fouzia BENOUDJIT

En vue de l'obtention du diplôme de **DOCTORAT** en :

Filière : Science et Génie des Matériaux

Option : Chimie de la Matière et Environnement

**Caractérisation et Valorisation des Boues Issues d'un Office
d'Assainissement. Cas ONA Boumerdès
(STEP Boumerdès).**

Devant le jury composé de :

- Mr Omar KADDOUR	Prof. (UMBB)	Président
- Mme Assia HADJ-HAMOU	Prof. (USTHB)	Examineur
- Mr Rabah KERBACHI	Prof. (ENP)	Examineur
- Mr Mohamed-Zine MESSAOUD BOUREGHDA	MCA (UMBB)	Examineur
- Mr Yacine MOUSSAOUI	MCA (UKMO)	Examineur
- Mr Messaoud HACHEMI	Prof. (UMBB)	Directeur de thèse

Remerciements

Je tiens à remercier Mr Omar KADDOUR, Professeur à l'UMBB, de m'avoir fait l'honneur de présider le jury de soutenance.

Mes vifs remerciements vont à mon directeur de thèse, Mr le Professeur Messaoud HACHEMI et Doyen de la Faculté des Sciences de l'Ingénieur de l'UMBB, de m'avoir aidée et d'avoir mis à ma disposition tous les moyens dont dispose la faculté.

Je remercie également Mme Assia HADJ-HAMOU, Professeur à l'USTHB, Mr Rabah KERBACHI, Professeur à l'ENP, Mr Mohamed-Zine MESSAOUD BOUREGHDA, Maitre de conférence (A) à l'UMBB, ainsi que Mr Yacine MOUSSAOUI, Maitre de conférence (A) à l'UKMO, d'avoir bien voulu examiner ce travail et d'avoir accepté de faire partie du jury.

Enfin, je tiens à remercier chaleureusement tous ceux et celles qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail : ma petite famille, mes amis ainsi que des personnes que j'ai eu l'honneur de connaître tout au long de ce parcours et qui m'ont conseillée, orientée et aidée. Du fond du cœur je vous dis : MERCI.

Sommaire

Résumé	ix
Introduction générale	1
Chapitre I : Synthèse bibliographique	4
I.1. Introduction	4
I.2. Définition et origine des boues d'épuration	4
I.3. Principe du traitement biologique	5
I.4. Fonctionnement d'une STEP à boues activées	5
I.4.1. Filière de traitement des eaux usées	6
I.4.1.1. Prétraitement	6
1) Dégrillage	7
2) Dessablage	7
3) Déshuilage ou dégraissage	7
I.4.1.2. Traitement primaire	8
I.4.1.3. Traitement secondaire	8
I.4.1.4. Clarification	9
I.4.2. Filière de traitement des boues	10
I.4.2.1. Epaissement	11
I.4.2.2. Conditionnement	11
I.4.2.3. Déshydratation	11
I.5. Composition des boues résiduelles	12
I.5.1. Composition globale de la fraction organique	12
I.5.1.1. Microorganismes	13
I.5.1.2. Matière organique	13
I.5.2. Composition globale de la fraction minérale	14
I.5.2.1. Oxydes	14
I.5.2.2. Minéraux fertilisants	15
I.5.2.3. Éléments traces métalliques	15
I.6. Filières d'élimination des boues résiduelles urbaines	17
I.6.1. Mise en décharge	17
I.6.2. Épandage agricole	18
I.6.3. Incinération	18
I.7. Situation du traitement des eaux usées en Algérie et production de boues	19
I.8. Règlementation nationale et gestion des boues	19
I.9. Incinération des boues résiduelles	21
I.9.1. Composition chimique globale des cendres de boues d'épuration	22
I.9.2. Voies de valorisation des cendres d'incinération des boues d'épuration	23
I.9.2.1. Les cendres de boues d'épuration dans les mortiers : Travaux antérieurs et leurs apports dans ce travail de thèse	24
I.9.2.2. Choix de l'orientation du travail de recherche	25
I.10. Généralités sur les matériaux cimentaires	25
I.10.1. Définitions du ciment, de la pâte de ciment, du mortier et du béton	25
I.10.2. Ciment portland	26
I.10.3. Types de ciment et classifications	26
I.10.3.1. Classification par composition	26

I.10.3.2. Classification par résistances à la compression	27
I.11. Station d'épuration de Boumerdès et problématique	27
I.11.1. Présentation du milieu d'étude	27
I.11.2. Problématique	28
I.12. Conclusion	30
Chapitre II : Matériels et méthodes	31
II.1. Introduction	31
II.2. Echantillonnage	31
II.3. Préparation des échantillons aux analyses	32
II.4. Techniques expérimentales	32
II.4.1. Caractérisation physique	32
II.4.1.1. Teneur en matière sèche (MS) et en eau	33
II.4.1.2. Analyse granulométrique	33
II.4.1.3. Masse volumique apparente (ρ_a), masse volumique réelle (ρ_r) et porosité (ϵ)	34
II.4.1.4. Microscopie électronique à balayage (MEB)	35
II.4.2. Caractérisation chimique	35
II.4.2.1. Matières volatiles (MV)	35
II.4.2.2. Mesure du potentiel d'hydrogène (pH)	36
II.4.2.3. Détermination de la conductivité électrique (CE)	36
II.4.2.4. Détermination de la perte au feu (PAF)	37
II.4.2.5. Dosage du carbone organique total (COT)	37
II.4.2.6. Fluorescence de rayons X (FRX)	37
II.4.2.7. Dosage des carbonates de calcium	38
II.4.2.8. Spectrométrie d'absorption atomique à flamme (SAA)	38
II.4.2.9. Dosage des chlorures (Cl^-)	39
II.4.2.10. Dosage des sulfates (SO_4^{2-}) et des trioxydes de soufre (SO_3)	39
II.4.2.11. Analyses spectrales	39
1) Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	39
2) Diffraction des rayons X (DRX)	40
II.5. Matériaux, formulation et confection de mortiers et essais	40
II.5.1. Matériaux	40
II.5.1.1. Ciment	41
II.5.1.2. Sable	41
II.5.2. Formulations des mortiers	41
II.5.3. Confection des mortiers	42
II.5.4. Essais mécaniques sur mortier	42
II.5.4.1. Résistance en flexion trois points (R_f)	42
II.5.4.2. Résistance en compression (R_c)	43
II.6. Conclusion	43
Chapitre III : Caractérisation saisonnière des boues de la STEP de Boumerdès	44
III.1. Introduction	44
III.2. Volumes des eaux usées et quantités de boues déshydratées	44
III.3. Aspect général et observation macroscopique des boues	45
III.4. Caractérisation physique	46
III.4.1. Teneur en matière sèche (MS) et en eau	46
III.4.2. Granulométrie laser	47

III.4.3. Morphologie	48
III.4.4. Masses volumiques apparentes, masses volumiques réelles et porosités	49
III.5. Caractérisation chimique	50
III.5.1. Potentiel d'hydrogène (pH)	50
III.5.2. Conductivité électrique (CE)	51
III.5.3. Matières volatiles (MV)	52
III.5.4. Perte au feu (PAF)	52
III.5.5. Carbone organique total (COT)	53
III.5.6. Composition chimique	54
III.5.6.1. Eléments majeurs	54
III.5.6.2. Carbonates de calcium (CaCO ₃)	55
III.5.6.3. Anions inorganiques : chlorures (Cl ⁻) et sulfates (SO ₄ ²⁻)	56
III.5.6.4. Eléments mineurs	56
III.5.7. Analyses spectrales	58
III.5.7.1. Analyse par diffraction aux rayons X (DRX)	58
III.5.7.2. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	60
III.6. Conclusion	64

Chapitre IV : Etude de l'influence du traitement thermique des boues séchées sur la composition de leurs résidus 66

IV.1. Introduction	66
IV.2. Aspect visuel des boues séchées et calcinées	66
IV.3. Caractérisation physique	67
IV.3.1. Perte de masse	67
IV.3.2. Distribution granulométrique	68
IV.3.3. Morphologie	70
IV.3.4. Masses volumiques apparentes, masses volumiques réelles et porosités	71
IV.4. Caractérisation chimique	73
IV.4.1. Potentiel d'hydrogène (pH)	73
IV.4.2. Conductivité électrique (CE)	74
IV.4.3. Perte au feu (PAF)	74
IV.4.4. Composition chimique	75
IV.4.4.1. Eléments majeurs	75
IV.4.4.2. Carbonates de calcium	76
IV.4.4.3. Anions inorganiques (chlorures (Cl ⁻) et sulfates (SO ₄ ²⁻)) et trioxyde de soufre (SO ₃)	77
IV.4.4.4. Eléments mineurs	78
IV.4.5. Analyses spectrales	80
IV.4.5.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)	80
IV.4.5.2. Analyse par spectrométrie infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	83
1) Interprétation du spectre infrarouge des boues séchées	84
2) Interprétations des spectres infrarouges des cendres	85
IV.5. Conclusion	87

Chapitre V : Valorisation des boues calcinées dans les matériaux cimentaires : Etude expérimentale à l'échelle du mortier 88

V.1. Introduction	88
V.2. Propriétés physiques et chimiques du ciment et des cendres de boues	88

V.2.1. Ciment	88
V.2.2. Boues calcinées	88
V.3. Performances mécaniques	89
V.3.1. Résistance en flexion trois points	90
V.3.2. Résistance en compression	91
V.4. Conclusion	94
Conclusion générale	95
Références bibliographiques	98

Liste des figures

Figure I.1 : Schéma de fonctionnement d'une STEP à boues activées (Filière eaux) ...	6
Figure I.2 : Dégrileur	7
Figure I.3 : Dessableur-déshuileur	8
Figure I.4 : Bassin biologique	9
Figure I.5 : Aération dans un bassin biologique	9
Figure I.6 : Clarificateur	10
Figure I.7 : Récupération des eaux épurées du clarificateur par surverse	10
Figure I.8 : Déshydratation par filtre à bandes et évacuation des boues	12
Figure I.9 : Situation géographique de la STEP de Boumerdès (ONA, 2012)	28
Figure I.10 : Schéma du processus de traitement des eaux usées dans la STEP de Boumerdès	28
Figure III.1 : Observation macroscopique des boues	45
Figure III.2 : Micrographes des boues saisonnières	49
Figure III.3 : Diffractogramme des rayons X des boues d'hiver	59
Figure III.4 : Diffractogramme des rayons X des boues de printemps	59
Figure III.5 : Diffractogramme des rayons X des boues d'été	60
Figure III.6 : Diffractogramme des rayons X des boues d'automne	60
Figure III.7 : Spectre infrarouge des boues d'hiver	62
Figure III.8 : Spectre infrarouge des boues de printemps	63
Figure III.9 : Spectre infrarouge des boues d'été	63
Figure III.10 : Spectre infrarouge des boues d'automne	64
Figure IV.1 : Aspect visuel des boues séchées et calcinées	67
Figure IV.2 : Micrographies MEB des boues séchées et calcinées	71
Figure IV.3 : Spectres de DRX des boues séchées et calcinées	82
Figure IV.4 : Spectres infrarouges des boues séchées et calcinées	83
Figure V.1 : Effet de la substitution du ciment par les boues calcinées sur la R_f des mortiers	90
Figure V.2 : Effet de la substitution du ciment par les boues calcinées sur la R_c des mortiers	92

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Teneurs en matières organiques des boues résiduaires urbaines de plusieurs STEPs	14
Tableau I.2 : Teneurs en oxydes dans les boues résiduaires urbaines	15
Tableau I.3 : Concentrations en métaux lourds dans les boues résiduaires urbaines de plusieurs STEPs	17
Tableau I.4 : Stations d'épuration en Algérie	19
Tableau I.5 : Teneurs en éléments traces métalliques pour les boues en Algérie selon la norme NA 17671	20
Tableau I.6 : Teneurs des principaux oxydes dans les cendres de boues résiduaires	22
Tableau I.7 : Concentrations en métaux lourds dans les cendres de boues résiduaires (en mg/kg de MS)	22
Tableau I.8 : Travaux antérieurs des différentes possibilités de valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction	23
Tableau I.9 : Substitution du ciment par les cendres de boues dans les mortiers	24
Tableau I.10 : Composition des ciments	26
Tableau II.1 : Composition des éprouvettes de mortier	41
Tableau III.1 : Volumes des eaux usées traitées et quantités de boues déshydratées évacuées	45
Tableau III.2 : Teneurs moyennes en matière sèche et en eau dans les boues	46
Tableau III.3 : Teneurs en matière sèche et en eau des boues étudiées dans la littérature	46
Tableau III.4 : Distribution granulométrique des boues saisonnières	47
Tableau III.5 : Fractions granulométriques des boues saisonnières	48
Tableau III.6 : Mesures des masses volumiques et des porosités des boues saisonnières	49
Tableau III.7 : Valeurs de pH des boues saisonnières	50
Tableau III.8 : Valeurs de pH des boues séchées étudiées dans la littérature	51
Tableau III.9 : Conductivités électriques des échantillons de boues saisonniers	51
Tableau III.10 : Teneurs en matières volatiles des boues saisonnières	52
Tableau III.11 : Pertes au feu des boues saisonnières	53
Tableau III.12 : Pertes au feu des boues étudiées dans la littérature	53
Tableau III.13 : Carbone organique total et rapport MV/COT dans les boues saisonnières	54
Tableau III.14 : Analyse des éléments majeurs dans les boues saisonnières	55
Tableau III.15 : Teneurs en carbonates de calcium dans les boues saisonnières	56
Tableau III.16 : Teneurs en anions inorganiques dans les boues saisonnières	56
Tableau III.17 : Analyse chimique des éléments mineurs dans les boues saisonnières et comparaison avec la norme algérienne NA 17671	58
Tableau IV.1 : Perte de masse des boues séchées et calcinées	68
Tableau IV.2 : Répartition granulométrique des boues séchées et calcinées	69
Tableau IV.3 : Fractions granulométriques des boues séchées et calcinées	70

Tableau IV.4 : Masses volumiques, apparentes et réelles, et porosités des boues séchées et calcinées	72
Tableau IV.5 : pH des boues séchées et calcinées	74
Tableau IV.6 : Conductivités électriques des boues séchées et calcinées	74
Tableau IV.7 : Perte au feu des boues séchées et calcinées	75
Tableau IV.8 : Eléments majeurs dans les boues séchées et calcinées	76
Tableau IV.9 : Teneurs en carbonates de calcium des boues séchées et calcinées	77
Tableau IV.10 : Anions inorganiques et SO ₃ dans les boues séchées et calcinées	78
Tableau IV.11 : Eléments mineurs dans les boues séchées et calcinées	80
Tableau IV.12: Phases cristallisées dans les boues séchées et calcinées identifiées par DRX	82
Tableau IV.13 : Nombres d'ondes des bandes et des pics d'absorbance dans les boues séchées et calcinées	84
Tableau V.1 : Composition chimique du ciment	88
Tableau V.2 : Répartition granulométriques du ciment	88
Tableau V.3 : Composition chimiques des boues calcinées	89
Tableau V.4 : Teneurs en éléments mineurs des boues calcinées	89
Tableau V.5 : Répartition granulométrique, pH et masse volumique des boues calcinées	89
Tableau V.6 : Résistances mécaniques en flexion trois points (R _f) à différents âges	90
Tableau V.7 : Résistances mécaniques en compression (R _c) à différents âges	92

Liste des abréviations

STEP : station d'épuration

MS : matière sèche

LD : limite de détection

CET : centre d'enfouissement technique

ONA : Office National d'Assainissement

B : boues

CEM : ciment

CPA : clinker portland artificiel sans ajout

D10, D50, D90 : diamètres respectifs des grains à 10%, 50%, et 90% de la répartition granulométrique

ρ_a : masse volumique apparente

ρ_r : masse volumique réelle

ε : porosité

MEB : microscope électronique a balayage

MV : matières volatiles

pH : potentiel d'hydrogène

CE : conductivité électrique

PAF : perte au feu

COT : carbone organique total

FRX : fluorescence de rayons X

SAA : spectrométrie d'absorption atomique

IRTF : spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

DRX : diffraction de rayons X

M0 : mortier dont le ciment n'est pas substitué

Mi : mortier dont le ciment est substitué par un pourcentage de boues calcinées (i : 5, 10, 15, 20, 25 ou 30 %)

R_f : résistance en flexion trois points.

R_c : résistance en compression.

Résumé

Le travail présenté dans cette thèse s'inscrit dans une optique de développement durable et de préservation de l'environnement. Son objectif est d'identifier les alternatives qui permettent une meilleure gestion des boues d'épuration des eaux usées urbaines en l'occurrence les boues de la station d'épuration de Boumerdès.

La méthodologie d'étude porte d'abord sur une caractérisation physique et chimique saisonnière des boues afin d'étudier l'évolution temporelle de leurs compositions. Cette étape vise à définir le traitement le plus adéquat des boues pour la voie de valorisation choisie. Les résultats ont montré des points de similitudes mais aussi des différences notamment les teneurs en matières organiques et en métaux lourds. De plus la présence d'aluminosilicates rend ces boues intéressantes, pour leur utilisation dans les matériaux de construction, en les calcinant afin d'éliminer la matière organique qui peut avoir des conséquences négatives.

La seconde partie de ce travail a concerné l'étude de la calcination des boues de 550°C à 1000°C afin d'évaluer l'influence du traitement thermique sur leurs compositions et de prévoir des valorisations adéquates dans le domaine de la construction. Les boues calcinées semblent, selon la température de calcination, être intéressantes pour une utilisation dans les matériaux cimentaires.

La troisième partie de cette thèse est l'étude de la valorisation des boues calcinées comme substituants d'une partie du ciment dans le mortier afin d'évaluer son influence sur les performances mécaniques du matériau. Les résultats s'avèrent prometteurs en termes de résistances en flexion et en compression et dévoile même un taux de substitution optimum qui peut être extrapolé au béton ce qui constitue une avancée dans la gestion durable des boues en Algérie.

Mots clés : Boues, caractérisation physique, composition chimique, métaux lourds, matières organiques, calcination, valorisation, matériaux de construction, mortier, béton, résistance en flexion, résistance en compression.

Abstract

The work presented in this thesis is a part of a sustainable development and an environmental preservation. Its objective is to identify alternative methods that allow better management of sewage sludge from wastewater treatment plants. In this case the sewage sludge tested is from the treatment plant of Boumerdes.

The study presented here focuses on a seasonal physical and chemical characterisation of the sludge with the aim of studying the temporal evolution of its composition. This allows to define the most appropriate treatment for the chosen sewage sludge's valorisation recovery way. The obtained results show similarities and differences especially with organic matters and heavy metals' amounts. Moreover the presence of aluminosilicates makes the sewage sludge's calcination interesting for use in construction materials after removing the organic matters that can have negative consequences.

The second part of this work concerns the study of calcination sludge from 550°C to 1000°C. This helps evaluate the influence of the heat treatment on sludge's composition and to provide adequate valorisation ways for the construction's field. The calcined sewage sludge appears, according to the calcination temperature, to be interesting for use in the cementitious materials.

The third part of the present thesis is the study of the use of calcined sludge as a partial substitute to the cement in the mortar. Different proportions of the calcined sludge have been used to evaluate its influence on the mechanical performance of the obtained material. The results are promising in terms of flexural and compressive strengths and reveal an optimum substitution rate which can be extrapolated to concrete. This is a step forward in the sustainable management of sludge in Algeria.

Keywords: Sewage sludge, physical characterisation, chemical composition, heavy metals, organic matter, calcination, valorisation, building materials, mortar, concrete, flexural strength, compressive strength.

ملخص

يندرج العمل المقدم في هذه الرسالة ضمن التنمية المستدامة والحفاظ على البيئة. الهدف منه هو تحديد البدائل التي يمكن إستعمالها أفضلًا للحمأة الناتجة عن تطهير المياه القذرة الحضرية و بالتحديد حمأة محطة الصرف الصحي للمياه لبومرداس.

تتضمن منهجية هذه الدراسة أولاً على الخصائص الفيزيائية والكيميائية الموسمية للحمأة من أجل دراسة مكوناتها عبر الزمن. تهدف هذه الخطوة إلى تحديد العلاج الأنسب لهذه الحمأة بغرض تثمينها في المجال المختار. أظهرت النتائج نقاط تشابه وكذا نقاط اختلاف خاصة فيما يتعلق بكمية المواد العضوية و كذا المعادن الثقيلة. وعلاوة على ذلك وجود الألومينوسيليكات التي تجعل هذه الحمأة مثيرة الإهتمام لإستخدامها في مواد البناء عند تكليسها لإزالة المواد العضوية التي يمكن أن تكون لها عواقب سلبية.

يعتني الجزء الثاني من هذا العمل بدراسة تكليس الحمأة من 550 د.م إلى 1000 د.م لتقييم تأثير المعالجة الحرارية على مكوناتها و تمكين إيجاد استعمالات ملائمة لها في مجال مواد البناء. تبدو الحمأة المكلسة، على حسب درجة التكليس، مثيرة الإهتمام لإستخدامها في المواد الإسمنتية.

أما الجزء الثالث من هذه الرسالة فهو دراسة تثمين الحمأة المكلسة كبديل لجزء من الإسمنت في الملاط و تقييم تأثيرها على القوى الميكانيكية لهذه المادة. النتائج المتحصل عليها واعدة فيما يتعلق بقوة الإنثناء وقوة الضغط و قد كشف عن نسبة الإستبدال الأمثل و الذي يمكن تعميمه للخرسانة. هذا ما يمثل تقدماً في الإدارة المستدامة للحمأة في الجزائر.

كلمات المفتاح: الحمأة، الخصائص الفيزيائية، التركيب الكيميائي، المعادن الثقيلة، المواد العضوية، التكليس، التثمين، مواد البناء، الملاط، الخرسانة، قوة الإنثناء، قوة الضغط.

Introduction générale

Les problèmes relatifs à la protection de l'environnement n'ont pas de frontières et sont une préoccupation internationale. La gestion écologique des déchets, basée sur le développement durable, revêt une importance croissante et compte aujourd'hui parmi les plus grands défis scientifiques et politiques. En effet les accroissements démographique, économique et urbain sont à l'origine de différentes sources de pollution notamment des eaux, qui usées et sans traitement préalable peuvent jouer le rôle de vecteur d'agents potentiellement dangereux pouvant nuire à la santé de l'homme et à son environnement. C'est pourquoi l'assainissement des eaux usées est devenu un impératif des sociétés modernes par la mise en place d'unités de traitement, en l'occurrence des stations d'épuration (STEPs), dont l'objectif est d'améliorer la qualité de ces eaux avant leur réintroduction dans le milieu naturel.

Toutefois un fonctionnement efficace des systèmes d'épuration des eaux se traduit inéluctablement par la production de résidus secondaires nommés « boues » dont les quantités se sont accrues au fil du temps posant un problème supplémentaire. Longtemps considéré comme une filière secondaire au traitement de l'eau, le traitement des boues, dont la composition en éléments toxiques peut être nuisible, représente actuellement un réel enjeu environnemental, économique et social qui doit être pris en considération. Il s'avère, par conséquent, nécessaire de traiter ces boues et/ou de les valoriser dans la mesure du possible en choisissant les meilleures alternatives de gestion.

Les principales voies de gestion des boues existantes sont : la mise en décharge, l'épandage, et l'incinération. La mise en décharge est une technique peu valorisante posant des problèmes environnementaux importants. Elle est légalement interdite dans de nombreux pays développés. La valorisation agricole est très controversée par l'opinion publique et se heurte à des problématiques socio-économiques d'acceptabilité. De plus elle ne peut être considérée comme une solution sur le long terme avec l'augmentation des quantités de boues, la diminution des surfaces agricoles et les risques sanitaires. L'incinération s'avère, par conséquent, une alternative intéressante de gestion et de valorisation des boues. Elle permet de récupérer l'énergie dégagée par le processus de combustion. Les cendres (ou résidus) obtenues, en fonction de leurs compositions, peuvent être valorisables en tant que matière première secondaire dans le domaine de la construction. Ce qui contribuera à la préservation des gisements naturels et réduira la consommation énergétique.

En Algérie la production des boues résiduaire est estimée à plus de 400 mille tonnes de matière sèche (MS) par an appelée à croître avec la construction et la mise en marche de

nouvelles STEPs. La plupart des boues sont dirigées vers les décharges. Ce qui doit être remis en question pour des raisons sociales et environnementales. La raréfaction, voir l'absence de textes réglementaires nationaux relatifs à la gestion des boues d'épuration, a conduit ce travail à contribuer à la mise au point d'une démarche expérimentale permettant d'identifier les différentes voies de valorisation des boues pouvant être envisageables dans les matériaux de construction. Le gain économique de ce scénario est indéniable. Il permet d'éviter la mise en décharge des boues d'une part, et de transformer ce déchet en matière première secondaire d'autre part. Toutefois les boues sont un mélange complexe d'origines et de compositions variées. La connaissance de leurs propriétés intrinsèques, par leurs caractérisations préalables, est une étape fondamentale afin de connaître leur composition et surtout leur degré de pollution. De plus peu de données sont disponibles sur la composition des boues locales issues des STEPs des eaux usées urbaines.

Le présent travail de recherche s'inscrit par conséquent dans une optique de valorisation des boues municipales algérienne dans le domaine de la construction. Les boues provenant de la STEP de Boumerdès dans le nord de l'Algérie sont prises pour cas d'étude.

La méthodologie mise en œuvre dans cette étude a un triple objectif :

- Une caractérisation physique et chimique la plus large possible des boues pour étudier la stabilité de leur composition par rapport au changement de saisons.
- Un traitement thermique des boues séchées pour étudier l'influence de la température de calcination sur la composition des résidus (cendres) obtenus et déterminer ainsi la température de calcination optimale pour une valorisation adéquate.
- Une valorisation des cendres comme ajout dans les matériaux cimentaires.

Cette thèse s'articule en cinq chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique qui introduit les connaissances nécessaires à la compréhension de ce travail notamment l'origine et la composition globale des boues urbaines ainsi que les principales voies de leur gestion. L'accent est mis sur l'intérêt du traitement thermique (incinération) de ces déchets et la valorisation de leurs résidus dans le domaine de la construction notamment dans les matériaux cimentaires.

Le deuxième chapitre décrit la méthodologie de travail. Il présente les protocoles d'échantillonnage et de préparation des échantillons de boues ainsi que les différentes techniques d'analyses expérimentales. Les formulations et les essais sur matériaux cimentaires sont également exposés dans cette partie.

Les résultats obtenus font l'objet des trois derniers chapitres.

Dans le troisième chapitre sont exposés les résultats d'analyses physiques et chimiques relatifs à la caractérisation saisonnière des boues. Ce chapitre vise à décrire la composition des boues étudiées en fonction de la variation des saisons. L'interprétation des résultats, également discutée dans cette partie, s'appuie sur une étude bibliographique de boues de mêmes catégories en vue d'obtenir une meilleure connaissance des propriétés des boues étudiées.

Le quatrième chapitre est consacré à l'étude, à l'échelle du laboratoire, de l'influence du traitement thermique (calcination) des boues préalablement séchées sur la composition des résidus obtenus. L'objectif est de distinguer la ou les températures optimales d'obtention de résidus ayant des caractéristiques appropriées pour une valorisation dans les matériaux cimentaires.

Le cinquième chapitre concerne la valorisation des cendres de boues calcinées comme substituant d'une partie du ciment dans la formulation des matériaux cimentaires en vue d'étudier l'influence de cet ajout sur leurs propriétés mécaniques

Enfin cette thèse se termine par une conclusion générale qui récapitule les résultats obtenus et énonce les principales perspectives ouvertes par ce travail.

Chapitre I :

Synthèse bibliographique

I.1. Introduction

La détérioration de la qualité des ressources en eau a conduit à l'assainissement par la mise en place d'unités de traitement en l'occurrence des stations d'épuration (STEPs). Leur objectif est d'améliorer la qualité des eaux usées avant leur rejet dans le milieu naturel et de protéger ainsi l'environnement. Le présent chapitre définit le cadre de ce travail en apportant les connaissances nécessaires à sa compréhension et en exposant la problématique associée. Dans un premier temps seront définies les boues d'épuration, le principe du traitement biologique, le procédé de traitement des eaux usées par boues activées, la composition globale des boues résiduelles ainsi que les principales voies de leur gestion. Dans un second temps seront abordés l'état du traitement des eaux usées et de la gestion des boues en Algérie ainsi que le cadre réglementaire existant actuellement. Enfin une attention particulière sera portée sur les différentes voies de recherche en rapport avec la problématique de cette thèse. Ce qui permet d'exposer l'orientation ainsi que la démarche qui a guidé ce travail.

I.2. Définition et origine des boues d'épuration

Les boues des STEPs sont des résidus ou des sous-produits issus du traitement des eaux usées résiduelles urbaines (majoritairement domestiques) ou industrielles avant leur réintroduction dans le milieu naturel. Les eaux du service public, utilisées pour le lavage des rues et des caniveaux, ainsi que les eaux pluviales peuvent également être acheminées vers les STEPs lorsque le réseau est unitaire.

Les boues urbaines ou industrielles sont des matériaux relativement complexes d'origines variées constitués de matière minérale, de matière organique ainsi que de microorganismes (Bianchini et al., 2015 ; Ozdemir et al., 2013 ; Valdecantos et al., 2011 ; Albrecht et al., 2010 ; Romdhana et al., 2009 ; Robin et al., 2008 et Cornu et al., 2001). Leur composition, comme c'est le cas d'ailleurs des eaux épurées, peut varier en fonction de différents paramètres notamment : la provenance des eaux usées à traiter (domestiques / industrielles) entrant dans le système de collecte, les habitudes de vie et l'état sanitaire de la population raccordée au réseau d'assainissement, la taille de l'agglomération, le procédé de traitement employé, le type de réseau (unitaire / séparatif), ainsi que le climat.

Dans ce travail l'intérêt est porté uniquement sur les boues issues du traitement biologique des eaux usées urbaines.

I.3. Principe du traitement biologique

Le principe général du traitement biologique, qui vise à éliminer la matière organique biodégradable des eaux usées, consiste à cultiver des microorganismes principalement aérobies. Ces derniers, naturellement présents dans l'eau, sont concentrés dans des bassins et mis en contact, en présence d'oxygène, avec les eaux usées contenant la pollution organique. Celle-ci est assimilée (consommée) au sein d'une chaîne alimentaire épuratrice et est oxydée, dégageant de l'énergie ainsi que des sous-produits et conduisant à la multiplication des microorganismes. Il résulte de ce fait une eau épurée qui est rejetée dans le milieu naturel ou réutilisée ainsi que des boues (biomasse) facilement décantables riches en microorganismes :



Parmi les techniques de traitements biologiques les plus répandues et les plus largement utilisées :

- le lagunage dans lequel les eaux sont dirigées dans des bassins étanches en plein air. L'oxygène nécessaire au développement des microorganismes est fourni par les algues photosynthétiques ;
- les boues activées qui sont employées dans des stations de taille moyenne à grande. Cette technique sera développée dans ce qui suit.

I.4. Fonctionnement d'une STEP à boues activées

Une station d'épuration est un ensemble d'installations par lesquelles les eaux usées sont acheminées afin d'en réduire la charge polluante. Le procédé par boues activées a été mis au point par les Anglais Arden et Lockett à Manchester en 1913 et a connu une constante amélioration depuis.

Le traitement des eaux usées dans une STEP à boues activées consiste en un transfert de pollution initialement sous forme soluble et particulaire, d'une phase liquide (eaux usées) vers une phase plus concentrée (boues). Les boues constituent de ce fait un déchet de la filière de traitement des eaux usées.

I.4.1. Filière de traitement des eaux usées

Le schéma global d'une filière de traitement des eaux usées par boues activées est illustré sur la Figure I.1.

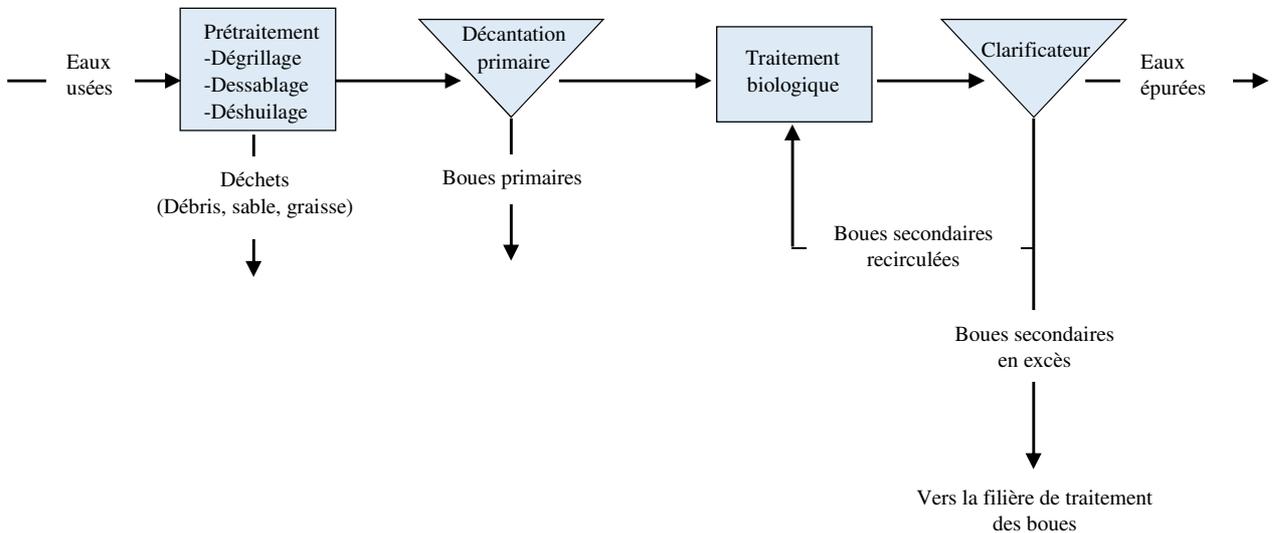


Figure I.1 : Schéma de fonctionnement d'une STEP à boues activées (Filière eaux).

Les eaux usées urbaines qui arrivent à la STEP sont, selon le type de réseau d'assainissement, majoritairement constituées d'eaux usées domestiques dans les cas des réseaux séparatifs, auxquelles viennent s'ajouter les eaux du service public et les eaux pluviales issues du ruissellement sur les ouvrages routiers, toitures, etc. dans le cas de réseaux unitaires. Ces eaux usées subissent l'ensemble des traitements suivants :

I.4.1.1. Prétraitement

Les eaux usées sont soumises tout d'abord à des traitements de dégrossissage appelés « prétraitement ». Cette étape permet d'extraire la plus grande quantité d'éléments dont la taille des particules (débris), le pouvoir abrasif (sables, argiles) et la masse spécifique (graisses flottantes) risquent de perturber le fonctionnement des différentes unités de traitement ultérieures et d'assurer ainsi un traitement efficace des eaux usées et une protection des ouvrages de la STEP. Le prétraitement repose essentiellement sur des critères physiques : granulométrie (dégrillage) et densité (dessablage, dégraissage).

1) Dégrillage

Il permet de séparer les matières grossières ou volumineuses charriées par les eaux brutes et qui pourraient provoquer l'obturation des différentes unités de l'installation et nuire à l'efficacité des traitements ultérieurs. Le dégrillage (Figure I.2) est assuré par des grilles dont l'écartement des barreaux varie suivant la taille des objets à piéger.



Figure I.2 : Dégrilleur.

2) Dessablage

Il permet d'éliminer par décantation les graviers, sables ou particules minérales afin d'éviter le dépôt de ces particules dans les installations et de protéger les unités de traitement contre l'abrasion.

3) Déshuilage ou dégraissage

Il consiste à récupérer grâce à des racleurs, les matières flottantes (graisses domestiques ou industrielles, écumes) à la surface des eaux usées naturellement ou par flottation (injection de fines bulles d'air). Cette étape permet de limiter la quantité de flottants et de graisses susceptibles de se coller, de s'agglutiner et de flotter dans les ouvrages situés en aval, pouvant causer des problèmes de fermentation. Le dessablage et le déshuilage s'opèrent dans le même bassin (Figure I.3).



Figure I.3 : Dessableur-déshuileur.

Les déchets éliminés au cours du prétraitement ne seront pas considérés dans cette thèse.

I.4.1.2. Traitement primaire

Cette étape n'est pas présente sur les petites installations et tend à disparaître sur les installations récentes. Elle consiste en une simple décantation des matières en suspension naturellement décantables présentes dans les eaux usées. Les boues récupérées au fond du décanteur sont dites « boues primaires ». Elles ne sont pas stabilisées (forte teneur en matière organique) et sont fortement fermentescibles. Ces boues ne seront également pas considérées dans la suite de ce travail.

I.4.1.3. Traitement secondaire

La décantation ne permet pas la séparation des matières finement dispersées et des colloïdes présents dans les eaux usées. C'est pourquoi il est nécessaire de faire appel à des traitements secondaires afin d'éliminer les particules non décantables ainsi que les matières dissoutes. Au niveau des installations urbaines, cette étape est généralement réalisée par des traitements biologiques qui consistent en une dégradation biologique de la pollution contenue dans les eaux usées. Le traitement biologique le plus répandu est celui par « boues activées » appelé également « digestion aérobie » qui nécessite l'apport de l'oxygène par aération (injection d'air au fond du bassin d'aération) et qui s'opère dans des bassins d'aération (Figures I.4 et I.5).

Au cours de ce traitement les eaux usées sont mises en contact avec des microorganismes bactériens en suspension, en condition aérobie (présence d'oxygène). Ces bactéries dites « épuratrices » vont utiliser la pollution de l'eau (matière organique biodégradable) comme

source d'énergie pour leur croissance et leur développement. Il se produit des composés gazeux (CO_2) et de la biomasse qui va s'agglomérer sous forme de floccs bactériens formant ainsi des « boues secondaires » ou « boues activées ». Cette floculation naturelle permet la séparation des eaux épurées de la biomasse par simple décantation lors de l'étape suivante de « clarification ».



Figure I.4 : Bassin biologique.



Figure I.5 : Aération dans un bassin biologique.

I.4.1.4. Clarification

Le clarificateur appelé également « décanteur secondaire » (Figure I.6) est un ouvrage dans lequel les floccs bactériens (boues activées) sont séparés des eaux épurées. Il obéit aux mêmes principes qu'un décanteur primaire.

Les eaux épurées sont récupérées en surface du clarificateur par surverse (Figure I.7) et sont réutilisées ou rejetées dans le milieu naturel alors que les boues décantées sont extraites du fond du clarificateur par aspiration. Une partie de cette biomasse (boues de recirculation) est réinjectée dans les bassins d'aération pour maintenir une concentration constante de la population microbienne permettant une activité biologique optimale et assurant ainsi la continuité de l'épuration. La partie en excès, quant à elle, est envoyée vers les ouvrages de la filière de traitement des boues (voir Figure I.1).



Figure I.6 : Clarificateur.



Figure I.7 : Récupération des eaux épurées du clarificateur par surverse.

I.4.2. Filière de traitement des boues

Les boues en excès issues de la filière de traitement des eaux, soutirées au bas du clarificateur, se présentent sous forme liquide. Ce qui engendrerait des volumes de stockage conséquents. Elles sont, de plus, hautement fermentescibles dégageant rapidement des odeurs désagréables et provoquant ainsi des nuisances olfactives. Ces caractéristiques sont problématiques quelle que soit la destination finale de ces boues. C'est pourquoi le traitement de ces derniers fait l'objet d'une filière spécifique dans une STEP permettant leur élimination à moindre impact économique et environnemental.

Divers procédés sont mis en œuvre et ont pour principaux objectifs :

- la réduction du volume des boues afin de faciliter leur transport et leur stockage ;
- la réduction du pouvoir fermentescible ;
- la réduction des risques sanitaires.

Les filières de traitement des boues diffèrent selon les objectifs de la STEP. Celles-ci produisent des boues à différentes siccité (teneur en matière sèche). C'est pourquoi ne seront abordées que les différentes étapes de traitement permettant de produire des boues similaires à celles faisant l'objet de cette thèse.

I.4.2.1. Epaissement

L'épaississement est employé pour concentrer les boues et augmenter leur siccité sans pour autant modifier leur caractère liquide. Ce qui permet de réduire le volume à traiter. L'épaississement peut être statique par voie gravitaire (décantation) ou dynamique par des moyens mécaniques (égouttage, flottation ou centrifugation). Une fois les boues épaissies, l'eau retirée est renvoyée en tête de la station afin d'éliminer la pollution dissoute.

I.4.2.2. Conditionnement

Cette étape a pour but de préparer les boues au traitement suivant : la déshydratation. En effet il est nécessaire de réduire la stabilité des colloïdes dans les boues en facilitant leur agrégation pour évacuer une part importante de l'eau interstitielle et augmenter ainsi, artificiellement, la taille des particules. Le conditionnement peut s'opérer en utilisant des procédés physiques (traitement thermique) ou chimiques. Les procédés chimiques sont les plus souvent employés en raison d'un coût plus faible. Ils font appel à des agents coagulants (de charge opposée à celle des particules contenues dans les boues) et/ou à des agents floculant (formation de complexes hydratés). Généralement les réactifs utilisés sont des sels minéraux de fer ou d'aluminium, de la chaux ou des polyélectrolytes (polymères de synthèse).

I.4.2.3. Déshydratation

Elle correspond à une extraction d'un maximum d'eau des boues en augmentant leur siccité et en modifiant leur état physique : les boues passent de l'état liquide à l'état pâteux ou solide. Il existe deux principaux procédés: le procédé filtre presse et le procédé filtre à bandes. Dans le premier procédé les boues sont injectées dans des filtres presses dans lesquelles elles sont pressées puis des «gâteaux de boues» sont démoulés et évacués. Le procédé filtre à bandes consiste à déverser les boues entre deux bandes continues verticales de toiles synthétiques se

déroulant respectivement sur deux rouleaux presseurs. Les boues pressées « boues déshydratées » sont évacuées vers une benne ou une aire de stockage (Figure I.8).

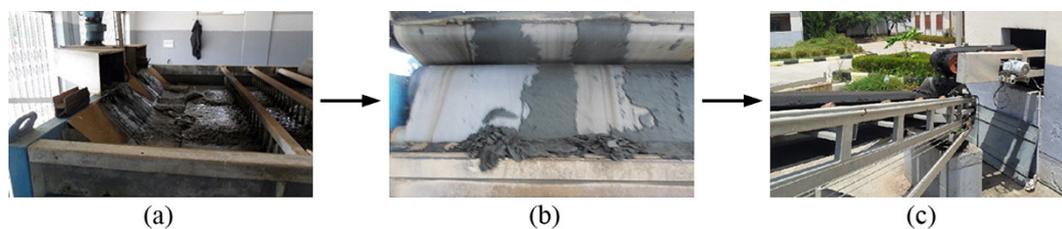


Figure I.8 : Déshydratation par filtre à bandes et évacuation des boues
((a) Boues conditionnées liquides ; (b) Déshydratation; (c) Evacuation).

La connaissance de la composition des boues résiduaire évacuées par les STEP s permet de choisir la voie de valorisation ou d'élimination.

I.5. Composition des boues résiduaire

Les boues résiduaire produite par les divers procédés d'épuration des eaux usées actuels contiennent à la fois des éléments naturels valorisables et des composés toxiques en relation avec la nature des activités raccordées au réseau d'assainissement. Il est très difficile de connaître la composition exacte des boues puisqu'elle varie d'une station à une autre.

Les boues résiduaire sont globalement constituées d'une fraction minérale, tels que les éléments traces métalliques et les éléments fertilisants, et d'une fraction organique qui englobent les composés traces organiques réfractaires (non biodégradable) et les microorganismes (Gupta et Thakur, 2015 ; Gondek, 2009 ; Romdhana et al., 2009 ; Iddou et Ouali, 2008 ; Fuentes et al., 2004 (a) ; Ben Rebah et al., 2002 et Gantzer et al., 2001).

I.5.1. Composition globale de la fraction organique

La fraction organique englobe la matière organique réfractaire (non biodégradable) et les microorganismes dont des agents pathogènes (Gantzer et al., 2001 ; Gondek, 2009).

I.5.1.1. Microorganismes

Les microorganismes se trouvent en grand nombre dans les boues résiduaires urbaines issues du traitement biologique. Ils renferment les corps microbiens épurateurs et les germes pathogènes (bactéries, parasites, champignons, virus) qui proviennent en majorités des excréments humains ou animaux (Sahlström et al., 2004) et qui se retrouvent dans les eaux usées de départ.

I.5.1.2. Matière organique

La matière organique prépondérante dans les boues activées (Tableau I.1), est constituée généralement de polymères (cellulose, lignine), de polysaccharides, d'acides aminés, de protéines, d'acides humiques et de lipides (Yang et al., 2016 ; Yin et al., 2015 ; El Fels et al., 2014 ; Amir et al., 2010). La matière organique peut également contenir des composés aliphatiques mais aromatiques monocycliques ou polycycliques. Peu solubles dans l'eau à cause de leurs poids moléculaires élevés, ils sont présents en faibles quantités mais sont potentiellement toxiques et persistent dans l'environnement. Ils sont appelés « composés traces organiques » tels que les détergents, les pesticides, les hydrocarbures aromatiques polycycliques, issus de la combustion des carburants et peuvent être apportés aux STEPs par lessivage des routes (eaux de pluies) ainsi que les polychlorobiphényles présents dans les peintures. Certains hydrocarbures aromatiques polycycliques peuvent être biodégradables (Bougrier, 2005). Cependant les polychlorobiphényles, les insecticides ainsi que certains pesticides (organochlorés) ont une dégradation très limitée voire nulle. Les détergents, quant à eux, de par leur forte utilisation, peuvent être présents dans les boues résiduaires à des concentrations élevées.

Malgré la faible teneur des composés traces organiques dans les boues, il existe un risque accru de contamination par accumulation de ces substances toxiques dans les sols épandues par ces boues d'une manière répétitive.

Tableau I.1 : Teneurs en matière organiques des boues résiduaires urbaines de plusieurs STEPs.

Références	Pays	Teneur en matières organiques (%)
Zhen et al., 2012	Chine	45,67
Gondek et al., 2011	Pologne	50,1
Zorpas et al., 2011	Chypre	50
Dusza et al., 2009	Pologne	40-59,7
Gondek, 2009	Pologne	55,2
Iddou et Ouali, 2008	Algérie	73,6
Rodriguez et al., 2008	Argentine	49-52
Wang et al., 2008	Chine	65,36
Scott et al., 2006	Royaume-Uni	58,4
Jordan et al., 2005	Espagne	54,13-56,2
Fuentes et al., 2004 (b)	Espagne	64-65
Menéndez et al., 2004	Espagne	54,7-62,3

I.5.2. Composition globale de la fraction minérale

La fraction minérale contenue dans les boues résiduaires urbaines est généralement et essentiellement composée d'oxydes, d'éléments fertilisants ainsi que d'éléments traces métalliques.

I.5.2.1. Oxydes

La fraction minérale des boues résiduaires urbaines contient différents oxydes, essentiellement SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO et P₂O₅, et dont les teneurs dépendent des conditions d'obtention de ces boues. Le Tableau I.2 présente les teneurs en oxydes dans diverses boues résiduaires urbaines exprimées en pourcentage de matière sèche (MS).

Tableau I.2 : Teneurs en oxydes dans les boues résiduaires urbaines (en % de MS).

Oxydes	Karef et al., 2013 (Algérie)	Zhen et al., 2012 (Chine)	Latosinska et Zygadlo, 2011 (Pologne)	Tsadila et al., 2009 (Grèce)	Wang et al., 2008 (Chine)	Jordan et al., 2005 (Espagne)	Menéndez et al., 2004 (Espagne)
SiO ₂	-	46,4	11,1	-	24,37	9,53-17,09	6,4-18,9
Al ₂ O ₃	-	10,3	2,28	-	7,95	5,37-8,8	3,05-4,71
Fe ₂ O ₃	-	5,66	6,1	-	6,09	4,26-16,7	1,75-8,1
CaO	-	7,85	8,1	-	10,69	26,24-42,46	5,29-21,1
MgO	-	3,97	1,08	-	10,68	1,66-2,55	1,15-1,49
Na ₂ O	-	1,76	0,25	-	0,34	0,35-1,23	0,21-0,42
K ₂ O	0,19	3,19	0,42	-	5,33	0,99-1,65	0,05-0,97
TiO ₂	-	0,79	0,3	-	0,73	0,88-1,25	0,16-0,36
MnO	-	-	0,04	-	0,11	0,03	0,04-0,07
P ₂ O ₅	0,33	-	8,47	-	32,98	13,39-28,23	-
SO ₃	-	-	2,14	-	0,22	3,31-13,34	-
CaCO ₃	-	-	-	8,61	-	7,86 - 20,25	-

I.5.2.2. Minéraux fertilisants

Les boues résiduaires urbaines contiennent également des éléments minéraux fertilisants tels que l'azote, le phosphore, le potassium, le calcium et le soufre essentiels pour la croissance des végétaux et qui peuvent combler une partie ou l'intégralité de leurs besoins.

I.5.2.3. Éléments traces métalliques

Les éléments traces métalliques sont des micropolluants inorganiques présents dans les boues sous formes de traces. Ils proviennent des eaux usées et dont la nocivité n'apparaît qu'à partir d'une certaine concentration. Ils ne subissent pas de dégradation et se retrouvent dans la phase particulaire : seulement 1 à 4% des métaux sont sous forme soluble (Bougrier, 2005). Le contenu des boues en métaux est directement lié aux quantités présentes dans les eaux usées. Les risques des métaux lourds pour la santé sont aujourd'hui bien connus. C'est pourquoi les teneurs admises sont précisées par des textes réglementaires (abordés plus loin). De ce fait il est impératif de mesurer et de contrôler leurs concentrations aussi bien dans les eaux épurées que dans les boues résiduaires.

Les micropolluants métalliques dans les eaux usées ont différentes origines (Gagnon et Saulnier, 2003 ; Karvelas et al., 2003 ; Sörme et Lagerkvist, 2002) et peuvent être acheminées par les eaux usées urbaines ainsi que par les eaux pluviales :

- Les eaux usées urbaines peuvent contenir des effluents domestiques (fèces, urines, produits cosmétiques, produits médicaux, produits de nettoyage), des effluents de garages, de lavage des voitures, de restaurants, de soins dentaires, etc.
- Les eaux pluviales peuvent acheminer les retombées atmosphériques, les émissions liées au trafic routier (échappement, garnitures de freins, pneus, fuite d'huile, essence, etc.).
- Les matériaux de construction et les dépôts des tuyauteries peuvent être acheminés aussi bien par les eaux usées urbaines que par les eaux pluviales.

Beaucoup de métaux comme le cadmium, le chrome, le cuivre, le fer, le plomb, le manganèse, le mercure, le nickel et le zinc sont présents naturellement à l'état de traces dans les eaux du robinet c'est pourquoi ils peuvent également se trouver dans les boues résiduaires. Le cuivre, le zinc, le fer, le cobalt, le manganèse et le molybdène proviennent de la consommation alimentaire humaine (Gagnon et Saulnier, 2003). Selon Sörme et Lagerkvist, (2002) la plus grande source de Cu est l'eau du robinet et les eaux qui ruissellent sur les toitures alors que la présence de Zn est due aux matériaux galvanisés et aux eaux de lavage des voitures. Ces dernières peuvent également contribuer à la présence du Pb, du Cr et du Cd dans les eaux usées.

Selon Durand (2003) d'autres facteurs peuvent également influencer les concentrations en métaux lourds telles que la topographie et la direction du vent.

Le Tableau I.3 présente les concentrations, exprimées en mg/kg de matière sèche (MS), des principaux métaux lourds mesurées dans diverses boues résiduaires urbaines.

Tableau I.3 : Concentrations en métaux lourds dans les boues résiduaires urbaines de plusieurs STEPs (en mg/kg de MS).

Références	Pays	Cd	Co	Cu	Cr	Pb	Zn	Ni
Karef et al., 2013	Algérie	0,57	-	41,96	10,96	-	217	12,13
Masto et al., 2012	Inde	0,98	6,35	0,73	3,14	-	4,08	-
Gondek et al., 2011	Pologne	2,07	-	125	37,09	29,53	2034	20,27
Tsadila et al., 2009	Grèce	4,1	-	100,9	102,3	117,3	137,4	77,1
Rigueiro-Rodriguez et al., 2008	Espagne	1,35-4,5	5,4-6,6	280-341	28,8-35,2	210-250	230-290	36-44
Wang et al., 2008	Chine	3,4	-	84,56	16	1079,6	400,8	13,32
Malliou et al., 2007	Grèce	-	-	460	470	1090	2400	230
Moreno-caselles et al., 2006	Espagne	4,9	-	105	10	111	480	7
Fuentes et al., 2004 (b)	Espagne	1,10	-	204	38	58	487	17
Azni et Katayon, 2002	Malaisie	1,06	1,25	113,7	131,1	235,4	1330	116,6
Ben Rebah et al., 2002	Canada	2,082	-	378,18	85,88	63,4	395,73	29,96
Tamoutsidis et al., 2002	Grèce	-	0,636	21	-	38,7	305	-
Hsiaou et Lo, 1997	Taiwan	-	-	202	89,9	152,4	1089	-

I.6. Filières d'élimination des boues résiduaires urbaines

Les principales voies d'élimination ou de gestion des boues résiduaires existantes, à l'heure actuelle, sont la mise en décharge, l'épandage agricole et l'incinération.

I.6.1. Mise en décharge

C'est une mise en décharge contrôlée qui tend à se restreindre et n'être tolérée que pour les déchets ultimes, dont des boues à concentrations élevées en contaminants, qui ne peuvent être valorisés. Cette mise en décharge contrôlée consiste en un enfouissement de ces boues, le plus souvent mélangées avec des ordures ménagères, suivi de la récupération et du traitement des lixiviats. Cette solution perd progressivement de son intérêt pour des raisons financières et des problèmes environnementaux tels que l'émanation d'odeurs nauséabondes ainsi que l'entraînement d'éléments minéraux et organiques toxiques par les eaux superficielles et la contamination des nappes phréatiques (Martinen et al., 2003 ; Looser et al., 1999).

I.6.2. Épandage agricole

L'épandage agricole des boues résiduaires urbaines est une pratique courante régie par des normes et une réglementation sans cesse renouvelée. En effet les boues présentent un intérêt agronomique pouvant couvrir une partie ou la totalité des besoins des cultures en apportant des éléments fertilisants au sol (oligo-éléments, minéraux et matières organiques) et permettant ainsi de réduire l'utilisation d'engrais coûteux.

Cette filière est cependant confrontée à des contraintes. La réglementation stricte quant à l'application des boues sur les sols agricoles, exige qu'elles soient un produit de qualité afin d'apporter des garanties sanitaires maximales aux usagers et aux consommateurs. Ceci génère d'autres obstacles économiques et techniques supplémentaires telles que la disponibilité d'aires de stockage importantes et la garantie du transport. De plus les boues domestiques, une fois épandues, sont soumises à une grande variété de processus physiques, chimiques et biologiques. Ce qui peut provoquer la volatilisation ou l'acheminement à travers le sol vers les eaux souterraines des polluants contenus dans ces boues.

Sur le plan sociologique les boues d'épuration sont de plus en plus controversées et souffrent du climat de méfiance spécialement vis-à-vis des produits agroalimentaires.

I.6.3. Incinération

L'incinération est une oxydation thermique complète de la matière organique qui consiste à brûler dans une chambre (incinérateur) à haute température (plus de 500°C) des boues avec un apport suffisant d'oxygène. Il en résulte de la fumée qui se dégage et de la matière minérale résiduelle restante nommée « cendre » ou « résidu ».

Bien que l'incinération reste un investissement coûteux, ce procédé présente de nombreux avantages. Elle permet non seulement d'écarter les boues de la chaîne alimentaire mais aussi de réduire leur volume et de réutiliser aussi bien les vapeurs dégagées que les résidus résultants. Compte tenu de l'interdiction de la mise en décharge qui commence à se propager dans plusieurs pays dans le monde et de l'épandage agricole qui laisse perplexe, il semble que l'incinération est la voie de transformation et de recyclage la plus attrayante à moyen et à long terme.

I.7. Situation du traitement des eaux usées en Algérie et production de boues

Dans une optique de protection des ressources hydriques et du littoral par une législation de plus en plus ambitieuse, quant à la qualité des eaux usées déversées dans le milieu naturel, l'Algérie compte actuellement 154 unités de traitement (Tableau I.4) implantées sur le territoire national. L'ensemble de ces installations traite annuellement environ 900 millions de mètre cube d'eaux usées et produit plus de 400 000 tonnes de matière sèche de boues. Cette production est appelée à augmenter avec les futurs projets de mise en place de nouvelles installations de traitement des eaux usées. C'est pourquoi le recyclage des boues, longtemps considéré comme un aspect secondaire du traitement des eaux usées, révèle maintenant toute son importance et doit être pris en considération.

Tableau 1.4 : Stations d'épuration en Algérie*.

Stations d'épuration	Nombre
Boues activées	67
Lagunage naturel	59
Lagunage aéré	20
Filtre à sable	4
Filtre planté de roseaux	1
Jardin filtrant	1
Oxydation alternée	1
Réacteur séquentiel discontinu	1
Total	154

* : Ministère des Ressources en Eaux (2015).

I.8. Règlementation nationale et gestion des boues

Les boues produites par les unités de traitement des eaux usées en Algérie sont évacuées vers les destinations suivantes :

- Décharge publique.
- Centre d'enfouissement technique (CET).
- Aires de stockage.
- Agriculture et forêts.

A noter qu'aucun traitement des boues résiduaires par incinération n'a encore été effectué en Algérie.

La législation a toute son importance dans une politique de gestion des déchets dans une optique de développement durable et de préservation de l'environnement et de la santé de l'homme. A l'heure actuelle l'Algérie ne dispose pas de textes règlementaires concernant la gestion des boues résiduaires. Cependant une norme algérienne a été établie en 2010. C'est la norme NA 17671 relative aux boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines utilisées comme matières fertilisantes dont l'objectif est de fixer les dénominations et spécifications des boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines et les conditions de leur mise en œuvre ainsi que les restrictions de leur emploi en présence de métaux lourds. La norme NA 17671 fixe de ce fait des limites quant à la concentration maximale en éléments traces métalliques (Tableau I.5). Cependant cette norme n'aborde pas les teneurs limites admissibles en micropolluants organiques (composés traces organiques) qui sont également toxiques et peuvent s'accumuler dans le sol (partie I.5.1.2.).

La norme algérienne NA 17671 a été livrée aux unités de traitement, notamment à l'Office National d'Assainissement (ONA) qui est le gestionnaire de la plupart des stations d'épuration implantées sur le territoire national (120 STEP exploitées par l'ONA (Site officiel de l'ONA)), en janvier 2014.

Tableau I.5 : Teneurs en éléments traces métalliques pour les boues en Algérie selon la norme NA 17671.

Eléments traces métalliques	Teneurs (mg/kg de MS)*
Cd	20
Cr	1000
Cu	1000
Hg	10
Ni	200
Pb	800
Se	100
Zn	3000
Cr+Cu+Ni+Zn	4000

* : Aucune teneur des boues en l'un de ces éléments traces ne doit excéder le double de la teneur de référence correspondante, de même que pour la somme des teneurs en Cr, Cu, Ni et Zn.

I.9. Incinération des boues résiduaires

L'incinération qui consiste en un traitement thermique à haute température en présence d'un excès d'air présente de nombreux avantages (Sabbas et al., 2003) :

- Réductions considérables aussi bien massique que volumique des déchets. Ces réductions réduisent les frais de stockage, de transport et de manutention.
- Décomposition de la matière organique et destruction des contaminants organiques.
- Concentration des matières résiduelles (cendres), qui sont essentiellement minérales, et donc des contaminants inorganiques.
- Récupération de l'énergie à partir de la vapeur produite lors de la calcination (production d'électricité, chauffage des locaux de la STEP, séchage thermique des boues avant leur entrée dans le four et / ou préchauffage de l'air de combustion).

A cela s'ajoute :

- L'élimination de l'eau inhibant tout développement bactérien.
- L'hygiénisation des boues par la destruction des microorganismes pathogènes (exemple : 30 min à 70°C) (FD X 33-008).
- La stabilisation des boues par réduction de leur pouvoir fermentescible. Ce qui réduit les nuisances olfactives (mauvaises odeurs) lorsque la siccité est supérieure à 90% (Amadou, 2007).
- La possibilité de valorisation des cendres obtenues, selon leurs compositions, dans le domaine des travaux publics et de la construction.

Les boues déshydratées ont des teneurs en eau trop élevées pour que l'incinération soit réalisable directement. De ce fait il faut procéder au préchauffage de l'air de combustion, à l'ajout du combustible d'appoint (fuel, gaz, charbon, combustibles secondaires, biomasse) et/ou au séchage thermique partiel des boues (Chen, 2012).

Bien sûr les fumées émanées lors de la calcination des boues résiduaires chargées de polluants atmosphériques, tels que CO₂, NO_x et SO_x (Donatello et al., 2010), doivent être traitées avant leur rejet dans l'atmosphère. Ce point ne sera pas abordé dans ce travail.

I.9.1. Composition chimique globale des cendres de boues d'épuration

Les cendres issues de l'incinération des boues d'épuration sont principalement minérales composées d'oxydes et de métaux lourds. En revanche les teneurs en ces éléments diffèrent en fonction des compositions initiales des boues ainsi que des conditions d'incinération, principalement du temps et de la température de calcination (Tableau I.6 et Tableau I.7). De ce fait la composition des cendres peut varier significativement.

Tableau I.6 : Teneurs des principaux oxydes (en % de MS) dans les cendres de boues résiduelles.

Références	Wang et al., 2005	Merino et al., 2007	Bouزيد et al., 2008	Monzo et al., 1996	Chen et al., 2013	Cyr et al., 2007	Lin et al., 2008	Pan et al., 2003 (a)		Baeza-Brotons et al., 2014
Pays	Taiwan	Espagne	Tunis	Espagne	France	France	Taiwan	Taiwan		Espagne
Conditions d'incinération	900°C (3h)	850°C	600°C (2h)	-	-	850°C	800°C	700°C (3h)		800°C
SiO ₂	43,6	25,4	19,95	20,8	30,10	34,2	64,4	43,3	50,6	17,27
Al ₂ O ₃	16,6	7,64	9,02	14,9	26,30	12,6	23,1	13,2	12,8	9,64
Fe ₂ O ₃	10,4	20,00	2,07	7,4	5,63	4,7	1,31	12,6	7,12	-
CaO	5,61	21,05	20,98	31,3	7,35	20,6	8,6	1,05	1,93	30,24
MgO	1,40	1,63	2,47	2,6	4,30	1,9	1,1	0,13	1,48	3,22
Na ₂ O	0,82	0,48	0,92	-	2,53	1,0	-	0,67	0,32	0,94
K ₂ O	2,34	0,78	23,05	-	10,90	1,7	-	1,93	1,70	1,24
TiO ₂	-	0,29	-	-	0,71	0,9	-	-	-	-
MnO	-	0,03	-	-	-	0,06	-	-	-	-
P ₂ O ₅	12,1	14,20	-	6,7	11,80	14,8	-	17,4	1,67	14,25
SO ₃	0,24	-	9,00	12,4	0,13	2,8	-	1,99	2,38	8,95

Tableau I.7 : Concentrations en métaux lourds dans les cendres de boues résiduelles (en mg/kg de MS).

Références	Conditions d'incinération	Cd	Co	Cu	Cr	Pb	Zn	Ni
Bouزيد et al., 2008 (Tunis)	600°C (2h)	-	-	0,28	-	0,146	1,23	<LD
Lin et al., 2008 (Taiwan)	800°C	-	-	0,5	-	-	-	0,7
Cyr et al., 2007 (France)	850°C	14	669	2483	2636	720	7103	621
Pan et al., 2003 (a) (Taiwan)	700°C (3h)	-	-	508	127	175	2780	-
		-	-	1090	564	180	2620	719

LD : Limite de détection.

I.9.2. Voies de valorisation des cendres d'incinération des boues d'épuration

Les cendres issues de l'incinération des boues d'épuration présentent un caractère pouzzolanique (Davraz et Gunduz, 2005; Turanli et al, 2004). Ceci ouvre la possibilité de les valoriser dans les matériaux de construction à condition de connaître leurs compositions afin de les comparer aux matériaux de base utilisés. Le remplacement d'une partie de ces matériaux par les cendres de boues calcinées permet de déterminer le taux de substitution optimum d'obtention d'un matériau fini avec au moins les mêmes performances que celui non substitué.

De nombreux travaux antérieurs (Tableau I.8) ont été menés dans ce sens en incorporant les cendres de boues résiduelles en tant qu'additif ou comme substituant d'une des matières premières en fonction des propriétés intrinsèques des cendres. Ce qui constitue une solution innovante qui permet non seulement de préserver les ressources naturelles mais aussi de réduire les coûts de revient de ces matériaux de construction dont la demande ne cesse d'augmenter.

Tableau I.8 : Travaux antérieurs des différentes possibilités de valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction.

Références	Pays	Voies de valorisation des cendres de boues
Baeza-Brotons et al., 2014	Espagne	Substituants du sable dans le béton
Chen et al., 2013	France	Substituants du sable ou du ciment dans les mortiers
Lin et al., 2008	Taiwan	
Monzo et al., 2003	Espagne	
Monzo et al., 1999	Espagne	
Monzo et al., 1996	Espagne	
Li et al., 2013	Chine	Fabrication des produits céramiques
Merino et al., 2007	Espagne	
Chen et Lin, 2009	Taiwan	Fabrication des tuiles
Lin et al., 2005	Taiwan	
Chen et al., 2006	Taiwan	Fabrication de matériaux alvéolaires
Wang et al., 2005	Taiwan	
Cheeseman et Virdi, 2005	Royaume-Uni	Fabrication des granulats légers
Lin et Lin, 2005	Taiwan	Fabrication du ciment
Al-Sayed et al., 1995	Bahreïn	Fabrication des pavages asphaltiques (mélange de bitume et de granulats)

Dans cette thèse nous nous sommes intéressés de plus près à la valorisation des cendres de boues en tant que substituant du ciment dans les mortiers et dont seront abordés les travaux menés dans ce sens dans ce qui suit.

1.9.2.1. Les cendres de boues d'épuration dans les mortiers : Travaux antérieurs et leurs apports dans ce travail de thèse

Des travaux de recherche sur la valorisation des déchets, en l'occurrence des cendres de boues, dans les mortiers ont été menés afin d'étudier leur influence sur la qualité et sur les performances des produits obtenus. Ces cendres ont été incorporées dans le mortier en remplacement d'une partie du ciment. Le Tableau I.9 récapitule quelques-uns de ces travaux de recherche en mentionnant les pourcentages de substitution du ciment dans la formulation du mortier ainsi que les principaux résultats obtenus quant aux performances des mortiers substitués par rapport à ceux de référence (non substitués ou témoin).

Tableau I.9 : Substitution du ciment par les cendres de boues dans les mortiers.

Références	Pays	Taux de substitution	Résultats
Chen et al., 2013	France	10%, 20%, 25% et 30%	- Diminution des résistances à la compression (R_c) et à la flexion (R_f). -10% est la substitution optimale qui néanmoins diminue les résistances mécaniques de moins de 25%
Garces et al., 2008	Espagne	10%, 20% et 30%	-La substitution de 10% donne un mortier ayant les propriétés mécaniques en adéquation avec la norme 197-1 même si ses résistances mécaniques sont inférieures à celles du mortier témoin
Cyr et al., 2007	France	25% et 50%	-Diminution des R_c et des R_f
Coutand et al., 2006	France	25%	-Diminution de la R_c de 10% (avec superplastifiant)
Pan et al., 2003 (b)	Taiwan	20%	-Diminution de la R_c
Monzo et al., 1999	Espagne	15% et 30%	-Augmentation de la R_c -Diminution de la R_f au jeune âge du mortier mais qui s'inverse au bout de 28 jours de cure. (avec superplastifiant)
Monzo et al., 1996	Espagne	15 %	-Augmentation des résistances R_f et R_c (avec superplastifiant)

La plupart des résultats résumés sur le Tableau I.9 s'accordent sur la faisabilité de cette valorisation. Toutefois il en ressort que de forts taux de substitution peuvent influencer négativement sur les principaux paramètres tels que la résistance à la compression et à la flexion. En revanche, pour des taux de remplacement réduits les performances sont au moins conservées.

En conclusion il est à retenir que la substitution du ciment dans les mortiers par des cendres de boues est relativement faisable et que la bonne qualité des matériaux obtenus demande le respect du taux de substitution qui dépend grandement de la composition de ces cendres. Cette dernière varie en fonction de la nature des boues de départ ainsi que des conditions de leur traitement pour l'obtention des cendres.

Il est à noter que les travaux de recherche antérieurs précédemment résumés sur le Tableau I.9 ont contribué à orienter cette thèse en termes de valorisation des cendres de boues en tant

que substituant du ciment dans les mortiers, aux choix des taux de substitution ainsi qu'à la compréhension des résultats obtenus.

I.9.2.2. Choix de l'orientation du travail de recherche

Choisir de mener ce travail sur un mortier est uniquement un choix pratique. Il permet d'obtenir une première approximation sur l'influence du taux de substitution d'une partie du ciment par les cendres, issues de la calcination des boues d'épuration, sur la qualité du produit fini en termes de résistances. Il constitue de ce fait une première approche du comportement des bétons, grand matériau des constructions modernes. Introduire un déchet dans les bétons ouvre une multitude de voies de valorisation et de leurs usages.

Ce choix est donc justifié par la taille réduite des gâchées et des éprouvettes qui ne nécessitent pas un apport considérable de cendres sachant que les moyens de traitement des boues disponibles ne permettraient pas d'en obtenir de grandes quantités. De plus, l'utilisation d'un même lot de boues et donc d'un même lot de cendres permet une meilleure interprétation des résultats obtenus.

Avant de présenter la problématique de ce travail de recherche, il est important d'établir d'abord un rappel sur les matériaux cimentaires

I.10. Généralités sur les matériaux cimentaires

I.10.1. Définitions du ciment, de la pâte de ciment, du mortier et du béton

Le « ciment » est une matière minérale finement broyée qui constitue un ingrédient de base dans la formulation du béton. C'est un liant hydraulique composé de calcaire et d'argile. Lorsqu'il est mélangé avec de l'eau, le ciment forme une pâte qui fait prise et durcit. Cette pâte conserve sa résistance et sa stabilité même sous l'eau.

La « pâte de ciment » est un mélange de ciment et d'eau. L'introduction du sable dans la formulation de la pâte de ciment permet d'obtenir un « mortier ». En incorporant des gravillons au mortier, il se forme un « béton ». De ce fait, le terme « pâte de ciment » est utilisé pour désigner à la fois la pâte de ciment pure durcie et le composant dans les mortiers et les bétons (Vu, 2009).

I.10.2. Ciment portland

Le ciment portland (CPA) est constitué de clinker Portland et de gypse co-broyés. Lorsque des additions minérales lui sont ajoutés tels que les cendres volantes, le laitier de haut fourneau, la fumée de silice, le schiste et les pouzzolanes naturelles, il devient un ciment portland composé (CPJ).

Le clinker est obtenu par cuisson dans un four à haute température (autour de 1450°C) d'un mélange d'argile et de calcaire fixé contenant des proportions visées d'oxydes de calcium (CaO), de silicium (SiO₂), d'aluminium (Al₂O₃) et de fer (Fe₂O₃) (NF EN 197-1). Ses principaux constituants, accompagnés de leurs notations cimentaires, sont comme suit (Bertron, 2004) :

- le silicate tricalcique (ou alite) : 3CaO.SiO₂ (C3S) : de 50% à 70 % ;
- le silicate bicalcique (ou belite) : 2CaO.SiO₂ (C2S) : de 15% à 30 % ;
- l'aluminate tricalcique : 3CaO.Al₂O₃ (C3A) : de 5 à 15 % ;
- l'aluminoferrite tétracalcique : 4CaO.Al₂O₃.Fe₂O₃ (C4AF) : de 5% à 10 %.

I.10.3. Types de ciment et classifications

I.10.3.1. Classification par composition

La norme européenne NF EN 197-1 définit cinq classes de ciments courants selon leurs composition selon le Tableau I.10 suivant :

Tableau I.10 : Composition des ciments.

Types de ciment	Clinker (%)	Autres constituants principaux (%)	Constituants secondaires (%)
CEM I ciment portland	95 à 100	0	0 à 5
CEM II ciment portland composé	65 à 95	6 à 35 : laitier de haut fourneau ; fumée de silice ; pouzzolanes naturelle ou naturelle calcinée ; cendres volantes siliceuse ou calcique ; schiste calciné ; calcaire	0 à 5
CEM III Ciment de haut fourneau	5 à 64	36 à 95 : laitier	0 à 5
CEM IV Ciment pouzzolanique	45 à 89	11 à 55 : fumée de silice ; pouzzolanes naturelle ou naturelle calcinée ; cendres volantes siliceuse ou calcique	0 à 5
CEM V Ciment composé	20 à 64	26 à 80 : laitier de haut fourneau ; pouzzolanes naturelle ou naturelle calcinée ; cendre volante siliceuse	0 à 5

I.10.3.2. Classification par résistances à la compression

L'exigence mécanique de la norme NF EN 196-1 permet également de regrouper les ciments en trois (03) catégories selon leurs classes de résistance à la compression exprimées en mégapascal (MPa) : 32,5 / 42,5 / 52,5.

Les résistances à la compression des ciments sont mesurées par confection d'éprouvettes de mortier normalisé de dimensions 4 x 4 x 16 cm. Les essais sont effectués à 28 jours d'âge et le résultat obtenu est significatif de la résistance du ciment considéré.

La résistance à la compression s'explique par la réaction d'hydratation du ciment Portland. La réaction du C2S et du C3S avec l'eau conduit à la formation d'hydrates dont les principaux sont les cristaux de C-S-H ($\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$), qui sont en majeure partie responsables du durcissement de la pâte de ciment, permettant à cette dernière de participer à la résistance du béton (Boukli Hacene, 2009).

I.11. Station d'épuration de Boumerdès et problématique

I.11.1. Présentation du milieu d'étude

La station d'épuration (STEP) de Boumerdès (Figure I.9), en Algérie, se situe à la limite sud de la commune de Boumerdès dans un bas fond sur la rive gauche de l'oued Tatareg sur le chemin reliant la commune de Boumerdès à celle de Corso. Elle s'étend sur une superficie de 34966,15 m² avec une capacité de traitement des eaux usées de 15000 m³/jour (ONA, 2012). Elle a été mise en service en 2001 et fait partie de l'unité d'assainissement de Boumerdès qui compte trois (03) STEPs : Boumerdès, Thénia et Zemmouri.

La mise en place de ce système de management environnemental relatif à l'assainissement a pour objectif la protection du milieu récepteur soit la mer méditerranée. En effet, la STEP de Boumerdès est en charge de traiter les eaux usées de la ville de Boumerdès et de ses deux communes limitrophes, en l'occurrence Corso et Tidjelabine. Les eaux usées urbaines, arrivant à cette station via un réseau d'assainissement unitaire, sont traitées biologiquement par boues activées à faible charge selon le schéma présenté sur la Figure I.10.

La STEP de Boumerdès est exploitée par l'Office National de l'Assainissement (l'ONA) depuis 2005. A noter que l'ONA a été créé en avril 2001 sous la tutelle du Ministère des Ressources en Eau, qui est une entreprise publique nationale à caractère industrielle et

commercial, dont les principales missions sont : la gestion, l'exploitation et la maintenance des infrastructures d'épuration. L'ONA a mis en place des unités de traitement des eaux usées au niveau du territoire national en vue de préserver l'environnement et dans une optique d'exploitation des eaux épurées notamment dans l'irrigation.



Figure I.9 : Situation géographique de la STEP de Boumerdès (ONA, 2012).

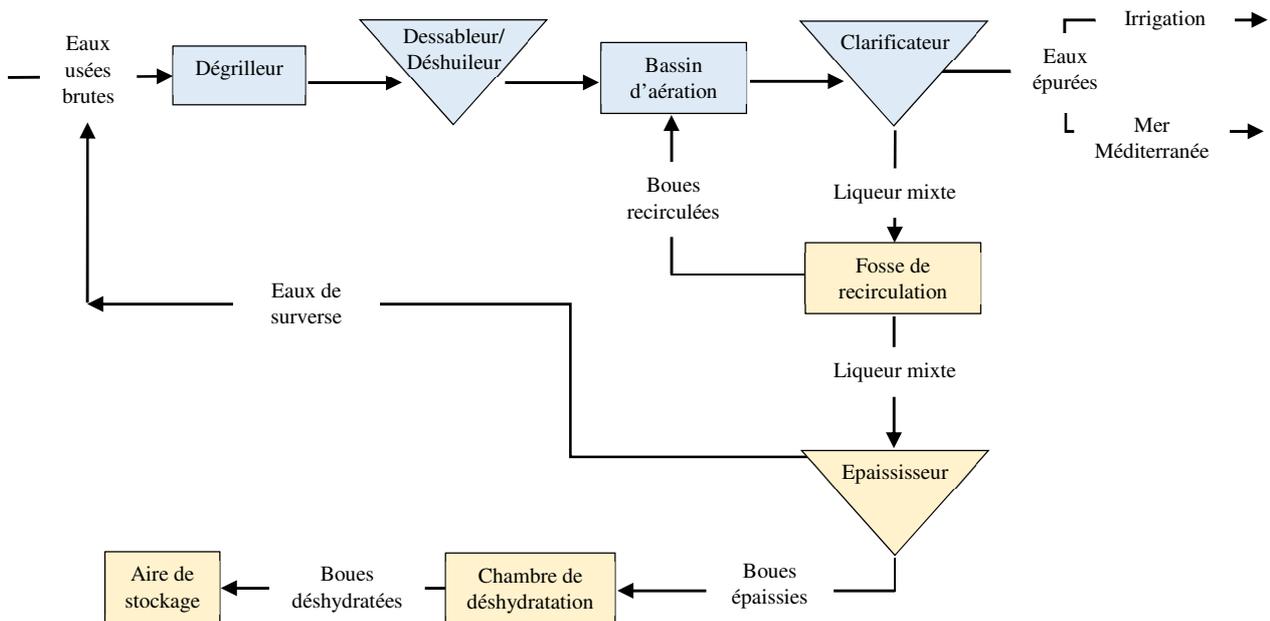


Figure 1.10 : Schéma du processus de traitement des eaux usées dans la STEP de Boumerdès.

I.11.2. Problématique

Les eaux usées entrant dans les systèmes de collectes domestiques sont principalement des eaux sanitaires mais également des eaux de lavage des routes, des aires de stationnement, ainsi que

toutes les eaux usées déversées intentionnellement ou accidentellement dans les égouts (Jardé, 2002). Par conséquent des composés d'origines très variées s'accumulent dans les boues et l'analyse physique et chimique la plus large possible apparaît comme le meilleur moyen pour connaître leur composition.

Les boues déshydratées évacuées par la STEP de Boumerdès étaient transportées vers les décharges les plus proches de cette dernière, qui sont des décharges sauvages à ciel ouvert. Ceci était confronté à un rejet social par les habitants. Mais aussi, le fait que ces décharges se trouvent à proximité des cours d'Oueds constitue une menace pour l'environnement par risque d'infiltration des contaminants contenus dans les boues et leur acheminement vers la mer.

Au début de l'année 2014 de nouvelles dispositions ont été mises en place suite à l'ouverture du centre d'enfouissement technique (CET) des ordures ménagères au niveau de la Wilaya qui se trouve à Corso et l'interdiction de la mise en décharge des boues. De ce fait l'unité de Boumerdès a aménagé des aires de stockage qui ne constitue pas une solution sur le long terme.

Compte tenu des problèmes susmentionnés des questions doivent être posées :

- Que peut-on faire de ces boues ?
- Ne serait-il pas plus intéressant de les valoriser ?

Le problème des boues constitue une phase de lutte contre la pollution. C'est pourquoi le choix du schéma de traitement, qui dépend principalement de leur composition, doit être effectué dans des conditions économiques et surtout écologiques adéquates.

Sachant que la composition des boues peut varier d'une STEP à une autre en fonction de plusieurs paramètres abordés précédemment, il s'avère primordial de caractériser les boues de la STEP de Boumerdès sur une longue période en vue de déterminer leurs propriétés intrinsèques et en mettant l'accent sur un paramètre supplémentaire qui peut faire varier la composition aussi bien physique que chimique des boues : le climat.

Par la suite le séchage des boues va se positionner comme une étape intermédiaire dans la filière du traitement avant leur valorisation. Il va assurer une élimination plus ou moins poussée de l'humidité. Ce qui permettra de stabiliser ces boues, de limiter les nuisances olfactives et de réduire leur volume. Il facilitera de plus leur manutention et diminuera les frais de transport. Aussi, le séchage des boues constitue, après déshydratation mécanique, une étape de préparation pour l'incinération en vue d'une valorisation adéquate.

I.12. Conclusion

La synthèse bibliographique montre que les boues d'épuration sont considérées comme des déchets à cause de leurs teneurs en polluants et qu'un grand nombre d'études présentent des développements analytiques visant à réutiliser les boues d'épuration dans différents domaines. Elle montre également que la mise en décharge et la valorisation agricole ne constituent pas des alternatives à long terme parce qu'elles peuvent poser des problèmes environnementaux et générer des inquiétudes sur les risques potentiels en matière de santé contrairement à la calcination permet non seulement de récupérer l'énergie générée par le processus mais aussi de valoriser les cendres.

En effet la valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction suscite l'intérêt de plusieurs chercheurs. Peu de données sont en revanche disponibles sur la variabilité de la composition des boues selon les changements climatiques ainsi que sur la température de traitement thermique adéquate pour une valorisation dans les matériaux de construction en l'occurrence dans les bétons. Ajouté à cela le manque de travaux consacrés aux boues des STEP Algériennes.

C'est pourquoi le choix de la présente thèse s'est porté sur des boues locales et s'oriente vers une optique de développement durable sur le long terme et dont les objectifs poursuivis sont:

1. La caractérisation physique et chimique saisonnière des boues de la STEP de Boumerdès sur une année afin d'étudier l'influence du climat selon la saison sur la stabilité de leur composition.

2. La calcination des boues préalablement séchées à différentes températures et leurs caractérisations en vue d'étudier l'évolution de la composition des cendres obtenues en fonction des températures et de déterminer ainsi la ou les températures optimales dans un contexte de valorisation dans les matériaux de construction.

3. La valorisation des boues calcinées, à la température optimale trouvées, comme substituant d'une partie du ciment dans la formulation du mortier. Le but est d'étudier l'influence du taux de remplacement du ciment par les cendres sur les résistances mécaniques et d'obtenir une première approche du comportement des bétons substitués.

Chapitre II :

Matériels et méthodes

II.1. Introduction

Dans le cadre d'une démarche d'investigation il s'avère primordial de caractériser, préalablement, les boues étudiées de la façon la plus large possible par la détermination de leurs propriétés intrinsèques et ce durant une longue période. L'objectif est d'évaluer la stabilité de leurs compositions et d'avoir une meilleure connaissance du matériau pour envisager un traitement adéquat. Aussi le traitement de ces boues ainsi que leurs caractérisations approfondies permet d'identifier une voie de valorisation adaptée et de procéder à son application.

De ce fait, ce chapitre décrit dans un premier temps les échantillons de boues, la procédure d'échantillonnage et de traitement et présente les différents protocoles et techniques expérimentales utilisés. Dans un second temps, il présente l'application choisie, notamment les matériaux utilisés, le mode de formulation et de confection des éprouvettes ainsi que les différents essais réalisés.

II.2. Echantillonnage

Les boues étudiées dans cette thèse proviennent de la STEP des eaux usées urbaines qui se situe au niveau de la ville de Boumerdès. Il s'agit d'une station de traitement par boues activées faible charge.

Les prélèvements ont été effectués manuellement dans des boîtes en plastique pour la caractérisation et dans des sacs en plastique pour la valorisation. Les boues déshydratées sont recueillies à la sortie de la bande presseuse. Six (06) campagnes d'échantillonnage ont été respectivement établies : quatre saisonnières durant l'année 2013 (hiver : février, printemps : avril, été : juillet, automne : octobre), une durant le mois de février 2014 et une en décembre 2015. Les boues fraîchement échantillonnées sont conservées à une température comprise entre 2°C et 5°C à l'abri de la lumière. L'échantillonnage et la conservation des échantillons composites de boues ont été réalisés selon les normes internationales ISO 5667-13 et ISO 5667-15, respectivement.

II.3. Préparation des échantillons aux analyses

Les échantillons composites de boues collectés ont une texture pâteuse. Ils sont séchés dans une étuve pendant 24 heures à 105°C puis broyés dans un broyeur à disques pour la première partie expérimentale et dans un broyeur à boulet pour la seconde et la troisième partie du travail.

La première partie du travail expérimental consiste à caractériser les boues issues des quatre saisons de l'année 2013. Certains paramètres sont étudiés sur les boues fraîches puis sur les boues séchées et d'autres analyses sont effectuées uniquement sur les boues séchées.

Dans la seconde partie de cette thèse les boues prélevées en 2014, préalablement séchées et broyées, vont subir des traitements thermiques (calcination) à différentes températures en atmosphère oxydante (i.e. combustion). Les échantillons traités seront caractérisés et comparés avec les boues séchées non traitées afin de suivre et de mieux comprendre les différents changements et transformations observés pendant le processus de combustion. La combustion est réalisée au laboratoire dans un four à moufle programmable dans des creusets en céramique. Les boues sont calcinées à différents paliers de températures : 550, 600, 650, 700, 750, 800, 850, 900, 950 et 1000°C. La vitesse de montée en température à la température désirée est de 10°C/min. La durée de chaque palier est de 3 heures pour une calcination complète des échantillons. Ce temps a été choisi après avoir effectué plusieurs essais au laboratoire. Les boues calcinées à différentes températures seront notées, respectivement, de B550 à B1000.

L'objectif de la calcination à différentes températures est de déterminer la ou les températures optimales pour une valorisation adéquate des cendres obtenues dans les matériaux cimentaires.

Les boues prélevées en 2015 destinées à la valorisation, faisant l'objet de la troisième partie du travail expérimental, sont séchées, broyées puis calcinées à la température optimale choisie grâce à l'étude précédente.

II.4. Techniques expérimentales : analyses physicochimiques

II.4.1. Caractérisation physique

II.4.1.1. Teneur en matière sèche (MS) et en eau

La teneur en matière sèche et en eau dans les boues, prélevées à la sortie de la bande presseuse, est obtenue par séchage d'un échantillon dans une étuve à 105°C jusqu'à stabilisation du poids selon la norme NF EN 12880. Cette procédure permet d'une part de quantifier la teneur en eau libre dans l'échantillon et d'autre part d'exprimer les résultats en fonction de la masse sèche.

L'expérience consiste à introduire dans un creuset, préalablement séché et pesé, une masse connue de boues déshydratées (boues brutes). L'ensemble (creuset + boues) est séché dans une étuve à 105°C ± 5°C jusqu'à obtention d'une masse constante. Connaissant la masse initiale et la masse finale après perte d'eau, la teneur en matière sèche est calculée :

$$MS (\%) = \left(\frac{m_s - m_v}{m_r - m_v} \right) \times 100$$

Où : m_v est la masse du creuset vide (en g) ;

m_r et m_s sont les masses respectives du creuset rempli de boues avant et après séchage (en g).

L'expérience a été faite sur 3 échantillons en parallèle.

II.4.1.2. Analyse granulométrique

Elle permet de déterminer la répartition granulométrique en volume et la distribution par taille des particules de l'échantillon étudié. Les différentes familles granulométriques (sable, limon, argile) sont ainsi identifiées et permettent de définir la texture de l'échantillon.

L'analyse a été réalisée par voie sèche (directement sur la poudre) à l'aide d'un granulomètre à diffraction de rayon laser de marque MASTERSIZER 2000 (MALVERN Instruments) dont la plage de mesure est comprise entre 0,02 et 2000 µm. Cette technique est fondée sur la diffraction d'un faisceau laser. Toutes les particules éclairées par un faisceau de lumière monochromatique diffractent la lumière dans toutes les directions. La répartition d'intensité des rayonnements diffractés et l'angle de diffraction dépendent de la taille des particules. Il se forme ainsi des franges de diffraction dont l'analyse permet de déterminer les dimensions des particules.

Différents paramètres sont obtenus grâce au logiciel de traitement des données du granulomètre laser notamment les indices D10, D50 et D90 correspondant aux diamètres des particules à 10%, 50% et 90% de la répartition, respectivement.

II.4.1.3. Masse volumique apparente (ρ_a), masse volumique réelle (ρ_r) et porosité (ϵ)

La masse volumique apparente d'un échantillon correspond à la masse volumique d'un volume de matériau pris en tas y compris tous les vides.

La masse volumique apparente est calculée selon la norme NF ISO 11272 par la mesure de la masse de l'échantillon sec contenu dans une éprouvette de 500 ml. Les valeurs sont obtenues par la relation suivante :

$$\rho_a = \frac{m_r - m_0}{V}$$

Tel que : m_0 est la masse de l'éprouvette (en g) ;

m_r est la masse m_0 à laquelle s'ajoute celle de l'échantillon mis en place (introduit dans l'éprouvette) sans tassement (en g) et V est le volume de l'éprouvette (en cm^3).

La masse volumique réelle est le rapport de la masse par le volume occupé par le solide. Sa détermination se fait à l'aide un pycnomètre à eau conformément à la norme NF ISO 11508. Le principe de mesure repose sur la détermination de la différence de masse entre le volume de l'échantillon sec étudié et celui d'un fluide inerte (l'eau) dans lequel il est immergé.

Un échantillon sec de masse comprise entre 10 g et 25 g est pesé et introduit dans un pycnomètre à demi plein d'eau. Le remplissage est complété avec de l'eau distillée et le pycnomètre est pesé. Enfin le pycnomètre est vidé, rempli seulement d'eau distillée puis pesé. La masse volumique réelle est exprimée par l'équation suivante :

$$\rho_r = \frac{m_{\text{éch}} \times \rho_e}{m_{\text{éch}} + m_2 - m_1}$$

Où : $m_{\text{éch}}$ est la masse de l'échantillon sec (en g) ;

m_1 est la masse du pycnomètre contenant l'échantillon et l'eau distillée (en g) ;

m_2 est la masse du pycnomètre rempli d'eau uniquement ;

ρ_e est la masse volumique de l'eau (en g/cm^3).

La détermination des densités apparente et réelle permettent de déduire la porosité ε (en %) des échantillons étudiés selon l'équation (Chen et al., 2013; Gras ; 1994) :

$$\varepsilon (\%) = \left(\frac{V_p}{V_{\text{éch}}} \right) \times 100 = \left(1 - \frac{\rho_a}{\rho_r} \right) \times 100$$

Avec : V_p est le volume des pores ;

$V_{\text{éch}}$ est le volume de l'échantillon.

Les expériences effectuées pour la détermination des masses volumiques absolue et réelle sont répétées trois fois pour chaque échantillon et les valeurs moyennes sont ainsi déduites.

II.4.1.4. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Cette technique constitue une analyse qualitative permettant de visualiser la morphologie, la microstructure et la forme des grains constituant le matériau analysé. Le principe de la microscopie électronique à balayage consiste à effectuer un balayage sur une aire réglable de l'échantillon par un faisceau d'électron permettant de l'explorer point par point. Différents rayonnements sont émis suite à cela dont les électrons secondaires à partir de la détection desquels une image est construite.

L'appareil utilisé est un microscope électronique à balayage (MEB) de marque PHILIPS FEI Quanta 250.

II.4.2. Caractérisation chimique

II.4.2.1. Matières volatiles (MV)

Le taux de matières volatiles, permettant d'estimer la teneur en matière organique (Segui, 2011 ; Tribout, 2010 ; Durand, 2003), a été déterminé selon la méthode normalisée NF EN 12879.

Une calcination dans un four à moufle à $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ pendant 2h du résidu sec, obtenu précédemment lors de la mesure de la matière sèche, a été réalisée. La connaissance des masses avant et après calcination permet de calculer le pourcentage massique de matières volatiles rapportées à la matière sèche selon la formule :

$$MV (\%) = \left(\frac{m_s - m_c}{m_s - m_v} \right) \times 100$$

Tel que : m_v est la masse du creuset vide (en g) ;

m_s et m_c sont les masses respectives du creuset rempli de boues, préalablement séchées à 105°C, avant et après calcination (en g).

Afin de s'assurer d'une bonne répétitivité des résultats, l'expérience est établie sur trois échantillons simultanément.

II.4.2.2. Mesure du potentiel d'hydrogène (pH)

Les mesures du pH sont effectuées en milieu aqueux conformément à la norme NF EN 12176 à l'aide d'un pH mètre WTW pH 330.

Le protocole opératoire consiste à peser 5 g de boues dans un bécher puis à les diluer en ajoutant de l'eau distillée jusqu'à obtention d'une masse totale égale à 100 g ± 1 g. Le pH est mesuré après 15 minutes d'agitation à température ambiante.

L'expérience est répétée trois fois pour chaque échantillon.

II.4.2.3. Détermination de la conductivité électrique (CE)

La conductivité électrique constitue une approximation de la concentration des sels solubles présents dans l'échantillon. Les mesures sont réalisées en solution, à l'aide d'un conductimètre HANNA instruments EC 214 avec correction manuelle de la température, en s'appuyant sur la norme NF ISO 11265.

20 g d'échantillon sont pesés dans un flacon en polyéthylène auquel sont ajoutés 100 ml d'eau distillée. Le mélange est agité pendant 30 min puis filtré directement et la conductivité électrique est mesurée dans le filtrat obtenu.

Les essais sont effectués en triplicatas pour chaque échantillon.

II.4.2.4. Détermination de la perte au feu (PAF)

La perte au feu est mesurée sur des échantillons de boues, préalablement séchés et broyés, introduits dans un four à moufle à 1000°C pendant 1 heure. La pesée avant et après calcination permet de déterminer la perte au feu exprimée en pourcentage.

L'expérience est établie sur trois échantillons simultanément.

II.4.2.5. Dosage du carbone organique total (COT)

Le dosage du carbone organique total est établi selon la norme ISO 10694 dans un COT-mètre de marque LECO WR-112. Cette analyse n'a pu être effectuée que sur les quatre premiers échantillons saisonniers de l'année 2013.

L'expérience consiste en une calcination d'un échantillon, auquel est ajouté de l'acide chlorhydrique afin de libérer la totalité des carbonates et n'avoir que du carbone organique, à 1000°C. Cette calcination s'effectue en présence d'un flux d'oxygène permettant la combustion de la totalité des composés carbonés présents dans l'échantillon. Le carbone présent dans l'échantillon est oxydé en dioxyde de carbone gazeux qui se dégage. Ce dernier, qui est directement proportionnel à la quantité de carbone total initial, est mesuré par l'appareil.

Cette analyse permet de donner le taux de carbone organique mais ne permet pas de donner le pourcentage exact de matière organique (Ramaroson, 2008) qui est estimé par les mesures des matières volatiles (partie II.4.2.1).

II.4.2.6. Fluorescence de rayons X (FRX)

La fluorescence de rayons X est une technique d'analyse permettant la détermination des teneurs des éléments chimiques majeurs contenus dans un échantillon donné. L'appareil utilisé est un AXIOS minerals PANalytical dans lequel est introduite une pastille, préparée par compression, composée de 5 g d'échantillon (poudre de boues) et d'1 g de liant (cellulose). Les résultats obtenus, sous forme d'oxydes, sont exprimés en pourcentage massique de matière sèche (% de MS).

II.4.2.7. Dosage des carbonates de calcium

La teneur en carbonates de calcium (CaCO_3) est déterminée par la mesure du gaz carbonique (CO_2) dégagé lors de l'attaque d'une certaine quantité du matériau sec par de l'acide chlorhydrique. Pour ce faire, il faut peser 0,2 g d'échantillon dans un papier filtre. Verser dans un erlenmeyer 20 ml d'HCl dilué et 5 ml d'une solution de sulfate de cuivre (CuSO_4) à 20%. Remplir un tube à essai de 10 ml de NaOH à 0,25 N. Introduire le tube à essai ainsi que le papier filtre contenant l'échantillon dans l'erlenmeyer. Bien boucher l'erlenmeyer puis laisser reposer le tout pendant toute une nuit. Verser le contenu du tube à essai dans un autre erlenmeyer, lui ajouter 10 ml de BaCl_2 et procéder au dosage par l'HCl en présence de phénolphtaléine (indicateur coloré) jusqu'à disparition de la coloration rose.

II.4.2.8 Spectrométrie d'absorption atomique à flamme (SAA)

La détermination des teneurs en éléments mineurs tels que les métaux lourds dans les boues commence par leur mise en solution par attaque acide de la phase solide et la vaporisation de la solution obtenue dans une flamme. Cette technique a permis de doser le cuivre, le cadmium, le chrome, le plomb, le zinc, le nickel, le molybdène et le cobalt dans les échantillons de boues étudiés. L'appareil utilisé est un spectromètre d'absorption atomique de flamme de marque VARIAN AA240.

Le protocole expérimental consiste à prendre une prise d'essai de 0,5 g et à la mettre dans un godet en téflon. La mise en solution est réalisée à partir de 10 ml d'acide fluorhydrique (HF) permettant l'élimination de la silice (sous forme de SiF_4 volatil) et de 5 ml d'acide perchlorique (HClO_4) afin d'éliminer la matière organique. Le mélange est ensuite évaporé à sec sur une plaque chauffante à 80°C . Le résidu subit une deuxième attaque en introduisant dans le godet 15 ml d'acide chlorhydrique et 5 ml d'acide nitrique et en chauffant pendant 15 minutes afin d'assurer une dissolution la plus complète possible de tous les composés. Le mélange obtenu est transvasé dans une fiole de 100 ml par filtration et complété avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge. Les concentrations obtenues des métaux lourds seront présentées en mg/kg de matière sèche (mg/kg de MS).

II.4.2.9. Dosage des chlorures (Cl⁻)

Il s'agit d'un titrage argentométrique. Le mode opératoire consiste à introduire 1 g d'échantillon dans un bécher et lui ajouter 100 ml d'eau distillée. L'ensemble est chauffé à 100°C pendant une heure. Après refroidissement le mélange est filtré. Le filtrat est dosé avec le nitrate d'argent (AgNO₃) à 0,05 N en présence du chromate de potassium (K₂CrO₄) comme indicateur coloré. Avant de procéder au dosage le filtrat est acidifié avec de l'acide nitrique (HNO₃) concentré pour empêcher l'évaporation des ions chlorures, qui, en se combinant avec HNO₃ se transforment en HCl.

II.4.2.10. Dosage des sulfates (SO₄²⁻) et des trioxydes de soufre (SO₃)

Afin de doser les sulfates par gravimétrie, 0,5 g d'échantillon sont mis en solution dans de l'acide chlorhydrique (40 ml) et le mélange est porté à ébullition pendant une heure. Après refroidissement le mélange est filtré. Le filtrat est récupéré et 10 ml de chlorure de baryum (BaCl₂) lui sont ajoutés. Il se forme ainsi un précipité blanc de sulfate de baryum (BaSO₄) dont la masse pesée après séchage permet de calculer la teneur en sulfates ou en trioxydes de soufre contenus dans l'échantillon analysé.

II.4.2.11. Analyses spectrales

1) Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Cette technique d'analyse qualitative permet d'identifier les fonctions chimiques, principalement organiques et les éléments mal cristallisés.

L'analyse infrarouge concerne les rayonnements de nombre d'ondes variant entre 4000 cm⁻¹ et 400 cm⁻¹. Elle est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par l'échantillon à analyser. Le spectre obtenu se compose de bandes d'absorption correspondant aux différents modes de vibration dont la fréquence varie selon la nature des liaisons. Chaque bande d'absorption peut être attribuée à un ou des groupements caractéristiques.

Une pastille de 1 cm de diamètre est fabriquée en mélangeant environ 6 mg de la poudre de boues avec 200 mg de bromure de potassium (KBr). Le mélange homogénéisé est mis dans un moule et est soumis à une compression pour former une pastille. Cette dernière est introduite dans l'appareil pour analyse et le spectre est obtenu.

Les spectres infrarouges étudiés dans cette thèse sont enregistrés sur des spectromètres à transformée de Fourier FTIR ALPHA-T BRUKER pour les échantillons moyens de l'année 2013 et sur FTIR-8400S SHIMADZ pour l'échantillon composite de l'année 2014 séché puis calciné à différentes températures.

2) Diffraction des rayons X (DRX)

L'analyse minéralogique par diffraction des rayons X permet l'identification et la mise en évidence des différentes phases solides cristallisées. Les échantillons analysés sont sous forme de poudre.

Le principe de cette méthode consiste à bombarder le matériau par un faisceau de rayons X monochromatique produit par une anticathode de cuivre. L'analyse des faisceaux diffractés, générés suite à l'irradiation, se traduit par un diffractogramme propre à la matrice.

La détermination des phases minéralogiques au sein des boues a été faite, pour la première série d'échantillons saisonniers, par un diffractomètre PANalytical XPERT-PRO ($\text{CuK}\alpha = 1,5418 \text{ \AA}$; 45kV, 40 mA). La deuxième série d'échantillons, concernant l'étude du traitement thermique, a été analysée à l'aide d'un MDP XPert PHILIPS ($\text{CuK}\alpha = 1,5418 \text{ \AA}$; 45kV, 40 mA). Les diffractogrammes obtenus sont exploités avec le logiciel HighScore Plus de PANalytical.

Une fois la température la plus appropriée obtenue, grâce aux différentes techniques employées (partie II.4), la quantité de boues considérable prélevée en 2015 (environ 100kg) a été séchée, calcinée à la température choisie, broyée puis incorporée dans la formulation d'éprouvettes de mortier.

Dans ce qui suit seront décrits les matériaux utilisés, les formulations choisies, le mode de préparation et de conservation des éprouvettes ainsi que les différents essais.

II.5. Matériaux, formulation et confection de mortiers et essais

II.5.1. Matériaux

II.5.1.1. Ciment

Afin d'identifier l'influence de la substitution du ciment par les cendres de boues sur la résistance du mortier, un ciment CPA-CEM I 42,5 (ciment de résistance à la compression garantie à 28 jours de 42,5 MPa) a été utilisé dans tous les essais. L'utilisation d'un ciment sans ajout facilite l'interprétation. Les cendres de boues ne peuvent agir qu'avec le clinker et pas avec les composants secondaires des ciments substitués. Les caractéristiques physico-chimiques du ciment choisi sont déterminées.

II.5.1.2. Sable

Le sable utilisé pour la confection des mortiers est un sable normalisé certifié conforme à la norme NF EN 196-1.

II.5.2. Formulations des mortiers

Les mortiers ont été formulés et des éprouvettes prismatiques, de dimensions égales à 4x4x16 centimètres, ont été confectionnées avec différents taux de substitution du ciment par les cendres de boues. Sept (07) formulations de mortier ont été choisies : un mortier de référence et six mortiers dans lesquels le ciment a été substitué en masse par 5, 10, 15, 20, 25 et 30% de cendres de boues. La composition des mortiers sont reportée sur le Tableau II.1 ci-dessous.

Tableau II.1 : Composition des éprouvettes de mortier.

Nominations des mortiers	Taux de substitution du ciment (%)	Cendres de boues (g)	Ciment (g)	Sable (g)	Eau (ml)
M0	0	0	450	1350	225
M5	5	22,5	427,5	1350	225
M10	10	45	405	1350	225
M15	15	67,5	382,5	1350	225
M20	20	90	360	1350	225
M25	25	112,5	337,5	1350	225
M30	30	135	315	1350	225

II.5.3. Confection des mortiers

La procédure de fabrication des mortiers (introduction des matériaux, temps de malaxage) s'est faite selon la norme NF EN 196-1 relative aux mortiers normalisés. Le gâchage est effectué dans un malaxeur CONTROLAB.

Une fois le malaxage achevé, le mortier est coulé dans des moules en acier en deux couches égales, chacune étant suivie de 60 coups à la table à chocs (marque : CONTROLAB) pour favoriser l'évacuation des bulles d'air. Les éprouvettes de mortier sont démoulées vingt-quatre (24) heures après confection et immergées dans des bacs rempli d'eau. Les éprouvettes de mortier ont été stockées à température ambiante. Afin de pouvoir étudier l'influence de la substitution du ciment à différentes proportions par les boues calcinées sur la résistance des mortiers, une période de conservation dans l'eau allant jusqu'à 27 jours, dans le même milieu ambiant, a été appliquée et ce jusqu'à réalisation des essais. Ces derniers se font à 2 jours, 7 jours et à 28 jours.

Les quantités des différents constituants pour chaque formulation de mortier, reportées sur le Tableau II.1, permettent l'élaboration d'une série de trois (03) éprouvettes de dimension (4x4x16) cm³.

Chaque formulation a été répétée trois (03) fois afin d'obtenir neuf (09) éprouvettes pour chaque substitution, soit trois (03) éprouvettes pour chaque âge (2 jours, 7 jours et 28 jours).

II.5.4. Essais mécaniques sur mortier

Deux essais mécaniques sont utilisés pour caractériser les mortiers à 2 jours, 7 jours et 28 jours de maturation :

II.5.4.1. Résistance en flexion trois points (R_f)

La résistance en flexion trois points est mesurée sur les éprouvettes 4x4x16 cm à l'aide d'une presse TONICOMP SINTCO DKD-K-23301. L'appareil est pourvu d'un dispositif de flexion (comme décrit dans la norme NF EN 196-1) constitué de deux rouleaux d'appui en acier de 10 mm de diamètre, distants l'un de l'autre de 100 mm, et d'un rouleau de mise en charge en acier de même diamètre, équidistant des deux premiers. La longueur de ces rouleaux est comprise entre 45 et 50 mm. La vitesse de montée en charge est constante. Le test de flexion casse les

éprouvettes en deux parties et les valeurs des résistances données par le système d'exploitation sont exprimées en Méga Pascal (MPa)

II.5.4.2. Résistance en compression (R_c)

Le test en compression (surface de contact de 4 cm²) sur les demi-éprouvettes issues du test précédent est mené avec une vitesse de chargement constante sur une presse TONICOMP SINTCO DKD-K-23301.

L'essai a pour but de déterminer la résistance à la compression. Chaque morceau (demi-éprouvette) obtenus par flexion est soumis à une charge croissante jusqu'à la rupture.

Les résultats des essais de résistance à la compression sont exprimés en Méga Pascal (MPa).

Une fois les résistances en flexion et en compression obtenues, il sera déduit les taux de résistance résiduelle en flexion et en compression définit comme les rapports des résistances des éprouvettes substituées sur les résistances des éprouvettes non substituées (témoins) de même âge.

II.6. Conclusion

Ce chapitre a permis de présenter, dans un premier temps, la provenance du matériau étudié (boues), l'échantillonnage, la préparation des échantillons pour diverses analyses en vue d'une caractérisation saisonnière approfondie, d'une part, et d'une étude du comportement thermique, d'autre part en exposant les différentes techniques expérimentales employées. Dans un second temps, tous les matériaux utilisés dans la fabrication des éprouvettes de mortier ont été exposés en précisant les étapes de formulation, de confection et d'essais afin de pouvoir étudier l'influence de la substitution d'une partie ciment par les boues calcinées sur le comportement mécanique de ces mortiers.

Chapitre III :

Caractérisation saisonnière des boues de la STEP de Boumerdès

III.1. Introduction

Dans le présent chapitre sont exposés les résultats des différents essais expérimentaux physiques et chimiques, accompagnés de leurs interprétations, relatifs à la caractérisation saisonnière des boues générées au niveau de la STEP de Boumerdès en les comparant avec des boues de même catégorie. L'objectif est d'obtenir une meilleure connaissance globale des propriétés de ce déchet et de recueillir un maximum d'informations utiles permettant de leur identifier un traitement adéquat.

III.2. Volumes des eaux usées et quantités de boues déshydratées

Avant d'entamer les interprétations des différents paramètres physiques et chimiques étudiés, pour la caractérisation saisonnière des boues durant l'année 2013, l'intérêt s'est porté sur les volumes d'eaux usées traitées durant chaque saison ainsi que sur les quantités respectives de boues déshydratées évacuées afin de déterminer la relation qui existe entre elles.

Le Tableau III.1 ci-dessous présente les volumes approximatifs des eaux usées traitées au niveau de la STEP de Boumerdès ainsi que les quantités de boues déshydratées évacuées durant chaque saison. Une variation des volumes des eaux usées ainsi que des quantités de boues déshydratées est observée entre les saisons. Ces valeurs sont à leurs maximums en été et à leurs minimums en hiver. Les valeurs enregistrées en automne et au printemps sont comprises entre celles enregistrées en hiver et en été.

La variation saisonnière des volumes des eaux usées est probablement due à l'augmentation de la consommation d'eau pendant les périodes chaudes (lorsque la température augmente).

Le Tableau III.1 montre que bien que le volume des eaux usées est plus important en automne qu'au printemps les quantités de boues ne suivent pas le même ordre et sont plus grandes au printemps. Ceci est expliqué par le fait que pendant les périodes pluviales l'accès à la décharge (avant que cette pratique ne soit interdite en 2014) était difficile. Ce qui conduisait au stockage provisoire de l'excès de boues devant être évacué au niveau de l'épaisseur.

Tableau III.1 : Volumes des eaux usées traitées et quantités de boues déshydratées évacuées.

Saisons	Hiver	Printemps	Eté	Automne
Volumes des eaux usées (m ³)	833 606	1 112 549	1 335 453	1 214 357
Quantités de boues déshydratées (t de MS)	44	160	272	153

III.3. Aspect général et observation macroscopique des boues

L'aspect général des boues déshydratées fraîchement échantillonnées, séchées puis broyées est illustré sur la Figure III.1.

Les boues déshydratées fraîchement échantillonnées ont une texture pâteuse, une couleur noirâtre ainsi qu'une odeur nauséabonde. Après séchage à l'étuve le volume des boues s'en trouve significativement réduit. Les boues séchées avant broyage ne sont pas friables par pression des doigts. La présence de cheveux et de tiges de plantes est observée. Après broyage, les boues se présentent sous forme d'une poudre de couleur grise. L'odeur nauséabonde après séchage et broyage persiste dans les boues.

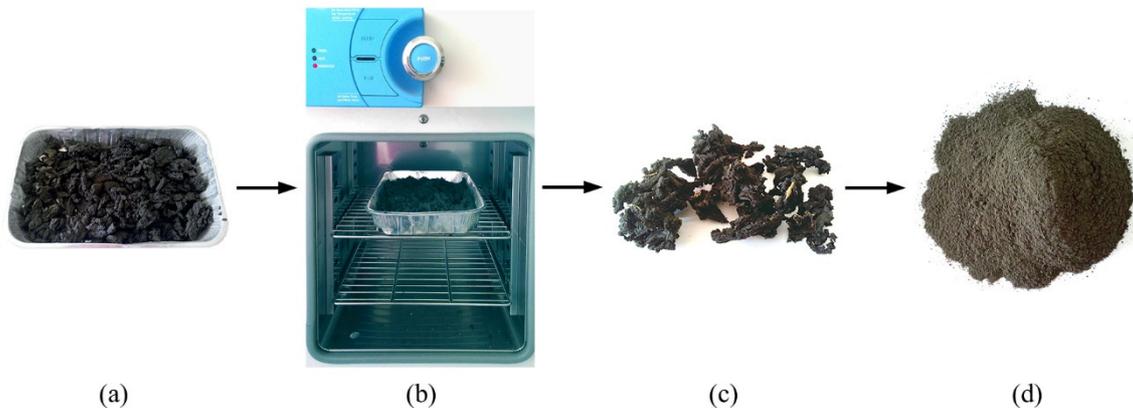


Figure III.1 : Observation macroscopique des boues ((a) : Boues déshydratées fraîches ; (b) : Séchage à l'étuve ; (c) : Après séchage ; (d) : Après broyage).

III.4. Caractérisation physique

III.4.1. Teneur en matière sèche (MS) et en eau

Les teneurs en matières sèches et en eau dans les boues déshydratées fraîches durant les quatre saisons de l'année 2013, exprimées en pourcentage, sont reportées sur le Tableau III.2.

Les boues déshydratées évacuées par la STEP de Boumerdès présentent des teneurs en eau relativement importantes allant de 83,98% à 86,72% soit un taux de matière sèche compris entre 13,28% et 16,02%. Ce qui tend à conclure que l'addition de l'agent flocculant aux boues épaissies ne réduit pas considérablement la teneur en eau dans les boues déshydratées évacuées. Les valeurs mesurées sont comprises dans le même intervalle que celles trouvées dans la littérature (Tableau III.3).

Tableau III.2 : Teneurs moyennes en matière sèche et en eau dans les boues.

Echantillons moyens de boues	MS (%)	Teneur en eau (%)
Hiver	15,73	84,27
Printemps	16,02	83,98
Eté	13,28	86,72
Automne	14,51	85,49

Tableau III.3 : Teneurs en matière sèche et en eau des boues étudiées dans la littérature.

Références	Pays	MS (%)	Teneur en eau (%)
Zhen et al.,2012	Chine	18,81	81,19
Latosinska et Zygadlo, 2011	Pologne	19,64	80,36
Azni et Katayon, 2002	Malaisie	12	88
Font et al., 2001	Espagne	19,6	80,4
Hsiau et Lo, 1997	Taiwan	13,6	86,4

III.4.2. Granulométrie laser

L'analyse granulométrique détermine la distribution des tailles des grains contenues dans la poudre de boues. Elle identifie également les différentes familles granulométriques permettant de les associer à une texture.

Les diamètres principaux des grains (D10, D50 et D90) et les pourcentages massiques de chaque fraction granulométrique pour chaque échantillon de boues saisonnier sont rassemblés dans les Tableaux III.4 et III.5, respectivement.

Les boues analysées durant l'année d'étude montrent une distribution de la taille des grains large avec un diamètre médian D50 compris entre 118 et 385 μm . 90% des grains ont des diamètres inférieurs à 600 μm pour l'ensemble des échantillons étudiés. Cette granulométrie assez grossière, après broyage dans un broyeur à disques, est probablement due à la présence de quartz (qui va être confirmée plus loin par les analyses de FRX, de DRX et d'infrarouge) qui a une dureté élevée de 7 selon l'échelle de Mohs et qui rend ainsi le broyage difficile.

Le Tableau III.5 montre que la fraction fine (diamètre < 2 μm) dans les boues est faible en été (~4%) et quasi absente en hiver, au printemps et en automne. Les quatre boues saisonnières ont une texture limono-argilo-sableuse pour les boues d'été et limono-sableuse pour les trois autres saisons. Les quatre échantillons révèlent une texture à dominante sableuse.

Tableau III.4 : Distribution granulométrique des boues saisonnières.

Echantillons moyens de boues	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)
Hiver	46,51	337,97	555,51
Printemps	47,20	385,10	580,10
Été	4,39	118,14	293,21
Automne	9,59	267,83	424,17

Tableau III.5 : Fractions granulométriques des boues saisonnières.

Echantillons moyens de boues	Fraction d'argile (grains < 2 µm en %)	Fraction de limon (2 µm < grains < 20 µm en %)	Fraction de sable (grains > 20 µm en %)
Hiver	0	7,04	92,96
Printemps	0	6,63	93,36
Eté	4	18,93	77,08
Automne	0,54	12,58	86,89

III.4.3. Morphologie

La Figure III.2 présente les micrographes des échantillons saisonniers de boues séchées et broyées durant l'année 2013 obtenus à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB) dont le but est de donner une idée sur la forme des grains dans les échantillons. Ces micrographes montrent que les poudres de boues étudiées ont une structure poreuse et se composent de grains de différentes tailles et de formes irrégulières. Ces images sont similaires à celles obtenues par Bouzid et al., (2008) qui ont étudié des boues issues de la STEP des eaux usées municipales de la ville de Sfax au sud de la Tunisie.

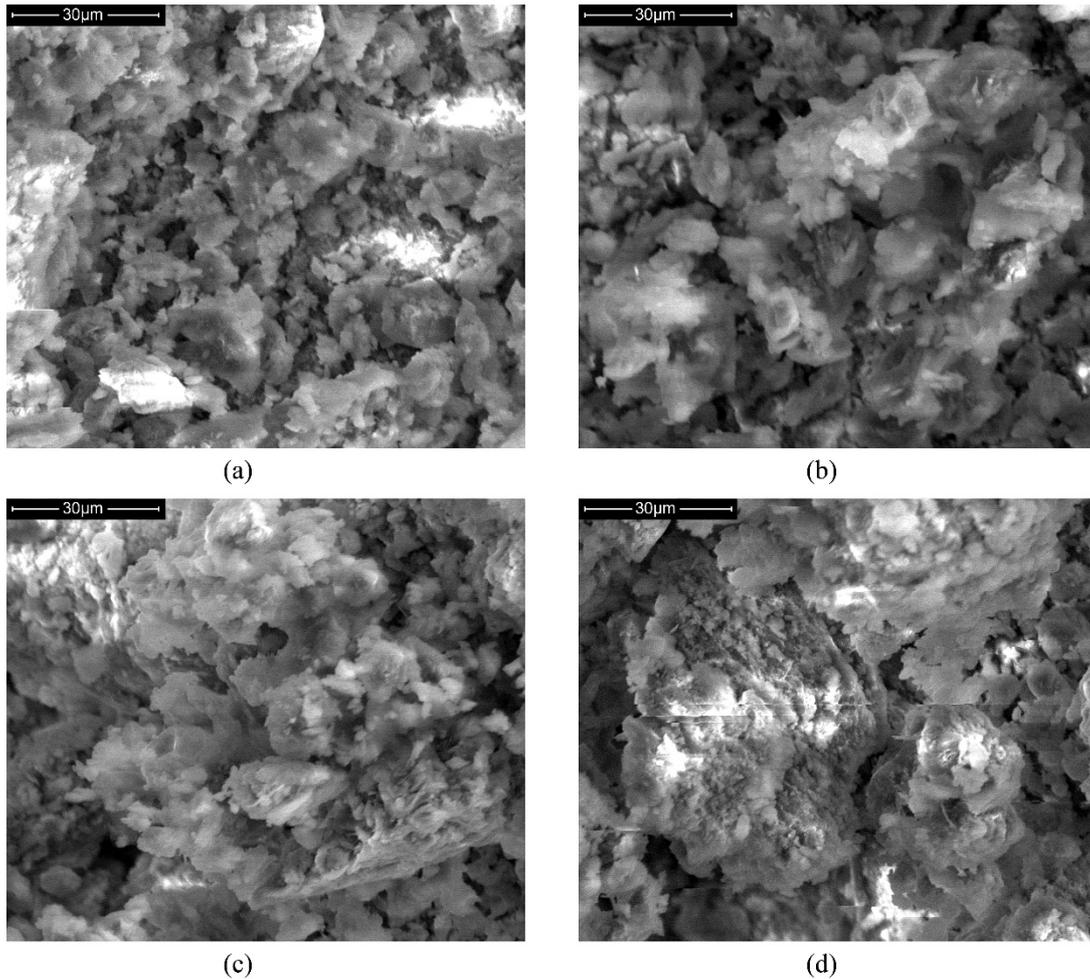


Figure III.2 : Micrographes des boues saisonnières
 ((a) Hiver ; (b) Printemps ; (c) Été ; (d) Automne).

III.4.4. Masses volumiques apparentes, masses volumiques réelles et porosités

Les mesures des masses volumiques apparentes et réelles ainsi que des porosités relatives aux échantillons en poudres de boues saisonnières sont reportées sur le Tableau III.6.

Tableau III.6 : Mesures des masses volumiques et des porosités des boues saisonnières.

Echantillons moyens de boues	ρ_a (g/cm ³)	ρ_r (g/cm ³)	ε (%)
Hiver	1,015	1,866	43,6
Printemps	1,057	1,983	46,7
Été	0,822	1,723	52,3
Automne	0,908	1,911	52,2

Les masses volumiques apparentes sont comprises entre 0,822 g/cm³ et 1,057 g/cm³ et les masses volumiques réelles varient entre 1,723 g/cm³ et 1,983 g/cm³. Ces masses volumiques relativement faibles sont probablement dues à la présence de matière organique dans les boues séchées à 105°C. La légère différence de ces valeurs entre les quatre saisons est probablement due à la différence de composition des échantillons étudiés qui sera confirmée plus loin.

Sur la base des masses volumiques obtenues, les porosités des boues calculées s'avèrent importantes et varient entre 43,6% et 52,3%. Ces valeurs sont en accord avec l'aspect poreux observé sur les micrographes obtenus au MEB (Figure III.2).

III.5. Caractérisation chimique

III.5.1. Potentiel d'hydrogène (pH)

Le pH est un paramètre essentiel dont dépend la mobilité des métaux lourds dans la phase minérale. En effet les métaux lourds sont mieux retenus dans un pH élevé (Durand, 2003).

Le Tableau III.7 présente les résultats des pH des boues fraîches et séchées des quatre saisons de l'année 2013. Les boues déshydratées fraîches analysées possèdent un pH faiblement acide à neutre allant de 6,69 à 7,02. Ces valeurs sont typiques des boues produites lors du traitement biologique des eaux usées urbaines (Dusza et al., 2009). Les mesures du pH diminuent et deviennent plus acide variant entre 5,85 et 6,61 lorsque les boues sont séchées. Cette diminution peut être attribuée à la différence du rapport liquide/solide. Ce dernier diminue lors du séchage. Ce qui augmenterait l'acidité du milieu.

Les pH mesurés sont inférieurs à ceux trouvés dans la littérature (Tableau III.8).

Tableau III.7 : Valeurs de pH des boues saisonnières.

Echantillon moyen de boues	pH (boues déshydratées)	pH (boues séchées)
Hiver	7,02	6,61
Printemps	6,81	5,99
Eté	6,90	6,31
Automne	6,69	5,85

Tableau III.8 : Valeurs de pH des boues séchées étudiées dans la littérature.

Références	Pays	pH (boues séchées)
Zhen et al., 2012	Chine	6,7
Zorpas et al., 2011	Chypre	7,0
Tsadila et al., 2009	Grèce	6,8
Moreno-Caselles et al., 2006	Espagne	6,3
Azni et Katayon, 2002	Malaisie	6,2
Tamoutsidis et al., 2002	Grèce	7,05

III.5.2. Conductivité électrique (CE)

La conductivité électrique est un bon indicateur de la concentration des sels solubles dans l'échantillon. Les mesures présentées sur le Tableau III.9 montrent que les boues déshydratées présentent des valeurs de conductivité électrique relativement faibles. Elles varient entre 0,350 et 0,618 mS/cm. Ce qui indique que la concentration des sels solubles est basse. Cependant après séchage des boues à 105°C ces valeurs deviennent plus importantes allant de 3,7 à 4,4 mS/cm ceci est dans le même rang que les résultats trouvés pour les boues sèches étudiées par Dusza et al., (2009) [0,1 - 4,3 mS/cm].

L'élévation de la conductivité électrique dans les boues séchées est également due à la diminution du rapport liquide/solide. La conductivité électrique la plus importante dans les boues a été enregistrée en été, probablement, en raison de l'augmentation de la consommation d'eau durant cette période de l'année (Tableau III.1).

Tableau III.9 : Conductivités électriques des échantillons de boues saisonniers.

Echantillon moyen de boues	CE (boues déshydratées) (mS/cm)	CE (boues séchées) (mS/cm)
Hiver	0,364	3,7
Printemps	0,472	4,3
Eté	0,618	4,4
Automne	0,350	4,2

III.5.3. Matières volatiles (MV)

La teneur en matières volatiles permet d'indiquer le taux de matière organique contenu dans l'échantillon considéré. C'est un paramètre qui peut influencer sur le maintien des polluants et notamment des métaux lourds. En effet la rétention de ces derniers est favorisée par une teneur élevée en matières volatiles (Durand, 2003). De plus la détermination de la proportion de la matière organique est primordiale pour une valorisation des boues dans les matériaux de construction.

Les boues saisonnières présentent des pourcentages de matières volatiles relativement élevés allant de 44,79% à 60,99% (Tableau III.10). Ces valeurs révèlent la richesse des boues étudiées en matière organique. Ce qui confirme leur origine urbaine ainsi que leurs masses volumiques non élevées (Tableau III.6). Le pourcentage en matières organiques est plus élevé en période froide (hiver et automne) par rapport à la période chaude (été et printemps). Ceci s'explique par le réseau d'assainissement unitaire qui achemine les eaux pluviales ruisselantes sur les chaussées vers la STEP de Boumerdès et qui peuvent se charger d'hydrocarbures dus aux trafics routiers ainsi qu'aux stations de lavage, de déjections animales et de résidus divers.

Les résultats des matières volatiles obtenus se rapprochent de ceux enregistrés dans divers travaux antérieurs cités dans la partie bibliographique (Tableau I.1).

Tableau III.10 : Teneurs en matières volatiles des boues saisonnières.

Echantillon moyen de boues	MV (%)
Hiver	60,99
Printemps	47,04
Eté	44,79
Automne	55,73

III.5.4. Perte au feu (PAF)

La perte au feu à 1000°C permet non seulement l'oxydation de la matière organique mais aussi la décomposition d'autres éléments tels que les carbonates.

Les mesures des pertes au feu des boues étudiées durant les quatre saisons de l'année 2013 sont regroupées sur le Tableau III.11. Ces valeurs sont élevées variant entre 50,89% et 61,77% et sont similaires à celles des boues étudiées antérieurement (Tableau III.12).

La différence entre les teneurs en matières volatiles (Tableau III.10) et les pertes au feu respectives pour chaque saison n'est pas importante. Ce qui signifie que la PAF à 1000°C est due en grande partie à la décomposition de la matière organique.

Tableau III.11 : Pertes au feu des boues saisonnières.

Echantillon moyen de boues	PAF (%)
Hiver	61,28
Printemps	50,89
Eté	50,89
Automne	61,55

Tableau III.12 : Pertes au feu des boues étudiées dans la littérature.

Références	Pays	PAF (%)
Zhen et al.,2012	Chine	20,08
Latosinska et Zygodlo, 2011	Pologne	59,50
Jordán et al., (2005)	Espagne	64,44 - 66,12

III.5.5. Carbone organique total (COT)

Les teneurs en carbone organique total enregistrées durant la période d'étude varient entre 7,08% et 12,05% (Tableau III.13). Ces valeurs sont proches de celles trouvées dans les boues étudiées par Malliou et al., (2007) (COT = 10%). Selon Pestre (2007) ces quantités de carbone organique sont largement suffisantes pour le développement d'une activité microbienne de biodégradation et expliquerait les odeurs nauséabondes émanant de ces boues même après séchage à 105°C.

Le rapport MV/COT indique une variation non significative de 5,06 à 6,43 (Tableau III.13) montrant ainsi la cohérence entre les teneurs en carbone organique total et les pourcentages respectifs de matières volatiles dans les échantillons saisonniers analysés.

Tableau III.13 : Carbone organique total et rapport MV/COT dans les boues saisonnières.

Echantillon moyen de boues	COT (%)	MV/COT
Hiver	12,05	5,06
Printemps	7,32	6,43
Eté	7,08	6,32
Automne	9,54	5,84

III.5.6. Composition chimique

III.5.6.1. Eléments majeurs

L'analyse par fluorescence des rayons X révèle la présence de différents éléments majeurs sous forme d'oxydes dans les boues. Les résultats exprimés en pourcentages de matière sèche (MS) sont rassemblés dans le Tableau III.14.

Les quatre oxydes majoritaires sont : la silice (SiO_2), l'alumine (Al_2O_3), l'oxyde de calcium (CaO) et l'oxyde de fer (Fe_2O_3) dont le pourcentage global durant l'année d'étude est compris entre 38,92% et 59,04%.

Les teneurs en silice sont les plus élevées. Ceci confirme l'hypothèse stipulée, plus haut, pour expliquer la dureté des échantillons de boues et leur difficulté de broyage donnant des grains assez grossiers (partie III.4.2.).

Les pourcentages en aluminosilicates dans les boues, originellement trouvées dans les eaux usées (Merino et al., 2007) et constituant la partie réactive dans les matériaux pouzzolaniques (Cyr et al., 2007 ; Lin et al., 2008), sont compris entre 19,19% et 28,69%. La comparaison de ces valeurs avec celles trouvées par Jordán et al., (2005) (14,9%-25,89%) montre la similitude entre elles.

La présence de phosphates (P_2O_5) dans les boues (Tableau III.14) a également été mise en évidence. Leurs proportions sont comprises entre 1,54% et 3,21%. Ils proviennent probablement et principalement de l'utilisation de détergents dans les ménages. Les phosphates atteignent leur valeur minimale en hiver et leur valeur maximale en été. En effet le pourcentage des P_2O_5 est inférieur en automne qu'en été mais supérieur qu'en hiver et qu'au printemps. Le Tableau III.14 montre que les P_2O_5 suivent le même ordre que le volume des eaux usées traitées dans la STEP de Boumerdès (Tableau III.1) et ils se trouvent, donc, augmentés lorsque le climat est chaud et diminués en période froide en fonction de la consommation d'eau.

Tableau III.14 : Analyse des éléments majeurs dans les boues saisonnières.

Echantillon moyen de boues	Hiver	Printemps	Été	Automne
SiO₂ (%)	22,02	15,02	19,97	19,88
Al₂O₃ (%)	6,67	4,17	5,97	5,69
Fe₂O₃ (%)	6,73	6,40	6,45	7,00
CaO (%)	7,45	6,38	6,53	6,62
MgO (%)	1,03	0,22	1,02	1,03
Na₂O (%)	0,24	0,12	0,44	0,27
K₂O (%)	1,74	1,43	1,64	1,58
TiO₂ (%)	0,58	0,54	0,55	0,51
MnO (%)	0,29	0,30	0,28	0,38
P₂O₅ (%)	1,54	2,06	3,21	2,82
BaO (%)	0,17	0,19	<LD	<LD
SrO (%)	0,05	0,05	<LD	0,06

LD : limite de détection.

III.5.6.2. Carbonates de calcium (CaCO₃)

Le Tableau III.15 rassemble les valeurs des teneurs en carbonates de calcium des échantillons moyens saisonniers de boues. Les pourcentages des CaCO₃ varient entre 3,98% et 5,34%. La valeur la plus importante de ces derniers est mesurée en hiver. Ceci est probablement dû à l'érosion des sols (terre, sable, argile) par la pluie qui achemine ces carbonates via les eaux usées vers le réseau d'assainissement unitaire et se retrouvent ainsi, après traitement dans la STEP, dans les boues. Les teneurs en CaCO₃ dans les boues étudiées sont inférieures à celles trouvées dans les études antérieures citées dans la partie bibliographique (Tableau I.2).

Selon la norme ISO 10693 de la classification des sols, les boues issues de la STEP de Boumerdès peuvent être assimilées à des sols non-calcaires (CaCO₃ ≤ 5%) à faiblement calcaires (5% < CaCO₃ ≤ 12,5%) par leurs faibles teneurs en carbonates.

Il faut savoir que la présence de carbonates dans un matériau donné augmente son pH. De ce fait, les valeurs des carbonates de calcium dans les boues saisonnières sont en cohérence avec les mesures de leurs pH respectifs (Tableau III.7).

Tableau III.15 : Teneurs en carbonates de calcium dans les boues saisonnières.

Echantillon moyen de boues	Hiver	Printemps	Eté	Automne
CaCO ₃ (%)	5,34	4,21	4,64	3,98

III.5.6.3. Anions inorganiques : chlorures (Cl⁻) et sulfates (SO₄²⁻)

Les teneurs en anions inorganiques, exprimées en pourcentages de MS, dans les échantillons composites saisonniers de boues, sont rassemblées sur le Tableau III.16.

Les pourcentages des chlorures et des sulfates présents dans les boues sèches au cours de l'année d'étude varient entre 0,24% et 1,07% et entre 0,72% et 1,46%, respectivement.

Ces teneurs sont proches de celles mesurées dans des boues étudiées par Jordán et al., (2005) aussi bien pour les chlorures (0,27%) que pour les sulfates (0,81%).

Tableau III.16 : Teneurs en anions inorganiques dans les boues saisonnières.

Echantillon moyen de boues	Hiver	Printemps	Eté	Automne
Cl ⁻ (%)	0,24	0,26	1,07	0,84
SO ₄ ²⁻ (%)	0,72	1,02	0,84	1,46

III.5.6.4. Eléments mineurs

La nature et la concentration des contaminants, tel que les métaux lourds, dépendent fortement de l'origine des eaux usées arrivant à la STEP. L'analyse des éléments mineurs par spectrométrie d'absorption atomique permet de connaître le degré de pollution des boues, en les comparant avec la norme nationale, et de déterminer d'éventuelles variations des concentrations de ces polluants en fonction des quatre saisons de l'année. Les concentrations en éléments mineurs, exprimées en mg/kg de MS, dans les boues saisonnières sont récapitulées sur le Tableau III.17.

Les résultats obtenus montrent que les boues étudiées dans cette thèse contiennent des métaux lourds dont les teneurs sont inférieures aux valeurs maximales admises par la norme Algérienne NA 17671 relative à l'usage agricole des boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines en tant que matières fertilisantes. Aussi le Tableau III.17 montre une variation

des concentrations en métaux lourds entre les quatre saisons. En effet les boues d'hiver et d'automne sont légèrement plus polluées que celles d'été et de printemps. La somme des concentrations des métaux lourds analysés par SAA en hiver (1070 mg/kg) est plus importante qu'en été (320 mg/kg). Celle du printemps et de l'automne sont 850 et 880 mg/kg, respectivement. Cette différence dans le degré de pollution entre les saisons est probablement due aux eaux pluviales qui acheminent les métaux lourds accumulés sur les chaussées par leur ruissèlement vers le réseau unitaire.

Il faut savoir que la concentration totale en métaux lourds ne permet d'indiquer que l'étendue de la contamination des boues mais ne donne aucune indication quant à leurs formes, à leurs mobilités et à leurs biodisponibilités dans les boues étudiées.

Différents auteurs (Lin et Chen, 1998 ; Coquery et Welbourn, 1995) ont relié la teneur en polluants métalliques à la concentration en carbone organique. Ils révèlent l'affinité entre les métaux lourds et le carbone organique. Ceci est en accord avec les valeurs, du carbone organique total, mesurées (Tableau III.13).

La comparaison de ces résultats obtenus avec différentes boues municipales étudiées antérieurement citées dans la partie bibliographique (Tableau I.3) montre des similitudes quant au degré de pollution confirmant ainsi l'origine urbaine des boues de la STEP de Boumerdès. Cependant ces dernières sont plus polluées que des boues algériennes provenant de la STEP de Médéa, analysées par Karef et al., (2013).

A savoir que les comparaisons de ces valeurs sont difficiles en raison de la variabilité de la composition des eaux usées arrivant aux STEPs, des méthodes d'analyse, et des périodes d'échantillonnages.

Tableau III.17 : Analyse chimique des éléments mineurs dans les boues saisonnières et comparaison avec la norme algérienne NA 17671.

Echantillons moyens de boues	Hiver	Printemps	Eté	Automne	NA 17671
Co (mg/kg)	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Mo (mg/kg)	<LD	<LD	<LD	<LD	-
Cd (mg/kg)	<LD	<LD	<LD	<LD	20
Cu (mg/kg)	130	150	90	150	1000
Cr (mg/kg)	90	80	80	230	1000
Pb (mg/kg)	80	90	100	90	800
Zn (mg/kg)	770	480	50	360	3000
Ni (mg/kg)	<LD	50	<LD	50	200
Cr+Cu+Ni+Zn (mg/kg)	990	760	220	790	4000

LD : limite de détection.

III.5.7. Analyses spectrales

III.5.7.1. Analyse par diffraction aux rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X a permis d'analyser chacune des boues saisonnières et d'identifier les différentes phases cristallisées contenues dans chaque échantillon. Les spectres obtenus sont illustrés sur les Figures III.3, III.4, III.5 et III.6.

L'hétérogénéité des boues et le fait que plusieurs composés peuvent avoir des angles de diffraction identiques rend la comparaison difficile. C'est pourquoi les résultats obtenus ne permettent qu'une comparaison qualitative globale (Pestre, 2007).

Les diffractogrammes des boues montrent la coexistence d'une phase amorphe et d'une phase cristalline composée de minéraux et de phases argileuses dans chaque échantillon. L'identification des différents pics montre que la composition minéralogique globale des quatre échantillons est légèrement différente. Les espèces cristallisées mises en évidence dans tous les échantillons sont : le quartz (SiO_2), la calcite (CaCO_3) et l'illite ($(\text{K},\text{H}_3\text{O})(\text{Al},\text{Mg},\text{Fe})_2(\text{Si},\text{Al})_4\text{O}_{10}[(\text{OH})_2,(\text{H}_2\text{O})]$). Cependant des différences ont été observées.

L'albite ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) n'a pas été détectée en été par contre des traces d'anhydrite (CaSO_4) ont été discernées. La dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) n'apparaît qu'en hiver et la kaolinite ($\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$) est présente en hiver et au printemps. Enfin, le clinochlore ($(\text{Mg},\text{Al})_3\text{Mg}_3[\text{Si}_3\text{AlO}_{10}(\text{OH})_2](\text{OH})_6$) a été détecté en été et en automne.

De ces résultats il apparaît que les boues sont composées de phases argileuses et de phases minérales. Les métaux lourds n'ont pas été détectés par analyse de DRX à cause de leurs faibles concentrations d'une part, et de leurs présence dans la phase amorphe d'autre part.

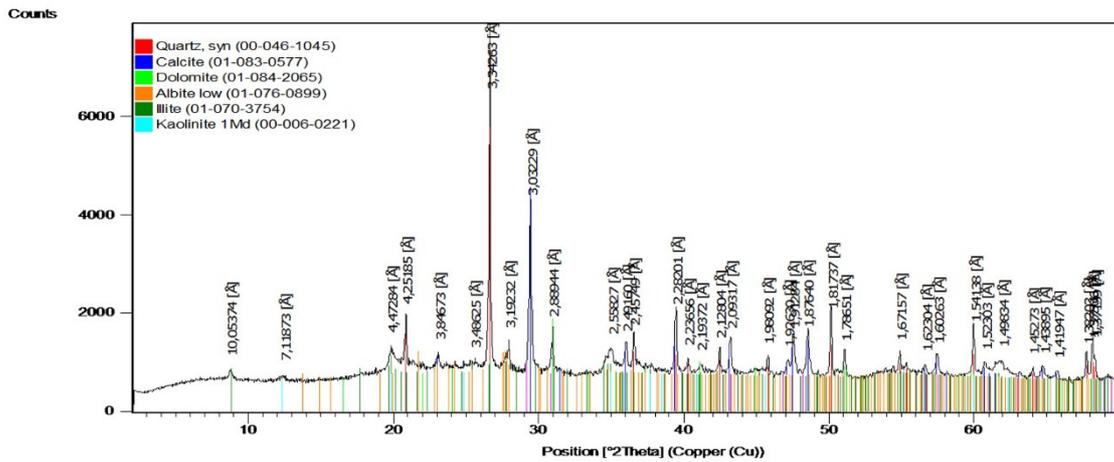


Figure III.3 : Diffractogramme des rayons X des boues d'hiver.

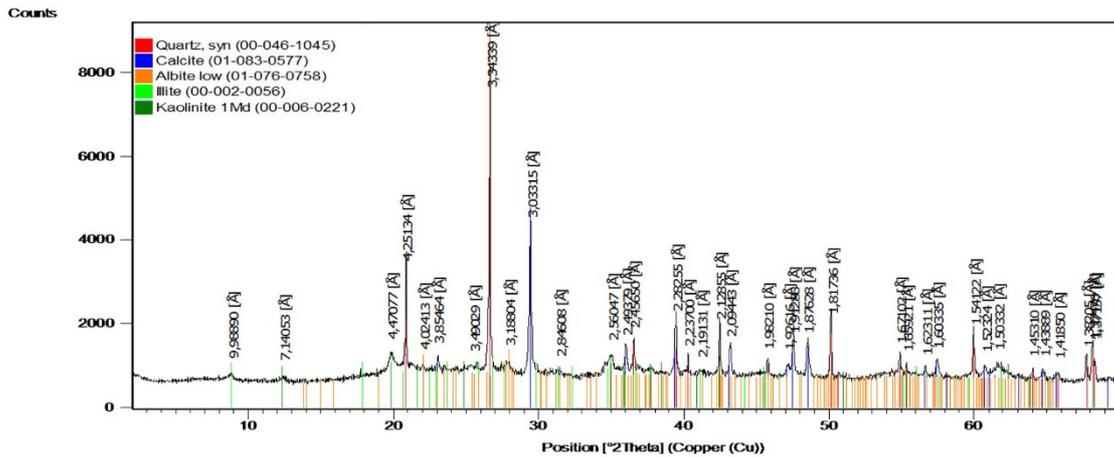


Figure III.4 : Diffractogramme des rayons X des boues de printemps.

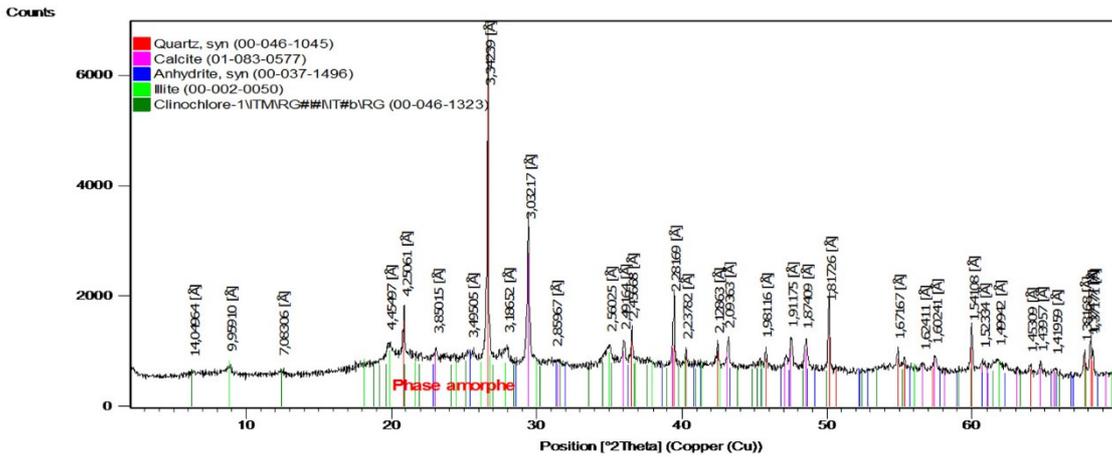


Figure III.5 : Diffractogramme des rayons X des boues d’été.

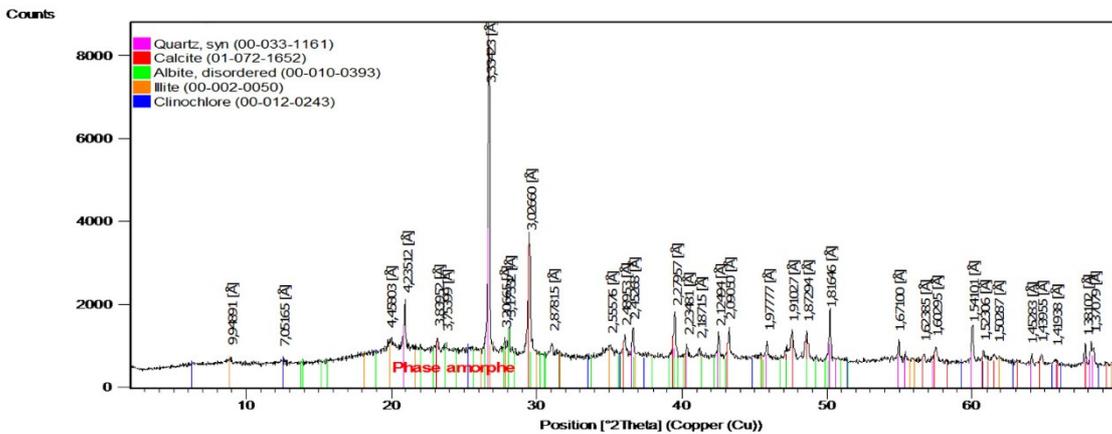


Figure III.6 : Diffractogramme des rayons X des boues d’automne.

III.5.7.2. Analyse par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Cette technique d’analyse vient compléter la caractérisation par DRX en identifiant qualitativement les composés mal cristallisés contenus dans les boues. L’interprétation des spectres infrarouges s’avère complexe à cause du mélange de matière organique et de matière minérale qui rentre dans la composition des boues. L’interprétation a été établie grâce à des analyses similaires dans des travaux antérieurs (Silva et al., 2012 ; Francioso et al., 2010 ; Ábrego et al., 2009 ; Shen et al., 2008 ; Baltakys et al., 2007 ; Barth, 2007 ; Thipkhunthod et al., 2007 ; Ait Baddi et al., 2004 ; Guibaud et al., 2003 ; Mansuy et al., 2001 ; Garcia et al., 1992 ; Piccolo et al., 1992 ; Farmer, 1968).

En tenant compte de l’origine urbaine des boues étudiées et de leur teneur non négligeable en matières organiques (Tableau III.10), elles peuvent contenir différents groupements

fonctionnels : hydroxyliques, carboxyliques, amines, amides, aromatiques et méthyléniques (Ábrego et al., 2009).

Selon les Figures III.7, III.8, III.9 et III.10 des spectres IRTF, les échantillons saisonniers de boues sont qualitativement similaires dans leurs globalités avec des amplitudes différentes.

Le pic à 3423 cm^{-1} sur le spectre des boues prélevées au printemps correspond aux vibrations d'élongation des liaisons O–H dans les groupements acides ou alcools. La large bande d'absorption comprise entre 3300 cm^{-1} et 3400 cm^{-1} dans les boues d'hiver et d'été correspond aux vibrations d'élongation des liaisons avec l'atome d'hydrogène (H–) dans les groupements NH et OH. Ce qui indique la présence de différents composés tels que les alcools, les acides carboxyliques, les amines ou les amides.

Les faibles pics aux alentours de 2900 cm^{-1} peuvent être attribués à l'élongation asymétrique des liaisons C–H dans les groupements méthyl et méthylène. La bande à environ 2853 cm^{-1} est par contre seulement attribuée à l'élongation symétrique des liaisons C–H dans les méthylènes.

Les pics prononcés compris entre 1638 cm^{-1} et 1653 cm^{-1} correspondent aux vibrations d'élongation des liaisons C=C des cycles aromatiques, de la liaison H– avec C=O et de déformation de NH_2 dans les amides primaires. L'absorbance aux alentours de 1560 cm^{-1} dans les boues d'automne et aux alentours de 1542 cm^{-1} dans les boues de printemps, d'été et d'automne correspond aux vibrations de déformation de la liaison N–H des amides secondaires. Les vibrations du squelette aromatique C–C attribuées à la présence de lignine se situent entre 1600 cm^{-1} et 1500 cm^{-1} . Ceci est confirmé par l'image des boues séchées prise avant broyage (Figure III.1) et qui montre la présence de morceaux de bois.

Les pics compris entre 1420 cm^{-1} et 1440 cm^{-1} ainsi que les bandes qui s'étendent entre 875 cm^{-1} et 876 cm^{-1} sont dus à la présence de calcite (CaCO_3). Ce qui est en accord avec les résultats obtenus, précédemment (parties III.5.6.2 et III.5.7.1).

La bande enregistrée aux alentours de 1238 cm^{-1} dans les boues d'été et d'automne correspond aux vibrations d'élongation de la liaison C=O dans les acides carboxyliques. Les pics prononcés aux environs de 1033 cm^{-1} peuvent être attribués aux vibrations d'élongation des liaisons C–O dans les polysaccharides et les éthers aromatiques. Ces pics peuvent également être dus aux vibrations d'élongation des liaisons Si–O dans la silice. Ce qui confirme les résultats obtenus par DRX et FRX montrant la présence du quartz.

Les bandes centrées entre 778 cm^{-1} et 797 cm^{-1} sont attribuées aux vibrations d'élongation symétrique des liaisons Si–O–Si qui confirment aussi la présence des silicates soit sous forme cristalline (quartz, illite, kaolinite et clinocllore) ou amorphe. Ceci est ainsi en accord avec les résultats obtenus par DRX et par FRX.

Les bandes apparues aux environs de 469 cm^{-1} sont dues aux vibrations de déformation des liaisons O–Si–O et les bandes comprises entre 600 cm^{-1} et 900 cm^{-1} peuvent être attribuées aux vibrations de Si–O–Al résultant de la substitution de l'aluminium (Al) par la silice (Si) dans les liaisons Si–O.

Enfin, les structures aliphatiques, aromatiques ainsi que les amines, les amides, les phosphates et les sulfures peuvent également se manifester lors de l'analyse infrarouge par l'apparition de pics dont le nombre d'onde est inférieur à 900 cm^{-1} .

Les principaux pics observés dans les spectres infrarouges des boues issues de la STEP de Boumerdès durant la période d'étude sont semblables à ceux trouvés dans la littérature (Ábrego et al., 2009 ; Laurent et al., 2009 ; Thipkhunthod et al., 2007 ; Guibaud et al., 2003 ; Filip et al., 2000).

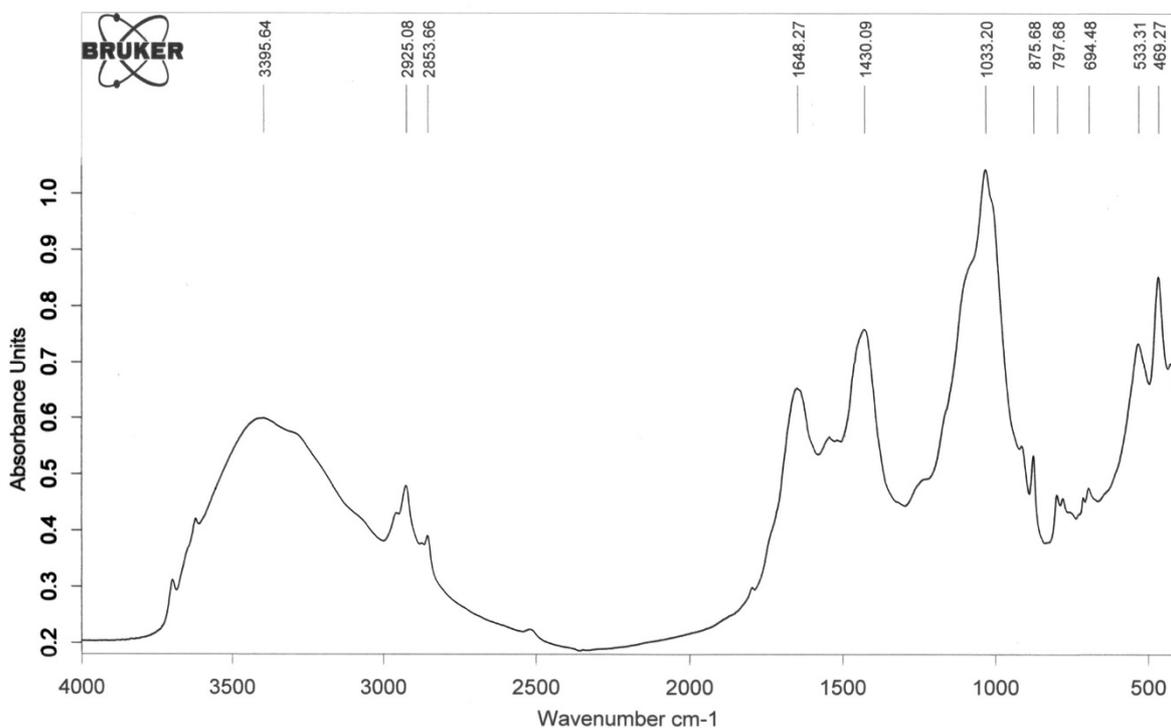


Figure III.7 : Spectre infrarouge des boues d'hiver.

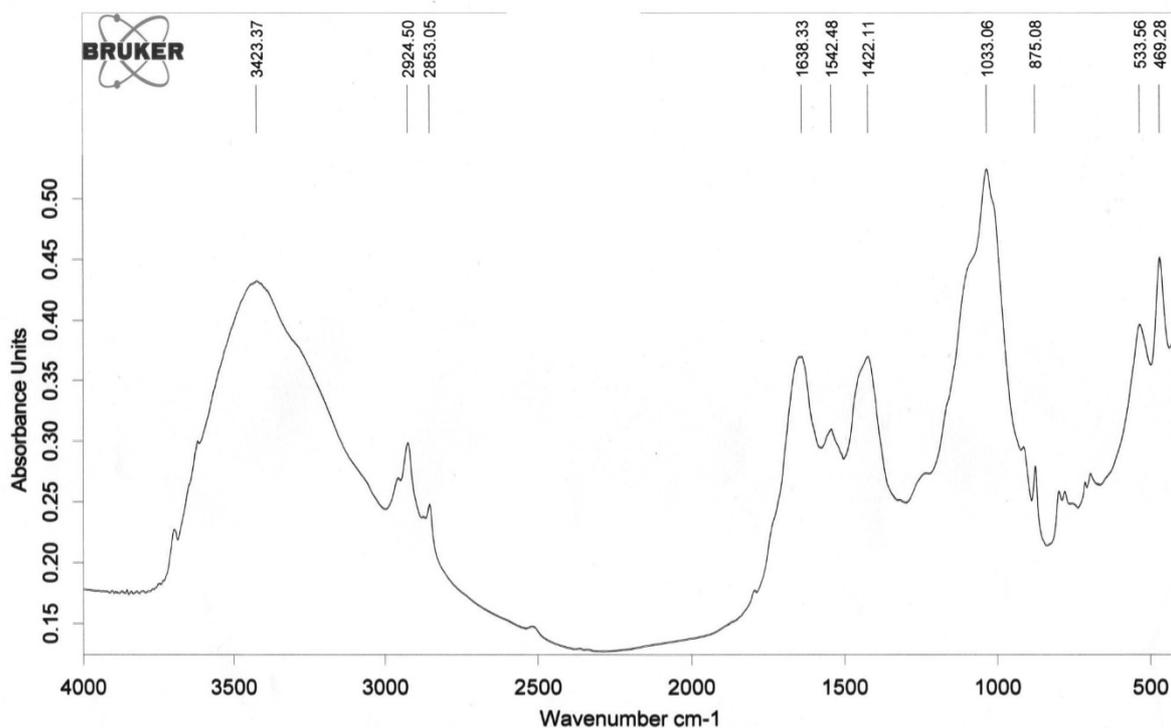


Figure III.8 : Spectre infrarouge des boues de printemps.

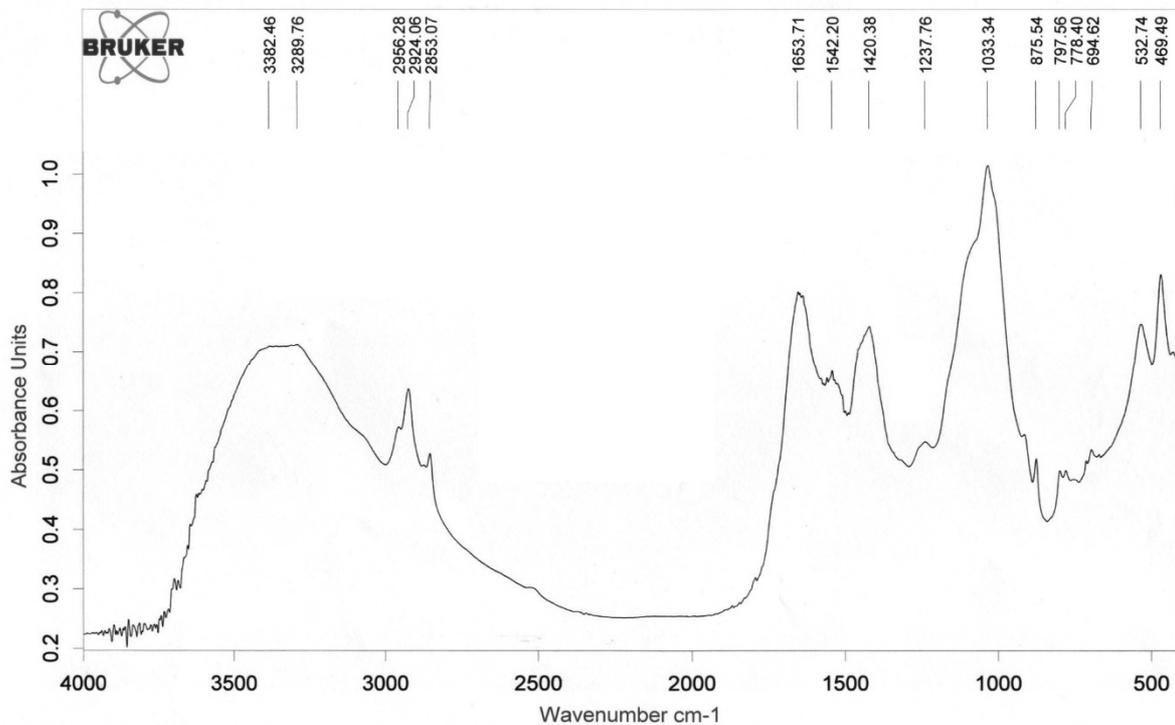


Figure III.9 : Spectre infrarouge des boues d'été.

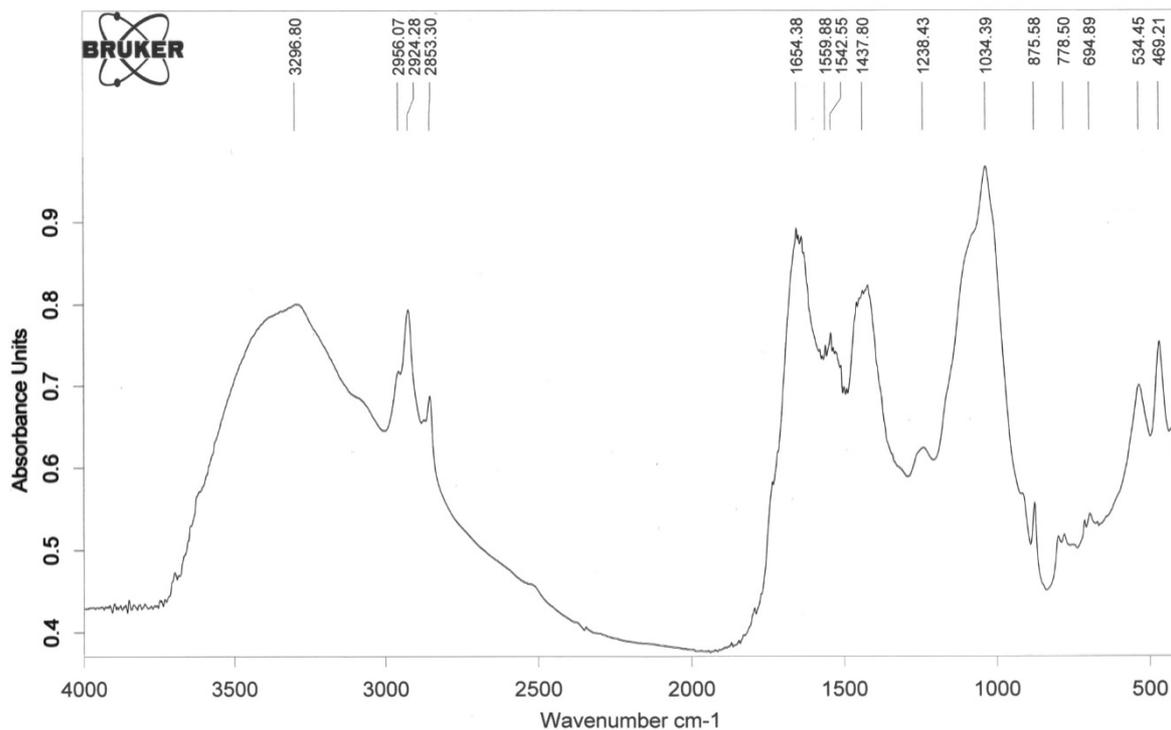


Figure III.10 : Spectre infrarouge des boues d'automne.

III.6. Conclusion

L'étude des propriétés physiques et chimiques des échantillons composites saisonniers de boues au cours de l'année 2013 mise en œuvre constitue une étape fondamentale visant à une meilleure connaissance de leurs propriétés. L'objectif est d'apporter des informations quant à la composition des boues évacuées par la STEP de Boumerdès afin de leur définir un traitement adapté.

L'échantillonnage, la conservation, le séchage ainsi que le broyage ont été effectués de la même manière pour chaque échantillon afin de minimiser les incertitudes liées aux manipulations et d'obtenir des résultats fiables.

Cette caractérisation a permis d'affirmer que les propriétés physiques des boues dans leurs globalités sont proches. Cependant des différences ont été constatées dans les caractéristiques chimiques notamment les teneurs en matières organiques et en polluants métalliques. L'analyse élémentaire des éléments mineurs montre que les boues étudiées sont faiblement polluées avec des concentrations en métaux lourds qui croissent en période froide (hiver et automne) mais qui restent inférieures à la norme Algérienne NA 17671.

Le pourcentage des matières organiques élevé (compris entre environ 45% et 61%) rend ces boues non adaptées telles quelles pour une valorisation dans les matériaux de construction. En effet les matières organiques ont des caractéristiques indésirables à cause de leur structure spongieuse, leur faible résistance mécanique (Kribi, 2005) et leur instabilité volumique dans le temps sous l'effet des charges et des variations de teneur en humidité (Liang, 2012 ; Tran, 2009). Cependant la présence de silice et d'alumine en quantités non négligeables (pourcentages de MS des aluminosilicates compris entre environ 19% et 29%), constituant la partie réactive dans les matériaux pouzzolaniques, rend la valorisation antérieure de ces boues dans le domaine de la construction comme une alternative à ne pas écarter.

Il apparaît donc que ces boues ont une composition globale stable qui procure un bénéfice permettant d'effectuer la deuxième partie du travail sur un échantillon pris dans n'importe quelle période de l'année à condition d'éliminer la matière organique. Ce qui rendra ces boues plus stable dans le temps d'une part, et valorisable dans les matériaux de constructions, d'autre part.

Pour ce faire, la calcination au laboratoire des boues, préalablement séchées, s'avère de première importance en vue d'étudier l'influence du traitement thermique sur la composition des cendres (ou résidus) obtenues à différentes températures, et ainsi obtenir la ou les températures optimales pour une valorisation adéquate. Le chapitre qui suit présente les résultats obtenus.

Chapitre IV :

**Etude de l'influence du
traitement thermique des
boues séchées sur la
composition de leurs résidus**

IV.1. Introduction

La caractérisation des cendres de boues calcinées à différentes températures dans un four de laboratoire est un moyen d'identifier la ou les températures optimales permettant d'envisager une valorisation adéquate de ces résidus dans les matériaux de construction.

Ce chapitre met la lumière sur l'influence du traitement thermique des boues sur la composition du résidu final à savoir ses propriétés physiques et chimiques en les comparant aux boues séchées de départ. Ceci permet d'obtenir des informations quant aux différents changements qui peuvent se produire lors du processus de combustion et acquérir ainsi une meilleure compréhension des phénomènes associés.

Les boues déshydratées de départ, de la STEP de Boumerdès, utilisées dans cette partie, ont un taux de matière sèche de 17,23% et un pourcentage de matières volatiles de 43,55%. Etant donné que les matières volatiles constituent le pourcentage de matière organique dans les boues et que l'activité pouzzolanique est améliorée par la calcination à partir de 550°C (Davraz et Gunduz, 2005), le traitement thermique commencera à partir de 550°C et ce jusqu'à 1000°C.

IV.2. Aspect visuel des boues séchées et calcinées

Les boues séchées et broyées de départ se présentent sous forme de poudre de couleur grise alors que les boues calcinées ont des couleurs différentes (Figure IV.1). En effet au fur et à mesure que la température de combustion augmente les grains composant le matériau passe du gris-noir vers le brun-orangé jusqu'à ce qu'ils deviennent tous bruns-orangés, visuellement, à partir de 800°C. Ce changement de couleur vers l'orangé est dû principalement à la calcination des oxydes de fer (Tribout, 2010).

De plus l'examen visuel montre que les grains formant les échantillons s'agglomèrent et la friabilité devient plus difficile par pression aux doigts avec l'élévation de la température. Ceci est un début de frittage thermique engendré par la calcination. Cependant la température de combustion n'est pas suffisamment élevée pour une forte cohésion des agglomérats.



Figure IV.1 : Aspect visuel des boues séchées et calcinées.

IV.3. Caractérisation physique

IV.3.1. Perte de masse

Le Tableau IV.1 présente les pertes de masse des boues séchées traitées thermiquement de 550°C à 1000°C pendant 3h.

La perte de masse des boues calcinées à 550°C est de 43,96%. Cette valeur est proche de celle des matières volatiles des boues de départ (43,55%) car à cette température c'est principalement la matière organique qui se décompose. Le processus de combustion de 550°C à 1000°C entraîne une augmentation de la perte de masse de 43,96% à 47,98% soit des pourcentages massiques de résidus après chaque traitement thermique allant de 52,02% à 56,04%. Cette perte de masse relativement faible (4,02%) entre 550°C et 1000°C signifie que la perte de masse la plus importante dans les boues lors de la calcination se produit à 550°C et est due à la décomposition de la matière organique.

Selon Wang et al., (2012) une haute teneur en matière organique supérieure à 40% indique que les boues sèches étudiées sont riches en matière organique et leur combustion est une source de production d'énergie qui peut être récupérée. Ceci constitue une bonne alternative dans le domaine du développement durable et qui permet une réduction du volume de ce déchet.

Tableau IV.1 : Perte de masse des boues séchées et calcinées.

Boues	BS	B550	B600	B650	B700	B750	B800	B850	B900	B950	B1000
Perte de masse (%)	-	43,96	44,04	45,65	46,03	46,20	46,77	47,20	47,23	47,30	47,98

IV.3.2. Distribution granulométrique

La distribution granulométrique des boues séchées et des cendres ainsi que les pourcentages massiques de leurs différentes fractions granulométriques respectives sont reportées sur les Tableaux IV.2 et IV.3.

Les boues séchées de départ ont une distribution de grains large dont les caractéristiques granulaires sont : un D10 de 1,01 μm , un diamètre médian (D50) de 7,96 μm et un D90 de 38,89 μm . L'augmentation de la température de combustion de 550°C à 1000°C augmente légèrement le diamètre D10 de 1,04 à 3,42 μm dans les résidus. Le diamètre médian, quant à lui, augmente plus rapidement de 8,26 et 34,55 μm . Cependant l'augmentation la plus significative est observée pour le diamètre D90 qui augmente de 40,34 à 428,93 μm de B550 à B1000, respectivement. Le grossissement des grains le plus important est observé à partir de 950°C. Ce qui est probablement dû au phénomène de frittage également observé visuellement dans la Figure IV.1. Selon Donatello et Cheeseman (2013), le frittage est essentiel dans la production de briques, de tuiles et d'agrégats légers.

Tableau IV.2 : Répartition granulométrique des boues séchées et calcinées.

Boues	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)
BS	1,01	7,96	38,89
B550	1,04	8,26	40,34
B600	1,08	8,48	41,42
B650	1,08	9,06	44,93
B700	1,13	9,78	45,00
B750	1,19	10,99	45,09
B800	1,28	11,86	53,80
B850	1,80	14,91	56,48
B900	2,35	16,07	60,71
B950	3,20	19,58	251,33
B1000	3,42	34,55	428,93

Les résultats du Tableau IV.3 montrent que les boues séchées ont une texture argilo-limono-sableuse à dominante limoneuse qui évolue en fonction de la température. En effet pendant la calcination les pourcentages des fractions argileuse et limoneuse diminuent en passant de 17,24% à 0,02% et de 54,61% à 37,52% de B550 à B1000 respectivement alors que la fraction sableuse augmente en passant de 28,15% à 62,44%. La texture devient alors limono-sableuse à dominante sableuse à 1000°C.

Tableau IV.3 : Fractions granulométriques des boues séchées et calcinées

Boues	Fraction argile (%)	Fraction limon (%)	Fraction sable (%)
BS	17,40	55,81	26,79
B550	17,24	54,61	28,15
B600	16,97	54,89	28,14
B650	16,01	53,76	30,24
B700	15,96	52,84	31,24
B750	15,88	50,4	33,71
B800	14,32	48,01	33,67
B850	10,56	47,73	41,57
B900	7,47	49,78	42,77
B950	4,85	45,7	49,41
B1000	0,02	37,52	62,44

IV.3.3. Morphologie

Afin de confirmer la distribution granulométrique obtenue précédemment, des observations au microscope électronique à balayage des boues séchées et des résidus après calcination de 550°C à 1000°C ont été effectuées donnant les micrographes de la Figure IV.2.

L'existence de grains de différentes dimensions et de morphologie irrégulières ainsi qu'une surface poreuse sont observées sur le micrographe des boues séchées révélant et confirmant l'hétérogénéité granulométrique des boues étudiées. Visuellement la combustion des boues produit des résidus de porosités plus développées comparées aux boues de départ. Ce qui est probablement dû à la décomposition de la matière organique. Les mêmes constats ont été établis par Bouzid et al.,(2008) et lors de l'étude de la pyrolyse des boues par Rio et al., (2005).

L'observation visuelle des micrographes montre aussi qu'à partir de 850°C les grains commencent à s'agglomérer. Le frittage progresse et apparait d'une façon plus prononcée sur les images des boues calcinées à 1000°C.

L'évolution de la morphologie des poudres de boues au cours de la calcination montre que l'élévation de la température provoque une soudure des grains menant à leur grossissement. Ce phénomène est en accord avec les résultats de la granulométrie obtenus précédemment (partie IV.3.2.). Cette agglomération des grains rend le matériau plus dense par réduction des porosités entre les grains. Selon Ramarosan (2008), pendant que la densification progresse au cours du

frittage, des pores s'effondrent et les pores fermés migrent vers les extrémités des côtés entraînant ainsi la manifestation simultanée de deux phénomènes : l'ouverture des pores d'un côté et la fermeture d'autres, de l'autre. L'interprétation est en accord avec les images au MEB obtenues.

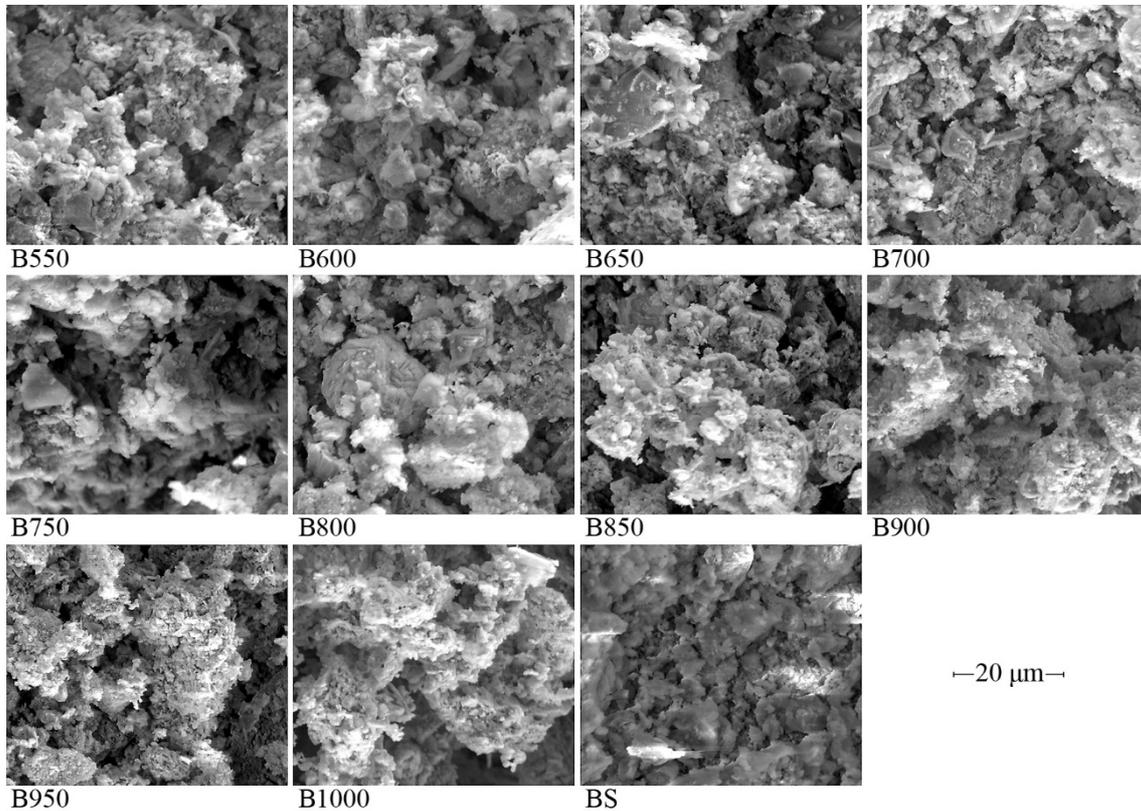


Figure IV.2 : Micrographies MEB des boues séchées et calcinées.

IV.3.4. Masses volumiques apparentes, masses volumiques réelles et porosités

Les mesures des masses volumiques apparentes (ρ_a) et réelles (ρ_r) ainsi que des porosités (ϵ) des boues séchées et calcinées sont récapitulées sur le Tableau IV.4 ci-dessous.

Tableau IV.4 : Masses volumiques, apparentes et réelles, et porosités des boues séchées et calcinées.

Boues	ρ_a (g/cm³)	ρ_r (g/cm³)	ϵ (%)
BS	0,81	2,40	65,26
B550	0,62	2,55	75,25
B600	0,65	2,69	75,67
B650	0,65	2,63	75,16
B700	0,67	2,58	74,09
B750	0,66	2,47	73,07
B800	0,72	2,67	72,98
B850	0,68	2,61	74,10
B900	0,71	2,77	74,14
B950	0,71	2,77	74,52
B1000	0,79	2,58	69,31

La masse volumique apparente des boues séchées est de 0,81 g/cm³. Elle varie entre 0,62 et 0,79 g/cm³ pour les résidus des boues calcinées entre 550°C et 1000°C. Cette diminution de la masse volumique apparente dans les cendres par rapport aux boues séchées de départ est probablement due à la décomposition de la matière organique au cours de la calcination qui entraîne une moindre adhésion entre les grains et à la méthode de mesure NF ISO 11272 utilisée.

Les valeurs du Tableau IV.4 permettent de constater que la masse volumique réelle est de 2,40 g/cm³ pour les boues séchées. Celle-ci augmente avec l'augmentation de la température de calcination et varie entre 2,47 et 2,77 g/cm³ dans les résidus obtenus et devient comparable à celle d'un sable siliceux. Cette augmentation est due principalement à la dégradation de la matière organique à 550°C rendant l'échantillon principalement minéral et les grains plus dense. L'agglomération des grains dans les résidus, constatée grâce à la granulométrie laser et observée au MEB (parties IV.3.2. et IV.3.3. respectivement), représente également une raison de l'élévation de la masse volumique réelle.

Les valeurs des masses volumiques réelles et apparentes des cendres étudiées sont similaires à celles des résidus de boues utilisées comme substituant d'une partie du ciment ou du sable dans la formulation du mortier et du béton (Chen et al., 2013). Les résultats des masses volumiques réelles sont également dans le même rang que celles des résidus de boues utilisées comme substituant d'une partie du ciment dans les mortiers (Garces et al., 2008 ; Cyr et al.,

2007) et dans les matériaux céramiques (Merino et al., 2007) ainsi que dans la fabrication des tuiles (Chen et Lin, 2009).

La porosité des boues séchées est d'environ 65% et varie entre environ 69% et 76% pour les résidus après combustion. Selon Ábrego et al., (2009) et Ramarosan et al., (2009), la porosité plus importante dans les résidus que dans les boues séchées peut être expliquée par l'évaporation du CO₂ et de l'H₂O au cours de la décomposition de la matière organique à partir de 550°C. L'élimination de l'eau résiduaire ainsi que des anions pendant le processus de combustion peuvent eux aussi contribuer à l'augmentation de la porosité (Cheng et al., 2010).

Le Tableau IV.4 montre que la porosité la plus basse pour les cendres est celle des B1000. Elle est reliée à l'augmentation de la dimension des grains des résidus par leur agglomération entraînant une coalescence ainsi qu'un frittage, d'où une réduction de la porosité. Ce qui est en accord avec les micrographes obtenus au MEB (Figure IV.2).

IV.4. Caractérisation chimique

IV.4.1. Potentiel d'hydrogène (pH)

Les mesures du pH des boues séchées et des cendres sont reportées sur le Tableau IV.5.

Le pH des boues séchées est légèrement acide (6,71). Ce qui est typiques des boues issues du traitement biologique des eaux usées municipales (Dusza et al., 2009). L'élévation de la température conduit à une augmentation significative du pH dans les résidus allant de 7,87 à 10,44 de B550 à B1000, respectivement. En effet selon Bagreev et al., (2001) et Zhang et al., (2001), l'augmentation du caractère basique avec l'élévation de la température de calcination est due au développement de sites d'azote basique et à la formation d'oxydes métalliques à caractère basique. La présence de carbonates peut également contribuer à cette basicité. Les mêmes constats ont été reportés dans des travaux antérieurs lors des études de la combustion et de la pyrolyse de boues (Yuan et al., 2015 ; Rio et al., 2005 ; Inguanzo et al., 2002 ; Zhang et al., 2001).

Le pH peut avoir une influence sur la rétention des polluants tels que les métaux lourds qui sont mieux retenus lorsque le pH est élevé (Durand, 2003). En effet, les cations métalliques peuvent se combiner avec les anions hydroxydes (OH⁻) formant des hydroxydes métalliques peu ou pas solubles (Tran, 2009).

Tableau IV.5 : pH des boues séchées et calcinées.

Boues	BS	B550	B600	B650	B700	B750	B800	B850	B900	B950	B1000
pH	6,71	7,58	7,61	7,99	8,27	8,78	9,76	9,70	10,19	10,40	10,44

IV.4.2. Conductivité électrique (CE)

Le Tableau IV.6 présente les valeurs des conductivités électriques des boues séchées et des résidus. La conductivité électrique des boues séchées à 105°C de 4,1 mS/cm montre leur richesse en sels solubles. Ce paramètre décroît légèrement de 2,6 à 1,8 mS/cm dans les boues calcinées lorsque la température augmente de 550°C à 950°C indiquant une moindre présence des sels solubles après calcination. Le même phénomène a été observé par Zhang et al., (2001) et Yuan et al., (2015) lors de la combustion et de la pyrolyse des boues d'épuration, respectivement.

Cependant une importante baisse de la conductivité électrique à 0,7 mS/cm a été mesurée dans les boues calcinées à 1000°C. Ceci signifie que les ions solubles dans les boues calcinées sont sensibles à l'élévation de la température spécialement au-delà de 950°C.

Tableau IV.6 : Conductivités électriques des boues séchées et calcinées.

Boues	BS	B550	B600	B650	B700	B750	B800	B850	B900	B950	B1000
CE (mS/cm)	4,1	2,6	2,3	2,1	2,2	2,1	2,1	2,1	2,0	1,8	0,7

IV.4.3. Perte au feu (PAF)

Les pertes au feu des boues séchées et des cendres sont regroupées dans le Tableau IV.7.

La perte au feu des boues séchées (43,73%) est plus importante que celle des résidus obtenus par calcination à 550°C (11,64%). Elle est considérable dans les boues de départ par comparaison aux cendres, signe de leurs richesses en matières organiques due à l'origine urbaine des eaux usées traitées au niveau de la STEP de Boumerdès. La perte au feu dans les cendres diminue graduellement de B550 à B1000 pour atteindre 0,4% dans les cendres calcinées à 1000°C. Ces PAF dans les cendres sont probablement dues à la décomposition dans la phase minérale ainsi que de la perte d'eau qui peut être adsorbée lors du stockage des échantillons.

Tableau IV.7 : Perte au feu des boues séchées et calcinées.

Boues	BS	B550	B600	B650	B700	B750	B800	B850	B900	B950	B1000
PAF (%)	43,73	11,64	10,62	8,52	7,18	7,00	2,50	1,99	1,79	0,70	0,40

IV.4.4. Composition chimique

IV.4.4.1. Eléments majeurs

Les pourcentages de matière sèche en éléments majeurs, sous forme d'oxydes, dans les boues séchées et dans les cendres après calcination à différentes températures, sont regroupés sur le Tableau IV.8.

Les principaux oxydes présents dans les boues sèches et dans les cendres sont : la silice (SiO_2), l'alumine (Al_2O_3), la chaux (CaO) et l'oxyde ferrique (Fe_2O_3). Ce sont les oxydes communément trouvés dans le ciment de Portland ordinaire (Lin et al., 2005 ; Lin et Lin, 2005; Monzo et al., 1996). La magnésie (MgO), l'oxyde de sodium (Na_2O), l'oxyde de potassium (K_2O), le dioxyde de titane (TiO_2), l'oxyde de manganèse (MnO) et le pentoxyde de phosphore (P_2O_5) ont été détectés dans une moindre mesure.

Le pourcentage des oxydes principaux (SiO_2 , Al_2O_3 , CaO et Fe_2O_3) dans les boues sèches est 43,74% et le pourcentage des aluminosilicates (SiO_2 et Al_2O_3) est de 30,93%. La somme des pourcentages des oxydes restants (MgO , Na_2O , K_2O , TiO_2 , MnO et P_2O_5) est inférieure à 6%.

Le Tableau IV.8 montre que la calcination augmente les teneurs des éléments majeurs dans les résidus. En effet la combustion réduit le volume des boues par la décomposition des éléments sensibles à l'élévation de la température, principalement la matière organique.

L'augmentation la plus importante a été enregistrée pour les aluminosilicates dont la somme est supérieure à 55% dans toutes les cendres et leurs pourcentages sont similaires à ceux des résidus de boues utilisés dans le mortier étudiés par Cyr et al., (2007) et Pan et al., (2003(b)).

Le pourcentage de chaux (CaO) dans les résidus varie entre 11,20% et 12,03%. Ces valeurs qui sont proches de 10 % jouent, selon Giergiczny (2006), le rôle d'activateur de réaction pouzzolanique ou d'agent de liaison en présence d'eau contribuant à la prise et au durcissement. De ce fait les cendres de boues étudiées peuvent être considérées comme un matériau pouzzolanique et hydraulique.

La présence des phosphates (P_2O_5) dans les boues séchées et dans leurs cendres provient principalement de l'utilisation de détergents domestiques (Merino et al., 2007) et confirme l'origine urbaine des eaux usées traitées au niveau de la STEP de Boumerdès. Le pourcentage des phosphates est de 1,70% dans les boues sèches. Il atteint 3,10% dans les cendres obtenues par calcination des boues à 550°C. Le Tableau IV.8 ne révèle pas de différence significative dans les teneurs en P_2O_5 entre les cendres de B550 à B1000. Ce qui indique que les phosphates sont stables thermiquement dans l'intervalle de température étudié.

Tableau IV.8 : Eléments majeurs dans les boues séchées et calcinées (en % de MS).

Boues	SiO₂	Al₂O₃	Fe₂O₃	CaO	MgO	Na₂O	K₂O	TiO₂	MnO	P₂O₅
BS	23,49	7,44	6,52	6,28	1,47	0,39	1,34	0,32	0,13	1,70
B550	41,90	13,27	11,62	11,20	2,62	0,70	2,37	0,56	0,23	3,10
B600	41,98	13,30	11,67	11,23	2,61	0,68	2,37	0,56	0,23	3,12
B650	43,23	13,68	11,95	11,57	2,70	0,70	2,48	0,58	0,22	3,10
B700	43,51	13,80	12,10	11,65	2,73	0,70	2,47	0,58	0,23	3,16
B750	43,67	13,84	12,08	11,68	2,73	0,73	2,48	0,61	0,24	3,16
B800	44,10	13,97	12,23	11,79	2,75	0,74	2,50	0,61	0,25	3,15
B850	44,48	14,06	12,36	11,88	2,78	0,73	2,50	0,62	0,24	3,19
B900	44,51	14,08	12,36	11,91	2,78	0,78	2,56	0,63	0,25	3,23
B950	44,56	14,12	12,40	11,91	2,82	0,78	2,58	0,63	0,25	3,26
B1000	45,18	14,32	12,55	12,03	2,82	0,79	2,58	0,63	0,25	3,27

IV.4.4.2. Carbonates de calcium

Les résultats de mesure des carbonates de calcium ($CaCO_3$), reportés sur le Tableau IV.9, montrent que leur pourcentage dans les résidus des boues obtenus à 550°C (11,73%) est plus élevé que celui trouvé dans les boues séchées de départ (6,17%) car la combustion réduit le volume des boues et augmente de, ce fait, la concentration des carbonates dans les cendres obtenues. La teneur en carbonates continue d'augmenter dans les résidus de boues et atteint 11,90% dans les boues calcinées à 600°C. A 650°C le pourcentage de $CaCO_3$ commence à diminuer (10,46%) en atteignant 0,75% dans les boues calcinées à 1000°C. Cette diminution est probablement due à la décarbonatation de la calcite ($CaCO_3$) en chaux (CaO) qui contribue

à l'élévation du caractère basique des cendres et qui est facilement convertible en portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) en présence d'humidité atmosphérique (Ferreiro et al., 2013).

Cependant les pourcentages en CaO mesurés (Tableau IV.8) dans les différents résidus obtenus après calcination des boues à différentes températures ne suivent pas la même tendance que les pourcentages des CaCO_3 . Cette observation ne peut être expliquée en raison des différentes méthodes d'analyses utilisées pour déterminer les teneurs des CaO et des CaCO_3 . D'autres travaux antérieurs ont confirmé la coexistence de la chaux et de la calcite dans des boues calcinées (Bouzid et al., 2008 ; Merino et al., 2007) mais aucune donnée quantitative n'a été trouvée pour des boues traitées thermiquement à différentes températures.

Tableau IV.9 : Teneurs en carbonates de calcium des boues séchées et calcinées (en % de MS).

Boues	BS	B550	B600	B650	B700	B750	B800	B850	B900	B950	B1000
CaCO_3	6,17	11,73	11,90	10,46	8,02	2,66	2,31	1,84	1,49	1,37	0,75

IV.4.4.3. Anions inorganiques (chlorures (Cl^-) et sulfates (SO_4^{2-})) et trioxyde de soufre (SO_3)

Les teneurs en ions chlorures et sulfates ainsi qu'en trioxyde de soufre ont été déterminées et reportées sur le Tableau IV.10.

Les chlorures sont corrosifs et ont une action d'accélérateur de prise et de durcissement dans les matériaux de construction. Ces ions sont détectés dans les boues séchées de départ. Ce qui est dû à l'origine urbaine des eaux usées traitées au niveau de la STEP de Boumerdès. Leurs pourcentages dans les boues calcinées sont inférieurs à leurs pourcentages dans les boues séchées et diminuent de 0,91% à 0,25% avec l'augmentation de la température de calcination de 550°C à 1000°C, respectivement. Une diminution plus significative est observée par Zhang et al., (2001). Néanmoins les pourcentages des ions chlorures dans les résidus de boues issues de la STEP de Boumerdès restent inférieurs aux exigences de la norme NF EN 197-1 pour les ciments ($\leq 1\%$).

Les ions SO_4^{2-} et les SO_3 , dont la présence influe sur la résistance à la compression des mortiers (Luo et Lin, 2007), sont également présents. Leurs pourcentages respectifs dans les boues séchées sont de 3,70% et de 3,09%. Ces teneurs diminuent de 3,48% à 0,15% pour les SO_4^{2-} et de 2,90% jusqu'à 0,12 % en ce qui concerne les SO_3 avec l'augmentation de la température de 550°C à 1000°C, respectivement. Les teneurs en SO_4^{2-} sont en accord avec celles

trouvées par Zhang et al., (2001). Les SO_4^{2-} sont des composés nécessaires pour réguler la prise des ciments mais dont la teneur importante peut provoquer des gonflements, contribuer au développement d'une fissure importante, engendrer une diminution des résistances mécaniques et peuvent également augmenter le taux d'érosion (Tran, 2009). Les sulfates dans les résidus de boues sont également en dessous du seuil toléré par la norme NF EN 197-1 pour tous types de ciments ($\leq 3,5-4\%$).

Les pourcentages de SO_3 sont très inférieurs à ceux obtenus par Monzo et al., (1996), qui a utilisé des résidus de boues dans les mortiers et similaires à ceux de Wang et al.,(2005) et Pan et al., (2003(b)) qui ont utilisé les cendres dans la formulation des mortiers et des agrégats légers.

L'évolution des pourcentages de Cl^- , SO_4^{2-} et SO_3 en fonction de la température sont en accord avec les résultats du pH obtenus précédemment (Tableau IV.5). En effet la libération des ions acides tels que Cl^- et SO_4^{2-} avec l'élévation de la température de combustion entraîne l'émission de gaz tels que SO_3 et Cl_2 . Ce qui contribue à l'élévation de la basicité des résidus obtenus (Folgueras et al., 2013 ; Pigamo et al., 2002 ; Zhang et al., 2001).

De plus l'élimination des anions pendant le processus de combustion peut contribuer à l'augmentation de la porosité (Cheng et al., 2010). Ce qui est en accord avec l'évolution de la porosité dans les boues calcinées (Tableau IV.4).

Tableau IV.10 : Anions inorganiques (en % de MS) et SO_3 dans les boues séchées et et calcinées.

Boues	BS	B550	B600	B650	B700	B750	B800	B850	B900	B950	B1000
Cl^- (%)	1,06	0,91	0,88	0,63	0,65	0,53	0,43	0,44	0,42	0,35	0,25
SO_4^{2-} (%)	3,70	3,48	3,32	3,26	3,15	2,95	2,96	2,92	1,59	1,40	0,15
SO_3 (%)	3,09	2,90	2,77	2,72	2,63	2,46	2,47	2,43	1,33	0,17	0,12

IV.4.4.4. Eléments mineurs

Le Tableau IV.11 présente la composition chimique des éléments traces métalliques dans les boues séchées et dans les cendres. Les résultats obtenus indiquent la présence d'éléments mineurs, principalement des métaux lourds tels que : le cuivre (Cu), le chrome (Cr), le plomb (Pb), le zinc (Zn) et le nickel (Ni).

Les boues séchées contiennent principalement du zinc et du chrome. Le cuivre, le plomb et le nickel sont présents dans une moindre mesure. La teneur en cadmium (Cd), par contre, est inférieure à la limite de détection de l'appareil de mesure.

Selon Yuan et al., (2015) et Lin et al., (2014), les concentrations des métaux lourds dans les cendres obtenues après calcination dépendent de leurs teneurs dans les boues séchées de départ et leurs volatilités sont influencées par la température. L'enrichissement des cendres en métaux lourds est dû à la réduction significative du volume des boues durant le processus de combustion par la décomposition, principalement, de la matière organique. Les mêmes observations ont été faites durant la pyrolyse des boues par Yuan et al., (2015) et He et al. (2010).

Durant le traitement thermique des boues à différentes températures, le cadmium reste inférieur à la limite de détection de l'appareil de mesure. Les concentrations des métaux lourds dans les cendres obtenues par calcination des boues de 550°C et à 1000°C suivent le même ordre d'importance que dans les boues séchées de départ cependant leurs concentrations changent à cause de la différence de leurs points de fusion et d'ébullition. Le plomb (Pb) contenu dans les cendres atteint sa concentration maximale de 180 mg/kg à 750°C. Au-delà de 800°C une légère vaporisation est observée avec une diminution de sa concentration pour atteindre 130 mg/kg à 1000°C. Selon Lin et al., (2014) ce phénomène est dû au fait que le plomb est un élément volatile pouvant être éliminé avec la fumée par élévation de la température. Les mêmes observations sont établies pour le zinc dont la concentration varie en raison de sa volatilité à haute température. Le Zn atteint de ce fait sa concentration maximale de 750 mg/kg à 750°C qui diminue pour atteindre 640 mg/kg à 1000°C. La teneur en cuivre dans les cendres augmente progressivement avec l'augmentation de la température. Elle atteint sa valeur maximale de 280 mg/kg à 750°C puis reste constante jusqu'à 1000°C. Le même phénomène est observé pour le nickel qui atteint sa concentration maximale de 110 mg/kg à 600°C. La teneur en chrome, par contre, augmente de 320 à 360 mg/kg de B550 à B1000, respectivement.

Les comportements du cuivre, du nickel et du chrome vis à vis de l'élévation de la température sont dus à leurs différentes hautes températures de fusion et d'ébullition. Les variations non considérables de leurs concentrations entre 550°C et 1000°C tendent à conclure que la proportion la plus importante de ces métaux reste retenue dans les résidus après combustion. Plusieurs auteurs (Corella et Toledo, 2000 ; Chen et al., 1999) expliquent l'augmentation des concentrations respectives du chrome, du cuivre et du nickel avec l'élévation de la température par leurs réactions avec les composants minéraux (SiO₂, CaO et Al₂O₃) présents dans les résidus qui peuvent les capturer ou réagir avec eux. Selon Bouzid et

al., (2008) le cuivre sera principalement adsorbé par SiO₂, par Al₂O₃ ou par la combinaison des deux.

Les concentrations en métaux lourds dans les boues calcinées montrent que bien que leurs valeurs augmentent par rapport aux boues séchées de départ, elles restent tout de même inférieures à la norme algérienne NA 17671 (Tableau III.17). De ce fait la mise à terre des boues peut être envisageable bien que la valorisation dans les matériaux de construction semble plus bénéfique.

La température optimale permettant la meilleure rétention des métaux lourds dans les cendres est celle de 750°.

Tableau IV.11 : Eléments mineurs (en mg/kg) dans les boues séchées et calcinées.

Boues	BS	B550	B600	B650	B700	B750	B800	B850	B900	B950	B1000
Cu	150	260	260	270	270	280	280	280	280	280	280
Cr	180	320	330	330	330	340	340	340	350	350	360
Pb	90	160	160	160	170	180	180	150	140	130	130
Zn	400	710	720	720	740	750	700	670	660	640	640
Ni	60	100	110	110	110	110	110	110	110	110	110
Cd	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD	<LD

LD: Limite de détection.

IV.4.5. Analyses spectrales

IV.4.5.1. Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Les spectres de DRX des boues séchées et des cendres sont représentés sur la Figure IV.3 et les différentes phases cristallographiques identifiées sont regroupées sur le Tableau IV.12.

Le spectre des boues séchées de départ indique la coexistence d'une phase amorphe, principalement due à la présence de matière organique, et d'une phase cristalline. Les phases cristallines mises en évidence sont : le quartz (SiO₂), la calcite (CaCO₃), l'hématite (Fe₂O₃), le corindon (Al₂O₃) et la rectorite ((Na,Ca)Al₄(Si,Al)₈O₂₀(OH)₄ .2 H₂O). Cette dernière est une phyllosilicate composée de mica (silicate d'aluminium et de potassium) et de smectite. La composition minéralogique des boues séchées est cohérente avec sa composition chimique (partie IV.4.4).

La composition des cendres dépend de leur origine, de la température ainsi que du temps du traitement thermique à une température donnée des boues de départ. Le quartz et l'hématite restent dans la phase cristalline des résidus après traitement thermique des boues. Ce qui signifie qu'ils sont thermiquement stables entre 550°C et 1000°C. Selon Yan et al., (2003) et Vassilev et al., (1995) l'hématite contribue à la fusion et à l'agglomération des particules durant le traitement thermique conduisant ainsi au phénomène de frittage dans les cendres. En effet la réaction du fer contenu dans l'hématite avec le quartz et les silicates d'aluminium (Wang et al., 2012) produit des silicates de fer ainsi que des silicates d'aluminium et de fer qui peuvent subir une fusion et contribuer au frittage.

Le Tableau IV.12 montre que l'augmentation de la température entraîne l'apparition de nouvelles phases minéralogiques. La disparition de la rectorite a été observée à partir de 550°C avec apparition du mica (qui est un des composants de la rectorite) et de la dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$) dans les boues calcinées à 550°C, 600°C et 650°C. Les phases cristallines apparues dans les cendres peuvent ne pas avoir été détectées dans les boues séchées de départ à cause de la présence de la matière organique qui affaiblit la proportion de la matière minérale à analyser et la place en dessous de la limite de détection de l'appareil de mesure (Chahidi Elouazzani, 2005). La combustion des boues à partir de 700°C entraîne la disparition du mica et de la dolomite de la phase cristalline. La calcite diminue à partir de 650°C dans la phase cristalline puis disparaît au-delà de 700°C à cause de la décomposition des carbonates pour former de la chaux (CaO) avec un dégagement du dioxyde de carbone (CO_2). Au-dessus de 800°C il se produit des changements dans le spectre DRX avec la disparition du corindon et l'apparition des feldspaths : l'anorthite ($\text{CaAl}_2\text{Si}_2\text{O}_8$) et l'albite ($\text{NaAlSi}_3\text{O}_8$) dans les cendres. La formation des feldspaths est due, selon Wang et al., (2012), à la réaction de Al_2O_3 et SiO_2 avec CaO . Le CaO libéré suite à la décomposition de la calcite pourrait contribuer à la formation de l'anorthite. Le corindon (Al_2O_3) contribue à la formation aussi bien de l'anorthite que de l'albite. Ce qui explique sa disparition de la phase cristalline à partir de 800°C.

Aucune transformation cristalline ne se produit entre B800 et B1000. Les principales phases minérales identifiées entre 800°C et 1000°C sont : le quartz, l'hématite et les feldspaths expliquant leur stabilité thermique dans cet intervalle de température. Le quartz et l'hématite sont des minéraux inertes vis-à-vis du ciment et de l'eau (Chen, 2012).

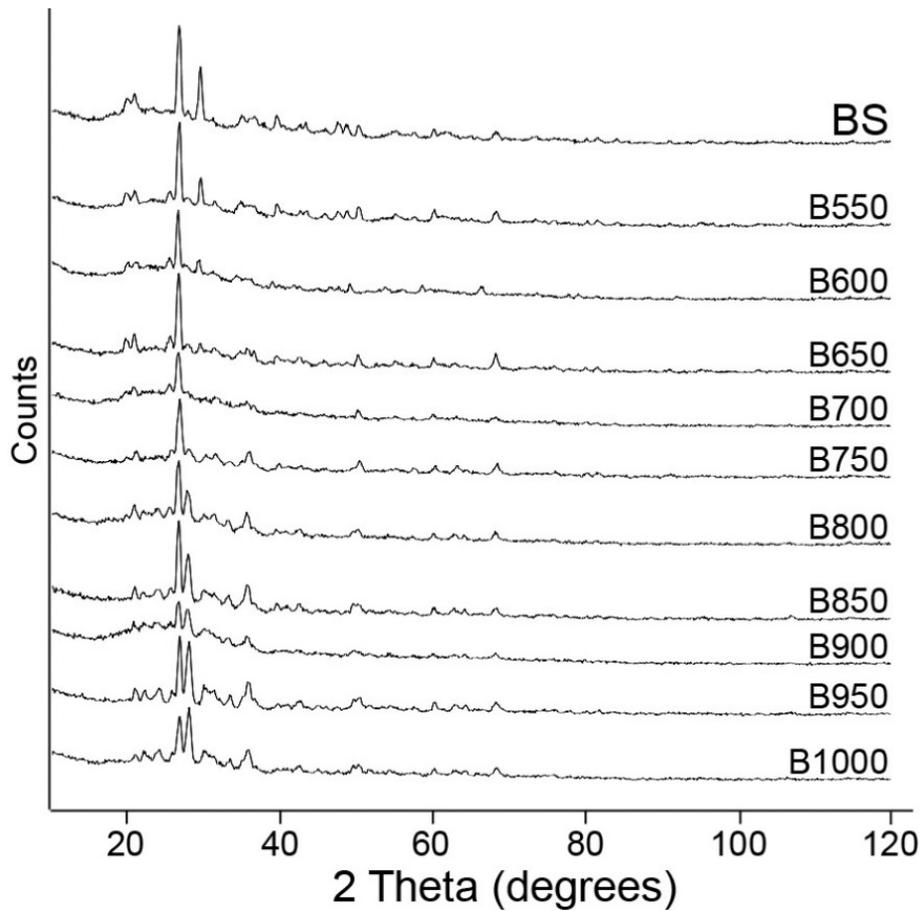


Figure IV.3 : Spectres de DRX des boues séchées et calcinées.

Tableau IV.12: Phases cristallisées dans les boues séchées et calcinées identifiées par DRX.

Boues	BS	B550, B600 et B650	B700 et B750	B800, B850, B900, B950 et B1000
Phases cristallines	Quartz Calcite Hématite Corindon Rectorite	Quartz Calcite Hématite Corindon Mica Dolomite	Quartz Hématite Corindon	Quartz Hématite Anorthite Albite

IV.4.5.2. Analyse par spectrométrie infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

Les boues de la STEP de Boumerdès ont été analysées avant et après calcination. La Figure IV.4 présente les spectres infrarouges des boues séchées et calcinées de 550°C à 1000°C. Le Tableau IV.13 rassemble les nombres d'ondes des différentes bandes et des différents pics identifiés dans les boues séchées et dans les cendres.

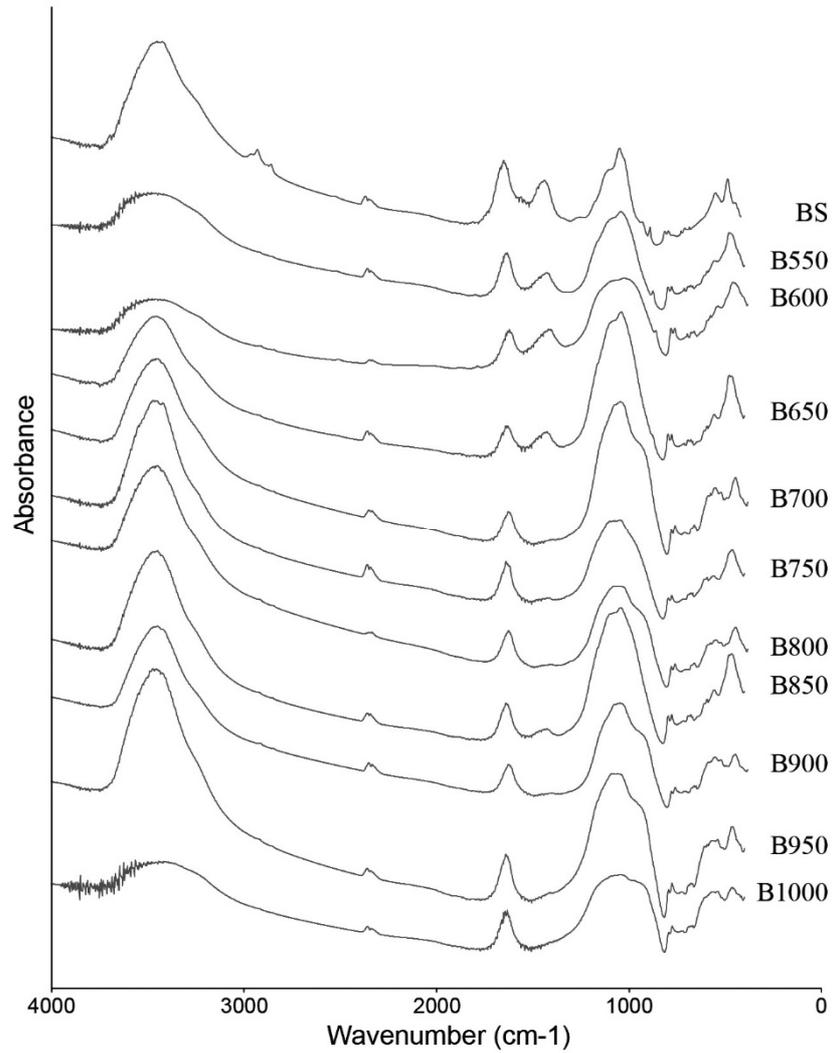


Figure IV.4 : Spectres infrarouges des boues séchées et calcinées.

Tableau IV.13 : Nombres d'ondes des bandes et des pics d'absorbance dans les boues séchées et calcinées.

Boues	BS	B550	B600	B650	B700	B750	B800	B850	B900	B950	B1000
Nombres d'ondes (en cm⁻¹)	3407	3417	3417	3452	3452	3431	3452	3448	3471	3454	3400
	2956	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	2937	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	2846	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	2352	2358	2345	2343	2343	2343	2345	2343	2343	2343	2341
	1639	1633	1633	1631	1639	1637	1637	1637	1637	1639	1633
	1425	1427	1415	1425	-	-	-	-	-	-	-
	1033	1041	1041	1041	1058	1047	1060	1041	1060	1060	1062
	914	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	875	875	875	-	-	-	-	-	-	-	-
	779	779	779	779	779	777	777	779	777	777	775
	649	678	678	678	686	667	676	692	663	667	667
	532	555	555	557	594	594	567	594	594	545	559
	468	478	466	472	464	462	462	474	466	466	461

1) Interprétation du spectre infrarouge des boues séchées

Du fait de la richesse des boues étudiées en matière organique, différents groupements fonctionnels seront identifiés par analyse infrarouge. Certaines structures inorganiques peuvent également contribuer à la formation du spectre obtenu. L'interprétation des résultats a été établie en se référant à des travaux antérieurs (Chen et al., 2015 ; Peng et al., 2015 ; El Fels et al., 2014 ; Dahhou et al., 2012 ; Elouazzani et al., 2012 ; Wang et al., 2011 ; Cheng et al., 2010 ; Fernández et al., 2010 ; Husillos Rodríguez et al., 2010 ; Ábrego et al., 2009 ; Rattanasak et Chindaprasirt, 2009 ; Baltakys et al., 2007 ; Barth, 2007 ; Thipkhunthod et al., 2007 ; Jha et al., 2006 ; Ait Baddi et al., 2004 ; Guibaud et al., 2003 ; Mansuy et al., 2001 ; Piccolo et al., 1992 ; Farmer, 1968)

La large bande centrée aux alentours de 3400 cm⁻¹ correspond aux vibrations d'élongation des liaisons O-H et N-H. Ceci peut indiquer la présence des groupements alcools, acides carboxyliques, amines ou amides. Certains auteurs correspondent cette bande à la présence de l'eau, probablement due à l'humidité qui peut être absorbées par l'échantillon avant analyse. Les pics d'intensités faibles apparents aux alentours de 2956, 2937 et 2846 cm⁻¹ peuvent être attribués à la vibration d'élongation de C-H dans les structures aliphatiques contenues dans la matière organique.

Le pic d'absorbance correspondant au CO₂ se trouve aux alentours de 2350 cm⁻¹ et à environ 690 cm⁻¹. Ce qui peut être dû à la combustion des hydrocarbures légers à des températures plutôt faibles allant jusqu'à 105°C, température à laquelle les boues ont été séchées. Le pic prononcé aux environs de 1639 cm⁻¹ peut correspondre aux composés aromatiques, aux amides primaires, aux amines et aux acides carboxyliques. La bande s'étalant entre 1500 et 1400 cm⁻¹ révèle la présence des ions carbonates (CO₃²⁻) qui confirme la présence de la calcite identifiée par DRX (Tableau IV.12). Le pic faible qui se situe autour de 875 cm⁻¹ révèle également la présence de calcite.

Le pic prononcé aux environs de 1033 cm⁻¹ peut être attribué aux vibrations d'élongation de C-O et N-H des alcools, des amines ou des amides. Ils peuvent également être attribués aux vibrations d'élongation de Si-O-Si dans le quartz. Ce qui est en accord avec le spectre DRX (Tableau IV.12).

La vibration Al-OH apparaît à 914 cm⁻¹. Ce mode d'élongation est également observé à 694, à 532 et à 468 cm⁻¹. Certains auteurs (Fernández et al., 2010 ; Baltakys et al., 2007) attribuent la bande aux alentours de 468 cm⁻¹ à la vibration O-Si-O dans le quartz. Le double pic à environ 780 cm⁻¹ peut correspondre aux vibrations d'élongation symétrique de Si-O dans le quartz.

Enfin les pics qui se situent au-dessous de 900 cm⁻¹ peuvent être également dus aux matières organiques spécialement aux structures aromatiques, aux amines, aux amides, aux phosphates ou aux sulfures.

2) Interprétations des spectres infrarouges des cendres

La combustion des boues séchées à différentes températures engendre quelques changements dans les spectres infrarouges des résidus obtenus. La large bande aux alentours de 3400 cm⁻¹ ne disparaît pas avec l'augmentation de la température. Elle diminue d'intensité entre 550°C et 600°C puis augmente encore une fois graduellement entre 650°C à 900°C pour diminuer encore une fois à 1000°C. Ce comportement inhabituel qui apparaît uniquement dans cette étude pourrait être dû à la rupture de certaines liaisons de quelques groupements fonctionnels jusqu'à 600°C puis leur recombinaison dans la phase minérale au-delà de 650°C et enfin leurs décompositions à 1000°C. Cette bande pourrait également être due à l'évaporation de l'eau provenant de la combustion de la matière organique ou de l'eau résiduaire absorbée par les cendres lorsque les échantillons sont conservés dans l'attente d'être analysés.

Les pics d'absorbance du dioxyde de carbone dans les cendres aux alentours de 2350 cm⁻¹ et 690 cm⁻¹ sont probablement dus à la décomposition des carbonates au cours du traitement thermique qui dégage du CO₂.

La disparition des pics présents initialement dans les boues séchées entre 2960 et 2800 cm^{-1} indique l'élimination des hydrocarbures aliphatiques à 550°C lors de la décomposition de la matière organique.

Selon Ábrego et al., (2009), durant le traitement thermique la persistance de la bande d'absorption à environ 1630 cm^{-1} est due à la présence des acides aminés. Ce qui expliquerait l'augmentation du caractère basique et donc du pH des cendres avec l'augmentation de la température de calcination (Partie IV.4.1.).

Les larges bandes par chevauchement de pics à 1100-900 cm^{-1} apparues sur les spectres au cours de la calcination peuvent être dues à la décomposition des phases siliceuses et à la formation de nouvelles phases cristallines telles que l'anorthite (Jha et al., 2006). L'albite peut également être obtenue par la décomposition de phases siliceuses. La formation des feldspaths (anorthite et albite) provoque, de ce fait, l'élargissement de la bande entre 590 et 530 cm^{-1} dans les spectres des cendres obtenues. Ces déductions sont confirmées par l'analyse DRX (Tableau IV.12.).

L'intensité du pic qui se situe à environ 1425 cm^{-1} diminue de B550 à B650 puis disparaît à 700°C. Ce qui confirme la décomposition des carbonates durant le processus de combustion. Le même phénomène est observé pour la bande d'absorption à 875 cm^{-1} qui disparaît à partir de 650°C. De ce fait les carbonates se décomposent dans l'intervalle de température compris entre 650°C et 700°C. Cette décarbonatation des carbonates en chaux vive (CaO) contribue également à l'augmentation de la basicité des résidus obtenus après calcination des boues séchées.

Il n'y a pas de changements significatifs dans les spectres des boues calcinées dans la région spectrale comprise entre 800 et 500 cm^{-1} qui caractérise principalement la matière minérale et plus particulièrement le quartz. Ceci est dû à sa résistance à l'élévation de température dans l'intervalle étudié qui est confirmée par les spectres de DRX.

Les changements les plus importants dans les spectres des résidus par rapport aux boues séchées de départ se passent lors de la calcination à 550°C. Ce qui confirme la perte de masse maximale obtenue après traitement thermique à cette température (Tableau IV.1) et la richesse des boues étudiées en matières organiques.

IV.5. Conclusion

Le traitement thermique des boues vise à l'étude de l'influence de la température sur la composition des résidus obtenus en vue de déterminer le ou les températures optimales permettant d'obtenir un résidu le plus réactif pour une valorisation adéquate.

La caractérisation physique a montré des transformations texturales et structurales mettant en évidence le phénomène de frittage thermique. La teneur non négligeable des boues en matière organique permet non seulement de procéder à sa combustion pour produire de l'énergie mais aussi à réduire le volume du résidu à valoriser.

La caractérisation chimique a montré que l'élévation de la température de calcination de 550°C à 1000°C permet d'obtenir des cendres essentiellement constituées de phases minérales ayant un caractère basique qui permet une meilleure rétention des polluants dans les cendres, notamment des métaux lourds. Ces derniers restent tout de même inférieurs à la norme algérienne NA 17671. Les boues calcinées semblent, selon la température de calcination, être intéressantes dans la production de briques, de tuiles, d'agrégats légers et dans la formulation du mortier et du béton. Ces derniers (béton et mortier) sont notre choix de valorisation des boues calcinées à la température qui permet une meilleure rétention des métaux lourds et qui est celle de 750°C.

Chapitre V :

**Valorisation des boues
calcinées dans les matériaux
cimentaires : Etude
expérimentale à l'échelle du
mortier.**

V.1. Introduction

Ce chapitre présente d'abord les caractéristiques physiques et chimiques du ciment utilisé ainsi que des cendres de boues employées. Ensuite les résultats d'essais mécaniques sur des mortiers, dont le ciment a été substitué par différents pourcentage de cendres de boues, sont donnés afin de tenter de les interpréter.

La température de calcination de 750°C des boues, préalablement séchées, a été déduite grâce aux résultats obtenus dans le chapitre précédent. A noter que l'étude sur des formulations de mortiers a pour avantage la facilité de manipulation au laboratoire par rapport aux bétons tout en se rapprochant de ces derniers.

V.2. Propriétés physiques et chimiques du ciment et des cendres de boues

V.2.1. Ciment

Le ciment CPA CEM I 42,5 choisi a un pH de 11,58, une densité de 3,16 g/cm³ et une surface spécifique de 3135 g/cm². Sa composition chimique ainsi que sa répartition granulométrique sont reportées sur les tableaux ci-après :

Tableau V.1 : Composition chimique du ciment (en %).

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	K ₂ O	Na ₂ O	SO ₃	Cl ⁻	PAF
22,43	5,31	4,82	63,85	1,46	0,39	0,18	1,74	0,07	1,57

Tableau V.2 : Répartition granulométriques du ciment.

Ciment	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)
	2,58	20,67	55,24

V.2.2. Boues calcinées

Les boues fraîches prélevées de la STEP de Boumerdès ont été préalablement séchées, calcinées à 750°C, puis broyées dans le même broyeur à boulets utilisés précédemment pour la caractérisation des cendres de boues (Chapitre IV). La caractérisation chimique et physique a été encore une fois établie afin de s'assurer de la stabilité de composition des boues utilisées

durant la période d'étude en l'occurrence les cendres obtenues par calcination des boues à 750°C. Les résultats d'analyse et d'essais sont donnés dans les tableaux ci-dessous :

Tableau V.3 : Composition chimique des boues calcinées (en % de MS).

SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	Na ₂ O	K ₂ O	TiO ₂	MnO	P ₂ O ₅	CaCO ₃	SO ₃	Cl ⁻	PAF
42,43	14,15	12,88	10,93	2,26	0,94	3,40	0,40	0,27	4,10	1,96	2,28	0,43	5,76

Tableau V.4 : Teneurs en éléments mineurs des boues calcinées (en mg/kg).

Cu	Cr	Pb	Zn	Ni	Cd
290	420	200	840	150	<LD

LD: Limite de détection de l'appareillage.

Tableau V.5 : Répartition granulométrique, pH et masse volumique des boues calcinées.

Boues calcinées	D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)	pH	ρ _r (g/cm ³)
	1,51	11,39	47,75	9,07	2,55

En comparant la composition des cendres de boues utilisées dans cette partie à celles précédemment étudiées (Chapitre IV), il s'avère que leurs caractéristiques aussi bien physiques que chimiques sont proches indiquant de ce fait une stabilité de composition des boues de la STEP de Boumerdès durant la période d'étude.

La répartition granulométrique des boues calcinées (Tableau V.5) est légèrement inférieure à celle du ciment choisi (Tableau V.2). Ceci est également le cas du pH et de la masse volumique.

Les sulfates ainsi que les chlorures aussi bien dans les cendres de boues que dans le ciment (Tableaux V.1 et V.3) sont en dessous du seuil toléré par la norme NF EN 197-1 pour les ciments.

V.3. Performances mécaniques

Les tests de résistances mécaniques de flexion et de compression ont été réalisés selon la norme NF EN 196-1 sur une série de mortiers dont le ciment a été substitué de 5% à 30% par les cendres de boues (Tableau II.1) comme décrit dans le Chapitre II. Un mortier non substitué a

également été confectionné afin de servir comme référence pour l'étude de l'influence de la substitution sur les performances mécaniques à 2 jours, 7 jours et 28 jours de maturation.

V.3.1. Résistance en flexion trois points

Les résistances mécaniques de la rupture en flexion trois points, en fonction de la durée de la cure, obtenues sur trois éprouvettes de mortier pour chaque âge et pour chaque formulation sont présentées dans le Tableau V.6 et sur la Figure V.1.

Tableau V.6 : Résistances mécaniques en flexion trois points (R_f) à différents âges.

Mortiers	Résistances en flexion					
	2 jours		7 jours		28 jours	
	R_f (MPa)	R_{fMi} / R_{fM0} (%)	R_f (MPa)	R_{fMi} / R_{fM0} (%)	R_f (MPa)	R_{fMi} / R_{fM0} (%)
M0	3,5	100,0	5,6	100,0	7,3	100,0
M5	3,5	100,0	5,6	100,0	7,4	101,4
M10	3,5	100,0	5,7	101,7	7,4	101,4
M15	3,2	91,4	5,3	94,6	7,5	102,7
M20	3,0	85,7	4,9	87,5	7,0	95,9
M25	2,8	80,0	4,7	83,9	6,9	94,5
M30	2,7	77,1	4,6	82,1	6,8	93,2

M0 : mortier témoin non substitué.

Mi : mortier dont le ciment est substitué par un pourcentage de boues (i : 5, 10, 15, 20, 25, et 30%).

R_{fMi} / R_{fM0} : résistance résiduelle en flexion (%).

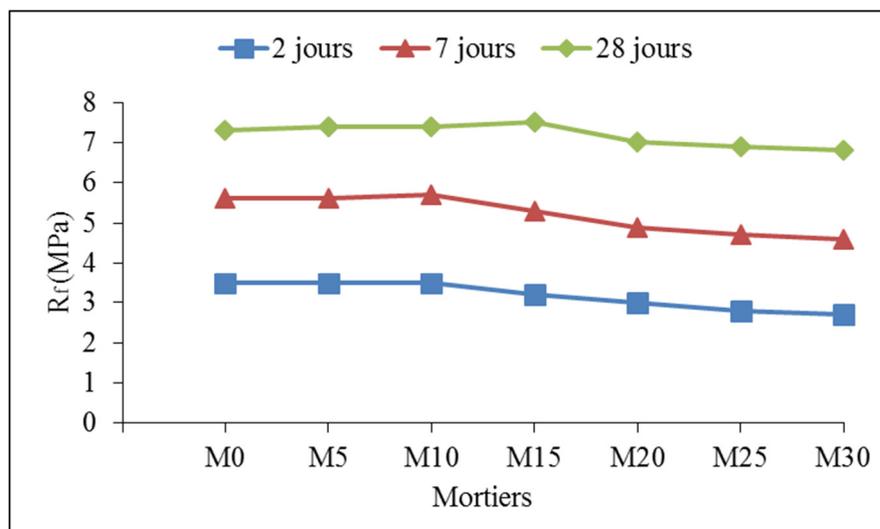


Figure V.1 : Effet de la substitution du ciment par les boues calcinées sur la R_f des mortiers.

Les résultats obtenus (Tableau V.6) montrent que la résistance en flexion dans les mortiers évolue en fonction de l'âge et ce comme suit :

- **A 2 jours de cure :** la résistance en flexion dans les mortiers substitués M5 et M10 restent similaires au mortier témoin. Cette résistance diminue de 9% à 23% environ de M15 à M30, respectivement par rapport au mortier de référence (M0).
- **A 7 jours de cure :** la résistance en flexion suit la même tendance que les éprouvettes âgées de 2 jours. La résistance augmente d'environ 2% pour les mortiers substitués avec 10% de cendres pour diminuer de 5% dans les M15 et atteindre une baisse de 18% dans les M30 par rapport au mortier témoin (M0).
- **A 28 jours de cure :** les mêmes observations que celles des éprouvettes au jeune âge (2 et 7 jours) sont établies avec une augmentation légèrement plus élevée et une diminution moins importante en fonction du taux de substitution du ciment par les boues calcinées. Une hausse de résistance en flexion atteignant presque 3% pour les M15 qui diminue progressivement de M20 à M30 de 4% à 7%, respectivement.

De ce fait, à 28 jours de cure les mortiers substitués à moins de 20% sont plus performants en flexion que les mortiers témoins (M0) et la baisse de performances en flexion diminue avec l'âge.

V.3.2. Résistance en compression

Les résistances mécaniques en compression obtenues sur six demi-éprouvettes issues du test précédent (flexion trois points), en fonction du temps de cure, sont indiquées dans le Tableau V.7 et sur la Figure V.2. Les essais de résistance en compression sont essentiels pour caractériser la faisabilité de la valorisation ainsi que la qualité générale du produit final obtenu.

Tableau V.7 : Résistances mécaniques en compression (R_c) à différents âges.

Mortiers	Résistances en compression					
	2 jours		7 jours		28 jours	
	R_c (MPa)	R_{cMi} / R_{cM0} (%)	R_c (MPa)	R_{cMi} / R_{cM0} (%)	R_c (MPa)	R_{cMi} / R_{cM0} (%)
M0	17,3	100,0	32,1	100,0	43,7	100,0
M5	17,4	100,6	33,2	101,1	43,9	100,5
M10	17,6	101,7	33,5	102,4	44,2	101,1
M15	17,1	98,8	31,9	99,4	45,1	103,2
M20	16,0	92,5	30,7	95,6	43,5	99,5
M25	14,5	83,8	28,9	90,0	42,8	97,9
M30	13,6	78,6	27,4	85,4	42,0	96,1

M0 : mortier témoin non substitué.

Mi : mortier dont le ciment est substitué par un pourcentage de boues (i : 5, 10, 15, 20, 25, et 30%).

R_{cMi} / R_{cM0} : résistance résiduelle en compression (%).

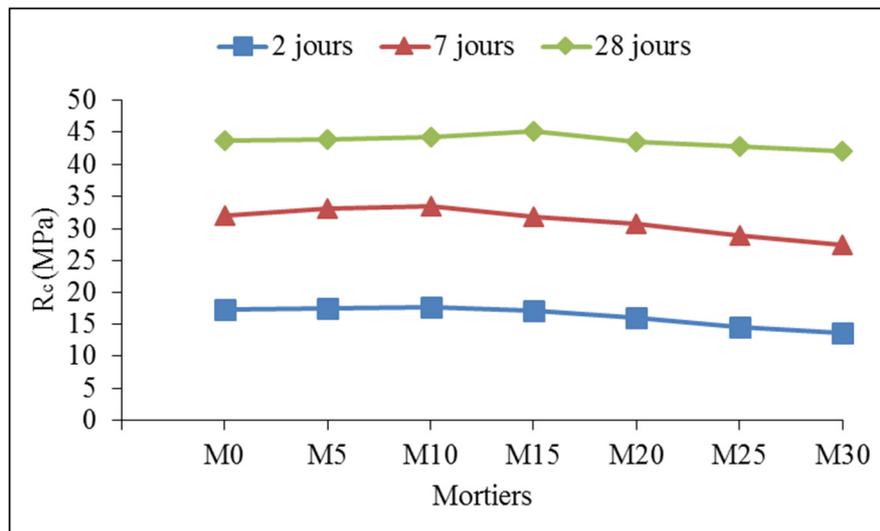


Figure V.2 : Effet de la substitution du ciment par les boues calcinées sur la R_c des mortiers.

Les résultats des résistances en compression évoluent également en fonction de l'âge des éprouvettes mais différemment des résistances en flexion. Les résultats du Tableau V.7 indiquent ce qui suit :

- **A 2 jours de cure** : la résistance en compression augmente légèrement dans le mortier M5 d'environ 0,6% pour atteindre son maximum dans le mortier M10 avec une légère hausse de résistance d'environ 2% par rapport au mortier témoin pour diminuer à partir de M15 en atteignant une résistance de 13,6 MPa dans les mortier M30 soit une perte de résistance de plus de 21%.

- **A 7 jours de cure :** la résistance en compression subit la même tendance que pour les mortiers âgés de 2 jours avec des gains en résistance un peu plus élevés et des pertes légèrement moins élevés. Le maximum de résistance (33,5 MPa) est mesuré pour les mortiers M10 avec un léger gain d'environ 2% par rapport au mortier témoin. Ce gain diminue légèrement d'environ 1% dans les mortiers M15 pour baisser encore plus à partir de M20 d'environ 4% et atteindre une résistance en compression de 27,4 MPa soit une perte d'environ 15% en résistance dans les mortiers substitués avec 30% de cendres (M30).
- **A 28 jours de cure :** l'évolution des résistances en compression dans ces mortiers changent par rapport à celles des mortiers aux jeunes âges. Le gain de résistance augmente à partir des mortiers M5 en atteignant son maximum d'environ 3%, par rapport au mortier de référence, dans les mortiers substitué avec 15% de cendres (i.e. M15) pour baisser doucement à partir de 20% de substitution (M20) pour atteindre une perte d'environ 4% dans les mortiers M30.

De même que pour la flexion, les résistances en compression à 28 jours de cure dans les mortiers substitués à moins de 20% sont légèrement supérieures à celles des mortiers témoins (M0) et la baisse de performances en compression se trouve diminuées avec l'âge.

La légère augmentation des résistances aussi bien en flexion qu'en compression dans les mortiers substitués à 28 jours de cure par rapport à ceux aux jeunes âges peut être due à un renforcement de la structure du mortier au cours de son vieillissement par le remplissage progressif des pores d'où l'augmentation progressive des résistances à un taux de substitution inférieur à 20% en boues calcinées. Ce comportement peut indiquer, de ce fait, l'activité pouzzolanique des cendres qui augmente progressivement et lentement avec l'âge du mortier. Cependant la diminution de cette résistance au-delà de 20% de substitution pourrait être due à la morphologie irrégulière des cendres leur conférant un aspect poreux qui peut influencer négativement (gonflement) sur les performances mécaniques du mortier pouvant prendre le dessus sur leur activité pouzzolanique et réduire ainsi les résistances qui se trouvent réduites.

Il s'avère d'après les résultats obtenus précédemment que les performances en flexion se trouvent légèrement plus atteintes par la substitution que celles en compression. Ceci signifie que la flexion est plus sensible que la compression lors de la substitution du ciment par les cendres de boues.

V.4. Conclusion

Les éprouvettes confectionnées permettent d'apprécier l'effet du taux de substitution du ciment par les cendres de boues sur les performances mécaniques du mortier. Les résultats indiquent que l'ajout de boues calcinées dans le ciment influe aussi bien sur les résistances en flexion que sur la résistance en compression. Ces dernières se trouvent même augmentées par l'ajout de déchets dans la matrice mortier. Une substitution du ciment par les cendres de boues jusqu'à 15% ne présente aucun effet négatif sur les résistances des mortiers à 28 jours de cure et permet même de les améliorer. Ces résultats peuvent être extrapolés aux bétons et rendent ainsi l'ajout des cendres de boues en tant que substituant d'une partie du ciment comme une alternative prometteuse.

Conclusion générale

Cette étude s'est intéressée à la caractérisation des boues résiduaire de la STEP de Boumerdès en vue de leur identifier un traitement approprié afin de les valoriser dans le domaine de la construction.

La démarche adoptée au cours de ce travail de recherche a tout d'abord été portée sur la caractérisation, saisonnière approfondie, physique et chimique des boues et ce durant une année afin de recueillir un maximum d'informations utiles quant à leur composition et à leur stabilité sur le long terme en fonction du climat afin de leur proposer un traitement adéquat.

Les résultats obtenus montre des points de similitude mais également de légères différences entre les poudres de boues saisonnières dont les plus importants :

- Distribution large des grains de formes irrégulières, des masses volumiques apparentes et réelles relativement faibles ainsi que des porosités importantes.
- pH légèrement acides et conductivité électrique plus importante en été en raison de la consommation importante d'eau pendant cette saison.
- Richesse en matières organiques (44,79-60,99 %) dont le taux est plus important en saisons froides (hiver et automne).
- Teneurs en aluminosilicates comprises entre 19,19% et 28,69% et taux de phosphates (P_2O_5) plus important en période chaude. L'abondance des carbonates ($CaCO_3$) est plus grande en saison froide (hiver).
- Identification des mêmes principaux polluants dans chacune des boues saisonnières, à savoir : Cr, Cu, Pb et Zn. Leurs concentrations sont plus élevées en période froide (hiver et automne) à cause de la pluie et du réseau d'assainissement unitaire.

Les résultats obtenus de la première étape du travail montre que la variation la plus importante dans la composition des boues saisonnières réside dans leurs teneurs en matière organique. Sachant que cette dernière peut influencer négativement sur les matériaux de construction, il a été décidé de l'éliminer et ce par calcination. Les boues préalablement séchées ont de ce fait subi un traitement thermique (calcination) à partir de 550°C, afin de s'assurer de la dégradation de la matière organique, jusqu'à 1000°C pour déterminer la ou les températures optimales permettant une valorisation adéquate. Les analyses chimiques et physiques des boues calcinées ont permis de donner les résultats suivants :

- Réduction considérable du volume des boues après calcination due principalement à la dégradation de la matière organique dont la teneur est non négligeable (>40%).
- Transformations texturales et structurales conduisant au développement de la porosité, à la densification, au grossissement et à la consolidation des grains et mettant en évidence le frittage thermique de la phase minérale qui se manifeste à partir de 950°C.
- Masses volumiques réelles (2,55-2,77 g/cm³) et apparentes (0,62-0,79 g/cm³) similaires à celles des cendres de boues utilisées dans la formulation du mortier, du béton et des matériaux céramiques.
- Accroissement du caractère basique (de 7,58 à 10,44) avec l'élévation de la température de calcination.
- Présence des principaux oxydes (SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃, CaO) communément identifiés dans les ciments et dont les teneurs augmentent avec l'augmentation de la température de calcination. Pourcentages considérables en aluminosilicates (>55%) permettant de considérer les cendres comme de bons candidats dans la formulation du mortier et du béton. Teneur en chaux supérieures à 10% permet de considérer ces boues calcinées comme matériaux pouzzolaniques.
- Teneurs en SO₄²⁻ et Cl⁻ au-dessous des seuils tolérés dans les ciments (NF EN 197-1).
- Métaux lourds (Cu, Cr, Pb, Zn, Ni) concentrés dans les boues calcinées et aucune vaporisation significative n'est observée : Cu, Pb et Zn atteignent leurs concentrations maximales à 750°C, alors que Ni l'atteint à 600°C. La teneur du Cr continue d'augmenter en raison de sa haute température de vaporisation. Les concentrations en métaux lourds dans toutes les boues calcinées restent inférieures à la norme NA 17671.
- Persistance dans la phase minéralogique du quartz et de l'hématite, minéraux inertes vis-à-vis du ciment et de l'eau. Décomposition de la calcite entre 650°C et 700°C et stabilité dans la composition de la phase cristalline à partir de 800°C.

De ce fait une calcination des boues à 750°C est choisie et apparaît la plus adaptées à une meilleure rétention globale des métaux lourds tout en ayant des propriétés intéressantes pour leur utilisation dans la formulation des matériaux cimentaires en l'occurrence du béton en tant que substituant d'une partie du ciment. L'objectif de la troisième partie est d'évaluer l'influence de cette substitution sur les performances mécaniques du matériau. Le choix de la valorisation s'est porté sur le béton en raison des accroissements incessants de son utilisation dans le bâtiment. L'étude expérimentale est réalisée sur mortier pour des raisons purement d'ordre pratique et parce qu'il existe une forte analogie entre le comportement du béton et celui du

mortier. Des formulations sont réalisées, avec des taux de substitution allant de 0% à 30% par les boues calcinées, et soumises aux essais de résistances en flexion et en compression.

Les résultats obtenus révèlent que l'utilisation des boues calcinées dans la formulation de matériaux cimentaires notamment du béton en tant que substituant d'une partie du ciment peut diminuer grandement la consommation de ce dernier tout en améliorant les performances mécaniques. Les mortiers substitués ont montrés des performances en flexion et en compression similaires et même légèrement plus élevés que les mortiers de référence. Les gains les plus importants ont été apportés par un taux de substitution optimum de 15%.

En somme cette étude a permis de déduire qu'une calcination contrôlée permet d'obtenir un résidu avec des propriétés adaptées à la valorisation souhaitée. Ce qui procure un bénéfice indéniable. Ces résidus sont essentiellement quartzeux avec des caractéristiques communes à des sables classiquement utilisés en génie civil et dépourvus de matières organiques. Une calcination entre 700°C et 800°C pendant 3h permet de générer des cendres ayant des propriétés intéressantes pouvant être proposées pour une valorisation dans les matériaux à base de ciment tels que le mortier et le béton et qui permettent même d'améliorer les performances mécaniques avec un taux de substitution de 15%. Une calcination à 950°C permet d'envisager l'utilisation des résidus de la calcination des boues de la STEP de Boumerdès dans la fabrication des briques, des tuiles et des agrégats légers. Sans oublier que la combustion est une source de production d'énergie qui peut être récupérée. Elle permet non seulement de produire de l'énergie par combustion mais aussi de réduire considérablement le volume du résidu à valoriser. Ce qui est intéressant dans le domaine de l'industrie du bâtiment. Cela ouvre des perspectives très prometteuses en ce qui concerne la valorisation des résidus de la calcination des boues.

Les **perspectives** intéressantes qui apparaissent et qui peuvent être envisagées dans le prolongement de ce travail de recherche sont :

- Optimisation des teneurs en boues calcinées dans la fabrication des tuiles ou des briques et évaluation de l'influence de leurs introductions sur les propriétés mécaniques du matériau considéré.
- Evaluation de l'impact de la valorisation des boues dans les matériaux cimentaires sur la durabilité du matériau.

Références bibliographiques

Ábrego J., Arauzo J., Sanchez J. L., Gonzalo A., Cordero T., Rodríguez-Mirasol J., Structural changes of sewage sludge char during fixed-bed pyrolysis. *Industrial and Engineering Chemistry Research*, 48, 2009, 3211-3221.

Ait Baddi G., Albuquerque J. A., González J., Cegarra J., Hafidi M., Chemical and spectroscopic analyses of organic matter transformations during composting of olive mill wastes. *International Biodeterioration and Biodegradation*, 54, 2004, 39-44.

Al-Sayed M. H., Madany I. M., Rahman A., Buali M., Use of sewage sludge ash in asphaltic paving mixes in hot regions. *Construction and Building Materials*, 9(1), 1995, 19-23.

Albrecht R., Le Petit J., Calvert V., Terrom G., Périsol C., Changes in the level of alkaline and acid phosphatase activities during green wastes and sewage sludge co-composting. *Bioresource Technology*, 101, 2010, 228-233.

Amadou H., Modélisation du séchage solaire sous serre des boues de stations d'épuration urbaines, Thèse de Doctorat, Université Louis Pasteur - Strasbourg I, 2007.

Amir S., Jouraiphy A., Meddich A., El Gharous M., Winterton P., Hafidi M., Structural study of humic acids during composting of activated sludge-green waste: Elemental analysis, FTIR and ¹³C NMR. *Journal of Hazardous Materials*, 177, 2010, 524-529.

Azni I., Katayon S., Effects of high temperature melting on fractionation of heavy metals in sewage sludge. *Journal of Environmental Science and Health: Part A*, 37(6), 2002, 1123-1131.

Baeza-Brotons F., Garces P., Paya J., Saval J. M., Portland cement systems with addition of sewage sludge ash. Application in concretes for the manufacture of blocks. *Journal of Cleaner Production*, 82, 2014, 112-124.

Bagreev A., Bandosz T. J., Locke D. C., Pore structure and surface chemistry of adsorbents obtained by pyrolysis of sewage sludge-derived fertilizer. *Carbon*, 39, 2001, 1971-1979.

Baltakys K., Siauciunas R., Kaminskas R., Influence of modification of SiO₂ on the formation of calcium silicate hydrate. *Materials Science-Poland*, 2007, 25, 663-670.

Barth A., Infrared spectroscopy of proteins. *Biochimica et Biophysica Acta*, 1767, 2007, 1073-1101.

Ben Rebah F., Tyagi R. D., Prévost D., Wastewater sludge as a substrate for growth and carrier for rhizobia: the effect of storage conditions on survival of *Sinorhizobium meliloti*. *Bioresource Technology*, 83, 2002, 145-151.

Bianchini A., Bonfiglioli L., Pellegrini M., Saccani C., Sewage sludge drying process integration with a waste-to-energy power plant. *Waste Management*, 42, 2015, 159-165.

Boukli Hacene S. M. A., Contribution à l'étude de la résistance. Caractéristique des bétons de la région de Tlemcen, Thèse de Doctorat, Université de Tlemcen, 2009.

Bougrier C., Optimisation du procédé de méthanisation par mise en place d'un co-traitement physico-chimique : Application au gisement de biogaz représenté par les boues d'épuration des eaux usées, Thèse de Doctorat, Université Montpellier II, 2005.

Bouزيد J., Elouear Z., Ksibi M., Feki M., Montiel A., A study on removal characteristics of copper from aqueous solution by sewage sludge and pomace ashes. *Journal of Hazardous Materials*, 152, 2008, 838-845.

Chahidi Elouazzani D., Caractérisation physico-chimique et valorisation en bâtiment et travaux publics des cendres issues de l'incinération des boues de papeterie, Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005.

Cheeseman C. R., Viridi G. S., Properties and microstructure of lightweight aggregate produced from sintered sewage sludge ash. *Resources, Conservation and Recycling*, 45, 2005, 18-30.

Chen C. H., Chiou I. J., Wang K. S., Sintering effect on cement bonded sewage sludge ash. *Cement and Concrete Composites*, 28, 2006, 26-32.

Chen J. C., Wey M. Y., Ou W. Y., Capture of heavy metals by sorbents in incineration flue gas. *The Science of the Total Environment*, 228, 1999, 67-77.

Chen J., Mu L., Jiang B., Yin H., Song X., Li A., TG/DSC-FTIR and Py-GC investigation on pyrolysis characteristics of petrochemical wastewater sludge. *Bioresource Technology*, 192, 2015, 2015, 1-10.

Chen L., Lin D. F., Applications of sewage sludge ash and nano-SiO₂ to manufacture tile as construction material. *Construction and Building Materials*, 23 (11), 2009, 3312-3320.

Chen M., Blanc D., Gautier M., Mehu J., Gourdon R., Environmental and technical assessments of the potential utilization of sewage sludge ashes (SSAs) as secondary raw materials in construction. *Waste Management*, 33, 2013, 1268-1275.

Chen M., Faisabilité technique et environnementale de l'utilisation dans des matériaux de construction cimentaires de cendres d'incinération de boues de station d'épuration, Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2012.

Cheng X., Huang X., Wang X., Sun D., Influence of calcination on the adsorptive removal of phosphate by Zn–Al layered double hydroxides from excess sludge liquor. *Journal of Hazardous Materials*, 177, 2010, 516-523.

Coquery M., Welbourn M. P., The relationship between metal concentration and organic matter in sediments and metal concentration in the aquatic macrophyte *eriocaulon septangulare*. *Water Research*, 29(9), 1995, 2094-2102.

Corella J., Toledo J. M., Incineration of doped sludges in fluidized bed. Fate and partitioning of six targeted heavy metals. I. Pilot plant used and results. *Journal of Hazardous Materials*, B80, 2000, 81-105.

Cornu S., Neal C., Ambrosi J. P., Whitehead P., Neal M., Sigolo J., Vachier P., The environmental impact of heavy metals from sewage sludge in ferralsols Sao Paulo, Brazil. *The Science of the Total Environment*, 271, 2001, 27-48.

Coutand M., Cyr M., Clastres P., Use of sewage sludge ash as mineral admixture in mortars. *Construction Materials*, 159, 2006, 153-162.

Cyr M., Coutand M., Clastres P., Technological and environmental behaviour of sewage sludge ash (SSA) in cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, 37, 2007, 1278-1289.

Dahhou M., El Moussaouiti M., Khachani N., Assafi M., Ait Hsain L., Mostahsine S., Bouqallaba K., Caractérisation physico-chimique de boues d'unité de production d'eau potable, Web of Conferences 2, MATEC 01017, 2012. Article disponible sur : <http://www.matec-conferences.org> ou <http://dx.doi.org/10.1051/mateconf/20120201017>.

Davraz M., Gunduz L., Engineering properties of amorphous silica as a new natural pozzolan for use in concrete. *Cement and Concrete Research*, 35, 2005, 1251-1261.

Donatello S., Cheeseman C. R., Recycling and recovery routes for incinerated sewage sludge ash (ISSA): A review. *Waste Management*, 33, 2013, 2328-2340.

Donatello S., Tong D., Cheeseman C. R., Production of technical grade phosphoric acid from incinerator sewage sludge ash (ISSA). *Waste Management*, 30, 2010, 1634-1642.

Durand C., Caractérisation physico-chimique des produits de l'assainissement pluvial origine et devenir des métaux traces et des polluants organiques, Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2003.

Dusza E., Zablocki Z., Mieszczerykowska-Wojcikowska B., Content of magnesium and other fertilizer compounds in stabilized and dewatered sewage sludge from the municipal sewage treatment plant in Recz. *Journal of Elementology*, 14(1), 2009, 63-70.

- El Fels L., Zamama M., El Asli A., Hafidi M., Assessment of biotransformation of organic matter during co-composting of sewage sludge-lignocelulosic waste by chemical, FTIR analyses, and phytotoxicity tests. *International Biodeterioration and Biodegradation*, 87, 2014, 128-137.
- Elouazzani D. C., Bouamran A., Mansouri K., Fokam C. B., Valorisation des boues de papeterie dans le BTP : analyses minéralogiques de l'incidence des conditions d'incinération, 3(4), 2012, 628-635.
- Farmer V. C., Invited review: Infrared spectroscopy in clay mineral studies. *Clay Minerals*, 7, 1968, 373-387.
- FD X 33-008 : 2002 : Caractérisation des boues : Bonnes pratiques de la valorisation des boues en agriculture.
- Fernández R., Nebreda B., Vigil de la Villa R., García R., Frías M., Mineralogical and chemical evolution of hydrated phases in the pozzolanic reaction of calcined paper sludge. *Cement and Concrete Composites*, 32, 2010, 775-782.
- Ferreiro S., Frías M., Vigil de la Villa R., Sánchez de Rojas M.I., The influence of thermal activation of art paper sludge on the technical properties of blended Portland cements. *Cement and Concrete Composites*, 37, 2013, 136-142.
- Filip Z., Pecher W., Berthelin J., Microbial utilization and transformation of humic acid-like substances extracted from a mixture of municipal refuse and sewage sludge disposed of in a landfill. *Environmental Pollution*, 109, 2000, 83-89.
- Folgueras M. B., Alonso M., Díaz R. M., Influence of sewage sludge treatment on pyrolysis and combustion of dry sludge, *Energy*, 55, 2013, 426-435.
- Font R., Fullana A., Conesa J. A., Lavador F., Analysis of the pyrolysis and combustion of different sewage sludges by TG. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 58-59, 2001, 927-941.
- Francioso O., Rodriguez-Estrada M. T., Montecchio D., Salomoni C., Caputo A., Palenzona D., Chemical characterization of municipal wastewater sludges produced by two-phase anaerobic digestion for biogas production. *Journal of Hazardous Materials*, 175, 2010, 740-746.
- Fuentes A., Lloréns M., Sáez J., Aguilar M. I., Juan F. Ortuño, Victor F. Meseguer, Phytotoxicity and heavy metals speciation of stabilised sewage sludges. *Journal of Hazardous Materials*, A108, 2004 (b), 161-169.

Fuentes A., Lloréns M., Sáez J., Soler A., Aguilar M. I., Ortuno J. F., Meseguer V. F., Simple and sequential extractions of heavy metals from different sewage sludges. *Chemosphere*, 54, 2004 (a), 1039-1047.

Gagnon C., Saulnier I., Distribution and fate of metals in the dispersion plume of a major municipal effluent. *Environmental Pollution*, 124, 2003, 47-55.

Gantzer C., Gaspard P., Galvez L., Huyard A., Dumouthier N., Schwartzbrod J., Monitoring of bacterial and parasitological contamination during various treatment of Sludge. *Water Research*, 35 (16), 2001, 3763-3770.

Garces P., Pérez Carrión M., García-Alcocel E., Payá J., Monzó J., Borrachero M.V., Mechanical and physical properties of cement blended with sewage sludge ash. *Waste Management*, 28, 2008, 2495-2502.

Garcia C., Hernfindez T., Costa F., Characterization of humic acids from uncomposted and composted sewage sludge by degradative and non-degradative techniques. *Bioresource Technology*, 41, 1992, 53-57.

Giergiczny Z., The hydraulic activity of high calcium fly ash. *Journal of thermal analysis and calorimetry*, 83(1), 2006, 227-232.

Gondek K., Koncewicz-Baran M., Manganese Content in Biomass of Spring Wheat, Soil, and Soil Effluents after Fertilization with Municipal Sewage Sludge and Compost of Municipal Wastes. *Polish Journal of Environmental Studies*, 20(6), 2011, 1481-1489.

Gondek K., Zinc Content in Maize (*Zea mays* L.) and Soils Fertilized with Sewage Sludge and Sewage Sludge Mixed with Peat. *Polish Journal of Environmental Studies*, 18(3), 2009, 359-368.

Gras R., *Sol caillouteux et production végétale*, Edition INRA, Paris, 1994, p.44.

Guibaud G., Tixier N., Bouju A., Baudu M., Relation between extracellular polymers composition and its ability to complex Cd, Cu and Pb. *Chemosphere*, 52, 2003, 1701-1710.

Gupta A., Thakur I. S., Biodegradation of wastewater organic contaminants using *Serratia* sp. ISTVKR1 isolated from sewage sludge. *Biochemical Engineering Journal*, 102, 2015, 115-124.

He Y.D., Zhai Y.B., Li C.T., Yang F., Chen L., Fan X.P., Peng W.F, Fu Z.M., The fate of Cu, Zn, Pb and Cd during the pyrolysis of sewage sludge at different temperatures. *Environmental Technology*, 31(5), April 2010, 567-574.

Hsiau P. C., Lo S. L., Characteristics of four alkaline biosolids produced from sewage sludge. *Resources, Conservation and Recycling*, 21, 1997, 185-197.

Husillos Rodríguez N., Martínez Ramírez S., Blanco Varela M.T., Guillem M., Puig J., Larrotcha E., Flores J., Re-use of drinking water treatment plant (DWTP) sludge: Characterization and technological behaviour of cement mortars with atomized sludge additions. *Cement and Concrete Research*, 40, 2010, 778-786.

Iddou A., Ouali M. S., Waste-activated sludge (WAS) as Cr(III) sorbent biosolid from wastewater effluent. *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 66, 2008, 240-245.

Inguanzo M., Domínguez A., Menéndez J.A., Blanco C.G., Pis J.J., On the pyrolysis of sewage sludge: the influence of pyrolysis conditions on solid, liquid and gas fractions. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 63, 2002, 209-222.

ISO 10693 : 1995 : Qualité du sol - Détermination de la teneur en carbonates - Méthode volumétrique.

ISO 10694 : 1995 : Qualité du sol - Dosage du carbone organique et du carbone total après combustion sèche (analyse élémentaire).

ISO 5667-13: 1997 : Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 13: Guide pour l'échantillonnage de boues provenant d'installations de traitement de l'eau et des eaux usées.

ISO 5667-15: 1999: Qualité de l'eau - Échantillonnage - Partie 15: Guide général pour la préservation et le traitement des échantillons de boues et de sédiments.

Jha V. K., Kameshima Y., Nakajima A., Okada K., Kenneth J. D., Kenzie M., Multifunctional uptake behaviour of materials prepared by calcining waste paper sludge, *Journal of Environmental Science and Health Part A*, 41, 2006, 703-719.

Jordán M. M., Almendro-Candel M. B., Romero M., Rincón J. M., Application of sewage sludge in the manufacturing of ceramic tile bodies. *Applied Clay Science*, 30, 2005, 219-224.

Karef S., Kettab A., Nakib M., Characterization of byproducts from wastewater treatment of Medea (Algeria) with a view to agricultural reuse. *Desalination and Water treatment*, 52, 2013, 2201-2207.

Karvelas M., Katsoyiannis A., Samara C., Occurrence and fate of heavy metals in the wastewater treatment process. *Chemosphere*, 53, 2003, 1201-1210.

Kribi S., Décomposition des matières organiques et stabilisation des métaux lourds dans les sédiments de dragage, Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2005.

- Latosinska J., Zygadlo M., The application of sewage sludge as an expanding agent in the production of lightweight expanded clay aggregate mass. *Environmental Technology*, 32(13), 2011, 1471-1478.
- Laurent J., Casellas M., Pons M.N., Dagot C., Flocc surface functionality assessment of sonicated activated sludge in relation with physico-chemical properties. *Ultrasonics Sonochemistry*, 16, 2009, 488-494.
- Liang Y., Co-valorisation de sédiments et de sols fins par apport de liants et de fibres, Thèse de Doctorat, Université de Caen, 2012.
- Lin D.F., Lin K.L., Chang W.C., Luo H.L., Cai M.Q., Improvements of nano-SiO₂ on sludge/fly ash mortar. *Waste Management*, 28, 2008, 1081-1087.
- Lin J. G., Chen S. Y., The relationship between adsorption of heavy metal and organic matter in river sediments. *Environment International*, 24(3), 1998, 345-352.
- Lin K. L., Chiang K. Y., Lin C. Y., Hydration characteristics of waste sludge ash that is reused in eco-cement clinkers. *Cement and Concrete Research*, 35, 2005, 1074-1081.
- Lin K. L., Lin C. Y., Hydration characteristics of waste sludge ash utilized as raw cement material. *Cement and Concrete Research*, 35, 2005, 1999-2007.
- Lin M., Ning X., Liang X., Wei P., Wang Y., Liu J., Study of the heavy metals residual in the incineration slag of textile dyeing sludge. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 45, 2014, 1814-1820.
- Looser M. O., Parriaux A., Bensimon M., Landfill underground pollution detection and characterization using inorganic traces. *Water Research*, 33(17), 1999, 3609-3616.
- Luo H. L., Lin D. F., Study the surface colour of sewage sludge mortar at high temperature. *Construction and Building Materials*, 21, 2007, 90-97.
- Malliou O., Katsioti M., Georgiadis A., Katsiri A., Properties of stabilized/solidified admixtures of cement and sewage sludge. *Cement and Concrete Composites*, 29, 2007, 55-61.
- Mansuy L., Bourezgui Y., Garnier-Zarli E., Jardé E., Réveillé V., Characterization of humic substances in highly polluted river sediments by pyrolysis methylation-gas chromatography-mass spectrometry. *Organic Geochemistry*, 32, 2001, 223-231.
- Martinen S. K., Kettunen R. H., Rintala J. A., Occurrence and removal of organic pollutants in sewages and landfill leachates. *The Science of the Total Environment*, 301, 2003, 1-12.

Masto R. E., Sunar K. K., Sengupta T., Ram L. C., Rout T.K., Selvi V. A., George J., Sinha A. K., Evaluation of the co-application of fly ash and sewage sludge on soil biological and biochemical quality. *Environmental Technology*, 33(8), April 2012, 897-905.

Menéndez J. A., Dominguez A., Inguanzo M., Pis J. J., Microwave pyrolysis of sewage sludge: analysis of the gas fraction. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 71, 2004, 657-667.

Merino I., Arévalo L. F., Romero F., Preparation and characterization of ceramic products by thermal treatment of sewage sludge ashes mixed with different additives. *Waste Management*, 27, 2007, 1829-1844.

Monzo J., Paya J., Borrachero M. V., Corcoles A., Use of sewage sludge ash (SSA)-cement admixtures in mortars. *Cement and Concrete Research*, 26(9), 1996, 1389-1398.

Monzo J., Paya J., Borrachero M. V., Girbes I., Reuse of sewage sludge ashes (SSA) in cement mixtures: the effect of SSA on the workability of cement mortars, *Waste Management*, 23, 2003, 373-381.

Monzo J., Payá J., Borrachero M. V., Peris-Mora E., Mechanical behavior of mortars containing sewage sludge ash (SSA) and Portland cements with different tricalcium aluminate content. *Cement and Concrete Research*, 29, 1999, 87-94.

Moreno-Caselles J., Prats D., Moral R., Perez-Murcia M. D., Perez-Espinosa A., Paredes C., Leon V., Poster paper: Effects of Linear Alkylbenzene Sulfonates (LASs) in Sewage Sludge-Amended Soils on Nutrient Contents of Broccoli Plants. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 37, 2006, 2605-2614.

NA 17671: 2010: Matières fertilisantes - Boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines - Dénominations et spécifications.

NF ISO 11265 : 1994 : Qualité du sol - Détermination de la conductivité électrique spécifique.

NF ISO 11272 : 1998 : Qualité du sol - Détermination de la masse volumique apparente sèche.

NF ISO 11508 : 1998 : Qualité du sol - Détermination de la masse volumique des particules.

NF EN 12176 : 1998 : Caractérisation des boues - Détermination de la valeur du pH.

NF EN 12879: 2000 : Caractérisation des boues - Détermination de la perte au feu de la matière sèche.

NF EN 12880 : 2000 : Caractérisation des boues - Détermination de la teneur en matière sèche et de la teneur en eau.

NF EN 196-1 : 2006 : Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : Détermination des résistances mécaniques.

NF EN 197-1 : 2001 : Ciment - Composition - Spécifications et critère de conformité - Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciment courants.

ONA 2012 : Office National de l'Assainissement (ONA). Manuel Environnemental. Juin 2012, p.18. Disponible sur : www.ona.dz/IMG/pdf/MANUEL_JUIN_2012.pdf.

Ozdemir S., Aslan T., Celebi A., Dede G., Dede O. H., Effect of solarization on the removal of indicator microorganisms from municipal sewage sludge. *Environmental Technology*, 34(12), 2013, 1497-1502.

Pan S. C., Lin C. C., Tseng D. H., Reusing sewage sludge ash as adsorbent for copper removal from wastewater. *Resources, Conservation and Recycling*, 39, 2003 (a), 79-90.

Pan S. H., Tseng D. H., Lee C. C., Lee C., Influence of the fineness of sewage sludge ash on the mortar properties. *Cement and Concrete Research*, 33, 2003 (b), 1749-1754.

Peng X., Ma X., Lin Y., Guo Z., Hu S., Ning X., Cao Y., Zhang Y., Co-pyrolysis between microalgae and textile dyeing sludge by TG-FTIR: Kinetics and products. *Energy Conversion and Management* 100, 2015, 391-402.

Pestre C., Evaluation du rôle des activités microbiennes dans le devenir de déchets essentiellement minéraux en fonction du scénario de valorisation ou de stockage, Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2007.

Piccolo A., Zaccheo E., Genevini P. G., Chemical Characterization of Humic Substances Extracted from Organic-Waste-Amended Soils, *Bioresource Technology*, 40, 1992, 275-282.

Pigamo A., Besson M., Blanc B., Gallezot P., Blackburn A., Kozynchenko O., Tennison S., Crezee E., Kapteijn F., Effect of oxygen functional groups on synthetic carbons on liquid phase oxidation of cyclohexanone. *Carbon*, 40, 2002, 1267-1278.

Ramaroson J., Calcination des sédiments de dragage contaminés. Etudes des propriétés physico-chimiques, Thèse de Doctorat, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2008.

Ramaroson J., Dirion J. L., Nzihou A., Depelsenaire G., Characterization and kinetics of surface area reduction during the calcination of dredged sediments. *Powder Technology*, 190, 2009, 59-64.

Rattanasak U., Chindaprasirt P., Influence of NaOH solution on the synthesis of fly ash geopolymer. *Minerals Engineering*, 22, 2009, 1073-1078.

Rigueiro-Rodriguez A., Mosquera-Losada M. R., López-Díaz M. L., Effect of sewage sludge and liming on productivity during the establishment of a silvopastoral system in north-west Spain. *New Zealand Journal of Agricultural Research*, 51, 2008, 199-207.

Rio S., Faur-Brasquet C., Le Coq L., Le Cloirec P., Structure Characterization and Adsorption Properties of Pyrolyzed Sewage Sludge. *Environmental Science and Technology*, 39, 2005, 4249-4257.

Robin P., Ablain F., Yulipriyanto H., Pourcher A. M., Morvan T., Cluzeau D., Morand P., Evolution of non-dissolved particulate organic matter during composting of sludge with straw. *Bioresource Technology*, 99, 2008, 7636-7643.

Rodriguez R., Gauthier D., Udaquiola S., Mazza G., Martinez O., Flamant G., Kinetic study and characterization of sewage sludge for its incineration. *Journal of Environmental Engineering and Science*, 7, 2008, 247-257.

Romdhana M. H., Lecomte D., Ladevie B., Sablayrolles C., Monitoring of pathogenic microorganisms contamination during heat drying process of sewage sludge. *Process Safety and Environmental Protection*, 87, 2009, 377-386.

Sabbas T., Poletini A., Pomi R., Astrup T., Hjelm O., Mostbauer P., Cappai G., Magel G., Salhofer S., Speiser C., Heuss-Assbichler S., Klein R., Lechner , Management of municipal solid waste incineration residues. *Waste Management*, 23, 2003, 61-88.

Sahlström L., Aspan A., Bagge E., Tham M. L. D., Albihn A., Bacterial pathogen incidences in sludge from Swedish sewage treatment plants. *Water Research*, 38, 2004, 1989-1994.

Scott S. A., Dennis J. S., Davidson J. F., Hayhurst A. N., Thermogravimetric measurements of the kinetics of pyrolysis of dried sewage sludge. *Fuel*, 85, 2006, 1248-1253.

Segui P., Elaboration de liants hydrauliques routiers à base de pouzzolane naturelle ou de cendre volante de papeterie, Thèse de Doctorat, L'Université de Toulouse III - Paul Sabatier, 2011.

Shen Q., Zhang T., Zhu M. F., A comparison of the surface properties of lignin and sulfonated lignins by FTIR spectroscopy and wicking technique. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 320, 2008, 57-60.

Silva J. O., Filho G. R., Meirelesa C. S., Ribeiro S. D., Vieira J. G., da Silva C. V., Cerqueira D. A., Thermal analysis and FTIR studies of sewage sludge produced in treatment plants. The case of sludge in the city of Uberlândia-MG. Brazil. *Thermochimica Acta*. 528, 2012, 72-75.

Site Officiel de l'ONA: <http://ona-dz.org/L-ONA-en-chiffres.html>.

Sörme L., Lagerkvist R., Sources of heavy metals in urban wastewater in Stockholm. *The Science of the Total Environment*, 298, 2002, 131-145.

Tamoutsidis E., Papadopoulos I., Tokatlidis I., Zotis S., Mavropoulos T., Wet sewage sludge application effect on soil properties and element content of leaf and root vegetables. *Journal of Plant Nutrition*, 25(9), 2002, 1941-1955.

Thipkhunthod P., Meeyoo V., Rangsunvigit P., Rirksomboon T., Describing sewage sludge pyrolysis kinetics by a combination of biomass fractions decomposition. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 79, 2007, 78-85.

Tran N. T., Valorisation de sédiments marins et fluviaux en technique routière, Thèse de Doctorat, Université d'Artois, 2009.

Tribout C., Valorisation de sédiments traités en techniques routières : contribution à la mise en place d'un protocole d'acceptabilité, Thèse de Doctorat, Université de Toulouse, 2010.

Tsadila E., Tsadilas C., Stamatiadis S., Christodoulakis N., Investigation of soil property changes and olive tree stress as caused by excessive sewage-sludge application. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 40, 2009, 514-525.

Turanli L., Uzal B., Bektas F., Effect of material characteristics on the properties of blended cements containing high volumes of natural pozzolans. *Cement and Concrete Research*, 34, 2004, 2277-2282.

Valdecantos A., Cortina J., Vallejo V. R., Differential field response of two Mediterranean tree species to inputs of sewage sludge at the seedling stage. *Ecological Engineering*, 37, 2011, 1350-1359.

Vassilev S. V., Kitano K., Takeda S., Tsurue T., Influence of mineral and chemical composition of coal ashes on their fusibility. *Fuel Processing Technology*, 45, 1995, 27-51.

Vu T. H., Caractérisation de la phase solide et transferts de gaz dans les milieux poreux insaturés. Etude expérimentale et modélisation appliquées à la diffusion de l'hydrogène dans les matériaux cimentaires, Thèse de doctorat, Université de Toulouse, 2009.

Wang C., Wu Y., Liu Q., Yang H., Wang F., Analysis of the behaviour of pollutant gas emissions during wheat straw/coal cofiring by TG-FTIR. *Fuel Processing Technology*, 92, 2011, 1037-1041.

Wang K. S., Chiou I. J., Chen C. H., Wang D., Lightweight properties and pore structure of foamed material made from sewage sludge ash. *Construction and Building Materials*, 19, 2005, 627-633.

Wang L., Skjevraak G., Hustad J. E., Grønli M. G., Sintering characteristics of sewage sludge ashes at elevated temperatures. *Fuel Processing Technology*, 96, 2012, 88-97.

Wang X., Jin Y., Wang Z., Mahar R. B., Nie Y., A research on sintering characteristics and mechanisms of dried sewage sludge. *Journal of Hazardous Materials*, 160, 2008, 489-494.

Yan R., Liang D. T., Laursen K., Li Y., Tsen L., Tay J. H., Formation of bed agglomeration in a fluidized multi-waste incinerator. *Fuel*, 82, 2003, 843-851.

Yang Z., Du M., Jiang J., Reducing capacities and redox potentials of humic substances extracted from sewage sludge. *Chemosphere*, 144, 2016, 902-908.

Yin F., Chen H., Xu G., Wang G., Xu Y., A detailed kinetic model for the hydrothermal decomposition process of sewage sludge. *Bioresource Technology*, 198, 2015, 351-357.

Yuan H., Lu T., Huang H., Zhao D., Kobayashi N., Chen Y., Influence of pyrolysis temperature on physical and chemical properties of biochar made from sewage sludge. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 112, 2015, 284-289.

Zhang F. S., Yamasaki S. I., Nanzyo M., Application of waste ashes to agricultural land - effect of incineration temperature on chemical characteristics. *The Science of the Total Environment*, 264, 2001, 205-214.

Zhen G., Lu X., Cheng X., Chen H., Yan X., Zhao Y., Hydration process of the aluminate $12\text{CaO}\cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ -assisted Portland cement-based solidification/stabilization of sewage sludge. *Construction and Building Materials*, 30, 2012, 675-681.

Zorpas A. A., Coumi C., Drtil M., Voukalli I., Municipal sewage sludge characteristics and waste water treatment plant effectiveness under warm climate conditions. *Desalination and Water Treatment*, 36, 2011, 319-333.