

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET
POPULAIRE**

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche
Scientifique



Université M'hamed Bougara Boumerdes

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Département : Génie des procédés

Filière : Génie des procédés

Option : Génie Chimique

THEME

**Etude de l'efficacité des traitements des bourbiers
par la méthode de solidification/stabilisation**

Présenté par :

Hamdi Sabrina

Ouadah Manel

Soutenance publiquement le 21/07/2019, devant le jury :

Mem F. AISSAT

Mem A.BEN BOUABDELLAH

Mr M. HACHEMI

Mr M. DAHDOUH

Promotrice

Examinatrice

Président

Co-promoteur

Promotion 2018/2019

Résumé

Le sol algérien est riche en ressources tel que le pétrole et le gaz naturel (hydrocarbures). A la lumière de l'activité croissante sur l'extraction du pétrole, en particulier des fluides utilisés pendant le processus d'extraction, qui est la principale raison qui affecte négativement l'écosystème.

Nous développons une méthodologie pour réduire le risque de ces substances toxiques contenues dans ces déchets en fournissant des moyens de les traiter. Y compris la technique de stabilisation/solidification, qui est l'une des techniques les plus largement utilisées dans le traitement des fluides de forage, qui réduit le mouvement physique et chimique des polluants.

L'objectif de cette étude est la possibilité de rétention des minéraux dans les produits d'extraction et l'effet des sels et additifs sur la technique de stabilisation/solidification.

Mots clés : forage, fluide de forage, borbiers de forage, solidification / stabilisation, borbiers à base d'eau, borbiers à base d'huile.

Abstract

Algeria is one of the countries rich in internal goods such as oil and natural gas (hydrocarbons). And in light of the increasing activity on the extraction of oil, especially the fluids used during the extraction process, which is the main reason that adversely affects the ecosystem.

So we develop a program to reduce the risk of these toxic substances contained in these wastes by providing ways to address them. Including solidification/stabilization technique, which is one of the most widely used techniques in the treatment of drilling fluids, which reduces the physical movement of pollutants.

The objective of this study is the possibility of retention of minerals in extraction products and the effect of salts and additives on the technique of solidification/stabilization.

The Key Word: drilling, drilling fluid, drilling sloughs, low water sloughs, oil based drilling sloughs, Solidification/stabilization.

تلخيص

تعد الجزائر من الدول الغنية بالخيرات الباطنية كالبترول والغاز الطبيعي (المحروقات). وفي ظل تزايد النشاط عن استخراج البترول ونخص بالذكر السوائل المستعملة اثناء عملية الاستخراج التي تعد السبب الأساسي الذي يعود سلبا على النظام البيئي.

لذا نقوم بوضع برنامجا للحد من خطر هذه المواد السامة التي تحتويها هذه النفايات وذلك بتوفير طرق لمعالجتها. منها تقنية التصليب والتثبيت التي تعد من أكثر التقنيات استعمالا في مجال معالجة سوائل التنقيب والتي تقلل الحركة الفيزيوكيميائية للملوثات. الهدف من هذه الدراسة هو إمكانية استبقاء المعادن الموجودة في نواتج الاستخراج وتأثير الأملاح والإضافات على تقنية التصليب والتثبيت

الكلمات المفتاحية : الحفر- سوائل الحفر- حفریات الحفر- انخفاض مياه الحفر- انخفاض نطف الحفر- التصليب والتثبيت.

Remerciements

En tout premier lieu, nous remercions le bon Dieu, tout puissant, de nous avoir donné la force pour survivre, ainsi que la volonté pour dépasser toutes les difficultés.

Ce travail de recherche a été réalisé au sein de laboratoire de Centre de Recherche et de développement de Sonatrach (DTD).

*Nous tenons à remercier tout particulièrement **M^{me} Bandou** et **M^r Boudis** de nous avoir accueilli et facilité le bon déroulement de notre stage. Nous les remercions aussi pour leur attention et leur gentillesse et de nous avoir donné le courage et la chance de développer nos connaissances au niveau de leur laboratoire.*

*Nous tenons à remercier très chaleureusement notre Co-promoteur **M^r Dahdouh Mouloud** qui nous a permis de bénéficier de son encadrement. Les conseils qu'il nous a prodigués, la patience et la confiance qu'il nous a témoignées ont été déterminants dans la réalisation de notre travail de recherche.*

Nous tenons aussi à remercier tous les membres des différents laboratoires :

M^r Aouagar, M^r Saoudi, M^r Rabeh, M^{me} Khan, M^r Elhadi, M^r Fahem, M^{me} Ibtissam, M^r Jugorta, M^r Samir.

*Nous exprimons nos profonds remerciements à notre promoteur **M^{me} Aissat** pour l'aide compétente qu'elle nous a apportée ainsi que pour sa patience et son encouragement. Son œil critique nous a été très précieux pour structurer le travail.*

Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.

*Enfin, nous remercions également les professeurs de la Faculté des sciences de l'ingénieur spécialement le chef département **M^r Akssass** et à toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.*

Dédicace

*En préambule à ce mémoire nous remercions ALLAH de nous avoir m' avoir guidée
Vers le droit chemin, de m' avoir aidé et donné la patience et le courage durant ces longues années
d' étude*

*Je dédie ce travail à Les deux personnes les plus chères à mon cœur,
Mon père Lakhdar et ma mère Leila, Qui ont cru en moi et en mes capacités, qui m' ont poussé de
l' avant, qui m' ont redonné confiance en moi et qui ont fait de son mieux pour que j' étudie en me
soutenant moralement.*

*À ma sœur Amina ma confidente et la prunelle de mes yeux, Votre soutien ne m' a jamais fait
défaut.*

*À mes frères Riad, Yahia et Adam Qui ont été là pour moi pour ces encouragements dans les
moments les plus délicats.*

A mon binôme Manel ma deuxième sœur

A mes cousins et cousines et a toute la famille Hamdi et Houas.

A tous les enseignants et à mon professeur de suivi.

A tous ceux qui m' ont aidé de près et de loin à la réalisation de ce travail.

A la promotion de Master II.

Sabrina.

Dédicace

Dieu merci

J'ai le grand honneur de dédier ce travail :

Au souvenir de ma défunte mère.

A celui qui a été toujours la source d'inspiration

Et de courage... merci père.

A ma famille, spécialement à mes frères ; mes sœurs :

Maroua, Ibtihal, Ramzi, Mahdi et le petit Yanice .

A mes cousins et cousines et a toute la famille ouadah.

A tous les enseignants et à mon professeur de suivi.

A tous ceux qui m'ont aidé de près et de loin a la réalisation de ce travail.

A la promotion de Master II.

Ouadah.M

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre I. Notion générales sur le forage, les fluides et les bourbiers de forage .	
I.1.Introduction	4
I.2. Le forage	4
I.3. Fluide de forage	5
I.3.1. Fonction des fluides de forage.....	5
I.3.1.1. Fonctions Hydrodynamiques.....	6
I.3.1.2. Fonctions hydrostatiques.....	6
I.3.1.3. Fonctions physico-chimiques.....	7
I.3.2. Propriété des fluides de forage.....	7
I.3.3. Type de fluide de forage	8
I.3.3.1. Les fluides de forage à base d'eau (WBM).....	8
I. 3.3.2. Les Fluides de forage à base d'huile (OBM)	9
I.3.3.3. Les fluides de forage gazeux	10
I.3.4. Composition des fluides de forage	11
I.3.5. Cycle de la boue dans un puits foré	12
I.3.6. Le devenir des fluides de forage.....	13
I.4. Les bourbiers	14
I.4.1. Origine des déchets des bourbiers	16
I.4.2.Danger des bourbiers sur l'environnement.....	16
Chapitre II. Impact des bourbiers sur l'environnement.	
II.1. Introduction.....	18
II.2. Pollution engendrée par les hydrocarbures.....	18
II.2.1. Pollution atmosphérique.....	18
II.2.2Pollution des eaux	18
II.2.3 Pollution des sols et classement	19

II.3. Pollution des sols par les métaux lourds	19
II.4. Pollution des sols par les hydrocarbures	20
II. 4.1.Définition et propriétés des hydrocarbures	20
II.5.Impacts de la pollution par les hydrocarbures.....	21
II.5.1.Impacts sur la nappe phréatique.....	21
II.5.2.Impacts sur la faune et la flore.....	21
II.5.3.Impacts sur la santé de l'homme.....	22
II.5.4.Impacts économique	22
Chapitre III .Traitement des bourbiers par solidification / stabilisation.	
III.1.Introduction	23
III.2.Définition de la dépollution	23
III.3.Etapes de la dépollution.....	23
III.4.Les procédés de dépollution ou les différentes méthodes de traitement	23
III.4.1. Les procédés biologiques	23
III.4.2. Traitements thermiques	23
III.4.3.Les procédés de stabilisation/solidification	24
III.4.3.1 .définition	24
III.4.3.2 .Principe	25
III.4.3.3.Les liants hydrauliques utilisés à HMD	26
III.4.3.3. Les Différentes techniques de stabilisation	26
III4.3.4. Avantages et inconvénients du procédé (S/S).....	28
Chapitre IV. Matériels et Méthodes.	
IV.1. Introduction	29
IV .2. Échantillonnage.....	29
IV.2.1. Présentation de la région de HMD.....	29
IV.2.2. Situation géographique de HMD	29
IV.2.3. Présentation de la région In Amenas	30
VI.3.Méthode Echantillonnage et prélèvement	31

IV.4. Tests de formulations (déroulement de l'opération de traitement).....	34
IV.5.Mode opératoire et matériel utilisée pour l'analyse des échantillons	38
VI.6. Caractérisation physico-chimique des échantillons WET et classique (AV/TR)	38
VI.6.1. Détermination de la (TMS) et la (TE).....	39
IV.6.2. Détermination de la (PAF)	40
IV.6.3.Teneur en huile ou pourcentage massique d'huile (OOC %)	41
IV.7. Préparations des échantillons (lixiviation)	43
IV.8. Modes opératoires et matériels utilisés pour l'analyse des lixiviats	44
IV.8.1. Étude de l'efficacité de traitement	45
IV.8.1.1. Mesure du PH par la méthode électrométrique	45
IV.8.1.2.Dosage des métaux lourds par Spectrométrie de masse associée à un plasma d'argon à couplage inductif (ICP-MS).....	46
IV.8.1.3. Dosage du mercure total	48
IV.8.1.4. Dosage du carbone organique total (COT)	51
IV.8.2. Caractérisation physico-chimique de bourbiers.....	54
IV.8.2.1. Dosage des indicateurs de pollution organique par la méthode HACH	54
IV.8.2.2. Détermination les hydrocarbures totaux chromatographie en phase gazeuse	58
Chapitre V. Résultats et discussion.	
V.1 .Caractérisation physico-chimique du bourbier Avant traitement	62
V.1.1 Détermination de la TE et la TMS	62
V.1.2.Détermination de la PAF	63
V.1.3.Détermination de la OOC	63
V.2 Etude de l'efficacité de traitement	64
V2.1.Evolution du pH des deux bourbiers avant et après traitement	64
V.2.2 .Dosage des métaux lourds.....	65
V.2.3 .Dosage du mercure total	67
V.2.4 .Dosage du Carbone Organique Total.....	67
V.3. Caractérisation physico-chimique des bourbiers	68

V.3.1.Les indicateurs de pollution Organique	68
 V.3.1.1. Evaluation de la biodégradabilité de la matière organique présente dans les bourbiers de forage	68
 V.3.2 .Dosage des Hydrocarbures totaux.....	70
V.4. Conclusion	73
Conclusion générale	74
Référence et biographie.	
Annexe I.	
Annexe II.	

liste des figures

Figure I.1 : principe de forage	5
Figure I.2 : cycle de boue de forage	14
Figure I.3 : Bourbiers étanche avant le forage.....	15
Figure I.4 : Bourbiers après une opération de forage.....	16
Figure I.5 : Action des polluants dans le sol.....	17
Figure III.1 : schéma du fonctionnement thermique.....	24
Figure III.2 : Procédé de solidification	25
Figure III.3 : Phénomène d'encapsulation	26
Figure VI.1 : Situation géographique HMD et région In Amenas.	30
Figure VI.2 :Bourbier type WET	32
Figure VI.3 :Bourbier type classique	32
Figure VI.4 : Schémas illustrant l'échantillonnage systématique.	32
Figure VI.5 : Étapes d'échantillonnage sur site	33
Figure VI.6 : L'échantillon AV/TR pour classique et WET.....	35
Figure VI.7 : Matériels et produits utilisée pour le traitement par la méthode (S/S).....	35
Figure VI.8: L'échantillon traité avant le séchage pour classique et WET.	35
Figure VI.9 :L'échantillon traité après le séchage pour classique et WET.....	37
Figure IV.10: étuve de séchage.	39
Figure IV.11 : Dessiccateur.....	40
Figure IV.12 : Four a moufle pour calcination	40
Figure IV.13 : Distillateur OFITT.....	41
Figure IV.14: Les éprouvettes graduées du distillat récupéré des échantillons (WET et Classique).	43
Figure IV.15: Schéma représentant les points de prélèvement.	43

Figure IV.16 : Dispositif d'agitation Pour l'essai de lixiviation	44
Figure IV.17 : Les échantillons WET et classique après la filtration	44
Figure IV.18 : les solutions tampon	45
Figure IV.19 : pH mètre	45
Figure IV.20 : Les étapes d'analyse par ICP-MS	46
Figure IV.21 : Spectrométrie de masse associée à un plasma d'argon à couplage inductif (ICP-MS)	47
Figure IV.22 : Analyseur de laboratoire labAnalyzer254	48
Figure IV.23: Les réactifs utilisés pour le dosage de l'Hg	50
Figure IV.24: les réactifs LCK 380 et LCK 381	52
Figure IV.25: Spectrophotomètre de Marque LANGE DR /1900	53
Figure IV.26: Réacteur HT 200 S	53
Figure IV.27 : Tubes DCO (0 à 15 000 mg /L) pour les fortes concentrations	55
Figure IV.28: Spectrophotomètre HACH Type DR /2000	55
Figure IV.29: le thermostat de marque LANDE HT200 S	55
Figure IV.30 : Dispositif d'agitation pendant 5 jours	58
Figure IV.31 : L'analyseur d'hydrocarbures CPG CLARUS 580	59
Figure IV.31 : L'apparition des 02 phases organique et aqueuse dans l'extracteur de Soxhlet	60
Figure IV.32 : La purification de la phase organique	61
Figure IV.33 : Concentration des échantillons par rota-vape	61
Figure V.1 : Histogramme de TMS % et TE %	62
Figure V.2 : Histogramme de la PAT et W_R	63
Figure V.3 : Histogramme d'OOC%	63
Figure V.4 : la courbe de WET	64
Figure V.5: la courbe de classique	64
Figure V.6: Histogrammes es Métaux lourdes	66
Figure V.7 : courbe de COT en fonction de quantité du ciment pour le classique	68
Figure V.8 : courbe de COT en fonction de quantité du ciment pour le WET	68

Figure V. 9: courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau Classique AV/TR.	70
Figure V.10 : courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau Classique 200.	71
Figure V. 11: courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau Classique 250.	71
Figure V. 12: courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau WET AV/TR.....	71
Figure V. 13: courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau WET 250.....	72
Figure V. 14: courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau WET 300.....	72

Liste des tableaux

Tableau I.1 : principaux entrants dans la formulation d'une boue de forage à base d'huile et leur rôle respectif	9
Tableau I.2 : Classification des fluides de forage par famille.....	11
Tableau I.3 : les Composants indésirable.....	12
Tableaux II.1 : la valorisation des concentrations des métaux lourds	20
Tableau II.2 : Propriétés des hydrocarbures	21
Tableaux III.1 : les avantages et les inconvénients de procédés(S/S).....	28
Tableau. IV.3 : 1^{er} formulation pour le traitement des 02 borbiers (WET et Classique)	36
Tableau. IV.3 : 2^{eme} formulation pour le traitement des 02 borbiers (WET et Classique).....	36
Tableau. IV.3 : 3^{eme} formulation pour le traitement des 02 borbiers (WET et Classique).....	36
Tableau. IV.4 : 4^{eme} formulation pour le traitement des 02 borbiers (WET et Classique)	37
Tableaux VI.5 : 5^{eme} formulation pour le traitement des 02 borbiers (WET et Classique)	37
Tableau. IV.6 : Nomenclature des 12 échantillons étudiés.....	38
Tableau IV.7: Valeur de la prise d'essai.....	57
Tableau V.1 : Résultats de la TMS et la TE des deux borbiers AV/TR.....	63
Tableau V. 2 : Résultats de PAF et du W_R dans les deux borbiers.....	64
Tableau V.3 : Résultat de la OOC dans les deux borbiers.....	64
Tableaux V.4 : Résultats du PH mesuré des deux borbiers AV et AP/TR.....	65
Tableau V.5 : Résultats du test des métaux lourds.....	66

Tableau V.6 : Concentrations du mercure total dans les deux bourbiers.....	68
Tableau V.7 : Concentrations en COT des échantillons de lixiviats.....	68
Tableau V.8 : Résultat de DCO et de DBO₅ des deux bourbiers.....	70
Tableau V.9 : Résultats du hydrocarbure totaux.....	71

Liste d'abréviation

- ❖ **API** : American Pétroleum Institute.
- ❖ **AP/TR** : Après /Traitement.
- ❖ **AV/TR** : Avant / Traitement
- ❖ **COT** : Carbone Organique Total.
- ❖ **DBO₅** : Demande Biologique en Oxygène pendant 5 jours .
- ❖ **DCO** : Demande Chimique en Oxygène.
- ❖ **DTD** : Division Technologie et Développement.
- ❖ **ETM** : Elément Trace Métallique.
- ❖ **Hg** : Mercure.
- ❖ **HMD** : Hassi Messaoud.
- ❖ **HPA** : Hydrocarbures Aromatique Polycyclique.
- ❖ **Méthode S/S** : Méthode Solidification/ Stabilisation.
- ❖ **ML** : Métaux lourd.
- ❖ **OBM** : Oil Based Mud.
- ❖ **OMS** : l'organisation Mondial de la Santé.
- ❖ **OOC** : Oil On Cutting.
- ❖ **PH** : Potentiel Hydrogène.
- ❖ **PET** : Polyéthylène
- ❖ **PAF** : Pert au Feu.
- ❖ **SONATRACH** : Société nationale pour la recherche, la production, leTransport, la transformation, et la commercialisation des hydrocarbures.
- ❖ **SAA** : Spectrométrie d'Adsorption Atomique.
- ❖ **TMS** : Teneur en Matière Sèche
- ❖ **TE** : Teneur en Eau.
- ❖ **TC** : Carbone Total.
- ❖ **TIC** : Carbone Inorganique Total.
- ❖ **UE** : Union Européenne.
- ❖ **USA** : United States Of America.
- ❖ **USEPA**: L'United States Envirommental Protection Agency.

- ❖ **WBM** : Water Based Mud.
- ❖ **W_R**: Résidu de la perte au feu.

Introduction générale

Introduction générale

Avec l'expansion sur secteur de l'industrie pétrolière en Algérie, s'est ressenti le besoin d'empêcher la dégradation de l'environnement et du cadre de vie en général. En effet, l'industrie pétrolière accorde, de nos jours, une grande importance aux questions liées à la préservation de l'environnement et de la santé publique. L'intégration de ces préoccupations dans la politique de production puise ses fondements dans le programme gouvernemental Algérien. Cela s'est traduit par la mise en œuvre de mesures qui s'articulent essentiellement autour d'un objectif principal formulé par le développement du management environnemental au niveau du secteur de l'énergie et des mines de manière très globale.

Les réformes sectorielles, en cours de mise en œuvre, consacrent une large place à l'environnement ; des dispositions spécifiques sont ainsi introduites par les nouvelles lois sur l'énergie, et plus particulièrement sur l'exploration pétrolière. L'élaboration d'études d'impacts sur l'environnement, la mise en place de plans de gestion de l'environnement et la conduite d'audits et d'expertises sur les complexes en matière d'environnement, sont rendues obligatoires par le secteur et sous sa responsabilité.

L'intégration de la préservation de l'environnement et du développement durable au niveau de l'élaboration de la planification et de la gestion, s'impose pour le secteur, eu égard, à la nécessité de préservation des milieux naturels, de la santé publique et aux engagements du pays, par rapport aux instruments juridiques internationaux et aux différents accords et convention engageant notre pays.

Gestion des borbiers au niveau des champs pétroliers, au cœur des préoccupations de **SONATRACH**. La volonté du secteur pétrolier de préserver l'environnement s'est traduite par la mise en œuvre de mesures pour l'atténuation des émissions de polluants atmosphériques, le traitement des rejets, la réhabilitation des sols et la protection des nappes phréatiques.

Les fluides de forage, parfois dénommées boues de forage, sont des éléments essentiels à prendre en compte dans la conduite des travaux d'exploration et d'exploitation pétrolière. On en trouve aujourd'hui de types extrêmement variés que l'on choisit phase par phase en fonction des problématiques à résoudre et des objectifs assignés aux forages. Outre leurs rôles bien connus pendant l'ensemble des actions de forage proprement dites (dont les principaux sont la tenue des parois, la remontée des déblais, la lubrification et le refroidissement des

outils), ils interagissent directement sur les terrains traversés et sont un vecteur permanent entre le sous-sol et la surface.

D'autre part, les borbiers à la surface du sol (rejets d'eau après injection dans les puits pétroliers) peuvent avoir des conséquences graves sur l'espace environnant, sol et atmosphère (exemple ; contamination de la nappe phréatique proche de la surface du sol).

L'Algérie, en l'occurrence **SONATRACH**, a amorcé une dynamique d'énergie verte en lançant un programme ambitieux de développement de techniques de décontaminations de toute pollution émanant des rejets non traités dans les borbiers, tels les métaux lourds et les hydrocarbures. Suite à cela, plusieurs techniques de dépollution, encore dites de réhabilitation, des sols ont été proposées. Le choix du moyen utilisé dépend de certains critères tel le cout, la surface su site et le degré de contamination.

Le présent travail repose sur l'étude de la technique de décontamination dite de **stabilisation /solidification (méthode S /S)**. La stabilisation a pour objectif de réduire le potentiel de risque d'un rejet en convertissant les contaminants en leur moindre forme soluble, mobile, ou toxique, la solidification elle, vise à encapsuler les déblais de forage par un liant hydraulique pour les transformer en une forme consolidée. Cependant, quelques questions subsistent à savoir :

- **Est-ce que ce traitement réduit réellement et efficacement les polluants organiques et minéraux ?**
- **Quelle est la meilleure formulation de traitement qu'on peut proposer pour traiter ces rejets ?**

Ce travail s'organise en deux parties, théorique et pratique.

La partie théorique repend dans 03chapitres quelques notions de base nécessaires à la compréhension du déroulement de ce mémoire : le forage et les fluides de forage, la pollution du sol, et enfin les filières de traitement.

La partie pratique, expérimentale, en globale 02 chapitres :

Un premier chapitre dans lequel les modes de détermination des caractéristiques physico-chimique du borbier de forage sont appliqués à notre échantillon candidat. Nous avons par la suite réalisé, sur ce même candidat, la technique de traitement par méthode S/S à base de liant hydraulique (ciment), exploitée par des tests de lixiviation st de compression mécanique.

Les résultats ainsi obtenus et leurs interprétations sont présentés dans un dernier chapitre.

Les critiques et perspectives de ce présent travail sont abordés dans la conclusion général.

I.1 Introduction

L'extraction du pétrole nécessite une opération très complexe et très délicate appelée « le forage ». Dans l'industrie pétrolière le puits de forage joue un rôle important pour atteindre l'objectif, qui est l'extraction du pétrole brut, pour cela l'utilisation des boues ou fluides spécialement préparés est indispensable. Le résultat de cette démarche est bien sur bénéfique aux industriels mais néfaste pour l'environnement, on parle là des « Bourbiers de forage pétrolier », la composition et classification de ces derniers sera détaillé dans ce chapitre.

I.2. Le forage

Le forage commence d'abord dans des roches ne contenant pas de pétrole (le forage pétrolier). Le but est de se déplacer le plus rapidement possible et de parvenir à la roche contenant du pétrole, appelée réservoir. La priorité consistée à assurer la stabilité de la formation rocheuse mise à nu dans le puits tout en évitant de perdre le fluide de forage. En maintenant la pression du fluide de forage au-dessus de la pression interstitielle de la formation rocheuse, le fluide de forage a naturellement tendance à pénétrer la roche perméable de la formation. Ceci peut être évité à des additifs particuliers ajoutés aux fluides de forage.

Le succès d'une opération de forage est assuré par plusieurs facteurs, parmi lesquels celui du choix des fluides de forage. Ces fluides dits complexes, du fait de leur nature même, et appelées plus classiquement (Boues de forage), sont le plus souvent des émulsions/suspensions, de divers constituants dont les fonctions sont multiples.

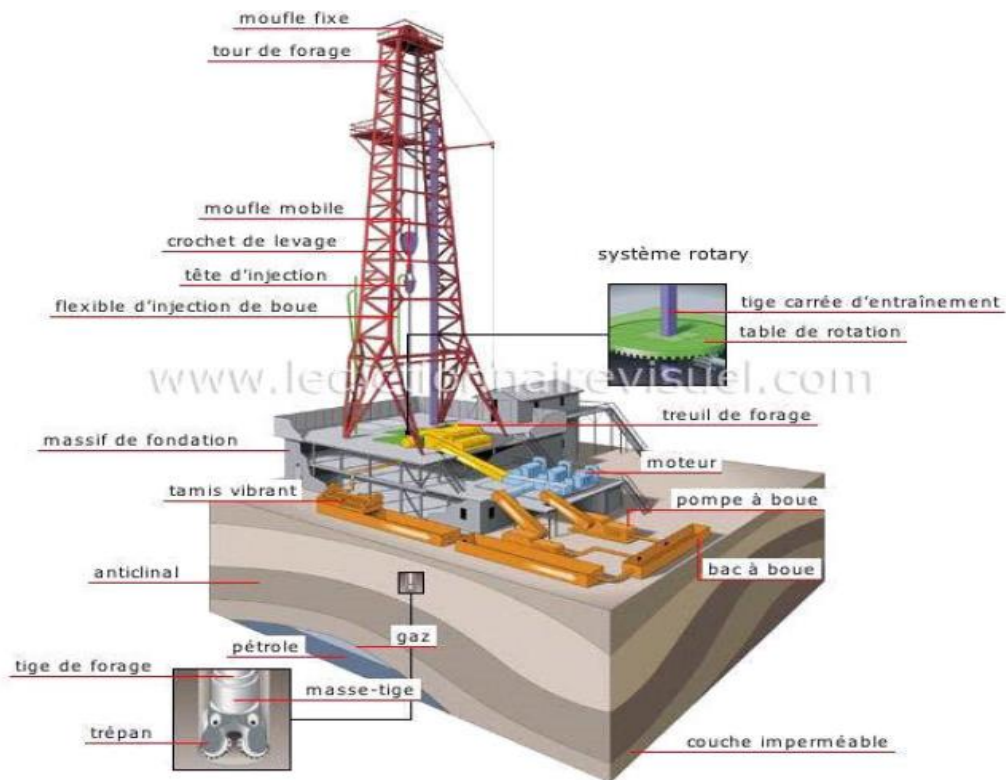


Figure I.1 : principe de forage

I.3. Fluide de forage

Le fluide de forage, appelé aussi Boue de forage, est un système composé de différents constituants liquides (eau, huile) et/ou gazeux (air ou gaz naturel) contenant en suspension d'autres additifs minéraux et organiques (argile, polymères, tensioactifs, déblais, ciments,...) [01].

En 1979, l'American pétroleum Institue (API) définit le fluide de forage comme un fluide en circulation continue durant toute la durée du forage, aussi bien dans le sondage qu'en surface.

Le fluide est préparé dans des bacs à boues, il est injecté à l'intérieur des tiges jusqu'à l'outil d'où il remonte dans l'annulaire, chargé des déblais formés au front de taille.

A la sortie du puits, il subit différents traitement, tamisage, dilution, ajout de produits, de façon à éliminer les déblais transportés et à réajuster ses caractéristiques physico-chimiques à leurs valeurs initiales. il est ensuite réutilisé [02].

I.3.1. Fonction des fluides de forage

Parmi les fonctions principales des fluides de forage, on peut citer :

I.3.1.1. Fonctions Hydrodynamiques

- **Lubrification et refroidissement de l'outil de forage**

Lorsque l'outil de forage se déplace contre la roche, un frottement et un échauffement se produisent. Les fluides de forage permettent de lubrifier et de refroidir le trépan, ce qui assure un fonctionnement sans à-coups et prolonge la durée de vie du trépan [03].

- **Nettoyage du puits et transport de déblais en surface**

C'est probablement l'une des plus importantes fonctions du fluide, puisqu'il contribue à un meilleur avancement du forage et améliore la vie de l'outil [04].

- **Stabilisation des fonctions forcées**

La stabilisation des formations forcées est réalisée à travers l'interaction du fluide de forage avec la roche environnante de plusieurs manières.

Un fluide à base d'huile est plus approprié dans cette situation. Au fur et à mesure que le forage avance, le puits est garni d'un tubage en acier qui cimenté afin de consolider le puits et d'offrir un passage, pour remonter le pétrole à la surface lorsque le réservoir est atteint [05].

I.3.1.2. Fonctions hydrostatiques

- **Le pouvoir de suspension**

Les fluides de forage peuvent maintenir les déblais en suspension pendant les arrêts de circulation au cours du forage (caractères thixotropes de la boue) [05].

- **Contrôle de la pression**

Grace à sa densité, le fluide de forage empêche les accidents en neutralisant la pression naturelle des fluides dans la formation rocheuse d'une part, et empêche les pertes de boues dans les formations perméables [06], [07].

- **Flottabilité**

Un puits peut avoir plusieurs milliers de mètres de profondeur. Une tige de forage en acier de cette longueur pèse plusieurs tonnes. L'immersion de la tige de forage dans le fluide produit un effet de flottabilité, ce qui réduit son poids et limite la tension appliquée sur le mécanisme de forage [06].

I.3.1.3. Fonctions physico-chimiques

- **Conservation de la perméabilité des roches**

L'une des fonctions physico-chimiques du fluide de forage est conserver la cohérence entre les particules de la roche pour empêcher les éboulements. L'autre fonction consiste à conserver la perméabilité, les boues sont traitées aux substances tensioactives ou solutions spéciales [07].

- **Formation d'un cake imperméable**

Une boue de forage en déposant un cake imperméable sur les parois du puits foré, consolide et réduit les futures filtrations. Cette propriété est également améliorée par les produits colloïdaux de type bentonite, amidon, ligno-sulfonates [06].

I.3.2. Propriété des fluides de forage

Ses principales caractéristiques sont :

- **La masse volumique ou densité**

Elle constitue un paramètre essentiel dans le maintien des parois du trou et les fluides en place dans les formations géologiques traversées [08]. Il s'exprime en dynes par m³ ou en newton par m³ [09].

- **Rhéologie**

La rhéologie l'étudie la déformation des matériaux (cas des solides) ou leur écoulement (cas des liquides) sous l'effet d'une contrainte.

Une force appliquée à un corps lui fait subir une déformation. Pour un solide, il y aura déformation élastique si le corps revient à son état premier dès qu'on cesse d'appliquer cette force. Pour un fluide l'action d'une force donne un écoulement [10].

- **La filtration**

C'est une propriété fondamentale de la boue, elle se produit sous l'effet de la pression différentielle (différence entre la pression du fluide et de la formation exercée). Deux sortes de filtration ont lieu pendant le forage : la filtration statique pendant l'arrêt de la circulation de la boue et la filtration dynamique au cours de la circulation de fluide.

- **pH**

C'est une propriété chimique de la boue qui est liée à sa stabilité et également à son aptitude à disperser facilement les matériaux argileux dont elle se charge au cours de forage. La boue est basique, son pH peut varier suivant les cas de 8 à 12. Enfin la boue ne doit être ni corrosive ni abrasive pour l'équipement, ni toxique ou dangereuse pour le personnel et ne doit pas présenter de risque d'incendie.

- **Alcalinité**

L'alcalinité de la boue est due à la présence d'ion hydroxyle, carbonates, dont la teneur est un facteur de stabilité de la boue [11].

I.3.3. Type de fluide de forage

Traditionnellement, les fluides de forage sont classés en trois catégories selon le fluide de base utilisé dans leur préparation : l'eau, l'air ou l'huile [12].

Ceci dit, nous sommes amenés à classer ces derniers en trois grandes familles :

I.3.3.1. Les fluides de forage à base d'eau (WBM)

Ces fluides sont souvent désignés par "WATER-BASED MUDS" ou WBM. Ils sont dans la plupart des cas constitués par des suspensions de bentonites (Argile), des solide inertes (baryte) et l'eau (30 à 60g/L) dont les caractéristiques rhéologiques et de filtration sont souvent ajustées par des polymères viscosifiants (xanthane).

Des réducteurs de filtrat entrent également dans la composition (polymères synthétique). Il est possible de classer ce type de boue en deux catégories :

-Boues douces ;

-Boues salées.

I. 3.3.2. Les Fluides de forage à base d'huile (OBM)

Les fluides à base d'huile sont des fluides dont la phase continue est une huile minérale (pétrole brut, fuel, gasoil,) et la phase dispersée est de l'eau.

Par définition, les fluides de forage à base d'huile contenant plus de 5% d'eau sont appelés boues de forage à émulsion inverse ; avec moins de 5% d'eau, on a les boues à l'huile. Ces fluides sont souvent désignés par "OIL -BASED MUDS" ou OBM. Les propriétés rhéologiques de cette émulsion sont ajustées par l'addition d'agents viscosifiants, généralement des argiles. Les formulations peuvent également contenir également des organophiles agents réducteurs de filtrat (composés asphalténiques et polymères) et d'autres additifs spéciaux (tableau I.1). Il faut signaler qu'aujourd'hui la plupart des travaux de recherche portent sur l'amélioration des boues inverses synthétiques, vu leurs avantages économiques et environnementaux, comparativement aux fluides classiques à base du gasoil [13].

Tableau I.1 : principaux entrants dans la formulation d'une boue de forage à base d'huile et leur rôle respectif [14] :

Inverses/argile organophile. Applications aux boues de forage pétrolier. Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie, Paris, France.

Produit	Rôle
-Huile	-Lubrifier l'outil de forage ; -Réduire les frottements.
-Réducteur de filtrat	-limiter l'endommagement en forme un cake efficace.
-Emulsifiant	-stabiliser l'émulsion.
-Agent mouillant	-Diminuer les tensions inter-faciales ; -stabiliser l'émulsion et les solides.
-Chaux	-Réserve d'alcalins en cas de pollution (stabilise l'émulsion).
-Argile organophile	-Donner les propriétés rhéologiques souhaitées (thixotropie).
-Viscosifiant	-Augmenter la viscosité à bas gradient de vitesse.
-Saumure	-Former l'émulsion ; -Obtenir les propriétés rhéologiques.
-Alourdissant (Barète ou carbonate de calcium)	-Contrôler la densité de la boue.

I.3.3.3. Les fluides de forage gazeux

Ce sont des fluides dont la phase continue est du gaz mélangé avec de l'eau en proportions variables provenant de la formation traversée ou ajoutée intentionnellement. Le gaz peut être de l'air, du gaz naturel, de la mousse ou vapeur. L'application de ces fluides est limitée aux forages à faible profondeur, puisqu'on ne peut l'utiliser dans des formations contenant une proportion d'eau assez importante [15].

I.3.4. Composition des fluides de forage

En plus de l'eau et du gasoil utilisé comme phase continue ou émulsionnée, un très grand nombre de produits entrent dans la fabrication et le traitement des fluides de forage. Ces produits sont classés par familles (Tableau I.2).

Tableau I.2 : Classification des fluides de forage par famille.

Composition des fluides de forage	
Colloïdes argileux	-Les bentonites ; -Les attapulgites.
Colloïdes organiques ou Réducteur de filtrat	-Amidons ; -CMC (Carboxyle Méthyle Cellulose).
Fluidifiants ou réducteur de viscosité	-Les poly phosphates ; -Les tanins ; -Les lignosulfonates ; -Les lignines chromes ; -L'eau.
Les additifs minéraux	-Soude caustique (NaOH) ; -Carbonate de soude (Na₂CO₃) ; -Le gypse (CaSO₄) ; -Chaux éteinte (Ca (OH) 2) ; -Bicarbonate de sodium (NaHCO₃).
Produits organiques spéciaux	Les anti-ferments ; Les anti-mousses ; -Les anti-coincements ; -Les anti-corrosions ; -Les anti-bourrant.
Alourdissant	-Barytine ou sulfate de baryum (BaSO₄) ; -Le carbonate de calcium (CaCO₃). -La galène (Pbs) ; -Hématite (Fe₂O₃).
Les colmatant	-Colmatant organiques ; -Colmatant fibreux ; -Colmatant lamellaires ; -Colmatant gonflants ; -Colmatant a prise (liants hydrauliques).

Composants indésirables

Les composants indésirables les plus présents dans les fluides de forage sont les Hydrocarbures, les métaux lourds, et les sels. Une brève description (Tableau I.3).

Tableau I.3 : les Composants indésirable.

Composants indésirable		
Hydrocarbures	Métaux lourds	Sel
<p>- Quand une formation traversée contient des hydrocarbures, le fluide de forage se trouve contaminé par l'huile de la formation. L'huile de certaines formations est un composant indésirable car il contamine les déblais [16].</p>	<p>Les métaux lourds peuvent se mélanger avec les fluides de forage selon deux cas :</p> <p>-Les formations forcées contiennent l'arsenic, le baryum, le cadmium, le Chrome, le plomb et mercure.</p> <p>- additifs des fluides de forage contiennent du baryum qui vient des Agents alourdissant de la baryte et du chrome qui vient des défloquant Chrome-lignosulfonate. Baryte minéral, utilisée pour le contrôle de la densité, Peut avoir de grandes quantités naturelles de cadmium et de mercure [10].</p>	<p>-La concentration des sels, comme le chlorure de sodium ou de potassium dans les fluides De forage peut aussi considérablement augmenter, spécialement quand les puits forés Traversent des dômes de sel ou des formations ayant de l'eau très salée [17].</p>

I.3.5. Cycle de la boue dans un puits foré

La majeure partie de la boue utilisée dans une opération de forage est recyclable (**figure I.2**)

1. La boue est mélangée et conservée dans le bassin de décantation ;
2. une pompe achemine la boue dans la tige de forage qui descend jusqu'au fond du puits ;

3. la boue sort de l'extrémité de la tige de forage et tombe au fond du puits ou le trépan est en train de forer la formation rocheuse ;
4. La boue emprunte ensuite le chemin inverse en remontant à la surface les morceaux de roche, appelés déblais, qui ont été arrachés par le trépan ;
5. La boue remonte jusqu'à l'espace annulaire, entre la tige de forage et les parois du puits
6. A la surface, la boue circule dans la conduite d'aspiration de la boue, une tige qui mène au tamis vibrant ;
7. Les tamis vibrant se composent d'un ensemble de crépines métallique vibrantes servant à séparer la boue les déblais. La boue s'égoutte dans les crépines et est renvoyée vers le bassin de décantation [16].

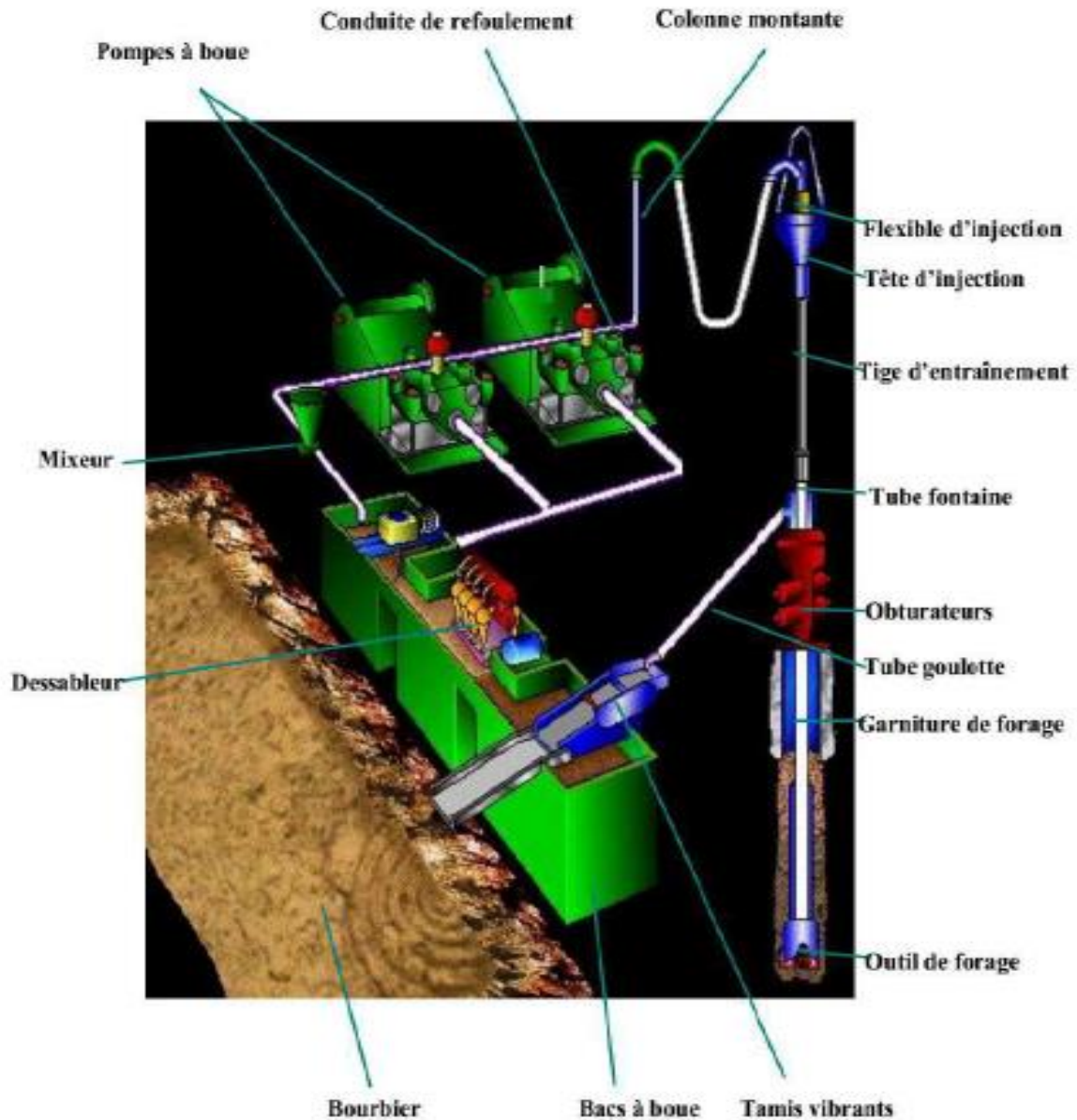


Figure I.2 : cycle de boue de forage

I.3.6. Le devenir des fluides de forage

A la sortie du puits, le fluide de forage remonte, chargé de déblais. Ces derniers séparés du fluide de forage par tamisage, sont rejetés dans une grande excavation, réalisée à cet effet, appelé : Bourbier. Il se trouve que ces rejets gardent en rétention des quantités importantes du fluide porteur par un phénomène appelé : Enrobage ou encapsulation.

Le bourbier contient la même composition que celle des boues de forage utilisées (eau, huile, bentonite,) en plus les déblais, du pétrole brut et les composants du sol foré. Les principaux

contaminants que l'on est susceptible de rencontrer sont : Les huiles, les métaux lourds et les sels.

Un bourbier à HMD, en fin de forage, peut contenir jusqu'à 600 m³ de gasoil perdu par encapsulation. Ces quantités de gasoil se trouvent par la suite « lessivées » par l'action des eaux de rejets qui peuvent atteindre jusqu'à 12000 m³ dans un seul bourbier à HMD. Les hydrocarbures non solubles dans l'eau se retrouvent en flottation sur la surface de l'étendue d'eau, alors que les hydrocarbures solubles dans l'eau se verront entraînés en profondeur par infiltration du fluide vecteur, en l'occurrence l'eau de rejet [17].

I.4. Les bourbiers

Le bourbier est une excavation à ciel ouvert avec une moyenne 30 à 60 m de largeur, 50 à 100 m de longueur et 1 à 3 m de profondeur. Son fond est rendu imperméabilisé par un géomètre composé d'un filtre synthétique en polyéthylène (PET) et une couche en bentonite. Il fonctionne comme bassin récepteur des rejets de forage et également des rejets provenant des étapes telles que la composition et la production. À HMD depuis quelques années, Les bourbiers qui systématiquement imperméabilisés avec la géo- membrane.



Figure I.3 : Bourbiers étanche avant le forage.



Figure I.4 : Bourbiers après une opération de forage.

I.4.1. Origine des déchets des bourbiers

- Pendant le forage, la contamination se traduit par le contact de deux fluides de caractéristique rhéologique différentes ;
- Le stockage non conforme des produits chimiques utilisés pour les différents fluides peut provoquer une contamination des sols donc des aquifères de surface ;
- Lors des déversements d'hydrocarbures volontaires en surface des fluides d'hydrocarbures dues à la détérioration et à la corrosion des tubages ;
- Des résidus de pertes de fabrication, d'acidification, etc. Pendant l'opération spéciale ;
- Des rejets de produits de pertes issues de l'opération d'évaluation du réservoir,
- Des rejets de produits utilisés pour l'entretien des puits et des installations de production ;
- Rejets des produits de traitement.

I.4.2. Danger des bourbiers sur l'environnement

On peut résumer les risques présentés par les bourbiers de forage en :

- Infiltration des polluants dans le sol est atteinte de la nappe phréatique, ce qui engendre une contamination de l'eau indispensable à la population locale et une contamination des eaux utilisées dans l'agriculture ;
- Danger toxique sur la faune, la flore, et la population avoisinante les bourbiers, par les polluants volatils qui peuvent s'échapper du bourbier. Risque de pénétration des polluants dans la chaîne alimentaire ;

- Les bourbiers ou **cuttings** sont principalement contaminés par des hydrocarbures (gasoil ou pétrole, provenant de la boue à base d'huile) et des métaux lourds provenant principalement des additifs de la boue. Le **cutting** risque de contaminer le sol et le sous-sol par les actions présentées sur le schéma suivant [16] :

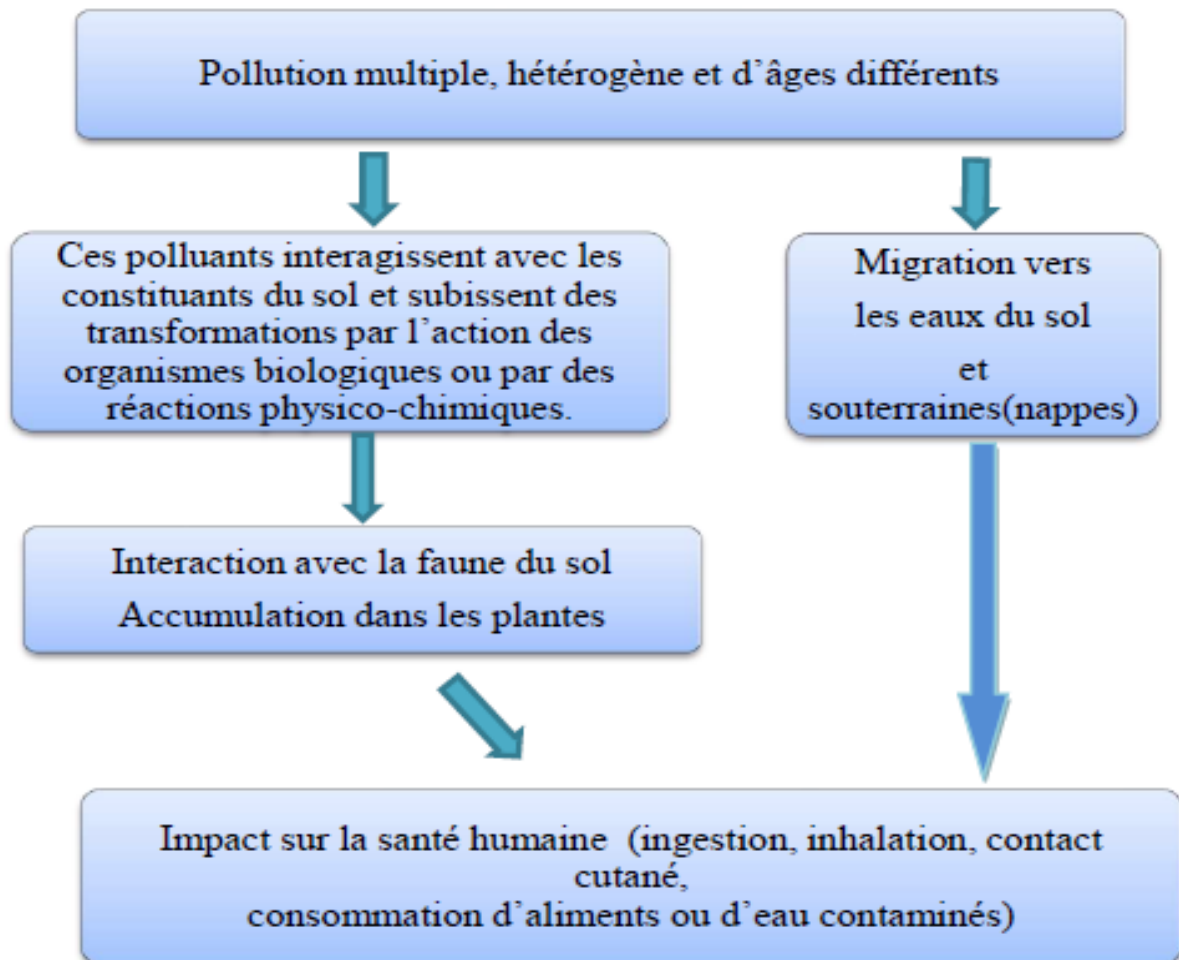


Figure I.5 : Action des polluants dans le sol.

II.1. Introduction

La pollution résulte des conséquences des diverses activités humaines (industriels, agricoles...) cumulées au cours des temps. Ces pollutions négligées jusqu'à une époque relativement récente deviennent aujourd'hui une préoccupation majeure en raison de leurs conséquences sanitaires, environnementales et socio-économiques. De nos jours, la réglementation environnementale de plus en plus contraignante, les améliorations des procédés et des pratiques de protection de l'environnement, l'application plus suivie des principes du développement durable et la gestion améliorée des déchets limitent de plus en plus l'impact polluant de ces diverses activités humaines.

II.2. Pollution engendrée par les hydrocarbures

Les hydrocarbures qu'ils soient à l'état solide, liquide ou gazeux engendrent des effets très néfastes sur l'environnement et donc sur la santé des personnes. On peut classer ces répercussions sur l'environnement en trois grandes catégories de pollution citées ci-dessous [15].

II.2.1. Pollution atmosphérique

Les hydrocarbures affectent profondément l'environnement par le biais des émissions fugitives de composés organiques volatiles et gaz torchés provenant des raffineries, mais les hydrocarbures les plus nocifs restent ceux qui résultent de combustion incomplète dans les moteurs automobiles et plus particulièrement dans les moteurs diesel. Les niveaux de contamination de l'air varient selon les localisations : milieu urbain ou rural, proximité de sites industriels. Les concentrations en HAP dans l'atmosphère sont comprises entre 5,7 et 44,6 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (somme des 16 HAP) selon les saisons en milieu semi-rural [18], et entre 300 et 400 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ dans l'environnement proche d'industries (cokerie) [19].

II.2.2. Pollution des eaux

Ce type de pollution peut atteindre aussi bien les eaux continentales et les nappes phréatiques que les milieux marins. Les eaux contaminées par les hydrocarbures provenant de l'activité industrielle et les milieux marins sont affectés par les déversements (marées noires), les vidanges sauvages et les différentes activités en offshore. Pour les eaux destinées à la consommation humaine (eau potable), la concentration de la somme des hydrocarbures ne

doit pas dépassée la valeur de 10 ppm comme il est indiqué dans les normes établies par OMS.

L'Algérie adopte la Loi 03 - 10 du 19 juillet 2003 relative à la protection de l'environnement dans le cadre du développement durable. Cette loi vise à compléter les lois algériennes déjà en vigueur dans le domaine de l'environnement, lesquelles incitent à la protection des eaux souterraines. Les valeurs limites fixées dans les eaux sont citées dans le **Tableau. N°1 - Annexe I.**

II.2.3. Pollution des sols et classement

La contamination des sols par les hydrocarbures cause des risques considérables sur la santé humaine, la faune, la flore et a un important impact sur les eaux souterraines. En pénétrant dans les sols poreux, le polluant hydrocarboné se déplace verticalement sous l'effet de la pesanteur [20]. Les valeurs limites fixées dans les sols sont citées dans les **Tableaux N°1, N°2, N°3 ; – Annexe1**

II.3. Pollution des sols par les métaux lourds

Les contaminations inorganiques majeurs sont les métaux lourds. Ils représentent un problème différent des contaminants organiques, ils ne peuvent pas être dégradés par les micro-organismes, ils doivent être « immobilisés » ou extraits.

Il existe plusieurs définitions du terme « métal lourd », ou élément trace métallique (ETM) :

Il s'agit en général d'éléments métalliques naturels, caractérisés par une masse volumique élevée, supérieure à 5 g/cm³. Quarante et un métaux correspondent à cette définition générale. D'autres définitions existent, les métaux lourds peuvent concerner les éléments (excluant alors le fer, le chrome) ; il peut aussi s'agir de tous les éléments métalliques à partir de la quatrième période de la classification des éléments.

Cependant l'appellation « métal lourd » est une appellation courante qui n'a ni fondement scientifique, ni application juridique [16].

En se basant sur la première définition, les métaux lourds les plus fréquents sont le cadmium (*Cd*), le chrome (*Cr*), le cuivre (*Cu*), le plomb (*Pb*), l'arsenic (*As*), le nickel (*Ni*) et le zinc (*Zn*). Ils contaminent de nombreux sites à travers le monde. Ils proviennent de la combustion des charbons, pétroles, ordures ménagères, de l'épandage des boues sur les sols agricoles et de certains procédés industriels (métallurgie des métaux non ferreux notamment).

Tableaux II.1 : représente la variation des concentrations en métaux lourds des échantillons de bourbiers de forages pétroliers des champs de HMD durant une dizaine d'années. Ces concentrations sont au-dessous de la norme. Donc le sol ou le bourbier étudié n'est pas pollué en métaux lourds, il est pollué en hydrocarbure seulement.

Tableaux II.1 : la valorisation des concentrations des métaux lourds [21].

Concentration (Mg/l)	Techniques Analytiques	Écha. 1	Écha. 2	Écha.3	Écha.4	Écha.5
Hg	CVAAS	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
Cd	AAS	<0.1	<0.10	<0.10	<0.10	<0.10
Cr total	AAS	0.40	0.20	<0.05	0.50	<0.05
Cr Vls	Colorimetric	0.07	0.08	0.01	0.23	0.04
Ni	AAS	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06	<0.06
Zn	AAS	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
Pb	AAS	<0.10	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01

II.4. Pollution des sols par les hydrocarbures

La pollution des sols par les hydrocarbures résulte généralement de l'infiltration à partir de la surface ou de l'enfouissement de produits pétroliers ou de résidus hydrocarbonés [22].

II. 4.1. Définition et propriétés des hydrocarbures

Les hydrocarbures sont des molécules composées d'hydrogène(H) et de carbone(C), avec parfois d'autres atomes entre autres d'oxygène ou d'azote.

On distingue plusieurs familles d'hydrocarbures à la base de structure de molécules. Elles peuvent posséder des liaisons simples (alcanes, cyclanes), doubles (alcènes, polyènes) ou triples (alcynes et hydrocarbures aromatiques), être linéaires ou cycliques (cyclanes, hydrocarbures aromatiques). Ces différentes familles d'hydrocarbures possèdent des propriétés physicochimiques variables (température d'ébullition, densité...).

Le tableau II.2 ci-dessous donne les caractéristiques des principaux hydrocarbures rencontrés dans les ruissellements pluviaux et notamment celles de l'essence, mélange complexe d'hydrocarbures. (Norme XP P 166442) [20].

Tableau II.2 : Propriétés des hydrocarbures

Liquide	Densité	Séparabilité de l'eau	Solubilité
Diesel	0.85	Oui	Quasiment insoluble
Mazout léger	0.87	Oui	Quasiment insoluble
Mazout lourd	0.99	Non	Soluble
Pétrole	0.7 à 0.75	Oui	Quasiment insoluble
Kérosène	0.8	Oui	-
Essence	0.68	Oui	-

II.5. Impacts de la pollution par les hydrocarbures

La présence du fluide de forage bourbier, n'est pas en soi, un danger, le risque apparaît dès lors que ce polluant, soit mobilisé et agit comme un vecteur de la pollution, pouvant atteindre les eaux souterraines, la végétation de surface, et les espèces animales vivant aux alentours, en permanence ou tem parfaitement [22].

II.5.1. Impacts sur la nappe phréatique

En pénétrant dans les sols poreux, le polluant hydrocarboné se déplace verticalement sous l'effet de la pesanteur [20], et pouvant provoquer à long terme une contamination de la nappe phréatique, et rendre les eaux souterraines impropres à l'utilisation humaine, comme source en eau potable et dans le domaine de l'irrigation. [23, 24].

II.5.2. Impacts sur la faune et la flore

La contamination via les composés hydrocarbonés, induits des altérations dans la régulation de la croissance des plantes. Le piégeage de ces polluants par les végétaux ainsi que leurs produits de dégradation peuvent les rendre toxiques [25].

Des effets sur les animaux sont aussi signalés, par miles quels, une diminution du taux d'hémoglobine et un dysfonctionnement du foie (effets hépato toxiques). Par ailleurs, des essais d'écotoxicité de certains fluides de forages à base d'eau et d'huile, sur des mollusques bivalves montrent qu'ils peuvent affecter les tissus somatiques être productifs de ces animaux.

II.5.3. Impacts sur la santé de l'homme

Plusieurs effets sur la santé peuvent être associés aux fluides de forage, et leurs toxicités diffèrent selon leurs structures, leurs propriétés physicochimiques, leurs qualités et leurs quantités [26].

En 2003, les HAP ont été ajoutés aux produits visés par la convention de STOCKHOLM sur les polluants organiques persistants : ils ont été classés comme produits très préoccupants pour la santé en raison de leurs effets cancérigènes, mutagènes et reprotoxiques [27].

Les HAP sont les plus toxiques, et leur toxicité est plus élevée d'autant que leur poids moléculaire est important. Ils représentent une toxicité à long terme aggravée par la présence de tensioactifs qui facilitent leur induction dans l'organisme [28].

Les sols contaminés par les hydrocarbures présentent un danger lors d'un contact direct avec l'homme, ou lors de leur transfert dans la chaîne alimentaire, par le phénomène de bioaccumulation [23].

Une exposition prolongée peut entraîner des problèmes de santé (respiratoires, digestifs et dermatiques) [29].

Pour ce qui concerne les risques liés aux volatils, tels que le gasoil, au niveau de la phase gazeuse du sol, les conséquences sont néfastes : par inhalation directe, par des incendies et explosions en atmosphère confinée, avec des produits inflammables et explosifs [23].

II.5.4. Impact économique

Les pertes importantes des fluides de forage lors de leurs rejets dans le bourbier, ont un impact économique vu leurs compositions en grande proportion en gasoil, et la possibilité de valoriser quelques matières premières, accessibles pour la préparation de nouveaux additifs dans les fluides de forage (OBM et WBM) [02].

La production nationale en gasoil est presque constante depuis plus de cinq ans et se situe généralement entre 6.10^6 et 5.10^6 t/an. La quantité de gasoil consommée dans le secteur du forage a été estimée à partir des trois centrales à boue des sociétés de services opérant à HMD pour le profit de SONATRACH, et montre une eau de gémation de 32000 tonnes en 2002 à plus de 70 000 tonnes en 2006.

Par conséquent, en plus des problèmes de pollution des sites de forage et des eaux souterraines, cette augmentation importante ou lève des problèmes d'approvisionnement à long terme [13].

III.1. Introduction

Bien que les sols soient contaminés par différents produits, il existe souvent des méthodes techniques et scientifiques pouvant donner des résultats fiables en matière de dépollution. Ces techniques sont applicables à plusieurs niveaux de contamination sur des terres ou des sols ou nappes phréatiques en place.

Chaque site mérite un traitement spécifique avec pour objectif de rendre le risque identifié acceptable et /ou restaurer une ressource. Mais On doit d'emblée affirmer qu'il n'existe actuellement aucune technique réaliste de dépollution d'un sol contaminé à grande échelle. Les durées nécessaires sont également très différentes ; la durée est de quelques mois à une année pour les sols fortement pollués [30].

Dans cette partie nous allons nous intéresser aux techniques susceptibles d'éliminer des quantités importantes de métaux lourds et des polluants organiques.

III.2. Définition de la dépollution

La dépollution désigne l'élimination des pollutions et des contaminations des milieux ambiants tels les sols, les nappes phréatiques, les sédiments ou les eaux de surface. Les enjeux de la dépollution sont souvent financiers [29], mais aussi d'intérêt général : protection de la santé publique et de l'environnement.

La dépollution doit généralement remplir un ensemble de normes législatives et peut aussi être basée sur des évaluations des risques sanitaires ou écologique lorsqu'aucune norme législative n'existe, ou lorsque celle-ci sont à titre consultatif.

III.3. Etapes de la dépollution

L'intervention de la pollution s'effectue en quatre étapes :

- **Diagnostic** : établissement d'un bilan de l'exploitation antérieure : une recherche historique et documentaire sur l'activité passée du site et d'investigations sur le terrain conduit à une identification des déchets présents sur le site.
- **Exécution d'un programme d'études techniques** : des prélèvements effectués sue le terrain et des analyses chimiques déterminent la nature des polluants présents.

- **Choix du procédé de traitement** : les traitements biologiques nécessitent des essais préliminaires de laboratoire.
- **Travaux de réhabilitation** : l'exécution des travaux de réhabilitation est l'étape finale de la dépollution en réalisant, sur le terrain, le traitement approprié.

III.4. Les procédés de dépollution ou les différentes méthodes de traitement :

III.4.1. Les procédés biologiques : [31,23]

Les procédés biologiques regroupent plusieurs techniques de dépollution applicables « in situ » (Bioventing et bio-sparging, bio-stimulation, bio-augmentation) et « ex situ » (parmi les procédés ex situ on distingue : Landfarming, Bio terre, bioslurping (traitement en bioréacteur, compostage), Ce sont des traitements qui consistent à utiliser des organismes supérieurs (végétaux) ou des micro-organismes pour dégrader les polluants organiques. Les champignons, les bactéries, les levures, les Actinomycètes et les algues sont les principaux micro-organismes des sols ou d'une autre manière se sont les agents microbiens de dépollution. En général, sous leur action, les polluants organiques sont transformés en molécules de moins polluantes (en terme de persistance et de toxicité).

Les procédés biologiques de dépollution visent à augmenter les capacités de dégradation par les micro-organismes des sols pour accélérer les phénomènes naturels, afin de ramener les quantités de polluants extractibles en dessous des normes établies. L'utilisation du matériel biologique (bactéries, levures, moisissures, etc...) pour le traitement suscite de plus en plus d'intérêt car il s'adapte rapidement et réussit à dégrader tout ou une partie des polluants en place. De surcroît, c'est un procédé non destructif avec un impact positif sur l'opinion publique [30].

III.4.2. Traitements thermiques

Une des méthodes couramment utilisées est le traitement thermique des sols in situ ou ex situ [32,33]. L'application de hautes températures permet la destruction des composés organiques et le piégeage au sein des particules du sol des composés inorganiques (par modification de leur mobilité). Comme les propriétés bio-physico-chimiques de ces terres incinérées ne sont plus identiques à celle de terres non traitées, ces résidus de combustion ne peuvent plus être utilisés comme support pour la végétation [34]. ce procédé est bien adapté aux sols contaminés par hydrocarbures **figure (III.1)**

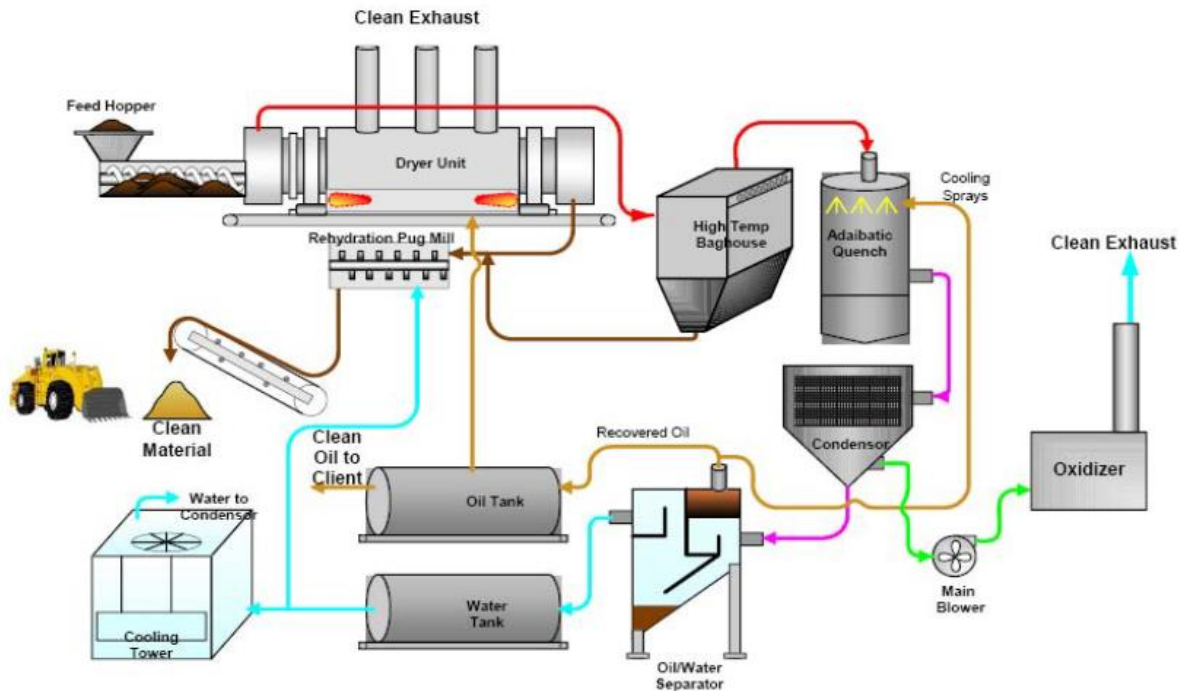


Figure III.1 : schéma du fonctionnement thermique

III.4.3. Les procédés de stabilisation/solidification

Parmi les méthodes de traitement des déchets, la S/S est encore actuellement la technique la plus utilisée pour traiter les déchets radioactifs et dangereux [35], en raison de son faible coût, de sa facilité de mise en œuvre et de l'adéquation aux critères sélectifs, en vue de leur admission en centre d'enfouissement technique de classe (tableau. N°4 -Annexe I).

III.4.3.1. Définition :

Le procédé de S/S ou inertage vise à améliorer les qualités physiques et chimiques des déchets en vue de faciliter leur stockage [36].

➤ La stabilisation

La fixation chimique consiste à réduire le potentiel polluant des déchets ultimes. Il s'agit en effet de transformer les espèces chimiques polluantes en composés stables moins toxiques et moins solubles [37], [38], ayant un potentiel polluant faible, ou en composés retenus par des mécanismes d'adsorption ou d'échanges d'ions. Cette rétention chimique des polluants se produit grâce à la formation de liaisons chimiques entre polluants et les composés de la matrice [39].

➤ La solidification

Est un processus qui permet de transformer les déchets ultimes en un solide de grande intégrité structurale, c'est-à-dire avec une faible perméabilité et de bonnes caractéristiques mécaniques [40,41]. La solidification ne modifie pas forcément le potentiel dangereux du déchet, mais le risque de dispersion des espèces toxiques dans l'environnement est limité au maximum et le contact déchet/environnement est réduit [42].

III.4.3.2 Principe

Les procédés de stabilisation/solidification des déchets reposent sur le principe de la réduction des rejets toxiques par ajouts des réactifs solides ou liquides (Figure III.2). Ils permettent la solidification du déchet en solidifiât (masse solide) permettant d'une part de faciliter sa manutention et d'autre part, de limiter au maximum la dispersion du déchet dans l'environnement. Ils conduisent également à la stabilisation des espèces polluantes présentes dans le déchet (réduction de la mobilité).

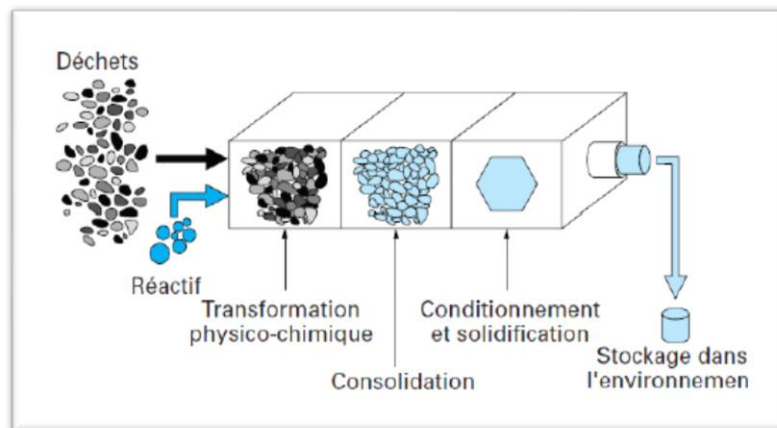


Figure III.2 : Procédé de solidification [43].

Il existe de nombreuses façons d'immobiliser des espèces chimiques à l'intérieur d'une matrice solide. (Tableau III.1) résume les principaux procédés, leur principe de base et les matières pour lesquelles ils peuvent être utilisés.

L'United States Environnementale Protection Agency (USEPA) a publié un guide référant à différentes sources d'information sur les procédés de stabilisation et solidification (USEPA, 1999).

Le présent document porte sur la stabilisation et la solidification avec des liants hydrauliques car c'est le procédé le plus souvent utilisé.

III.4.3.3 Les liants hydrauliques utilisés à HMD : sont

- ✓ Silicate de sodium ($\text{SiO}_2 \text{Na}_2\text{O}$).
- ✓ Silicate de potassium ($\text{SiO}_2 \text{K}_2\text{O}$).
- ✓ Ciment.
- **Silicate**

Il donne un précipité insoluble en présence des métaux lourds et lorsqu'il réagit avec un cation polyvalent tel que : Calcium et magnésium, ces derniers forment un film imperméable autour des particules du solide.

- **Ciment**

(Lie 2 éléments ensemble, réaction chimique avec H_2O)

- ✓ hydraulique car il durcit au contact de l'eau (par hydratation) avec laquelle ils sont mélangé ;
- ✓ liant car il agglomère fortement les autres matières incorporées au mélange.

Il enrobe et renforce la qualité du film du silicate suite à la réaction chimique avec le calcium libérer, le ciment utilisé réagit avec le calcium pour obtenir un produit silicate insoluble à la fin de cette opération et avec le temps ce mélange devient solide et dur, c'est ce qui forme un produit stable et inerte.

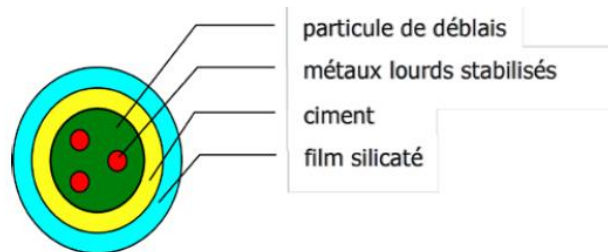


Figure III.3 : Phénomène d'encapsulation

III.4.3.3 Les Différentes techniques de stabilisation

Les techniques de stabilisation se différencient principalement par la nature organique ou minérale des réactifs employés. Des additifs peuvent éventuellement être ajoutés afin de compléter l'action des liants. la stabilisation regroupe plusieurs techniques telles que :

- La vitrification consiste à retenir des polluants dans une matrice vitreuse obtenue par traitement à haute température du déchet des ajouts peuvent éventuellement être faits ;
- La fixation physique consiste à encapsuler ou enrober les polluants du déchet ;

- La fixation chimique permet d'immobiliser les polluants dans une matrice grâce à la formation de liaisons chimiques entre les polluants et les composés de la matrice (exemple : complexation d'ions, insolubilisation des cations sous forme de silicates...);
- La solidification vise à donner aux déchets une certaine structure physique.

Cependant certaines techniques de traitement des déchets dangereux utilisent du bitume ou des thermoplastiques. L'utilisation des liants organiques permet uniquement une encapsulation. Ce traitement est très limité notamment par rapport à sa résistance face aux agressions extérieures. Les procédés de stabilisation utilisant des liants minéraux sont les plus étudiés, les plus connus et les plus avancés d'un point de vue technique. Les principaux réactifs utilisés sont des liants hydrauliques tels que les ciments, les bétons et la chaux. Très souvent, des adjuvants sont associés à ces liants hydrauliques. La stabilisation par ciment permet de traiter des mélanges de déchets solides, pâteux et mêmes liquides. Elle conduit à des matrices alcalines relativement résistantes au niveau mécanique, stable dans le temps et peu perméable [41].

Ces différents procédés de stabilisation présentent tous certains avantages et inconvénients. Tout d'abord il faut étudier la compatibilité du déchet avec le traitement envisagé et estimer les performances et le coût du traitement.

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

- Transformer le déchet en un solide plus facile à transporter et à stocker ;
- Diminuer la surface d'exposition à l'environnement des contaminants ;
- Limiter la solubilité des contaminations en cas de contact avec un fluide lixiviant [42].

III4.3.4. Avantages et inconvénients du procédé (S/S)**Tableaux III.1** :les avantages et les inconvénients de procédés(S/S).

Avantages du procédé	Inconvénients du procédé
<ul style="list-style-type: none">• Procédé simple ;• Procédé économique ;• Ne demande pas beaucoup d'équipements ;• Possible valorisation des boues inertes.	<ul style="list-style-type: none">• Le procédé ne récupère pas les hydrocarbures présents dans les boues ;• Risque de relargage des sels et des hydrocarbures ;• Les hydrocarbures, les sels et les métaux lourds ne sont pas éliminés ;• Les systèmes basés sur le ciment ne sont pas applicables à des solides contenant des teneurs élevées en matières organiques [44].

IV.1. Introduction

Cette étude a été réalisée au niveau laboratoire de géochimie minérale de la division laboratoire, (DLAB) SONATRACH sis à Boumerdes. Elle a pour but d'étudier l'efficacité de traitement de la technique Solidification / Stabilisation de deux types de borbier de forage pétrolier à base d'huile (WET) et à base d'eau (Classique). En présentant dans ce chapitre les caractérisations physico-chimiques sur l'échantillon solide brut avant traitement, La teneur en matière Sèche (TMS), teneur en eau (TE), Perte Au Feu (PAF) et la teneur en huile (OOC) ainsi que la lixiviation suivie d'une série d'analyse réalisée sur lixiviat : le pH, dosage de mercure (Hg), le dosage de métaux lourd, détermination du carbone organique total (COT), les indicateurs de pollution (DCO, DBO₅) et es hydrocarbures totaux.

IV .2. Échantillonnage

Pour effectuer nos expériences, nous avons mélangé plusieurs déblais de forage, qui sont prélevés à partir de deux types borbiers à base d'eau (Classique) et l'autre à base d'huile (WET) de différente région (In Amenas, HMD).

IV.2.1. Présentation de la région de HMD

L'activité et la vocation de HMD est la production et l'exploitation du brut. Les pollutions générées par l'activité industrielle sont plus qu'évidentes. Des mètres cubes de différents fluides contenant des produits dangereux sont rejetés dans des grandes excavations, réalisées à cet effet, appelées : « Bourbiers ».

Si cette situation perdure, on risque d'avoir non seulement la contamination des sols mais aussi celle de la nappe phréatique, d'où la nécessité d'une prise en charge immédiate pour préserver les eaux souterraines qui représentent dans les zones arides la principale source hydrique.

IV.2.2. Situation géographique de HMD

La région de HMD se situe à 830 Km au Sud-est d'Alger et couvre une superficie d'environ 2250 Km² (Figure11).

Par rapport aux gisements, le champ de HMD est limite :

- Au Nord-Ouest par les gisements d'Ouargla (Guellela, Ben kahla et HaoudBerkaoui) ;
- Au Sud-ouest par les gisements d'HI Gassi, Zotti et El Agreb;
- Au Sud- Est par les gisements Rhoud d'El Baguel et Mesdar ;

IV.2.3. Présentation de la région In Amenas

La direction régionale In Amenas se situe dans le chef-lieu de daïra In Amenas dans la partie centrale du bassin d'Illizi à 1600 km au sud d'est d'Alger, à 820 km au sud-est d'Ouargla sur le plateau de Tihert et à 200 km au nord-est d'Illizi (chef-lieu de wilaya), dont elle relève administrativement. L'altitude moyenne est plus ou moins 560 m par rapport au niveau de la mer. La superficie des champs producteurs de la région est de l'ordre de 30 000 km². Cette région se divise en 03 secteurs :

1. Secteur Nord : Zarzaitine dépendant de l'association SH&SINOPEC ;
2. Secteur Est:Edjeleh ;
3. Secteur Ouest:Tiguentourine, El-adeb Larache et Assekaifaf .

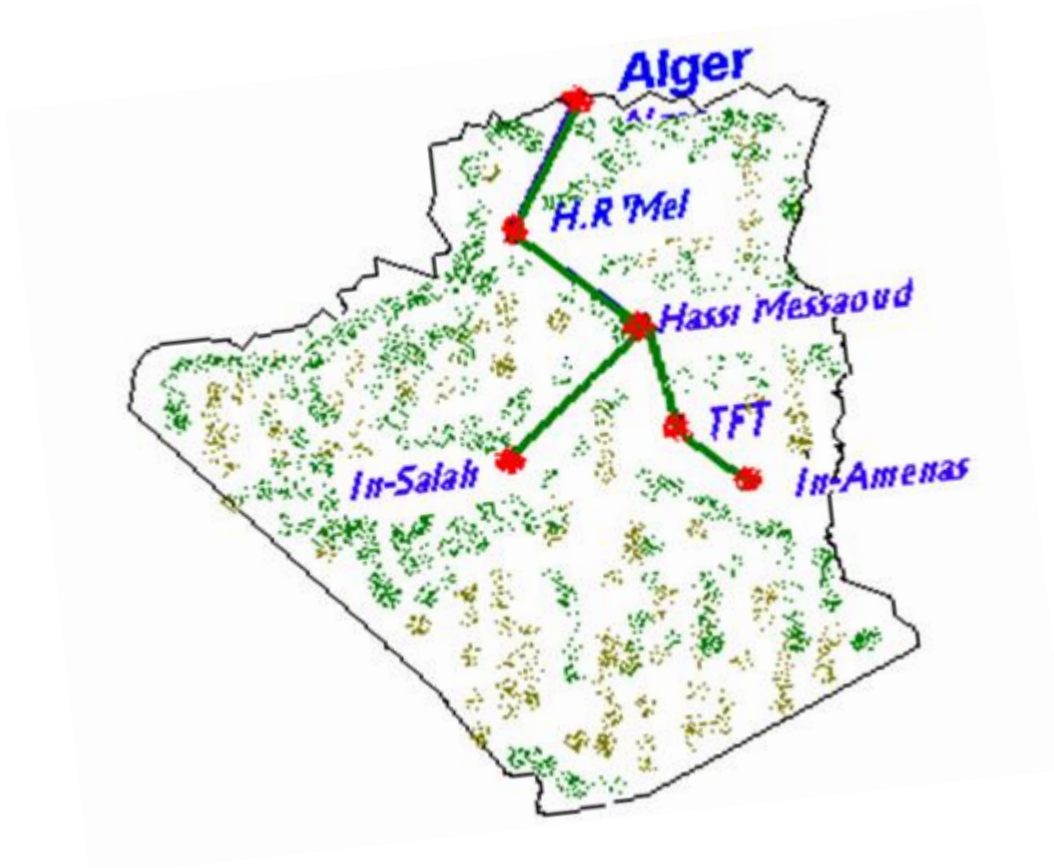


Figure VI.1 : Situation géographique HMD et région In Amenas

VI.3. Méthode Echantillonnage et prélèvement

- **Échantillonnage**

L'échantillonnage est l'ensemble du processus ayant pour objet la réalisation d'échantillons représentatifs d'un milieu initial (sols, eaux de surfaces ou eaux souterraines, déchets).

- **Codification (étiquetage)**

L'échantillon doit être clairement étiqueté, afin de garantir l'unicité pour assurer la traçabilité.

Il contiendra les informations suivantes :

- Type (nature) d'échantillon ;
- Code de l'échantillon ;
- Société de prestation ;
- Date et lieu de prélèvement ;
- Analyses demandées.

- **Méthodologie**

L'échantillonnage se doit de garantir que l'analyse de l'échantillon, ou du groupe d'échantillons, reflète le niveau de concentration du contaminant concerné à un instant et dans un lieu donné. Les résultats analytiques issus d'échantillons représentatifs reflètent la variation de présence et de concentration du polluant sur le site.

- **Type du site**

C'est une grande excavation protégée par une couche d'isolation (liner) appelée borbier (**figure 12, 13**), réalisée dans le but de stocker la boue de forage chargée de déblais.

Il existe deux types de borbier : type WET (boue à base d'huile) et type classique (boue base d'eau).



Figure VI.2. Bourbier type WET



Figure VI.3. Bourbier type classique

- **Stratégie d'échantillonnage**

L'objectif de l'échantillonnage à des fins d'analyse est d'obtenir des renseignements sur un milieu donné à l'aide d'échantillons représentatifs.

Une bonne planification de la campagne d'échantillonnage est nécessaire pour éviter les pertes de temps et les erreurs. Elle doit tenir compte du contexte et des objectifs du projet dans lequel l'échantillonnage doit avoir lieu, et qui consiste à :

- Évaluer l'efficacité ou les effets d'une intervention ou d'un procédé de traitement ;
- Vérifier le respect d'une réglementation.

- **Echantillonnage systématique**

Cette méthode est utile si l'on veut connaître avec une bonne précision une concentration moyenne, si la distribution du polluant est supposée très hétérogène.

Dans le cas des bourbiers de forage, on a opté pour l'échantillonnage aléatoire simple et l'échantillonnage systématique, le choix se fait en fonction de plusieurs critères (tels : accessibilité et dimension du terrain, nature du sol, budgets disponibles, sécurité du personnel...).

SYSTÉMATIQUE x : points échantillonnés

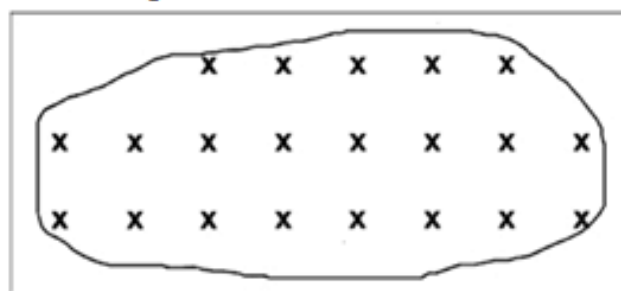


Figure VI.4 : Schémas illustrant l'échantillonnage systématique.

- **Matériels de prélèvement**

Le matériel sera en acier inoxydable ou en un autre matériau n'ayant aucune influence sur les analyses chimiques prévues. Il se compose de : pelles et truelles, bacs de mélange, flacons en verre, masques, gants, lunettes, combinaisons et des chaussures de sécurité.

L'échantillon est extrait de l'outil de prélèvement et déposé dans un bac de mélange ; il est ensuite réparti entre les divers flacons.

Le temps d'exposition à l'air est réduit au maximum afin d'éviter l'oxydation de certains composés de l'échantillon. Dans le cas de l'analyse des composés volatils, l'échantillon est placé tel quel et le plus rapidement

Au final, le volume ou le poids de l'échantillon global correspondra au moins au volume ou au poids analytique demandé par le laboratoire.

- **Conditions de stockage et transport**

En règle générale, les échantillons doivent être conservés à une température inférieure à 10°C jusqu'à l'analyse, et à l'abri de la lumière. Il convient de prendre toutes les précautions afin de s'assurer qu'ils ne subissent aucune modification entre l'instant du prélèvement et celui de l'analyse.



Figure VI.5 : Étapes d'échantillonnage sur site

IV.4. Tests de formulations (déroulement de l'opération de traitement)

Pour la réalisation des tests formulations on utilise les mêmes conditions opératoires et les mêmes équipements :

- Une balance d'une précision de 0.01g ;
- Bêchers ;
- Pissette ;
- Éprouvettes ;
- Récipient ;
- Spatule ;
- Plateaux en métal pour le séchage.

Pour la préparation des formulations de traitement des deux bourbiers (WET) et (Classique)

Préparation des formulations pour le traitement des rejets type classique

- Peser des masses adéquates comme indiquées dans les tableaux ci-dessous ;
- Homogénéiser pendant 2 minutes l'échantillon ;
- Prélever un volume de 1 litre de rejet et le verser dans le récipient de préparation ;
- Ajouter du ciment, et du silicate de sodium progressivement et mélanger pendant dix minutes tout en ajoutant de l'eau (conformément à la formulation proposée) ;
- Étaler le mélange (rejet + produit) obtenu sur le plateau pour le séchage pendant 7 jours à l'air libre.

Préparation des formulations pour le traitement des rejets type WET

La préparation est effectuée d'une manière identique à celle du rejet type classique, sauf que pour le WET on ajoute le tuf, la différence est constatée dans les taux et l'ordre de rajout de chacun des additifs.

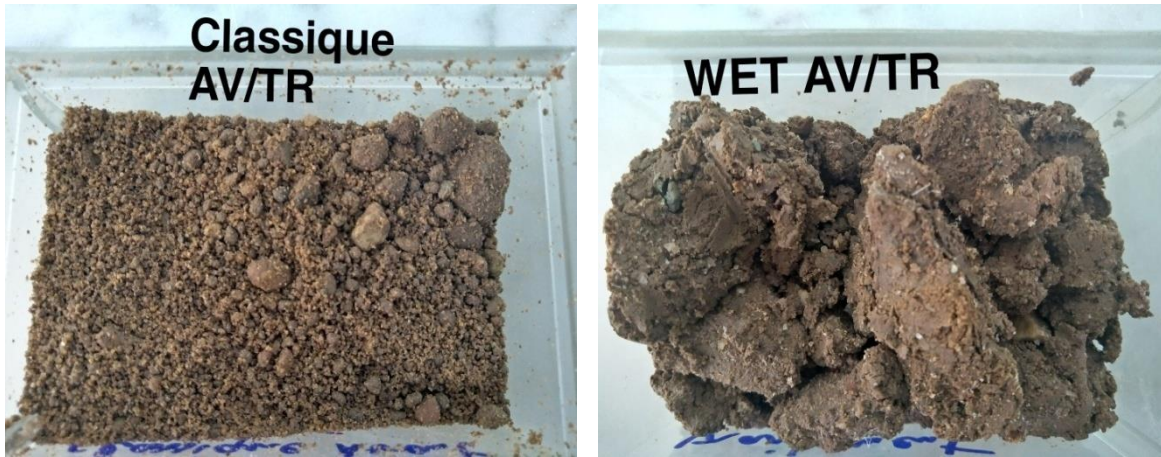


Figure VI.6 : L'échantillon AV/TR pour classique et WET.

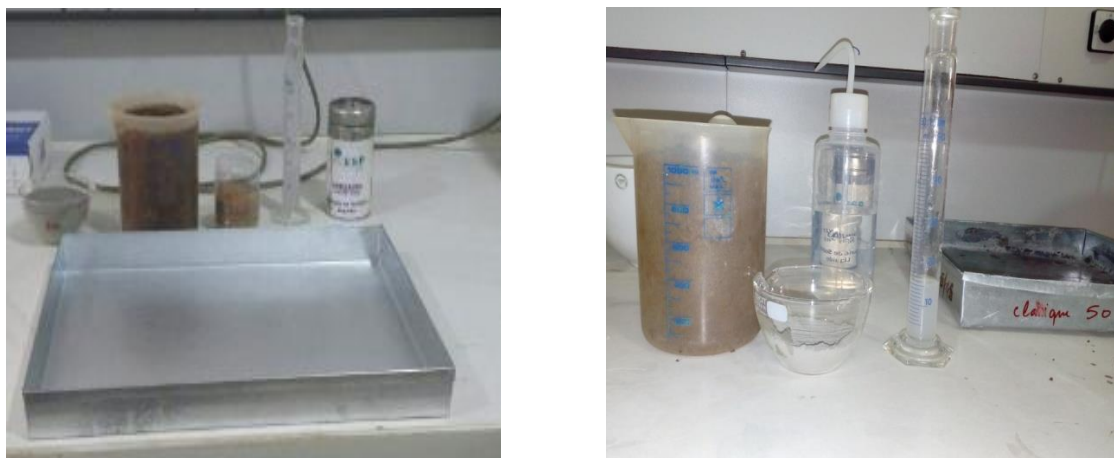


Figure VI.7 : Matériels et produits utilisée pour le traitement par la méthode (S/S)



Figure VI.8: L'échantillon traité avant le séchage pour classique et WET.

- Les formulations de traitements WET et classique

Tableau IV.1 : 1^{er} formulation pour le traitement des 02 bourbiers (WET et Classique).

		Bourbiers WET	Bourbier classique
Fonctions de produit chimique	Produit utilisés	Concentration	Concentration
Réactif principal	Ciment 42-5 (Liants hydrauliques)	100 g/l	50 g/l
Réactif secondaire	Silicate de sodium (liquide)	15 ml/l	15 ml/l
Additif	Tuf naturel	150 g/l	/

Tableau. IV.2 : 2^{eme} formulation pour le traitement des 02 bourbiers (WET et Classique).

		Bourbiers WET	Bourbier classique
Fonctions de produit chimique	Produit utilisés	Concentration	Concentration
Réactif principal	Ciment 42-5 (Liants hydrauliques)	150g/L	100g/l
Réactif secondaire	Silicate de sodium (liquide)	15ml/l	15ml /l
Additif	Tuf naturel	150g/ l	/

Tableau. IV.3 : 3^{eme} formulation pour le traitement des 02 bourbiers (WET et Classique).

		Bourbiers WET	Bourbier classique
Fonctions de produit chimique	Produit utilisés	Concentration	Concentration
Réactif principal	Ciment 42-5 (Liants hydrauliques)	200g/l	150g/l
Réactif secondaire	Silicate de sodium (liquide)	15ml/l	15ml/l
Additif	Tuf naturel	150g/l	/

Tableau. IV.4 : 4^{ème} formulation pour le traitement des 02 bourbiers (WET et Classique).

		Bourbiers WET	Bourbier classique
Fonctions de produit chimique	Produit utilisés	Concentration	Concentration
Réactif principal	Ciment 42-5 (Liants hydrauliques)	250 g/l	200 g/l
Réactif secondaire	Silicate de sodium (liquide)	15ml/l	15ml/l
Additif	Tuf naturel	150 g/l	/

Tableaux VI.5 : 5^{ème} formulation pour le traitement des 02 bourbiers (WET et Classique).

		Bourbiers WET	Bourbier classique
Fonctions de produit chimique	Produit utilisés	Concentration	Concentration
Réactif principal	Ciment 42-5 Liants hydrauliques	300g/l	250g/l
Réactif secondaire	Silicate de sodium (liquide)	15ml/l	15ml/ l
Additif	Tuf naturel	150g/l	/

**Figure VI.9 :** L'échantillon traité après le séchage pour classique et WET.

IV.5. Mode opératoire et matériel utilisée pour l'analyse des échantillons

Pour faire les analyses nous avons retenue 12 échantillons des 02 bourbiers classiques et WET pour chaque bourbier il y a 06 échantillons dont un échantillon (AV/TR) et les 05 d'autres chacun un traitement différent. Chaque échantillon a une abréviation spécifique (Tableau. IV.6).

Tableau. IV.6 : Nomenclature des 12 échantillons étudiés.

Échantillons	Abréviation
Échantillon de bourbiers classique avant traitement.	Classique –AV/TR
Échantillon de bourbiers classique-50 après traitement.	Classique-50
Échantillon de bourbiers classique-100 après traitement.	Classique-100
Échantillon de bourbiers classique-150 après traitement.	Classique-150
Échantillon de bourbiers classique-200 après traitement.	Classique-200
Échantillon de bourbiers classique-250 après traitement.	Classique-250
Échantillon de bourbiers WET avant traitement.	WET-AV/TR
Échantillon de bourbiers WET-100 après traitement.	WET-100
Échantillon de bourbiers WET-150 après traitement.	WET-150
Échantillon de bourbiers WET-200 après traitement.	WET-200
Échantillon de bourbiers WET-250 après traitement.	WET-250
Échantillon de bourbiers WET-300 après traitement.	WET-300

VI.6. Caractérisation physico-chimique des échantillons WET et classique (AV/TR)

Pour la caractérisation de l'échantillon on détermine :

- ❖ Teneur en matière sèche (**TMS**).
- ❖ Teneur en eau (**TE**).
- ❖ Pertes au feu (**PAF**).
- ❖ Résidu de la perte au feu (**WR**).
- ❖ Teneur en huile ou pourcentage massique d'huile Oil on cutting (**OOC %**).

VI.6.1. Détermination de la (TMS) et la (TE)

- **Référence adaptée**

Selon la norme européenne NF EN 12880 la TE et de la TMS.

- **Principe**

Des échantillons de sols sont séchés à masse constante, dans une étuve à (105 ± 5) °C jusqu'à la stabilisation de la masse. La différence en masse avant et après le processus de séchage est utilisée pour calculer la teneur en (TMS) et la (TE).

- **Mode opératoire**

- Peser à 1 mg près, le creuset (m_a) ;
- Peser une quantité appropriée (m_b) de sols dans le creuset ;
- Placer le creuset et contenant l'échantillon dans l'étuve de séchage réglée à 105 °C pendant toute une nuit. (16h) ;
- Après refroidissement dans le dessiccateur, peser une première fois le creuset et son contenu (m_c).



Figure IV.10: étuve de séchage.

- **Expression des résultats**

Calculer la teneur en matière sèche (w_{dr}) ou la teneur en eau (w_w), exprimée en % en masse en (g/kg), à partir des formules suivantes :

$$W_w = \frac{(m_b - m_c)}{(m_b - m_a)} \times f \quad ; \quad W_{dd} = 100 - W_w$$

- W_{dd} : est la teneur en matière sèche de l'échantillon de sol, en% ou en (g/kg) ;

- W_w : est teneur en eau de l'échantillon de sol, en % ou en (g/kg) ;

- m_a : est la masse du creuset vide, en (g) ;

- m_b : est la masse du creuset contenant l'échantillon de sol, en (g) ;

- m_c : est la masse du creuset contenant la matière sèche de l'échantillon de sol, en (g) ;

- f : est le facteur de conversion égal à 100, pour des résultats exprimés en % et égal à 1000 pour l'expression en (g/kg).

IV.6.2. Détermination de la (PAF)

- **Référence adaptée**

Selon la norme européenne NF EN 12879 la perte au feu de la (TMS).

- **Principe**

Des échantillons du sol séchés sont chauffés dans un four à (550 ± 25) °C pendant 4h .La différence de masse avant et après le processus de calcination est utilisée pour calculer la PAF.

- **Mode opératoire**

- Peser le creuset vide à 1 mg près, soit (m_a) ;
- Peser (m_b), dans le creuset, de 0.5 g à 5g (2g) du sol séché à 1 mg près et chauffer dans le four à (550 ± 25) °C pendant au moins 1h ;
- Placer le creuset chaud contenant le résidu calciné à l'intérieur du dessiccateur, et laisser refroidir ;
- Après refroidissement à température ambiante dans le dessiccateur, peser le creuset contenant la matière sèche (m_c) à 1 mg près.



Figure IV.11 : Dessiccateur.



Figure IV.12 : Four pour calcination.

- **Expression de résultats**

La PAF de la matière sèche de sol, exprimée en pourcentage, doit être calculée à partir de

l'équation : $W_v = \frac{(m_b - m_c)}{(m_b - m_a)} \times 100$

Le résidu de la perte au feu de la matière sèche d'un sol, exprimé en pour cent, doit être calculé à partir de l'équation : $W_R = 100 - W_v$

- W_v : est la perte au feu de la matière sèche d'un sol, en % ;

- W_R : est résidu de la perte au feu de la matière sèche d'un sol, en % ;

- m_a : est la masse du creuset vide, en (g) ;

- m_b : est la masse du creuset contenant la matière sèche, en (g) ;

- m_c : est la masse du creuset contenant la matière sèche calcinée, en (g).

IV.6.3. Teneur en huile ou pourcentage massique d'huile (OOC %)

- **Test de distillation**

Le taux d'hydrocarbure ou le pourcentage massique d'huile OOC est déterminé sur les deux types d'échantillons AV/TR, en effectuant un test de distillation. Nous avons réalisé ces tests avec un OFITT (figure IV.13) Selon la norme API 13B.2.



Figure IV.13 : Distillateur OFITT

- **Détermination de pourcentage massique d'huile OOC**

La détermination de l'OOC se fait avec un distillateur dont le volume de la cellule V_0 est de 50 ml.

- **Mode opératoire**

- Peser la cellule avec son couvercle à vide et noter le poids w_1 .
- Peser la cellule avec son couvercle et l'échantillon à distiller, préalablement sécher et broyer, et noter son poids w_2 .
- Peser l'éprouvette graduée vide et noter son poids W_4 .
- Placer la cellule dans la chambre de chauffage, après l'avoir connecté au condenseur ;
- Allumer le distillateur ($T= 600\text{ °C}$) pendant une heure 1 h.
- Après refroidissement, noter le volume du distillat (V_1), constitué d'eau (V_2) et d'huile(V_3).
- Peser l'éprouvette avec le distillat récupéré et noter le poids w_5 . (Figure IV.13).

- **Expression des résultats**

- Le poids de l'échantillon w_3 ; $w_3= (w_2-w_1)$.
- Le poids du distillat récupéré w_6 ; $w_6= (w_5-w_4)$.
- Le poids de l'huile w_7 ; $w_7 = (w_6-v_2)$ (volume d'eau égale à son poids).
- Le pourcentage massique d'huile (**OOC**) = $[(w_7/ w_3)] \times 100$



Figure IV.14 : Les éprouvettes graduées du distillat récupéré des échantillons (WET et Classique).

IV.7. Préparations des échantillons (lixiviation)

D'après la norme française XP X31-210, ces échantillons sont mis en solution pas des essais de lixiviation, a pour but de quantifier la mobilité des espace chimiques polluante ou non, présentes dans des matrices solides. Pour chaque bourbier il ya 06 échantillons AV/TR et 05 autres subi chacun un traitement différent.

La lixiviation est réalisée sur un échantillon représentatif pris de onze points différents de chaque plateau selon le schéma suivants (figure IV.14).

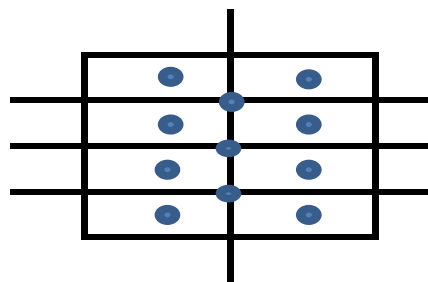


Figure IV.15 : Schéma représentant les points de prélèvement.

- **Réactif et appareillages**

- Solution de lixiviation : eau déminéralisée ;
- Balance d'au moins 0.1 g ;
- Flacon cylindrique en polyéthylène d'un volume minimal de deux litres avec système de bouchage hermétique en matériau inerte ;
- Dispositif d'agitation 60 cycles / min ;

- Filtre membrane de diamètre moyen de pore $0.45\mu\text{m}$;
- Dispositif de filtration sous vide ou sous pression.
- **Mode opératoire**
 - Déterminer la masse exacte de l'échantillon séché à 0.1 g près ;
 - Introduire dans le flacon, un volume V , en litre, d'eau déminéralisée de façon à ce que le rapport du volume d'eau à la masse exacte m_0 , en (g), de l'échantillon soit de $800\text{ l}/80\text{g}$;
 - Agiter manuellement le flacon puis le mettre immédiatement en agitation permanente à l'aide d'un dispositif d'agitation ;
 - La température de mise en contact est de température ambiante (20 ± 5) °C ;
 - La durée de mise en contact est de (24 ± 1) h pour une lixiviation unique.
 - Le contenu du flacon est soumis à une filtration sous vide sur un filtre membrane de diamètre moyen des pores $0.45\mu\text{m}$;
 - Diviser l'éluât en un nombre approprié de sous-échantillons pour les différentes analyses chimiques, et les conserver selon leurs exigences relatives ;
 - Les concentrations des constituants recherchés sont déterminées en utilisant les méthodes d'analyses correspondantes.



Figure IV.16 : Dispositif d'agitation
Pour l'essai de lixiviation.



Figure IV.17 : Les échantillons WET et
Classique après la filtration.

IV.8. Modes opératoires et matériels utilisés pour l'analyse des lixiviats

IV.8.1. Étude de l'efficacité de traitement

IV.8.1.1. Mesure du pH par la méthode électrométrique

- **Principe**

La différence de potentiel existant entre une électrode en verre et une électrode de référence (KCl saturé) plongeant dans une même solution est une fonction linéaire du pH de cette solution. La détermination consiste en la mesure d'une différence de potentiel, elle s'effectue à l'aide d'un dispositif potentiométrique selon la norme NF T 90 008.

- **Réactifs :**

- Solution tampon de pH acide [4,01] ;
- Solution tampon pH neutre [7,00] ;
- Solution tampon pH basique [10,01].



Figure IV.18 : les solutions tampon.

- **Appareillages**

Electrode en verre à l'intérieur se trouve l'électrode de référence formant le relai (KCl). La partie utile de l'électrode est formée par une ampoule sphérique de 1 cm de diamètre.



Figure IV.19 : pH mètre.

- **Mode opératoire**

- Prélever à l'aide d'une pipette une prise d'essai de 50 ml et l'introduire dans un bécher propre ;
- Rincer abondamment l'électrode avec de l'eau distillée ;
- Placer le bécher sous agitation magnétique ;
- Introduire l'électrode dans la solution à analyser ;
- Mettre en marche le potentiomètre ;
- Lire la valeur affichée par le potentiomètre après stabilisation.

- **Expression de résultats**

Les résultats obtenus s'affichent sur le cadran de pH-mètre. Rincer abondamment l'électrode avec de l'eau. Après chaque utilisation.

IV.8.1.2. Dosage des métaux lourds par Spectrométrie de masse associée à un plasma d'argon à couplage inductif (ICP-MS)

- **Référence adaptée**

Selon la norme ISO.172-94-1 dosage des métaux lourds ICP-MS.

- **La spectrométrie de masse**

Est une technique instrumentale d'analyse reposant sur la séparation, l'identification et la quantification des éléments constitutifs d'un échantillon en fonction de leur masse. Elle est basée sur le couplage d'une torche à plasma générant des ions et d'un spectromètre de masse qui sépare ces ions selon leur masse.

L'analyse des échantillons par ICP-MS peut être divisée en quatre étapes : introduction-nébulisation, ionisation, séparation en masse, détection. Voir (figure IV.20).

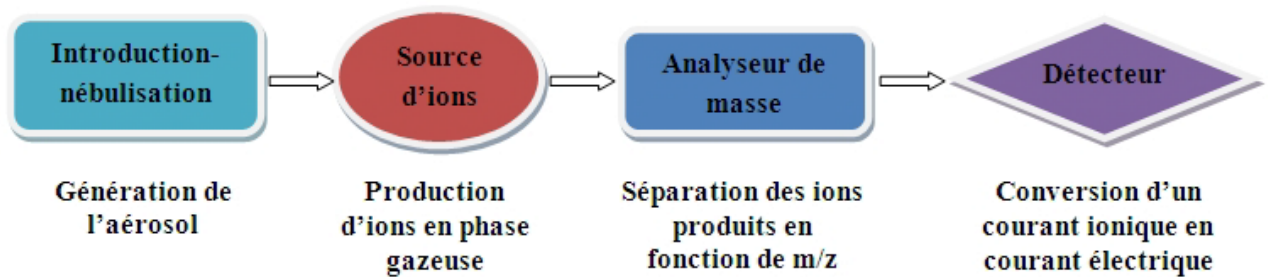


Figure IV.20 : Les étapes d'analyse par ICP-MS.

L'ICP-MS utilisé pour ce travail est de marque Agilent Technologies (Agilent série 7700x). Voir (figure IV.21).

Cet appareil est équipé d'une pompe péristaltique, d'un nébuliseur concentrique type Meinhardt, et d'une chambre de nébulisation type Scott, ainsi que d'une torche en quartz. La puissance est fournie par un générateur de haute fréquence de 27 MHz.

L'alimentation en gaz est réalisée à partir d'argon en bouteilles à 99,999 % minimum de pureté et d'hélium en bouteilles à 99,999 % minimum de pureté.

L'ensemble du système est piloté par le logiciel MassHunter

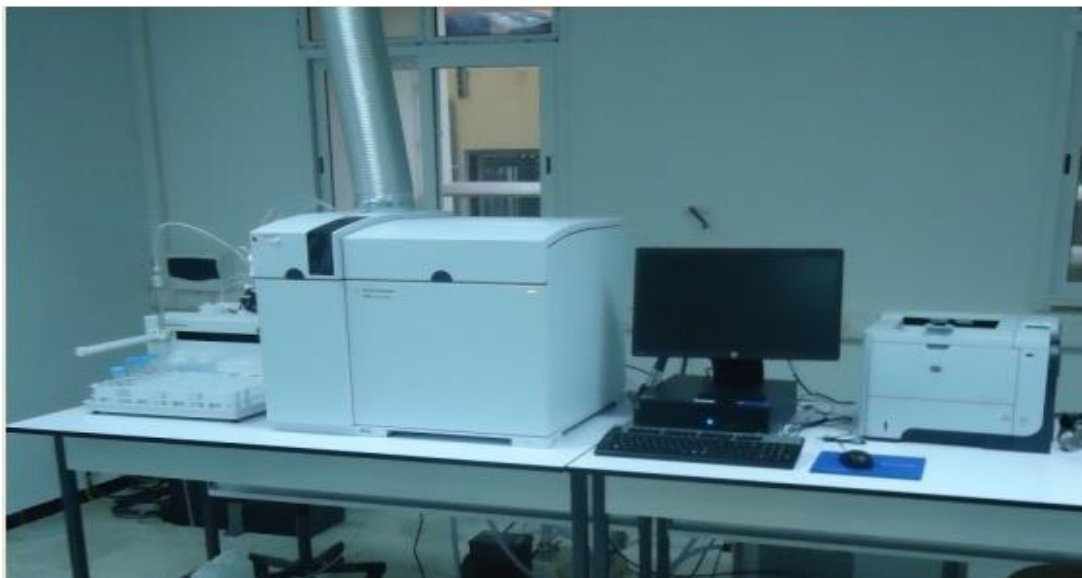


Figure IV.21 : Spectrométrie de masse associée à un plasma d'argon à couplage inductif (ICP-MS).

- **Mode opératoire**
 - **Essais à blanc**

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que pour l'échantillonnage et le dosage, mais en remplaçant la prise d'essais par de l'eau.

IV.8.1.3. Dosage du mercure total

- **Référence adaptée**

Salon la norme ISO 12846.

Le dosage du mercure (Hg) se fait à l'état atomique par absorption atomique à vapeur froide.

- **Absorption atomique à vapeur froide sans flamme (SAA)**

C'est une méthode d'analyse spécifique qui permet de analyser les éléments à l'état fondamental (atomes de Hg) par absorption de la lumière UV à $\lambda = 253,7 \text{ nm}$ qui est la raie de résonance du Hg. Comme les vapeurs de mercure se trouvent sous forme de mercure élémentaire (Hg^0) à température ambiante, l'étape d'atomisation n'est pas nécessaire.

Pour le dosage du mercure on utilise analyseur de mercure : Mercury VaporMonitorVM-3000 /Mercury Instrument.



Figure IV.22 : Analyseur de laboratoire labAnalyzer254.

- **Principe de fonctionnement**

- Une pompe intégrée dans l'équipement aspire l'air sec pour faire barboter l'échantillon dans un tube contenant un doigt fritté ;
- Le mercure élémentaire (Hg^0) se libère dans le gaz aspiré par l'équipement, puis amalgamé sur une plaque d'or par une pompe à membrane ;
- Un chauffage se produit pour libérer le mercure (Hg^0) qui est acheminé vers une cellule d'optique en silice fondue ;
- Un faisceau de lumière dans le domaine d'UV est envoyé par une lampe à décharge électrique EDL passe à travers la cellule optique ;
- Une partie de la lumière UV dont la longueur d'onde est de 253,7 nm est absorbée par les atomes de l'Hg présents dans l'échantillon ;
- La détermination quantitative du mercure est alors obtenue en mesurant cette absorbance après une comparaison par rapport une courbe d'étalonnage d'une gamme large (0-5 $\mu\text{g/L}$) ;
- La détection se produit après une multiplication du signal résultat par un photomultiplicateur ;
- Cette méthode est sélective et sensible pour la détermination de mercure et elle subit peu d'interférences.

- **Matériaux requis**

- Des fioles jaugées de 100 ml ;
- Micropipette de 100 μl et 1 ml ;
- Bicher de 50 ml et 100 ml ;
- Thermomètre ;
- Plaque d'agitation ;
- Analyseur du mercure : Mercury Vapor Monitor : VM-3000/MI.

- **Réactifs**

Les réactifs utilisés sont de pureté analytique reconnue, exemple de mercure :

- **L'Eau distillée**

Ayant une pureté conforme à l'exigence de qualité 01, comme spécifié dans la norme ISO3696 pour toutes les préparations et dilutions d'échantillons dans un four à moufle pendent toute une nuit à 300°C. La solution est stable pendant un mois.

- **Réactif bromure de potassium /bromate de potassium (B/B) [50/50]**

Mélanger des volumes identiques de solution KBrO_3 et de KBr . le réactif peut être stable pendant quelque jour à plusieurs semaines. Ce point doit être vérifié. il convient que la solution soit incolore.

- **Solution de chlorure d'hydroxyle ammonium ($\text{NH}_4\text{Cl OH}$)**

Dissoudre 6.0g de ($\text{NH}_4\text{Cl OH}$) dans de l'eau dans une fiole jaugée de 50ml et compléter au volume, cette solution peut être purifiée en ajoutant 1ml de solution de SnCl_2 et en la purgeant toute une nuit à 500ml/min avec N_2 .

- **Acide chlorhydrique HCl**

Selon la plage de travail de la méthode, l'acide HCl utilisé pour stabiliser l'échantillon si les étalons peut-être encore purifiés suivant le mode opératoire.

- **Chlorure stanneux, ($\text{SnCl}_2, 2\text{H}_2\text{O}$)**

Ajouter 10g de SnCl_2 di hydraté dans 50 ml d'acide chlorhydrique. Chouffer jusqu'à dissolution diluer à 500 ml avec de l'eau pour éliminer les traces de mercure, faire bouillir la solution avec de l'azote à un débit de 2 l/min pendant 15 min.

- **Blanc de réactif**

Pour chaque volume de 100 ml, préparer une solution contenant 1 ml d'acide chlorhydrique et 2 ml réactif (B/B) [50/50].

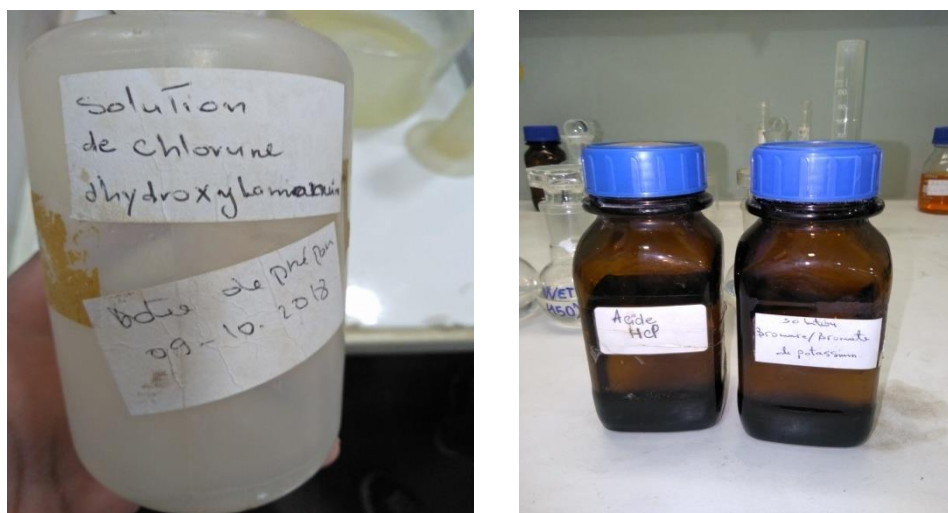


Figure IV.23: Les réactifs utilisés pour le dosage de l'Hg.

- **Dosage de mercure dans les échantillons**

- Dans une fiole de 100 ml, introduire un volume approprié ;

- D'échantillon 50 ml représentatif à l'aide d'éprouvette de 50 ml ;
 - À l'aide de micropipette, introduire 10 ml de réactif B/B [50/50] ;
 - Introduire 1 ml d'acide sulfurique ;
 - 1 ml d'acide nitrique. Bien agiter après chaque ajout ;
 - Si la couleur ne persiste pas, ajouter de réactif B/B [50/50] nouveau jusqu'à persistance de la couleur jaune ;
 - Laisser reposer pendant 15 min ;
 - Puis ajouter 10 ml de Solution de chlorure d'hydroxyl ammonium.
 - Laisser la solution refroidir à température ambiante ;
 - Réduire l'excès d'oxydant B/B [50/50] ;
 - En ajoutant la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine jusqu'à obtenir une décoloration, en suite compléter avec l'eau distillée jusqu'à 100 ml ;
 - Transvaser une certaine quantité dans la fiole réactionnelle (tube de barbotage) ;
 - Enfin, ajouter 1 ml de chlorure stanneux ;
 - Procéder immédiatement à l'analyse ;
 - Effectuer le mesurage.
- **Expression de résultats**

La teneur en mercure total de l'échantillon s'affiche sur le cadran de l'instrument, elle est exprimée en $\mu\text{g/l}$. Les résultats obtenus se multiplient par le facteur de dilution pour $F= 2$

IV.8.1.4. Dosage du carbone organique total (COT)

- **Référence adaptée**

Salon la norme ISO 8245.

- **Principe**

Le carbone total (TC) et le carbone inorganique total (TIC) sont convertis au dioxyde de carbone (CO_2) par, respectivement, l'oxydation et l'acidification.

Le CO_2 passe de la cuve de digestion à travers une membrane et dans la cuvette indicatrice. Le changement de couleur de l'indicateur est évalué photométriquement. Le TOC est déterminé comme la différence entre les valeurs TC et TIC.

- **Équipements et matériaux requis**

- Spectromètre type DR/1900 ;
- Réacteur HT 200 S ;

- Micropipette ;
- **Réactifs**
 - Réactif LCK 380 pour la faible gamme (02-65mg/L).
 - Réactif LCK 381 pour la forte gamme (60-735 mg/L).



Figure IV.24: les réactifs LCK 380 et LCK 381.

- **Mode opératoire :**
Cette analyse nécessite un pH compris entre 4 et 10 (un milieu acide).

1. Faible gamme (02-65mg/L).

- **Détermination du TC (Carbone Total).**
 - Une cuvette TC ;
 - Une cuvette de l'indicateur colore ;
 - Avec un doseur ont Transféré le réactif poudre de digestion dans la cuvette TC ;
 - Avec une micropipette de 2 ml on injecte l'échantillon dans la cuvette TC ;
 - Fermer la cuvette TC avec capuchon d'origine et inverser quelques fois ;
 - Fermer la cuvette indicatrice très étroitement avec la membrane double-cap (l'étiquette du code à barres doit être sur la moitié inférieure) :
 - Vissez fermement la cuvette indicatrice préparée sur la cuvette TC ;
 - Maintenez la combinaison de cuvette verticalement ne pas inverser.
- **Détermination du TIC (Carbone Inorganique Total)**
 - Avec une micropipette on injecte 2 ml d'échantillon dans la cuvette TIC ;
 - Fermer la cuvette TIC avec capuchon d'origine et inverser quelques fois ;

- Fermer la cuvette indicatrice très étroitement avec la membrane double-cap (l'étiquette du code à barres doit être sur la moitié inférieure) ;
- Visser fermement la cuvette indicatrice préparée sur la cuvette TIC ;
- Maintenir la combinaison de cuvette verticalement. Ne pas inverser ;
- Chauffer les deux combinaisons de cuvettes TC et TIC simultanément dans le thermostat préchauffé pendant 2 h à 100 °C ;
- Laisser refroidir à température ambiante ;
- Invertir la combinaison de cuvette TC, nettoyer soigneusement l'extérieur de la cuvette indicatrice, l'insérer dans photomètre et la mesurer ;
- Intégrer la combinaison de cuvette TIC, nettoyez soigneusement l'extérieur de la cuvette indicatrice, insérez le photomètre et mesurez à la longueur d'onde 435 nm.

2. Fortes gammes (60-735 mg/L)

On va faire la même chose que la faible gamme sauve :

- **Détermination du TC (Carbone Total)**
 - Avec une micropipette de 0.2 ml on injecte l'échantillon dans la cuvette TC.
- **Détermination du TIC (Carbone Inorganique Total)**
 - Avec une micropipette on injecte 1ml d'échantillon dans la cuvette TIC.
- **Expression des résultats**

$$\text{COT} = \text{TC} - \text{TOC}$$

Les résultats doivent être exprimés en milligrammes de carbone par litre (mg/l) à deux ou trois chiffres significatifs.



Figure IV.25: Spectrophotomètre de
Marque LANGE DR /1900.



figure IV.26: Réacteur HT 200 S.

IV.8.2. Caractérisation physico-chimique de bourbiers

IV.8.2.1. Dosage des indicateurs de pollution organique par la méthode HACH

❖ Détermination de demande chimique en oxygène DCO

- Référence adaptée

Selon la norme ISO5667-3 **Méthode HACH** Jirka AM.Carter MJ Analytical.

- Principe

Le test de la DCO consiste en la mesure de l'oxygène équivalent à la quantité de matières organiques oxydables par le bichromate de potassium K_2CrO_7 . Dans une solution d'acide sulfurique à 50 %. Un composé à base d'argent est ajouté comme catalyseur. Un composé mercurique est ajouté pour réduire les interférences dues à l'oxydation des ions chlorures par bichromate.

L'oxydation s'effectue à une température de 150 °C pendant deux heures, la lecture se fait par colorimétrie.

Pour la gamme de DCO de 0 à 1500 mg/l (420 nm), la méthode consiste en la mesure de la Concentration en chrome hexa valent restante qui est caractérisée par une coloration jaune.

Pour la gamme de 0 à 15 000 mg/l (605 nm), la coloration obtenue est orange ou vert, elle correspond à la quantité de chrome trivalent produite.

- Les Réactifs :

- Tubes DCO (0 à 1500 mg/L) pour les faibles concentrations ;
- Tubes DCO (0 à 15 000 mg /L) pour les fortes concentrations ;
- Eau déminéralisée.



Figure IV.27 : Tubes DCO (0 à 15 000 mg /L) pour les fortes concentrations.

- **Appareillages**

- Micropipette de 2 ml ;
- Adaptateur de tube DCO sur DR/2000 ;
- Portoir pour tube DCO ;
- Réacteur à 150 °C (DCO 120/240 V) ;
- Spectrophotomètre HACH type DR /2000.



Figure IV.28: Spectrophotomètre HACH
Type DR /2000.



Figure IV.29: le thermostat de marque
LANDE HT200 S.

- **Mode opératoire**

- Homogénéiser la solution à analyser en agitant pendant deux minutes ;
- Allumer le réacteur à DCO et préchauffer à 150 °C ;
- Prélever 2 ml de la solution à analyser et les introduire dans le tube,
- Fermer hermétiquement le bouchon du tube et le tourner plusieurs fois pour mélanger le contenu ;
- Préparer un blanc en répétant les mêmes étapes en remplaçant l'échantillon par de l'eau déminéralisée ;
- Chauffer les tubes pendant 2h ;
- Éteindre le réacteur et attendre 20min le refroidissement des tubes à 120 °C ou au-dessous ;
- Retourner les tubes plusieurs fois pendant qu'ils sont encore chauds ;
- Après refroidissement des tubes, on passe à la lecture des valeurs DCO par le $DR / 2000$.

- ❖ **Évaluation de la demande biologique en oxygène pendant 5 jours DBO_5 par respirométrie**

- **Référence adaptée**

Selon la norme DIN 38409T52 la méthode respirométrique (OXYTOP).

- **Principe**

En fonction de la valeur de la DCO mesurée et de la valeur de DBO suspectée, il est introduit une quantité connue de lixiviat dans un flacon de mesure qui est relié au système manométrique.

L'oxygène qui est absorbé par les micro-organismes pour dégrader la matière organique est remplacé par l'air au-dessus de l'échantillon dans le flacon. Le CO_2 produit est absorbé par la soude. La différence de pression est directement affichée à l'échelle manométrique en mg/L de DBO.

- **Réactifs**

- Pastilles de soude caustique.

- **Appareillages :**

- Flacon d'échantillons bruns en verre de 500ml de capacité ;
- Barreau magnétique d'agitation ;

- Armoire thermostatée à 20°C ;
 - Flacon avec pastille de soude ;
 - Dispositif d'agitation.
- **Mode opératoire**
 - Valeur de la prise d'essai est déterminée en fonction des résultats attendus et en fonction de la valeur de DCO (la valeur de DCO est multipliée par un coefficient de 0,75).

Tableau IV.7: valeur de la prise d'essai.

BSB/BOB/DBO	Volume (ml)	Factor
0-40	432	01
0-80	365	02
0-200	250	05
0-400	164	10
0-800	97	20
0-2000	43.5	50
0-4000	22.7	100

- Mesurer la prise d'essai et l'introduire dans le flacon brun ;
- Introduire un barreau aimanté dans le flacon ;
- Placer dans le col de la bouteille le support en caoutchouc qui contiendra une à deux pastilles de NaOH ;
- Enclencher l'agitation et pour équilibrer la température (20°C), agiter pendant 1h
- Fermer les bouchons du flacon ;
- Noter la date et l'heure de la mise en marche ;
- Lire quotidiennement les valeurs indiquées sur l'échelle ;
- Après le cinquième jour, lire le résultat sur l'échelle, le résultat correspond à la consommation d'oxygène en mg/L.



Figure IV.30 : Dispositif d'agitation pendant 5 jours

IV.8.2.2. Détermination les hydrocarbures totaux chromatographie en phase gazeuse

- **Référence adaptée**

Selon la norme NF EN ISO 9377-2.

- **Principe**

- Extraction des hydrocarbures de l'échantillon par l'hexane ;
- Purification sur colonne avec le sulfate de sodium et le Florisil ;
- Mesurer l'aire totale de pics entre le n-décane ($C_{10} H_{22}$) et le n-tétracontane ($C_{40} H_{82}$) ;
- Quantification de la concentration en huiles minérales par rapport à un étalon externe ;
- Composé de gasoil et d'huile minérale ;
- Calcul de l'indice hydrocarbure.

- **Analyseur d'hydrocarbures CPG**

Pour la quantification de la concentration d'hydrocarbures totaux (HT) on utilise l'analyseur d'hydrocarbures CPG CLARUS 580.



Figure IV.31 : L'analyseur d'hydrocarbures CPG CLARUS 580.

- **Réactif**

- n-hexane (C_6H_{14}).
- Sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4) stocké dans un dessiccateur ;
- Silicate de magnésium ($MgSiO_3$), appelé aussi Florisil, actif anhydre ;
- n-décane ($C_{10}H_{22}$).n-tétracontane($C_{40}H_{82}$) ;
- Mélange étalon de n-alcane ;
- Acide chlorhydrique (HCl) ;
- Acétone (CH_3COCH_3) ;
- Hélium ;
- Hydrogène ;
- Air sec ;
- Azote.

- **Solutions préparées**

- **Solution mère du solvant d'extraction**

Dissoudre 20 mg de n-tétracontane dans l'hexane, puis ajouter 20 μ l de n-décane et diluer avec l'hexane jusqu'à 1000 ml, la conserver hermétiquement fermée dans un réfrigérateur (4 °C à 8 °C) pendant 06 mois au maximum.

- **Solution fille du solvant d'extraction**

Diluer la solution mère dix fois avec l'hexane.

- **Mode opératoire**

- 1. Ex traction**

- Acidifier l'échantillon à pH 2 en ajoutant de l'acide HCL si cela n'a pas été fait sur le lieu de prélèvement ;
 - Ajouter 50ml de solution fille du solvant d'extraction et un barreau aimanté, fermer la bouteille et agiter vigoureusement minimum pendant 30min à l'aide d'un agitateur magnétique ;
 - Retirer le bouchon et le remplacer par le micro-séparateur ;
 - Ajouter suffisamment d'eau pour permettre la récupération de la couche d'agent d'extraction du micro-séparateur ;



Figure IV.3 : L'apparition des 02 phases organique et aqueuse dans l'extracteur de Soxhlet.

- 2. Purification**

- Transférer la phase d'agent d'extraction dans une petite colonne remplie de 2 g de Florisil et recouvrir d'une couche de 2g de sulfate de sodium ;
 - Laisser percoler la phase d'agent d'extraction, suivi par 10 ml supplémentaires d'hexane, à travers la colonne, dans une ampoule à décanter ;

- Rincer la colonne avec environ 10 ml d'hexane.

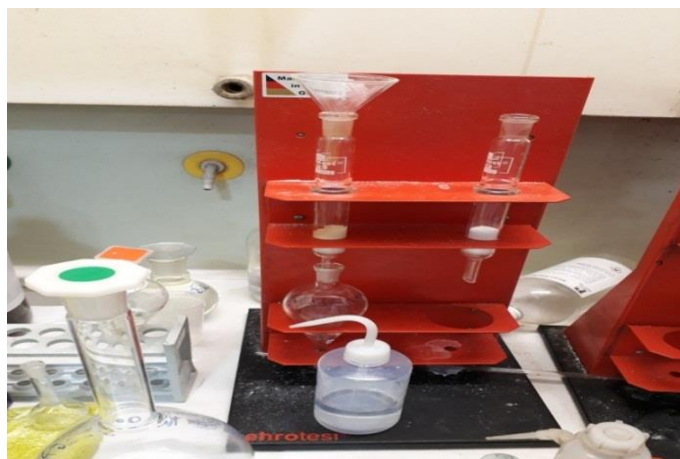


Figure IV.32 : La purification de la phase organique.

3. Concentration

- Concentrer l'extrait purifié jusqu'à l'obtention d'un volume d'environ 6 ml avec le rota-vapeur ;
- Concentrer l'extrait de 6 ml jusqu'à l'obtention d'un volume de 1ml à l'aide d'un léger courant d'azote ;
- Transférer une aliquote de l'extrait final dans un Vial pour l'analyse par chromatographie en phase gazeuse.



Figure IV.33 : Concentration des échantillons par rota-vap.

V. Caractérisation physico-chimique du borbier Avant traitement

V.1.Détermination de la TMS et la TE

la TMS et la TE restante au cours du chauffage indiquent une estimation de taux d'humidité existant dans les échantillons solide (Tableau V.1)

Tableau V.1 : Résultats de la TMS et la TE des deux borbiers AV/TR.

Echantillons	WET	Classique
TMS%	82.85	84.49
TE %	17.15	15.51

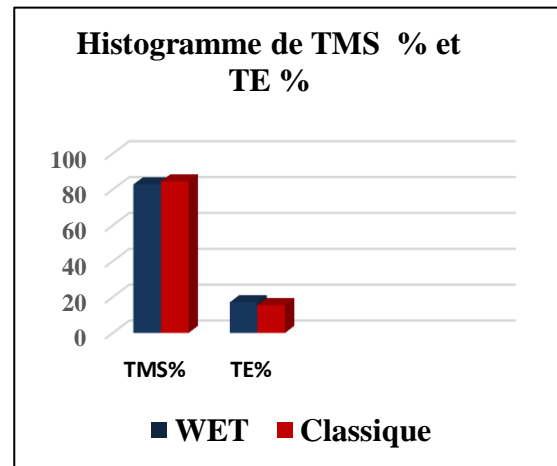


Figure V.1 : Histogramme de TMS % et TE %.

Les résultats (figure V.1) montre que la TMS dans le borbier Classique est (84.49%) donc il est supérieur à celui le borbier WET (82.85%).

Par contre le taux d'humidité TE est plus important dans Le borbier à base d'huile (17,15 %) que dans le borbier à classique (15,51 %) par conséquent, le borbier WET est plus humide que le borbier classique (**Figure V.1**).

La valeur du % d'humidité relativement faible pour le classique 63 est probablement due à la nature du sol et/ou à l'évaporation naturelle dans un environnement relativement chaud. La présence de la forte humidité dans le WET peut être due à plusieurs facteurs tels que la composition des fluides de forages, et les déversements des eaux lors des opérations d'exploitation (Tableau V.1).

V.2.Détermination de la PAF

Tableau V. 2 : Résultats de PAF de et du W_R dans les deux bourbiers.

Echantillons	WET	Classique
PAF%	11,12	9,05
Résidu W_R %	88,88	90,95

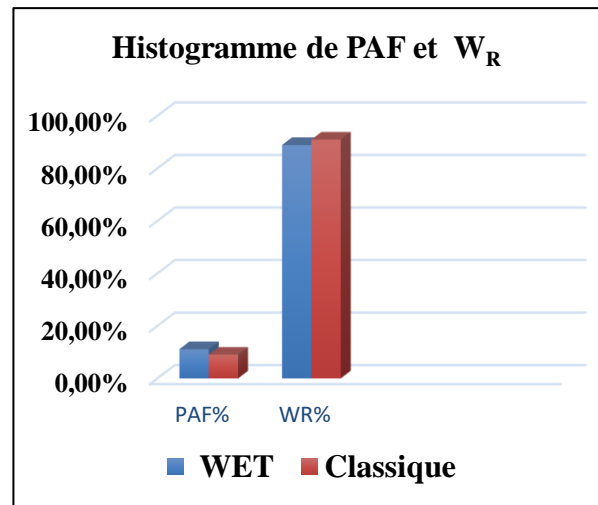


Figure V.2 : Histogramme de la et W_R .

Le pourcentage de la PAF de la matière sèche calcinée à 550° est plus importante dans le bourbier WET (11.12 %) par rapport au bourbier classique (9.05 %). (Tableau V. 2, figure V.2)

V.3.Détermination de la OOC%

Tableau V.3 : Résultat de la OOC dans les deux bourbiers.

Formulation	WET	Classique
OOO %	10.7	8.19

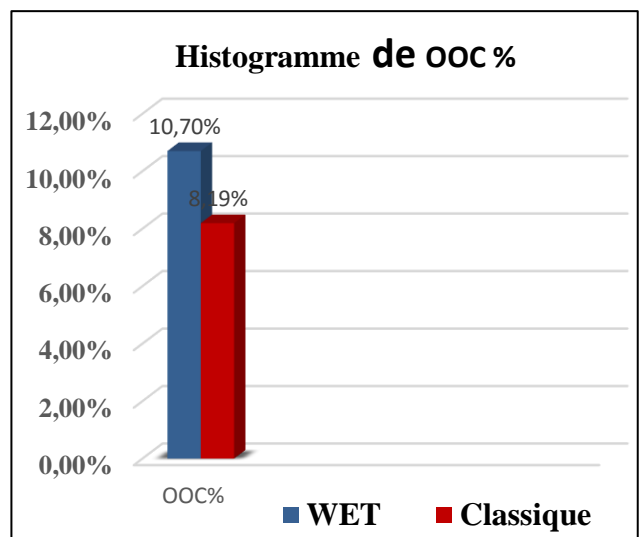


Figure V.3 : Histogramme d'OOO%

Les résultats du OOO% est élevé et plus important dans le bourbier WET (10.7) par rapport au bourbier classique (8.19) (Tableau V.3 figure V.3).

V.4. Etude de l'efficacité de traitement

V.4.1. Evolution du pH des deux bourbiers avant et après traitement

Critère d'acceptation Entre 4 et 13.

Tableaux V.4 : Résultats du PH mesuré des deux bourbiers AV et AP/TR.

WET	PH
AV/TR	11.20
100	10.93
150	10.86
200	11.33
250	11.66
300	11.38

Classique	PH
AV/TR	10.71
50	9.47
100	10.01
150	10.40
200	10.62
250	10.77

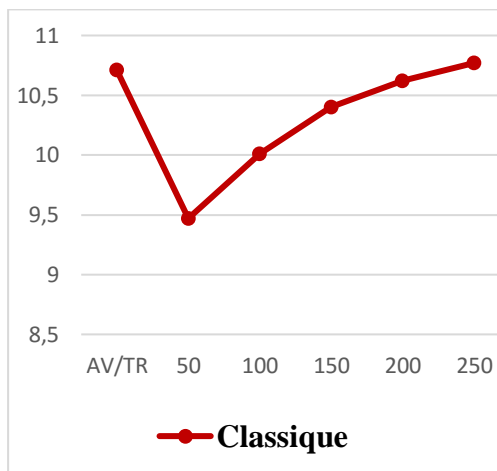
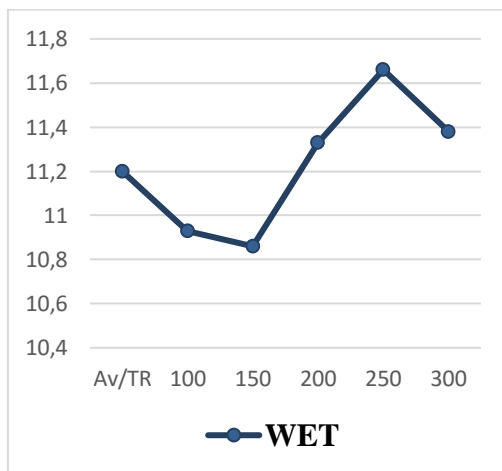


Figure V.4 : la courbe de WET.

Figure V.5: la courbe de classique.

Les résultats obtenus montrent que le pH des deux bourbiers est alcalin (Tableaux V.4). Avant traitement, le pH du bourbier WET (11.20) est élevé que celui du bourbier Classique (10.71).

Ce pH élevé provient des additifs anticorrosion, à caractère basique, des boues rejetées et à la soude ajoutée aux fluides de forages (Figure V.4, Figure V.5).

V.4.2. Dosage des métaux lourds

Afin de pouvoir contrôler l'efficacité du traitement effectué sur chacun des borbiers, nous avons procédé au dosage des métaux lourds présents dans les lixiviats des échantillons issus du borbier Classique et WET AV/TR et AP/TR leur traitement. Les résultats d'analyse des métaux lourds dans les lixiviats sont donnés dans le (tableau V.5).

Tableau V.5 : Résultats du test des métaux lourds.

Echantillons	Cr	Ni	Cu	Zn	As	Se	Cd	Pb
(AV/TR) WET	0.01	0.05	0.14	<0.01	<0.01	0.01	<0.01	0.01
100	0.51	0.16	0.01	0.02	<0.01	0.02	<0.01	0.40
150	0.70	0.14	<0.01	0.01	<0.01	0.01	<0.01	0.38
200	0.81	0.12	<0.01	0.01	<0.01	0.01	<0.01	0.39
250	0.78	0.11	<0.01	0.01	<0.01	0.02	<0.01	0.30
300	0.85	0.10	<0.01	0.01	<0.01	0.02	<0.01	0.29
(AV/TR) Classique	0.03	0.05	0.20	<0.01	0.02	<0.01	<0.01	<0.01
50	0.45	0.07	0.17	<0.01	0.07	0.01	<0.01	<0.01
100	0.98	0.08	0.15	<0.01	0.03	0.02	<0.01	<0.01
150	1.53	0.11	0.06	0.01	0.02	0.02	<0.01	0.02
200	1.83	0.11	0.04	0.01	0.02	0.01	<0.01	0.04
250	2.02	0.10	0.03	0.02	0.01	0.02	<0.01	0.10
Valeurs limite mg/kg	70	40	100	200	25	7	5	50

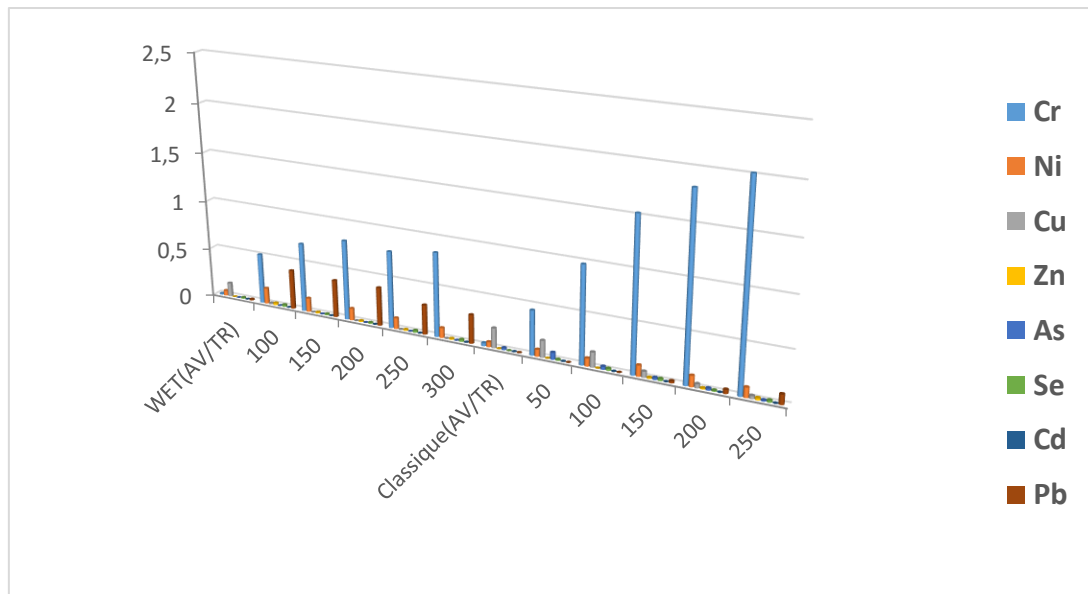


Figure V.6: Histogrammes es Métaux lourdes.

D'après les résultats d'analyse (Figure V.6), les valeurs des concentrations des métaux lourds dans les lixiviats des deux borbiers avant et après traitement sont inférieures aux valeurs limites acceptables fixées par le décret français. D'où on conclure que les deux borbiers ne représentent pas une source de pollution par les métaux lourds. En comparant les valeurs des concentrations des métaux, nous relevons que celles-ci diminuent avant et après traitement à l'exception du chrome (Cr) dont la concentration augmente après traitement pour le WET de (0.51 à 0.85) mg/kg et pour le classique de (0.45 à 2.02) mg/kg (tableau V.5).

V.4.3. Dosage du mercure total

La valeur limite e mercure 0.01mg/l.

Tableau V.6 : Concentrations du mercure total dans les deux bourbiers.

WET	Mercure (mg/kg)	Classique	Mercure (mg/kg)
(AV/TR)	0.0005	(AV/TR)	0.0006
100	0.0006	50	0.0006
150	0.0006	150	0.0004
200	0.0002	150	0.0013
250	0.0002	200	0.0010
300	0.0006	250	0.0005

AV/TR la concentration en mercure total est inférieure aux spécificités décrites dans décret français. Il en ressort des résultats obtenus que deux bourbiers étudiés ne présentent pas une pollution par le mercure. Les concentrations du mercure AP/TR augmentent particulièrement dans le bourbier classique (Tableau V.6).

V.4.4. Dosage du Carbone Organique Total (COT)

Les résultats de dosages du Carbone Organique Total sont donnés dans le tableau suivant : (NF=1000mg.kg⁻¹).

Tableau V.7 : Concentrations en COT des échantillons de lixiviat.

Echantillons (WET)	Concentrations (Mg /kg)	Echantillons (Classique)	Concentrations (Mg /l)
(Av /TR)	2265	Av/ TR	1677
100	1287	50	1472
150	241.2	100	482
200	210	150	513.3
250	110	200	195.9
300	397.1	250	377.8

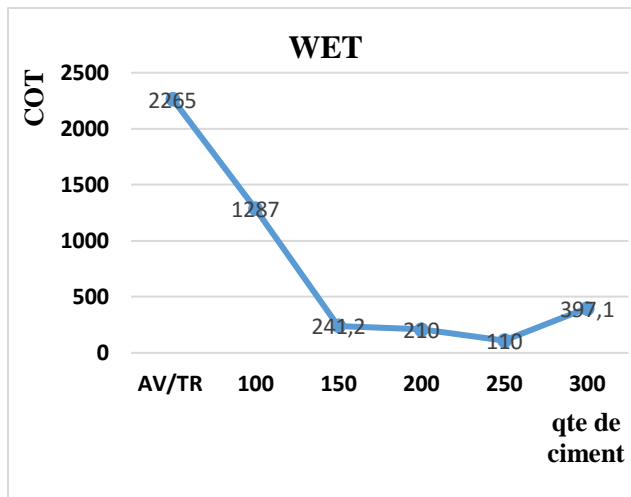


Figure V.7 : courbe de COT en fonction de de quantité du ciment pour le WET.

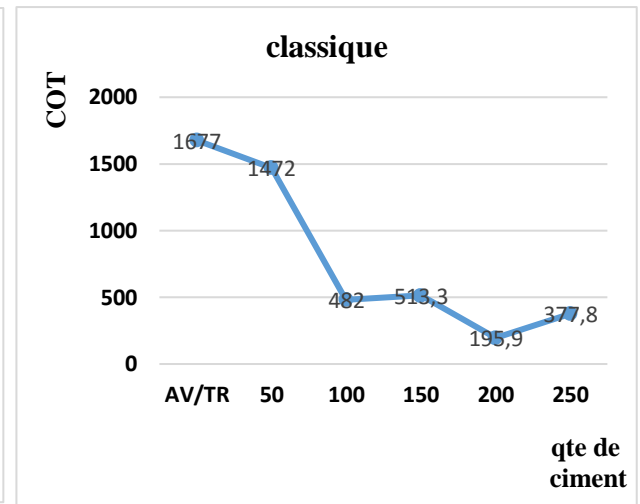


Figure V.8 : courbe de COT en fonction De quantité du ciment pour le classique.

AV/TR la teneur en carbone organique total (COT) dans ces deux bourbiers est très élevée particulièrement dans le WET. Ce résultat confirme bien une pollution organique. Celle-ci est causée par les rejets des boues de forage. Cependant, après traitement, une diminution remarquable de la teneur en COT est observée (Tableau V.7).

Pour le WET, le traitement a donné de meilleurs résultats à WET (250) (Figure V.7). Par contre, pour le classique le traitement a donné de meilleurs résultats à classique (200) (Figure V.8).

V.5. Caractérisation physico-chimique des bourbiers

V.5.1. Les indicateurs de pollution Organique

V.5.1.1. Evaluation de la biodégradabilité de la matière organique présente dans les bourbiers de forage

Nous avons réalisé des tests afin d'estimer le taux de biodégradation des polluants des bourbiers. Les mesures de la DCO et de la DB_{05} des échantillons ont donné les résultats regroupés dans le (tableau V.8)

La valeur limite de DCO est 120mg/l et la valeur limite de DBO_5 est 35mg/l.

Tableau V.8 : Résultat de DCO et de DBO₅ des deux bourbiers.

	Échantillons	DCO (mg/l)	DBO ₅ (mg/l)	DCO/DBO ₅
WET	(Av /TR)	12200	940	12.97
	100	1312	274	4.78
	150	950	164	5.79
	200	561	92	6.09
	250	110	32	3.43
	300	167	61	2.73
Classique	(Av/ TR)	825	344	2.39
	50	193	89	2.16
	100	164	70	2.34
	150	151	59	2.55
	200	120	43	2.79
	250	137	51	2.68

Les résultats obtenus nous a permet de définir les points optimaux de ciment utilisé dans notre procédé du traitement pour les deux types du bourbier (Tableau V.8).

On a mesuré une valeur de DCO qui égale (825mg/l) AV/TR pour le classique et (12200 mg/l) AV/TR pour le WET Ce qui confirme une activité biologique et chimique dans les bourbiers due aux composés organiques.et AP/TR (la variation de la masse de ciment) on a constaté que la valeur optimal de la DCO après traitement correspond à classique (200) et WET (250).

Le rapport de DCO/DBO₅, Nous permettra de classer notre échantillon comme déchet biodégradable ou non.

Dans notre cas ce rapport est (12.97) pour le WET (AV/TR), le rapport est supérieur à 5, admet que l'échantillon étudié est non biodégradable par contre le rapport de classique avant traitement et après traitement et le WET (AP/TR) sont inférieur à 5, admet que les échantillons sont biodégradables cela indique que le degré de pollutions est diminuer.

V.5.1.2. Dosage des Hydrocarbures totaux

La quantification des hydrocarbures totaux été réalisée par chromatographie en phase gazeuse (CPG). (Le tableau V.9) Réunit les résultats obtenus sur les 2 borbiers avant et après traitement

Tableau V.9 : Résultats de l'hydrocarbure totaux.

	Échantillons	Concentrations mg /l
WET	(Av /TR)	38.79
	250	3.2712
	300	5.7159
Classique	(AV/TR)	23.455
	200	1.3102
	250	1.1313

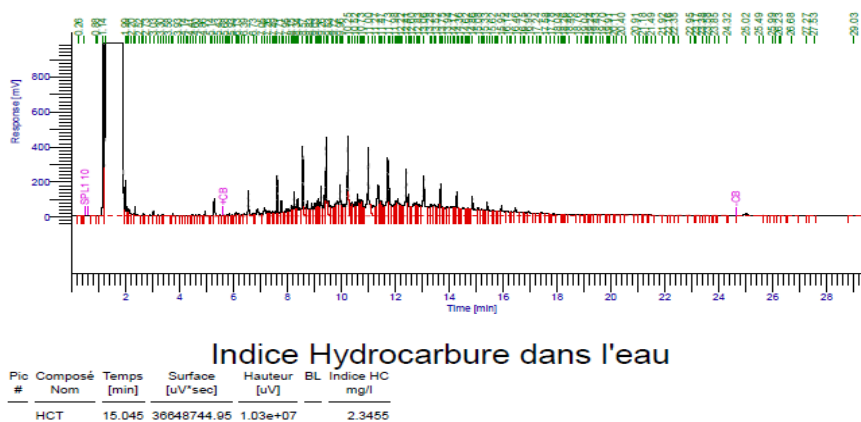


Figure V. 9 : courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau Classique AV/TR.

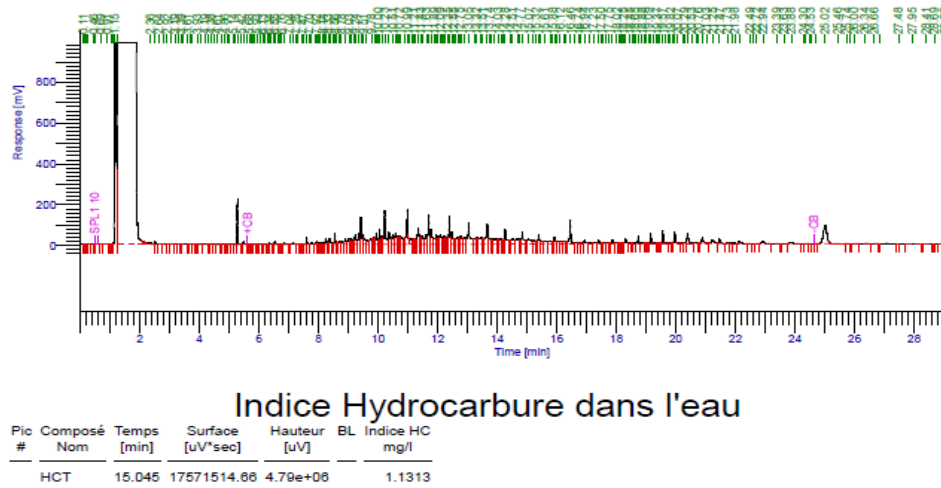


Figure V. 10: courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau Classique 200.

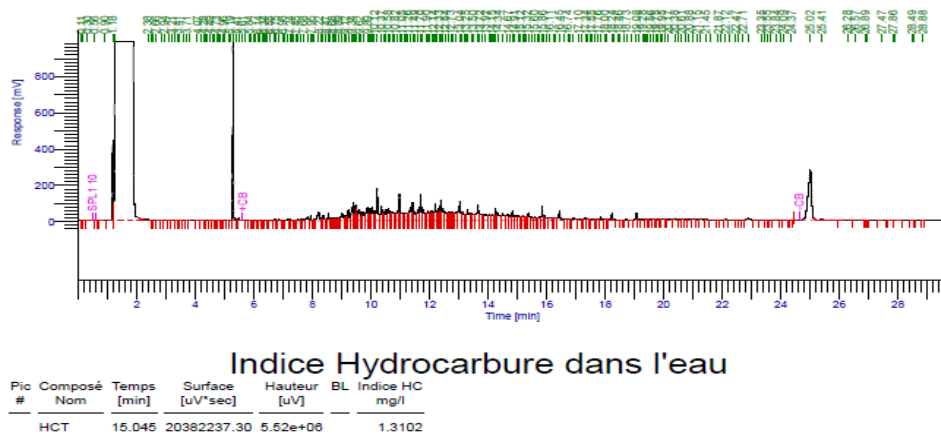


Figure V. 11: courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau Classique 250.

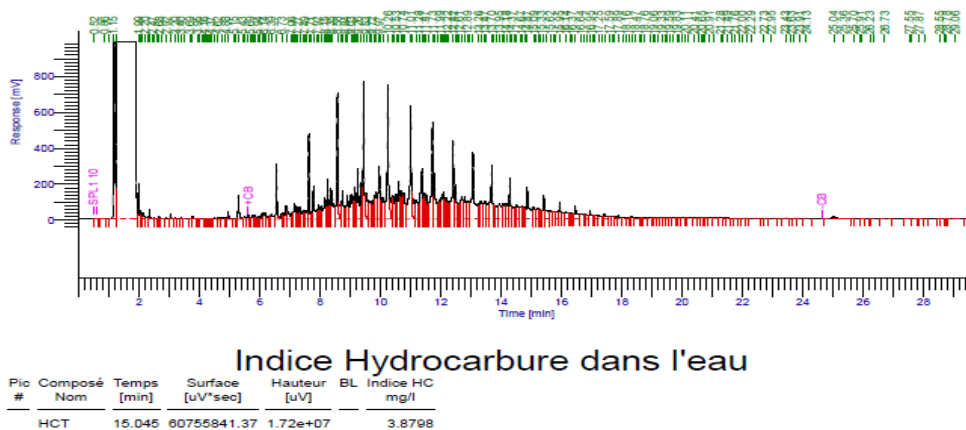


Figure V. 12: courbe présente les indices hydrocarbure dans l'eau WET AV/TR.

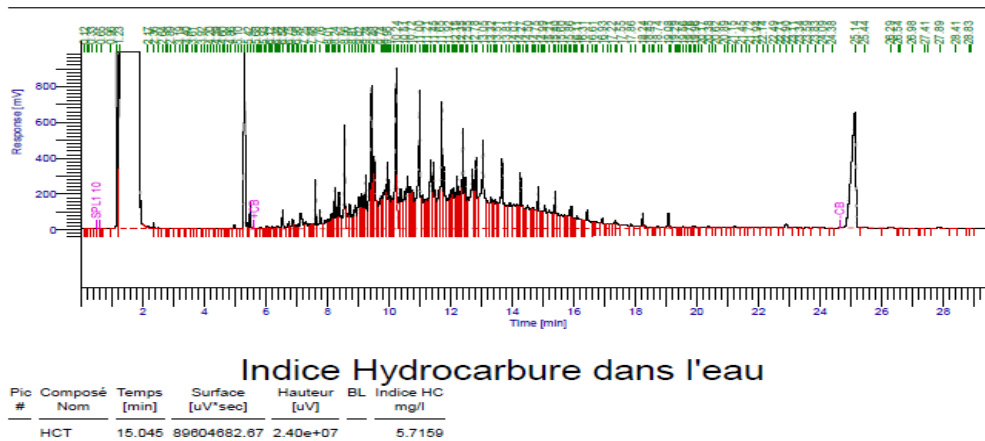


Figure V. 13: courbe présente les indices hydrocarbure dans l’eau WET 250.

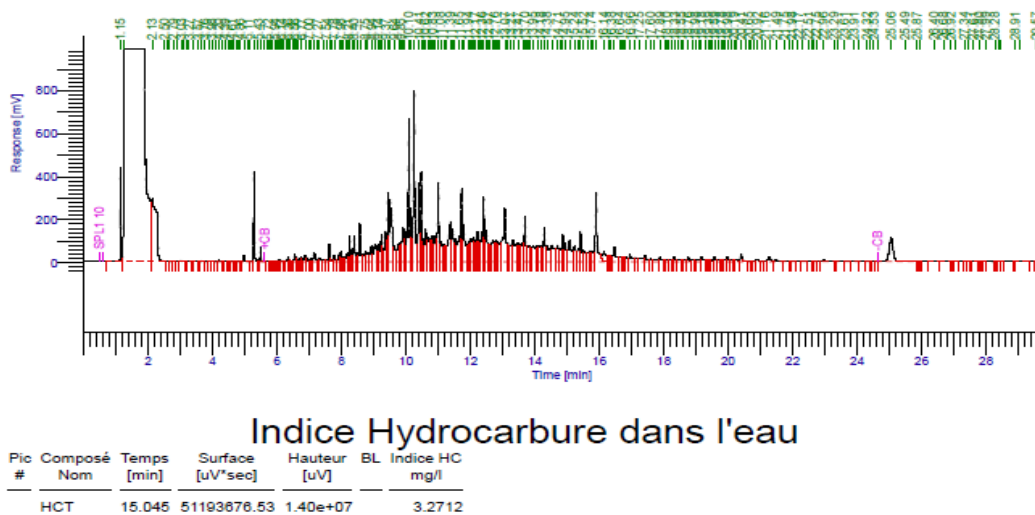


Figure V. 14 : courbe présente les indices hydrocarbure dans l’eau WET 300.

D’après les résultats on constate que les échantillons sont chargés par les hydrocarbures et les valeurs de teneur des hydrocarbures avant traitement sont supérieures à la valeur limite par la réglementation algérienne, ce sont des échantillons qui présentent un risque de toxicité sur l’environnement et la santé publique (Tableau V.9).

En remarquant que on a une baisse considérable de concentration de teneur d’hydrocarbure pour les 4 traitements WET (250 ; 300, figure V.13, figure V.14) et Classique (200 ; 250) (figure V.10, figure V.11) qui sont inférieures à la limite tolérée par la réglementation (10mg/l).

Nous pouvons conclure que les quatre traitements WET (250 ; 300) et classique (200 ; 250) sont efficaces, et le choix optimal (la formulation idéal) des traitements sont WET (250) et Classique (200) (Figure V. 10, Figure V. 13).

V.6. Conclusion

D'après les résultats obtenus au terme de cette étude, nous affirmons que les deux borbiers WET et Classique présentent une source de pollution très importante pour l'environnement. L'étude nous permis de mettre en évidence l'efficacité de traitement stabilisation /solidification sur l'immobilisation des polluants organique et minéraux, qui on va étant de choisir la meilleure formulation du traitement. Nous avons comparé ente les résultats DES métaux lourds, mercure, le carbone organique total, le DCO et DBO₅ et les hydrocarbures totaux. Notre choix porte sur le WET (250) et le classique (200).

Conclusion générale

Il n'y a aucun doute que les déblais de forage pétrolier constituent une véritable source de pollution pour l'environnement et la santé humaine.

Le travail réalisé dans ce mémoire consiste à étudier l'efficacité du traitement des borbiers par le procédé de la stabilisation/ solidification. Le principe de cette méthode repose sur la fixation ou bien immobilisation de ces polluants dans une matrice solide constituée de ciment et d'eau additionnée d'adjuvants afin de les piéger et d'empêcher leurs migration (infiltration) dans le sol qui peut causer la contamination des nappes phréatiques.

Une série d'analyses a été effectués ou nous avons procédé à l'étude pour une caractérisation physico-chimique des deux borbiers WET et Classique avant et après traitement de stabilisation/solidification qui nous permettre d'évaluer son degré de contamination.

D'après les différents résultats va obtenus, nous pouvons constatons que :

Les deux borbiers WET et Classique sont classés parmi les sites les plus pollués et qui nécessitent un traitement.

A partir des résultats de métaux lourds, le mercure, carbone organique total, DCO, DBO₅ et les hydrocarbures totaux, nous avons conclure que le traitement stabilisation/solidification des deux borbiers réduisent réellement et efficacement les polluants organiques et minéraux.

Nous avons montré que la meilleure formulation du traitement stabilisation/solidification est le WET (250) et Classique (200). Ce sont les plus efficaces en raison des meilleurs résultats obtenus.

Il est à noter que les sols des borbiers étudiés présentent une pollution organique, générée par les hydrocarbures totaux, et qui nécessite une réhabilitation par voie biologique, dont le principe consiste à augmenter la quantité de microbes (bactéries, champignons) pour dégrader les composés biodégradables.

Référence et bibliographie

- [01]: **Darley,H.C.H.,Gray,G.R.**,(1988).Composition and properties of drilling and Completion fluide. 5th Edition, Gulf Professional Publishing, Houston,TX, 630p.
- [02]: **Landroit G**, 1968. Fluide de forage, Edition Technip, France.
- [03]: **Darley,H.C.H.,Gray,G.R.**,(1994). Composition and properties of drilling and completion fluide. 5th Edition, Gulf Professional Publishing, Texas, USA.
- [04]: **Melbouci,M., Sau, A.C.**,(2008). Water-based drilling fluids, US Patent 7 384 892, assigned to Hercules Incorporated (Wilmington, DE).
- [05]: **Schlumberger**, (2008). (www.slb.com, wikipédia) (Classifications).
- [06] : **Sdorov, N**, (1986). Forage et Exploitation des puits de pétrole et de gaz. Edition MIR, Moscou.
- [07]: **Brazzel, R.L.**,(2009). Multi-component drilling fluid additive and drilling fluid system incorporating the additive. US Patent 7 635 667, assigned to Ambar Lone star Fluid Services, LLC (Lafayette, LA), December 22.
- [08]: **Peysson Y, 2004**-solid /liquid Dispersion in Drilling and .production .oil and Gas science Technology-Rev-IFP.59:11-12.
- [09] : **ENSPM** (Ecole national supérieur du pétrole et des moteurs).
- [10] : **MILPARK-CKS** (Manuel technique fluide de forage) TOME1, EDITION 1990
- [11] : **OUAHCHATA, O et MOULAY, Y** Étude d'efficacité des méthodes traitement des déblais de forage et leur valorisation par rapport à la réglementation Algérienne ».Mémoire de Master en Génie de L'environnement, Université M'Hamed Bougera Boumerdes, promotion 2012-2013
- [12]: **Ryan JN ETMElinelech**, 1996 colloids surf AphasicochimemEng .Asp. 107:1.

- [13] :**Khodja, M.**, (2008). Les fluides de forage : étude des performances et considérations environnementales. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique, Toulouse, France.
- [14] : **Ragouilliaux, A.M.**, (2007). Étude rhéophysique de systèmes émulsions
- [15] : **Begbeg, A.**, (2008). Importance des considérations environnementales dans l'étude des performances des additifs utilisés dans les fluides de forage. Thèse de Magister, Université de Boumerdès, Algérie.
- [16] : **Abbas Hadj Abbas** : " Les borbiers des forages petroliers et des unités de production Impact sur l'environnement et technique de traitement" ; mémoire Magister Spécialité : Génie pétroliers, Université KasdiMerbah Ouargla, Année : 2010/2011.
- [17]: **Mohammed CHERIFI** "Drilling Waste Management for Environmental Protection in HassiMessaoud Field", Faculty of Design and Technology, School of Engineering, the Robert Gordon University, Aberdeen, June 2006"
- [18] : **Lounis s.et I Daoud**, 2005.Analyse microbienne et physico-chimique des sols contaminés par les hydrocarbures à HassiMessaoud de fin d'étude pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état enécologie option pathologie des écosystèmes .63p
- [19] : **Jose**, (1999). Essais de la biodégradabilité sur des sols contaminés par les hydrocarbures lourds, tranche montagne. Rapport de recherche présenté comme exigence partielle de la maîtrise en science de l'environnement.
- [20] : **Bocard, C.**, (2006). Marées noires et sols pollués par les hydrocarbures : enjeux environnementaux et traitement des pollutions. Editions Technip, 291p.
- [21] : **ScribanR.**, 1999. Biotechnologie. 5èmeEdition, TEC&DOC, Paris, pp. 96-865.
- [22]**BertrandA.R.V, BriantJ.,CastelaA, DegobertP.,GatellierC .,MassonM.,OudinJ.,Pottier J.**,1971.Préventionetluttecontrelapollutionaucoursdesopérationsdeforageetde production en mer,edTECHNIP, np.823.
- [23]: **AtlasR.M.**, 1984. Petroleum microbiology. Edition, Macmillan PublishingCompany, np.685.
- [24] : **EIYamaniM.**, 2006. Sites et sols pollués, environnement et milieux.

- [25] : **Lefebvre G.**, 1978. Chimie des hydrocarbures, Société des éditions Technip. Publication I.F.P, 1978 ISBN 2710803429, 9782710803423, np 284 pages
- [26] : **Lauwers R.**, 2007. Toxicologie industrielle et intoxication professionnelles, Ed Masson, np. 1252.
- [27] : **Rowe R.D., Lang C.M., Chestnut L.G., Latimer D., Rae D., Bernow S.M., White D.**, 1995. The New York Electricity Externality Study. Oceana Publications, Dobbs Ferry, New York.
- [28] : **Smith, K.E.C., Thomas, G.O., Jones.**, (2001). Seasonal and species differences in the air pasture transfer of PAHs. Environmental Science and Technology, 35. 2156-2165.
- [29] : **Lutz, S.**, (2006). Evaluation du risque de transfert des Hydrocarbures aromatiques polycycliques du sol vers le lait chez le ruminant laitier. Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine, France.
- [30] : **Koller**, (2004). Traitement des polluants industriels, Ed DUNOD.
- [31] : **Extern E.**, (1995). Externalities of energy. Isbn 92-827-5210-0. Vol.1 : Summary (EUR16520) ; Vol.2 : Methodology (EUR16521) ; Vol.3: Coal and lignite (EUR16522); Vol.4: Oil and Gas (EUR16523); Vol.5: Nuclear (EUR16524); Vol.6: wind and hydro fuel cycles (EUR16525). Published by European Commission, Directorate- General XII, Science Research and development. Office for official Publications of the European Communities, L-2920 Luxembourg
- [32] : **Khan, F.I., Husain, T., Hejazi, R.**, (2004). An overview and analyse of site remediation technologies. Journal of Environmental Management. 71. 95-122.
- [33] : **Bonnard, M., Devien, S., Leyval, C., Morel, J.L., Vasseur, P.**, (2010). The influence of thermal desorption on genotoxicity of multipolluted soil. Ecotoxicology and environmental safety, 73. 995-960 .
- [34] : **Scullion, J.**, (2006). «Remediating polluted soils ». Naturwissenschaften., 93. 51-65.
- [35] : **Searle, S.J.**, (2010). Evaluating naphthalene sorption to cement-based solidification/stabilization additives. Thèse de master, Université de Dalhousie, Canada.
- [36] : **Imyim, A.**, (2000). Méthodologie d'Evaluation Environnementale des déchets stabilisés /solidifiés par liants Hydrauliques. Thèse de doctorat, Institut Nationale des Sciences Appliquée, Lyon, France.

[37]: Bone, B.D., Bernard, L.H., Boardman, D.I., Carey, P.J., Hills, C.D., Jones, H.M., (2004). Review of Scientific Literature on the Use of Stabilisation/solidification for the treatment of contaminated soil. Solid Waste and Sludges. SC980003/SR2. Bristol: Environment Agency.

[38]: Shi, C., Spence, R., (2004). General Guidelines for stabilization/solidification of Wastes, stabilization and solidification of Hazardous, Radioactive, and Mixed Wastes. CRC Press, New York, USA, 7-24.

[39] : Paria, S, Yuet, P.K, (2006). Solidification/stabilization of Organic and Inorganic Contaminations using Portland cement: A Literature Review. Environmental reviews. 14. 217-255.

[40]: Bone,B.D.,Bernard,L.H.,Boardman,D.I,Carey, P.J,Hills, C. D,Jones, H. M, (2004). Review of Scientific literature on the Use of stabilization/solidification for the treatment of contaminated soil.Solid Waste and Sludges. SC 980003 / SR 2. Bristol: Environment agency.

[41]:Batchelor,B,(2006).Over view of Waste Stabilization with Cement. Waste Management. 26. 689-698

[42] :Fantozzi-Merle, C , (2003). Etude de matériaux à base de liant hydraulique contenant des polluants organiques modèles : Propriétés structurales et de transfert, thèse de doctorat, Institut National des Sciences Appliquées, Lyon, France.

[43] :Barna , R, Moskowicz , P, (2010). Stabilisation /solidification des déchets. Techniques de L'ingénieur, G 2080, Paris, France.

[44]:BELHABIB. Abdelouhab :“ les fluides de forage a base d'huile ; impacts sue l'environnement et technique de traitement“, Université Kasdi Merbeh.Ourgla ; mémoire master professionnel, spécialité : forage, année 2012/2013.

Parmi les normes fixées qui définissent pour chaque polluant une valeur seuil facilitant les prises de décision et permettant de dire qu'un sol doit être dépollué ou non, sont celles établies par la norme française représentée par le tableau N°1.

Tableau N°1 : Normes française de qualité des sols.

Composés organiques	A Seuil de reference	B Seuil de risque	C Seuil de danger
COMPOSES AROMATIQUES (mg/kg)			
Benzène	0,01	0,5	5
Ethyle benzène	0,05	5	50
Toluène	0,05	3	30
Xylène	0,05	5	50
Phénol	0,02	1	10
Composés aromatiques totaux	0,1	7	70
HYDROCARBURES POLYCYCLIQUES (mg/kg)			
Naphtalène	0,01	5	50
Anthracène	0,1	10	100
Phénanthrène	0,1	10	100
Fluoranthène	0,1	10	100
Pyrène	0,1	10	100
Benzo(a)pyrène	0,05	1	10
HAP total	1	20	200

Tableau N°2 : Seuils de référence pour les métaux lourds.

Métaux lourds	Seuil de référence (Mg/kg de sol)	Seuil de risque (Mg/kg de sol)	Seuil de danger (mg/kg de sol)
As	20	30	50
Cd	1	5	20
Co	20	50	300
Cr	100	250	800
Cu	50	100	500
Hg	0,5	2	10
Ni	50	100	500
Pb	50	150	600
Zn	200	500	3000

Tableau N°3 : Recommandations français pour la qualité des sols.

Contaminants	Categories d'utilisation des terres			
	Agriculture (mg/kg)	Residential (mg/kg)	Commercial (mg/kg)	Industrial (mg/kg)
Inorganiques				
Arsenic	12	12	12	12
Cadmium	1,4	10	22	22
Chrome (total)	64	64	87	87
Cuivre (total)	63	63	91	91
Plomb	70	140	260	600
Nickel	50	50	50	50
Zinc	200	200	360	360
Organiques				
Benzène	0,05	0,5	5	5
Ethylbenzene	0,1	1,2	20	20
Naphthaléne	0,1	0,6	22	22
Phénol	3,8	3,8	3,8	3,8
PCBs	0,5	1,3	33	33
Toluéne	0,1	0,8	0,8	0,8
Trichloroéthylén e	0,1	3	31	31
Xyléne	0,1	1	17	20

Les Déchets Ultimes (D.U)

Pour être admis en centre de stockage, les déchets doivent répondre à des critères fixés par la législation. Les caractéristiques des déchets, déterminées par des tests réglementaires (principalement des tests de lixiviation) sont comparées à ces critères d'admission. En dessous des performances requises, le déchet doit subir un traitement de Stabilisation afin de le rendre massif et stable chimiquement.

L'application d'un procédé de traitement appelé Stabilisation/Solidification (S/S) semble être une solution pour de nombreux déchets.

Le tableau N°4 présente les deux catégories (A et B) de déchets industriels spéciaux (DIS) ultimes à stabiliser/solidifier respectivement depuis le 30 mars 1995 et 1998.

Tableau N°4 : Liste des déchets industriels spéciaux ultimes
(stabiliser/solidifier)

Déchets de la catégorie A (30 mars 1995)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Résidus de l'incinération (suies, cendres, déchets de l'épuration des fumées) ; ▪ Résidus de la métallurgie (poussières, scories et crasses de seconde fusion, boues d'usinage) ; ▪ Résidus de forage (suite à l'emploi de fluides de forage à base d'hydrocarbures) ; ▪ Déchets minéraux de traitement chimique (oxydes de sels métalliques, sels minéraux et catalyseurs usés).
Déchets de la catégorie B (30 mars 1998)	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Résidus de traitement d'effluents et d'eaux industriels, de déchets ou de sols pollués (boues et résidus d'épuration d'effluents, résidus de traitement de sols pollués, résines échangeuse d'ions); ▪ Résidus de l'incinération (mâchefers); ▪ Résidus de peinture; ▪ Résidus de la métallurgie (scories, crasses, sables de fonderie); ▪ Résidus d'amiante; ▪ Réfractaires et autres matériaux minéraux usés ; ▪ Résidus de recyclage d'accumulateurs et de batteries.

I. Déchet Solides

En absence de réglementation algérienne des limites tolérées pour les rejets solides, on se réfère au décret français du 18/12/1992. Publié dans le journal officiel français le 30/03/1993

Tableaux N°5 : valeurs limites des déchets solides industrielle.

N°	Paramètre	Unité	Valeurs limites
1	Ph	Mg/kg	4 -13
2	Chrome Total	Mg/kg	70
3	Plomb total	Mg/kg	50
4	Zinc Total	Mg/kg	200
5	Cadmium	Mg/kg	5
6	Cuivre	Mg/kg	100
7	Nickel Total	Mg/kg	40
8	Arsenic	Mg/kg	25
9	Sélénium	Mg/kg	7
10	Mercure Total	Mg/kg	2
11	COT	Mg/Kg	1000

II. déchet liquides

Décret exécutif n° 06-141 du 20 Rabie El Aouel 1427 correspondant au 19 avril 2006 définissant les valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels.

N°	Paramètres	Unité	Valeurs limites	Tolérances aux valeurs limites anciennes industrielle
01	PH	-	6.5-8.5	6.5-8.5
02	MES	Mg/l	35	40
03	Azote Kjeldahl	Mg/l	30	40
04	Phosphore total	Mg/l	10	15
05	DCO	Mg/l	120	130
06	DBO5	Mg /l	35	40
07	Aluminium	Mg/ l	03	05
08	Substances toxiques bioaccumulables	Mg/ l	0.005	0.01
09	Températures	C°	03	05
10	Cynures	Mg/l	0.1	0.15
11	Fluor et composés	Mg/l	15	20
12	Indice de phénols	Mg/l	0.3	0.5
13	Hydrocarbures totaux	Mg/ l	10	15
14	Huiles et graisses	Mg/ l	20	30
15	Cadmium	Mg/ l	0.2	0.25
16	Cuivre total	Mg/ l	0.5	01
17	Mercure total	Mg /l	0.01	0.0 5
18	Plomb total	Mg/ l	0.5	0.75
19	Chrom total	Mg /l	0.5	0.75
20	Etain total	Mg /l	2	2.5
21	Manganèse	Mg/ l	01	1.5
22	Nickel total	Mg/ l	0.5	0.75
23	Zinc total	Mg/l	03	05
24	Fer	Mg/ l	03	05
25	Composés organique chlorés	Mg/ l	05	07

I. Calibrage de PH –mètre (étalonnage)

Avant chaque manipulation on doit procéder à l'étalonnage. Le pH-mètre a été étalonné avec les solutions tampons de pH acide [4,01], pH neutre [7,00] et pH basique [10,01].

- Prélever à l'aide d'une pipette une prise d'essai de 50 ml et l'introduire dans un bécher propre ;
- Rincer abondamment l'électrode avec de l'eau distillée ;
- Placer le bécher sous agitation magnétique ;
- Introduire l'électrode dans la solution à analyser ;
- Mettre en marche le potentiomètre ;
- Lire la valeur affichée par le potentiomètre après stabilisation.

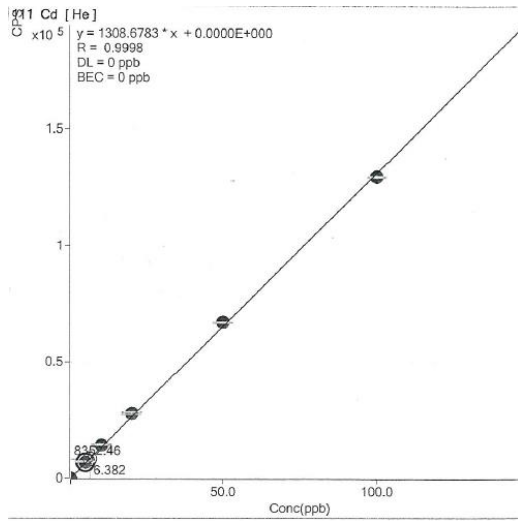
II. Dosage des métaux lourds par Spectrométrie de masse associée à un plasma d'argon à couplage inductif (ICP-MS)

Préparation de la courbe d'étalonnage

La préparation des étalons de différentes concentrations (1ppb, 5 ppb, 10 ppb, 20ppb...) se fait par dilution d'une solution mère. Cette dernière est préparée à l'aide d'un étalon multi (Cr, Ni, Pb, Cu, Zn, Cd...) de concentration 1 ppm fournie par Agilent.

Avant chaque utilisation de l'appareil, on doit procéder par les étapes suivantes :

- Allumer le refroidisseur ;
- Allumer le plasma et laisse chauffer 20 min « temps de préchauffé » ;
- Lancer le test tune avec la solution « tune » fournie par Agilent, pour tester les performances de la méthode élaborée ;
- Élaborer une séquence de calibration et d'analyse ;
- Lancer l'analyse.



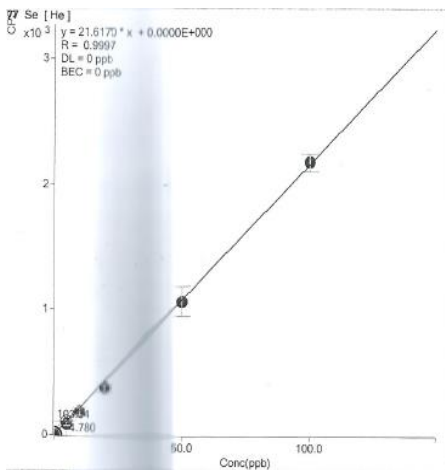


Figure (7) : courbe d'étalonnage du Se.

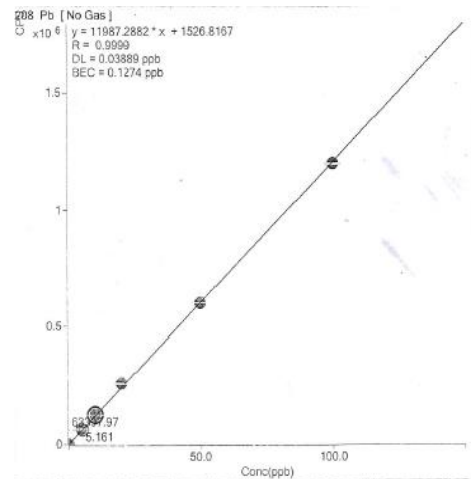


Figure (8) : courbe d'étalonnage du Pb.

III. Dosage du mercure total

- **Solution étalons**
 - **Solution mère d'Hg A=1000mg/l**

Utiliser une solution étalon quantitative disponible dans le commerce.

- **Solution mère d'Hg B=10 mg/l**

Diluer **1ml** de solution **A** avec **100ml** de blanc réactif dans une fiole jaugée en verre borosilicaté.

- **Solution mère d'Hg C=0.1 mg/l**

Diluer **1ml** de solution **B** avec **100ml** de blanc réactif dans une fiole jaugée en verre borosilicaté.

- **Étalonnage de l'appareil**

Avant de commencer les analyses, on procède aux étapes suivantes :

- **Essai à blanc**
 - Introduire dans le tube de barbotage 10 ml d'eau distillée ;
 - Ajouter quelques gouttes de bromure de bromate de potassium ;
 - Homogénéiser, neutraliser avec l'hydroxylamine.

IV. Détermination des l'hydrocarbure totaux par chromatographie en phase gazeuse

- **Étalonnage**
 - **Essai à blanc**

Pour chaque série d'essais (chaque dix échantillons), effectuer les mêmes conditions d'extraction, de purification et de concentration où l'échantillon est remplacé par 1l d'eau distillée.

- **Préparation des solutions standards**
- **Mélange étalon**
 - Étalon Diesel/l'huile minérale de 5mg/ml chacun dans une ampoule de 1 ml pour obtenir une concentration d'hydrocarbures totale 10 mg/m.
- **Mélanges d'étalonnage**
 - Étalonner le GC/FID à l'aide des six solutions d'étalonnage suivantes :0.2, 0.4, 0.6, 0.8 et 1.0 mg/ml ;
 - Pipeter 20, 40, 60,80 et 100µl du mélange étalon dans 5 flacons jaugés de 1 ml respectivement. Ajuster au trait avec la solution fille du solvant d'extraction ;
 - Les solutions sont conservées à 4 °C dans des récipients hermétiquement fermés. Les solutions sont stables 6 semaines ;
 - Un minimum de trois points d'étalonnage doit être utilisé. À noter que les points utilisés pour la construction de ces courbes doivent être le plus près de celle-ci. La courbe d'étalonnage est considérée comme acceptable si le facteur de corrélation est supérieur ou égal à 0,995.
- **Séquence de dosage**
 - Injecter les étalons, échantillons et éléments de contrôle de la qualité selon la séquence décrite ci-dessous. Cette séquence est élaborée à titre indicatif ;
 - Remplir les quatre flacons de rinçage de la seringue avec l'hexane ;
 - Injecter, dans l'ordre croissant, les solutions du mélange d'étalonnage ;
 - L'essai à blanc ;
 - Les échantillons à analyser ;
 - Soustraire la concentration du blanc qui doit être inférieur à 0.1mg/ml.