



**UNIVERSITE SULTAN MOULAY SLIMANE**  
**Faculté des Sciences et Techniques**  
**Béni-Mellal**



---

*Centre d'Études Doctorales : Sciences et Techniques*  
*Formation Doctorale : Ressources Naturelles, Environnement et Santé*

**THÈSE**

Présentée par

**AADRAOUI Mohamed**

Pour l'obtention du grade de

**DOCTEUR**

*Spécialité : Géoressources*

*Option : Géoressources et Environnement*

---

---

**Faisabilité technique et environnementale de l'utilisation  
des boues de station d'épuration dans les matériaux de  
construction**

---

---

Soutenue le 29/02/2020 à 10h devant la commission d'examen composée de:

<b>Président</b>	<b>: Pr. Ahmed BARAKAT</b>	<b>FST-Béni Mellal</b>
<b>Rapporteur</b>	<b>: Pr. Naoual RAIS</b>	<b>FST-Fès</b>
	<b>: Pr. Abdelkrim ARIOUA</b>	<b>FST-Béni Mellal</b>
	<b>: Pr. Mohamed RHALMI</b>	<b>FST-Béni Mellal</b>
<b>Directeur de thèse</b>	<b>: Pr. Mohamed EL BAGHDADI</b>	<b>FST-Béni Mellal</b>
<b>Co-directeur de thèse</b>	<b>: Pr. Jamila RAIS</b>	<b>FST-Béni Mellal</b>
<b>Membre invité</b>	<b>: Mr. Mohamed EL GHAZALI</b>	<b>Société SI3- Beni-Mellal</b>
<b>Membre invité</b>	<b>: Mr. Abderrahim LACHGUER</b>	<b>Société de ciment-Beni-Mellal</b>

*Cette étude est dédiée à l'âme de mon défunt père  
Aux êtres les plus chers que j'ai au monde : ma  
mère source d'amour*

*A mes sœurs RABIAA, HASSNA, HAYATE et  
KHADIJA à leur petite famille*

*Aucune dédicace, aucun mot ne sauraient  
exprimer tout le respect, toute l'affection et tout  
l'amour que je vous porte.*

*Je prie dieu, le tout-puissant, de vous protéger et  
de vous procurer santé, bonheur et longue vie...*

*A toute ma famille et à tous mes amis pour leur  
aide et leur soutien moral et leur solidarité durant  
l'élaboration de ce travail.*

*A tous ceux qui m'ont aidé.*

## Remerciement

Ce n'est pas qu'il est difficile de remercier tous ceux qui ont participé de près ou de loin à ce travail, mais il faut avouer que les formules sont nombreuses et que le choix des bons mots a toujours été pour moi difficile, en raison d'une certaine sensibilité personnelle. Entre vifs, sincères, profonds et je passe les obscures subtilités de la langue française, le choix de la formule de remerciements est difficile.

Je tiens à exprimer l'expression de ma plus profonde reconnaissance et de considération à Monsieur **MOHAMED EL-BAGHDADI** qui fût un parfait directeur de thèse pour la confiance qu'il m'a témoignée en m'accueillant au sein de son laboratoire pendant ces années de recherche, merci pour son soutien et ses conseils surtout dans les moments difficiles. Un grand merci de m'avoir donné la chance de faire cette thèse.

Je souhaiterais exprimer ma plus profonde gratitude à ma codirectrice de thèse, Pr. **JAMILA RAIS**, Son encadrement, son suivi, ses conseils et ses encouragements ont toujours été pour moi un grand soutien moral ses encouragements.

Je commencerais sincèrement par remercier les membres du jury qui m'ont fait l'honneur de bien vouloir juger ce travail, et d'assister à la soutenance de ma thèse. Je tiens tout d'abord à remercier Pr. **Ahmed BARAKAT**, Professeur à la Faculté des Sciences et Techniques, Béni Mellal, d'avoir accepté de présider le jury. Je remercie également Pr. **Naoual RAIS**, Professeur à la Faculté des Sciences et Techniques de Fès, **Mohamed RHALMI**, Professeur à la faculté des Sciences et Techniques. Pr. **Abdelkrim ARIOUA**, Professeur à la Faculté des Sciences et Techniques Béni Mellal, d'avoir accepté de juger ce travail en tant que rapporteurs. Merci pour vos temps, pour vos commentaires pertinents et constructifs, à la discussion très enrichissante, et pour la valeur ajoutée certaine à mon travail. Je voudrai également remercier M. **Mohamed EL GHAZALI** directeur commerciale de la société SI3 et aussi M. **Abderrahim LACHGUER** responsable qualité de la société ciments de l'Atlas d'avoir accepté de faire eux-aussi partie du jury.

J'adresse mes remerciements, **Mlle Amina Lasry** sur la patience et le soutien moral et ses conseils pour l'autonomie qu'a développée en moi durant toute la période de ma thèse.

Mes profonds sentiments de reconnaissance et de gratitude sont adressés à Monsieur **MECHADI MOHAMED, ZAKARIA CHEMSI** pour leurs disponibilités, leurs soutiens et encadrements et pour leurs contributions et leurs disponibilités pour l'avancement de ce travail.

J'adresse également mes profonds remerciements, le docteur **Mlle FATIMAZAHRA NDADANI** et mes collègues **M. ABDALAH OUIGMANE, Mlle Amina El-JOUDIANI, M. BRAHIM, Mlle KHADIJA ECHOUGDALI, CHAYMA** pour leurs conseils, leurs remarques objectives et leurs orientations scientifiques, leurs relectures et corrections de cette thèse.

J'exprime ma profonde gratitude à Monsieur le Directeur de la société intercontinentale immobilière & industrielle de Béni-Mellal (SI3) Monsieur **HASSAN AIT HAFID ET Mohamed EL GHAZALI**, et Monsieur **MOHAMED HASSINI** technicien du laboratoire de SI3 et Monsieur **TAKKI Brahim** responsable de ressources humaines de la société SI3, mes vifs remerciements à l'ensemble du corps de la société SI3 de Béni-Mellal.

Je remercie Monsieur **Salah EL AAZMAOUI, Nourdin, Lkosto** et tous l'équipe de librairie de sciences, pour leurs traductions et relectures le résumé en tamazight.

En outre, la réalisation de ce travail n'aurait pas été possible sans le soutien moral et affectif de ma mère. Je remercie ma mère pour leur appui et leur dévotion durant toutes ces années. Je remercie ainsi tous les membres de ma famille qui ont su me comprendre dans les moments les plus difficiles lors de mes déplacements et mes absences.

Mes plus vifs remerciements vont à mes équipes de travail au sein de l'équipe des Géorressources et Environnement, pour la disponibilité, le soutien et l'aide au cours de toute ma période de thèse.

Je remercie toutes celles et ceux qui m'ont aidé ou soutenu ma thèse et que j'aurais oublié de citer....

*Merci*

## AVANT-PROPOS

**Nom et prénom de l'auteur : Mohamed AADRAOUI**

**Intitulé du travail :** Faisabilité technique et environnementale de l'utilisation des boues de station d'épuration dans les matériaux de construction

**Nom et Prénom du directeur des travaux de recherche : MOHAMED EL-BAGHDADI,** Equipe de Géo-ressources et Environnement, l'Université Sultan Moulay Slimane, Faculté des Sciences et Technique, Béni-Mellal, Maroc.

**Co-Encadrant : JAMILA RAIS,** Equipe de Géo-ressources et Environnement, l'Université Sultan Moulay Slimane, Faculté des Sciences et Technique, Béni-Mellal, Maroc

**Laboratoires où les travaux de cette thèse ont été réalisés :**

- Laboratoire Géoresources et Environnement à la faculté des sciences et techniques de Béni-Mellal.
- Centre d'analyse de la faculté des sciences et techniques de Béni-Mellal de Mghila.
- Laboratoire des procédés chimiques et matériaux appliqués (LPCMA) à la faculté polydisciplinaire de Béni-Mellal.
- Laboratoire de la société intercontinentale immobilière & industrielle de Béni-Mellal (SI3).
- Laboratoire d'usines de ciments de l'Atlas de Ben Ahmed.

**Date du commencement des travaux de recherche :** Janvier 2015.

Les travaux réalisés dans ce cadre ont fait l'objet des publications et communications suivantes :

### **Publications:**

- **M. Aadraoui,** M. Elbaghdadi, J. Rais, A. Barakat, W. Ennaji, L.A. Karroum, H. Oumenskou, "*Effect of incineration of sewage sludge on the evolution of physicochemical characterization and mineralogical properties,*" ***J. Mater. Environ. Sci., Vol. 8, pp. 2800-2806, 2017.***
- **M. Aadraoui,** M. Elbaghdadi, J. Rais, A. Barakat, W. Ennaji, L.A. Karroum, H. Oumenskou, A. Ouigmane, M. Mechadi, S. Didi, "*Characteristics of sewage sludge produced from wastewater treatment plant in the Moroccan city Khouribga*" ***Desalination and Water Treatment, Vol. 112, pp. 179-185, 2018.***
- **M. Aadraoui,** J. Rais, M. Elbaghdadi, A. A. Ouigmane, M. Mechadi, "*Characterization of sludge waste products from wastewater treatment plant of Khenifra city in Morocco*", ***Environmental Research & Technology, Vol. 2 (2), pp. XXXX, 2019***
- **M. AADRAOUI,** J. RAIS, M. ELBAGHDADI, A. OUIGMANE, M. MECHADI, "*Characterization of products from heat treatment of sewage sludge from wastewater treatment plant of Khenifra city in Morocco*", *International Journal of Environment and Waste Management (submitted, 2019).*

### **Communications:**

- Participation à la 5<sup>ème</sup> édition du congrès international Eaux, Déchets et Environnement Un défi millénaire (EDE5), Faculté des Sciences et Techniques Settat – Université Hassan 1er - Maroc, 24-26 Novembre 2015, par une communication affichée sous le titre «*contribution à la valorisation de la boue de la station d'épuration des eaux usées dans la fabrication du ciment*».

- Participation au 1<sup>er</sup> colloque international Environnement 2016, Eco-procédés, Traitement et/ou Valorisation des Déchets et des Effluents pour un Environnement Durable, Faculté des Sciences, Université Choib Doukkali, El-Jadida- Maroc, 17-19 Février 2016, par une communication affichée sous le titre « ***Etude préliminaire de la valorisation des boues de station d'épuration comme matières premières dans les mortiers de ciment portland*** ».
- Participation à la 5<sup>ème</sup> colloque international "Environnement et Développement Durable" "Changements Climatiques : Causes, Impacts, Atténuation et Adaptation", 10-15 Octobre 2016, Rabat – Kenitra, par une communication orale sous le titre « ***Caracterisation de cendre des boues d'épuration pour l'utilisation dans les matériaux des constructions***».
- Participation au 1er colloque Mediterranean Conference on Methanisation, Biogas and Wastes Energy Recovery, Faculty of Science and Technology, University Sultan Moulay Slimane, Béni Mellal, 1-2 June 2016, par une communication orale sous le titre « ***Valorization and characterization of sewage sludge of wastewater treatment plant: case of khouribga city*** ».
- Participation à la deuxièmes Journées des Procédés pour l'Energie et l'Environnement : procédés propres de valorisation de bioressources et de traitement des rejets, 2<sup>e</sup> JP2E FP-Taza, 24 & 25 octobre 2016, par une communication orale sous le titre « ***Caracterisation des boues d'épuration pour l'utilisation a la fabrication du ciment : cas du STEP de khenifra*** ».
- Participation au 4<sup>ème</sup> Colloque International «Eau Recyclage et Valorisation des Déchets » ERVD'4, l'Université Sidi Mohamed Ben Abdellah & l'Université Al Akhawayn d'Ifrane, les 26 et 27 octobre, par une communication orale sous le titre « ***Study of the compatibility between the sewage sludge and cement portland***».
- Participation à la 3<sup>ème</sup> Edition des journées Scientifiques Nationales (3<sup>e</sup> EJSN) « la Recherche Scientifique entre Innovation Technologique, Développement et Impact sur l'Environnement », L'université Ibn Zohr, Faculté des Sciences d'Agadir, du 1<sup>er</sup> au 3 Mars 2017, par une communication orale sous le titre « ***Utilisation of sludge waste from wastewater treatment for production of materials in construction***».
- Participation au international conference on Civil Engineering and Materials (ICCEM'2017), l'école nationale des sciences applique d'Al-Hoceima- Maroc, 11-12 May 2017, par une communication orale sous le titre « ***Characterisation of products from incineration of waste sludges*** ».
- Participation à la 5<sup>ème</sup> édition du congrès International Conference on Sustainable Solid Waste Management, NATIONAL TECHNICAL UNIVERSITY OF ATHENS School of Chemical Engineering 9, Heroon Polytechniou, Zografou Campus in Athens, Greece from 20th June 2017 to 25th June 2017, par une communication affichée sous le titre « ***Characterization and possible uses of sewage sludge from wastewater treatment plants***».
- Participation au 4<sup>ème</sup> Colloque International EurAsia Waste Management Symposium (EWMS 2018), YTU Davutpaşa Congress & Cultural Center, Istanbul, Turkey, 02-04, Mai 2018, par une communication orale sous le titre « ***Characterization of sludge waste products from wastewater treatment plant of khenifra city***».
- Participation à la Deuxième édition des journées Géologiques du Maroc, Edition 2018, Ministre des mines et de développement durable, Département de l'Energie et des mines, Rabat, 08 et 09, Mai 2018, par une communication affichée sous le titre « ***Influence of the addition of the sludge obtained after purification of the wastewater on the physicochemical characteristics of the mortars***».

## Résumé

Le traitement des eaux usées conduit à la formation de sous-produits sous forme de boues. Dans les années à venir, la quantité de boues produites par les usines de traitement des eaux résiduaires connaîtra une importante augmentation, tandis que les voies de valorisation ou de stockage sont plus restreintes. Dans le contexte actuel du développement durable, la valorisation des boues d'épuration est au cœur des préoccupations environnementales. Dans le cadre de cette étude, nous allons travailler sur deux types de boues issus de traitement des eaux usées domestiques de la STEP de Khénifra et de Khouribga.

L'objectif principal de cette thèse est donc de valoriser les boues d'épuration en matériaux de construction. Deux filières ont été mises en œuvre à l'échelle du laboratoire pour les deux cendres de boues étudiées. La première filière consiste en l'incorporation des boues dans la fabrication de clinker de ciment, et la deuxième filière présente l'incorporation des cendres de boues dans le béton et le mortier. Les résultats des caractérisations physiques, chimiques, minéralogiques et géotechniques a permis de discuter de l'adéquation cendres de boues aux filières au regard des critères d'entrée dans les voies de valorisation.

Les caractérisations physiques, chimiques, minéralogiques et géotechniques des deux boues étudiées de la STEP de Khénifra et de Khouribga calcinées ont révélé des comportements intermédiaires entre le ciment et le sable, aussi les deux cendres de boues d'épuration présentent une nature minérale compatible avec un milieu cimentaire, proche du comportement de matériaux pouzzolaniques. Les tests de lixiviation réalisés sur les deux cendres de boues ont montré que les éléments présents dans les cendres sont solubilisés à des concentrations inférieures aux seuils définis règlementairement pour les déchets inertes. L'étude des caractérisations en laboratoire a démontré clairement la possibilité d'utiliser des cendres de boue d'épuration étudiées dans le domaine de construction.

Les boues d'épuration calcinées à 950°C utilisées dans les crus fabriqués au laboratoire présentent des caractéristiques de cuisson adaptées à leur incorporation aux constitutions de crus de cimenterie. Les caractéristiques minéralogiques et chimiques des clinkers obtenus sont similaires à des clinkers ordinaires. D'après l'analyse des résultats des essais, on a conclu que le taux d'incorporation optimale des cendres de boues dans les crus est de 5% pour les deux cendres de boues étudiées.

Concernant l'évaluation technique des produits de la valorisation des boues comme matériau de construction surtout dans le mortier et le béton, les éprouvettes de mortier à différents taux de substitution ont été fabriquées, il a montré que la résistance du mortier diminue quand le taux de substitution augmente. Après la comparaison des résistances pour toutes les formulations, un taux de substitution de 10% a été retenu, car la résistance est comparable à celle de mortier témoin. L'essai de durabilité des matériaux cimentaires incorporant les cendres révèle une forte diminution de résistance mécanique sous l'effet de la sollicitation au gel/dégel.

Une évaluation environnementale de ces matériaux a été réalisée par l'essai de lixiviation à l'échelle du laboratoire. Les quantités relarguées cumulées des éléments polluants sont inférieures aux seuils sans impact environnemental, mondialement acceptables en construction et au Maroc.

Donc, l'utilisation des cendres de boues dans le domaine de construction est l'une des facettes importantes du développement durable. En effet, elle permet la préservation des ressources naturelles, aussi peut-elle réduire la pollution qui engendre par ces déchets des boues d'épuration.

**Mots-clés** : Cendres de boues, caractérisation, valorisation, cru, mortier, béton

## Abstract

Wastewater treatment leads to the formation of by-products in the form of sludge. In recent years, the quantity of sludge produced by wastewater treatment plants will increase significantly, while the valorization or storage methods are more limited. In the current context of sustainable development, the re-used of sewage sludge is at the heart of environmental concerns. As part of this study, we will work on two types of sludge from domestic wastewater treatment from the WWTP in Khénifra and Khouribga.

The main objective of the thesis is to value sewage sludge by construction materials. Two sectors were implemented and investigated in laboratory conditions using tow sewage sludge ash. The first scenario consists of the incorporation of sludge in the manufacture of cement clinker, and the second scenario presents the incorporation of sludge ash in concrete and mortar. Results of the physical, chemical, mineralogical, and geotechnical characterizations were conducted, allowing weighing sewage sludge ash industrial sectors, considering input specifications of re-use objectives

The physical, chemical, mineralogical and geotechnical characterizations of the sludge calcined produced from the two wastewater treatment plant the Khenifra and the Khouribga revealed intermediate behaviors between the cement and the sand As a result, the two ashes of sewage sludge have a mineral nature compatible with a cementitious medium, which is close to the behavior of pozzolanic materials. The leaching test that is carried out on the two sludges showed that the present elements in the sludge are solubilized at lower concentrations than the thresholds, which is defined by regulation for the inert waste. The study of the characterizations in the laboratory clearly demonstrated the possibility of using sewage sludge, which is studied in the field of construction. Two ways of valorization were studied in this study, namely, the addition of calcined sludge ash at 950°C as a raw material component of the cement, also the integration of calcined sludge ash at 550°C in the concrete and the mortar.

The sewage sludge calcined at 950°C, which is used in laboratory-made crus, have shown characteristics that are adapted to their incorporation into cement raw materials constitutions. The mineralogical and chemical characteristics of the clinkers obtained are similar to ordinary clinkers. Based on the analysis of the test results, it was concluded that the optimal rate of incorporation of sludge ash into the raw meal is 5% for both sewage sludge ash studied.

Concerning the technical evaluation of sludge upgrading products as a construction material especially in mortar and concrete. Mortar test pieces with different substitution rates have been manufactured. Moreover, it has been shown that the mortar strength decreases when the substitution increases. This result may be due to the amount of water added which is relatively high in the mortar formulations and the low CaO content in the two sludges studied. After the comparison of the resistances for all the formulations, a substitution rate of 10% was retained because the resistance is comparable to that of control mortar. The durability testing of cementitious materials incorporating ash reveals a sharp decrease in mechanical strength under the effect of freeze / thaw stress.

An environmental assessment of these materials was conducted by the laboratory scale leach test. The cumulative released amounts of pollutants are below thresholds without environmental impact, globally acceptable in construction and in Morocco. That is to say, the use of sludge ash in the construction field is one of the important facets of sustainable development. It allows the preservation of natural resources. All in all, the use of sludge ash in the construction field can reduce the pollution that generates waste by sewage sludge.

**Keywords:** sewage sludge ash, characterization, valorization, raw meal, mortar, concrete



## ملخص

تؤدي معالجة المياه العادمة إلى تكوين منتجات ثانوية على شكل حمأة. في السنوات القادمة، ستزداد كمية الحمأة التي تنتجها محطات معالجة مياه الصرف الصحي بشكل كبير، في حين أن طرق الاستعادة أو التخزين محدودة. في السياق الحالي للتنمية المستدامة، فإن استعادة استعمال حمأة الصرف الصحي في صميم الاهتمامات البيئية. كجزء من هذه الدراسة، سنعمل على نوعين من الحمأة الناتجة عن معالجة مياه الصرف الصحي المنزلية من محطتي معالجة مياه الصرف الصحي لخنيفرة وخربيكة.

الهدف الرئيسي من هذه الرسالة هو تطوير الحمأة في مواد البناء. تم تنفيذ مسارين على المستوى المختبر لطين الحمأة المدروسة. يتكون القطاع الأول من دمج الحمأة في صناعة مواد الاولية للأسمنت، بينما يقدم القطاع الثاني دمج رماد الطين في الخرسانة والملاط. مكنت نتائج الخصائص الفيزيائية والكيميائية والمعدنية والحيوتقنية من مناقشة مدى ملائمة استعمال رماد الحمأة في القطاعات المدروسة و كذلك معايير المعترف بها في طرق الاسترداد.

كشفت المكونات الفيزيائية والكيميائية والمعدنية للحمأتين المكستين المدرستين لكل من محطتي معالجة مياه الصرف الصحي لمدينتي خنيفرة وخربيكة على انها مكونات بسيطة بين الأسمنت والرمل، اضافة الى كونها تحتوي على طبيعة معدنية متوافقة مع بيئة الإسمنتية، وبالاخص على مواد البوزلانية (pozzolanic). كما أظهرت اختبارات الترشيح التي أجريت على الحمأتين المكستين أن العناصر الموجودة في الرماد المذاب بتركيزات أقل من العتبات المحددة في اللوائح الخاصة بالنفايات. أظهرت دراسة النتائج المخبرية المحصل عليها إمكانية استخدام حمأة المجاري التي تمت دراستها في مجال البناء. ومنه تمت دراسة طريقتين للثمين الحمأتين المكستين في هذه الأطروحة، وهما إضافة الرماد من الحمأة المكلسة عند 950 درجة مئوية كعنصر في الأسمنت الخام، وكذلك دمج الرماد من الطين المكلس عند 550 درجة مئوية في الخرسانة و الملاط.

رماد حمأة مياه الصرف الصحي المكلس في 950 درجة مئوية المستخدم في الأسمنت الخام المنتجة في المختبر لديه نفس خصائص الأسمنت الخام. كما ان الخصائص المعدنية والكيميائية للكلنكر التي تم الحصول عليه متشابهة تماما مع الكلنكر العادي. من خلال تحليل نتائج الاختبار، تم التوصل إلى أن معدل الاضافة الأمثل في الأسمنت الخام هو 5% من للحمأتين المكستين الذي تم دراستهما.

فيما يتعلق بالتقييم للحمأتين المكستين في مواد البناء خاصة في الملاط والخرسانة، تم تصنيع قطع اختبار من الملاط بنسب مختلفة من الحمأتين المدوستين، فقد أظهرت أن مقاومة الملاط المكون حمأة المكلسة تتناقص عندما يرتفع معدل حمأة المكلسة المضافة. قد تكون هذه النتيجة بسبب الزيادة في كمية المياه المضافة في تركيبات الملاط او راجع الى انخفاض محتوى الكالسيوم في الحمأتين المدرستين. بعد مقارنة المقاومة لجميع قطع اختبار الملاط المصنعة، تم اختيار نسبة 10 % كالأفضل نسبة مضافة من الحمأة المكلسة، لأن المقاومة المحصل عليها مماثلة لمقاومة الملاط الشاهد. كما كشف اختبار متانة المواد الأسمنتية التي تحتوي على الرماد عن انخفاض قوي في المقاومة الميكانيكية تحت تأثير المؤثرات البرودة (التجميد).

تم إجراء تقييم بيئي لهذه المواد من خلال اختبار الترشيح في المختبر. من خلال الكميات المترشحة الصادرة من الحمأتين المدرستين تبين انها أقل من العتبات المسموح بها في التأثير البيئي، وهي مقبولة عالميا في البناء وكذلك في المغرب.

لذا فإن استخدام الحمأة المكلسة في مجال البناء هو أحد الجوانب المهمة للتنمية المستدامة، مما سيسمح بالحفاظ على الموارد الطبيعية، وكذلك الحد من التلوث الذي تولد نفايات مياه الصرف الصحي.

**الكلمات المفتاحية:** رماد الحمأة، التوصيف، التثمين، الأسمنت الخام، الملاط، الخرسانة.



# Sommaire

Résumé.....	VI
Abstract .....	VII
ملخص .....	VIII
□□□□□□□ .....	IX
Liste des figures .....	XV
Liste de tableaux .....	XVII
Liste des Abréviations.....	XIX
Introduction générale .....	1
CHAPITRE I: Synthèse bibliographique .....	4
Introduction.....	5
1. Situation des traitements des eaux usées au Maroc.....	5
2.1. Profilage du dispositif épuratoire national .....	8
2. Boues résiduares.....	12
2.1. Définition d'une boue d'épuration.....	13
2.2. Origine des boues .....	14
2.3. Type des boues .....	14
2.3.1. Boues brutes ou primaires .....	14
2.3.2. Boues secondaires .....	15
2.3.3. Boues tertiaire .....	15
2.3.4. Boues mixtes .....	15
2.4. État des lieux des boues de STEP .....	16
2.5. Composition de boues de STEP .....	18
2.5.1. Matière organique .....	19
2.5.2. Eléments fertilisants .....	19
2.5.3. Eléments traces métalliques .....	19
2.5.4. Composés organiques.....	20
2.5.5. Organismes pathogènes.....	20
2.6. Principales filières de traitements de boues de STEP au Maroc .....	21
2.7. Contexte réglementaire des boues résiduares au Maroc .....	21
A. Les normes et réglementation d'utilisation des boues de STEP.....	21
B. Contraintes des boues .....	22
2.8. Principales filières de valorisation de boues de STEP .....	23
2.8.1. Mise en décharge contrôlée.....	23
2.8.2. Utilisation agricole des boues .....	23
2.8.3. L'incinération de boues.....	24

2.8.4. Conclusion.....	25
2.9. Filières de gestion des boues.....	25
2.9.1. Différentes filières de valorisation des boues .....	26
3. Filière du ciment.....	32
3.1. Description .....	32
3.1.1. Généralités.....	32
3.1.2. Phases cimentaires principales .....	33
3.1.3. Les types de ciments .....	34
3.1.4. Valorisation des déchets en ciment .....	34
3.2. Spécifications .....	35
3.2.1. Composition chimique et minéralogique du cru pour la fabrication du clinker .....	36
3.2.2. Exigences des cimentiers .....	38
3.2.3. Spécifications sur les ciments .....	38
3.3. Application aux boues d'épuration .....	39
3.3.1. Intérêt environnemental .....	39
3.4. Conclusion.....	40
4. Filière bétons et mortiers.....	41
4.1. Description.....	41
5. Principes et méthodes de l'évaluation environnementale .....	47
5.1. Cadre général : Norme ENV 12-920.....	47
5.2. Différents tests de lixiviation .....	48
6. Revue de littérature sur la modélisation des processus de lixiviation.....	48
6.1. Généralités sur la modélisation et les modèles.....	49
6.2. Vue holistique des modèles géochimiques.....	50
6.3. Typologie des modèles géochimiques.....	50
6.3.1. Modèles de spéciation-solubilité.....	51
6.3.2. Modèles de réaction .....	51
6.3.3. Modèles couplés réaction/transport.....	51
Conclusion du chapitre.....	52
Chapitre 2: Matériel et méthodes .....	54
Introduction.....	55
1. Origine et prélèvement des boues d'épuration étudiées.....	56
1.1. Localisation de boues prélevées .....	56
1.2. Prélèvement des échantillons de boues .....	58
2. Traitement des boues par l'incinération .....	59
3. Caractérisation des boues .....	59

3.1. Caractérisation physique .....	60
3.1.1. Taux d'humidité.....	60
3.1.2. Masse volumique, porosité et compacité .....	60
3.1.3. Granulométrie .....	61
3.1.4. Surfaces spécifiques .....	62
3.1.5. Teneur en matière organique.....	63
3.1.6. Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI) .....	64
3.2. Caractérisation minéralogique.....	64
3.2.1. Teneur en CaCO <sub>3</sub> par la méthode de calcimétrie .....	65
3.2.2. Teneur en CaCO <sub>3</sub> par la méthode de calcination .....	65
3.2.3. Analyse par diffraction des rayons X.....	66
3.3. Caractérisation chimique.....	66
3.3.1. Contenu total .....	66
3.4. Caractérisation géotechnique .....	69
3.4.1. Testes d'Atterberg.....	69
3.4.2. L'essai au bleu de méthylène .....	71
3.5. Caractérisation du comportement au contact de phases aqueuses .....	71
3.5.1. Disponibilité des polluants en fonction du pH —CNA (Capacité de Neutralisation Acide).....	71
4. Mise en œuvre dans les filières des valorisations .....	72
4.1. Filière de ciment.....	73
4.1.1. Potentiel de valorisation des boues calcines .....	73
4.1.2. Élaboration des crus .....	74
4.1.3. Calcul de la composition des crus .....	75
4.1.4. Préparation et cuisson des matières premières.....	75
4.1.5. Composition des constituants du clinker.....	76
4.1.6. Caractérisation des produits de cuisson .....	76
4.1.7. Récapitulatifs de la valorisation des cendres à la filière de ciment.....	77
4.2. Filière de béton et mortier .....	77
4.2.1. Evaluation technique de l'utilisation des boues dans des produits de construction.....	78
4.2.2. Formulation et fabrication des matériaux .....	78
4.2.3. Essais de résistances mécaniques.....	81
4.2.4. Essais de durabilité –test de résistance au gel/dégel .....	85
4.3. Évaluation environnementale de l'utilisation des boues dans des produits de construction..	85
4.3.1. Lixiviations à l'échelle du laboratoire.....	85
4.4. Modélisation du comportement à la lixiviation.....	85

4.4.1. Modélisation géochimique sous Phreeq C .....	86
4.4.2. Méthode utilisée pour la modélisation du comportement à la lixiviation des matériaux	86
Conclusion du chapitre.....	89
Chapitre 3: Caractérisation des boues des STEP étudiées .....	92
Introduction.....	93
1. Caractérisation physique .....	93
1.1. Taux d'humidité.....	93
1.2. Densité, porosité et compacité .....	93
1.3. Granulométrie.....	95
A. Granulométrie par tamisage.....	95
B. Granulométrie par sédimentométrie .....	96
1.4. Surfaces spécifiques .....	97
1.5. Teneur en matière organique.....	98
1.5.1. Principe des matières organiques par four .....	98
1.5.2. Principe des matières organiques par analyse calorimétrique différentielle (ACD) (ATG).....	99
1.6. Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI) .....	101
2. Caractérisation minéralogique.....	102
2.1. Teneur en CaCO <sub>3</sub> – méthode au calcimètre de Bernard et méthode de four .....	102
2.2. Analyse par diffraction des rayons X.....	103
3. Caractérisation chimique.....	108
3.1. Analyse chimique élémentaire des métaux et métalloïdes.....	108
3.2. Contenus en éléments des cendres mesurés par fluorescence des rayons X (FRX) .....	109
4. Caractérisation géotechnique .....	111
4.1. Testes d'Atterberg .....	111
4.2. Valeur au bleu .....	112
5. Caractérisation comportementale .....	113
5.1. Disponibilité des polluants par lixiviation .....	113
5.2. Disponibilité des polluants en fonction du pH - CNA (Capacité de neutralisation acide)...	115
5.2.1. Solubilisation des éléments dépendant du pH.....	115
5.3. Modélisation du comportement à la lixiviation–identification de l'assemblage minéral des cendres de boues .....	119
5.4. Identification de l'assemblage minéral représentant les cendres des boues.....	120
5.5. Simulation du test CNA à partir de l'assemblage minéral identifié.....	120
Conclusion du chapitre.....	122
Chapitre 4 : Aspect technique et environnementale de la valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction .....	124

Introduction.....	125
I. Évaluation technique des produits de la valorisation des boues comme matériau de construction .....	126
1. Filière ciment.....	126
1.1. Elaboration des crus .....	126
1.1.1. Calcul de la composition des crus .....	126
1.2. Caractérisation des clinkers à des cendres de boues .....	126
1.2.1. Composition chimique des clinkers à des cendres de boues.....	126
1.2.2. Propriétés physiques des clinkers élaborés .....	128
1.3. Conclusion sur l’aptitude des cendres de boues à être valorisés dans la filière du ciment ..	130
2. Filière des mortiers et des bétons .....	131
2.1. Filière des mortiers.....	131
2.1.1. Caractérisation des mortiers a l’état frais .....	131
2.1.2. Caractérisation des mortiers a l’état durci.....	133
2.2. Filière des bétons.....	139
2.2.1. Utilisation des boues dans des produits de construction .....	139
2.2.2. Béton prêt à l’emploi.....	140
2.3. Conclusion sur l’aptitude des cendres de boues à être valorisé dans la filière du béton et mortier.....	143
II. Évaluation environnementale des produits de la valorisation des boues comme matériau de construction.....	144
1. Introduction .....	144
2. Essais sur éprouvettes de béton prêt à l’emploi à l’échelle du laboratoire.....	145
2.1. Caractérisation chimique par le teste de capacité de neutralisation acide.....	145
2.1.1. Lixiviations des éléments .....	145
3. Modélisation du comportement chimique de BPE–identification de l’assemblage minéral.....	148
Conclusion du chapitre.....	151
Conclusion générale.....	152
Perspectives.....	155
Bibliographie.....	156
Annexes.....	171

## Liste des figures

Figure 1 : Taux des différents types de stations d'épuration au Maroc (Rapport national d'assainissement liquide et d'épuration des eaux usées, 2017) .....	9
Figure 2: Répartition géographique des STEP au Maroc .....	10
Figure 3: Schéma de fonctionnement d'une station d'épuration à boues activées (Amadou, 2007) .	12
Figure 4: Schéma du parcours de traitement des eaux usées et sous-produits générés .....	13
Figure 5: Schéma de types de boues selon les filières de traitement des eaux (Frohard, 2014) .....	15
Figure 6: Evolution des quantités de boues produites par système de traitement (Rapport national d'assainissement liquide et d'épuration des eaux usées, 2017) .....	17
Figure 7: Evolution des boues de STEP au Maroc (Rapport national 2009, stratégie de gestion de boues de STEP au Maroc).....	17
Figure 8: Niveau de production de boues par région en 2015 en TONNES (Rapport national d'assainissement liquide et d'épuration des eaux usées, 2017) .....	18
Figure 9: Filières de traitement des boues d'épuration d'après (Boeglin, 2000).....	25
Figure 10: Fabrication du ciment d'après entrées potentielles des boues d'épuration (Anger, 2014)	35
Figure 11: Trois volets de caractérisation développés pour l'évaluation du scénario de valorisation considéré .....	56
Figure 12: Localisation géographique de deux STEP étudiées.....	57
Figure 13: Aspect de boues de la STEP de Khouribga broyé et brute.....	58
Figure 15: Aspects des boues d'épuration de la STEP de Khénifra calcinées à 105 °C - 950 °C.....	59
Figure 16: Dispositif de Spectrométrie d'Emission Atomique de type Optima 8300DV .....	67
Figure 17: Dispositif de spectrométrie à flamme.....	68
Figure 18: Limites d'Atterberg .....	70
Figure 19: Valorisation des boues calcinées dans le cru.....	74
Figure 20: Diagramme schématique du plan de valorisation des cendres de boues à la filière de ciment.....	77
Figure 21: Moules utilisés pour la préparation des éprouvettes de mortier de 10*10*10 cm <sup>3</sup> .....	78
Figure 22: Moule cylindrique utilisé pour la préparation éprouvette de béton de 11*22cm <sup>3</sup> .....	80
Figure 23: Appareil des mesures de résistances mécaniques.....	82
Figure 24: Mesure de la résistance à la flexion pour des éprouvettes (Chen, 2012) .....	82
Figure 25: Mesure de la résistance à la compression sur des éprouvettes 10×10×10 cm <sup>3</sup> (Chen, 2012) .....	83
Figure 26: Essais de résistance mécanique en compression sur une éprouvette de béton .....	84
Figure 27: Principe de fonctionnement du programme de PhreeqC.....	89
Figure 28: Démarche d'évaluation du potentiel de valorisation des boues d'épuration dans les matériaux des constructions .....	91
Figure 29: Courbe granulométrique cumulative de deux échantillons de boues calcinées en 105°C de Khénifra et Khouribga.....	95
Figure 30: Triangle de texture du sol, montrant la texture de deux des boues d'épuration étudiées par le Département de l'agriculture des États-Unis.....	97
Figure 31: Perte au feu des boues pour les deux STEP étudiés pendant la calcination à 105°C à 950 °C .....	99
Figure 32: Courbe thermogravimétrique obtenu avec la boue brute de la STEP de Khouribga.....	100
Figure 33: Courbe thermogravimétrique obtenue avec la boue brute de la STEP de Khénifra.....	100
Figure 34: Variation de Carbonate par rapport à la température .....	103
Figure 35: Spectre de DRX de la cendre de boue d'épuration de la STEP Khouribga .....	105
Figure 36: Spectre de DRX de la cendre de boue d'épuration de la STEP Khénifra .....	106



Figure 37 : Classification des boues sur le diagramme de Casagrande .....	112
Figure 38: Concentrations des éléments dans l'éluat de la boue de la STEP de Khouribga .....	113
Figure 39: Concentrations des éléments dans l'éluat de la boue de la STEP de Khénifra .....	113
Figure 40: Comparaison des concentrations relarguées lors de l'essai de lixiviation des boues étudiées et des seuils relatifs à la mise en décharge (Chen, 2012).....	114
Figure 41: Solubilisation de l'Al et du Cr en fonction du pH pour les deux cendres des boues étudiées.....	116
Figure 42: Solubilisation d'As, du Cu et du Zn en fonction du pH pour les deux cendres des boues étudiées.....	117
Figure 43: Solubilisation du Mg, du Fe et du P en fonction du pH pour les deux cendres des boues étudiées.....	118
Figure 44 : Concentrations expérimentale et simulée des éléments en fonction du pH pour les boues de la STEP de Khénifra.....	121
Figure 45: Concentrations expérimentale et simulée des éléments en fonction du pH pour les boues de la STEP de Khouribga.....	121
Figure 46: Rapport CaO/SiO <sub>2</sub> des clinkers élaborés .....	128
Figure 47: Refus du tamis de 32µm des familles de clinker fabriquées par les boues étudiées .....	128
Figure 48: Masse volumique des familles des clinkers fabriquées par les boues étudiées .....	129
Figure 49: Surface spécifique Blaine des familles des clinkers fabriquée par les cendres de boues .....	130
Figure 50: Demande en eau de mortiers à différents taux de substitution du ciment par les boues étudiées.....	132
Figure 51: Temps de prise des mortiers à différents taux de substitution du ciment par les boues étudiées.....	133
Figure 52: Variation de la densité mortier en fonction de la teneur en boues ajoutées avec trois temps différents pour les deux cendres de boues étudiées.....	134
Figure 53: Indices d'activité des mortiers à 28 jours pour les deux cendres de boues étudiées .....	135
Figure 54: Éprouvettes de mortiers – taux de substitution 0% (témoin) jusqu'aux 30% .....	137
Figure 55: Résistances à la flexion de mortiers à différents taux de substitution du ciment par les boues étudiées .....	138
Figure 56: Résistances à la compression de mortiers à différents taux de substitution du ciment par les boues étudiées.....	138
Figure 57: Éprouvette de béton fabriquée par les cendres des boues étudiées et éprouvette de témoin .....	140
Figure 58: Résistances à la compression des bétons prêts à l'emploi mélangé par les cendres des boues étudiées .....	140
Figure 59: Variation de la porosité des bétons selon les jours.....	142
Figure 60: Résistances des bétons sans vieillissement et avec vieillissement .....	143
Figure 61: Résultats expérimentaux d'évolution de la concentration de différents éléments en fonction du pH dans le cas de béton fabriqué par les cendres des boues de la STEP de Khénifra..	146
Figure 62: Résultats expérimentaux d'évolution de la concentration de différents éléments en fonction du pH dans le cas de béton fabriqué par les cendres des boues de la STEP de Khouribga .....	147
Figure 63: Résultats expérimentaux et de simulation dans le cas de béton fabriqué par les cendres des boues de la STEP de Khénifra .....	149
Figure 64: Résultats expérimentaux et de simulation dans le cas de béton fabriqué par les cendres des boues de la STEP de Khouribga .....	150

## Liste de tableaux

Tableau 1: Formes de gestion de l'assainissement liquide en milieu urbain (Rapport national 2009, stratégie de gestion de boues de STEP au Maroc) .....	6
Tableau 2: Situation et différents types de stations d'épuration au Maroc .....	6
Tableau 3: Nombre des STEP réalisées ou en cours de réalisation et les organismes gestionnaires (El Fels, 2014).....	7
Tableau 4: Stations achevées et en cours par les organismes gestionnaires dans le cadre de PNA (El Fels, 2014).....	8
Tableau 5: Objectifs du programme PNA pour l'horizon 2015-2017 .....	8
Tableau 6 : STEP existants actuellement au Maroc (Rapport national d'assainissement liquide et d'épuration des eaux usées, 2017) .....	9
Tableau 7: Types de procédés de traitement des eaux usées au Maroc (Hamdani, 2008).....	11
Tableau 8: Production de boues en fonction de systèmes de traitement des eaux usées (El Fels, 2014) .....	16
Tableau 9: Prévisions de production des boues selon les organismes régies (Rapport national d'assainissement liquide et d'épuration des eaux usées, 2017) .....	18
Tableau 10 : Comparaison entre le Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI) des combustibles et biocombustibles d'après la littérature .....	24
Tableau 11: Composition chimique du cru (en % massique sur calciné) d'après (Cimbeton, 2005)	32
Tableau 12: Notations adoptées par les cimentiers pour les oxydes majeurs .....	33
Tableau 13:Composition minéralogique du ciment Portland et propriétés des phases sur le ciment (Anger, 2014).....	33
Tableau 14: Modules chimiques des clinkers (Pan et al, 2008).....	36
Tableau 15: Intervalles préconisés pour les modules chimiques .....	37
Tableau 16: Exemple de composition d'un cru basé sur 4 composants (Hewlett, 2003) .....	37
Tableau 17: Compositions chimiques courantes des matières premières et du cru pour la fabrication de clinker (Rac, 2008; Schorcht et al, 2013).....	37
Tableau 18:Exigences mécaniques des trois classes de résistance des ciments courants .....	38
Tableau 19: Exigences chimiques définies en termes de valeurs caractéristiques [NF EN 197-1] ...	39
Tableau 20: Classes de consistance des bétons (Chen, 2012).....	45
Tableau 21:Classes de résistance à la compression pour les bétons (Chen M. , 2012) .....	46
Tableau 22: Caractérisation de deux STEP étudiées .....	57
Tableau 23: Quantités de boues calculées dans les deux STEP étudiées.....	58
Tableau 24: classification des matériaux en fonction d'indice de plasticité.....	70
Tableau 25: Filières de valorisation et aussi les types des boues valorisées.....	73
Tableau 26: Modules des composants des crus (Lin & Lin, 2005; Pan et al,2008; Yang et al., 2013; Lin, et al , 2012; Anger , 2014; Renaut, 2017) .....	75
Tableau 27: Formulations des différentes éprouvettes de mortiers utilisées pour la détermination du taux de substitution optimal. ....	79
Tableau 28: Formulations des éprouvettes de mortiers utilisées pour la détermination de l'indice d'activité.....	80
Tableau 29: Formulations des différentes éprouvettes de béton.....	81
Tableau 30: Essais mécaniques réalisés dans le cadre de l'étude .....	84
Tableau 31: Définition des mots-clés de PhreeqC utilisés dans cette étude. ....	88

Tableau 32: Résultats d'humidité des échantillons des boues étudiées .....	93
Tableau 33: Densité réelle et apparente des différents matériaux utilisés dans cette étude.....	94
Tableau 34: Surfaces spécifiques des cendres de boues étudiées .....	97
Tableau 35: Teneurs en matières organiques et d'autres paramètres des boues étudiés.....	98
Tableau 36: Composition élémentaire et PCI des boues étudiées .....	101
Tableau 39: Teneur en CaCO <sub>3</sub> dans les cendres des boues étudiées .....	102
Tableau 37: Contenu total en éléments dans les cendres des boues .....	108
Tableau 38: Résultats de FRX des boues étudiées.....	110
Tableau 40: Propriété de géotechnique de deux boues étudiées déterminée par la méthode de Casagrande .....	111
Tableau 41: Valeurs au bleu de boues étudiées .....	112
Tableau 42: Résumé sur les caractéristiques des boues étudiées et les spécifications des filières de valorisation.....	123
Tableau 43: Module des composants des ciments fabriqués par boues étudiées « Composition des crus avant cuisson » .....	126
Tableau 44 : Caractéristiques chimiques de la famille de ciment fabriquées par les cendres de boues étudiées.....	127
Tableau 45: Indice d'activité des cendres de boues à 28 jours et à 90 jours de cure.....	135
Tableau 46: Caractéristiques chimiques par l'ICP des mortiers fabriqués par les cendres de boues .....	136
Tableau 47: Caractéristiques chimiques par spectromètre à flamme des mortiers fabriqués par les cendres de boues. ....	136
Tableau 48: Comparatif des avantages et inconvénients de différents systèmes Intensifs (El Fels, 2014) .....	172
Tableau 49: Composition chimique du clinker, du calcaire et du gyps ( ( Naamane, Rais, Lachqar, & Taleb, 2014) .....	175

## Liste des Abréviations

ADEME	: Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie
AFNOR	: Association Française de Normalisation
ASTM	: American Standards of Technical Material
ATD	: Analyse thermique différentielle
ATG	: Analyse thermogravimétrique
CEN	: Comité Européen de Normalisation
CNA	: Capacité de Neutralisation Acide
CTO	: composés traces organiques
DRX	: Diffraction des Rayons- X
ETM	: Élément Trace Métalique
FRX	: Fluorescence des rayons X
ICP-AES	: Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry
MES	: Matières en suspension
MO	: Matière organique
MS/EHJ	: Matière Sec/Equivalent Habitat par Jour
MS	: Matière Sèche
OMS	: Organisation Mondiale de la Santé
PAF	: pertes au feu
PCI	: Pouvoir calorifique inférieur
PNA	: plan national d'assainissement
PNDM	: Programme National des Déchets Ménagers
STEP	: Station d'épuration des eaux usées

## **Introduction générale**

L'accroissement démographique, économique et urbain suscitent différentes sources de pollution environnementale (pollution des eaux de surfaces et profondes, pollution atmosphérique, pollution du sol...), notamment dans les pays sous-développés et moins sensibilisés par les risques sanitaires concomitants. Parmi ces sources de pollution, la production d'eaux usées souvent rejetées dans les milieux récepteurs (mer, rivières, sols) sans traitement préalable, et qui génèrent des maladies hydriques et des épidémies (OMS, 1989; Prost, 1991).

Nos sociétés modernes produisent beaucoup de déchets, industriels, ménagers solides et liquides. Etant donné que la préservation de l'environnement est devenue un sujet de première préoccupation, il est nécessaire que chacun assume sa responsabilité, entreprise, état et particulier, tout en ayant la conscience de la façon de traitement de ces déchets.

Au Maroc, les volumes des eaux usées rejetés ont été estimés à 470 Mm<sup>3</sup> par an en 1994 et atteindront 900 Mm<sup>3</sup> par an à l'horizon 2020 (Ministère de l'Agriculture et de la mise en valeur agricole, Maroc, 1998). Ces dernières années, l'accroissement de la demande en eau pour la consommation humaine, industrielle et agricole ainsi que les sécheresses répétées qui sévissent au Maroc ont incité les décideurs à considérer les eaux usées comme une ressource hydrique appréciable. D'où la nécessité de réfléchir à un programme national d'épuration des eaux usées. De nombreuses stations d'épuration ont été construites (Amir, 2005; El Fels, 2014).

A la fin de traitement des eaux usées par les stations d'épuration, ces dernières, ne produisent pas uniquement des eaux épurées, mais aussi de différents sous-produits tels que les graisses, les sables et les boues avec une production de quantités de boues non négligeables, qui sont séparées des eaux usées par des moyens mécaniques, chimiques et biologiques. Les sables et les graisses sont en quantité réduite, et de ce fait, leur élimination ne pose pas de complexités particulières. Par contre, les boues constituent des déchets volumineux puisqu'elles contiennent généralement entre 95 et 99% d'eau et sont génératrices de nuisances dans la mesure où elles sont en grande partie constituées de matières organiques fermentescibles et peuvent renfermer des substances toxiques. Leur élimination pose alors de sérieuses préoccupations pour un bon nombre de collectivités locales.

Dans le contexte actuel du développement durable, la valorisation des déchets est au cœur des préoccupations environnementales. Cela vaut non uniquement pour les ordures ménagères ou les déchets industriels, mais aussi pour les boues issues du traitement des eaux usées. Ce travail de thèse se focalise sur la caractérisation de résidu solide issu de traitement des eaux usées et

valorisées ces déchets aux matières des constructions (béton, brique, ciment...). Ceci dans le but de développer une filière permettant la gestion durable des boues.

Donc, l'objectif général de nos recherches est l'amélioration et l'optimisation de la gestion des déchets solides produit par les stations de traitement des eaux usées comme nouvelles sources de matières premières et secondaires. L'hypothèse considérée dans cette thèse est l'intégration de boues d'épuration dans des matériaux de construction. Deux voies de valorisation testées, la première voie est l'utilisation des boues d'épuration traitée par l'incinération dans la fabrication de clinker de ciment et la deuxième voie est l'incorporation dans une formulation de béton et mortier. Les hypothèses envisagées permettent de réaliser une économie substantielle à plusieurs niveaux : transformation d'un sous-produit en un matériau à plus-value, économie de matières premières par préservation des ressources naturelles et aussi économie d'énergie, en plus réduire les risques sur l'environnement et sur la santé humaine. Ce travail sera donc axé sur l'étude des quatre chapitres suivants :

Le premier chapitre dévoile en premier lieu une présentation générale des lieux de l'assainissement liquide au Maroc, et explique la problématique des boues, les filières de traitement et de gestion envisageable et leur élimination. En second lieu, la présentation des généralités concernant les compositions des ciments et les caractéristiques techniques des bétons et mortiers, ainsi que les différentes méthodes d'évaluation environnementale.

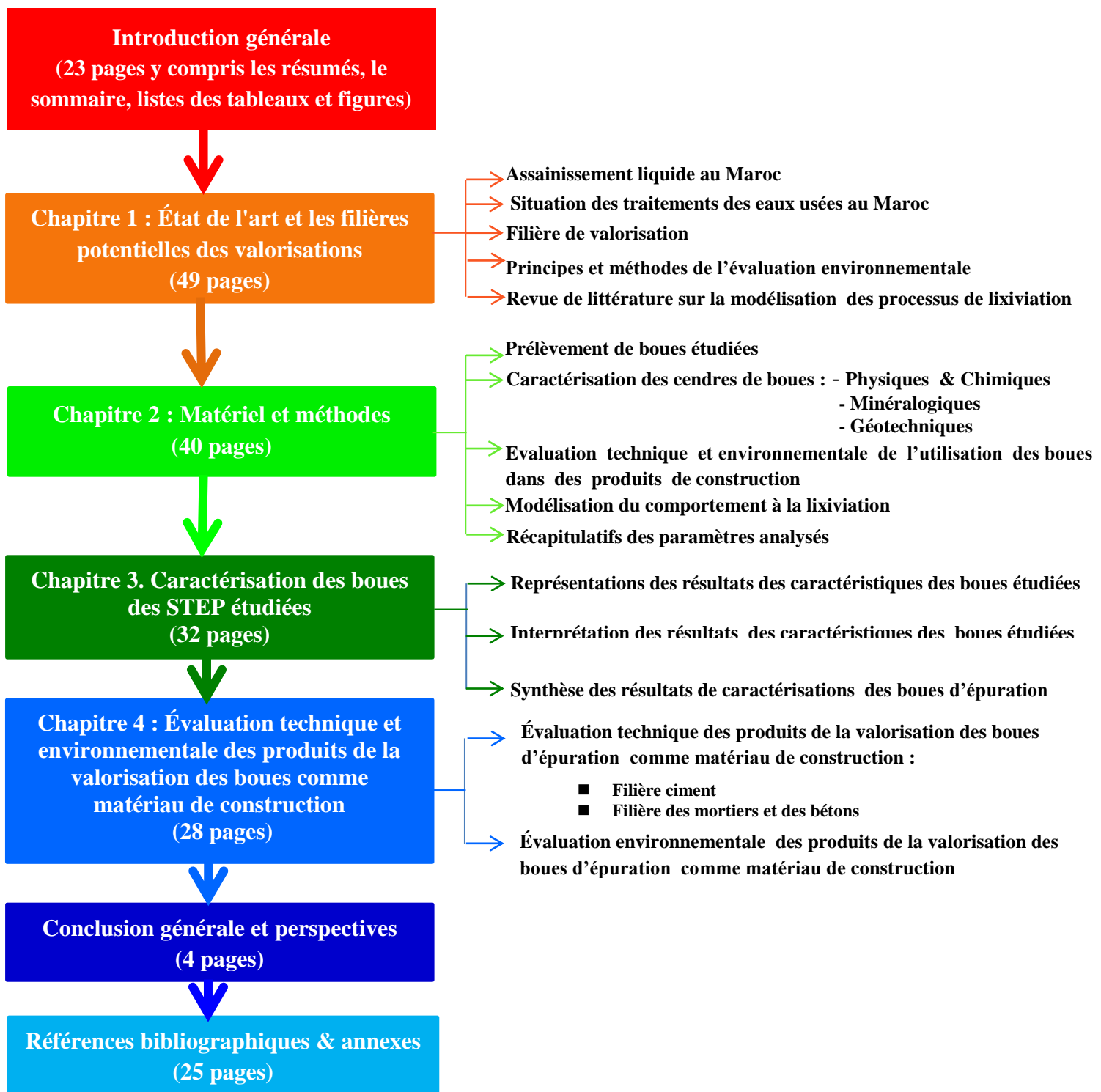
Le deuxième chapitre présente le matériel et les méthodes utilisés dans cette étude et décrit brièvement les méthodes utilisées pour la caractérisation des deux boues étudiées, les essais réalisés pour la détermination de la meilleure formulation, ainsi que l'étude de la faisabilité technique des scénarios envisagés. Enfin, les essais réalisés pour caractériser les matériaux obtenus et mesurer leurs éventuels impacts sur l'environnement.

Le troisième chapitre répond au premier objectif de l'étude concerne la caractérisation des cendres de boues étudiées, ce stade est considéré essentiel et obligatoire dans la recherche de valorisation. Dans ce chapitre, les résultats obtenus lors des analyses physico-chimiques, géotechniques, minérales et comportementales des deux cendres des boues étudiées ont été amplement présentés.

Le quatrième chapitre dénote la mise en œuvre des filières des valorisations envisagées, des essais de valorisation des cendres de boues à l'échelle du laboratoire ayant pour objectif de mettre en avant les caractéristiques favorables et défavorables par rapport à leur utilisation dans des filières de valorisation. Les essais ont conduit à la fabrication d'un clinker composé par des cendres de

boues d'épuration, ainsi que l'intégration des boues calcinées dans des mortiers comme addition minérale. D'une part, les essais ont été réalisés pour la détermination de la meilleure formulation pour l'étude de la faisabilité technique des scénarios envisagés. Et d'autre part, l'objectif de cette partie consiste à étudier l'impact éventuel des matériaux incorporant les matières premières et secondaires sur l'environnement. Des essais de lixiviation à l'échelle du laboratoire ont été réalisés.

Ce travail sera achevé par des conclusions générales traitants l'ensemble du contenu de ce travail de recherche et les perspectives des études à venir que nous en avons dégagées. Le schéma ci-dessous présente l'organisation de ce travail :



---

**CHAPITRE I:**  
**Synthèse bibliographique**

---



## **Introduction**

La gestion du traitement des eaux est un enjeu primordial de nos sociétés. Chaque année au Maroc des milliards de mètres cubes sont consommés par les activités industrielles, humaines ou commerciales. Le traitement des eaux usées conduit à la formation de sous-produits sous forme de boues.

Les boues résiduaire des stations d'épuration des eaux usées constituent actuellement une problématique économique et environnementale à l'échelle internationale et nationale. Les craintes quant à leurs destinations finales ne cessent d'augmenter dans les milieux scientifiques et professionnels au Maroc, se traduisant par des études et symposiums récents, dévoilant ainsi le souci de la communauté scientifique et la prise de conscience des professionnels du secteur de l'obligation de mettre en place un plan de gestion de ces boues d'épuration. Dans ce contexte, la caractérisation physico-chimique des boues d'épuration est une étape essentielle, qui permet d'évaluer leur qualité et mieux choisir leurs destinations finales.

A travers ce premier chapitre nous proposons une étude bibliographique générale sur l'assainissement des eaux usées ainsi que les déchets issus par des stations des épurations de afin de mettre en exergue la problématique générale du traitement de ces déchets des eaux usées qui s'articule autour de grands axes qui nous permettent ont d'analyser de manière pertinente les filières de traitement et de valorisation potentielles des boues d'épuration.

### **1. Situation des traitements des eaux usées au Maroc**

À partir de 1958, une soixantaine de stations d'épuration des eaux usées (STEP) ont été construites au Maroc, mais en 1994 la plupart est hors service ou n'a pas été raccordée au réseau d'assainissement pour des raisons diverses : défaut de conception des ouvrages, manque d'entretien, inadaptation de la filière de traitement aux conditions locales, absence de planification à court et long terme, problèmes de gestion (absence de budget, manque de cadres techniques compétents), manque ou coûts élevés d'entretien des composantes de chaque type de filière, non coordination entre les différents intervenants dans la gestion des STEP et la mauvaise gestion des effluents bruts à l'entrée à la station. Seules 8% des eaux usées sont épurés, le reste est évacué directement dans la mer (52%), dans les fosses septiques et le réseau hydrographique (32%), ce qui provoque une pollution importante des cours d'eau, des nappes phréatiques et du littoral. De plus, les eaux usées au Maroc présentent non uniquement une nouvelle limitation de la ressource disponible, mais surtout une atteinte à la santé des populations et à la qualité de l'environnement en général. Au Maroc, les volumes d'eau usée rejetés ont été estimés à 600 Mm<sup>3</sup> en 2005 et atteindraient 900 Mm<sup>3</sup>

par an, à l'horizon 2020 (Ministère de l'Agriculture, Administration du Génie Rural en 2002). Le tableau 1 résume le mode de gestion de l'assainissement liquide au Maroc

**Tableau 1: Formes de gestion de l'assainissement liquide en milieu urbain (Rapport national 2009, stratégie de gestion de boues de STEP au Maroc)**

Organisme	Nombre de centres
Municipalité ou commune	261
Régies	16
ONEP	17
Sociétés privées	17
<b>Total</b>	<b>311</b>

Malgré que la construction des stations de traitement des eaux usées ait débuté au Maroc depuis les années cinquante, le domaine d'assainissement au Maroc connaît une défaillance structurelle importante. En effet, l'épuration des eaux usées reste la composante qui connaît le plus de retard. Le tableau 2 donne la situation et les différents types de stations d'épuration au Maroc (Bahij et Soudi, 2003). En outre, d'autres stations ont été lancées après l'an 2003 d'après le plan national d'assainissement (PNA) et dont le nombre n'est pas identifié, le nombre de STEP reste inférieur à des besoins réels.

**Tableau 2: Situation et différents types de stations d'épuration au Maroc (Bahij et Soudi, 2003)**

STEP	Nombre	En fonction	Hors Service	Non Raccordée	Pourcentage en fonction
Boues activées	20	12	5	3	60
Lits bactériens	11	5	6	0	45,5
Décanteurs-Digesteurs	17	2	13	2	11,8
Egouttage	3	0	3	0	0
Lagunage	13	7	5	1	53,8
Infiltration-percolation	2	2	0	0	100
Chenal algal	3	1	1	1	33,3
<b>Total</b>	<b>69</b>	<b>29</b>	<b>33</b>	<b>7</b>	<b>42,0</b>

L'analyse de la situation révèle que les problèmes trouvés par les stations d'épuration peuvent être de deux natures essentielles d'ordre:

- Technique par l'inadaptation de la filière de traitement aux moyens et aux besoins locaux ou encore par le défaut de conception des ouvrages.
- Institutionnel du fait que l'institution chargée de gérer l'assainissement se trouve confronter à, l'absence de budget, un manque d'information des élus locaux et à l'absence de planification à court et à long terme.

Au début des années 2000, la synthèse de la situation au Maroc fait apparaître d'importants retards en matière d'assainissement liquide. En plus de 73% de la population marocaine soit raccordée à une forme d'assainissement amélioré (Kawni, 1999; El-Jihad, 2005), seules 13% des

eaux usées produites au niveau du territoire national bénéficiaient d'un traitement secondaire. Le linéaire total du réseau d'assainissement n'assurait qu'une couverture partielle des zones urbaines, et l'épuration des eaux usées comptaient juste un nombre très modeste de stations. Ce retard considérable porte un préjudice grave à la préservation des ressources en eaux et à l'environnement de manière générale.

Afin de pallier aux problèmes d'assainissement liquide, le Ministère de l'Intérieur et le Ministère de l'Aménagement du Territoire de l'Eau et de l'Environnement, ont constitué une commission mixte pour élaborer le programme national nommé le Plan National d'Assainissement Liquide «PNA» pour l'horizon 2020 qui consiste en la réhabilitation et l'extension du réseau, le branchement et le renforcement du réseau pluvial et la réalisation des stations d'épuration (traitement primaire, secondaire et tertiaire) pour équiper 330 villes et centres urbains avec un total de plus de 10 millions d'habitants. Ce programme permettra de parvenir aux objectifs suivants :

- Répondre aux objectifs du millénaire du sommet de Johannesburg en 2002
- Atteindre un taux de raccordement global au réseau d'assainissement de plus de 75% en 2016, de 80% en 2020 en milieu urbain.
- Rabattre la pollution de 60 à 80 % au moins.
- Traiter jusqu'au niveau tertiaire les eaux usées et les réutiliser à 50% en 2020.
- Réduire de la dégradation environnementale et l'amélioration de la qualité de l'eau des systèmes aquatiques.
- Maitriser des risques sanitaires liés à la qualité de l'eau.
- Créer des conditions favorables pour la réutilisation des eaux usées épurées.

Depuis la mise en œuvre du PNA, outre les projets programmés, plusieurs autres projets de construction des STEP ont été réalisés et d'autres sont en cours d'achèvement avec différents procédés de traitement. La situation actuelle est résumée dans les tableaux 3 et 4:

**Tableau 3: Nombre des STEP réalisées ou en cours de réalisation et les organismes gestionnaires (El Fels, 2014)**

Organisme Gestionnaire	STEP réalisées			STEP en cours		
	Nombre	Population 2010	Débit (m <sup>3</sup> /j)	Nombre	Population 2010	Débit (m <sup>3</sup> /j)
<b>Villes et Centres gérés par l'ONEP</b>	60	2 313 956	229231	43	1630928	130100
<b>Villes et Centres gérés par les Régies</b>	13	3 535 735	06 880	6	1337950	172700
<b>Villes et Centres gérés par les Communes</b>	4	89300	8320	2	10000	1154

**Tableau 4: Stations achevées et en cours par les organismes gestionnaires dans le cadre de PNA (El Fels, 2014)**

Procédé	STEP achevées et en cours					
	ONEP		Régies		Communes	
	Achevée	En cours*	Achevée	Encours*	Achevée	Encours
Lagunage	46	27	10	2	3	-
Boues activées	11	5	2	3	-	2
Infiltration	2	2	1	-	-	-
Lit bactérien	1	6	-	-	-	-
Chenal algale	-	-	-	-	1	-

*\*La décision n'est pas encore définitive pour la nature du procédé pour deux stations qui sont en étude et une à un raccordement régie.*

Les prévisions pour 2015-2017 ont été résumées au tableau 5

**Tableau 5: Objectifs du programme PNA pour l'horizon 2015-2017**

	Taux de raccordement actuel (%)	Taux de raccordement Objectif fixé (Johannesburg)	Objectif visé (%)	
			SDNAL*	Programme (2015-2017)
Villes de moins de 20.000 habitants	40	-	100	60
Villes moyennes	67	83	100	75
Grandes villes	76	85	100	83
Total population Urbaine (%)	-	-	100	80

*(Rapport national Avril 2009, Identification et Elimination des Goulets d'Etranglement pour l'utilisation des Eaux Usées dans le Cadre de l'Irrigation ou autres Usages)*

*\*Schéma Directeur National d'Assainissement Liquide*

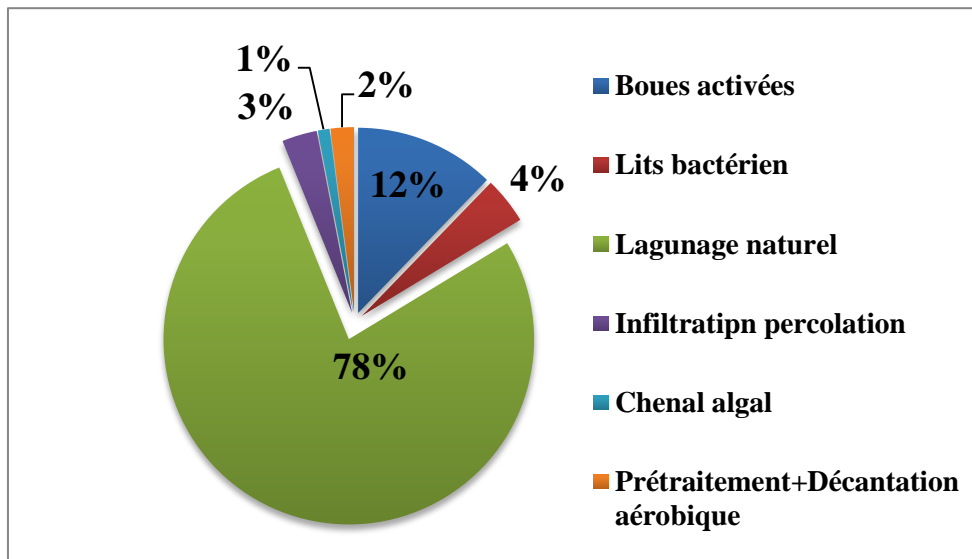
le programme national d'assainissement liquide s'est fixé comme objectif la construction de 260 stations d'épuration pour la Période 2006/2020 qui viendront s'ajouter aux 80 stations déjà en service. Il s'agit d'atteindre un taux de raccordement global au réseau d'assainissement de 75% en 2016, 80% en 2020 en milieu urbain, et d'abattre la pollution de 60 à 80 % au moins et surtout de limiter la dégradation environnementale et l'amélioration de la qualité de l'eau des systèmes aquatiques.

## 2.1. Profilage du dispositif épuratoire national

Au niveau des stations d'épuration, les eaux usées sont épurées par différents procédés. Au Maroc parmi les stations existantes, on cite les lagunages naturels, boues activées, le chenal algal, les lits bactériens et le prétraitement par décantation et anaérobique et infiltration-percolation. Le lagunage naturel est le procédé de traitement le plus répandu au niveau du Royaume. Le tableau 6 représente les organismes responsables sur ces STEP et la figure 1 montre les différents types des stations d'épuration existantes actuellement au Maroc.

**Tableau 6 : STEP existants actuellement au Maroc (Rapport national d’assainissement liquide et d’épuration des eaux usées, 2017)**

Organismes	STEP existantes
ONEE Branche-Eau	76
Régies	18
Concessionnaires privés	4
Communes	4
<b>Prospective</b>	
	72 STEP en cours
<b>Horizon de 2025</b>	45 STEP programmées



**Figure 1 : Taux des différents types de stations d’épuration au Maroc (Rapport national d’assainissement liquide et d’épuration des eaux usées, 2017)**

La figure 2 présente la répartition géographique des certaines stations des traitements des eaux usées au Maroc

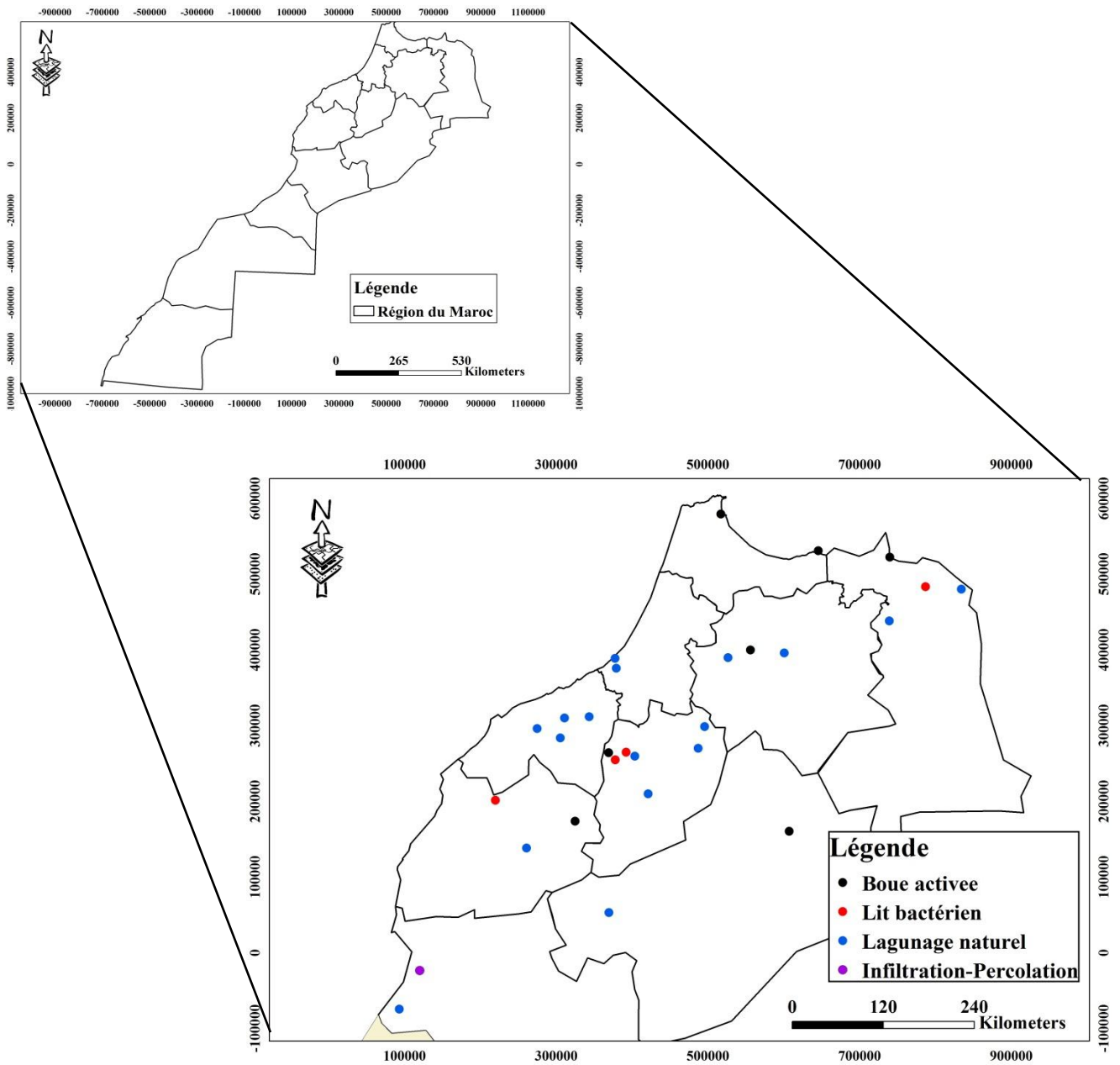


Figure 2: Répartition géographique des STEP au Maroc

Les traitements biologiques sont considérés comme étant le principal type de filière de traitement des eaux usées. Ils se basent sur l'activité des micro-organismes, qui dépolluent les eaux usées, en éliminant par biodégradation, la matière organique contenue dans ces eaux, surtout les composés carbonés. Ces micro-organismes sont surtout des bactéries qui sont soit libres ou fixées, en fonction du type de traitement souhaité (tableau 7).

Tableau 7: Types de procédés de traitement des eaux usées au Maroc (Hamdani, 2008)

Traitement	Culture bactérienne	Description
<b>Lagunage</b>	Libre	<p>Les cultures bactériennes ont pour support des végétaux, qui épurent les effluents en se nourrissant sur la matière organique contenue dans les effluents bruts.</p> <p>L'épuration se fait par l'écoulement gravitaire des eaux entre les végétaux et algues mis en place dans les bassins de traitement.</p> <p>C'est une filière extensive qui nécessite de grandes surfaces pour l'installation de lagunes ou bassins de traitement.</p>
<b>Boues activées</b>	Libre	<p>Les polluants organiques sont le support des cultures bactériennes, responsables de l'épuration des eaux usées, qui constituent ensemble une boue, d'où l'appellation « boues activées ».</p> <p>L'épuration des effluents bruts est basée sur la dégradation aérobie des composés carbonés, azotés ou phosphoriques.</p> <p>La particularité de ce type de traitement, est qu'il y a un apport continu d'air pour l'aération et l'agitation des effluents.</p>
<b>Lits bactériens</b>	Fixée	<p>La nature du matériau des lits bactériens, qui est poreuse fait que les cultures bactériennes s'y développent en l'utilisant donc comme support. Les effluents traversent donc ces pores, et alimentent les bactéries par la matière organique qu'elles contiennent.</p>
<b>Infiltration Percolation</b>	Fixée	<p>Ce traitement a pour support les filtres à sable à biomasse fixées.</p> <p>L'eau usée passe à travers ces filtres, qui l'épurent et la débarrassent de ses matières en suspension et la matière organique y contenue</p>

Le schéma de la figure 3 résume les différentes étapes du traitement des eaux usées du système le plus couramment utilisé.

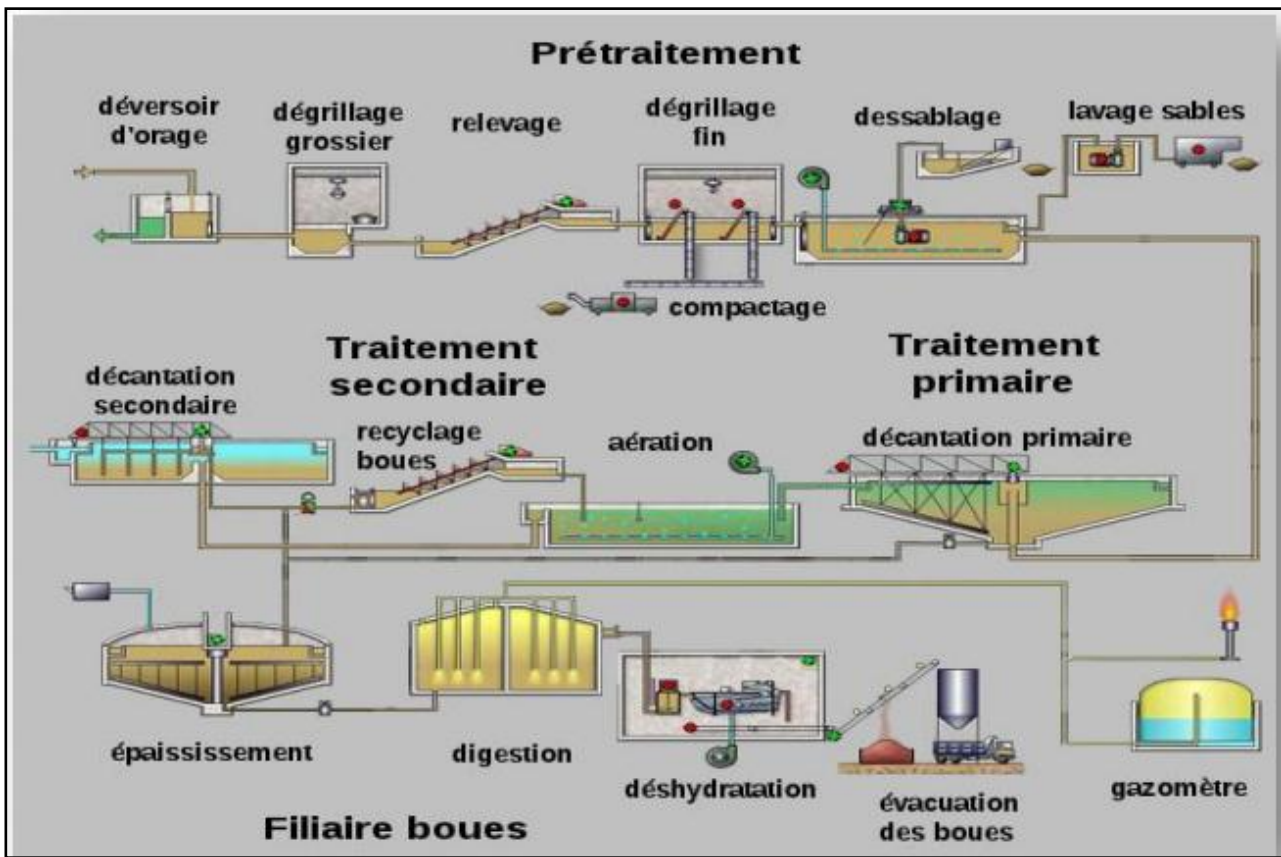


Figure 3: Schéma de fonctionnement d'une station d'épuration à boues activées (Amadou, 2007)

## 2. Boues résiduelles

Le traitement des eaux usées dans les stations d'épuration (STEP), visant à traiter les eaux et rendre au milieu aquatique une eau de qualité bonne, conduit à la formation de sous-produits sous forme de boues (Werther, 1999). En fonction des mécanismes de dépollution, trois étapes principales sont différenciées (figures 4): le prétraitement (dégrillage, dessablage et déshuilage-dégraissage), le traitement primaire et physico-chimique (l'addition d'agents coagulants et floculants) et le traitement biologique (micro-organismes capables d'absorber les polluants dissous).



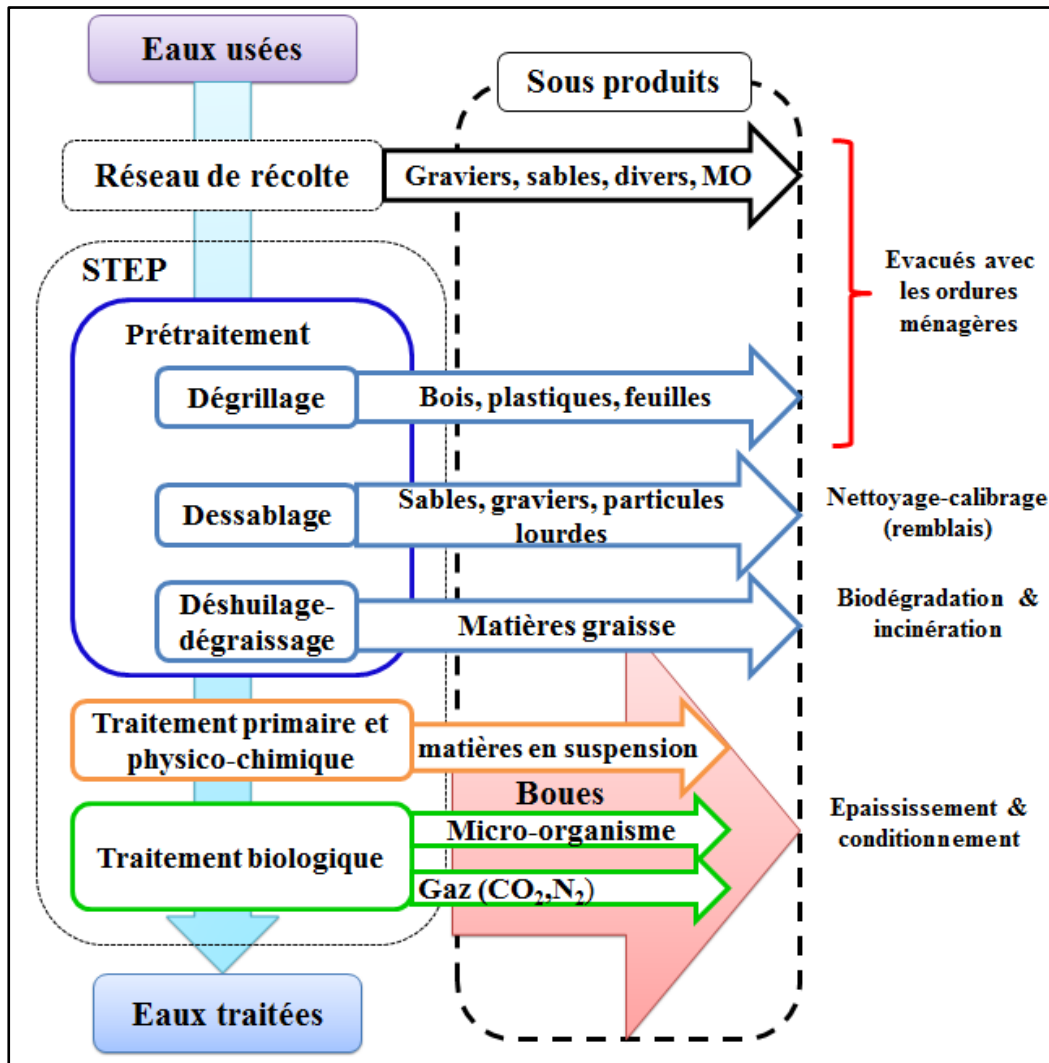


Figure 4: Schéma du parcours de traitement des eaux usées et sous-produits générés

### 2.1. Définition d'une boue d'épuration

Les boues sont définies par le Comité Européen de Normalisation (CEN) comme «un mélange d'eau et de matières solides, séparé par des procédés naturels ou artificiels des divers types d'eau qui le contiennent». Les boues sont issues du traitement des eaux usées industrielles ou domestiques. L'épuration de ces eaux usées se réalise en différentes phases selon des techniques basées sur des lois de la physique, de la chimie et de la biologie (annexe 1). Il en résulte une eau épurée que l'on rejette dans le milieu naturel et un résidu principal s'appelle les boues. Ce résidu est constitué par différents composés (matières minérales inertes, d'azote, de phosphore et de matières organiques) (Emilie, 2012).

En fonction du type d'effluents traité (industrielles, domestiques ou eaux usées agroalimentaires), et des traitements exécutés pour les eaux usées, il y a une production des quantités importantes des boues, la composition de ces dernières peut être différente. Le traitement des eaux usées permet d'éliminer d'une part, la partie la plus facilement dégradable de la matière

organique (Emilie, 2012) et d'autre part, les différents composés dont les eaux sont chargées (débris alimentaires, graisses, fibres textiles et cellulosiques, savon, lessives et détergents) avant leur réintroduction dans le cycle de l'eau. Au sein des stations d'épuration, la filière «traitement des eaux usées» est à différencier de la filière «boues», avec des allers retours possibles d'une filière à l'autre (Emilie, 2012).

## 2.2. Origine des boues

Les boues sont composées d'éléments recueillis à différents stades de l'épuration des eaux usées: matières organiques non biodégradables, matières minérales en suspension et microorganismes, ces boues résultant de l'épuration biologique. Parmi les boues, on distingue les boues urbaines et les boues industrielles. Les premières sont produites dans les stations d'épuration traitant les eaux usées urbaines, c'est à dire majoritairement des eaux usées d'origine domestique. Les secondes sont issues du traitement des effluents industriels.

Selon l'origine urbaine ou industrielle de la boue et les traitements physico-chimiques, qu'elle a subis, ses caractéristiques et donc son comportement seront différents. Dans ce travail, nous nous préoccupons uniquement de boues urbaines.

## 2.3. Type des boues

La nature des boues produites par une station d'épuration dépend de plusieurs facteurs : l'origine des eaux usées, la période de l'année, le type de traitement adopté au sein de la station d'épuration aussi les boues des stations d'épuration sont un matériau très complexe.

- ❖ Les eaux usées industriels produisent différents types de boues caractérisées soit par :
  - Des matières organiques: cas des effluents d'abattoirs ou de fermentations.
  - Des matières inorganique : qui peuvent contenir des composés toxiques (ex : métaux lourds) cas des industries pharmaceutiques ou métalliques etc.

- ❖ Les eaux usées domestiques produisent des boues décantables :

Les principaux types de boues existantes selon la littérature sont cités ci-dessous :

### 2.3.1. Boues brutes ou primaires

Caractérisées par des mauvaises odeurs, fortement visqueuses, et fortement putrescibles avec un pourcentage en eau de 94 à 98% avec de 1,5 à 2,5% de matières solides. Elles sont produites par une simple décantation des matières en suspension (MES) contenues dans les eaux usées. Elles présentent des concentrations élevées en matières minérale (sable, terre), mais aussi en matière organique peut évoluer (Baudez, 2001).

### 2.3.2. Boues secondaires

Comportant particulièrement un film microbien et plus stabilisées que les boues primaires avec 6 à 8% de matières sèches. Les caractéristiques physiques des boues d'épuration dépendent de leur teneur en eau, si elle dépasse 90%, elles se présentent comme un liquide. En dessous de cette teneur d'eau (< 90%), les boues se comportent comme un liquide plastique que visqueux (Baudez, 2001).

### 2.3.3. Boues tertiaire

A pour but d'épurer l'eau selon les qualités exigées pour l'eau rejetée. Les traitements tertiaires les plus courants sont la déphosphatation et la désinfection. Dans le cas de la déphosphatation tertiaire, il s'agit d'un traitement physico-chimique qui produit les boues dites tertiaires (Baudez, 2001).

### 2.3.4. Boues mixtes

Il est devenu habituel de parler de boues mixtes en référence au mélange des boues primaires et secondaires qui est effectué avant le traitement des boues proprement dit (Baudez, 2001). Le schéma de la figure 5 présente les différents types des boues d'épuration et leurs origines.

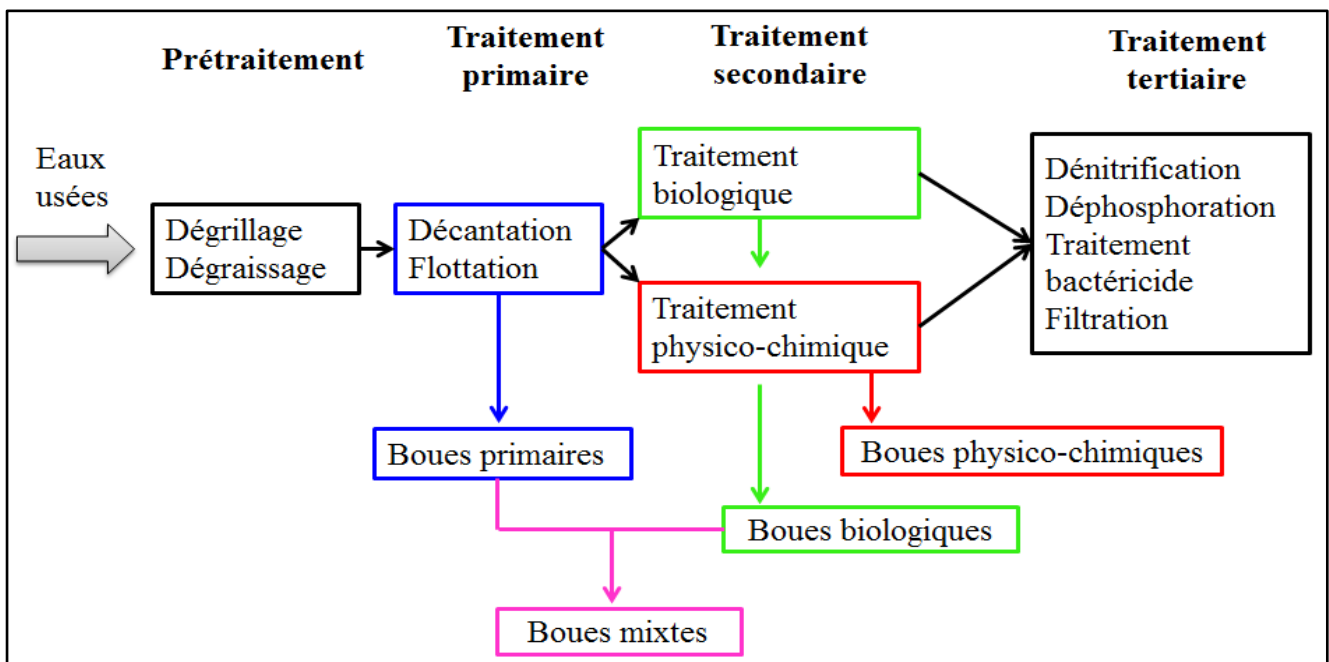


Figure 5: Schéma de types de boues selon les filières de traitement des eaux (Frohard, 2014)

## 2.4. État des lieux des boues de STEP

Au Maroc, il n'existe pas de données exactes sur la production des boues de STEP, en raison de l'absence d'études globales à l'échelle nationale. Les rares études réelles se sont contentées de faire l'état des lieux de quelques stations ayant fait l'objet de différentes études. D'après les données citées précédemment on peut considérer que les procédés d'assainissement liquide dominants dans notre pays sont le lagunage et les boues activées avec les pourcentages respectifs de 72% et 14%. On peut estimer le tonnage annuel de la production des boues (sur la base des valeurs des proportions), on obtient une valeur pondérée de 17920 tonnes de matière sec par année (MS/an) (El Fels, 2014). On peut ainsi retenir une production actuelle potentielle de 18000 tonnes de MS/an. Ce chiffre prend en compte des hypothèses liées à la population et au type de traitement. Sur la base d'une production de boues de 20g de matière sec/équivalent habitat par jour (MS/EHJ), pour les systèmes extensifs (scénario : 80% des cas) et 60g MS/EHJ pour les systèmes intensifs (20%) (tableau 8 et figure 6), la production de boues est estimée à 40000T/an en 2010 et les prévisions sont de 300 000T/an à l'horizon 2025 (figure 7) (El Fels, 2014). Cette intense production de boues est liée au lancement du programme PNA. En plus des boues de STEP, les boues de curage constituent un potentiel non négligeable.

**Tableau 8: Production de boues en fonction de systèmes de traitement des eaux usées (El Fels, 2014)**

Hypothèse	Ratio de production de boues (gMS/habt/j)	Production de boues (tonne MS/an)
<b>Basse (STEP à dominance de systèmes extensifs comme le lagunage)</b>	20	12800
<b>Haute (STEP à dominance de systèmes intensifs comme les boues activées)</b>	60	38400

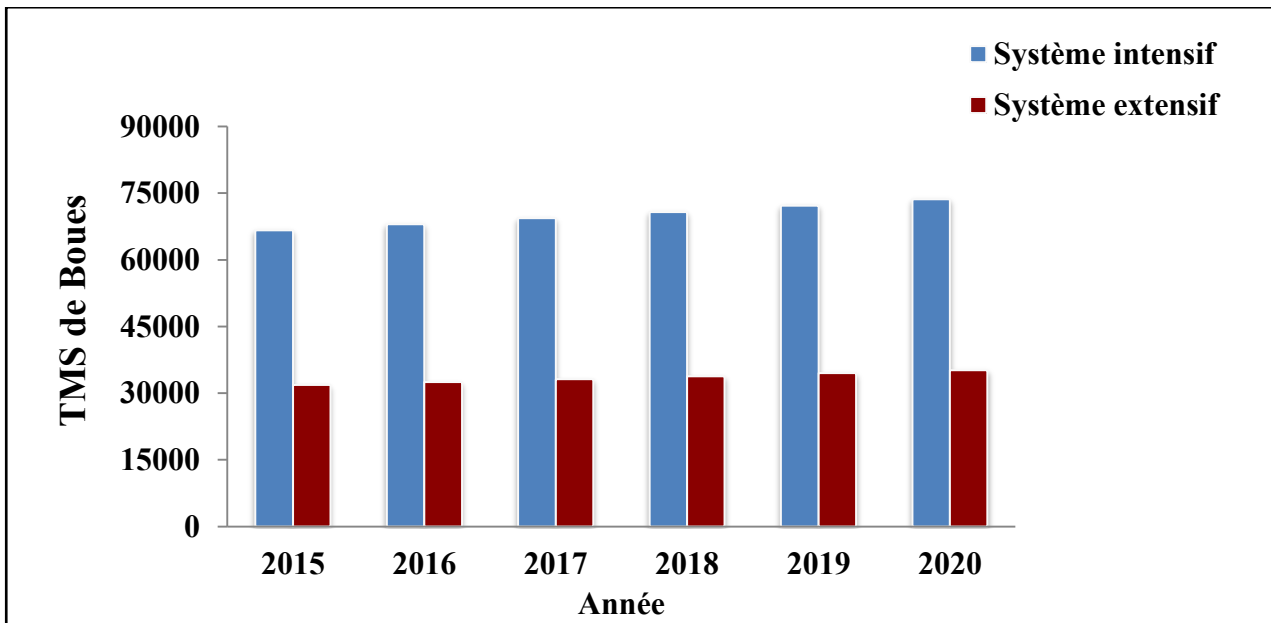


Figure 6: Evolution des quantités de boues produites par système de traitement (Rapport national d'assainissement liquide et d'épuration des eaux usées, 2017)

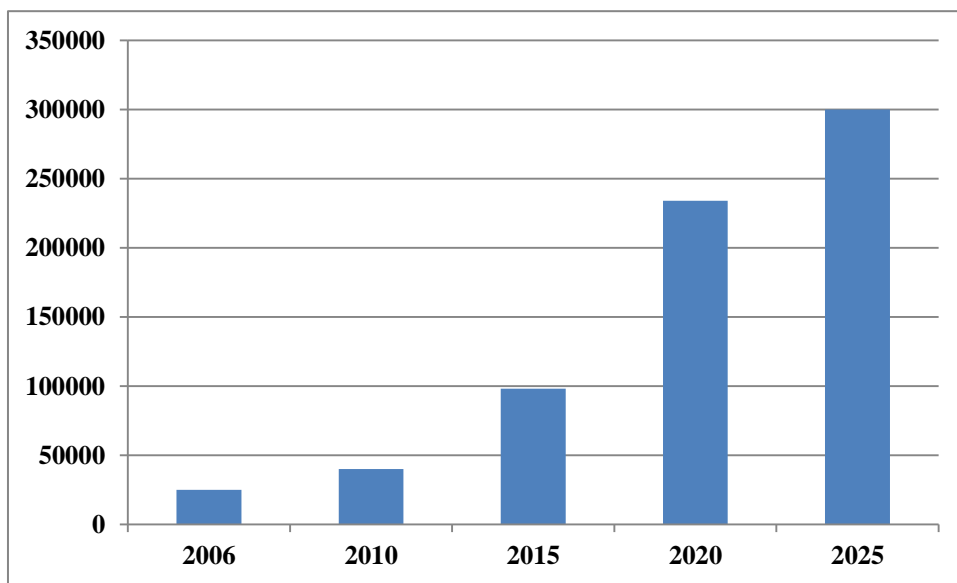
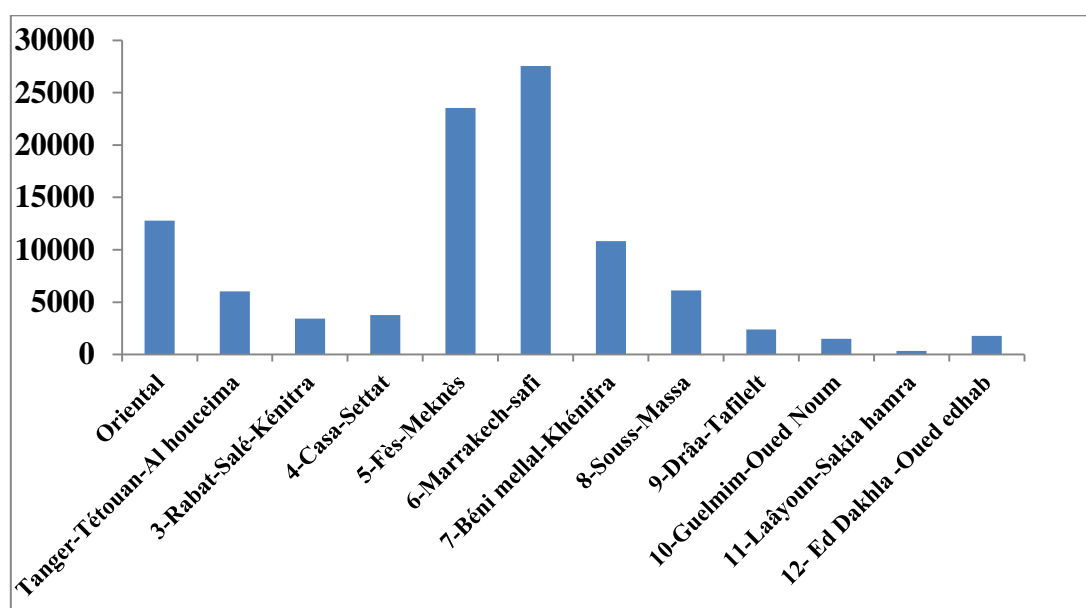


Figure 7: Evolution des boues de STEP au Maroc (Rapport national 2009, stratégie de gestion de boues de STEP au Maroc)

En effet, selon les données de la direction générale d'assainissement liquide au Maroc, les prévisions de la production de boues produites selon les organismes responsables de la gestion des eaux usées sont représentées dans le tableau 9, ainsi que les productions des boues selon les régions du royaume dans la figure 8.

**Tableau 9: Prévisions de production des boues selon les organismes régies (Rapport national d'assainissement liquide et d'épuration des eaux usées, 2017)**

Opérateur	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020
Régie	56 000	57 000	58 300	60 000	60 600	62 000	63 000
ONEE	37 000	37 800	38 600	40 000	40 100	41 000	42 000
Concessionnaire	4 450	4 500	4 600	4 700	4 800	5 000	5 000
Communes	564	575	586	600	610	620	630
<b>Total</b>	<b>98014</b>	<b>99875</b>	<b>102086</b>	<b>105300</b>	<b>106110</b>	<b>108620</b>	<b>110630</b>



**Figure 8: Niveau de production de boues par région en 2015 en TONNES (Rapport national d'assainissement liquide et d'épuration des eaux usées, 2017)**

Malgré les prévisions de la production de boues produites au Maroc, cette dernière reste faible par rapport aux productions de boues habituellement produites dans des pays développés. Par exemple l'ampleur de la production de boues qui est de 0,85 million de tonnes/an en France (avec 15000 stations d'épuration) et 2,7 millions de tonnes/an en Allemagne, reflète le retard accumulé par le Maroc en matière d'assainissement liquide (El Fels, 2014).

## 2.5. Composition de boues de STEP

D'après plusieurs auteurs (Werther, 1999; Jard et al, 2003; Singh et al, 2004), la période de l'année, l'origine des eaux usées, le type de traitement adopté, et le conditionnement pratiqué au sein de la station d'épuration sont les principaux paramètres qui influencent la composition des boues résiduelles. Les boues d'épuration présentent un réservoir important de composés organiques, inorganiques (éléments fertilisants, éléments en traces métalliques) et d'agents pathogènes

(microorganismes pathogènes, parasites...etc). Cependant, à côté de ces composés toxiques en relation avec la nature des activités raccordées au réseau d'assainissement, la matière solide de ces résidus constitue une source importante d'éléments naturels valorisables.

### **2.5.1. Matière organique**

La proportion en matière organique peut varier de 30 à 80%. La matière organique des boues est composée de matières particulières éliminées par gravité dans les boues primaires, des lipides (6 à 19% de la matière organique), des polysaccharides, des protéines et des acides aminés (jusqu'à 33% de la matière organique), et de la lignine, outre des produits de métabolisation et des corps microbiens résultant des traitements biologiques (Inoue et al, 1996; ADMEME, 2001; Jarde et al, 2003; Amir, 2005;).

### **2.5.2. Eléments fertilisants**

Les composés inorganiques usuels se retrouvent en quantités importantes dans les boues telles que N, P, K, Ca et Mg. La concentration en azote varie entre 1 et 5% de la matière sèche. L'apport de ces composés au sol peut couvrir, en partie ou en totalité les besoins des cultures en azote, en phosphore, en magnésie, en calcium et en soufre (Zebarth et al, 2000; Su et al, 2004; Warman & Termeer, 2005; Jouraiphy, 2007; Carbonell et al, 2009). Les éléments traces métalliques à savoir le cuivre et le zinc présents dans les boues sont aussi nécessaires au développement des communautés du sol. Cependant la valorisation de ce résidu nécessite une bonne connaissance de sa valeur agronomique afin de le comparer aux engrais minéraux classiquement employés par les agriculteurs.

### **2.5.3. Eléments traces métalliques**

Des études récentes (Amir, 2005; Jouraiphy, 2007; El Fels, 2014; Milik et al, 2017) ont montré que la nature et la concentration des eaux usées en polluants sont très dépendantes des activités raccordées au réseau. La source principale des contaminations chimiques vient des effluents industriels et dans une moindre mesure des rejets domestiques (utilisation de solvants, déchets de bricolage, peinture...). Du fait de la décantation lors du traitement, ces contaminants chimiques se retrouvent dans les boues à de très grandes concentrations par rapport aux eaux usées. La présence des éléments traces métalliques (Al, As, Cd, Co, Cu, Hg, Mn, Pb et Se...) est variable dans une boue sous différentes formes chimiques. Ces composés sont toxiques à fortes doses, et sont non seulement non biodégradables, mais ils ont tendance à s'accumuler dans les chaînes d'assainissement (Mcbride, 2003). En général, le Cd, le Pb, et le Cr sont des éléments toxiques potentiels. Hsu & Lo (2001), ont montré que la détermination de la teneur totale des métaux lourds ne fournit pas d'informations utiles sur les risques de la biodisponibilité, ainsi qu'à la capacité de leur remobilisation et leur comportement dans l'environnement. Par contre, les formes chimiques

d'un métal ou spéciation permettent l'estimation de la biodisponibilité des métaux lourds, et leur force de liaison, soit sous forme ionique libre ou complexée par des matières organiques, ou incorporée dans la fraction minérale de l'échantillon.

#### **2.5.4. Composés organiques**

##### **2.5.4.1. Composés organiques non toxiques**

Les matières comprend toute les substances présentes dans les matières fécales, ainsi que dans les rejets liquides ménagers, aussi les effluents industriels constituent la matière d'origine des boues, telle que les protéines, les acides aminés, les sucres et les graisses, d'origine animale ou végétale et qui restent non toxiques est réduite par l'action des micro-organismes (Jouraiphy, 2007; El Fels, 2014; Amritphale et al, 2017).

##### **2.5.4.2. Composés organiques toxiques**

Les composés organiques toxiques constituent la plus grande proportion de boues d'épuration ces polluants d'origine industrielle et agricole ont été réglementés et plusieurs études ont été réalisées pour évaluer leurs effets (Langford & Lester, 2003; Scrimshaw & Lester, 2003; Chang et al, 2004; Abad et al, 2005; Barnabé et al, 2009). Une multitude de ces polluants peuvent être contenus dans les boues; hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAPs), pesticides principalement les organochlorés, composés aliphatiques halogènes, chlorobenzènes, composés organiques volatils (COV), phénols, dioxines... etc. Les substances dont les concentrations sont supérieures à 10 et même à 100mg/kg dans les boues stabilisées sont les phtalates, les surfactants (surtout des nonylphénols et des alkybenzènes). La forte concentration en surfactants s'explique par leur utilisation dans les lessives, ce qui peut justifier leur présence en concentrations en général de l'ordre de µg/kg de MS dans les boues (Pérez et al., 2001; Amir, 2005; Som, 2006).

#### **2.5.5. Organismes pathogènes**

Les boues d'épuration contiennent de nombreux micro-organismes ayant un potentiel pathogène plus ou moins élevé, ce sont surtout des bactéries, des parasites, des virus, des champignons et helminthes, et proviennent en majorité des excréments humains ou animaux (Sahlström, et al, 2004; Bagge, et al, 2005; Su, et al, 2017). La concentration d'une eau usée en germes pathogènes dépend de plusieurs facteurs : secteur d'activité et d'origine : les eaux provenant d'abattoirs ou de toute industrie traitant de produits d'animaux sont très largement contaminées (Jouraiphy, 2007; Zaim, et al, 2007). D'une façon générale, les boues doivent subir un prétraitement avant leur utilisation en agriculture (Garrec, et al, 2003).



## **2.6. Principales filières de traitements de boues de STEP au Maroc**

Au Maroc, l'élimination de boues d'épuration pose des problèmes sous-estimés ou mal pris en compte dans les projets d'installation. En outre, les possibilités d'évacuation ne sont pas nombreuses et sont soumises à diverses contraintes. Comme cité auparavant, les opérations des traitements disponibles sont complexes et coûteuses pour la collectivité et leurs applications et validation sur différents sites d'évacuation choisis, permettent de juger d'avance leur défaillance, vue les conséquences et les effets secondaires de certains procédés existants pour le désengorgement de la station en boues. En termes de coûts économiques, la haute valeur de la redevance environnementale dont la nécessité de grands espaces d'évacuation, le transport ou déchargement et aménagement des sites, rend le coût de filière de traitement prohibitif, qui n'est pas à la portée de budget de nombreuses communes au Maroc. Aussi, la sécheresse et la forte charge en matière organique hautement fermentescible de boues, les nuisances sanitaires en premier temps olfactif pour la population avoisinante, handicapent davantage certaines filières de traitement et d'élimination (El Fels, 2014).

Actuellement, aucune filière de traitement de boues n'est utilisée au Maroc, bien que le Plan National d'Assainissement Liquide (PNA) recommande de développer les recherches en matière de traitement de ces boues. Plusieurs filières existent pour l'élimination de ces boues, mais le choix doit être tributaire du coût d'installation, de l'origine des boues, de la valeur ajoutée du produit qui en résulte et de l'impact que pourrait avoir la filière retenue sur l'environnement.

## **2.7. Contexte réglementaire des boues résiduaires au Maroc**

### **A. Les normes et réglementation d'utilisation des boues de STEP**

Dans les années à venir, la quantité de boues produites par les usines de traitement des eaux usées connaîtra une importante augmentation, tandis que les voies de valorisation ou de stockage sont plus restreintes.

La problématique des boues résiduaires issues des traitements d'épuration des eaux usées est très récente au Maroc, parce que le secteur d'assainissement liquide est bien nouveau, et le nombre actuel des stations d'épuration des eaux usées en voie d'augmentation après la mise en œuvre du programme du PNA posant à l'avenir un problème de gestion des boues. De ce fait, les lois en relation avec le secteur d'environnement n'incluent pas une réglementation sur les boues.

En faisant une revue des lois marocaines, il n'existe aucune loi au Maroc qui encadre directement les boues de STEP et leur valorisation. Sur la base de la définition de déchets par la loi 28-00 :

**Déchets : tous résidus résultant d'un processus d'extraction, exploitation, transformation, production, consommation, utilisation, contrôle ou filtration, et d'une manière générale, tout objet et matière abandonnés ou que le détenteur doit éliminer pour ne pas porter atteinte à la santé, à la salubrité publique et à l'environnement (Article 3 de la loi n° 28-00 relative à la gestion des déchets et à leur élimination).**

En effet, en application des dispositions des articles 29 et 83 de la loi n 28-00, relative à la gestion des déchets et à leur élimination, un projet de décret portant classification des déchets et fixant la liste des déchets dangereux a été réalisé, ayant pour objet d'inventorier et de classer toutes les catégories des déchets dans un catalogue dénommé «catalogue marocain des déchets».

Selon le présent catalogue, les boues résiduelles appartiennent aux «déchets provenant des installations de gestion des déchets, des stations d'épuration des eaux usées hors site et de la préparation d'eau destinée à la consommation humaine et d'eau à usage industriel.», codés 19.

Suivant l'ordre hiérarchique, les boues résiduelles appartiennent à la rubrique codée 19 08, dite «déchets provenant d'installations de traitement des eaux usées non spécifiés ailleurs».

Les boues résiduelles commencent à poser problème au niveau national, surtout que le programme national de l'assainissement liquide compte la réalisation de 260 stations d'épuration des eaux usées à l'horizon 2015 avec l'abattement de la pollution de 60%.

## **B. Contraintes des boues**

Contraintes entravant la mise en œuvre des filières d'élimination et de valorisation des boues.

### ➤ **Volets institutionnels**

- ✓ Planification de l'assainissement non concertée entre les acteurs concernés (PNA, Programme National des Déchets Ménagers (PNDM)) ;
- ✓ Absence de conventions entre les producteurs des boues et les gestionnaires des destinations finales.

### ➤ **Volets règlementaires**

- ✓ Statut de «boues» non clarifié dans la loi 28-00 ;
- ✓ Absence de référentiel national de normes d'élimination et de valorisation des boues (Décret en cours).

### ➤ **Volets techniques**

- ✓ Insuffisance en matière de prétraitements des boues → Siccité insuffisante et entravant les différentes voies d'élimination et de valorisation ;
- ✓ Absence de référentiels techniques adaptés au contexte marocain.

➤ **Volets et sociaux**

- ✓ Insuffisance en information et communication sur l'importance des différentes voies de gestion des boues (valorisation verte, co-incinération, mise en décharge) ;
- ✓ Absence d'essais de démonstrations réussies en matière d'épandage agricole des boues selon les normes d'usage.

## **2.8. Principales filières de valorisation de boues de STEP**

### **2.8.1. Mise en décharge contrôlée**

La mise en décharge contrôlée ou publique est consisté à l'évacuation des boues avec les ordures ménagères après le mélange (Irene et al., 2002; Ahmad et al., 2017), en tenant en compte de certaines conditions: compactage des résidus, site étanche, récupération et traitement des jus de décharges (lixiviats), équipement et gestion du site par l'installation des géomembranes imperméable (El- Fadel & Khoury, 2000; Allen, 2001; Brendan & Kelly, 2006; Jonas et al, 2010), les boues doivent être préalablement stabilisées et déshydratées (humidité maximale de 70 %).

Cette solution reste dangereuse pour l'écosystème de l'environnement, actuellement interdite au niveau des certains pays pour des raisons environnementales telles que les odeurs nauséabondes, pullulation de moustiques, entraînement d'éléments fertilisants (nitrate, phosphate) et de produits toxiques par les eaux superficielles et contamination des nappes des eaux souterraines (Kjeldsen et al., 2002; Marttinen et al., 2003).

### **2.8.2. Utilisation agricole des boues**

La valorisation agricole des boues résiduaire peut être considérée comme le type de recyclage le plus adapté pour rééquilibrer les cycles biogéochimique (C, N, P), pour la protection de l'environnement et d'un très grand intérêt économique. Les boues d'épuration peuvent de même remplacer ou réduire l'utilisation excessive d'engrais coûteux et dangereux sur l'environnement, grâce à la richesse en azote et phosphore (Kirchmann et al., 2017; Saha et al., 2017). Les boues ont des propriétés fertilisantes et des éléments essentiels à la croissance des plantes (principalement phosphore, azote et potassium). Également, elles peuvent améliorer les caractéristiques du sol, notamment dans le cas des boues chaulées (sur sols acides) ou compostées. Elles peuvent donc être épandues sur les terrains agricoles ou forestiers, directement (sous forme liquide, pâteuse ou solide) ou après traitement de compostage (stabilisation) (Hargreaves et al., 2008; Alvarenga, et al., 2017; Arif et al., 2018; Amoah et al., 2018; Asses et al., 2018). Les principales contraintes à l'épandage des boues sont :

- Leur qualité (teneur en élément-trace métallique, en composés traces organiques et en organismes pathogènes) ;

- Un stockage est souvent nécessaire à cause des dérèglements entre le besoin de fertilisants une ou deux fois par an maximal, de plus la production de boues en continu ;
- Les taux de production sont trop élevés, ce qui fait, le besoin de fertilisants n'absorbe pas toute la production.

### 2.8.3. L'incinération de boues

L'incinération représente un traitement thermique à forte température en présence d'un excès ou absence d'air permet la destruction de la matière organique (Sabbas , et al., 2003; Holm & Simon, 2017). Il existe généralement deux types d'incinérations, la mono-incinération concerne l'utilisation des boues seulement dans les incinérateurs, et la co-incinération utilise les boues d'épuration avec les déchets ménagers, dont le coût est moins cher en investissement et en fonctionnement que la mono incinération (Adam, 2009).

La valorisation par l'incinération consiste généralement à employer les boues comme combustible (Gléau, 2012). En effet, les boues de STEP ont un Pouvoir calorifique inférieur (PCI) relativement entre 18 à 23.9MJ/kg à l'état sec (Leckner, et al., 2004; Murakami, et al., 2009; Cusido & Soriano, 2011), en outre peuvent être utilisées les cendres issues par l'incinération en fabrication du ciment (Jill et al., 2008; Chen, et al., 2013; Paya, et al., 2014; Sara et al., 2016), ou utilisée pour la fabrication de brique et céramique (Tian et al., 2011; Olga et al., 2013; Tarrago et al., 2017; Gaurav et al, 2017). Le tableau 10 présente les PCI des différents combustibles tels que les boues, biomasse (bois) et charbon.

**Tableau 10 : Comparaison entre le Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI) des combustibles et biocombustibles d'après la littérature**

Type de combustible	(Fytili & Zabaniotou, 2008) PCI (MJ/kg)	(McKendry, 2002) PCI (MJ/kg)
<b>Coke du pétrole</b>	35 – 37	–
<b>Charbon (bitumineux)</b>	26 – 34	34
<b>Lignite, tournesol, algues</b>	24 – 25	26.8
<b>Bois de saule, de pin</b>	17 – 19	18.6
<b>Coton, écorce, paille</b>	15 – 18	–
<b>Boues non traitées</b>	23 – 29	–
<b>Boues activées</b>	16 – 23	16.5
<b>Boues biologique</b>	16 – 23	–
<b>Boues primaire</b>	9 – 13	–

La technologie d'incinération est déjà bien connue et, en termes d'efficacité énergétique, beaucoup de progrès ont été faits durant les dernières années.

#### 2.8.4. Conclusion

Les stations d'épuration doivent être considérées comme une première étape dans la gestion des eaux usées. En fin de traitement, elles ne produisent pas seulement des eaux épurées mais aussi d'autres sous-produits solides, les boues d'épuration, qui sont séparés des eaux usées par des moyens mécaniques, chimiques et biologiques. Ces déchets d'épuration doivent être soit éliminés soit revalorisés dans des conditions conformes à la réglementation et respectueuses de l'environnement. La figure 9 ci-dessous qui présente les principales filières de traitement des boues et différents types de valorisation ou élimination (Boeglin, 2000).

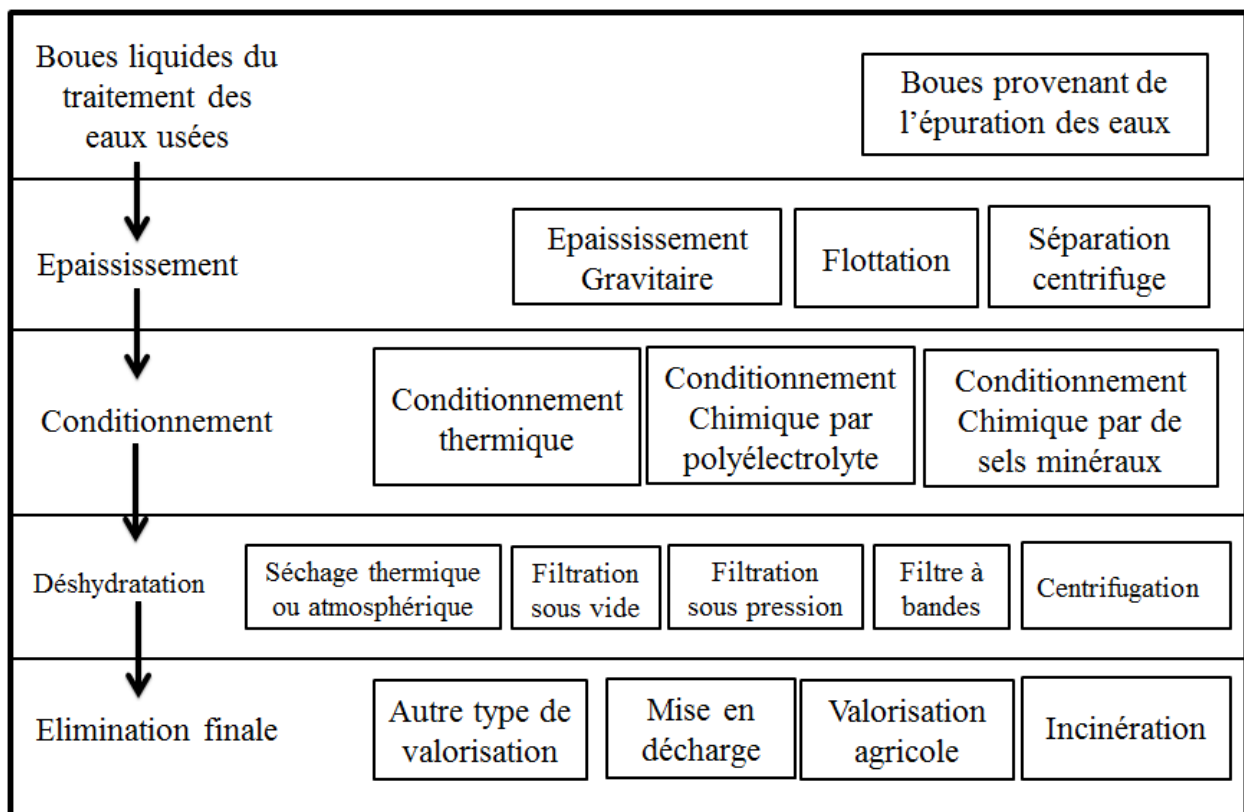


Figure 9: Filières de traitement des boues d'épuration d'après (Boeglin, 2000)

#### 2.9. Filières de gestion des boues

Actuellement, la plus grande partie des boues produites est stockée en décharge publique ou à la décharge contrôlée (Reijnders, 2005; Malgorzata, et al., 2017). Mais, du fait de l'augmentation des quantités de ces produits, et d'insuffisance de place en centre d'enfouissement, le stockage apparaît de plus en plus comme une filière de gestion non satisfaisante. D'autre part, la valorisation des boues en épandage agricole n'apparaît souvent pas comme une filière de gestion valable, compte tenu de la concentration en polluants, et surtout en métaux lourds, dans les boues (Rastetter, 2017; Boechat et al., 2017). Plusieurs pays ont prévu dans ce contexte de la stabilisation des boues avant leur mise en décharge, pour but d'immobiliser les éléments polluants (Reijnders, 2005).

De plus en plus, il apparaît inéluctable que les différentes techniques et possibilités de valorisation des boues soient développées. Jusqu'à présent, les différentes techniques de valorisation ont été plus ou moins largement étudiées selon le coût qu'elles représentent, tout en tenant compte du contexte réglementaire. Dans cette section, les options de valorisation ou traitement disponibles pour les boues seront décrites et analysées de façon plus systématique.

### **2.9.1. Différentes filières de valorisation des boues**

Les filières de valorisation présentées dans cette partie ont en commun l'utilisation des boues en tant que matériau secondaire. Elles peuvent être classées en plusieurs groupes, selon la propriété physique, chimique ou minérale recherchée. On peut distinguer les différentes filières de valorisation présentées ci-après :

#### ***1) Utilisation en tant que matériau de revêtement ou de revêtement dans les centres de stockage***

Les matériaux de revêtement ou de recouvrement d'une décharge sont employés pour boucher les transferts liquides (lixiviat) et gazeux (biogaz) à partir d'un centre de stockage. Les matériaux employés classiquement sont les argiles, sensibles à la dessiccation. La formation de fissures est par conséquent possible, ce qui peut se traduire par l'apparition de voies d'écoulement. Dans la bibliographie, des auteurs (Okoli & Balafoutas 1998; Lo et al., 2001; Diliūnas et al., 2010) ont montré les avantages liés à l'utilisation des boues en tant que matériaux de revêtement des centres de stockage. En effet, les boues compactées en une masse dense peuvent être examinées comme agent possible d'étanchéité de la décharge (Liu et al, 2010; Chen, 2012).

#### ***2) Utilisations des boues en tant que produits ou additifs de traitement***

Les boues d'épuration présentent également un caractère pouzzolanique (Zhu et al., 2004; Turanli et al., 2004; Donatello & Cheeseman, 2013; Lynn et al., 2015). De plus, les boues d'épuration et la chaux hydratée peuvent être utilisées pour évoluer des propriétés et la résistance du sol de fondation cohésive souple (Chen & Lin , 2009). Dans ce sens, il est recommandé par Chen & Lin (2009), de les utiliser en mélange avec du ciment selon un rapport fixe les boues : ciment de 4:1. La résistance à la compression non confinée des éprouvettes de sol avec l'ajout de boues/ciment est d'environ 3 à 7 fois supérieures à celle du sol non traité. De même, le gonflement est également réduit dans une fourchette de 10 à 60%.

#### **➡ Utilisation dans le domaine du traitement des effluents liquides**

En plus, de leur abondance en silicium et en aluminium, les boues d'épuration présentent des propriétés intéressantes en termes de surface spécifique et d'échange ionique (Pan & Tseng, 2001; Mantovi et al., 2005; Fytily & Zabaniotou, 2008). Il a été montré qu'elles ont la capacité à éliminer les métaux lourds, et notamment le cuivre des eaux usées (Pan et al., 2003). Les

fondamentaux mécanismes d'élimination du cuivre par les boues d'épuration sont l'attraction électrostatique, la formation de surface complexe à la surface d'échange et l'échange de cations. Aussi, la précipitation de l'hydroxyde de cuivre offre une possibilité d'élimination supplémentaire. Celle-ci a lieu si le dosage des boues d'épuration et le pH d'équilibre des eaux usées sont à un niveau élevé (30 à 40g.L<sup>-1</sup> et plus de 6, 02 respectivement) (Pan et al., 2003).

### 3) *Valorisation des boues en tant que matières premières secondaires*

Ces voies ont fait l'objet d'études focalisées sur les aspects techniques. Dans tous les cas, la faisabilité technique a été démontrée (Cyr et al., 2007). Dans la plupart des études, l'évaluation environnementale rarement a été mise en œuvre. Cette étape serait indispensable avant tout développement à l'échelle industrielle.

Compte tenu du fait que l'intégration des boues dans des matériaux de construction est le fondamental objectif de cette thèse, ces cas d'application sont présentés à part dans la section suivant, même si cette voie de valorisation correspond bien à une valorisation des boues en tant que matières premières secondaires.

#### ➡ **Valorisation des boues dans les produits céramiques**

La céramique peut être préparée à partir des boues seules ou en mélange avec des additifs comme kaolin, montmorillonite, illites et poudre de verre plat auxquelles on applique un traitement thermique (Merino et al., 2007; Chen, 2012; Olga et al., 2013; Mymrin et al., 2018)

Dans la fabrication des produits céramiques contenant les boues d'épuration, la procédure la plus importante est le traitement thermique. Les boues contiennent environ 10% de CaO, ce qui contribue à l'obtention des phases cristallines désirées suite au traitement thermique. C'est l'anorthite et le diopside (de formule chimique  $\text{CaAl}_2 [\text{SiO}_4]_2$  et  $\text{CaMgSi}_2\text{O}_6$  respectivement) qui sont connus pour fournir une grande résistance mécanique et une ténacité. La condition optimale pour obtenir une bonne nucléation de ces phases cristallines est un chauffage à 760°C pendant une heure. Puis, la cristallisation de l'échantillon nucléé dans la région de 1050-1200°C conduit à la formation de l'anorthite et du diopside (Park et al., 2003).

#### ➡ **Fabrication de tuiles et de briques**

Plusieurs auteurs dans la littérature ont montré que les boues d'épuration peuvent être additionnées à l'argile pour manufacturer des tuiles et/ou briques (Lin et al., 2016; Zhang et al., 2016; Lynn et al., 2016; Juel et al., 2017; Gaurav et al., 2017; Mao et al., 2018; Coletti et al., 2018). Dans le procédé de fabrication, parmi les paramètres importants est la température atteinte au cours du traitement thermique. De plus, quand la température de frittage passe de 1050°C à 1100°C, la

densité apparente et la quantité de quartz diminuent, ce qui n'est pas souhaitable pour la bonne qualité du produit fini. Dans ce cadre, il a été rapporté qu'un taux de remplacement d'argile par les boues de 20% permet de satisfaire les exigences de la norme nationale chinoise pour les briques secondaires.

Toutefois, il faut noter que le remplacement des boues monte l'absorption de l'eau des tuiles, la susceptibilité à l'abrasion et la porosité. Afin de pallier ces inconvénients, des études (Lin et al., 2008) suggèrent d'appliquer des glaçages contenant des colorants différents aux tuiles introduisant des boues d'épuration pour renforcer leur résistance à la flexion, leur résistance à l'abrasion et leur résistance à l'attaque d'acide-alcali. À cause de la différence entre les espèces chimiques qui les composent, il a été montré que les tuiles avec colorant rouge ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) présentent les performances les plus stables, suivie par les bleues ( $\text{CoCO}_3$ ), les jaunes ( $\text{V}_2\text{O}_6$ ) et les violettes ( $\text{MnO}_2$ ).

#### ► **Valorisation des boues en granulats de faible densité**

La manufacture de granulats légers signifie une filière de valorisation particulièrement intéressante pour les boues d'épuration. En raison, les granulats de faible densité ont pour quelques applications plus de valeur que des agrégats de densité normale (Agostini, 2006; Amar et al., 2016; Petitpain et al., 2016). Les granulats naturels ont généralement des densités de particules comprises entre 2,4 et 2,8g/cm<sup>3</sup>; tandis que les densités de granulats légers sont comprises entre 0,8 et 2,0g/cm<sup>3</sup> selon les résultats de (Chen, 2012). Les granulats légers sont, par conséquent, utilisés pour produire du béton léger et d'autres produits de construction légère. Ils sont également utilisés dans d'autres applications telles que l'ingénierie des sols, le remplissage géotechnique léger, les produits d'isolation, l'hydroculture, le drainage et les filtres. La faible densité offre également des avantages supplémentaires tels qu'une meilleure isolation thermique et une bonne inertie thermique.

En outre, certains travaux (Cheeseman et al., 2005; Singh et al., 2008; Chakraborty et al., 2017) montrent la possibilité d'employer les boues d'épuration pour la fabrication de granulats de faible densité, en utilisant un traitement relativement simple et un frittage à faible température.

#### ► **Fabrication de matériaux légers à base de boues d'épuration**

Les boues résiduelles peuvent être employées dans des matériaux d'isolation thermique. En raison, elles présentent une texture poreuse et des particules généralement irrégulières, ce qui approuve d'obtenir des matériaux à faible conductivité thermique. La conduction thermique radiative et la convection naturelle sont ignorées. Par conséquent, leur structure poreuse amène les



réactions expansives, et donc de minuscules pores sont produits lors de l'hydratation. Les éprouvettes réalisées ainsi ont montré une meilleure propriété d'isolation (Wang et al., 2005a).

Si le volume des pores augmente, la conductivité thermique diminue. Un rapport élevé d'eau/ciment et une quantité supérieure de poudre d'aluminium peuvent conduire à la formation de pores ouverts et connectant dans l'intérieur de matériaux Léger de boues. Ces pores peuvent nuire à la résistance à la compression et aux propriétés d'isolation thermique (Wang et al., 2005a). Pour améliorer les caractéristiques de légèreté et la résistance à la compression, il est préférable de contrôler le ratio eau/solide que de contrôler la quantité de poudre d'aluminium ajoutée (Wang et al., 2005b)

De plus, d'autres études (Wang et al., 2005b) ont affirmé que si la teneur en ciment est inférieure 15% dans le mélange-ciment et boues, donc la résistance à la compression ne satisfait pas la norme CNS13480. La proportion suggérée de matériaux légers de boue d'épuration est de 70 à 80% de boue, avec un rapport d'eau/solides de 0,5 à 0,7%; et 0,1 à 0,2% de poudre d'aluminium.

#### **4) Valorisation des boues d'épuration dans le domaine de la construction**

Plusieurs résidus comme boues d'épuration et sédiment du barrage ainsi que les déchets des combustions tels que les boues (ELOuazzani et al., 2012; Pavsic et al., 2014; Smol et al., 2015), les déchets solides municipaux (Van et al., 2001; Nishida et al., 2001) ont été utilisés avec succès dans le domaine de la construction. L'intégration de boues d'épuration en remplacement du ciment ou du sable dans les matériaux cimentaires est également remarquable dans certaines études récentes (Cyr et al., 2007; Garcés et al., 2008; Cao et al., 2018; Djafari et al., 2018; Liu et al., 2018; Ayati et al., 2018). Il est couramment admis que d'un point de vue économique et technique, les matériaux de substitution tels que les boues et sédiments du barrage être utilisés comme substituts du ciment traditionnel et/ou des granulats dans les formulations de béton.

#### **A. Influence de différents paramètres sur l'incorporation des boues dans des produits de construction**

##### **➡ Forme des particules**

Une des particularités communes aux cendres de charbon et aux de boues est la forme non sphérique de leurs particules. Ceci a une influence négative sur la «maniabilité» ou la «viscosité» des mortiers contenant des boues d'épuration. En effet, il n'y a pas «d'effet lubrifiant» sur le mélange, et les boues absorbent plus d'eau que le ciment (Monzo et al., 1996; Cyr et al., 2007). Pour pallier ce problème et obtenir une maniabilité équivalente à celle d'un mélange sans boues, on pourrait naturellement augmenter la quantité d'eau. Cependant, l'accroissement de ratio eau/ciment n'est pas sans conséquence sur les propriétés mécaniques des matériaux obtenus après hydratation

(Kosmatka et al., 2003). C'est pourquoi l'utilisation d'un superplastifiant est préconisée. Celui-ci va améliorer la maniabilité des mortiers, tout en maintenant une quantité d'eau à utiliser suffisamment faible pour obtenir des matériaux présentant des propriétés mécaniques satisfaisantes.

L'étude de l'influence liée à la présence des boues d'épuration dans les formulations de mortier à savoir l'influence des boues sur les procédés d'hydratation du ciment peut être, dans un premier temps, effectuée par la mesure des propriétés mécaniques des matériaux obtenus. Il a été reporté que pour une substitution partielle (15% ou 30% en masse) de ciment par des boues d'épuration, la résistance à la flexion et la résistance à la compression ne sont que peu affectées lorsque les superplastifiants sont présents (Monzo et al., 2003; Garcés et al., 2008) .

#### ➡ **Granulométrie des boues**

La granulométrie des boues s'applique aussi une influence sur la maniabilité déjà évoquée des mortiers. En effet, celle-ci diminue lorsque la finesse des boues augmente. La finesse des boues est un paramètre important pour l'augmentation de la résistance mécanique des mortiers: les fractions les plus grossières rendent les plus faibles valeurs de résistance (Monzo et al., 2003). Le broyage mécanique peut diminuer la granulométrie, tandis que l'activité pouzzolanique des boues peut changer en fonction de leur surface spécifique. Ce broyage ne modifie pas les constituants cristallins et la densité. L'indice d'activité des éprouvettes avec les boues augmente d'environ 5% lorsque la finesse élève de telle sorte que la surface spécifique augmente de  $100 \text{ m}^2/\text{kg}$  (Pan et al., 2003).

#### ➡ **Activité pouzzolanique des boues**

Les boues d'épuration contiennent des teneurs relativement remarquables en  $\text{SiO}_2$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$  les deux oxydes responsables de l'activité pouzzolanique dans les matériaux cimentaires (Donatello et al., 2010; Ingunza et al., 2018). Par ailleurs, une fraction de ces oxydes est cristallisée, et ils n'interviennent donc pas dans l'activité pouzzolanique. Ceci limite ainsi l'activité pouzzolanique des boues par rapport à d'autres additifs minéraux classiques dont la fraction cristalline est moins importante. On peut considérer que dans la littérature (Cyr et al., 2007), la boue est à environ 40% amorphes et qu'il y a déjà eu une consommation notable de  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  [CH], qui a fourni une activité légère, mais significative à long terme.

#### ➡ **Teneur en soufre des boues**

Les boues d'épuration sont contenues des grandes quantités en soufre ( $\text{SO}_3 > 10\%$  de la masse sèche). Donc, le phénomène lié à la destruction du béton par une attaque sulfurique doit donc être pris en compte d'après Monzo et al. (1999). Le gonflement, qui est susceptible d'affaiblir la résistance mécanique des mortiers, doit être vérifié. Les processus de dégradation du ciment ont

ainsi été observés lorsque les agrégats ont été contaminés par le gypse ou lorsque les granulats contenant les sulfures ont été utilisés dans le béton (Monzo et al., 1999).

Par contre si la teneur en C3A augmente, la résistance augmente. Ainsi avec l'augmentation du remplacement du ciment par les boues, les effets s'annulent (Monzo et al., 1999), ont donc montré que la teneur en soufre dans les boues d'épuration n'a pas une influence décisive sur les résistances mécaniques.

### ➡ **Évolution avec le temps d'hydratation**

Pendant de l'hydratation, une fraction des boues (fraction amorphe) est rapidement solubilisée (les sulfates, l'aluminium et la silice amorphe) et peut ensuite réagir rapidement avec la chaux. Il apparaît que la présence des boues augmente dans un premier temps la cinétique de l'hydratation du ciment (Monzo et al., 1999). Après un long temps d'hydratation (ou durcissement), la formation différée d'ettringite ou la formation de thaumasite (où les agrégats fins de carbonates sont utilisés) a été observée, réduisant la résistance des mortiers (Monzo et al., 1999).

### ➡ **Influence des éléments traces**

Les boues d'épuration riches en éléments traces qui sont des métaux lourds pour la plupart (Guo et al., 2018; Fang et al., 2018). Les plus présents sont le zinc, le chrome et le cuivre, à des concentrations supérieures à 2g par kg de résidus d'après (Cyr et al., 2007). La présence de métaux lourds dans les boues a deux principales conséquences: l'une sur les caractéristiques mécaniques des matériaux cimentaires, et l'autre sur l'environnement. Les métaux lourds menacent probablement l'hydratation du ciment et donc le temps de prise des mortiers et la résistance des matériaux. Le caractère de danger vis-à-vis des cibles environnementales peut être évalué par des tests de lixiviation (Cyr et al., 2007), ont montré que le comportement à la lixiviation des mortiers contenant les boues est comparable à celui du mortier de référence sans résidu, avec des concentrations en éléments traces dans les lixiviats du même ordre de grandeur.

## **B. Réutilisation des boues dans des produits de construction**

La valorisation des déchets dans le domaine de la construction permet, en global, de les gérer à moindre coût. Alors, si le domaine de valorisation est choisi de manière pertinente, des améliorations peuvent être apportées aux matériaux de construction conventionnels.

Pour envisager la valorisation de boues dans le domaine de la construction et incorporées dans du béton, deux questions se posent :

1. Les boues répondent-elles bien aux exigences de performance du matériau ?

## 2. Quels sont les impacts de l'utilisation de ces boues sur l'environnement?

Pour répondre à ces deux questions, il semble indispensable de connaître le système ciment et le système mortier et béton d'une part, et de maîtriser les démarche d'évaluation environnementale d'autre part. C'est pourquoi les deux parties suivantes ont pour objectifs de présenter le système ciment et le système mortier et béton, puis les méthodes d'évaluation environnementale.

## 3. Filière du ciment

### 3.1. Description

#### 3.1.1. Généralités

Le ciment est un produit hydraulique composé d'une poudre minérale finement moulue destiné à être utilisé comme liant dans des mortiers ou des bétons. Gâché avec de l'eau, le ciment durcit, aussi bien dans l'air que sous l'eau. Il acquiert une certaine résistance mécanique qui se doit de rester stable et durable dans le temps.

Le ciment le plus employé dans le monde est le ciment de sorte «Portland». C'est un produit connu et maîtrisé par tous les acteurs de la chaîne de construction du bâtiment, du producteur aux consommateurs. L'utilisation la plus commune du ciment est le béton qui est un mélange d'agrégats de différentes granulométries, sables, graviers, ciment et eau (Anger, 2014)

Les ciments usuels sont fabriqués à partir d'un malaxage de calcaire ( $\text{CaCO}_3$ ) et d'argile ( $\text{SiO}_2$  et  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) dans des proportions voisines de 80% — 20%. Ces matières premières sont prélevées de carrières proches du site de production, pour des considérations économiques liées au coût du transport. À ce mélange, peuvent être additionnés des matériaux correctifs tels que des oxydes de fer, de la bauxite ou d'autres éléments, fournissant le complément d'alumine, de fer et de silice requis. L'ensemble est mélangé pour obtenir une composition régulière du ciment (Anger, 2014). Le tableau 11 donne la composition chimique en éléments majeurs recherchée pour un cru.

**Tableau 11: Composition chimique du cru (en % massique sur calciné) d'après (Cimbeton, 2005)**

Eléments	Chaux (CaO)	dioxyde de silicium ( $\text{SiO}_2$ )	Alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )	Oxyde ferrique ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )
Quantité en pourcentage	65 - 70	18 - 24	4 - 8	1 - 6

Ces matières sont ensuivant séchées et broyées, pour obtenir la «farine». Celle-ci passe ensuite lentement dans un four, légèrement incliné et rotatif (1,5 à 3 tr/min) dont la température atteint 1450°C. Durant la montée en température intervient la décarbonatation du carbonate de calcium qui donne de la chaux vive, ainsi que la scission de l'argile en silice et alumine. Puis, il y a

formation de silicates et d'aluminates de chaux : c'est la clinkérisation. Le produit aussi obtenu, le clinker, est broyé et mélangé avec du gypse et d'autres éléments d'addition (laitiers, cendres volantes,..) pour constituer le ciment. Le ciment est donc un mélange dont la matière active, le liant, est le clinker. La chimie des ciments étant une chimie des oxydes, les notations conventionnelles couramment utilisées par les cimentiers désignent les oxydes par des lettres. Le tableau 12 indique la notation abrégée dite « notation shorthand » (Anger, 2014).

**Tableau 12: Notations adoptées par les cimentiers pour les oxydes majeurs**

Abréviations	C	S	A	F
Eléments	CaO	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>

### 3.1.2. Phases cimentaires principales

Un clinker Portland est constitué de 4 phases principales. Il s'agit de l'alite, la bélite, l'aluminate, et la brownmillerite. Le tableau 13 présente la composition minéralogique moyenne d'un clinker. Ces phases varient en fonction de la composition chimique des matières premières, du temps de cuisson et des températures utilisées. Sous l'effet de la chaleur, les constituants de l'argile (silicates d'alumine et oxydes de fer), se combinent avec la chaux provenant du calcaire pour donner des silicates et aluminates de chaux (Anger, 2014).

**Tableau 13: Composition minéralogique du ciment Portland et propriétés des phases sur le ciment (Anger, 2014)**

Nom du constituant (appellation)	Formule chimique	Notation	Teneurs minimales et maximales (%)	Teneur moyenne (%)
Silicate tricalcique (alite)	3CaO, SiO <sub>2</sub>	C3S	40 – 70	60
Silicate bicalcique β (bélite)	2CaO, SiO <sub>2</sub>	C2S	0 – 30	15
Aluminate tricalcique (aluminate)	3CaO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C3A	2 – 15	8
Alumino-ferrite tétracalcique (brownmillerite)	4CaO, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	C4AF	0 – 15	8

En outre, chaque phase remplit une fonction différente dans la qualité du produit final, les plus importantes sont l'alite et la bélite, qui sont les plus grandes quantités dans le clinker et qui apportent la plus grande contribution à la résistance à la compression. Plus précisément, la bélite, second minéral du clinker en termes d'abondance, est la plus importante en termes de prise, car il est responsable du durcissement secondaire (c'est-à-dire après la prise initiale) du ciment (Thiéry et al., 2013).

### 3.1.3. Les types de ciments

Il présente plusieurs types de ciments Portland. Chaque type de ciment se différencie par une teneur en un ou plusieurs composants qui lui est propre. Le type et la sous-classe informent sur les constituants entrant dans la composition du ciment et fixent les limites de leurs proportions. Les cinq types sont (Chen, 2012) :

- ❖ Le CEM I ou ciment Portland, contient au moins 95% de clinker et au plus 5% de constituants secondaires. Les CEM I conviennent pour le béton armé ou le béton précontraint où une résistance élevée est recherchée.
- ❖ Le CEM II A ou B ou Ciment Portland composé, contient au moins 65% de clinker et au plus 35% d'autres constituants : laitier de haut-fourneau, fumée de silice (limitée à 10%), pouzzolane naturelle, cendres volantes, calcaires. Les CEM II sont bien adaptés pour les travaux massifs.
- ❖ Le CEM III A ou B ou ciment de haut-fourneau, contient entre 36 et 80% de laitier de haut fourneau et 20 à 64% de clinker.
- ❖ Le CEM III C ou ciment de haut-fourneau contient au moins 81% de laitier et 5 à 19% de clinker.
- ❖ Le CEM IV A ou B est un ciment de type pouzzolanique. Avant l'introduction de la NF EN 197-1, il était connu sous l'appellation CPZ.
- ❖ Le CEM V A ou B ou ciment composé (anciennement ciment au laitier et aux cendres) contient de 20 à 64% de clinker, de 18 à 50% de cendres volantes et/ou de 18 à 50% de laitier de haut fourneau.

Généralement, le ciment Portland qui est le type de ciment le plus couramment utilisé dans le monde, composé par quatre constituants principaux cités précédemment au tableau 1. Les différents types de ciments courants ainsi que leurs compositions sont présentés en annexe 2 d'après la norme [NF EN 197-1].

### 3.1.4. Valorisation des déchets en ciment

La valorisation de déchets en industrie cimentière pratiquée depuis les années 70, qui permet de participer à la transition énergétique et à l'économie circulaire: les déchets des uns deviennent les combustibles et matières premières des autres, et ce, tout en économisant l'énergie fossile et en réduisant le besoin d'ouvrir de nouvelles carrières.

Dans la fabrication du ciment, plusieurs étapes du procédé permettent la valorisation matière de déchets ou coproduits industriels, favorisant aussi l'économie de ressources naturelles (principalement les carrières de calcaire et d'argile) et, en outre réduisent le volume d'émission de CO<sub>2</sub>. De plus, l'usage de ces matières évite leur mise en centre de stockage de déchets. Certains déchets, qui bénéficient d'un retour d'expérience important, font à présent l'objet de normes et leur utilisation est devenue courante.

Dans le cas des boues d'épuration, les possibilités techniques de les valoriser concernent soit une valorisation dans le cru, soit une valorisation comme constituant, en tant que pouzzolane, après avoir subi un traitement thermique. Dans le contexte normatif actuel, ce second cas est envisageable, car l'incinération de boues n'est pas encore développée au Maroc. Ainsi que ne permet pas d'obtenir un ciment normalisé. La figure 10 situe ces deux possibilités d'entrée des sédiments dans le procédé de fabrication du ciment.

- ❖ Entrée A : valorisation dans le cru ;
- ❖ Entrée B : valorisation comme constituant (après calcination)

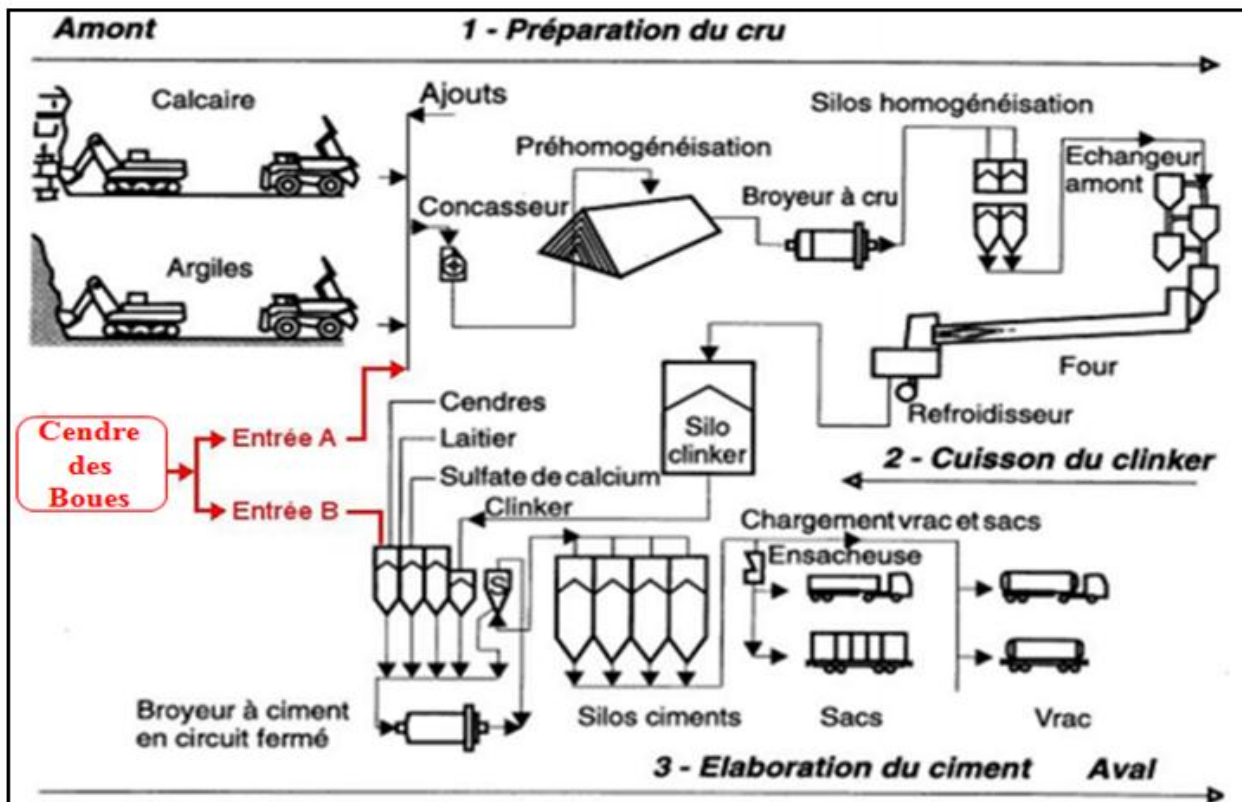


Figure 10: Fabrication du ciment d'après entrées potentielles des boues d'épuration (Anger, 2014)

### 3.2. Spécifications

Dans le secteur du ciment, il y a un grand nombre de normes nationales et internationales. Au niveau international, les normes ASTM sont très employées pour le commerce mondial du clinker et du ciment. Elles font une distinction entre les ciments Portland et les ciments composés. Le ciment Portland repose principalement sur la norme ASTM C150 «Specification for Portland Cement» et pour les ciments composés sur la norme ASTM C595 «Standard Specification for Blended Hydraulic Cements».

D'autres normes spécifiques existent. Elles concernent soit des propriétés particulières (prise mer [NF P15-317], résistance aux eaux sulfatées [NF P15-319] et à la teneur en sulfures limitée [NF P15-318] qui sont destinées aux ouvrages en béton précontraint), soit des ciments à usage ciblé :

ciment alumineux fondu [NF EN 14647], ciment prompt naturel [NF P15-314] et ciment à maçonner [NF EN 413-1].

### 3.2.1. Composition chimique et minéralogique du cru pour la fabrication du clinker

Théoriquement, un cru de cimenterie est constitué d'un mélange de calcaire et d'argile dans lequel peuvent venir s'ajouter d'autres composants suivant l'ajustement des minéraux nécessaires. Les caractéristiques de ces matières premières naturelles varient d'un site à un autre et au sein d'une même carrière. Par conséquent, la composition du ciment Portland est différente d'une cimenterie à une autre avant tout à cause des caractéristiques minéralogiques des matières premières accessibles puis des spécifications locales du ciment. Chaque fabrication est un cas particulier et produit un clinker unique fortement dépendant de la nature minéralogique des matériaux extraits des carrières qui alimentent la cimenterie.

Le contexte géologique du milieu des prélèvements amené des influences très fortes sur la composition du cru ainsi que sur le recours à des matières premières alternatives utilisées pour corriger sa composition. Aussi, les crus de cimenterie sont constitués de manière à équilibrer les différents éléments principaux du clinker (calcium, silicium, aluminium et fer).

Afin d'obtenir des crus dans la stœchiométrie souhaitée en éléments majeurs, des ratios et modules ont été établis. Ils sont les résultats d'études sur les mécanismes de formation et de réaction du clinker Portland et permettent le calcul de la proportion de chacun des ingrédients du cru. Les principaux sont les suivants :

**Tableau 14: Modules chimiques des clinkers (Pan et al, 2008)**

<b>Modules</b>	<b>Formules</b>
<b>Module hydraulique (hydration modulus) (HM)</b>	$\frac{\text{CaO}}{\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3}$
<b>Module silicique (silica modulus) (SM)</b>	$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3}$
<b>Module de fer (iron modulus) (IM)</b>	$\frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{Fe}_2\text{O}_3}$
<b>Saturation en chaux (lime saturation factor) (LSF)</b>	$\frac{\text{CaO}}{2.8\text{SiO}_2 + 1.8\text{Al}_2\text{O}_3 + 0.65\text{Fe}_2\text{O}_3}$

La longue pratique industrielle de fabrication du clinker Portland a fixé des limites de variation des différents indices. Les valeurs préconisées pour les clinkers, selon (Anger, 2014), sont données par le tableau 15.



**Tableau 15: Intervalles préconisés pour les modules chimiques**

Indice	LSF	SM	IM	HM
<b>Intervalle</b>	0,08 – 0,95	1,9 – 3,2	1,7 – 2,5	2,7 – 2,3

La proportion et la composition d'éléments entrant comme matière première pour la fabrication d'un clinker. Des gammes de compositions chimiques pour les matières premières de base et de crus utilisés pour la fabrication du clinker sont présentées dans les tableaux 16 et 17.

**Tableau 16: Exemple de composition d'un cru basé sur 4 composants (Hewlett, 2003)**

	Calcaire	Schiste argileux	Sable	Oxydes de fer	Composition du cru	Clinker
<b>Part dans la composition (%)</b>	73	22.5	4.2	0.3	-	-
<b>SiO<sub>2</sub> (%)</b>	1.4	37.9	95	2.7	13.6	20.3
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%)</b>	0.5	16.5	1.4	6.6	4.2	6.2
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%)</b>	0.2	5.1	1.3	84	1.6	2.4
<b>CaO (%)</b>	53.7	15.4	1	2.7	42.7	64.1
<b>CaCO<sub>3</sub> (%)</b>	95.9	27.5	-	-	-	-
<b>Chaux libre (%)</b>	-	-	-	-	-	1
<b>C3S (Bogue) (%)</b>	-	-	-	-	-	57
<b>C2S (Bogue) (%)</b>	-	-	-	-	-	15
<b>C3A (Bogue) (%)</b>	-	-	-	-	-	12.4
<b>C4AF (Bogue) (%)</b>	-	-	-	-	-	7.3

**Tableau 17: Compositions chimiques courantes des matières premières et du cru pour la fabrication de clinker (Rac, 2008; Schorcht et al, 2013)**

Composants	Compositions courantes des matières premières de base			Cru
	Calcaire	Marne	Argile	
<b>PF (CO<sub>2</sub>+H<sub>2</sub>O)</b>	40 – 44	2 – 42	1 – 20	32 – 36
<b>SiO<sub>2</sub> (%)</b>	0.5 – 3	3 – 50	37 – 78	12 – 16
<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%)</b>	0.1 – 1	0.1 – 20	7 – 30	2 – 5
<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (%)</b>	0.1 – 05	0.5 – 10	2 – 15	1.5 – 2.5
<b>CaO (%)</b>	52 – 55	5 – 52	0.5 – 25	40 – 45
<b>TiO<sub>2</sub></b>	0.0 – 0.7	0.0 – 0.7	0.2 – 1.8	0.0 – 0.5
<b>MgO</b>	0.5 – 5	0.5 – 5	~ 5	0.3 – 5
<b>K<sub>2</sub>O</b>	~ 0.3	~ 3.5	~ 0.55	0.1 – 1.5
<b>Na<sub>2</sub>O</b>	~ 0.1	~ 0.2	0.1 – 0.3	0.1 – 0.5
<b>SO<sub>3</sub></b>	~ 0.1	0.1 – 4	~ 3	0.0 – 1.5
<b>Cl</b>	0.0 – 0.6	0.0 – 0.6	0.0 – 1	0.0 – 0.3
<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	0.0 – 0.8	0.0 – 0.8	0.0 - 1	0.0 – 0.8

### 3.2.2. Exigences des cimentiers

L'ensemble des usines industrielles cimentières au niveau international a signé un accord commun définissant les limites d'acceptabilité à l'entrée de l'usine des déchets minéraux utilisés en substitution aux matières premières du cru. Cette «charte de bonne pratique pour l'acceptation des déchets minéraux destinés à être ajoutés comme matière première en cimenterie» énonce les trois spécifications suivantes :

1 – En tant qu'éléments constitutifs du cru, les déchets doivent respecter la composition suivante :

$$\text{CaO} + \text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3 \geq 80 \% \text{ sur la matière calcinée.}$$

2 – Les teneurs en «métaux lourds» dans les déchets ne doivent pas dépasser :

- ❖  $\text{Hg} \leq 10 \text{ mg/kg}$  ;
- ❖  $\text{Hg} + \text{Cd} + \text{Tl} \leq 100 \text{ mg/kg}$  ;
- ❖  $\text{As} + \text{Ni} + \text{Co} + \text{Se} + \text{Te} + \text{Cr} + \text{Pb} + \text{Sb} + \text{Sn} + \text{V} \leq 10\,000 \text{ mg/kg}$

3 – La teneur en hydrocarbures totale des déchets minéraux incorporés dans le cru ne doit pas dépasser 5000 mg/kg

En outre de cet accord, les cimenteries ont toutes des exigences qui leurs sont propres. Ces spécifications sur matériaux ajoutés directement dans le cru sont plus nombreuses et parfois plus contraignantes que celles données par la charte de bonne pratique.

### 3.2.3. Spécifications sur les ciments

Les spécifications sur les ciments portent sur des exigences chimiques, physiques et mécaniques. Les ciments sont divisés en trois classes de résistance, 32,5; 42,5 et 52,5 définies par la valeur minimale de la résistance standard du ciment à 28 jours en mégapascal (MPa). À chaque classe de résistance courante, correspondent trois classes de résistance à court terme: une classe de résistance à court terme ordinaire, une classe de résistance à court terme élevée, notée R, et une classe de faible résistance à court terme, notée L. La classe L est seulement applicable aux ciments CEM III qui sont donc des ciments de haut fourneau à basse résistance à court terme. Cette dernière classe n'est pas indiquée dans le tableau 18 qui synthétise les exigences mécaniques.

**Tableau 18: Exigences mécaniques des trois classes de résistance des ciments courants**

Classe de résistance	Résistance à la compression (en MPa)		
	2 jours	7 jours	28 jours
32,5	-	> 16	32,5 – 52,5
32,5R	≥ 10	-	32,5 – 52,5
42,5	≥ 10	-	42,5 – 62,5
42,5R	≥ 20	-	42,5 – 62,5
52,5	≥ 20	-	≥ 52,5
52,5R	≥ 30	-	≥ 52,5

Les exigences sur les temps de début de prise, déterminés conformément à la norme [NF EN 196-3], sont fonction de la classe de résistance du ciment. En effet, pour les classes 32,5, 42,5 et 52,5, les temps de début de prise sont respectivement supérieurs ou égaux à 75 ; 60 et 45 minutes. La stabilité est également déterminée conformément à la norme [NF EN 196-3]. Quelle que soit la classe du ciment, l'expansion doit être inférieure ou égale à 10 mm.

Les exigences chimiques vont, elles aussi, différer selon les types de ciment et leurs classes de résistance. Le tableau 19 issu de la norme [NF EN 197-1] énonce les différentes exigences et les normes à suivre pour les essais. Un ciment courant résistant aux sulfates doit satisfaire des exigences chimiques supplémentaires pour être identifié par la notation SR. Ces exigences portent notamment sur la teneur en sulfate – qui doit être plus faible – et la teneur en C3A dont la spécification varie selon le type de ciment.

**Tableau 19: Exigences chimiques définies en termes de valeurs caractéristiques [NF EN 197-1]**

Propriété	Référence de l'essai	Type de ciment	Classe de résistance	Exigence
<b>Perte au feu</b>	NF EN 196-2	CEM I, CEM III	Toutes classes	$\leq 5,0 \%$
<b>Résidu insoluble</b>	NF EN 196-2	CEM I, CEM III	Toutes classes	$\leq 5,0 \%$
<b>(SO<sub>3</sub>) Teneur en sulfate</b>	NF EN 196-2	CEM I, CEMII, CEM IV, CEM V	32.2, 42.5, 52.5	$\leq 3.5 \%$
		CEM III	Toutes classes	$\leq 4.0 \%$
<b>Teneur en chlorure</b>	NF EN 196-2	Tous types	Toutes classes	$\leq 0.10 \%$
<b>Pouzzolanicité</b>	NF EN 196-2	CEM IV	Toutes classes	Satisfait à l'essai

### 3.3. Application aux boues d'épuration

Rappelons que deux entrées dans la fabrication du ciment peuvent être envisagées en vue d'une valorisation des boues d'épuration. Il s'agit d'utilisation comme :

- Ajout dans le cru ;
- Constituant, en tant que pouzzolane artificielle.

Le second cas implique un traitement thermique préalable pour envisager une utilisation.

#### 3.3.1. Intérêt environnemental

L'industrie cimentière a une empreinte environnementale importante venant de son important besoin d'énergie, de ses émissions fortement carbonées et des impacts liés à l'extraction de matériaux naturels. Utiliser des matières minérales telles que les boues d'épuration, des sédiments et des déchets ménager, à la place de matières premières traditionnellement utilisées diminue les impacts environnementaux locaux liés à l'exploitation des carrières et l'extraction de matériaux.

Du point de vue des impacts généraux, c'est la procédure de fabrication du clinker qui est impactant. La substitution des matières premières traditionnelles, d'un point de vue global, n'est pas une réelle diminution de l'impact environnemental, car ces ressources, telles que l'argile et le calcaire, ne sont pas rares sur la planète.

### **3.4. Conclusion**

Un défi pour l'avenir de l'industrie du ciment est d'incorporer plus de matières premières alternatives en provenance d'autres industries ou directement à partir d'autres flux de déchets. L'industrie du ciment a une bonne mode de mise en œuvre de nouveaux matériaux. Il est faisable d'envisager les boues d'épuration dans son portefeuille de matières premières. Deux phases de la fabrication du ciment permettraient la valorisation matière boues d'épuration, à savoir dans le cru et ainsi que comme constituant secondaire après la calcination, favorisant ainsi l'économie de ressources naturelles.

Les spécifications sur boues d'épuration en vue d'une valorisation en cimenterie sont changeables. Elles sont fonction du point d'entrée dans le processus de fabrication. Dans les deux cas possibles d'utilisation, la présence des composés de ciment similaire dans les boues d'épuration favorisera leur valorisation. La valorisation dans le cru est la solution la plus facile à mettre en place. En effet, de nombreuses cimenteries ont la possibilité d'introduire directement des déchets minéraux qui viennent se substituer partiellement à l'argile ou au calcaire. L'incorporation et la proportion des boues dans le cru dépendent de leurs caractéristiques, principalement minéralogiques, des méthodes employées dans la cimenterie, mais également des caractéristiques des autres matières premières entrant dans la composition du cru. Un autre intérêt de la filière vient de la haute température requise dans le processus à l'origine du phénomène de clinkérisation. Ce phénomène piège les métaux lourds au sein d'une matrice stable et permet la destruction de composés organiques. Cette filière a donc l'avantage de ne pas être sensible aux contaminants pouvant être présents dans les boues résiduelles.

Pour une valorisation comme constituant, l'incorporation de boues d'épuration paraît plus délicate, mais possède de véritables avantages. Au préalable, il faut que les caractéristiques du cortège argileux présent dans les boues d'épuration draguée montrent une aptitude à développer des propriétés pouzzolaniques après une activation thermique. Il est alors possible d'envisager une évolution du cadre normatif et l'intégration boues d'épuration calcinée sous réserve qu'ils présentent les caractéristiques convenable. Par ailleurs, l'obtention des boues calcinées à caractère pouzzolanique est effectuée avec une cuisson à température nettement plus basse (700°C) que celle de clinkérisation (1450°C). L'addition des boues calcinées permettrait une économie d'énergie par

rapport à l'élaboration d'un ciment ordinaire de type Portland, composé presque seulement de clinker. En conclusion, pour les diverses situations, il faudra prendre en compte le contexte local et aussi la répartition géographique des cimenteries de plus le coût du transport conditionne la faisabilité économique de la valorisation.

## **4. Filière bétons et mortiers**

Le béton ou le mortier est le matériau de construction le plus employé au monde. Il est présent dans tous les domaines de la construction, ses qualités et ses performances répondent aux divers besoins en matière de génie civil et de bâtiment en respectant les exigences de sécurité, de durabilité et d'esthétique.

### **4.1. Description**

#### **4.1.1. Béton, coulis et mortier**

##### **➤ Béton**

Le béton est constitué par granulats, ciment, l'eau, l'air et éventuellement d'adjuvants et d'additions minérales. Selon les éléments qui entrent dans la composition du mélange, nous parlons de coulis, mortier ou béton. En effet, si l'on utilise simplement de l'eau, du ciment et des adjuvants, nous avons un coulis. En ajoutant du sable à ces trois éléments, on obtient un mortier. Enfin l'ajout de graviers au mortier donne un béton.

Le béton est un matériau minéral confectionné depuis très longtemps à partir d'un mélange de ciment, d'eau et de granulats. La formulation s'est progressivement compliquée avec l'utilisation des additions minérales et des adjuvants si bien que les bétons actuels comportent de façon courante cinq constituants.

Le béton a un comportement évolutif : il est d'abord fluide ce qui lui permet de prendre toutes les formes possibles, puis progressivement il devient dur et très résistant. C'est un matériau qui paraît rustique et simple mais qui est en réalité très complexe et possède de multiples qualités. Il est associé à d'autres matériaux : de l'acier sous forme d'armatures passives ou précontraintes ou des fibres métalliques ou non. La pratique courante distingue trois origines de production du béton (Anger, 2014) :

- ✓ La production de chantier, qui est réalisée sur le site de l'ouvrage à construire ;
- ✓ La production BPE (béton prêt à l'emploi) qui est réalisée par une installation indépendante des chantiers ; elle met à disposition des chantiers du béton frais ;

- ✓ La production pour éléments manufacturés, qui est réalisée sur le lieu où sont fabriqués ces éléments manufacturés qui seront transportés, une fois durci, vers le lieu d'utilisation.

➤ **Coulis**

Les coulis sont composés généralement d'eau (E) et de ciment (C). Dès que l'on mélange le ciment avec de l'eau, l'hydratation va commencer et les propriétés de la pâte sont évolutives dans le temps. Tant que cette hydratation n'est pas trop avancée, la pâte reste plus ou moins malléable, ce qui permet de lui faire épouser par moulage la forme désirée. Mais après un certain temps, les cristaux d'hydrates prenant de plus en plus d'importance, le mélange se raidit, on dit qu'il fait prise, et le matériau commence alors à s'apparenter plus à un solide qu'à un fluide.

➤ **Mortier**

Le mortier est un matériau de construction, qui comporte l'eau, le ciment, le sable, les adjuvants et éventuellement des additions. Ils peuvent être très différents les uns des autres selon la nature et les proportions des constituants, le mélange, la mise en œuvre et la cure. Dans toute construction, il est essentiel d'associer entre eux les diverses compositions (blocs de béton, briques, éléments en béton préfabriqué, etc.) au moyen d'un mortier de ciment ou d'autre liant qui a pour but de :

- Solidariser les éléments entre eux ;
- Assurer la stabilité et la durabilité de l'ouvrage ;
- Comblent les interstices entre les blocs de construction.

#### ***4.1.2. Les composants***

##### **1. Le ciment**

La fabrication du ciment ainsi que ses caractéristiques ont été développées dans la section précédente (filère de ciment) relative à la valorisation des boues d'épuration dans le ciment. Les différents types de ciments ont une influence sur les propriétés des bétons. Selon l'application pour laquelle le béton va être utilisé, certains types de ciments vont être utilisés préférentiellement.

Pour certaines classes d'exposition ou certains ouvrages particuliers, des exigences relatives aux caractéristiques des ciments peuvent être requises (voir l'annexe 2 concerne le type du ciment et leur application).

##### **2. Les Granulats**

Les granulats sont composés par l'ensemble de grains minéraux qui selon leur granulométrie (comprise entre 0 et 125mm en général) se trouvent dans l'une des 7 familles suivantes : fillers ; sablons ; sables ; graves ; gravillons ; ballast ; enrochements.

Les granulats sont désignés par le couple d/D, avec d : granulométrie inférieure du granulat, D : granulométrie supérieure du granulat selon les normes [NF EN 12 620, XP P 18-545].

Les granulats utilisés pour la confection des bétons sont:

- Les fillers ( $D < 2\text{mm}$  avec au moins 85% de passant à 1,25mm et 70% de passant à 0,063mm);
- Les sables ( $d=0$  et  $D=4\text{mm}$ ) ;
- Les gravillons ( $d=2\text{mm}$  et  $D=63\text{mm}$ );
- Les graves ( $D=63\text{mm}$ ).

La résistance du béton augmente avec la variété des calibres mélangés. Selon l'origine des granulats, leurs caractéristiques seront diverses et pourront avoir une influence sur le béton.

### **3. L'eau**

Essentielle à l'hydratation du ciment, l'eau de gâchage participe aussi à l'ouvrabilité du béton. Elle doit être exempte d'impuretés nuisibles telles que les acides, les matières organiques, les sels et les alcalins. L'eau employée pour la fabrication du béton doit répondre à la norme [NF EN 1008]. Le dosage en eau doit être précis. En raison, c'est l'eau qui permet de commencer la réaction de prise et qui confère au béton sa plasticité et donc son ouvrabilité. Elle ne doit pas être utilisée avec excès sous risque de diminuer les résistances mécaniques et la durabilité du béton. En effet, lorsque l'eau disparaît, elle laisse place à des vides qui ne seront plus comblés. Dans quelques cas, cela peut altérer la qualité du béton et sa durée de vie.

### **4. Les adjuvants**

Les adjuvants (défini selon la norme [NF EN 934-2]), sont des produits chimiques incorporés à basse dose généralement inférieure à 5 % de la masse de ciment aux bétons, mortiers ou coulis lors du mélange ou avant la mise en œuvre, encourage les modifications recherchées fondamentalement sur les propriétés des ouvrabilités et les propriétés mécaniques, etc., à l'état frais ou durci. Il est aussi possible de jouer sur de nombreuses propriétés du béton. Il existe, à l'heure actuelle, une multitude d'adjuvants, répondant à la norme [NF EN 934-2], ayant des rôles bien précis :

- ❖ Les plastifiants ou superplastifiants permettent de réduire la teneur en eau, sans modifier la consistance et vice-versa ;
- ❖ Les entraîneurs d'air permettent d'intégrer pendant le malaxage une certaine quantité des bulles d'air ;
- ❖ Les accélérateurs de prise abaissent le temps de transition du mélange pour passer de l'état plastique à l'état solide ;

- ❖ Les accélérateurs de durcissement accroissent uniquement la vitesse de développement des résistances initiales du béton ;
- ❖ Les retardateurs de prise accroissent le temps de transition du mélange pour passer de l'état plastique à l'état solide.

Chaque adjuvant possède une propriété fondamentale et souvent des effets secondaires qui peuvent être souhaités ou non. Le choix du type d'adjuvant s'effectue en fonction de l'effet principal recherché (Bernier, 2004).

La tendance actuelle consiste à ajouter, quasi systématiquement, un ou plusieurs adjuvants à la formulation du béton. Cependant, il est judicieux de s'assurer de leur compatibilité au sein du matériau et de vérifier que leurs effets ne se contrarient pas (Bernier, 2004).

## 5. Les additions

L'addition définit selon la norme européenne [NF EN 206-1] comme un «matériau minéral finement utilisé dans le béton afin d'améliorer certaines propriétés ou lui conférer des propriétés particulières». Par leur finesse et par leur réactivité plus ou moins importante en présence de ciment, les additions provoquent des modifications significatives des propriétés des matériaux cimentaires (bétons, mortiers, pâtes, coulis). En général, l'ajout d'additions minérales permet:

- D'améliorer l'ouvrabilité et l'homogénéité du béton frais ;
- D'élever l'efficacité du liant, éventuellement diminuer son dosage ;
- D'atténuer le retrait et les risques de fissuration ;
- D'améliorer la résistance du béton aux agressions extérieures (durabilité).

### 4.1.3. Propriétés du béton

Rappelle que le terme «béton» recèle une ambiguïté. Le matériau doit en effet être considéré sous deux formes (Anger, 2014):

- Le béton frais, malaxage homogène de matières premières solides en suspension dans l'eau : c'est l'état dans lequel il se trouve lors de sa fabrication. Il se trouve en état foisonné dans et à la sortie des appareils assurant l'obtention d'un mélange homogène, et en état compacté dans son coffrage, après mise en place et damage, serrage ou vibration ;
- Le béton durci, solide dont les propriétés physiques et mécaniques s'acquièrent au cours des réactions physico-chimiques qui se déroulent entre ses composants à vitesse relativement rapide au début, puis à vitesse fortement décroissante avec le temps.



Le béton est un matériau composite. Ses propriétés dépendent de la nature et de la qualité de ses composants, mais aussi de leurs proportions relatives. S'agissant des propriétés, il convient de distinguer celles qui concernent le béton frais et le béton durci.

En se limitant aux points de vue du maître d'ouvrage, du concepteur et de l'entreprise qui réalisent des travaux, un béton peut être caractérisé par trois critères : (i) la durabilité et l'ouvrabilité (ii) la résistance à la compression du béton durci, qui garantissent la pérennité et la sécurité des ouvrages, d'une part, et d'autre part, (iii) la consistance ou la maniabilité du béton frais, qui mesure sa facilité de mise en œuvre. Ces propriétés dépendent de la qualité des constituants, mais aussi de la constitution du béton, c'est-à-dire des quantités des différents constituants contenus dans 1m<sup>3</sup> de béton en place.

### A. Ouvrabilité

L'ouvrabilité qui décrit les propriétés d'écoulement des matériaux à l'état fluide est mesurée en physique par des appareils de type rhéomètre ou viscosimètre. Il en trouve très peu utilisable sur chantier. Plus couramment, on mesure l'aptitude au placement du béton par une expérience simple et facile d'exécution : c'est l'essai d'affaissement au cône d'Abrams. On moule un cône de béton et on mesure son affaissement vertical après démoulage. Aussi la consistance tend vers une consistance fluide, l'affaissement est plus important. La consistance varie alors de «ferme» (affaissement de 10 à 40mm correspondant à la classe S1) à «fluide» (affaissement supérieur à 220mm correspondant à la classe S5). Généralement, l'essai d'affaissement selon la norme [NEN 12350-2], d'autres essais permettent de mesurer la consistance, notamment :

- L'essai véné selon la norme [EN 12350-3] ;
- L'essai d'indice de serrage selon la norme [EN 12350-4] ;
- L'essai d'étalement sur table selon la norme [EN 12350-5].

Globalement, il s'agit de former un cône de béton dans un moule. Au démoulage du cône, le béton frais s'affaisse. L'importance de cet affaissement dépend de la consistance du béton ainsi que de la façon dont a été mis en place le béton dans le moule. La norme [NF EN 206-1] définit pour les bétons à teneur en eau courante cinq classes de consistance répertoriées dans le tableau 20.

Tableau 20: Classes de consistance des bétons (Chen, 2012).

Classe	S1	S2	S3	S4	S5
Affaissement	De 0 à 4 cm	De 5 à 9 cm	De 10 à 15 cm	De 16 à 21 cm	>22 cm
Observation	Ferme	Plastique	Très plastique	Fluide	Béton auto-plaçant

### B. Résistance

La principale qualité du béton est de posséder une forte résistance à la compression. Cependant, la résistance à la traction est nettement moins performante. La résistance mécanique du

béton est évolutive, elle renforce beaucoup au cours du premier mois après coulage. On considère que cette valeur est stable et quasi-maximale à 28 jours.

La résistance des bétons durcis à 28 jours peut être mesurée sur des éprouvettes cylindriques ou cubiques, et peut être définie par l'une des deux valeurs suivantes.

- ✓ Fck-cyl : résistance caractéristique (fractile 5%) en compression du béton déterminée par les essais sur éprouvettes cylindriques (trois dimensions sont utilisées :  $\Phi=150\text{mm}/H=300\text{ mm}$ ,  $\Phi=160\text{mm}/H=320\text{ mm}$ ,  $\Phi=110\text{mm}/H=220\text{ mm}$ ) ;
- ✓ Fck-cube : résistance caractéristique (fractile 5%) en compression du béton déterminée par les essais sur éprouvettes cubiques (côté: 100 ou 150mm).

**Tableau 21: Classes de résistance à la compression pour les bétons (Chen M. , 2012)**

Classe	fck-cyl (en $\text{N}/\text{mm}^2$ )	fck-cube (en $\text{N}/\text{mm}^2$ )
C 8/10	8	10
C 12/15	12	15
C 16/20	16	20
C 20/25	20	25
C 25/30	25	30
C 30/37	30	37
C 35/45	35	45
C 40/50	40	50
C 45/55	45	55
C 50/60	50	60
C 55/67	55	67
C 60/75	60	75
C 70/85	70	85
C 80/95	80	95
C 90/105	90	105
C 100/115	100	115

### C. Durabilité

La durabilité du béton est un fait reconnu et attesté par la pérennité des ouvrages exposés à des conditions climatiques ou d'environnement le plus varié. Les ouvrages usuels, réalisés en bétons courants, aussi dans le milieu marin, les autoroutes, les viaducs soumis à l'action du gel et résistent au fil des années aux multiples agressions physico-chimiques auxquelles ils sont soumis. La notion de durabilité est donc indissociable de celle de qualité à tous les niveaux et, en particulier, de celle du matériau béton. L'exigence de qualité est devenue aujourd'hui une nécessité, car elle est la garantie d'avantages techniques et, en particulier, de durabilité. Elle est aussi un facteur d'économie par sa contribution à la limitation des coûts de maintenance

#### 4.1.4. Influence des composants du béton sur ses propriétés

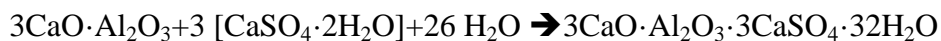
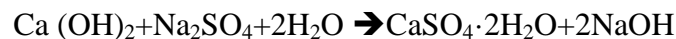
En présence d'eau, certains constituants peuvent réagir chimiquement, ce qui est susceptible de provoquer des changements dans les propriétés chimiques, physiques et mécaniques du béton.

##### 1. Granulats actifs

La taille des particules et la proportion de granulats actifs ont une conséquence importante sur l'expansion. L'ajout de poudre de silice fine au mélange permet la réduction ou l'élimination de la dilatation due à la réaction alcali-granat décrite précédemment. Si le malaxage contient moins de particules de minéraux actifs, l'ajout de granulats réactifs précipite l'expansion. En contre, au-delà d'un certain seuil, l'ajout de granulats réactifs peut être atténué l'expansion. C'est ainsi que l'ajout de poudre de silice active, de pouzzolane ou de cendres volantes de charbon peut réduire l'expansion (Chen, 2012).

##### 2. Sulfates

Les sulfates de Na ou K peuvent réagir avec l'hydroxyde de calcium et générer du sulfate de calcium, lequel par réaction avec l'aluminate de calcium peut générer de l'étringite (Basista & Weglewski, 2008). Avec la présence d'étringite expansible, le volume solide augmente, ensuite créant des contraintes mécaniques pouvant provoquer des fissures qui causeront des dommages. Par exemple avec le sulfate de sodium, les équations suivantes peuvent intervenir :



Généralement, le taux d'érosion est accéléré avec l'accroissement de la concentration des ions des sulfates (Chen, 2012). Celle-ci doit être moindre à 0,1% pour le béton non armé. Pour les sables, la teneur en sulfates doit être inférieure à 0,2% conformément à la norme [NF EN 196-2]. Pour des concentrations plus augmentées, au-delà de 0,5 à 1% environ, l'érosion continue d'augmenter, mais de manière moindre (Chen, 2012). La proportion d'érosion du béton dépend aussi de la disponibilité des sulfates.

## 5. Principes et méthodes de l'évaluation environnementale

### 5.1. Cadre général : Norme ENV 12-920

La valorisation de sous-produits dans le domaine de la construction doit forcément passer par l'évaluation des impacts environnementaux des ouvrages intégrant ces résidus. Cette évaluation permet de s'assurer de l'éco-compatibilité de ce mode de gestion vis-à-vis de l'environnement. L'éco-compatibilité est définie comme une situation où les flux de polluants émis par les déchets, placés dans un certain contexte chimique, physique, biologique, et hydrogéologique sont

compatibles avec les flux de polluants acceptables par les milieux récepteurs du site concerné (Chahidi , 2005). Pour étudier la valorisation d'un déchet dans un scénario impliquant un contact avec un lixiviat, il faut analyser au préalable sa composition dans des conditions relatives à ce scénario.

Une méthode d'évaluation environnementale a été détaillée par la norme européenne [EN 12920]. Caractérisation des déchets-méthodologie pour la détermination du comportement à la lixiviation d'un déchet dans des conditions spécifiées), dont le but est de caractériser le comportement à la lixiviation du déchet dans des conditions spécifiées pour pouvoir prédire son comportement à court terme et aussi long terme. Cette norme définit une méthodologie qui vise à garantir la prise en compte des propriétés spécifiques du déchet et des conditions du scénario (Imyim, 2000).

## **5.2. Différents tests de lixiviation**

Divers protocoles de tests de lixiviation présentent pour comprendre et caractériser le comportement à court et à long terme des déchets. Ces méthodes peuvent être divisées en deux groupes principaux: les tests d'extraction, sans renouvellement du lixiviant, et les tests dynamiques pour lesquels il y a renouvellement du lixiviant (Chen, 2012). L'annexe 3 présente les différents tests d'extractions utilisées généralement en monde selon la littérature (CEN/TS 14429; CEN/TS 14997; NF EN 12457; NF EN 15863; NF EN 15864; CEN/TS 14405), ainsi qu'il contient un tableau issu des travaux (Van et al., 2009), agrémenté des méthodes normalisées européennes.

Les travaux de la lixiviation à l'échelle de laboratoire font apparaître que les mécanismes de mise en solution des espèces présentes dans les déchets sont différents selon les éléments chimiques. Les études à l'échelle de laboratoire ont permis d'évaluer l'évolution de déchets dans différents scénarios, mettant en évidence des comportements différents selon les déchets et les scénarios d'exposition.

## **6. Revue de littérature sur la modélisation des processus de lixiviation**

Compte tenu de la complexité des phénomènes et des échelles de temps et de volume nécessairement limités des essais réalisés au laboratoire, ces derniers sont difficilement directement extrapolables au comportement réel des déchets stockés ou valorisés à l'échelle de terrain et sur le long terme. Cependant, l'évaluation des risques nécessite l'estimation de ce comportement et du relargage des polluants. Dans cette conception, la mise en place d'un modèle a pour but, via la simulation numérique du scénario envisagé, de fournir une prédiction de ce comportement.

### 6.1. Généralités sur la modélisation et les modèles

Étape principale des études d'évaluation environnementale de la valorisation ou du stockage de déchets minéraux, la modélisation peut répondre à deux objectifs :

- ✓ L'apport de connaissances: la cohérence entre la simulation et les résultats expérimentaux permet de confirmer les hypothèses sur lesquelles se base le modèle ;
- ✓ La prévision du comportement à la lixiviation. Les résultats des essais de laboratoire ne permettent pas de rendre compte du comportement à long terme et à l'échelle terrain du déchet. La modélisation permet donc par simulation de généraliser les résultats des essais de laboratoire aux conditions réelles de valorisation ou de stockage. Une validation préalable du modèle est, toutefois, essentielle pour s'assurer de la fiabilité de cette prédiction.

La modélisation peut être définie comme la description simplifiée d'un système d'un phénomène ou d'un processus, en vue d'en étudier le déroulement par simulation (Peyronnard, 2008). Le modélisateur est donc amené à élaborer les simplifications permettant une description suffisante (par rapport aux objectifs) et satisfaisante du fonctionnement du système. Deux types de représentation du fonctionnement d'un système nous intéressent particulièrement:

- ❖ Le modèle conceptuel: représentation schématique ou verbale des relations (caractéristiques du système) entre les causes (entrées du système) et les effets (sorties du système) du système et de son fonctionnement ;
- ❖ Le modèle mathématique: les relations sont décrites par un système plus ou moins complexe d'équations mathématiques. La solution analytique ou numérique d'un tel modèle doit permettre l'estimation du comportement pour les conditions du scénario envisagé (Peyronnard, 2008).

L'étude du comportement à la lixiviation d'un déchet demande une modélisation de la matrice solide (assemblage de phases minérales, mécanismes de rétention des polluants), du schéma réactionnel (réactions susceptibles d'avoir lieu et influences des paramètres externes sur celles-ci), et des processus de transfert de matière.

La conception d'un modèle mathématique consiste à modéliser des relations mathématiques entre les entrées et les sorties d'un système. D'après la démarche utilisée et/ou le type de relation recherchée, quatre types de modèles peuvent être classifiés: les modèles empiriques, les modèles déterministes, les modèles stochastiques, les modèles à base de règles floues (Crest, 2007).

## 6.2. Vue holistique des modèles géochimiques

Les systèmes naturels, ou perturbés de manière anthropique, sont complexes. Plusieurs processus peuvent influencer sur la circulation et la distribution des contaminants. Ces processus sont couplés et interdépendants.

- **Réactions chimiques** : Les réactions chimiques déterminent la nature et la forme des espèces chimiques dans le système considéré, et conditionnent ainsi le partage des espèces entre les différentes phases.
- **Transport** : Les produits chimiques sont déplacés ou transportés par convection (la phase fluide en mouvement, généralement une solution aqueuse, transporte avec elle les espèces dissoutes), et par dispersion hydrodynamique résultant des phénomènes de diffusion moléculaire et de dispersion cinématique).
- **Processus biologique** : Les activités microbiennes peuvent modifier la forme des espèces en présence, ou modifier le contexte physico-chimique (pH et redox notamment).
- **Écoulement des fluides** : Les réactions de précipitation et de dissolution peuvent diminuer ou augmenter la porosité et la perméabilité du milieu, et peuvent changer la vitesse d'écoulement. Cela peut affecter le transport advectif-dispersif des contaminants.
- **Transfert de chaleur** : L'écoulement des fluides et les réactions chimiques sont souvent induits ou augmentés par le flux d'énergie. Les fluides agissent également comme des médias pour les transferts de chaleur (Zhu, 2002).

## 6.3. Typologie des modèles géochimiques

Les modèles géochimiques ont été largement examinés dans la littérature (Appelo, 2005; Chahidi, 2005; Chen, 2012). Ils permettent d'évaluer l'évolution d'un système depuis son état initial vers un état d'équilibre thermodynamique en calculant la répartition des éléments entre leurs différentes formes chimiques potentielles (spéciations). Ce calcul se base sur des bilans de masse (éléments, électroneutralité...), des lois d'actions de masses (représentatives des équilibres thermodynamiques) et éventuellement des lois d'évolutions (cinétiques de réactions).

En général, les modèles géochimiques peuvent être séparés en fonction de leurs niveaux de complexité. Les modèles de Spéciation-Solubilité ne contiennent aucune information spatiale ou temporelle, et sont parfois appelés modèles de zéro-dimension. Les modèles de réaction simulent les étapes successives d'une réaction du système en réponse à la masse ou au flux d'énergie. Certaines informations temporelles sont insérées en termes de progression de la réaction, mais aucune information spatiale est contenue. Les modèles couplés réaction/transport contiennent à la fois des informations spatiales et temporelles sur les réactions chimiques, avec une complexité qui est souhaitée pour des applications environnementales, mais ces modèles sont complexes à utiliser.

### 6.3.1. Modèles de spéciation-solubilité

Les modèles de spéciation-solubilité peuvent répondre à trois questions principales:

1. Quelles sont les concentrations et les activités des espèces ioniques et moléculaires dans une solution aqueuse ?
2. Quels sont les états de saturation à l'égard de divers minéraux dans le système, et donc le sens des réactions qui pourraient se produire vers la réalisation de l'équilibre ?
3. Quelle est la répartition des espèces stables sur les surfaces ou les échangeurs d'ions qui sont à l'équilibre avec la solution aqueuse ?

Les modèles de spéciation-solubilité s'occupent d'un système fermé, statique, ou batch. Toutefois, ils servent également de base pour les modèles de transport réactif discuté ci-après. Les calculs d'équilibre sont également utiles pour évaluer les taux cinétiques en fonction de l'écart à l'équilibre. Les applications directes de la spéciation-solubilité dans les modèles incluent l'évaluation de la biodisponibilité, car la toxicité de certains contaminants (par exemple, le chrome et l'arsenic) varie considérablement pour différentes espèces.

Deux types d'algorithmes sont utilisés dans les modèles de spéciation-solubilité: ceux qui emploient des constantes d'équilibre, et ceux qui utilisent la minimisation de l'énergie libre. La plupart des modèles géochimiques appartiennent au premier type (Zhu, 2002).

### 6.3.2. Modèles de réaction

Les modèles de réaction calculent une séquence d'états d'équilibre impliquant le transfert de masse progressive ou par étapes entre les phases dans un système, ou l'addition ou la soustraction progressive d'un réactif à partir du système, éventuellement accompagnée d'une décroissance ou d'un décroissement de la température et de la pression (Chen, 2012) Le transfert de masse calculé est basé sur les principes d'équilibre de masse et de l'équilibre thermodynamique.

### 6.3.3. Modèles couplés réaction/transport

Les processus qui affectent le partage des contaminants entre les phases et le mouvement des contaminants sont couplés.

Les modèles incluent des solutions pour les équations différentielles partielles qui décrivent les transports advectif-dispersif, et des solutions pour les équations algébriques qui décrivent l'équilibre chimique. Dans ces modèles, les réactions chimiques sont évaluées sur des échelles temporelles et spatiales.

## **Conclusion du chapitre**

Plusieurs études portant sur l'utilisation des cendres de boues d'épuration en substitution dans la fabrication du ciment ou dans les matériaux cimentaires aussi peuvent entrer dans des formulations de béton ou de mortier. Les pires cas mentionnent environ 30% de diminution de la résistance mécanique (compression et flexion) et aussi pour un taux de substitution de 20% (Pan et al, 2002). Seuls quelques auteurs ont montré une résistance similaire ou supérieure à la référence avec un maximum de 5% (Pinarli, 2000), 10% (Tay & Show , 1992) pour le ciment et aussi 15% (Fontes, 2004), de boues dans les mortiers. Pour ce qui concerne l'impact environnemental, peu d'informations sont disponibles quant à la valorisation de boues d'épuration dans les matériaux cimentaires (Fontes, 2004) et aucune comparaison n'a été faite avec du béton de référence.

Les conséquences de l'apport des cendres de boues d'épuration sur les propriétés des mortiers et du béton sont plus ou moins perceptibles selon les caractéristiques des boues utilisées dans chaque étude dans la littérature. La variabilité inhérente de ce type de résidu demeure une difficulté majeure à la généralisation des résultats.

Dans la filière de valorisation des boues calcinées en 950°C, au ciment, un intérêt spécifique est porté à la composition physico-chimique et minéralogique. Celle-ci est liée à la nature et d'origine des boues utilisées. Généralement, les caractéristiques des boues sont, rationnellement, assez similaires à celles des matériaux naturels issus des carrières (argile et calcaire). Les études récentes menées ont montré la possibilité d'utilisation des cendres de boues d'épuration comme substitution partielle des matières premières dans la fabrication du ciment. Ces filières étaient investiguées, car elles permettent un traitement thermique qui a pour but de détruire les contaminants anthropiques par les éléments traces métalliques (ETM) et/ou les composés traces organiques (CTO). Les cimenteries bénéficient d'un très important retour d'expériences en ce qui concerne l'utilisation de matières alternatives, souvent des déchets. Il faut que les grands groupes prennent en considération les boues d'épuration après l'incinération comme une véritable ressource minérale, qui leur permet de faire des économies dans l'exploitation de leurs carrières, et non comme un banal déchet à éliminer.

Pour la filière, béton et mortier présentent certains intérêts majeurs, car le béton et mortier est un matériau utilisé en très grande quantité dans le monde à divers travaux. Alors, les boues d'épuration peuvent entrer dans des formulations de béton et de mortier avec ou sans traitement thermique. Dans les deux cas, il est alors possible d'atteindre des résistances similaires ou supérieures à un béton ordinaire. Donc l'utilisation des boues d'épuration peut être considérée comme un gisement alternatif de matériaux. Ainsi, leur utilisation permet une économie de



ressources minérales en évitant l'extraction des matières premières. En préservant les ressources naturelles, le béton acquiert un caractère plus respectueux de l'environnement.

L'objectif de ce travail est de caractériser les rejets des boues d'épuration. Ce qui permet de déterminer les manières de valorisation possibles, et les conditions opératoires favorables pour une réutilisation de ces déchets qui peuvent réduire les risques sur l'environnement et sur la santé humaine.

Comme cela a été vu dans la synthèse bibliographique, plusieurs métaux lourds ont été cités comme étant présents dans les boues d'épuration. En contact avec de l'eau, ceux-ci peuvent être lixiviés et lessivés vers des cibles environnementales. Avec la substitution partielle du ciment par les boues pour la fabrication du béton, les métaux lourds peuvent réagir avec les composants du ciment et l'eau, formant ainsi des produits plus stables. Par ailleurs, la production des produits d'hydratation du ciment peut stabiliser et finalement retenir les métaux lourds évitant ainsi tout contact avec l'environnement. C'est pourquoi il est important d'étudier l'ensemble de ces phénomènes dans le cadre de l'évaluation environnementale du scénario.

La démarche vise à répondre à deux questions essentielles. En premier temps, il convient de vérifier si les matériaux incorporant les boues répondent aux critères de performance (spécifications techniques et mécaniques) de tels matériaux. Dans l'évaluation où la réponse à cette première question est possible, il faut donc s'assurer que les matériaux incorporés ne seront pas présents d'impacts sanitaires ou environnementaux jugés inacceptables. C'est pourquoi dans cette thèse, les deux points concernant la faisabilité technique et la faisabilité environnementale ont été abordés, constituant ainsi une approche générale vis-à-vis d'un scénario de valorisation.

La démarche suivie tout au long de l'étude est montrée dans le chapitre suivant. En ce qui concerne la faisabilité technique, une méthode pragmatique de formulation et tests mécaniques ont été suivis. Ensuite, la méthode d'évaluation environnementale selon la norme [EN 12920] a servi de cadre méthodologique, car nous l'avons jugée robuste et efficace pour le type de scénario envisagé. Cette norme qui vise à garantir la prise en compte des propriétés spécifiques du déchet et des conditions du scénario d'après la littérature. En effet, l'approche scénario, la caractérisation du déchet, les essais de lixiviation à différentes échelles démontrées, et la mise en œuvre d'une modélisation sont autant d'éléments préconisés par la norme [EN 12920].

---

# **Chapitre 2:**

# **Matériel et méthodes**

---

## **Introduction**

La caractérisation est la première étape qui est obligatoire et essentielle, dans nos recherches de la valorisation des boues d'épuration dans les matériaux de construction. Une bonne connaissance de boue est indispensable et principale pour optimiser la probabilité de trouver une valorisation optimale. Aussi, cette phase est décisive, pour apprécier le potentiel de la valorisation de chacune des voies et réorienter les boues d'épuration vers les filières les plus adéquates.

La caractérisation des compositions physiques, chimiques et minéralogiques des boues d'épuration est importante afin de s'assurer de la compatibilité des boues avec le milieu cimentaire et de béton ainsi que le mortier. C'est pour cela que la caractérisation des boues d'épuration fera l'objet d'une étude plus approfondie dans ce chapitre. La première section de ce chapitre présente une description des stations de prélèvements des boues étudiées, à savoir la localisation des stations de traitement des eaux usées, aussi que les conditions de prélèvement. La deuxième section présente le principe des essais et les matériels employés pour déterminer les différentes caractéristiques des boues étudiées.

Pour répondre aux différents objectifs de cette recherche, les expériences ont été subdivisées en trois grandes sections qui figurent au dessin ci-dessous (figure 11).

Tout d'abord, une caractérisation approfondie des boues d'épuration a été réalisée. Donc, cette caractérisation avait pour objectif de tester que les boues d'épuration pouvaient répondre à un certain nombre de critères:

- Contenus conformes à ceux d'un déchet inerte,
- Contenus minéralogiques conformes à un matériau pouzzolanique.

Dans un deuxième temps, les matériaux de construction ont été préparés. Pour cette partie, il a fallu mettre au point une formulation satisfaisante et vérifier que les propriétés mécaniques des matériaux répondaient bien aux caractéristiques d'usage.

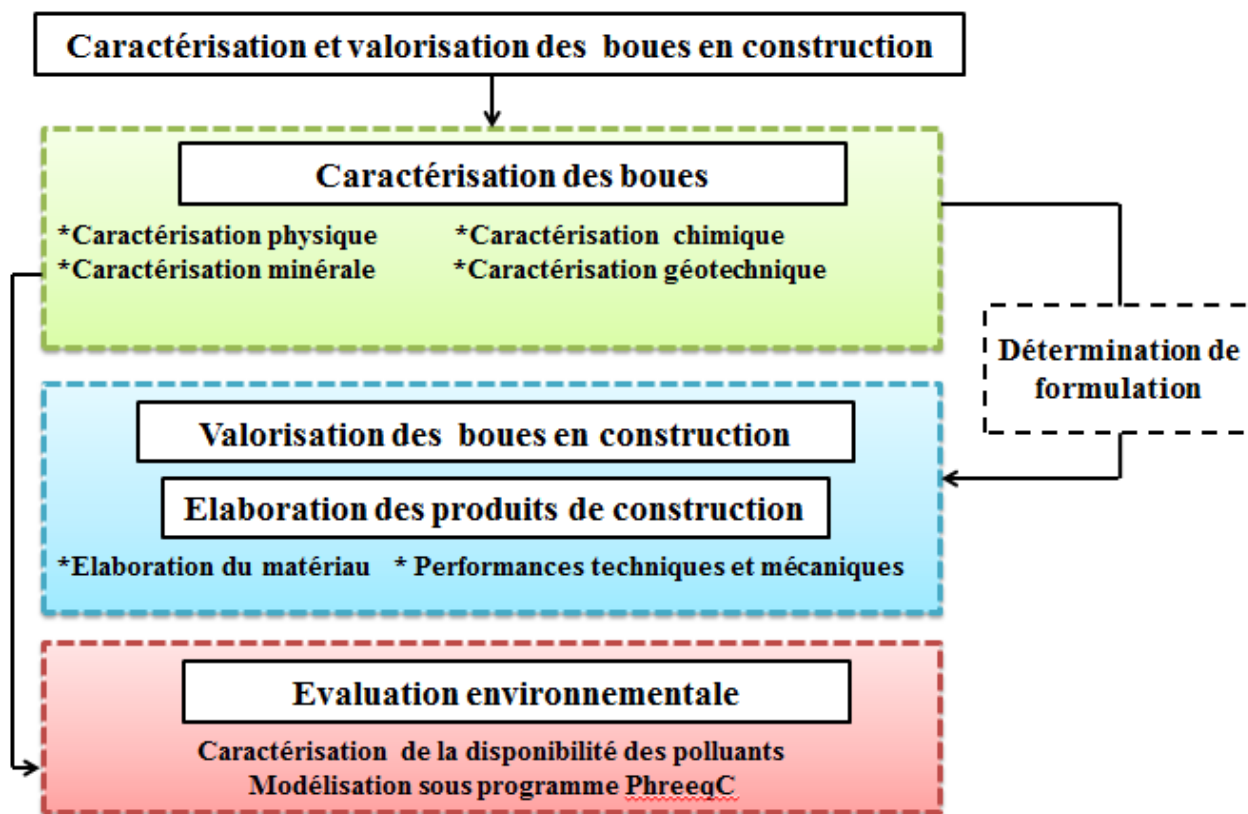


Figure 11: Trois volets de caractérisation développés pour l'évaluation du scénario de valorisation considéré

## 1. Origine et prélèvement des boues d'épuration étudiées

### 1.1. Localisation de boues prélevées

Les boues d'épuration utilisées pour cette étude ont été échantillonnées à partir de deux stations d'épuration de la ville de Houribga et la ville de Khénifra. Il s'agit des stations de traitement par boues activées pour la première STEP et la deuxième par le traitement de lit bactérien. Ces STEP recevant uniquement des eaux usées domestiques. La figure 12 et le tableau 22 ci-après montrent la répartition géographique des deux stations d'épuration étudiées.

Le choix de ces STEP a été fait, car les deux STEP étudiés sont évacués des boues d'épuration vers les décharges publiques. Cette situation engendre déplacement d'importantes quantités des boues vers les décharges. En conséquence, avec l'absence de filière de valorisation adéquate, ces boues ne cessent d'augmenter d'une année à l'autre. De plus, sur le plan environnemental, cette situation présente une source de nuisance sérieuse sur les plans paysage et sanitaire. Donc, la nécessité de réfléchir à d'autres filières de traitement et/ou de valorisation adaptées au contexte local et environnemental.

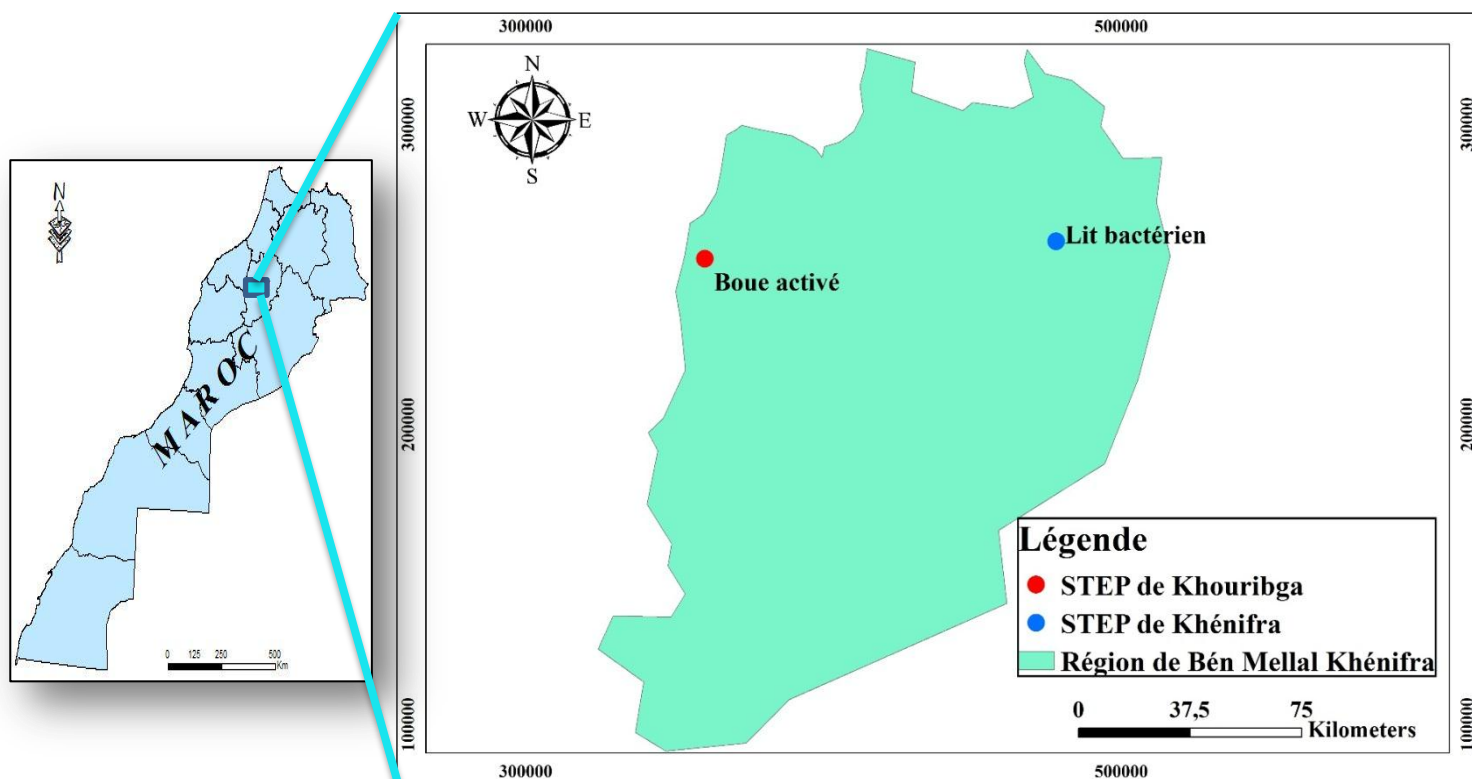


Figure 12: Localisation géographique de deux STEP étudiées

Tableau 22: Caractérisation de deux STEP étudiées

Stations d'épuration	Coordonnées géographiques	Procédé de traitement des eaux usées	Procédé de traitement des boues résiduaires	Gestionnaire
<b>Khouribga</b>	Longitude :-6,936088 Latitudes : 32,847696	Boue activé	Mise en décharge	OCP
<b>Khénifra</b>	Longitude :-5,676324 Latitudes : 32,909083	Lit bactérien	Mise en décharge	ONEP

Plusieurs auteurs (Assobhei et Mountadar, 2006; Chennaoui, 2007) ont fait l'essai d'estimation des quantités des boues d'épuration au Maroc en 2006 et 2007 dans le cadre du projet Morocomp et ils ont considéré une moyenne de 40g MS/hab/j (Matière sèche par habitant par jour) sous forme de boues générées du traitement des eaux usées.

La population du Maroc compte presque 34 millions d'habitants d'après les résultats du recensement général de la population et de l'habitat de 2014, générant ainsi une production potentielle des boues de 511000 tonnes/an. Nous allons donc procéder de la même façon pour faire le calcul au niveau des deux STEP étudiées (voir le tableau 23 qui présente les résultats de cette estimation des quantités des boues produites).

Tableau 23: Quantités de boues calculées dans les deux STEP étudiées

STEP	Nombre d'habitants Raccordés	Quantité de boues estimée (tonnes/an)
<b>Khouribga</b>	542125	7915,025
<b>Khénifra</b>	117510	1715,646
<b>Total</b>	659635	9630,671

La quantité des boues connaîtra donc une importante augmentation pendant les années à venir surtout que le plan national d'assainissement liquide prévoit une augmentation des nombres d'habitats raccordée dans le réseau d'assainissement liquide ainsi que l'amélioration de mode de vie de la population ce qui engendre l'augmentation de la production des eaux usées.

### 1.2. Prélèvement des échantillons de boues

Dans ce travail, l'échantillonnage a été effectué sur des boues prélevées directement au niveau des tas de boues sèches accumulées au niveau ou à côté des STEP. Tous les échantillons de boues ont été tout d'abord séchés à l'air libre, puis broyés et enfin tamisés afin d'obtenir une poudre homogène à granulométrie inférieure à 2mm. Trois prélèvements de 5kg ont été réalisés pour tous les travaux de cette thèse. Les échantillons de boues ont été conservés à l'obscurité dans des seaux scellés pendant six mois au maximum.

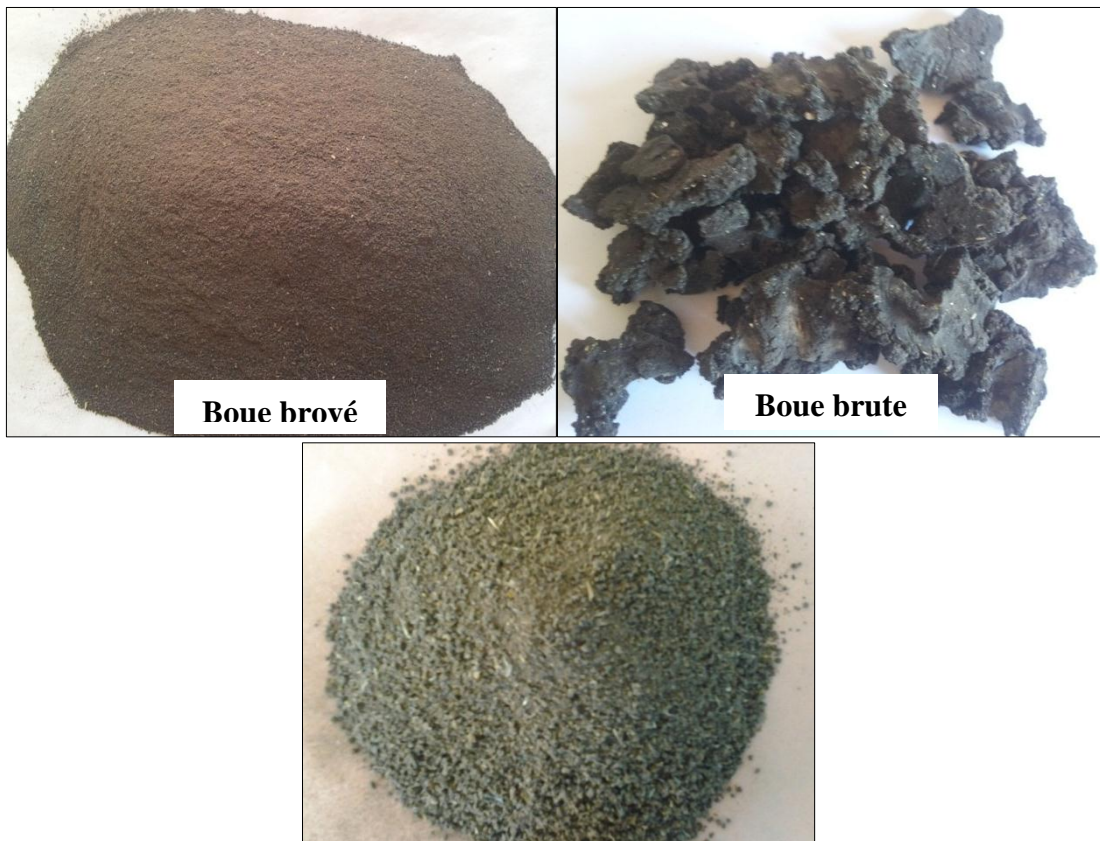


Figure 13: Aspect de boues de la STEP de Khouribga broyé et brute

## 2. Traitement des boues par l'incinération

L'incinération consiste à brûler les déchets à haute température. Parmi les avantages principaux de l'incinération des boues d'épuration, on cite la destruction des matières organiques (y compris celles qui sont toxiques) et la réduction du volume des boues par l'élimination de l'eau et aussi la réduction de la concentration des polluants (les métaux lourds et les bactéries) à plus haute température. L'incinération permet de récupérer l'énergie produite par la combustion des boues pour produire de l'électricité, car il peut représenter un bénéfice additionnel non négligeable, ainsi que des quantités relativement grandes de cendres, facilitant leur élimination sans risque sur l'environnement et la santé humaine. Les boues d'épuration brutes ont été incinérées dans le four électrique, aux différentes températures telles que 105, 250, 550 et 950°C pendant quatre heures, les boues calcinées sont refroidies à température ambiante de l'environnement du laboratoire et sous la pression atmosphérique dans le dessiccateur. La figure 15 montre l'aspect des cendres provenant de l'incinération.

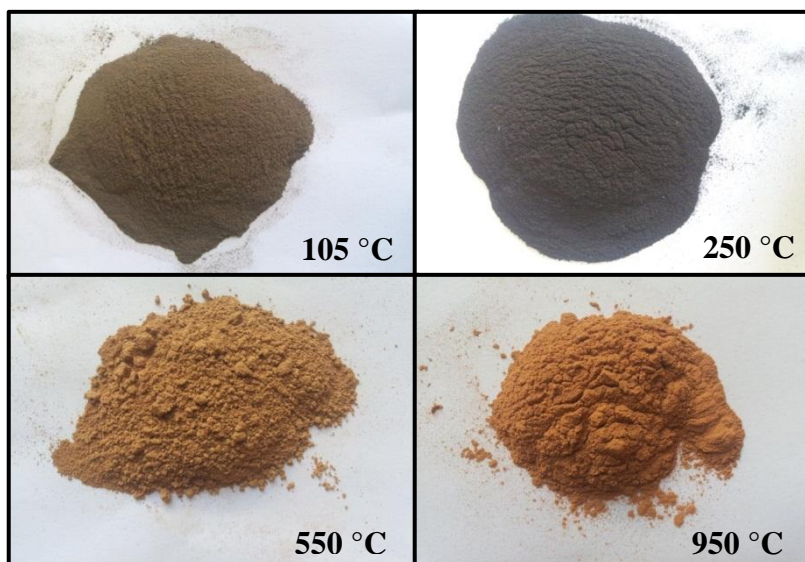


Figure 14: Aspects des boues d'épuration de la STEP de Khénifra calcinées à 105 °C - 950 °C

Les caractérisations effectuées sur les boues incinérées en différentes températures (105, 250, 550, et 950°C) pour les deux stations de traitement d'eaux usées de Khouribga et de Khénifra seront présentées dans la section suivante.

## 3. Caractérisation des boues

Dans un premier temps, il est nécessaire de caractériser les propriétés physico-chimiques, chimiques, minéralogiques et géotechniques des boues calcinées par plusieurs matériels telles que la fluorescence X, ICP-AES (Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry), la diffraction des rayons X (DRX), l'analyse thermique (ATG-ATD) et d'autres paramètres tels que le

pH et calcimétrie Le choix de ces techniques d'analyser nous permettra de bien caractériser les cendres de boues étudiées pour une valorisation bien adaptée au contexte local et environnemental.

### 3.1. Caractérisation physique

#### 3.1.1. Taux d'humidité

Le taux d'humidité a été mesuré conformément à la norme française [NF ISO 11465]. Des échantillons ont été placés dans un four à 105°C jusqu'à l'obtention d'une masse constante. Le taux d'humidité est alors calculé comme suit :

$$W_{eau} = \frac{M_{eau}}{M_{total}} \times 100$$

Où :

$W_{eau}$  : Taux d'humidité d'échantillon (en %);

$M_{eau}$  : Masse d'eau évaporée lors de l'essai (en g);

$M_{totale}$  : Masse initiale de l'échantillon (en g).

#### 3.1.2. Masse volumique, porosité et compacité

##### a. Masse volumique

Les masses volumiques des particules solides ont été déterminées avec la méthode du pycnomètre à eau, d'après la norme [NF P 94-054]. Ainsi, l'échantillon est séché et pesé, puis transféré dans un pycnomètre calibré et taré. Il permet de mesurer des volumes avec une grande précision. Le volume des particules est déduit par pesée à l'aide du pycnomètre en substituant de l'eau de masse volumique connue aux particules solides.

Pour déterminer la masse volumique apparente, la masse d'échantillons contenus dans des éprouvettes de 500ml a été mesurée. L'expérience a été répétée 10 fois.

La masse volumique réelle est définie par le rapport entre la masse de l'échantillon et le volume de sa partie solide. Pour cette mesure, un échantillon sec a été pesé ( $m_{éch}$ ) et inséré dans un pycnomètre à demi plein d'eau. Puis le pycnomètre a été rempli d'eau déminéralisée et pesé ( $m_1$ ). Enfin, le pycnomètre a été vidé, rempli uniquement d'eau déminéralisée et pesé ( $m_2$ ). La masse volumique réelle ( $P_{réelle}$ ) est exprimée comme le ratio de la masse de l'échantillon sec ( $m_{éch}$ ) par le volume du liquide déplacé par cette masse, d'après l'équation suivante:

$$P_{réelle} = \frac{m_{éch}}{\frac{m_2}{p_e} - \frac{m_1 - m_{éch}}{P_e}} = \frac{m_{éch} \times P_e}{m_{éch} + m_2 - m_1}$$

Où :



$m_{\text{éch}}$ : Masse de l'échantillon sec (en g);

$m_1$ : Masse du pycnomètre contenant l'échantillon et de l'eau (en g);

$m_2$ : Masse du pycnomètre rempli d'eau (en g);

$P_e$ : Masse volumique de l'eau (en g·ml).

L'expérience a été répétée 10 fois.

### ***b. Porosité***

La porosité a été analysée semblablement à la norme française [NF ISO11508]. La porosité d'un matériau est le volume des vides sur le volume total, elle s'exprime comme suit:

$$P = \frac{V_V}{V_{\text{éch}}}$$

Avec les mesures de la masse volumique, la porosité a été calculée selon l'équation suivante :

$$\varepsilon = \frac{V_V}{V_{\text{éch}}} = 1 - \frac{P_{\text{apparente}}}{P_{\text{réelle}}}$$

Ou:

$V_V$  : Volume des vides;

$V_{\text{éch}}$ : Volume de l'échantillon sec.

L'expérience a été répétée 10 fois.

### ***c. Compacité***

Est défini comme c'est le volume occupé par le granulat ( $V_S$ ) sur le volume total ( $V_T$ ):

$$C = \frac{V_S}{V_T}$$

La relation entre la porosité est la compacité :

$$P+C=100\%$$

On peut démontrer cette relation à partir de la masse volumique apparente et la masse volumique absolue. L'expérience a été répétée 10 fois.

### **3.1.3. Granulométrie**

Généralement, il existe plusieurs types de granulométrie. Dans cette thèse on utilise deux types qui montrés ci-après :

#### ***A. Granulométrie par tamisage***

L'analyse granulométrique a pour objectif de déterminer les dimensions et la distribution des grains constituant les deux matériaux étudiés. La technique de granulométrie est à adapter selon

la taille présumée des particules. Alors, la technique utilisée est le tamisage par voie sèche. L'essai consiste à classer les différents grains constituant l'échantillon en utilisant une série de tamis emboîtée les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas.

La granulométrie est réalisée selon une approche mécanique avec des échantillons secs et propres qui sont tamisés à sec durant 20min (durée optimale recommandée par (Berthois, 1975)) sur une colonne de 6 tamis de série (2000, 750, 550, 250, 125 et 63 $\mu$ m), sous la norme d'AFNOR [94-056], dans le but de déterminer les proportions granulométriques des boues

### ***B. Granulométrie par Sédimentologie***

Le principe de la sédimentométrie est basé sur la mesure de temps de sédimentation dans une colonne d'eau. La loi de Stokes qui décrit la vitesse de chute des particules permet de déterminer la taille des grains. La méthode la plus utilisée est la pipette de Rebinson qui permet mesurer la concentration en matière de la suspension à un temps donné et une hauteur donnée.

Ce test complète l'analyse de la granulométrie par tamisage, et permet de quantifier les fractions argileuses et limoneuses, dont le diamètre est inférieur à 63 $\mu$ m. La méthode consiste au préalable à mettre 50g de boue de chaque échantillon dans une éprouvette graduée avec de 100ml d'une solution du Na-hexamétaphosphate N/1000 (Ngon, et al., 2012), qui facilite la dispersion entre les argiles et les limons, puis on ajoute 20ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) pour éliminer la matière organique, ensuite on introduit le mélange préparé dans le cylindre. La suspension est agitée et placée dans un bain thermostaté. La pipette doit être immergée sur une profondeur de 20cm (hauteur de liquide initiale) dans cette suspension. Dans un premier temps, on peut supposer que les particules en suspension sont également dispersées dans toutes les couches transversales de la suspension. Au fil du temps, la sédimentation des particules a lieu, et selon la loi de Stokes, les plus grosses particules sédimentent plus rapidement que les plus petites. Des prélèvements de 10ml de suspension ont été pris avec la pipette (en bas du récipient de sédimentation) à différents moments (nous avons pris les mesures environ 26 secondes pour le sable, une heure pour le limon et 3 heures pour l'argile), et la quantité de particules recueillie est déterminée par séchage et pesée.

#### **3.1.4. Surfaces spécifiques**

La surface spécifique appelée aussi «Aire Massique», est le rapport entre la surface d'un solide et sa masse ou son volume. Donc, généralement on l'exprime comme une aire massique, en unités de surface par unité de masse (mètres carrés par gramme (m<sup>2</sup>/g)). La valeur de la surface spécifique d'un matériau dépend de la méthode de mesure utilisée. La connaissance de la surface

spécifique, est d'une grande importance dans la caractérisation d'une poudre ou d'un solide, quels que soient les domaines d'application : produit cimentière, catalyseurs, produits pharmaceutiques, PVC, noir de carbone, charbons actifs. Sa connaissance contribue à améliorer le contrôle de la réactivité d'un échantillon lorsque celui-ci sera mis en présence d'autres matériaux, car la vitesse de réaction varie avec l'état de division des matériaux.

Les surfaces spécifiques de poudre des boues ont été déterminées à partir de la surface réelle est la somme des surfaces des grains. Il est possible d'estimer la surface spécifique de particules à partir de la granulométrie. À partir de deux hypothèses : les grains sont sphériques et aussi tous les grains ont la même densité, la surface spécifique peut être calculée par l'équation suivante (Frohard,2014) :

$$S_{spé} = \frac{6}{\rho * Q}$$

Avec :

$S_{spé}$  : Surface spécifique

$Q$  : Rayon des grains sphériques

$\rho$  : Densité de la boue

### 3.1.5. Teneur en matière organique

Pour toutes les filières de valorisation des boues, la teneur en matière organique est un paramètre très important. Pour les filières de ciment, béton et mortier, plus la teneur est élevée, plus des caractéristiques indésirables à la valorisation sont à prévoir. La détermination de la proportion de matière organique s'avère donc indispensable. Les teneurs en matières organiques ont été déterminées avec les deux méthodes les plus couramment employées.

#### ➤ Principe des matières organiques par four

Les teneurs en matières organiques ont été déterminées à partir de la mesure du pourcentage pondéral de matière organique après calcination à 550°C pendant une durée de 4h selon la norme [NF EN 12879]. Il s'agit donc d'une estimation à partir de la matière volatilisée par calcination de la matière sèche. La fraction organique est déterminée par rapport à la masse sèche par l'équation suivante :

$$\% M.O = 100 * \frac{(P_1 - P_0) - (P_2 - P_0)}{(P_1 - P_0)}$$

Avec

$P_0$ = poids des creusets vides ;

$P_1$  = poids finals = poids des creusets avec l'échantillon ;

$P_2$  = poids des creusets + l'échantillon après la calcination.

➤ **Principe des matières organiques par analyse calorimétrique différentielle (ATD) & (ATG)**

La teneur en matière organique a été déterminée par analyse thermique différentielle (ATD) et analyse thermogravimétrique (ATG). L'appareil utilisé est un Labsys TG/DSC1600 de SETARAM dont le domaine de travail s'étend de l'ambiante à 1600°C (sous azote et air). Dans cette étude, la mesure a été réalisée sous air entre la température ambiante 0 et 1000°C.

Le Labsys TG/DSC1600 de SETARAM est constitué d'une structure intégrant le contrôleur et permettant d'associer le module balance à fléau avec les capteurs ACD (à flux) dans un four à résistance métallique. Une circulation d'eau permanente dans le four permet de réguler la température pendant l'essai et de sécuriser le refroidissement du four. L'appareil fonctionne avec un balayage de gaz, dirigé de bas en haut par deux coquilles qui entourent la tige de la canne de mesure. Les expérimentations ont toute été effectuées avec une canne ATG/ACD ambiante/1600°C.

Un logiciel origin.Pro version 12 permet d'exploiter les courbes d'analyse ATG/ATD obtenues ou de les exporter sous différents formats (Excel, Word). L'analyse par ATG/ACD a été réalisée au sein de laboratoire des procédés chimiques et matériaux appliqués (LPCMA) à la faculté poly-disciplinaire de Béni-Mellal.

### **3.1.6. Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI)**

Le pouvoir calorifique inférieur est une caractéristique de l'énergie libérée lors de la combustion d'un échantillon des boues d'épuration dans une bombe calorimétrique contenant un excès d'oxygène sous pression et est calculé à partir de la variation de la température observée durant la combustion de l'échantillon. Elle est exprimée en général kilojoules par kilogramme (noté  $\text{kJ/kg}$  ou  $\text{kJ}\cdot\text{kg}^{-1}$ ). Les analyses par PCI ont été réalisées au laboratoire d'usines de ciments de l'Atlas de Ben Ahmed avec un appareil de calorimétrie du type 6100.

### **3.2. Caractérisation minéralogique**

La caractérisation minéralogique consiste à déterminer en général les phases minéralogiques dans nos échantillons. Donc, cette technique a été réalisée par les méthodes conventionnelles telles que la calcimétrie, la calcination par le four et aussi par la diffraction des rayons X qui permet de déterminer semi-quantitativement les phases cristallines majeures telles que les carbonates, les silicates, et la chaux.

### 3.2.1. Teneur en CaCO<sub>3</sub> par la méthode de calcimétrie

Selon l'étude de (Schlosser, 2003), la teneur en CaCO<sub>3</sub> élevée d'une boue est un bon indice de sa résistance mécanique et de sa sensibilité à l'eau. La teneur en carbonates des boues est déterminée à partir de la méthode de calcimétrie conformément à la norme [NF P 94-048]. Cette méthode simple consiste à mesurer le volume de CO<sub>2</sub> dégagé dans un tube manométrique rempli d'eau saturée en NaCl, après attaque à l'acide chlorhydrique, suivant la formule:



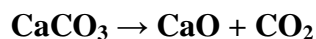
Une formule de correction (température-pression) permet de passer facilement du volume de CO<sub>2</sub> au pourcentage de CaCO<sub>3</sub> selon (Anger, 2014) :

$$\% \text{CaCO}_3 = (V_2 - V_1) \times (K / P) \text{ avec } K = 0,4 \times [293 / (273 - t)] \times (H / 760)$$

V<sub>1</sub> et V<sub>2</sub> correspondent au volume de départ et volume après réaction, P à la masse de boue et K au coefficient qui varie en fonction de la température t (en °C) et H : la pression atmosphérique (en mm Hg). L'expérience a été répétée 10 fois pour chaque échantillon étudié.

### 3.2.2. Teneur en CaCO<sub>3</sub> par la méthode de calcination

La calcination permet de mesurer directement la teneur de carbonate de calcium dans les boues. On place les échantillons pendant quatre heures dans un four à la température de 950°C. La perte de poids, après calcination, nous donne la teneur des carbonates, car ces dernières se décomposent, sous la haute température selon l'équation suivante:



Le calcul de la teneur de carbonate de calcium se fait après l'incinération des boues à la température de 950°C de même échantillon incinéré à la température de 550°C pour calculer la matière organique. La teneur de carbonate est calculée par l'équation suivante :

$$\% \text{CaCO}_3 = 100 * \frac{(P_1 - P_0) - (P_2 - P_0)}{(P_1 - P_0)}$$

Avec

P<sub>0</sub>= poids des creusets vides;

P<sub>1</sub>= poids des creusets avec l'échantillon calciné à 550°C;

P<sub>2</sub>= poids des creusets + l'échantillon après la calcination à 950°C.

L'expérience a été répétée 3 fois pour chaque échantillon étudié.

### 3.2.3. Analyse par diffraction des rayons X

La diffraction de rayons X est une méthode qui permet de déterminer les phases cristallines d'une matrice solide et donc les minéraux qui composent les boues. Elle permet donc de discriminer des espèces minérales de même composition chimique, mais de structures cristallines différentes. Généralement, le principe de l'analyse diffractométrique est celui de la diffraction par un réseau de plans cristallins, d'un faisceau de rayons X, selon la loi de Bragg:

$$\lambda = 2d \cdot \sin \theta$$

Avec :

$\lambda$ : longueur d'onde de la source ;

$d$  : espacement entre deux plans parallèles successifs du réseau cristallin ;

$\theta$  : angle entre le faisceau incident et le réseau de plans.

Chaque espèce minéralogique possède un réseau particulier et donc des distances inter-réticulaires singulières. Les angles auxquels ces différents plans diffractent sont ainsi spécifiques à chacun des matériaux minéraux et sont alors une signature de leur structure cristalline. Les diffractogrammes sont tracés en représentant l'intensité du signal diffracté en fonction de l'angle de diffraction. Les pics sont par la suite comparés à la base de données de programme de traitement des pics, dans laquelle sont répertoriés les diffractogrammes des cristaux purs connus. Une phase amorphe est également identifiable sur un spectre DRX par l'apparition d'un halo de diffusion.

L'analyse par diffraction des rayons X est réalisée sur les boues broyée à 100 $\mu$ m et calcinée à différentes températures (105, 250, 550, 950°C). Les analyses de DRX ont été réalisées au centre d'analyse de la faculté des sciences et techniques de Béni-Mellal de M'ghila, sur un appareil BRUCKER D8 Advance. Les mesures ont été effectuées sur un angle ( $2\theta$ ) compris entre 10° et 90° avec un pas de 0,02° pour une durée de 1 seconde. La longueur d'onde des rayons X de 1,5418 Å a été produite par une anode du tube à rayons X et une anticathode de cuivre. Les diffractogrammes ont été traités avec le logiciel de DIFFRAC.EVA V3 et aussi par X'Pert HighScore.

## 3.3. Caractérisation chimique

### 3.3.1. Contenu total

Le contenu total est défini comme la proportion d'éléments chimiques dans les boues ou dans les déchets en général. Les contenus totaux des éléments peuvent être déterminés par l'analyse de la phase aqueuse après que l'échantillon ait été totalement dissous.

D'après la norme AFNOR [NFX31-151], la dissolution est réalisée par une solution acide, à savoir l'eau régale. Un gramme d'échantillon a été placé dans de l'eau régale dans une fiole jugée,

ensuite le mélange a été chauffé lentement à  $95^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ . L'échantillon a été entièrement dissous puis les résidus ont été filtrés. La solution est diluée avec de l'eau déminéralisée jusqu'au 100ml. Enfin, la solution finale obtenue est analysée par les méthodes: de l'ICP-AES (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry) et le spectrophotomètre à flamme. En outre, l'analyse des poudres des boues calcinées a été réalisée par l'appareil de la fluorescence des rayons X (FRX).

### 3.3.1.1. ICP-AES (Inductively Coupled Plasma - Atomic Emission Spectrometry)

Cette technique constitue une méthode polyvalente et sensible grâce aux hautes températures produites par les plasmas des gaz inertes. Tout élément est émissif par excitation lorsqu'il est porté à une température suffisamment élevée (8000 K) (Zaichick, 2014; Novaes et al., 2016). L'analyse spectrale des échantillons repose sur la mesure du rayonnement émis. L'échantillon à analyser est nébulisé dans un plasma d'argon entretenu par induction électromagnétique. La mesure de l'intensité du rayonnement émis à une longueur d'onde correspondant à l'élément à doser permet de déterminer la concentration en cet élément dans l'échantillon. Les analyses par ICP-AES ont été réalisées au sein de centre d'analyse de la faculté des sciences et techniques de Béni-Mellal de Mghila, avec un appareil de spectromètre d'émission ICP Optima 8300DV.



Figure 15: Dispositif de Spectrométrie d'Emission Atomique de type Optima 8300DV

#### ❖ Analyse chimique des éléments majeurs

La détermination des éléments majeurs permet d'avoir une connaissance globale de boues étudiées. Cette analyse des éléments majeurs (Al, Na, K, Ca, Mg, Fe, P, Ti, Mn, Sr) a été réalisée par la spectrométrie d'émission atomique à plasma inductif (ICP-AES).

❖ **Analyse chimique des éléments métalliques**

Les éléments traces métalliques (ETM) sont des éléments naturellement présents dans les eaux et par la suite sont transférés vers les boues d'épuration, aussi les concentrations élevées des éléments majeurs dans les boues sont dues à l'origine naturelle (fond géochimique naturel local) ou à l'effet anthropique, ainsi que les produits utilisés pour traiter des eaux usées.

**3.3.1.2. Spectrophotomètre à flamme**

La spectrométrie à flamme c'est une analyse quantitative qui permet de doser les éléments mono-élémentaires des cations majeurs de l'ordre du mg/l dans des échantillons liquides.

L'analyse chimique élémentaire des métaux a été réalisée par spectrophotomètre à flamme (Na, K, Li, Ca, Ba), après attaque acide. Des graphiques d'interférences permettent de corriger ensuite les dosages. Les éléments tels que Mn, Fe, Al sont susceptibles d'interférer sur les déterminations de Na, Ca, K, Ba selon les cas; on pourra être amené à en tenir compte. L'analyse par spectrophotomètre à flamme a été réalisée au sein de notre laboratoire de Géorressources et Environnement à la faculté des sciences et techniques de Béni-Mellal.



**Figure 16: Dispositif de spectrométrie à flamme**

**3.3.1.3. Fluorescence des rayons X (FRX)**

La fluorescence des rayons X c'est une analyse semi-quantitative des éléments de l'échantillon (Idrissi, et al., 2014; Chemphys, 2018). L'échantillon est excité par un rayonnement X et le spectre de fluorescence émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon. L'analyse par fluorescence des rayons X des boues a été réalisée au sein de notre



laboratoire de Géoressources et Environnement avec spectromètre de fluorescence des rayons X portable. Tous les résultats sont exprimés sous forme d'oxyde. À partir des résultats bruts, les pourcentages de SiO<sub>2</sub>, CaO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ont été recalculés, afin de fixer la teneur totale en oxydes principaux égale à 100%.

### 3.4. Caractérisation géotechnique

#### 3.4.1. Testes d'Atterberg

##### A. Introduction

Les limites d'Atterberg sont des essais qui permettent de définir des indicateurs qualifiant la plasticité d'un échantillon, pour voir le comportement des échantillons sous l'action des variations de teneur en eau. Ces limites sont utilisées en géotechnique comme critère de classement des matériaux fins pour caractériser l'argilosité de matériaux. Notons que ces essais se font seulement sur les éléments fins d'un échantillon (diamètres inférieurs à 0.06mm), et il consiste à faire varier la teneur en eau de l'élément en observant sa consistance, ce qui permet de faire une classification de l'échantillon. L'objectif de ces tests est de déterminer les limites de consistance qui sont exprimées en termes de teneur en eau marquant les limites entre l'état solide et l'état plastique.

— La limite de liquidité (**W<sub>L</sub>**) : c'est la teneur en eau d'un échantillon remanié au point de transition entre l'état liquide et plastique.

— La limite de plasticité (**W<sub>P</sub>**) : c'est la teneur en eau d'un échantillon remanié au point de transition entre l'état plastique et solide.

Les caractéristiques sont complétées par l'indice de plasticité **I<sub>p</sub>** qui s'exprime en %. Il est donné par la formule ci-dessous :

$$I_p = W_L - W_P$$

Donc, l'**I<sub>p</sub>** définit en réalité l'intervalle de teneur en eau dans lequel le matériau reste souple et déformable tout en conservant une certaine résistance au cisaillement. La connaissance de cet intervalle est d'une manière générale très utile dans la conception des ouvrages en terre.

Ces indices de  $W_L$ ,  $W_P$  et  $I_p$  dépendent de la proportion et de la nature des particules argileuses contenues dans les matériaux. Les limites de liquidité ont été déterminées avec la méthode de casagrande, selon la norme [NF P 94-051].

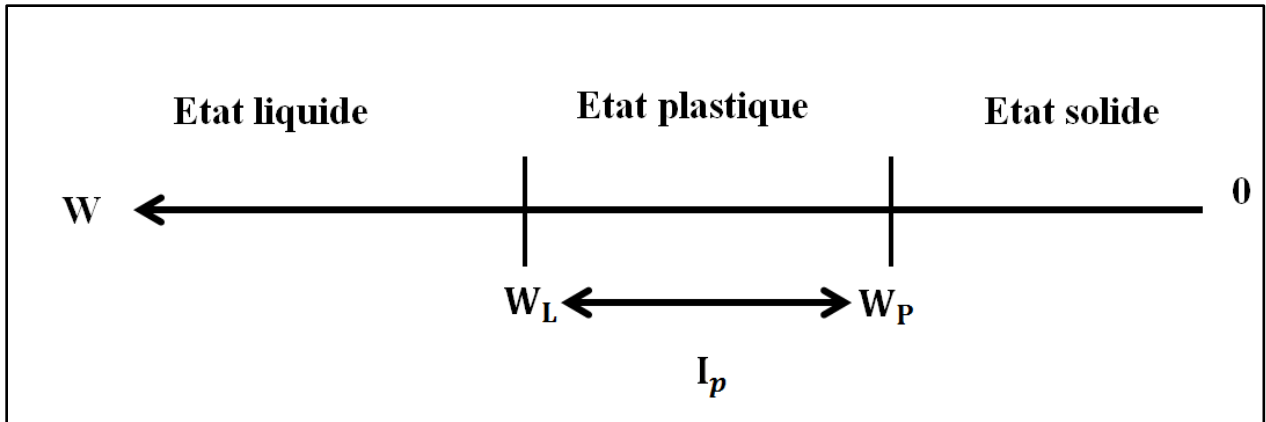


Figure 17: Limites d'Atterberg

L'essai consiste à déterminer la relation entre la teneur en eau et le nombre de chocs imposés à une coupelle contenant le matériau, induisant la fermeture, sur 1cm, d'une rainure préalablement formée dans le matériau. Par définition, la limite de liquidité est la teneur en eau qui correspond à une fermeture sur un centimètre pour 25 chocs.

La limite de plasticité est déterminée par la méthode du rouleau. Par définition, la limite de plasticité est définie comme la teneur en eau du cylindre qui se brise en 2 ou 3 morceaux au moment où son diamètre atteint 3mm.

Tableau 24: classification des matériaux en fonction d'indice de plasticité

Indice de plasticité	Degré de plasticité	Exemples de matériaux
$0 < I_p < 5$	Non plastique	Sable limoneux ou argileux, sable
$5 < I_p < 15$	Moyennement plastique	Limon sableux, limon
$15 < I_p < 40$	Plastique	Limon sableux, limon
$I_p > 40$	Très plastique	Argile

À partir des limites d'Atterberg, on peut calculer les indices de consistance qui caractérisent l'état hydrique d'un matériau. L'indice de consistance est calculé par la relation suivante:

$$I_c = \frac{W_L - W_n}{I_p}$$

Avec:

$W_n$ : Teneur en eau ;

$I_p$ : Indice de plasticité ;

$W_L$ : Limite de liquidité.

### 3.4.2. L'essai au bleu de méthylène

L'essai au bleu de méthylène est aussi un paramètre permettant de caractériser l'argilosité d'un matériau. Son application est plus récente que les limites d'Atterberg. Cet essai est également réalisé pour caractériser les fines de granulats ou certaines additions pour le béton. En géotechnique, ce paramètre est noté  $V_B$  (valeur au bleu). Il représente la quantité de bleu de méthylène pouvant s'adsorber sur les surfaces externes et internes des particules argileuses contenues dans le matériau étudié (cendres des boues de notre cas).

Cette méthode selon la norme [NFP 94-068] est basée sur le mélange de l'échantillon des cendres de boues de poids compris de 50g avec 500ml d'eau déminéralisée. Le mélange obtenu est agité à l'aide de l'agitateur à ailettes à une vitesse de 700tr/min pendant au minimum 5min, puis de manière permanente à 400tr/min, et ensuite ajoutée à l'aide de la burette 5ml de solution de bleu de méthylène, au bout de 1 minute, le test de la tâche est effectué sur papier-filtre. Le test est dit positif si, dans la zone humide, apparaît autour du dépôt central l'auréole bleu clair persistant. Il est dit négatif si l'auréole est incolore, il faut alors rajouter 2ml de bleu de méthylène dans chaque minute, ensuite chaque addition est suivie de tests effectués de minute en minute jusqu'à ce que le test demeure positif. La valeur de bleu de méthylène est obtenue à l'aide de l'équation suivante:

$$VB = 10 * \frac{V}{M}$$

Avec:

**M** est la masse de l'échantillon, en grammes ;

**V** est le volume total de solution de colorant injectée, en millilitres.

Selon Corte et al, (1992) bien que la valeur au bleu présente des avantages techniques et pratiques, l'utilisation du paramètre de l'indice de plasticité ( $I_p$ ) est à privilégier pour les matériaux constitués quasi exclusivement d'éléments inférieurs à 400 $\mu$ m.

## 3.5. Caractérisation du comportement au contact de phases aqueuses

### 3.5.1. Disponibilité des polluants en fonction du pH —CNA (Capacité de Neutralisation Acide)

La capacité de neutralisation acide a été effectuée conformément à la norme [CEN/TS14429]. La CNA est définie comme la quantité d'acide nécessaire pour changer la valeur du pH de la valeur originale de l'échantillon à une valeur choisie différente.

Des échantillons des cendres de boues d'épuration ont été mis en suspension à un coefficient liquide/solide fixe de 10 dans des solutions aqueuses comportant des quantités présélectionnées de base ou d'acide. Les quantités présélectionnées ont permis d'obtenir des valeurs stationnaires de pH à l'issue de la période d'extraction. D'après la norme, chaque solution a été additionnée en trois étapes au début de l'essai. Au moins 8 valeurs finales de pH sont nécessaires, couvrant au minimum la gamme de pH 4 à 12. Les suspensions ont été agitées par agitation mécanique continue pendant 72 heures. À la fin des 72 heures, le pH de chaque lixiviat a été mesuré. Les lixiviats ont été filtrés sur une membrane en acétate de cellulose de porosité égale à 0,45µm. Les concentrations des éléments métalliques dans les filtrats ont été mesurées par l'ICP-AES.

#### **4. Mise en œuvre dans les filières des valorisations**

L'objectif de cette section est d'évaluer sur le point de vue technique, des exigences de qualification et pratique de l'utilisation de boues d'épuration dans les voies de valorisation pressenties est possible. La «mise en œuvre dans les filières des valorisations» consiste à amener des études préliminaires de faisabilité à l'échelle du laboratoire. Pour ce faire, les boues d'épuration de retenues viennent en substitution ou complément d'autres matériaux traditionnellement utilisés dans les différentes filières étudiées. Les caractéristiques des matériaux obtenus à base de boues sont ensuite déterminées de manière à établir une comparaison des performances avec celles exigées des matériaux classiques et principales spécifications des filières de valorisation. L'influence de l'incorporation de boues et de leurs caractéristiques est mise en avant. Cela permet de :

- ✓ Préciser si les boues étudiées peuvent être effectivement intégrés à d'autres matériaux, et ce, sous quelles conditions ;
- ✓ Définir quelles propriétés sont nécessaires à leur valorisation et celles qui tendent à rendre difficile, voire empêcher cette valorisation ;
- ✓ D'apporter les solutions, préconiser leur mise en œuvre et prévoir les études et essais complémentaires à effectuer.

Ce travail a concerné deux filières de valorisation jugées comme plus importantes. Il s'agit des filières de ciment et des mortiers et bétons, à savoir l'emploi des boues dans la fabrication de ciment, et aussi l'incorporation dans le béton et la préparation d'un mortier assimilé à base de boues. Le tableau 25 remémore les filières étudiées par les différents laboratoires ainsi que la répartition des boues faisant l'objet de travaux dans les filières retenues.

**Tableau 25: Filières de valorisation et aussi les types des boues valorisées**

Filières	Boues étudiés		Laboratoires
	Boues calcinées dans 550°C	Boues calcinées dans 950°C	
<b>Ciment</b>	-	X	<b>ciments de l'Atlas de Ben Ahmed.</b>
<b>Béton et mortier</b>	X	-	<b>SI3 et FST</b>

#### 4.1. Filière de ciment

Dans le chapitre précédent (synthèse bibliographique), nous avons constaté que les caractéristiques liées à la minéralogie et à la composition chimique des boues en général sont presque proches des matières premières couramment utilisées dans le cru en cimenterie. Dans cette section, nous avons évalué les boues d'épuration calcinée de deux STEP de Khénifra et de Khouribga comme substitution de matières premières utilisées pour la fabrication de clinker. Donc, pour chaque boue étudiée, quatre clinkers sont fabriqués avec une proportion différente de boue dans le cru. Au total, ce sont huit clinkers qui ont été élaborés pour l'analyse et l'étude par la suite. Pour les huit clinkers retenus, la quantité totale d'argile nécessaire au cru a été substituée par les cendres des boues. La préparation des clinkers et les analyses ont été réalisées dans le laboratoire de l'usine de ciments de l'Atlas de Ben Ahmed.

##### 4.1.1. Potentiel de valorisation des boues calcines

Le traitement thermique qui s'applique sur les boues d'épuration à une gamme de températures de 550°C à 950°C. Il présente de multiples intérêts et permettent de soulever plusieurs effets à savoir : la destruction des matières organiques, la déshydratation des boues, la diminution de la plasticité, la destruction des composées traces organiques (CTO), l'affectation de la mobilité des éléments traces métalliques (ETM) et de diminuer la cristallinité des minéraux argileux lorsque la température de calcination est adaptée. De plus, l'incinération des boues dans le four, ce qui peut présenter plusieurs avantages:

- ✓ Préserver les combustibles fossiles comme les produits pétroliers ou charbons ;
- ✓ Valoriser la consommation d'énergie provenant de la combustion des déchets ;
- ✓ Sauvegarder les matières premières nobles minérales en les substituant par des déchets.

Dans cette section, c'est ce point qui va être traité sous un aspect de l'élaboration de pouzzolanes artificielles des boues d'épuration. Dans le cas de l'application d'un traitement thermique à des boues qui comporteraient certains contaminants, il faudra porter une attention

particulière aux émissions atmosphériques de composés organiques et si besoin évaluer les dispositions nécessaires à leur traitement.

Dans ce contexte de diminution du coût économique et environnemental associés à la production du ciment (Chen, 2012; Sara et al., 2016) ont mené des travaux qui ont contribué à évaluer le potentiel d'activation thermique de boues d'épuration pour la production de pouzzolanes réactives. Ces pouzzolanes réactives viennent en substitution du ciment. Ce choix porté sur boues d'épuration, a été fait parce qu'il s'agit d'un matériau largement accessible, et qu'il a déjà été démontré que dans des conditions de calcination spécifiques, les minéraux argileux pouvaient révéler d'excellentes propriétés pouzzolaniques.

#### 4.1.2. Élaboration des crus

Généralement, la plupart des crus de cimenterie sont composés d'un mélange de calcaire et d'argile auquel s'ajoutent d'autres composants suivant les ajustements minéraux nécessaires. Les crus de cimenterie sont assemblés de manière à équilibrer les différents éléments fondamentaux du clinker (calcium, fer, silicium, et aluminium). Afin d'obtenir des crus dans la stœchiométrie souhaitée en éléments principaux, des ratios et modules ont été définis. Les principaux ratios ont été présentés dans le chapitre 1, la section 4.1.2, le tableau 16. Les cimentiers s'intéressent de plus en plus à la valorisation dans le cru d'un ciment.

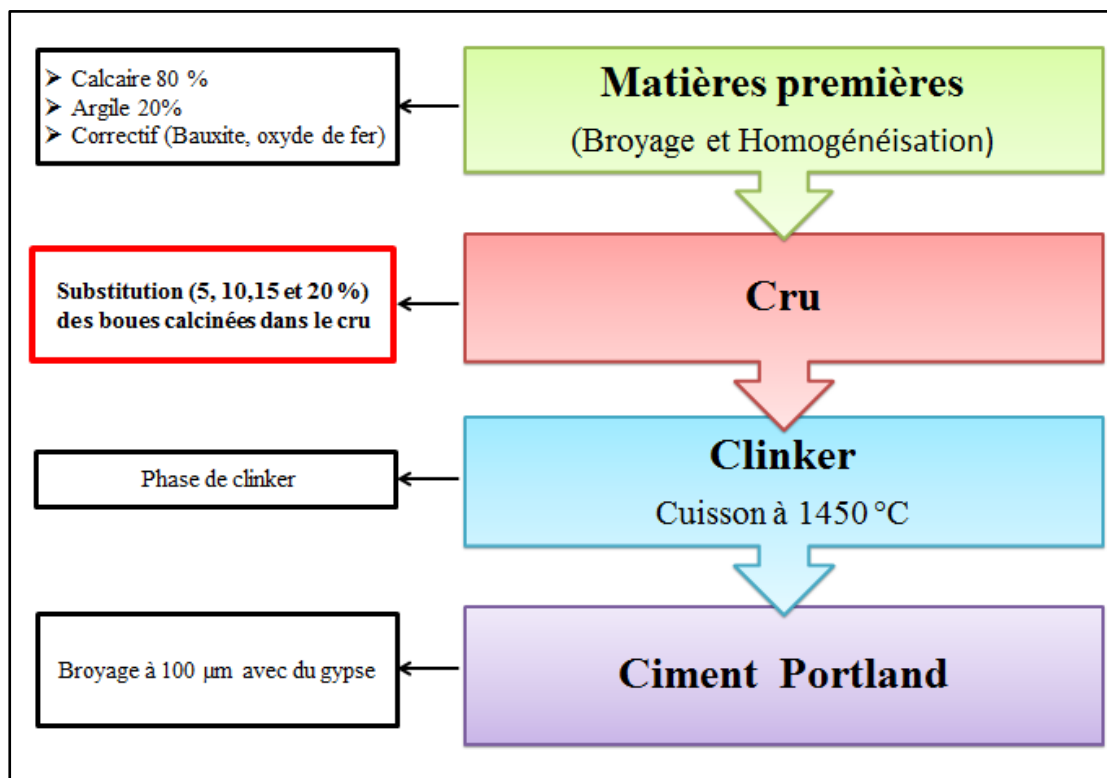


Figure 18: Valorisation des boues calcinées dans le cru

#### 4.1.3. Calcul de la composition des crus

Les compositions des crus ont été déterminées en considérant les compositions chimiques des matières premières traditionnelles et des boues étudiés. Les compositions des crus ont été calculées en utilisant le facteur de saturation en chaux (LSF), le module hydraulique (HM) et le module silicique (SR). Les différentes compositions des crus ont été élaborées de la manière suivante:

- ❖ Une première série contient une proportion des boues de la STEP de Khénifra de 0 ; 5 ; 10 et 20%.
- ❖ Une deuxième série contient une proportion des boues de la STEP de Khouribga de 0 ; 5 ; 10 et 20%.

**Tableau 26: Modules des composants des crus (Lin & Lin, 2005; Pan et al,2008; Yang et al., 2013; Lin, et al , 2012; Anger , 2014; Renaut, 2017)**

Modules	Formules	Inférieur ou égal	Normes	Supérieur ou égal
Module hydraulique (hydratation modulus)	$\frac{\text{CaO}}{\text{SiO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3}$	Résistances initiales faibles	1,7<HM<2,3	Stabilité de volume, gonflement
Module silicique (silica modulus)	$\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3}$	-Diminution de la température de clinkérisation -Prise et durcissement rapide -Favorise le croûtage	1,9<SM<3,2	Cuisson difficile par manque de fondant -Prise rapide -Diminution du croûtage dans le four
Module de fer (iron modulus)	$\frac{\text{Al}_2\text{O}_3}{\text{Fe}_2\text{O}_3}$	-Faible chaleur d'hydratation -Ciment sans C3A	1,7<IM<2,5	-Prise rapide -Ciment alumineux
Saturation en chaux (lime saturation factor)	$\frac{\text{CaO}}{2.8\text{SiO}_2 + 1.8\text{Al}_2\text{O}_3 + 0.65\text{Fe}_2\text{O}_3}$	-Faible dégagement de chaleur	0,8<LSF<0,95	-Résistances initiales élevées -Hautes résistances finales

#### 4.1.4. Préparation et cuisson des matières premières

Les boues sont calcinées à 950°C, puis tamisées à 160µm. Le refus est broyé pour passer à 160µm. Les crus obtenus pour chacun des mélanges sont ensuite granulés avant d'être cuits au four électrique.

Les crus granulés sont cuits dans un four de laboratoire régulé à 1450°C en observant les conditions suivantes :

- Température d'essai : 1450°C ;
- Vitesse de montée en température : 1300°C / h ;
- Palier de 15 mn à 1450°C ;
- Défournement à 1175°C ;
- Refroidissement à l'air libre.

#### **4.1.5. Composition des constituants du clinker**

Les crues de ciment ont été préparées et mélangées avec différentes quantités de boues d'épuration (0, 5, 10, et 20%) calcinées à 950°C. Tous les mélanges bruts broyés ont été brûlés dans un four chauffé électriquement programmable pour former des clinkers de ciment. La température du four à haute température a été augmentée de 6°C min<sup>-1</sup> par rapport à la température ambiante et maintenue à 1450°C pendant 2 heures. Après la combustion, les produits résultants ont été refroidis rapidement à l'air ambiant. Le clinker témoin est prélevé de la cimenterie de l'atlas Ben Ahmed à la sortie du refroidisseur.

#### **4.1.6. Caractérisation des produits de cuisson**

Les clinkers obtenus ont été caractérisés avec des analyses minéralogiques et chimiques.

##### ***4.1.6.1. Analyse minéralogique quantitative des clinkers à boues calcinées***

La caractérisation minéralogique des clinkers est réalisée par diffraction des rayons X.

##### ***4.1.6.2. Composition chimique des clinkers à boues calcinées***

La teneur en éléments majeurs a été réalisée par spectrométrie d'émission atomique à plasma inductif (ICP-AES)

##### ***4.1.6.3. Propriétés physiques des clinkers élaborés.***

L'ensemble des propriétés physiques telles que l'analyse granulométrique, la masse volumique et aussi la surface spécifique de Blaine.

Le principe de l'analyse de la surface spécifique de Blaine est fondé sur l'adsorption physique de gaz à basse température. Le phénomène de surface qui permet en principe de rendre compte de l'état de finesse des particules. La méthode consiste à faire absorber à différentes pressions un gaz neutre (en général l'azote). La surface spécifique de Blaine c'est une mesure exprimée en matière de surface spécifique (en cm<sup>2</sup>/g dans le système international), c'est-à-dire la surface développée par unité de masse selon la norme NF X11-621.



#### 4.1.7. Récapitulatifs de la valorisation des cendres à la filière de ciment

La valorisation dans le cru est une solution à mettre en place du moment que l'on connaît les caractéristiques chimiques et minéralogiques des boues d'épuration qui pourraient servir comme matière première. En effet, cela permet de confirmer son intégration ou non dans une formulation de ciment Portland ainsi que la proportion nécessaire à ajouter pour sa fabrication. La figure 20 ci-dessous qui résume le principe général de la valorisation des boues calcinées à la filière de ciment.

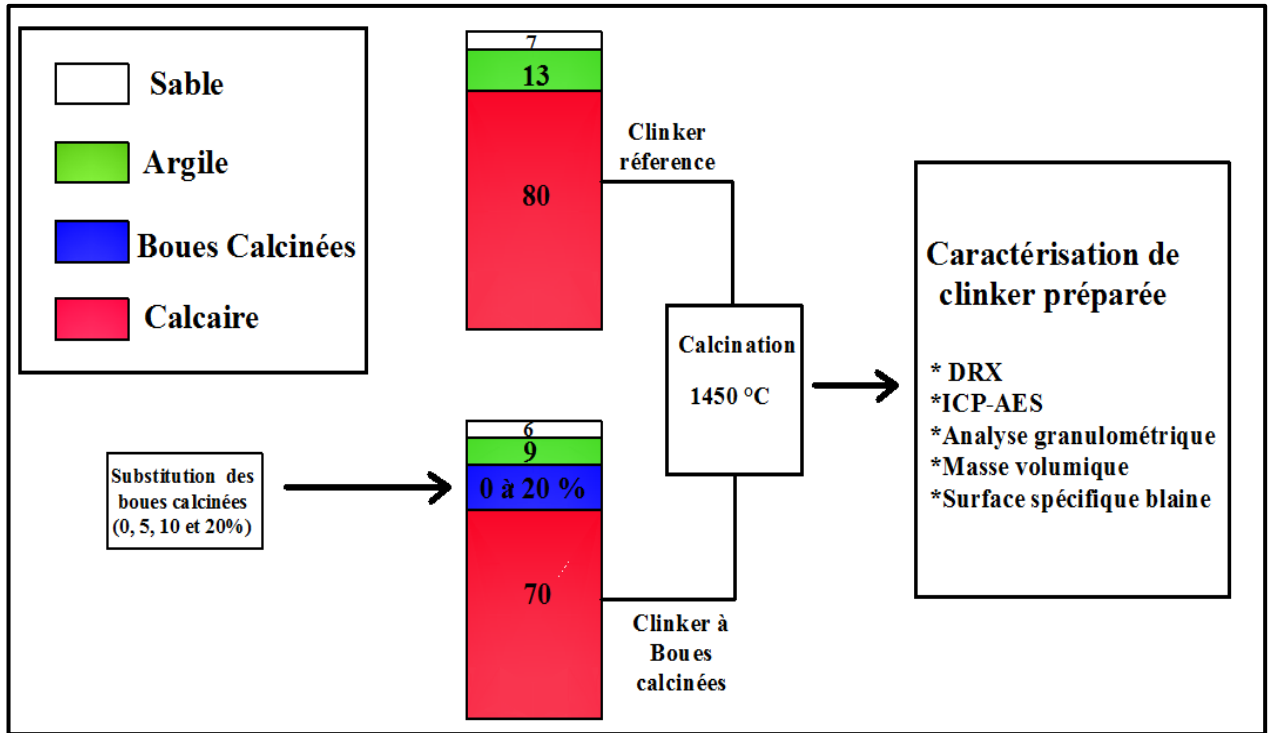


Figure 19: Diagramme schématique du plan de valorisation des cendres de boues à la filière de ciment

#### 4.2. Filière de béton et mortier

La valorisation des boues d'épuration dans les domaines des constructions est un sujet d'études relativement plus récentes. La littérature fait état de différentes voies d'utilisation dans la construction. Parmi les investigations ont été réalisés dans des applications comme la production des bétons et des mortiers. Dans ce cas, on utilise les boues sous plusieurs formes : brutes, déshydratées, séchées, ou calcinées. Nous nous intéresserons principalement aux boues calcinées à 550°C comme une substitution dans le béton et le mortier.

Pour évaluer l'aptitude des boues étudiées à être utilisés dans cette filière, nous utilisons les boues calcinées à 550°C comme une addition minérale dans la fabrication des bétons et des mortiers. Ceci permet aussi de réduire le coût de certains bétons et aussi d'en améliorer ses propriétés de mise en œuvre et de résistance.

#### 4.2.1. Evaluation technique de l'utilisation des boues dans des produits de construction

La possibilité d'employer les boues dans les matériaux de la construction a été étudiée. Donc, deux étapes ont été mises en œuvre. Dans un premier temps, des essais d'intégration des boues dans des formulations de type mortier ont permis de définir les taux de substitution du ciment par les boues envisageables, ainsi que l'indice d'activité des boues. Dans un deuxième temps, des essais de formulation de type de béton prêt à l'emploi avec le taux de substitution sélectionné lors de la première étape ont été mis en œuvre. De la même façon, pour diversifier la possibilité de valorisation.

#### 4.2.2. Formulation et fabrication des matériaux

##### 4.2.2.1. Éprouvettes de mortiers

La fabrication du mortier a été réalisée selon la norme [NF EN 196-1]. Les mortiers intégrant des boues en substitution partielle du ciment ont été manufacturés avec des taux de substitution variant de 0 à 30%.

Dans la formulation des mortiers, le ciment choisi était un ciment de type CJP 55, à savoir du ciment Portland au calcaire (80—94% de clinker et 6—20% de calcaire) pur de la classe de résistance 55 Mégapascal (MPa), d'après la norme [NF EN 197-1]. Le ciment choisi est le plus employé dans la construction et dans la fabrication des chapes, des dallages, des bétons armés et des bétons préfabriqués et aussi le plus utilisé dans la société intercontinentale immobilière & industrielle de Béni-Mellal.

Les éprouvettes ont été coulées dans des moules du bois de dimensions  $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$ , la figure 21 représente les éprouvettes utilisées dans cette étude.



Figure 20: Moules utilisés pour la préparation des éprouvettes de mortier de  $10 \times 10 \times 10 \text{ cm}^3$

Les formulations complètes des mortiers sont indiquées dans le tableau 27

**Tableau 27: Formulations des différentes éprouvettes de mortiers utilisées pour la détermination du taux de substitution optimal.**

Formulations des différentes éprouvettes de mortiers utilisées pour la détermination du taux de substitution optimale de cendre de boue de la STEP de Khouribga							
Remplacement (%)	Ciment CJP 55 (g)	Sable concasse (g)	Sable de mer (g)	G0 (3-8) (g)	G1 (8-15) (g)	Eau(g)	Cendres de STEP de Khouribga(g)
0	245	266	434	392	126	500	0
10	220,5	266	434	392	126	500	24,5
15	208,25	266	434	392	126	500	36,75
20	196	266	434	392	126	500	49
25	183,75	266	434	392	126	553	61,25
30	171,5	266	434	392	126	623	73,5
Total	1225	1596	2604	2352	756	3176	245
Formulations des différentes éprouvettes de mortiers utilisées pour la détermination du taux de substitution optimale de cendre de boue de la STEP de Khénifra							
Remplacement (%)	Ciment CJP 55 (g)	Sable Concasse (g)	Sable de mer (g)	G0 (3-8) (g)	G1 (8-15) (g)	Eau(g)	Cendres de STEP de Khénifra (g)
0	245	266	434	392	126	500	0
10	220,5	266	434	392	126	500	24,5
15	208,25	266	434	392	126	500	36,75
20	196	266	434	392	126	520	49
25	183,75	266	434	392	126	565	61,25
30	171,5	266	434	392	126	610	73,5
Total	1225	1596	2604	2352	756	3195	245

Le mortier doit être composé en masse, d'une part de ciment, de trois parts de sable et d'une demi-part d'eau. Dans le tableau 27, la quantité d'eau nécessaire augmente avec le taux de substitution. En effet, quand les cendres de boues sont ajoutées au ciment, il est nécessaire d'utiliser plus d'eau pour faciliter l'ouvrabilité du mortier à cause de la porosité élevée des boues.

Les mélanges ont été immédiatement moulés dans la salle de préparation à une température généralement de  $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  avec une humidité relative supérieure ou égale à 50%. Les éprouvettes ont par la suite été conservées dans une enceinte à une température de  $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  et une humidité relative supérieure ou égale à 90%. Après 7, 28 et 90 jours de cure, les résistances mécaniques des mortiers ont été mesurées.

#### 4.2.2.2. Détermination de l'indice d'activité

D'autres éprouvettes de mortier ont été réservées spécifiquement pour la détermination de l'indice d'activité selon la norme [NF EN 196]. Les formulations de ces éprouvettes doivent satisfaire les propriétés suivantes : substitution de 25% du ciment par les boues, masse de boues

incorporées égale à la masse du ciment enlevée. Les formulations de ces éprouvettes sont présentées dans le tableau 28.

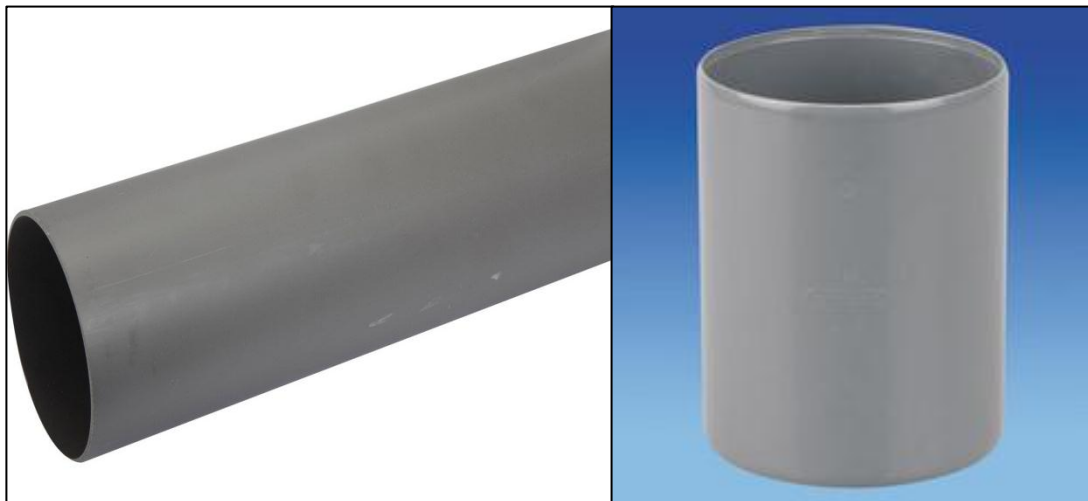
**Tableau 28: Formulations des éprouvettes de mortiers utilisées pour la détermination de l'indice d'activité.**

Remplacement (%)	Ciment (CJP 55) (g)	Sable (g)	Eau (g)	Cendre (Khouribga et Khénifra)
Témoin	245	700	500	0
Substitution	183,75	700	500	61,25

#### 4.2.2.3. Éprouvettes de bétons

Les éprouvettes de béton intégrant des boues en substitution partielle du ciment ont été élaborées selon la norme [NF EN 206-1 et EN 12390-3].

Comme détaillé dans le chapitre 1 de synthèse bibliographique, à l'issue des essais sur béton, la proportion de substitution jugée optimale a été sélectionné et utilisé pour la formulation des éprouvettes de béton selon littérature est correspond à 10% de substitution du ciment et à 2% de substitution de sable. Les éprouvettes de béton étaient toutes de formes cylindriques de dimension 11cm x 22cm [diamètre× hauteur]. Les moules étaient en plastique. Comme indiqué précédemment, le type d'utilisation a été envisagé à fabrication de béton prêt à l'emploi. Aussi, quarte formulations ont été mises en œuvre. Dans chaque cas, des éprouvettes témoins (sans boues) ont été fabriquées.



**Figure 21: Moule cylindrique utilisé pour la préparation éprouvette de béton de 11\*22cm<sup>3</sup>**

Les formulations complètes des bétons sont indiquées dans le tableau 29.

**Tableau 29: Formulations des différentes éprouvettes de béton**

Formulations des différentes éprouvettes de béton utilisées pour la détermination du taux de substitution optimale de cendre de boue de la STEP de Khouribga							
Remplacement (%)	Ciment CJP55 (g)	Sable Concasse	Sable de mer (g)	G1 (8-15) (g)	G2 (15-25) (g)	Eau(g)	Cendres de la STEP de Khouribga
0	490	698,6	442,4	925,4	583,8	500	0
10	441	698,6	442,4	925,4	583,8	500	49
20	392	698,6	442,4	925,4	583,8	500	98
Total	1323	2095,8	1327,2	2776,2	1751,4	1500	147
Formulations des différentes éprouvettes de béton utilisées pour la détermination du taux de substitution optimale de cendre de boue de la STEP de Khénifra							
Remplacement (%)	Ciment CJP55 (g)	Sable Concasse	Sable de mer	G1 (8-15)	G2 (15-25)	Eau(g)	Cendres de la STEP de Khénifra
0	490	698,6	442,4	925,4	583,8	500	0
10	441	698,6	442,4	925,4	583,8	500	49
20	392	698,6	442,4	925,4	583,8	500	98
Total	1323	2095,8	1327,2	2776,2	1751,4	1500	147

Les granulats ont été incorporés au préalable, suivis du sable et des liants. Le tout est mélangé à sec pendant 5min à 20tr/min. L'eau et les additifs (cendres de boues d'épuration) sont par la suite intégrés durant le mélange, sur une période de 60 secondes. L'ensemble est ensuite malaxé pendant 5min à 25tr/min. Les moules ont été directement remplis manuellement en deux passes avec un tassage à l'aiguille entre ces deux passes puis vibrés sur table vibrante pendant 60s.

Les moules ont été conservés contre les vibrations, les chocs, et la déshydratation à une température de  $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  conformément à la norme [BS EN 12390-2]. Après 48h, les cylindres fabriqués sont démoulés et mis en sac imperméable ensuite entreposé à température et humidité constante (cure).

Dans certains cas, avant la mesure de la résistance à la compression, les surfaces non planes des éprouvettes de béton ont été «surfacées», c'est-à-dire recouvertes d'un mélange constitué à masses égales de soufre et de sable fin siliceux précédemment chauffé et fondu conformément à la norme [BS EN 12390-3]. Ce surfacage permet de corriger les défauts de moulage, et d'obtenir deux surfaces planes strictement parallèles. Ceci permet ensuite d'homogénéiser les forces appliquées pour la mesure de la résistance à la compression.

#### 4.2.3. Essais de résistances mécaniques

La résistance est calculée par la charge maximale qui peut être appliquée à l'éprouvette dans des conditions déterminées avant qu'elle ne soit pliée ou cassée. Les conditions expérimentales des

analyses utilisées pour la mesure des résistances mécaniques sont celles décrites par la norme [NF EN 196-1] pour les mortiers et [NF EN 206-1 et 12390-3] pour le béton.

L'appareil utilisé pour les essais de résistances mécaniques est une machine de Presse Hydraulique Perrier 300 KN asservie en effort, pilotage de marque 3R (figure 23). Cet appareil est situé au laboratoire de la société intercontinentale immobilière & industrielle de zone industrielle de la ville de Béni Mellal.



Figure 22: Appareil des mesures de résistances mécaniques

#### 4.2.3.1. Résistance en flexion

Les éprouvettes de mortier ont été placées dans un dispositif de flexion avec une face latérale de moulage sur les rouleaux d'appui et son axe longitudinal perpendiculaire à ceux-ci comme montre dans la figure 24. La charge a été appliquée verticalement par le rouleau de chargement sur la face latérale opposée du prisme. La charge a été augmentée sans à-coups à raison de  $50 \text{ N/s} \pm 10 \text{ N/s}$  jusqu'à rupture.

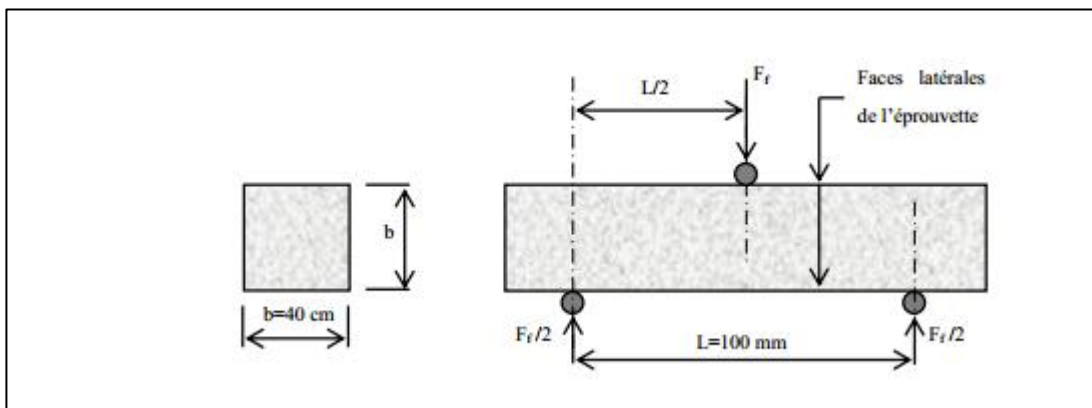


Figure 23: Mesure de la résistance à la flexion pour des éprouvettes (Chen, 2012)



Pour chaque formulation (0; 10; 20; 25 et 30 %) et à différents temps de cure (7<sup>ème</sup> jour et 28<sup>ème</sup> jour), cinq éprouvettes ont été cassées pour déterminer les résistances à la flexion en moyenne avec les barres d'erreur.

#### 4.2.3.2. Résistance à la compression

##### A. Résistance à la compression des éprouvettes de mortier 10×10×10 cm<sup>3</sup>

Les demi-prismes ont été employés pour la mesure de la résistance en compression sur les faces latérales de moulage (comme montre dans la figure 25). Après la mesure de résistance en flexion. Chaque demi-prisme a été centré latéralement par rapport aux plateaux de la machine à  $\pm 0,5\text{mm}$  près et longitudinalement de façon que le bout du prisme soit en porte-à-faux par rapport aux plateaux ou aux plaques auxiliaires d'environ 10mm.

La charge a été renforcée sans à-coups à la vitesse de  $2400\text{N/s} \pm 200\text{N/s}$  durant toute la durée d'application de la charge jusqu'à la rupture.

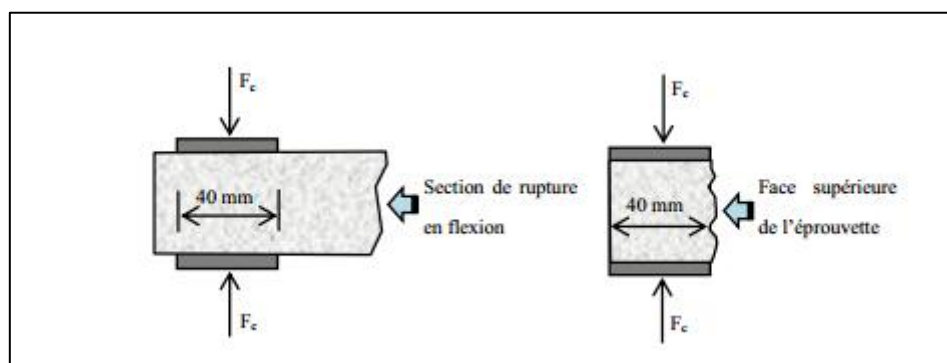


Figure 24: Mesure de la résistance à la compression sur des éprouvettes 10×10×10 cm<sup>3</sup> (Chen, 2012)

Pour chaque formulation (0, 10, 20, 25 et 30% des cendres de boues) et chaque temps de cure (7 ; 28 et 90 jours), les huit demi-prismes résultant des essais de résistance en flexion ont été cassés pour déterminer les résistances à la compression moyenne.

##### B. Résistance à la compression des éprouvettes de béton cylindriques 10×20

Les résistances à la compression sur les éprouvettes de bétons ont été effectuées à 7; 28 et 90 jours de cure. La caractérisation mécanique est effectuée sur six éprouvettes pour chaque formulation.



**Figure 25: Essais de résistance mécanique en compression sur une éprouvette de béton**

Les mesures de résistance mécanique en compression ont été réalisées sur les éprouvettes sur une machine d'essai mécanique. Les échantillons ont été placés entre deux plateaux et l'application de la charge s'est fait à la vitesse de  $20 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$  jusqu'à la rupture comme montre dans la figure 26.

#### **4.2.3.3. Récapitulatif des essais réalisés**

Les différentes mesures de résistance mécanique réalisées sont résumées dans le tableau 30.

**Tableau 30: Essais mécaniques réalisés dans le cadre de l'étude**

<b>Temps de cure</b>	<b>7 jours</b>	<b>28 jours</b>	<b>90 jours</b>
<b>Mortier</b>	<b>Flexion</b>	<b>Flexion</b>	<b>Indice d'activité</b>
	<b>Compression</b>	<b>Compression</b>	
		<b>Indice d'activité</b>	
<b>Béton</b>	<b>compression</b>	<b>compression</b>	<b>compression</b>

À la fin de ces analyses, d'après la norme [NF EN 196-1], l'indice d'activité des boues a été déterminé à 28 et 90 jours. Il est déterminé par le rapport entre la résistance à la compression du mortier intégrant 25% des cendres de boues d'épuration et la résistance à la compression du mortier témoin (sans cendres de boues).



Les résultats obtenus permettent de caractériser les performances techniques et mécaniques des matériaux intégrant les cendres de boues et ainsi d'apprécier la faisabilité technique des voies de valorisation retenues.

#### **4.2.4. Essais de durabilité –test de résistance au gel/dégel**

La caractérisation de la sensibilité au gel/dégel sur les formulations de béton prêt à l'emploi (BPE) consiste à soumettre les éprouvettes à des cycles successifs de gel et dégel exécuté en conditions saturées en humidité dans une enceinte climatique. Chaque cycle se compose d'une phase de gel à une température de -10 à -15°C pendant 3h et d'une phase de dégel de 3h à température ambiante d'après la norme [NF EN 494]. Après ce traitement, la résistance à la compression des éprouvettes est mesurée. Pour cet essai, trois éprouvettes de béton (BPE) ont été employées, pour obtenir une valeur moyenne. Ces essais ont été effectués au sein de laboratoire de la société intercontinentale immobilière & industrielle de Béni-Mellal (SI3).

### **4.3. Évaluation environnementale de l'utilisation des boues dans des produits de construction**

L'évaluation environnementale a été mise en œuvre pour objectif d'évaluer les éventuels impacts sur l'environnement. La procédure employée selon la norme EN 12920 est décrite dans le chapitre de synthèse bibliographique. Dans ce sens, des expériences de lixiviation à diverses échelles ont été mises en œuvre. Les essais à l'échelle du laboratoire permettent de mieux comprendre et mieux appréhender les matrices solides étudiées. Les résultats obtenus de ces tests servent notamment de données d'entrée pour la modélisation préconisée par la norme d'évaluation environnementale.

#### **4.3.1. Lixiviations à l'échelle du laboratoire**

##### **A. Capacité de neutralisation acide (CNA) des matériaux de construction**

Une éprouvette de béton prêt à l'emploi a été cassée en petit morceau. Les phases cimentaires ont été autant que possible séparées manuellement du sable et du gravier par le tamisage par un tamis de 4mm. Les morceaux contenant essentiellement des phases cimentaires ont ensuite été broyés par un broyage électrique. Le broyat a été tamisé à un millimètre. Les particules inférieures à un mm ont permis de réaliser un test de CNA, d'après la méthode décrite dans le chapitre 2 « matériel et méthodes » paragraphe 3.5.1.

#### **4.4. Modélisation du comportement à la lixiviation**

Dans le cadre de cette thèse, le comportement à la lixiviation des boues d'épuration et des matériaux de construction de type béton prêts à l'emploi a été modélisé. Donc, que nous avons cherché à déterminer, pour chacune des matrices solides d'étude, l'assemblage minéral (ensemble

des phases minérales représentatives d'un matériau) et le modèle réactionnel permettant la description de leur comportement à la lixiviation. L'objectif de la modélisation est dans un premier temps, d'améliorer la connaissance des matrices solides en apportant des informations complémentaires sur leur constitution, et sur les réactions qui ont lieu lors de leur contact à l'eau. Idéalement, un tel modèle peut permettre, dans un deuxième temps, en conclusion après une validation de celui-ci, de prédire le comportement des matrices solides modélisées mises dans une autre situation de contact avec un lixiviant.

#### **4.4.1. Modélisation géochimique sous Phreeq C**

La formalisation mathématique du modèle du comportement a été élaborée à l'aide du programme de calcul géochimique Phreeq C développé par l'USGS (U.S. Geological Survey) (Parkhurst & Appelo, 1999).

Phreeq C est un programme dédié aux calculs géochimiques en systèmes triphasiques (solide, liquide et gaz). Ces calculs sont basés sur les équilibres chimiques entre les phases: solutions aqueuses, minéraux, gaz, solutions solides. Le logiciel Phreeq C permet d'introduire aussi des phénomènes de sorption de surface. En outre, il est possible de travailler soit en considérant que l'équilibre thermodynamique est atteint, soit en introduisant des données cinétiques pour les différentes réactions. Le programme de Phreeq C est aussi capable de simuler une variété de réactions géochimiques pour un système incluant la dissolution et la précipitation de phases solides pour atteindre l'équilibre thermodynamique.

Ce logiciel calcule les concentrations des éléments dans la phase liquide, ainsi que son pH et son potentiel rédox. Pour la ou les phases solides, il est permis de calculer les indices de saturation et le nombre de moles transféré dans les diverses phases pour atteindre l'équilibre en fonction des réactions géochimiques réversibles et irréversibles.

Les données d'entrée du modèle sont insérées sous la forme de blocs de données indépendantes répondant à des mots clés. La syntaxe, relativement simple, peut simplifier la génération de données d'entrée. Donc, le logiciel de PhreeqC est un programme géochimique général et est applicable à de nombreux environnements hydrogéochimiques.

#### **4.4.2. Méthode utilisée pour la modélisation du comportement à la lixiviation des matériaux**

##### ***A. Base de données***

La base de données fournie par le logiciel PhreeqC a été utilisée. Il s'agit de la base «LLNL» créée par le Lawrence Livermore National Laboratory.

### **B. Détermination de l'assemblage minéral**

Le comportement à la lixiviation des matériaux étant testé pour une grande part par leur constitution minéralogique et les conditions imposées par le milieu (la solubilisation des phases minérales dépend du pH et de la composition de la phase liquide), le principal but de la modélisation est de caractériser l'assemblage minéral initial d'un matériau. Pour déterminer ces assemblages minéraux, la méthode suivante comprend quatre étapes selon la méthode adaptée par l'auteur (Peyronnard, 2008).

#### **Étape 1 : Recensement des phases minérales susceptibles d'être présentes ou de précipités.**

Cette étape fait appel à :

- La connaissance du matériau (bibliographie, travaux antérieurs...);
- Les résultats de l'analyse minéralogique «directe» obtenus au cours de l'étude, c'est-à-dire, les résultats issus de la DRX, FRX, calorimétrie...;
- Les résultats issus du calcul des indices de saturation. Les phases présentant un indice de saturation compris entre -1 et 1 sont considérées comme étant fortement susceptibles d'être présentes.

#### **Étape 2 : Compilation d'une banque de spectres par simulation numérique.**

Au cours de cette étape, des calculs sont effectués en utilisant les différentes phases retenues lors de la première étape. Ceci permet de connaître l'influence de chacune des espèces minérales sur la lixiviation de la matrice solide dans différentes conditions (évolution du pH de lixiviation par exemple).

#### **Étape 3 : Identification et quantification des phases minérales**

Cette étape est réalisée en utilisant la comparaison entre les concentrations et/ou l'évolution des pH expérimentaux et théoriques (issus de l'étape 2). Elle permet aussi de sélectionner parmi les phases retenues lors de la première étape celles qui sont les plus probablement présentes dans la matrice solide.

#### **Étape 4 : Simulation du comportement de l'assemblage minéral retenu à l'étape 3 et comparaison avec les résultats expérimentaux.**

À ce niveau il s'agit d'affiner les quantités introduites pour chacune des phases minérales afin d'obtenir la meilleure représentation possible de la matrice solide. Pour réaliser cette étape, les résultats expérimentaux utilisés sont :

- Les courbes de titration obtenues lors de l'essai CNA ( $\text{pH} = f[\text{H}^+]$ );

- Les courbes de solubilisation des différents éléments, à savoir les concentrations des différents éléments  $[C] = f(\text{pH})$ .

Ces deux dernières étapes sont réitérées jusqu'à l'obtention d'une simulation satisfaisante. C'est-à-dire une simulation qui permet d'obtenir une faible différence entre les résultats expérimentaux et théoriques. Ainsi, une modélisation inverse est donc mise en œuvre. Toutefois, la complexité du modèle en terme de nombre de paramètres est telle qu'il n'est pas envisageable, à ce niveau, d'utiliser les méthodes numériques classiques d'identification paramétriques (algorithme de Levenverg-Marquardt, moindres carrés...).

### C. Hypothèses de modélisation

Les hypothèses suivantes ont été posées sur l'état du système :

- ❖ On considère que l'équilibre entre les phases solides et liquides est atteint ;
- ❖ On considère que le milieu est totalement saturé en eau. Aussi, aucune phase gazeuse n'est prise en compte (les pores sont tous considérés pleins d'eau) ;
- ❖ Le ratio liquide/solide (L/S) de 10 employés lors des essais expérimentaux est effectivement satisfait. Dans le modèle, on travaille avec une quantité de solutions prédéfinie et constante de 1L.

**Tableau 31: Définition des mots-clés de PhreeqC utilisés dans cette étude.**

RUBRIQUES	DESCRIPTION
<b>SOLUTION</b>	Cette option est utilisée pour définir les températures et les compositions chimiques de la phase liquide au temps 0.
<b>EQUILIBRIUM PHASES</b>	Cette option est utilisée pour définir la quantité de différentes phases minérales présentes dans l'assemblage initial ainsi que leur indice de saturation.
<b>REACTION</b>	Cette option est utilisée pour définir une réaction du type ajout d'une quantité totale (tot) d'un composé chimique. Dans l'option, il est possible de définir un nombre de « step »(n). La réaction se fait alors par étape, et à chaque étape, on ajoute la quantité tot/n du composé.
<b>SELECTED OUTPUT</b>	Cette option est utilisée pour définir quelles informations seront conservées dans un fichier résultats lisibles par un tableur.

### D. Structure du modèle sous PhreeqC

La simulation numérique sous PhreeqC nécessite de renseigner deux types de fichiers : un fichier d'entrées décrivant la situation à simuler et une base de données thermodynamiques. L'exécution de PhreeqC retourne un fichier de type regroupant les résultats désirés par l'utilisateur, c'est-à-dire concentrations des éléments majeurs et éléments polluants dans cette étude.

Pour cela, les mots clés qui ont été utilisés pour cet algorithme sont définis dans le tableau 31. La figure 27 résume le principe général du programme PhreeqC.

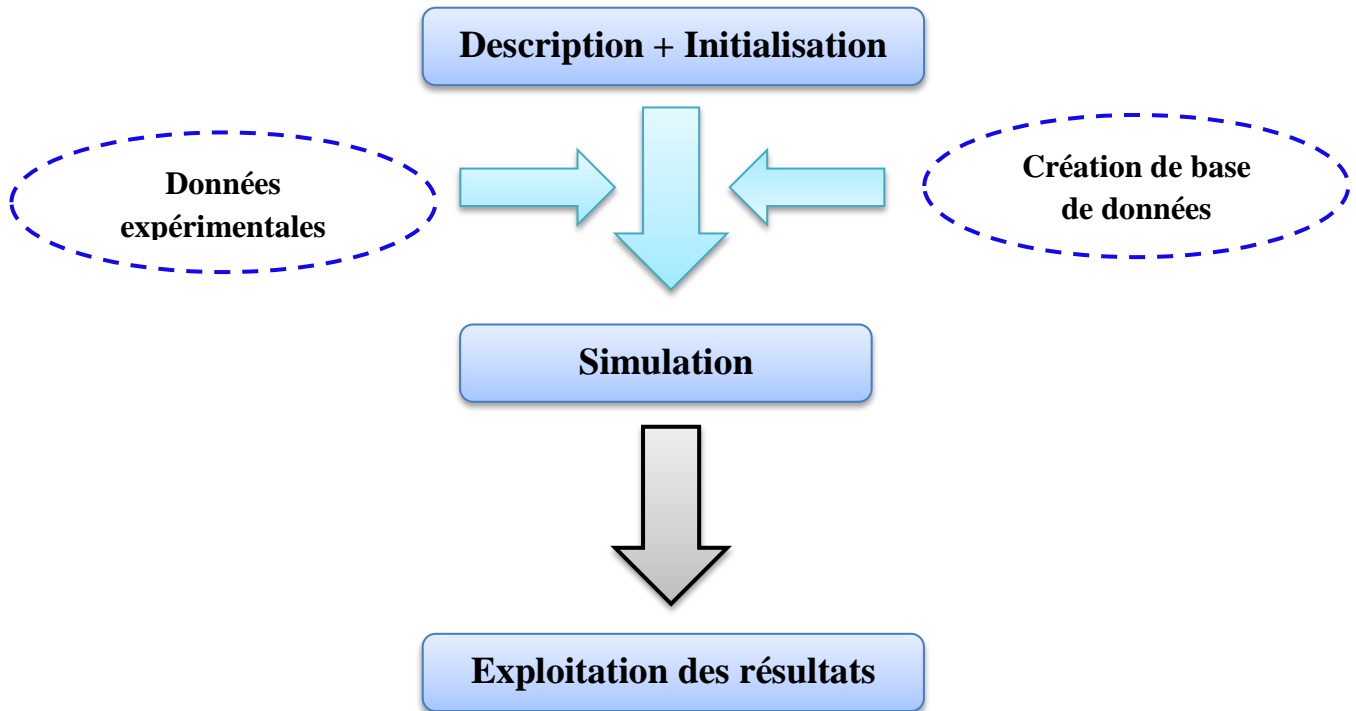


Figure 26: Principe de fonctionnement du programme de PhreeqC

## Conclusion du chapitre

Dans ce chapitre, nous avons présenté les méthodes de prélèvement et d'analyse utilisées au laboratoire. Deux types des boues qui sont étudiés et aussi caractérisés par différentes méthodes (physique, chimique, minéralogique et géotechnique). Ensuite, ils ont été utilisés à la place de matières premières classiques dans deux applications dans le domaine de constructions:

- Comme matière première dans un cru pour la fabrication de clinker,
- Comme addition dans la fabrication des mortiers et des bétons,

Les boues ont été utilisées comme composant dans des mélanges avec d'autres matériaux couramment utilisés.

Dans les crus de cimenteries, les boues calcinées ont permis d'apporter comme la quantité d'argile et de calcaire nécessaire sous forme de mélanges binaires (calcaire ou argile, avec les cendres des boues). Les taux d'incorporation ont varié d'environ 0 ; 5 ; 10 et 20% des cendres de boues calcinées en 950°C. Les boues utilisées dans les crus en laboratoire présentent des caractéristiques de cuisson adaptées à leur intégration aux compositions de crus de cimenterie. C'est principalement la composition en éléments chimiques majeurs qui permettent d'apprécier le potentiel d'utilisation dans cette application.

Dans des mortiers et des bétons, les cendres des boues calcinées dans 550°C, ont été utilisées comme addition minérale avec des taux de substitution différents de 0 ; 10 ; 15 ; 20 ; 25 et 30%. Ces taux de substitution ont été retenus afin de permettre une comparaison avec les indices d'activité de certaines additions actives et inertes couramment utilisées dans les bétons.

Dans le cadre de cette étude, l'approche méthodologique du travail est illustrée dans la figure 28, la première étape consiste à caractériser les propriétés physiques, chimiques (semi-quantitative et quantitative), minéralogiques et géotechniques des boues d'épuration incinérées en différentes températures (105, 250, 550 et 950°C), pour évaluer le potentiel de valorisation dépendamment des résultats obtenus.

L'étape suivante concerne l'évaluation de l'incorporation des cendres de boues dans le cru de ciment, en outre une étude technique se concentre sur l'évolution des propriétés des bétons et mortiers avec l'ajout d'additions alternatives des boues calcinées.

L'étude des caractéristiques physico-chimiques, physiques, minéralogiques et géotechniques permettent de déterminer les propriétés des matériaux. Ces informations permettent d'anticiper les comportements des matériaux en filière cimentaire et en filière de béton et de mortier. Afin d'étudier le potentiel de la valorisation des boues d'épuration ainsi que les interactions chimiques entre les additions et un milieu cimentaire. Nous étudierons, dans le prochain chapitre, les différents résultats et discussions des caractérisations chimique, physique, minéralogique, géotechnique et comportementale des deux cendres des boues étudiées.

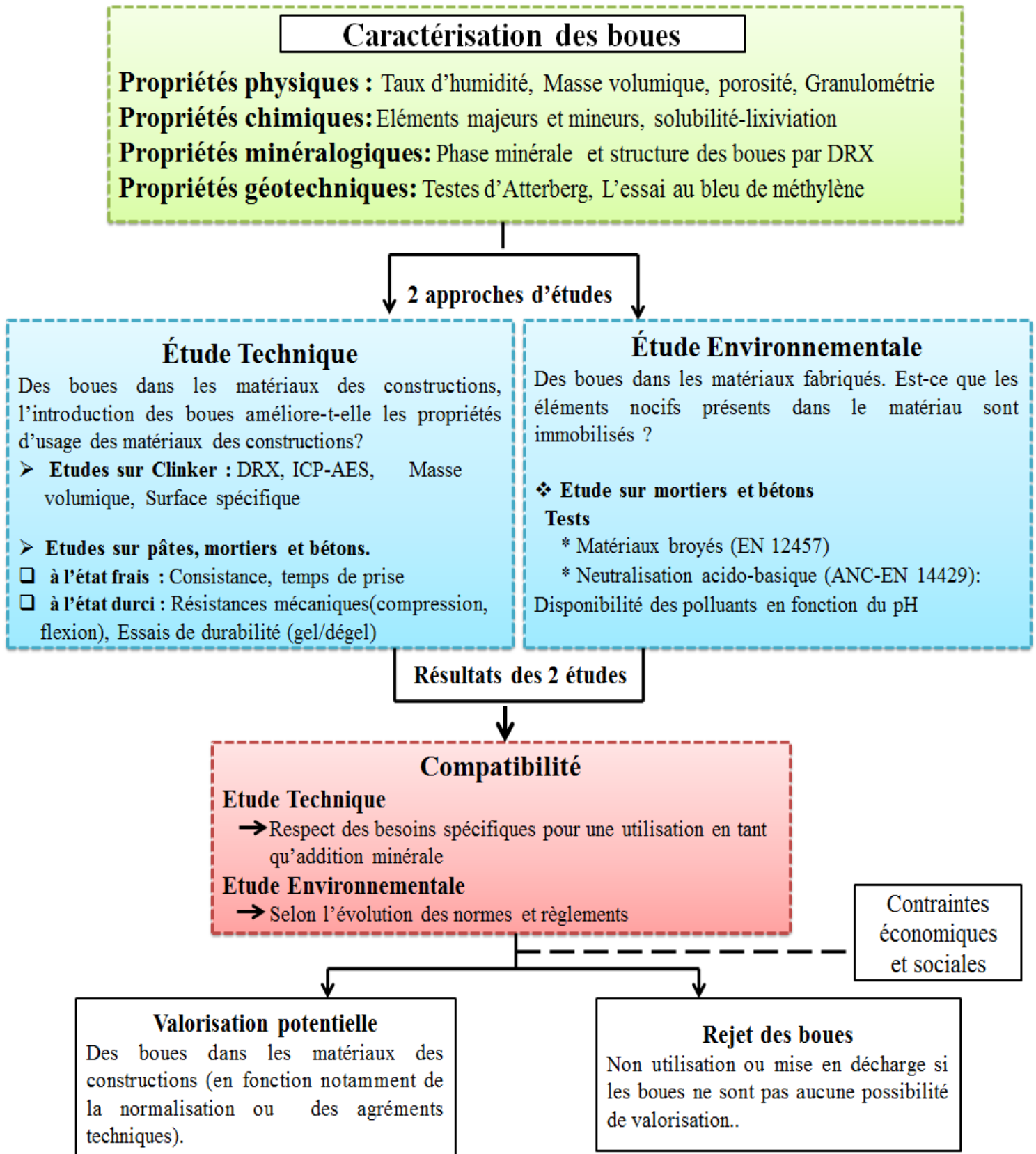


Figure 27: Démarche d'évaluation du potentiel de valorisation des boues d'épuration dans les matériaux des constructions

---

# **Chapitre 3:**

# **Caractérisation des boues des STEP étudiées**

---



## Introduction

Avant d'examiner la valorisation de ces cendres de boues en domaine de construction, il est essentiel de les caractériser, ce qui sera amplement détaillé dans ce chapitre. En effet, le chapitre trois présente l'ensemble des résultats expérimentaux obtenus au cours de cette thèse. Donc, nous détailleront les propriétés physiques, chimiques, minéralogiques et géotechniques ainsi que le comportement global des cendres de boues résiduelles.

## 1. Caractérisation physique

### 1.1. Taux d'humidité

Les résultats du taux d'humidité obtenus sont présentés dans le tableau suivant.

Tableau 32: Résultats d'humidité des échantillons des boues étudiées

STEP	Boues de STEP de Khouribga		Boues de STEP de Khénifra	
	Boue calcinée en 105 °C	Boue calcinée en 950 °C	Boue calcinée en 105 °C	Boue calcinée en 950 °C
Humidité	21,66 %	0 %	23,33 %	0 %
Siccité*	78,34 %	100 %	76,67%	100%

*Pour chaque paramètre la valeur donnée est la moyenne de 10 répétitions pour chaque échantillon*

*\*Siccité =100-Humidité (%)*

Le taux d'humidité des boues calcinées dans 105°C pour les deux stations étudiées est virtuellement semblable (les valeurs obtenues vont de 21,66 % pour la boue de la STEP de Khouribga et de 23,33 % pour la boue de la STEP de Khénifra). Ces résultats ne constitueraient pas un problème surtout qu'on est dans un climat semi-aride caractérisé par de longues périodes d'ensoleillement. Concernant les boues calcinées, le taux d'humidité est de 0% pour les deux boues étudiées, cette valeur est intéressante pour une utilisation ultérieure en fabrication du clinker de ciment et du béton.

### 1.2. Densité, porosité et compacité

Les densités réelles et apparentes des différents matériaux utilisés dans cette thèse sont résumées dans le tableau 33.

**Tableau 33: Densité réelle et apparente des différents matériaux utilisés dans cette étude**

Matériau		Densité réelle (g/cm <sup>3</sup> )	Densité apparente (g/cm <sup>3</sup> )	Porosité calculée(%)	Compacité calculée(%)
STEP de Khouribga	Boue calcinée en 105 °C	2,32	1,4	39	61
	Boue calcinée en 950 °C	1,6±0,5	0,5±0,05	69	31
STEP de khénifra	Boue calcinée en 105 °C	3,86	2,24	42	58
	Boue calcinée en 950 °C	2,15±0,5	0,9±0,05	58	38
Ciment		3,1 (Chen, 2012 ; Nmai, 1999.)	1,5 (Yang et al, 2015)	52 (Tate, 2005)	48
Sable		2,6 (Chen, 2012 ; Nmai, 1999.)	1,6 (Yang et al, 2015)	38 (Tate, 2005)	62
Granulat		2,6 (Chen, 2012 ; Nmai, 1999.)	1,7 (Yang et al, 2015)	35 (Tate, 2005)	65

*Pour chaque paramètre, la valeur donnée est la moyenne de 10 répétitions pour chaque échantillon*

Dans ce tableau, uniquement les valeurs relatives aux boues calcinées en 105°C et 950°C pour les deux STEP étudiées ont été mesurées. Pour les autres matériaux, les valeurs sont issues de la littérature.

Les résultats du tableau 33 montrent que la densité apparente des cendres de Khouribga calcinés à 950°C est de l'ordre de 0,5g/cm<sup>3</sup> et celles de Khénifra pour la même température est de 0,9g/cm<sup>3</sup>. La boue calcinée à 105°C de la STEP de Khouribga montre une densité apparente de 1,4g/cm<sup>3</sup>, ceci montre que cette boue est plus faible que celle du ciment, du sable et du granulat (1,5; 1,6 et 1,7g/cm<sup>3</sup>) selon Yang et al, (2015). Par contre, la densité apparente des boues calcinées à 105°C de la STEP de Khénifra est de l'ordre de 2,24g/cm<sup>3</sup>, plus importante que les autres constituants (ciment, sable, granulat), ceci est lié à la présence de sols dans les boues de cette STEP.

Les valeurs obtenues de la densité réelle vont de 2,32cm<sup>3</sup>/g pour la boue de la STEP de Khouribga à plus de 3,86cm<sup>3</sup>/g pour la boue de la STEP de Khénifra. Cette dernière est plus élevée à cause de la présence de sols dans les boues de cette STEP. Ces valeurs coïncident bien avec les résultats obtenus par Chen, 2012 et Nmai, 1999.

Les valeurs des porosités des cendres, calculées à partir de ses densités apparentes et réelles, sont autour de 69% et 58% pour les deux boues calcinées des STEP de Khouribga et de Khénifra respectivement. Cette valeur était beaucoup plus élevée que celle du ciment (52%), du sable (38%) ou du gravier (35%) calculé avec les valeurs de densité (Tate, 2005; Nmai, 1999). De ce fait, la

valeur élevée de la porosité des cendres peut entraîner une altération des propriétés mécaniques du matériau cimentaire. Il pourrait affecter la microstructure du mortier hydraté ou du béton et constitue donc une caractéristique négative. Une possibilité de compenser cet inconvénient des cendres peut résulter de l'addition d'un superplastifiant dans la formulation. Par contre, les teneurs des boues calcinées en 105°C de deux STEP de Khouribgha et de Khénifra sont respectivement de 39 %, 42% sont proches de 52%, à l'exception du ciment (Tate, 2005). La compacité est variée contre la porosité, en effet, l'augmentation de la compacité permet des diminutions des vides ainsi de développer de meilleures performances mécaniques et moins perméables dans les matériaux (Thomas & Matthews, 2004; Thomas et al., 2012).

### 1.3. Granulométrie

#### A. Granulométrie par tamisage

Pour chaque type des boues, les courbes présentées dans la figure 29 sont des moyennes de cinq courbes.

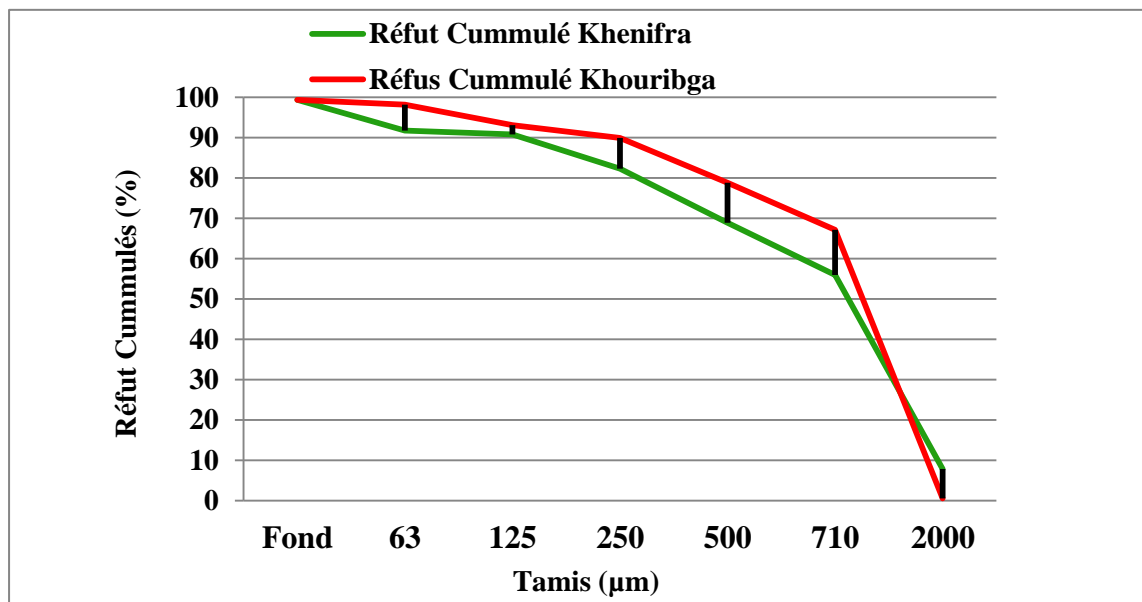


Figure 28: Courbe granulométrique cumulative de deux échantillons de boues calcinées en 105°C de Khénifra et Khouribga

Les résultats de l'analyse granulométrique présentés dans la figure 29 montrent que la granulométrie des deux boues étudiées se caractérise par une distribution granulométrique qui varie entre 63 et 2000µm. Généralement, la distribution granulométrique des boues de la STEP de Khouribga est relativement grossière. La fraction grossière à l'ordre de 250µm représente 65% (compris 18% de sable grossier, 22% de sable moyen et 25% de sable fin). La fraction argileuse et limoneuse inférieure à 63µm de 35%. La répartition granulométrique des boues de la STEP de Khénifra est regroupée en deux familles : la première famille, entre 75 à 150µm représente 78%

(répartis comme suit 25% de sable grossier, 17% de sable moyen et de 36 de sable fin). La seconde famille est inférieure à 63 $\mu$ m représente 22%. Ce résultat concorde avec d'autres résultats obtenus dans divers études (Valls et al., 2004; Guerraoui et al., 2008; Yang et al., 2015).

La fraction granulométrique entre 63  $\mu$ m et 15  $\mu$ m des cendres de boues des deux STEP étudiées généralement représente 96% à 86% respectivement pour la boue de la STEP de Khouribga et la boue de la STEP de Khénifra. Cela indique que les boues peuvent être classées comme limon ou argile d'après les résultats de Chung & Shun (2013).

Le diamètre des particules des cendres de boues des deux stations d'épuration est plus grand que celui du ciment Portland classique. En effet, environ 10% en poids du ciment est constitué de particules plus grandes que 50 $\mu$ m, et uniquement une très faible proportion en poids de particules est supérieure à 90 $\mu$ m (Kumar & Monteiro, 2005; Chen, 2012). Par conséquent, une petite particule dans le clinker de ciment va réagir bien plus rapidement qu'une grosse particule. Les particules présentant une taille supérieure à 50 $\mu$ m ne pourront probablement jamais totalement réagit, même si la quantité d'eau d'hydratation est suffisante (Pekmezci & Akyüz, 2004).

Lorsque les cendres de boues d'épuration seront introduites dans les formulations en substitution d'une partie de clinker du ciment, il est probable qu'uniquement les petites particules puissent être hydratées correctement. De ce fait, les petites particules des cendres de boues pourront réagir correctement et être considérées comme une réelle substitution de clinker du ciment. Il est probable que l'autre partie des cendres ne réagissent que partiellement et puissent être considérées comme un remplissage (Chen, 2012).

### **B. Granulométrie par sédimentométrie**

La figure 30 représente les résultats d'analyse de granulométries par la méthode de sédimentation.

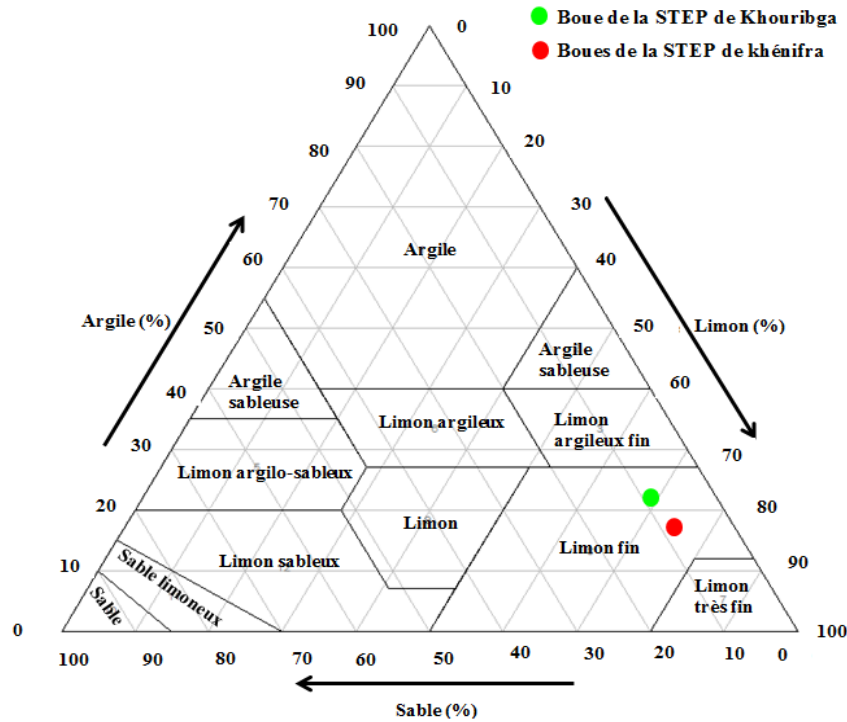


Figure 29: Triangle de texture du sol, montrant la texture de deux des boues d'épuration étudiées par le Département de l'agriculture des États-Unis.

Les résultats obtenus montrent que les fractions fines inférieures à 63µm représentent plus de 80 % et 70% pour les deux STEP de Khouribga et de Khénifra respectivement. Ce résultat montre que la composition des deux cendres de boues d'épuration étudiées est limon fin selon la classification texturale d'USDA (ministère de l'Agriculture des États-Unis). À partir du résultat de l'analyse par tamisage et de la méthode de sédimentation, on peut conclure que les boues d'épuration calcinée à 105°C sont composées principalement par les éléments limoneux et argileux en concordance avec les résultats obtenus par Huang & Wang (2013).

### 1.4. Surfaces spécifiques

Le tableau 34 donne les valeurs obtenues pour les surfaces spécifiques pour les deux boues étudiées.

Tableau 34: Surfaces spécifiques des cendres de boues étudiées

Echantillons	Boue de STEP de Khouribga		Boues de STEP de Khénifra		Ciment
	Calcinée en 105 °C	Calcinée en 950°C	Calcinée en 105 °C	Calcinée en 950°C	
Surfaces spécifiques (cm <sup>2</sup> /g)	1280	3900	1350	3600	4200 (Mansour et al., 2010)

Pour chaque paramètre, la valeur donnée est la moyenne de 10 répétitions pour chaque échantillon

Les valeurs obtenues de la surface spécifique sont de  $1280\text{cm}^2/\text{g}$  pour la boue de la STEP de Khouribga et environ  $1350\text{cm}^2/\text{g}$  pour la boue de la STEP de Khénifra. Ces valeurs coïncident bien avec les résultats de l'analyse granulométrique puisque les deux boues calcinées étudiées sont respectivement les plus grossières. Les deux boues calcinées présentent des surfaces spécifiques qui peuvent être considéré comme des valeurs typiques de ciment. Une surface spécifique plus grande implique une meilleure réactivité, apportant de meilleures performances mécaniques d'après les études de Xie, 2009 et Frohard, 2014.

## 1.5. Teneur en matière organique

### 1.5.1. Principe des matières organiques par four

Pour les essais réalisés sur les boues, les teneurs en matière organique (MO) sont consignées dans le tableau 35. Il s'agit de valeurs moyennes.

**Tableau 35: Teneurs en matières organiques et d'autres paramètres des boues étudiés**

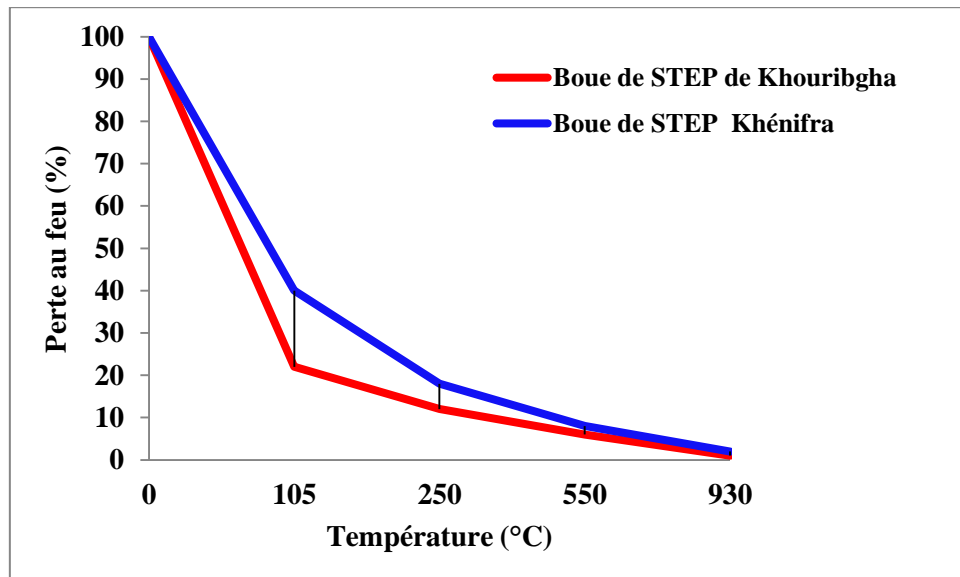
Paramètres	Boue de Khénifra	Boue de Khouribga	Référence (Asquini, 2008)
Humidité	23,33%	21,66%	81%
Matière Organique (MO)	38,45%	42,35%	-
Matière Minérale (MM)	34,89%	28,34%	63%
Matière Volatile (MV)	26,66%	29,31%	66%

*Pour chaque paramètre, la valeur donnée est la moyenne de 3 répétitions pour chaque échantillon*

Selon les résultats de ces tests (tableau 35), les valeurs obtenues avec l'humidité pour la boue de STEP de Khouribga est de 21,66 et de la STEP de Khénifra est de 23,33%. Ces résultats de l'humidité sont considérablement revus à la baisse car les deux boues sont séchées à l'air ambiant. Des teneurs élevées en matière volatile des deux boues de la STEP de Khouribga et de la STEP de Khénifra de 29,31% et de 26,66% en matière volatile, et en matière minérale (matière sèche) de 28,34% et 34,89%, respectivement peuvent être remarquées.

Les teneurs en MO des boues de la STEP de Khouribga et de la STEP de Khénifra sont respectivement de 42,35% et 38,45%. Ces résultats montrent que la MO de la STEP de Khouribga élevée par rapport à la boue de la STEP de Khénifra. Ceci est dû à l'abondance de la fraction minérale solide dans la boue de la STEP de Khénifra. Ces valeurs sont largement plus élevées que celles qui existent dans d'autres études (Asquini, 2008 et Dounya et al., 2012).

La figure 31 présente la courbe de l'analyse de perte au feu des boues d'épuration étudiées.



**Figure 30: Perte au feu des boues pour les deux STEP étudiés pendant la calcination à 105°C à 950 °C**

Les pertes au feu (PAF) dans la figure 31 montrent une perte au feu de 28,2% et de 33,6% pour la boue de la STEP Khouribga et de Khénifra respectivement. Ce qui traduit la présence de matière organique, d'hydrates et de carbonates dans les deux boues étudiées. Plusieurs pertes de masses successives sont observables. Entre 0°C et 250°C, le premier départ d'eau entraîne une perte de masse de 18% et 12% pour la boue de la STEP de Khénifra et Khouribga respectivement, ces résultats sont semblables aux résultats des auteurs (Karayildirim et al., 2006; Tantawy, El-Roudi et al., 2012; Naamane et al., 2014; Lynn et al., 2015). Entre 250°C et 550°C, une perte des masses successives est observable, ce qui peut être attribué à des combustions de matière organique, la matière organique non volatile complexe et les espèces d'hydrocarbures et de matériaux inorganiques, car les boues d'épuration contiennent diverses substances qui se volatilisent à la température d'ébullition (Tantawy et al., 2012; Lynn et al, 2015). Les pertes de masses entre 550°C et 950°C, ce qui peut être attribué à l'élimination de la matière carbonée présente dans les boues d'épuration par décomposition thermique, cela entraîne une disparition totale des matières organiques (Karayildirim et al., 2006; Tantawy et al, 2012). À plus de 950°C, la perte au feu la plus faible pour les deux boues étudiées. Ce qui est traduit par la déshydratation totale de la matière.

### **1.5.2.Principe des matières organiques par analyse calorimétrique différentielle (ACD) (ATG)**

Les thermogrammes présentés ci-dessous ont été enregistrés sous azote jusqu'à 1000°C à l'aide d'un analyseur thermique. Les résultats illustrés dans la figure 32 et la figure 33 correspondant respectivement aux thermogrammes obtenus avec les boues d'épuration brutes des stations de Khénifra et de Khouribga.

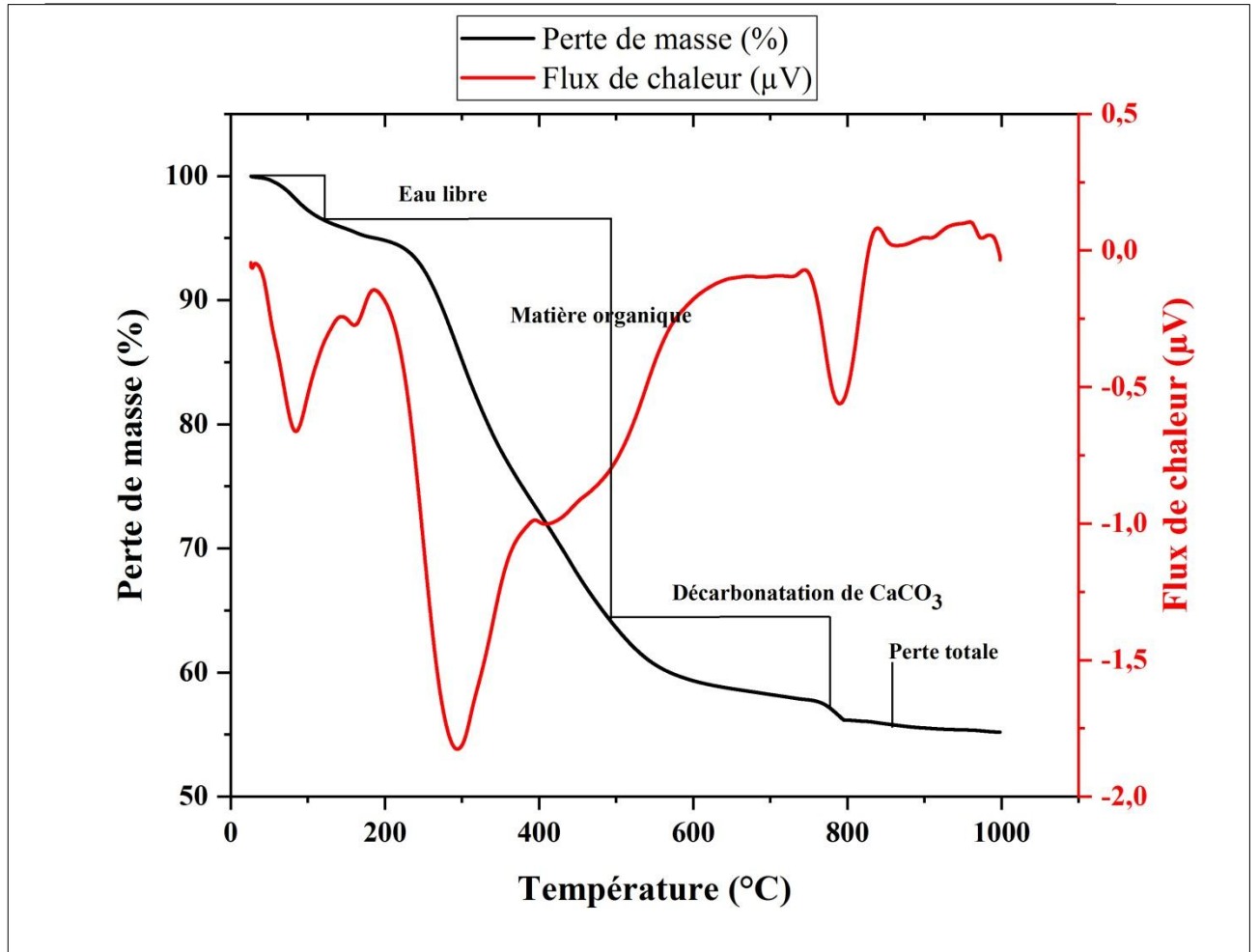


Figure 32: Courbe thermogravimétrique obtenue avec la boue brute de la STEP de Khénifra

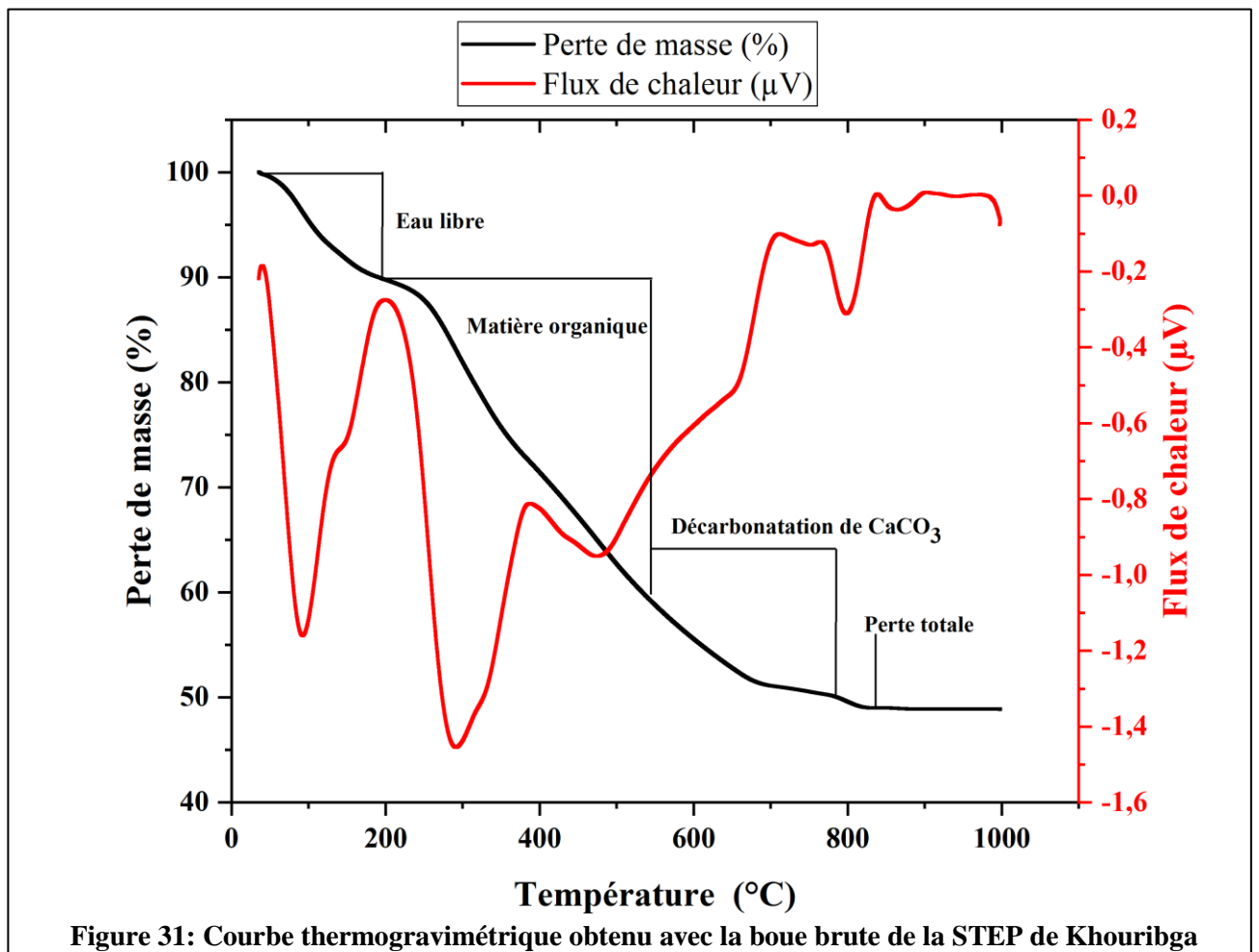


Figure 31: Courbe thermogravimétrique obtenu avec la boue brute de la STEP de Khouribga



Les résultats des analyses thermogravimétriques pour les deux échantillons étudiés montrent que les pertes de masses qui se déroulent entre 200°C et 550°C sont attribuées à des pertes d'eau et de matière organiques. Les pertes de masse observée entre 600 à 800°C sont caractéristiques de la décarbonatation des carbonates de calcium. Au-delà de 1000°C, il y a une perte de masse totale pour les deux échantillons étudiés. Ces résultats sont similaires aux pertes au feu présenté dans la figure 31. Généralement, on peut conclure que les résultats des analyses thermogravimétriques pour les deux échantillons sont semblables.

Les résultats des matières organiques plus fiables les résultats qui ont été trouvés organiques par l'analyse calorimétrique différentielle.

### 1.6. Pouvoir Calorifique Inférieur (PCI)

Les résultats de la composition chimique élémentaire et le pouvoir calorifique inférieur (PCI) des deux boues étudiées sont présentés dans le tableau 36.

Tableau 36: Composition élémentaire et PCI des boues étudiées

Espèces	Boue de STEP de Khénifra	Boue de STEP de Khouribga	(Gléau F. L., 2012)	(Morau, 2006)	(HERNÁNDEZ, 2012)
Taux de cendre %	48,19	12,27	35,88	-	-
Taux de carbone (C)%	22,6	34	30,8	41,79	32,65
Taux d'hydrogène (H)%	3,48	4,24	5,26	6,732	5-4,74
Taux de soufre (S)%	1,01	0,98	0,81	-	0,6-1,03
Chlorure (Cl)%	0,6	0,7	0,21	0,77	-
PCI (MJ/Kg)	7,90	8,86	13,8	-	11,7

La teneur en cendre de boue de STEP de Khénifra est considérablement élevée 48,19% de matière sèche par rapport à la teneur des boues de STEP de Khouribga de 12,27% en matière sèche. Ceci est dû à la présence de sol dans cette boue ainsi que dû à la combustion totale de la matière. Les teneurs en carbone mesurées pour les deux boues étudiées sont de 34% et 22,6% respectivement pour la STEP de Khouribga et de Khénifra. La différence entre les résultats de carbone entre les deux boues est due à l'augmentation des teneurs de carbonate de calcium dans la boue de Khouribga par rapport à la boue de la STEP de Khénifra. Ceci s'explique dans le paragraphe de caractérisation minéralogique ci-dessous. La teneur en hydrogène des boues de la STEP de Khouribga et de la STEP de Khénifra est relativement importante de 4,24% et de 3,48% en matière sèche respectivement. Ce qui permet de prévoir la formation de composés d'hydrocarbonates. Le soufre, étant moins important, peut aussi donner lieu à des composés soufrés.

Les valeurs du PCI de deux boues étudiées sont de 8,86MJ/Kg et 7,90MJ/Kg pour les boues de la STEP de Khouribga et de Khénifra respectivement. Elles sont plus faibles que les valeurs trouvées dans d'autres études tel que 13,8MJ/kg (Gléau, 2012), et 11,7MJ/kg (Hernandez, 2012), et aussi 18 à 23.9 MJ/kg (Leckener et al., 2004; Murakami et al., 2009; Cusido & Soriano, 2011). Les boues peuvent être valorisées énergétiquement en tant que combustible alternatifs de substitution des combustibles fossiles utilisée dans les fours de cimenteries. Donc l'utilisation des boues dans les fours cimenteries est de plus en plus répandue grâce à la réduction des coûts en combustible. En plus, les cendres issues de l'incinération des boues sont incorporées dans la composition du clinker (Garcés et al., 2008; Lin et al., 2006; Monzo, et al., 1999).

## 2. Caractérisation minéralogique

### 2.1. Teneur en CaCO<sub>3</sub> – méthode au calcimètre de Bernard et méthode de four

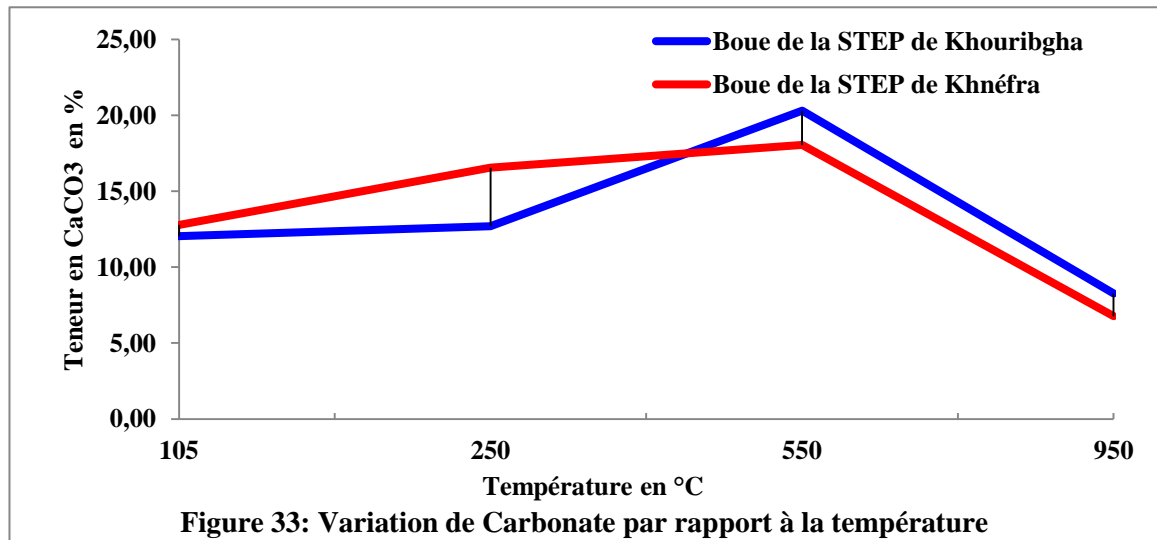
Pour l'ensemble des essais réalisés sur les cendres des boues, les teneurs en carbonates pour les boues issues de la calcination à différentes températures avec les résultats de la méthode de calcimètre de Bernard sont consignées dans le tableau 39. Il s'agit de valeurs moyennes.

**Tableau 37: Teneur en CaCO<sub>3</sub> dans les cendres des boues étudiées**

Teneur en CaCO <sub>3</sub> par la méthode de calcination								
	Cendres des boues de STEP de Khouribga				Cendres des boues de STEP de Khénifra			
Température	105 °C	250 °C	550 °C	950 °C	105 °C	250 °C	550 °C	950 °C
Teneur moyenne en CaCO <sub>3</sub> (en %)	12,03	12,70	20,30	8,27	12,78	16,55	18,05	6,77
Teneur en CaCO <sub>3</sub> par la méthode de calcimètre de Bernard								
	105 °C	250 °C	550 °C	950 °C	105 °C	250 °C	550 °C	950 °C
Teneur moyenne en CaCO <sub>3</sub> (en %)	11,95	12,29	19,88	8,08	12,26	16,03	17,98	6,65

*Pour chaque paramètre, la valeur donnée est la moyenne de 10 répétitions pour chaque échantillon*

Le tableau 39 montre que ces boues étudiées sont riches en carbonate de calcium. En revanche, les teneurs en carbonates pour les deux échantillons des boues étudiées sont presque semblables pour les deux méthodes d'analyses utilisées.



L

a figure 34 a révélé que le taux de carbonate de ces échantillons des boues d'épuration est relativement élevé avec l'augmentation de la température. Au-delà de 550°C, le taux de carbonate pour les deux échantillons étudiés est diminué, ceci peut être attribué à décomposition des carbonates à une température proche de 700°C. Ce résultat a été prouvé par plusieurs études qui ont montré que la décomposition du carbonate est proche de 750°C à 800°C (Ignacio et al., 2005; Tantawy et al., 2012; Chen et al., 2013; César et al., 2013). À 950°C, on trouve quelques traces de calcite. Celui-ci se décompose en format d'oxyde de calcium (CaO) et en libérant le gaz carbonique (CO<sub>2</sub>) selon la réaction suivante (Elayadi, 2005)



Ces résultats sont identiques aux résultats d'analyse thermique différentielle présentée à la section 1.5.2. En outre, pour donner plus de signification à ce résultat, nous le confirmerons ultérieurement par la diffraction des rayons X.

## 2.2. Analyse par diffraction des rayons X

L'analyse par diffraction aux rayons X des échantillons des boues d'épuration étudiées calcinées à différentes températures (105; 250; 555 et 950°C). Ce spectre d'analyse est caractéristique de la nature des minéraux cristallisés constituant les cendres calcinées. Les résultats obtenus sont essentiellement qualitatifs. Généralement, nous constatons que tous les spectres obtenus présentent une série de pics de diffraction bien définis qui correspondent à des phases solides majoritairement bien cristallisées, et aussi des bruits de fond dont la forme indique la présence de phases mal cristallisées.

La figure 35 montre les spectres de l'échantillon de boue de la STEP de Khouribga. Généralement, la boue calcinée dans la gamme des températures de 105°C à 250°C a révélé la présence des phases cristallines suivantes : le quartz ( $\text{SiO}_2$ ), la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ), l'hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) et aussi l'oxyde d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). Ces compositions sont très proches des compositions cimentaires, le même résultat est obtenu par plusieurs chercheurs notamment (Cyr et al., 2003; Kae-Long et al., 2006; Merino et al., 2007; Tantawy et al., 2012; Naamane et al., 2014). Autour de 550°C est caractérisé par la présence de quartz, d'hématite et d'andradite [ $\text{Ca}_3\text{Fe}_2(\text{SiO}_4)_3$ ] (Tantawy et al., 2012), bobdownsite [ $\text{Ca}_9(\text{Mg})(\text{PO}_4)_6(\text{PO}_3\text{F})$ ] et phosphate de calcium (whitlockite — [ $\text{Ca}_9[\text{Mg}, \text{Fe}][\text{PO}_4]_6\text{PO}_3\text{OH}$ ]) (Cyr et al., 2012). Au cours du traitement thermique, le fer est transformé en hématite (Ignacio et al., 2005; Tantawy et al., 2012). La calcite qui est identifiée comme étant une composante essentielle dans l'échantillon, n'a pas été détectée dans la boue calcinée à 950°C, car la décomposition de la calcite est importante à partir de 750°C pour donner la chaux ( $\text{CaO}$ ) et le  $\text{CO}_2$  (Lin et al., 2012; Tantawy et al., 2012). Ainsi cette phase est caractérisée par la présence de merrillite [ $\text{Ca}_9\text{NaMg}(\text{PO}_4)_7$ ], de britholite [ $(\text{Ce}, \text{Ca})_5(\text{SiO}_4, \text{PO}_4)_3(\text{OH}, \text{F})$ ] et de sulfate de calcium (anhydrite— $[\text{CaSO}_4]$ ). Les résultats obtenus par cette technique analytique confirment ceux obtenus par l'analyse thermique différentielle et aussi par la calcination des boues au four.

1: Quartz; 2: Calcite; 3: Oxyde d'Aluminium; 4: Hématite; 5: Andradite; 6: Sennerite; 7: Bobdownsiten; 8: Whitlockite; 9: Merrillite; 10: Britholite; 11: Anhydrite; 12: Chaux.

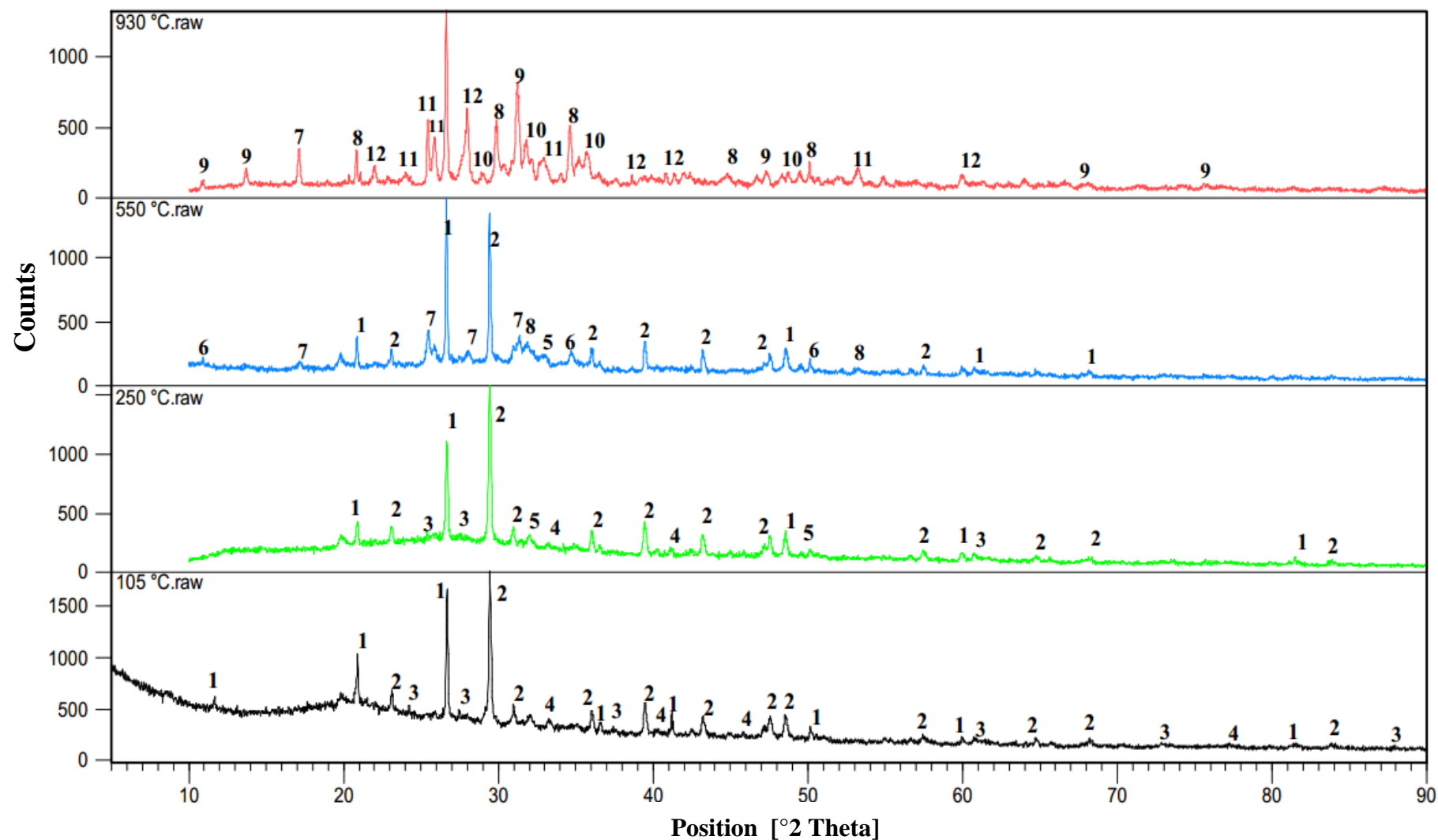


Figure 34: Spectre de DRX de la cendre de boue d'épuration de la STEP Khouribga

1 : Quartz ; 2 : Calcite ; 3 : Gypse ; 4 : Hématite ; 5 : Dolomite ; 6 : Sennerrite ; 7 : Muscovite ; 8 : Anhydrite ; 9 : Gehlenite ; 10 : Chaux.

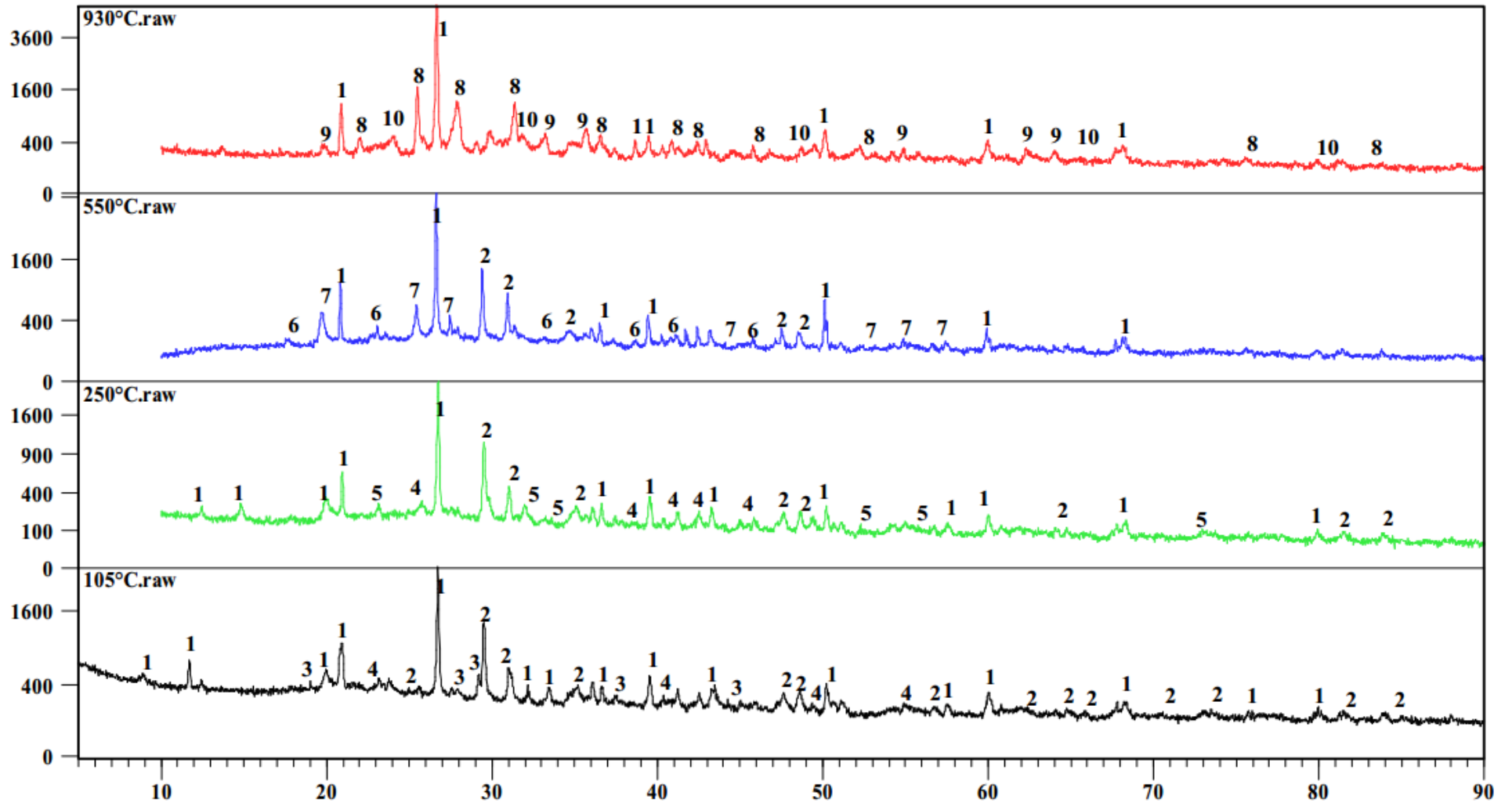


Figure 35: Spectre de DRX de la cendre de boue d'épuration de la STEP Khénifra

L'analyse par diffraction aux rayons X dans la figure 36 présente les diffractogrammes de boues de la STEP de Khénifra, ces résultats montrent l'existence de plusieurs phases cristallines à savoir : le quartz ( $\text{SiO}_2$ ), le gypse ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ), l'hématite ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) et la calcite ( $\text{CaCO}_3$ ) (Kae-Long et al, 2006; Cyr et al, 2007; Chen et al, 2010; Attom & Al-Sharif, 2014, Aadraoui et al., 2018). En revanche, nous constatons l'apparition de nouveaux pics de dolomite ( $\text{CaMg} [\text{CO}_3]_2$ ) et disparition du gypse après l'incinération de boues d'épuration à  $250^\circ\text{C}$ . À la gamme de la température  $550^\circ\text{C}$  à  $950^\circ\text{C}$  divers minéraux cristallisés sont présents, tels que la sénérite, la muscovite ( $\text{KA}12 [\text{AlSi}_3\text{O}_{10}] [\text{OH}, \text{F}]_2$ ), l'anhydrite ( $\text{CaSO}_4$ ), la gehlénite ( $\text{Ca}_2\text{Al} [\text{AlSiO}_7]$ ) et la chaux ( $\text{CaO}$ ). En outre, la dissipation des pics de la calcite dans les échantillons calcinés à  $950^\circ\text{C}$  est attribuée à la décomposition du carbonate de calcium dans la boue incinérée près de  $700^\circ\text{C}$  —  $800^\circ\text{C}$ . Le carbonate de calcium est sans doute décomposé en  $\text{CaO}$  et  $\text{CO}_2$  sous l'effet des températures relativement hautes. Ces résultats sont semblables aux résultats de Kae-Long et al., (2006); Dounya et al., (2012); César et al., (2013). La chaux est responsable de l'activité pouzzolanique dans les matériaux à base de ciment (Monzo et al., 2003; Ignacio et al., 2005; Naamane et al., 2014).

En conclusion, lors de l'incinération des échantillons étudiés des boues d'épuration à haute température, nous constatons que les principaux composants des cendres issues à l'incinération sont  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CaO}$  et  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Ces composés sont similaires à ceux des matériaux à base de ciment. De plus, ces composés sont responsables de l'activité pouzzolanique dans les cimentaires.

Enfin, on peut conclure que les phases cristallines des échantillons des deux sites sont semblables. D'une manière générale, ils sont constitués par le quartz, l'oxyde de fer (hématite) et le phosphate de calcium et le fer. On note également la présence d'une espèce sulfatée, l'anhydrite, en proportion non négligeable. Ces minéraux peuvent être regroupés en trois familles :

- ✓ Certains minéraux peuvent être considérés inertes notamment vis-à-vis du ciment et de l'eau : le quartz, la chaux, l'hématite ;
- ✓ Certains minéraux peuvent jouer un rôle chimiquement pénalisant (empêcher progressivement le processus de prise du ciment (retardateur de prise)) dans les bétons par exemple le phosphate de calcium et fer ;
- ✓ L'anhydrite est un cas particulier. En revanche, elle peut agir comme régulateur de prise et aussi contribuer à l'hydratation du ciment en réagissant avec les aluminates pour créer de l'ettringite. Cependant, ce sel est gonflant et s'il se forme à retardement dans une matrice solide, il peut provoquer une fissuration du matériau.

### 3. Caractérisation chimique

#### 3.1. Analyse chimique élémentaire des métaux et métalloïdes

Le tableau 37 présente les résultats obtenus lors de la détermination du contenu total des boues incinérées en différentes températures (105; 250 ; 550 et 950°C) pour les deux STEP étudiés réalisés par l'analyse d'ICP-AES. Cette liste contient tous les éléments qui sont présents dans les échantillons.

**Tableau 38: Contenu total en éléments dans les cendres des boues**

	Eléments (mg/Kg)	Boues de STEP de Khouribga				Boues de STEP de Khénifra				Ciment (Onuaguluchi, 2015)
		105°C	250°C	550 °C	950 °C	105°C	250°C	550 °C	950 °C	
<b>Eléments majeurs en excès (&gt; 10000 mg / kg)</b>	<b>Ca</b>	51000	98390	136700	161900	65620	84050	103500	89070	-
	<b>Fe</b>	5830	9947	15150	19470	2486	5669	27580	20120	10520
	<b>Mg</b>	5273	9355	13470	16770	5114	10020	15120	11800	5210
<b>Eléments majeurs (100-10000 mg / kg)</b>	<b>Cu</b>	168,5	188,3	292,5	347,1	158,7	144,3	145,8	148,4	42,07
	<b>K</b>	1823	2207	3367	5359	1129	1174	4638	4973	5098
	<b>Mn</b>	93,30	153,9	201,7	271,2	96,28	284,9	294.1	409.3	117,4
	<b>Na</b>	1913	2781	4100	4894	1054	1137	2272	2466	803,1
	<b>Pb</b>	61,59	219,8	146,6	119,5	76,53	156,4	137,4	200,9	33,79
	<b>Zn</b>	1218	2229	1645	3313	1289	1683	1357	2211	204,5
	<b>Al</b>	4667	7091	ND	ND	5102	6902	ND	ND	-
	<b>Ba</b>	220,1	390,7	501,7	663,5	209,8	621,6	714,5	910,9	86,2
<b>Éléments traces (&lt;100 mg /kg)</b>	<b>Cd</b>	4,248	11,96	7,036	8,797	3,03	3,49	5,48	4,99	2,597
	<b>Ni</b>	15,82	30,50	28,17	41,59	17,64	19,17	31,24	19,47	24,30
	<b>Co</b>	2,350	2,571	4,928	5,882	2,28	4,34	6,7	4,94	4,3
	<b>Cr</b>	31,68	52,17	79,11	93,28	27,76	29,54	47,2	25,28	17,72
	<b>P</b>	2,12	ND	ND	ND	1,06	ND	ND	ND	ND

ND : Éléments non détectés

Pour les éléments majeurs en excès, il est possible d'observer des différences entre les deux boues calcinées entre 550°C et 950°C. Par exemple, la cendre de la STEP de Khouribga contient plus de calcium et de fer. Pour les éléments majeurs, les concentrations des éléments chimiques telles que : l'aluminium, le potassium, le zinc, et d'autres éléments qui sont présents au tableau 37, ces concentrations sont équivalentes dans les deux boues étudiées. Si on compare ces éléments avec la composition du ciment, les mêmes éléments majeurs entrent pour une grande part dans la composition des cendres de boues par rapport le ciment. En effet, dans le ciment, les éléments présents en grandes quantités sont le potassium, le fer, le manganèse et le sodium (Onuaguluchi, 2015). Dans les contenus totaux présentés ci-dessus. Le silicium n'est pas détecté. Ceci est probablement lié au protocole utilisé (Chen & Ma, 2001).



En ce qui concerne le phosphore, ce composant est connu pour favoriser dans un premier temps une croissance de la porosité du mortier et du béton. Cependant, cette évolution s'inverse ensuite avec le temps tant que l'hydratation se poursuit. De plus, au moment où le phosphore est ajouté, la résistance à la compression pourrait être réduite à 7 jours et très élevée à 90 jours d'après l'étude de (Liu et al., 2006). En outre, une autre étude a montré que la résistance initiale diminue, quand la teneur en phosphore dans le ciment augmente jusqu'à 2,25% (Chen, 2012; Chen et al, 2013), en plus le ciment ne parvient pas à répondre aux exigences de la norme utilisée (Nurse , 2007). Pour les échantillons de la présente étude, la teneur en phosphore dans les deux boues chauffées à 105°C est de 2,12mg/kg et 1,06mg/kg respectivement pour la boue de la STEP de Khouribga et la boue de la STEP de Khénifra. La teneur en phosphore dans les deux boues calcinées ( $T \geq 250^\circ\text{C}$ ) est négligeable (non détecté), parce que les concentrations sont inférieures à la limite de détection. Donc, si la teneur en phosphore dans le ciment est supposée égale à 0 d'après l'analyse chimique, alors le mélange (cendres de boues + ciments) n'atteint pas la valeur critique de 2,25% en phosphore. Donc, d'un point de vue technique il est possible d'estimer que la teneur en phosphore n'aura pas d'influence sur la résistance mécanique des matériaux.

Le contenu en potassium dans la cendre de la STEP de khouribga est presque le même que celui de la cendre de la STEP de Khénifra et aussi dans le ciment. Le potassium qui est facilement soluble dans l'eau peut élever l'alcalinité de la phase liquide, et aussi accélérer la cinétique d'hydratation du ciment, ce qui se traduit par une croissance précoce des résistances mécaniques. Toutefois, ceci n'est pas toujours souhaitable. En effet, si la teneur en potassium est trop élevée. En outre, le pH de la solution favorise la réaction alcali-granulat. Ceci peut générer l'expansion et la déformation du béton. Ce qui peut attribuer à une réduction de la résistance au 28<sup>ème</sup> jour, alors que la résistance est normalement élevée au 7<sup>ème</sup> jour selon Chen et al (2013).

Dans le tableau 37, il apparait que des éléments majeurs comme le Zn, le Cu, le Ba, le Pb, et ainsi les éléments traces tels que: le Ni, le Cd, le Co, le Cr et le P sont présents en quantité non négligeable dans les deux boues calcinées à en différentes températures. Ceci confirme bien le fait qu'une évaluation environnementale est nécessaire lors de la valorisation de ce type des déchets en domaine de construction.

### **3.2. Contenus en éléments des cendres mesurés par fluorescence des rayons X (FRX)**

Le tableau 38 présente la composition chimique des boues calcinées en différentes températures (105; 250; 550 et 950°C), déterminée par analyse par fluorescence X. Comme cela a

été précisé dans le chapitre «matériels et méthodes», les éléments sont représentés sous forme d'oxyde.

**Tableau 39: Résultats de FRX des boues étudiées**

Eléments	Boues de STEP de Khouribga				Boues de STEP de Khénifra				Ciment (Onuagulu chi, 2015)
	Contenu en %				Contenu en %				
	105 °C	250 °C	550°C	950 °C	105 °C	250C	550 °C	950 °C	
SiO <sub>2</sub>	18,96	18,52	18,57	18,2	18,01	18,13	18,07	18,62	34,2
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4,10	3,99	4,01	3,98	3,81	3,83	3,86	3,87	16,12
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,43	2,93	2,40	2,42	2,40	2,38	2,37	2,42	4,7
CaO	55,25	57,35	58,27	58,46	55,3	56,32	57,28	57,39	50,2
MgO	1,07	1,18	1,21	1,20	1,27	1,31	1,3	1,32	1,9
K <sub>2</sub> O	0,82	0,78	0,79	0,80	0,81	0,80	0,81	0,79	1,7
SO <sub>3</sub>	3,06	3,10	3,12	3,15	3,11	3,13	3,16	3,19	2,8
Na <sub>2</sub> O	0,17	0,29	0,27	0,25	0,35	0,42	0,38	0,32	1
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,07	0,35	0,33	0,35	0,71	0,65	0,61	0,63	14,8
TiO <sub>2</sub>	0,25	0,27	0,26	0,30	0,26	0,27	0,28	0,30	0,9
ZnO	0,091	0,088	0,090	0,092	0,088	0,090	0,093	0,093	-
CuO	0,065	0,068	0,072	0,075	0,060	0,063	0,069	0,073	-
MnO	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	0,6

ND : non détecté

La comparaison des résultats de tableau 38 fait apparaître les différences entre les teneurs des boues calcinées en basse et haute température par rapport aux teneurs décelées dans le ciment à savoir le SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et MnO qui sont des teneurs faibles ou absentes totalement dans nos échantillons, mais elle contient des teneurs plus importantes en trioxyde de soufre (SO<sub>3</sub>). La présence du soufre dans le clinker diminue les minéraux principaux tels que l'aluminate tricalcique (C3A), l'alite (C3S) et le silicate bicalcique (C2S), en plus des effets indésirables sur le ralentissement du développement de la résistance à la compression. En revanche, le seuil acceptable de la teneur en trioxyde de soufre est de 2-4% selon l'étude de Sayed (2011). De ce fait, la teneur en soufre de nos échantillons ne va pas générer des effets néfastes sur le clinker qui sera fabriqué par la suite. L'analyse de la fluorescence X montre une faible teneur en L'hémipentoxyde de phosphore (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) parce qu'on retrouve rarement cet élément dans les matériaux cimentaires. En outre, ces résultats montre la présence d'éléments à faible teneur qui ont des impacts sur l'environnement tel que (CuO et ZnO). En conclure que les compositions chimiques en éléments majeurs (% massique en oxyde) pour les deux cendres de boues d'épuration étudiées sont généralement similaires à celles présentes dans les ciments (Lin et al., 2004; Lin et al., 2008 ; Onuaguluchi, 2015). En général, ces résultats ont été confirmés par la suite-par l'analyse minéralogique de DRX.

## 4. Caractérisation géotechnique

### 4.1. Testes d'Atterberg

Les résultats issus de ces essais pour les différentes boues étudiées sont récapitulés dans le tableau 40.

**Tableau 40: Propriété de géotechnique de deux boues étudiées déterminée par la méthode de Casagrande**

Parameters	STEP Khouribga	STEP de Khénifra	
<b>Limits de Atterberg</b>	Limite de liquidité ( $L_L$ ) %	191,12	126,08
	Limite de plasticité ( $P_L$ ) %	141,94	100,49
	Indice de plasticité ( $P_I$ ) %	49,18	25,60
	Indice de liquidité ( $L_I$ ) <sup>a</sup>	-1,76	-1,42
	Indice de consistance ( $C_I$ ) <sup>b</sup>	3,22	3,72
<b>Équivalent du sable</b>	22	15	
<b>Teneur en eau (W) (%)</b>	141,94	128,45	

*Pour chaque paramètre, la valeur donnée est la moyenne de 10 répétitions pour chaque échantillon*

$${}^a L_I = \frac{(W-P_L)}{(L_L-P_L)} \quad {}^b C_I = \frac{(L_L-W)}{(L_L-P_L)}$$

Les valeurs moyennes obtenues avec la limite de liquidité vont de 191,12% pour la boue de la STEP de Khouribga et à la proche de 126,08% pour la boue de la STEP de Khénifra. Les teneurs moyennes de la limite de plasticité sont respectivement de 141,94% et de 100,49% pour les boues des STEP de Khouribga et de Khénifra. Ces résultats sont conformes aux résultats obtenus par (Lo et al., 2002; Okelly, 2008; Jonas et al., 2010; Zhan et al., 2014). L'indice la plasticité de boue de la STEP de Khouribga est plus élevé (49,18%) que l'indice de la boue de la STEP de Khénifra (25,60%). La plasticité élevée est liée à l'hydratation des floculations de boue d'épuration et aux coagulants utilisés pendant le traitement des eaux résiduaires. On peut conclure que les deux boues étudiées sont semblables à des sols élastiques de plasticité très élevée (Ignacio et al., 2005; Brendan & Kelly, 2006).

En ce qui concerne l'index de liquidité, il est de l'ordre de -1,76% et de -1,42% respectivement pour la boue de la STEP de Khouribga et la boue de la STEP de Khénifra. Ces résultats indiquant que ces boues sont relativement solides selon la norme [NF P94-051]. En outre la valeur de l'équivalent du sable pour les boues étudiées est aux alentours de 22% et de 15% respectivement pour la boue de STEP de Khouribga et la boue de la STEP de Khénifra. Ces résultats montrent que les deux boues d'épuration sont de type plastique. Ces résultats corrélés avec du sol plastique selon la norme de [NF P94-051] (Rico et Del Castillo, 1974). Les valeurs de l'indice de consistance sont de 3,22% et de 3,72% respectivement pour la boue de la STEP de Khouribga et la boue de la STEP de Khénifra. Ces résultats montrent que les deux boues étudiées sont solides.

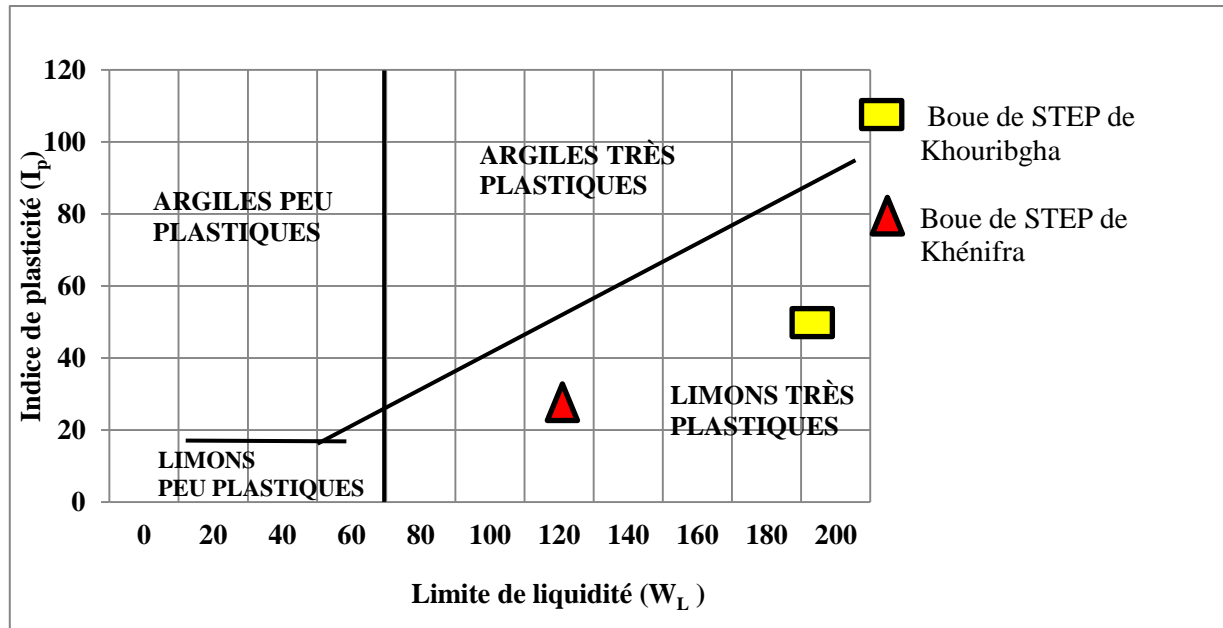


Figure 36 : Classification des boues sur le diagramme de Casagrande

À partir de la connaissance des limites d'Atterberg des deux boues étudiées, la classification sur le diagramme le plus utilisé en géotechnique peut être effectuée pour classer ces boues. Ce diagramme a pour abscisse  $W_L$  et  $I_p$  en ordonnée. À partir de la classification de Casagrande utilisée dans la figure 37, il convient de constater que les deux boues peuvent être rapportées à des sols limoneux. Or, la plasticité est plus prononcée pour les deux boues. En effet, ces derniers sont considérés comme très plastiques. Les résultats de cet essai confirment qu'il est possible d'utiliser ces boues étudiées dans le domaine de construction.

#### 4.2. Valeur au bleu

Pour l'ensemble des essais réalisés sur les boues étudiées, les valeurs des essais du bleu de méthylène sont résumées dans le tableau 41. Il s'agit de valeurs moyennes calculées sur l'ensemble des valeurs pour chaque boue.

Tableau 41: Valeurs au bleu de boues étudiées

	Boues de STEP de Khouribga	Boues de STEP de Khénifra
Valeur au bleu VBS ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	15	17

*La valeur donnée est la moyenne de 10 répétitions pour chaque échantillon*

Les valeurs modérées du bleu de méthylène sont de  $17\text{cm}^3/\text{g}$  pour la boue d'épuration de Khénifra et de  $15\text{cm}^3/\text{g}$  pour l'autre de Khouribga. Ces résultats indiquent une forte capacité d'adsorption qui est due à une forte présence de la fraction argileuse. Les résultats obtenus par cette technique analytique confirment ceux obtenus par le teste d'Atterberg.

## 5. Caractérisation comportementale

### 5.1. Disponibilité des polluants par lixiviation

Selon la méthode décrite dans le chapitre «matériel et méthodes», une lixiviation à l'eau déminéralisée pour les éléments polluants a été faite. Généralement, les résultats de lixiviation de deux boues étudiées montrent un comportement des boues satisfaisant pour leur valorisation. Dans l'éluat étudié, les éléments cadmium(Cd), antimoine(Sb), silicium(Si), baryum(Ba), nickel(Ni), plomb(Pb), arsenic(As), mercure(Hg) et étain(Sn) n'ont pas été détectés ou sont inférieurs à 1mg/kg. Une comparaison entre les concentrations des éléments de lixiviation et les contenus totaux (élément majeur présent dans la section 2.1, tableau 37) est présentée dans les figures 38 et 39.

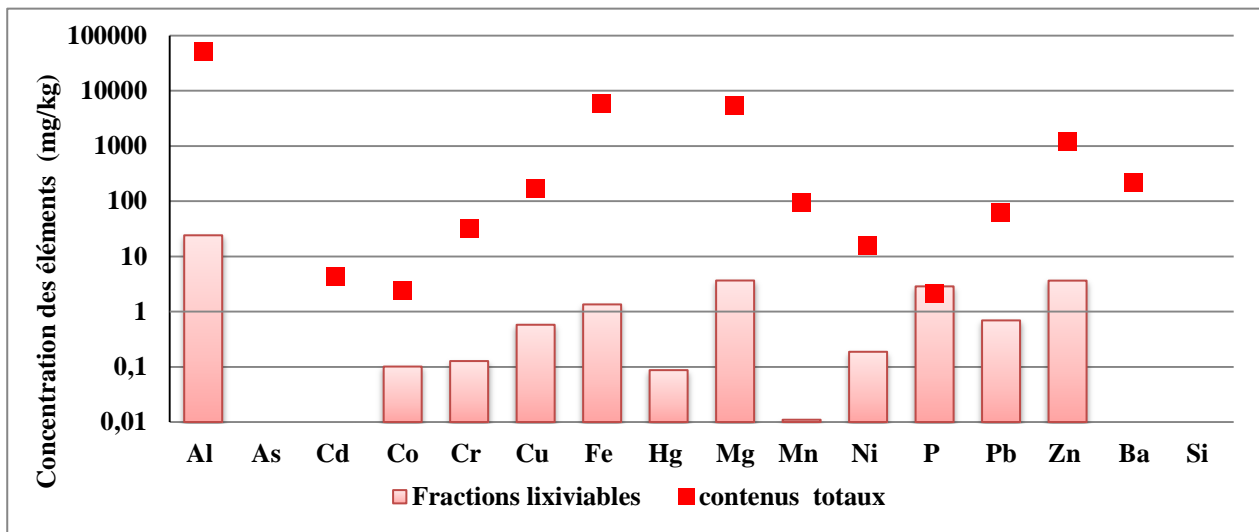


Figure 37: Concentrations des éléments dans l'éluat de la boue de la STEP de Khouribga

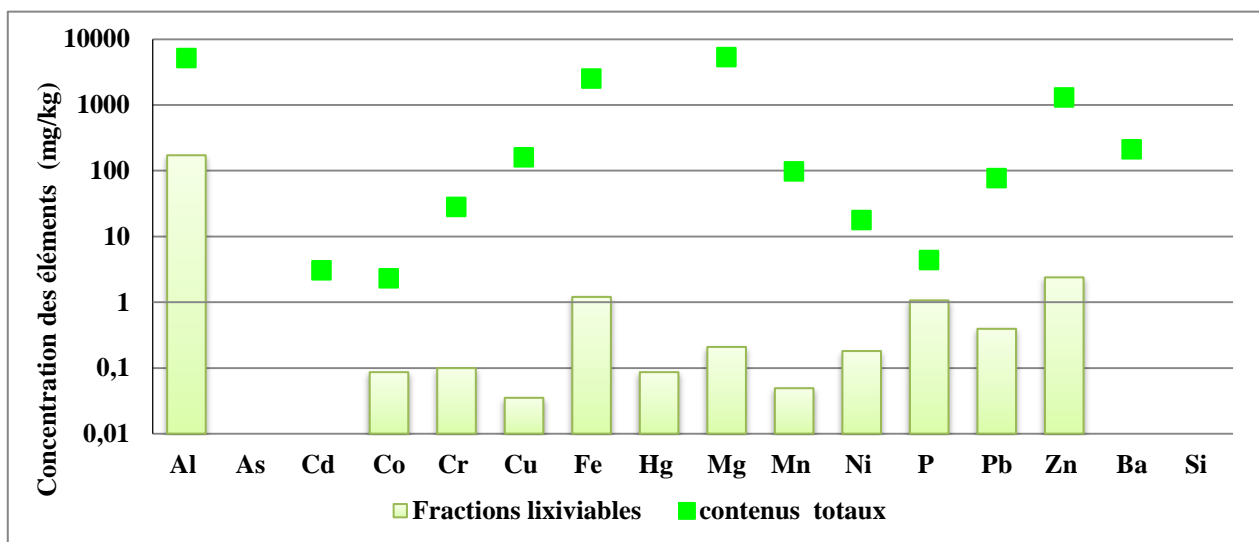


Figure 38: Concentrations des éléments dans l'éluat de la boue de la STEP de Khénifra

Les concentrations relarguées pour le phosphore, le cobalt et le mercure, concerne les deux échantillons étudiés sont presque identiques, ce qui montre qu'une part importante de ces éléments est mobilisable. De plus, ces éléments sont bien mobilisés au pH naturel à savoir 11 qui correspond

à l'essai de la lixiviation. Selon (Chen, 2012 ; Chen et al., 2013) et conformément à la norme standard [NF X31-151], il y a trois seuils très importants, qui sont les seuils inertes, non dangereux et dangereux.

Les déchets pour lesquels les relargages sont plus bas que les seuils «inertes» peuvent être valorisés dans différents domaines sans traitement préalable.

Les déchets pour lesquels les relargages sont plus élevés que les seuils «inertes» mais plus bas que les seuils «non dangereux» sont acceptables pour un stockage en décharge municipale (déchets non dangereux). Ils peuvent également être réemployés en construction en fonction des seuils spécifiques aux différents scénarios choisis en constructions (par exemple, en route, en bâtiment en ciment et en béton).

Les concentrations des éléments sont comparées avec ces seuils dans la figure 40, les histogrammes sont les résultats de l'essai de lixiviation, et les lignes représentent les trois seuils concernant la mise en décharge. (Donatello et al., 2010; AFNOR, 2003)

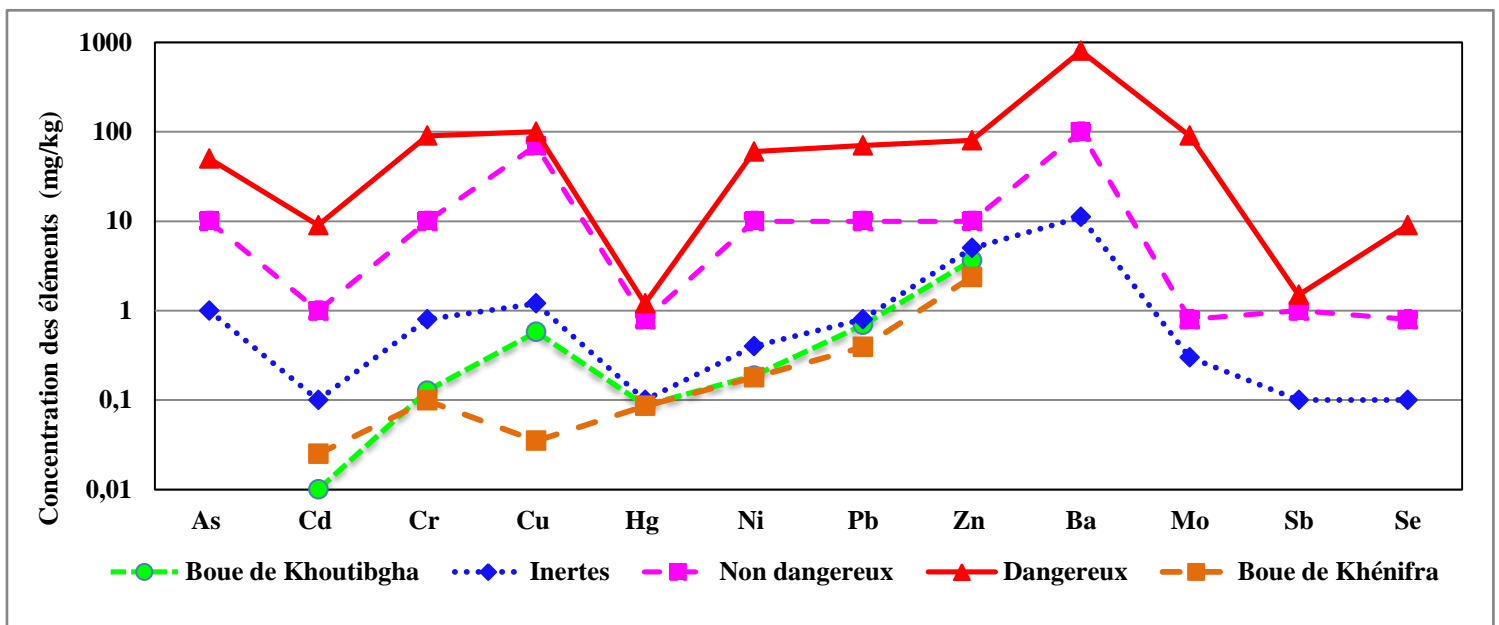


Figure 39: Comparaison des concentrations relarguées lors de l'essai de lixiviation des boues étudiées et des seuils relatifs à la mise en décharge (Chen, 2012)

Pour les deux boues calcinées à 105°C, les éléments détectés ne dépassent pas la catégorie des déchets inertes des seuils de décharge. Donc, ces boues calcinées peuvent être valorisées dans différents domaines sans traitement préalable. En outre, ces résultats montrent que les valeurs de lixiviation restent très loin des seuils non dangereux. En conséquence, ces boues calcinées peuvent être réutilisées en domaine des constructions (en route, en bâtiment en ciment et en béton).

## 5.2. Disponibilité des polluants en fonction du pH - CNA (Capacité de neutralisation acide)

Ce test permet de déterminer la capacité de neutralisation acide (CNA – CEN/TS 14429), et aussi d'estimer le niveau de solubilisation des espèces chimiques étudiées en fonction du pH.

### 5.2.1. Solubilisation des éléments dépendant du pH

D'après l'observation des résultats d'analyses chimiques des éluats, les éléments analysés sont rassemblés en 4 groupes selon les concentrations obtenues au cours de l'évolution du pH.

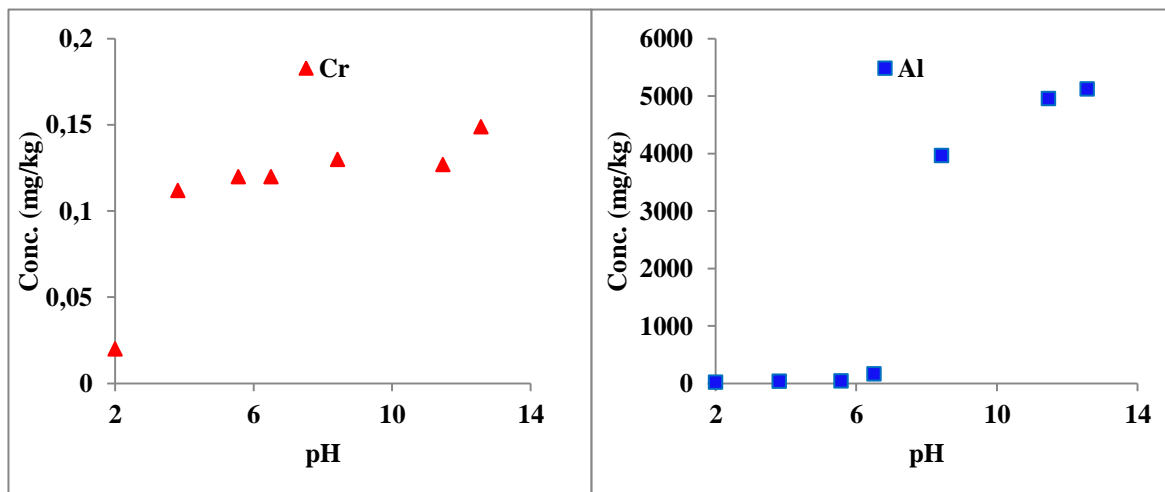
#### A. Les éléments non disponibles

Les teneurs en cobalt (Co), arsenic(As), mercure (Hg), plomb (Pb) et cadmium (Cd) sont en majorité inférieures ou très proches des limites de détection dans les différents éluats, quel que soit le pH. Ces éléments sont considérés comme les polluants inorganiques les plus dangereux. Le mercure n'a pas été détecté dans les contenus totaux des éléments dans les deux boues étudiées. La teneur en plomb dans les deux boues étudiées est légèrement plus élevée de l'ordre  $61,59 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  et  $76,53 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  respectivement pour les deux cendres des boues de la STEP de Khouribga et de Khénifra. Mais le plomb se dissout seulement lorsque la base est ajoutée (pH supérieur à 12) (Chen et al., 2013). Ce résultat confirme donc bien que le plomb est présent dans les boues sous une forme stable et non soluble pour les valeurs de pH de l'essai.

#### B. Les éléments solubles en milieu basique

Les concentrations maximales en aluminium (Al) et du chrome (Cr) pour les deux boues étudiées ont été mesurés en milieu basique. Généralement, la variation des concentrations des deux cendres de boues est presque identique pour le chrome. Cependant, la concentration d'aluminium est plus prononcée pour la cendre de boue de la STEP de Khénifra. En effet, ces derniers sont issus de l'utilisation de sulfate d'aluminium pendant le traitement des eaux usées.

Résultats de la lixiviation de cendre de boue de la STEP de Khénifra



Résultats de la lixiviation de cendre de boue de la STEP de Khouribga

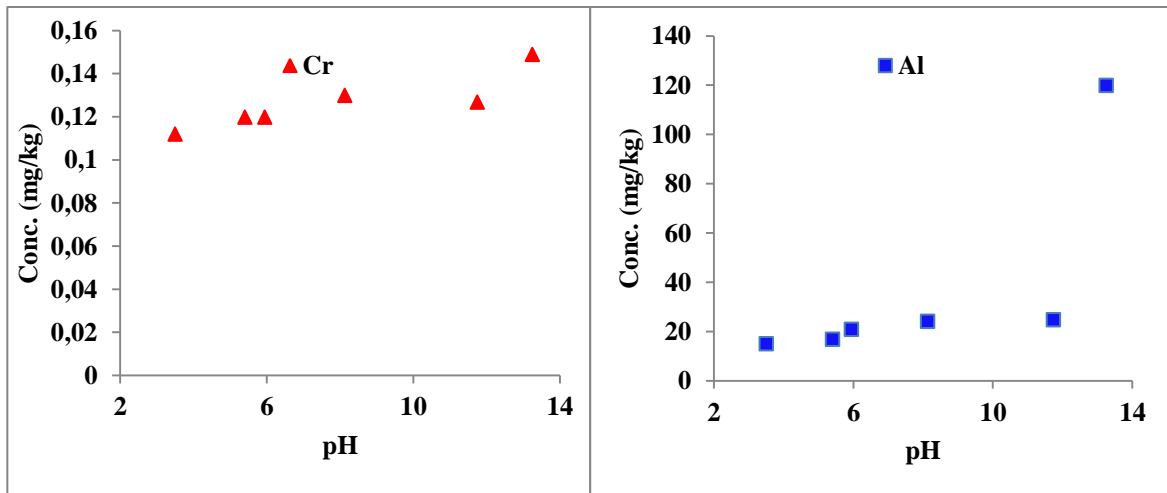


Figure 40: Solubilisation de l'Al et du Cr en fonction du pH pour les deux cendres des boues étudiées.

❖ **Chrome**

En milieu acide, le chrome est peu mobilisé avec une faible concentration détectée. Le minimum de solubilité est remarqué entre 2 à 8 de pH, ce qui est cohérent avec les résultats de Holtzman (1994) et Chen (2012). Le comportement du chrome trivalent dans l'eau est tel qu'il est essentiellement adsorbé sur la matière solide présente dans les précipités. En outre, le chrome trivalent (hydroxyde de chrome) est généralement peu soluble dans l'eau (Elayadi, 2005).

En milieu basique pour les deux boues étudiées, la teneur maximale de mobilisation est plus élevée pour un pH compris entre 9 et 12. Ces résultats concordent avec ceux (Chen et al, 2013).

❖ **Aluminium**

Les résultats obtenus montrent une mobilisation prédominante de l'aluminium pour un pH supérieur à 12. Cependant, une mobilisation minimale (des concentrations très faibles) est observée pour un pH compris entre 2 et 6. En dessous de pH 6, l'aluminium est à nouveau mobilisé. Les concentrations dans les éluats sont alors comprises entre 14,12 et 120  $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  de boue de la STEP de Khouribga et entre 25,96 et 5123  $\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  pour la boue de la STEP de Khénifra.

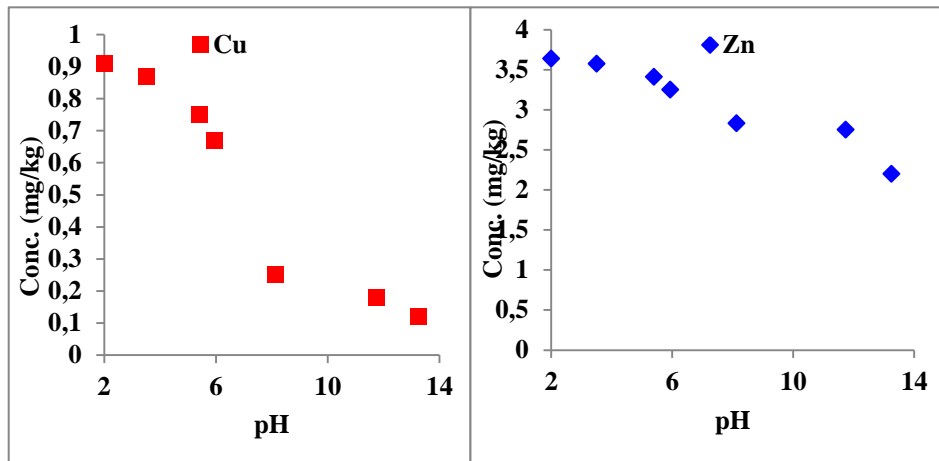
Ces résultats obtenus mettent en évidence le caractère amphotère de l'aluminium. Pour des pH acides, inférieurs à 4, la spéciation dominante de l'aluminium correspond à son seul état d'oxydation  $\text{Al}^{3+}$ . Pour un pH compris entre 5 et 9, les espèces  $\text{Al}_2(\text{OH})_2^{4+}$  et  $\text{Al}_2(\text{OH})_2^{2-}$  dominent. la forme insoluble  $\text{Al}(\text{OH})_3$  est prédominante dans la gamme comprise entre 6 et 10. Au-delà d'un pH de 10, l'espèce soluble prédominante est  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  (Wei et al., 2005; Elayadi, 2005).



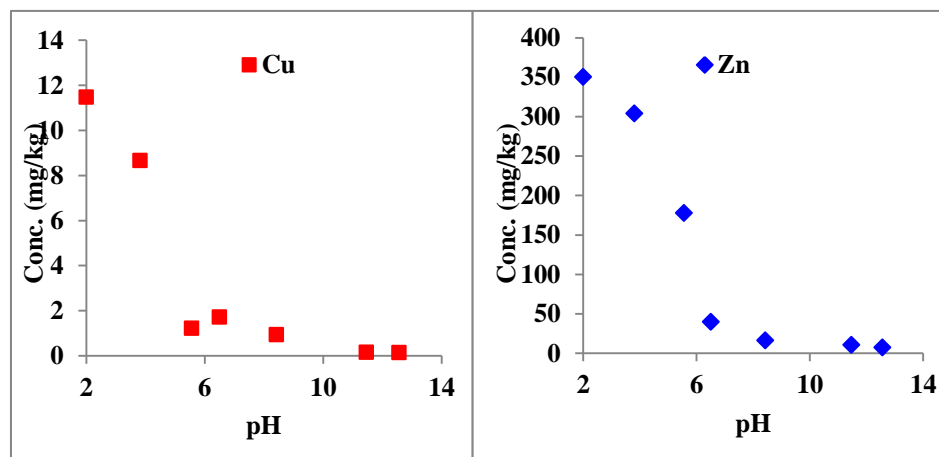
**C. Les éléments solubles en milieu acide**

Les éléments tels que le cuivre (Cu) et le zinc (Zn) des boues étudiées présentent un relargage plus important en milieu acide par rapport aux milieux neutres ou basiques (Figure 42). Dans notre cas de valorisation, les boues sont mélangées au ciment qui représente un milieu où le pH est fortement basique. Dans ce contexte et si les phases porteuses de ces éléments restent intactes, la solubilité en milieu acide ne devrait pas poser trop de problèmes en termes de risque pour l'environnement. Tous les résultats de la capacité de neutralisation acide sont présentés dans l'annexe 4.

**Résultats de la lixiviation de boue de la STEP de Khouribga**



**Résultats de la lixiviation de boue de la STEP de Khénifra**



**Figure 41: Solubilisation d'As, du Cu et du Zn en fonction du pH pour les deux cendres des boues étudiées.**

❖ **Cuivre**

Pour l'ensemble des échantillons étudiés, la mobilisation maximale du cuivre est de l'ordre de  $11,5 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  pour la cendre de boue de la STEP de Khénifra et le relargage maximum du cuivre est à moins de  $1 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  pour la cendre de boue de la STEP de Khouribga dans la gamme de pH de 2 à 4. Le cuivre est diminué rapidement avec l'augmentation du pH. Dès que le pH dépasse la

valeur de 6, les concentrations sont diminuées. Ces résultats sont cohérents avec des études antérieures (Sun & Huang, 2002; Elayadi, 2005; Chen et al., 2013). Il est connu que le pH est un facteur important pour la mobilisation du cuivre qui est soluble en milieu acide. En conclusion, le cuivre est bien mobile dans les conditions acides que dans les conditions alcalines.

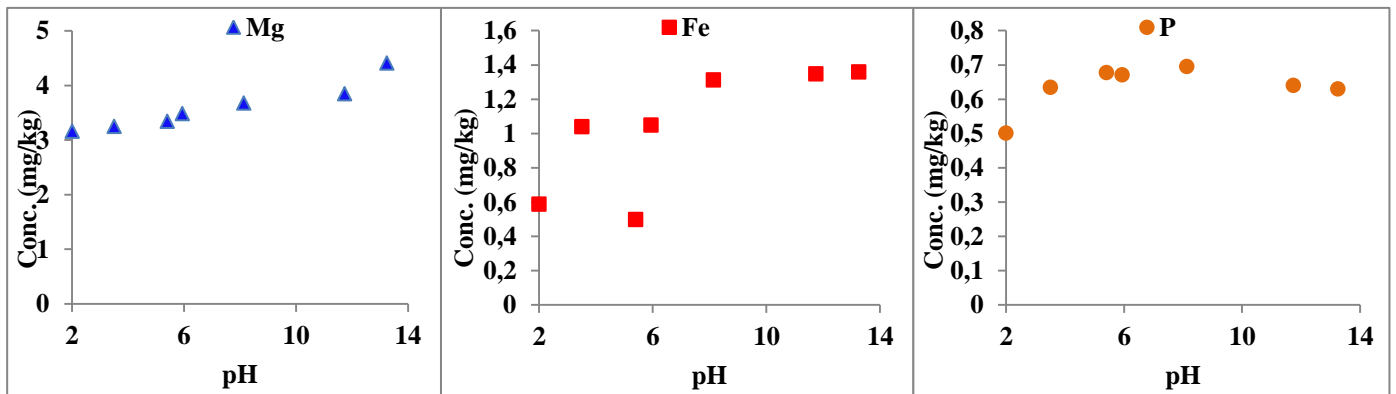
❖ **Zinc**

Pour les deux boues étudiées, sur toute la gamme de pH, le zinc a un comportement très similaire à celui du cuivre. La concentration maximale de la solubilisation est de  $3,63 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  et  $350 \text{ mg}\cdot\text{kg}^{-1}$  respectivement pour la cendre de boue de la STEP Khouribgha et la STEP de Khénifra pour un pH aux alentours de 2. La concentration est minimale pour un pH compris entre 6 et 10 à cause de la précipitation de  $(\text{Zn} [\text{OH}]_2)$  (Hill & Holman , 2001). Il est moins mobilisé dans un pH variant entre 10 à 13 pour les deux cendres des boues étudiées. Les faibles solubilités sont possibles sous forme de  $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$  (Hill & Holman , 2001).

**D. Les éléments solubles sur toute la gamme de pH**

Le magnésium (Mg), le fer (Fe) et le phosphore (P) sont mobilisables sur toute la gamme de pH (figure 43). Dans le cas du fer et du phosphore, la mobilité presque identique pour les deux cendres des boues étudiées sur toute la gamme de pH, par contre, les concentrations en magnésium sont presque maximales pour un pH basique.

**Résultats de la lixiviation de cendre de boue de la STEP de Khouribgha**



**Résultats de la lixiviation de boue de la STEP de Khénifra**

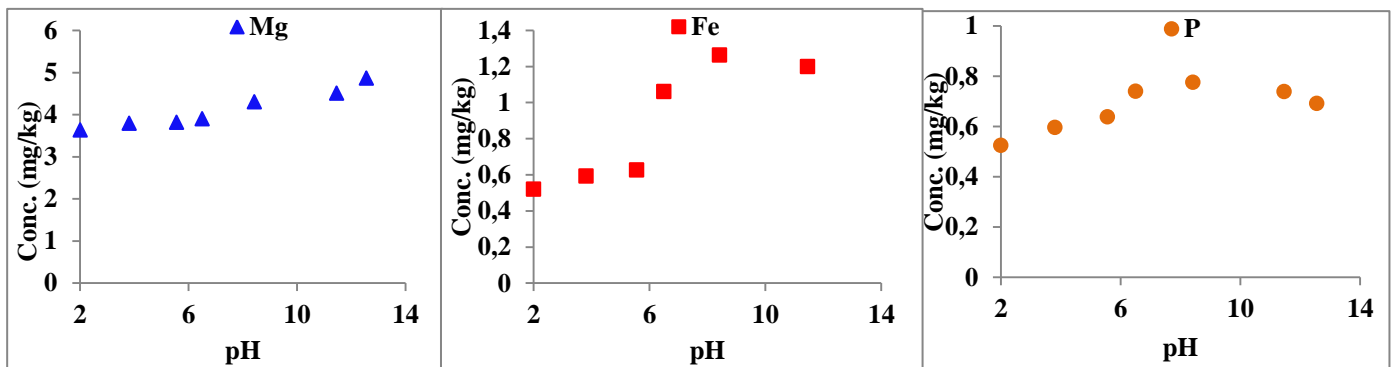


Figure 42: Solubilisation du Mg, du Fe et du P en fonction du pH pour les deux cendres des boues étudiées.

#### ❖ Magnésium

L'évolution de la concentration en magnésium pour les deux cendres étudiées en fonction du pH est similaire. La solubilité du magnésium diminue avec l'augmentation du pH jusqu'à pH =11 où on assiste cette fois-ci à un accroissement progressif de la solubilité lorsque le pH augmente. La concentration maximale du magnésium dans les éluats est de 4,41mg.kg<sup>-1</sup> et 4,86mg.kg<sup>-1</sup> respectivement pour la boue de la STEP de Khouribga et la boue de la STEP de Khénifra à pH= 2 (Elayadi, 2005). Le magnésium dissous est majoritairement présente sous forme d'ions Mg<sup>2+</sup>.

#### ❖ Fer

Concernant les deux cendres des boues étudiées, les résultats montrent que la mobilisation du fer augmente progressivement pour un pH compris entre 4 et 10. La concentration maximale est de 1,35 mg.kg<sup>-1</sup> et 1,26 mg.kg<sup>-1</sup> respectivement pour la cendre de boue de la STEP de Khouribga et la cendre de boue de la STEP de Khénifra. Le fer est un élément généralement très mobile. Le fer présente deux degrés d'oxydation, à savoir Fe<sup>2+</sup> et Fe<sup>3+</sup>.

#### ❖ Phosphore

Pour l'ensemble des échantillons étudiés, la quantité de phosphore lixiviée est faible, avec une concentration maximale dans les éluats est de 0,70mg.kg<sup>-1</sup> et 0,77mg.kg<sup>-1</sup> respectivement pour la boue de la STEP de Khouribga et la boue de la STEP de Khénifra pour un pH entre 4 et10. Cependant, lorsque le pH est compris entre 10 et 14 les concentrations sont diminuées.

### **5.3. Modélisation du comportement à la lixiviation–identification de l'assemblage minéral des cendres de boues**

Pour compléter l'analyse des cendres de boues étudiées, leur comportement à la lixiviation a été modélisé. L'objectif ultime de cette modélisation est l'obtention d'une meilleure connaissance des boues, à travers la définition ou l'identification d'un assemblage minéral qui les représentent. Cette modélisation a été réalisée à l'aide du logiciel PhreeqC. Un premier assemblage minéral est défini à partir des résultats obtenus par l'analyse de diffraction des rayons X (DRX) en faisant référence à la simulation d'une attaque acide (CNA) détaillée en haut. Puis, la comparaison des résultats obtenus théoriquement et expérimentalement permet d'affiner progressivement l'assemblage minéralogique représentant au mieux les cendres de boues d'épuration. En conséquence, les tests de lixiviation (CNA) associés à une analyse minéralogique permettent d'élaborer des hypothèses quant à la nature des minéraux présents et des mécanismes de rétention des polluants. Ces hypothèses constituent une base de travail pour établir le modèle chimique représentatif du comportement à la lixiviation des cendres de boues calcinées en 550 °C et des matériaux fabriqués contenant les cendres des boues par la suite (chapitre 4).

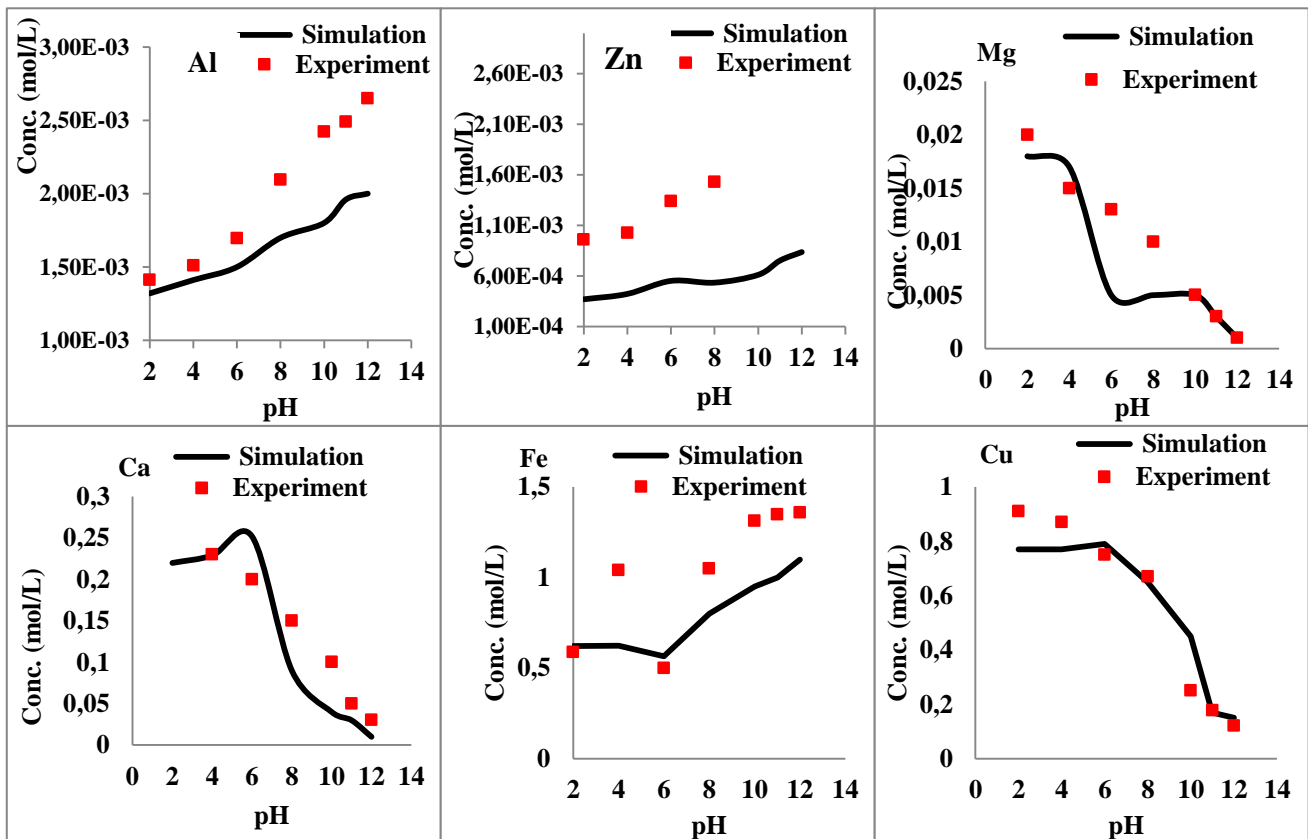
### 5.4. Identification de l'assemblage minéral représentant les cendres des boues

Pour représenter les boues d'épuration étudiées, dans cette thèse uniquement des réactions de type dissolution/précipitation de minéraux sont prises en compte. Ce stade d'élaboration du modèle réactionnel consiste à tester la pertinence de ces hypothèses pour représenter le comportement des boues étudiées. Cette procédure passe par une étape de calage des paramètres du modèle sur les résultats expérimentaux.

Le comportement à l'attaque acide des boues a été simulé sous PhreeqC en examinant une mise à l'équilibre des phases minérales avec une solution aqueuse (SOLUTION). Les phases sont introduites dans l'assemblage sous forme de phases pures (ÉQUILIBRIUM\_PHASES). L'ajout d'acide nitrique se fait en considérant une réaction avec la solution et les phases solides (RÉACTION). Pour plus de détails concernant le code PhreeqC employé, le lecteur pourra se référer à l'Annexe 5.

### 5.5. Simulation du test CNA à partir de l'assemblage minéral identifié

Les figures 44 et 45 représentent la comparaison entre les résultats de simulation et expérimentaux de l'étude CNA des boues calcinées à 550°C. L'absence des points expérimentaux indique des valeurs sous la limite de détection.



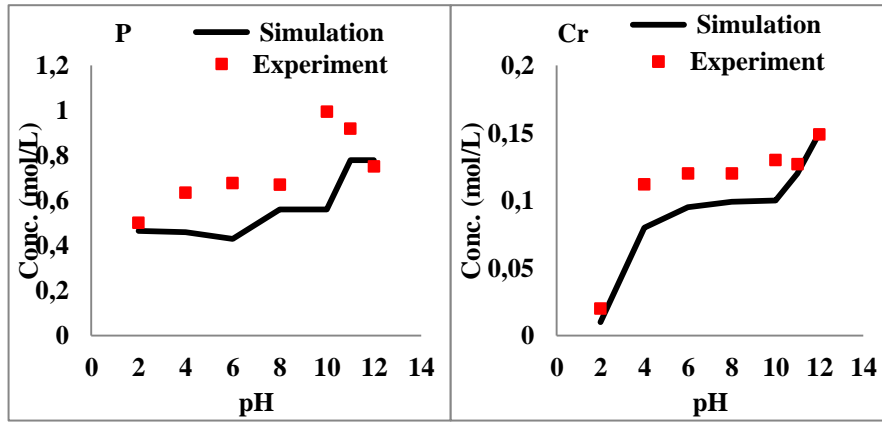


Figure 43 : Concentrations expérimentale et simulée des éléments en fonction du pH pour les boues de la STEP de Khénifra

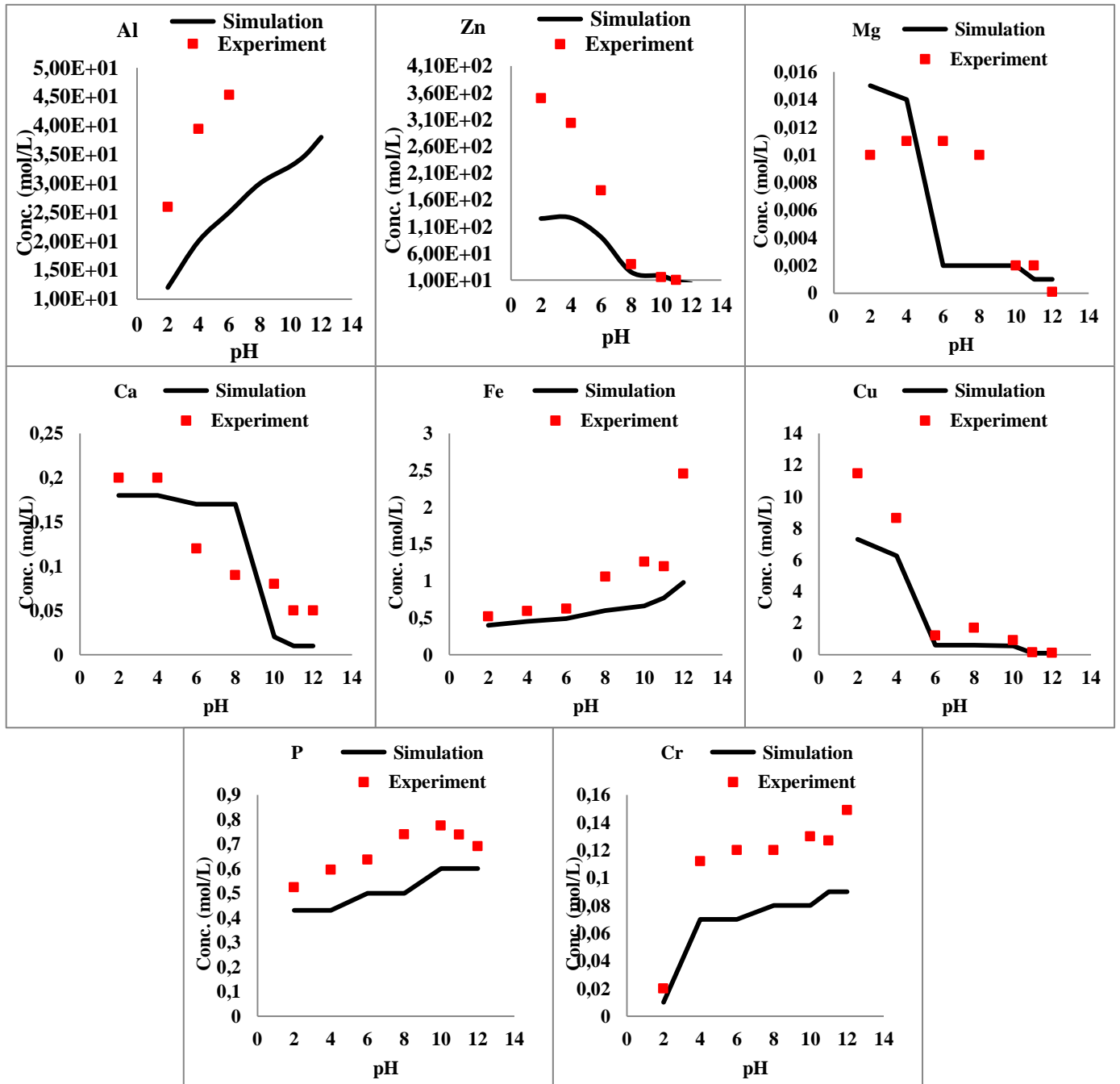


Figure 44: Concentrations expérimentale et simulée des éléments en fonction du pH pour les boues de la STEP de Khouribga

Pour l'ensemble des boues étudiées, les résultats de simulations montrent que l'assemblage minéral identifié permet de bien représenter le comportement de la matrice solide. Généralement, les courbes simulées de solubilisations restent relativement compatibles avec des courbes expérimentales pour les deux boues étudiées.

### **Conclusion du chapitre**

Pour résumer les résultats des essais présentés dans ce chapitre, les principales caractéristiques des deux boues étudiées sont les suivantes :

La boue de la STEP de Khouribga est la plus riche en particules de la classe des limons. Elle présente, en effet, peu de particules inférieures à 2mm et supérieures à 63 $\mu$ m. La teneur en matière organique de cette boue est forte (42,35%) et celle du carbonate de calcium est de 12,03%. Cette dernière déterminée par calcimétrie de bernard est la plus élevée. Enfin, cette boue se distingue aussi par sa forte plasticité comparée aux autres boues. En termes de composition minéralogique réalisée par la DRX montrant que les principales compositions sont le quartz, la chaux, l'oxyde de magnésium, l'oxyde d'aluminium et l'hématite.

En ce qui concerne la boue de la STEP de Khénifra, cette dernière présente une granulométrie relativement grossière. Il s'agit de la boue qui possède la teneur en carbonates plus élevée (13%), avec une teneur en matière organique importante (38,45%). Ces deux paramètres ont pour conséquence d'être à l'origine d'une forte perte au feu. En effet, les principales espèces minéralogiques sont le quartz, le carbonate de calcium, l'oxyde d'aluminium et l'hématite.

Pour le comportement à la lixiviation des cendres de boues étudiées, la plupart des éléments ont des taux de relargage inférieurs aux seuils relatifs aux déchets inertes ou non dangereux.

La modélisation consiste par la suite à déterminer la nature et la teneur des phases réactives initialement existantes dans les matériaux et susceptibles de précipiter aux cours de la lixiviation. Cette méthode a permis l'identification d'un assemblage minéral représentatif de la matrice et de sa réponse à l'attaque acide (CNA). Cet assemblage montre que la composition minéralogique des boues présente quelques phases communes avec le ciment (phases C-S-H après l'hydratation).

Le comportement des boues d'épuration étudiées pourrait être considéré comme intermédiaire entre celui du ciment et du sable, en raison de la granulométrie élevée et de la plus forte teneur en SiO<sub>2</sub> que celle du ciment.

La connaissance des caractéristiques des boues étudiées a permis de discuter leur adéquation avec les spécifications techniques des filières. Ainsi, le tableau 42 propose une première évaluation

du potentiel d'utilisation des boues. Les caractéristiques favorables et/ou défavorables selon les filières sont indiquées.

**Tableau 42: Résumé sur les caractéristiques des boues étudiées et les spécifications des filières de valorisation**

		Boues de la STEP de Khouribga		Boues de la STEP de Khénifra	
		Boue calcinée en 105°C	Boue calcinée en 950°C	Boue calcinée en 105°C	Boue calcinée en 950°C
Matière première pour le clinker	Points forts	-----	-Finesse -CaCO <sub>3</sub> élevé -Surfaces spécifiques élevées -Teneur en Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO satisfaisante	-----	-Finesse -CaCO <sub>3</sub> , CaO élevé -Surfaces spécifiques élevées -Teneur en Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , CaO satisfaisante
	Points faibles		-porosité élevée -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> faible	-----	-porosité élevée -Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> faible
Addition minérale pour le béton	Points forts	-VB faible -I <sub>p</sub> élevé -CaCO <sub>3</sub> élevé -Composition Chimique normale	-----	-%MO faible -VB élevée -Taille des grains -Composition Chimique normale	-----
	Points faibles	-% MO élevé	-----	-I <sub>p</sub> faible -CaCO <sub>3</sub> faible	-----

L'étude des caractéristiques physiques, chimiques, géotechniques et minéralogiques montre que les propriétés des cendres de boues étudiées sont similaires à certaines propriétés des matériaux ordinaires de construction. En conséquence, les résultats de ce chapitre montrent que ces boues sont valorisables dans le domaine des constructions. Ces informations permettent d'incorporer les cendres des boues calcinées en matrice cimentaire ou dans les bétons et mortiers. Afin d'étudier le potentiel de cette valorisation ainsi que les interactions entre les cendres des boues (additions) et le milieu cimentaire ou bétonnières. Nous étudierons dans le prochain chapitre deux voies de valorisation, la première voie consiste en l'incorporation des boues dans la fabrication de clinker de ciment, et la deuxième voie présente l'incorporation des cendres de boues dans le béton et le mortier

---

## **Chapitre 4 :**

# **Aspect technique et environnementale de la valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction**

---



## **Introduction**

La complexité de la problématique de la gestion durable des boues s'explique par le fait que plusieurs aspects doivent être considérés, à savoir réglementaires, scientifiques (caractérisation, valorisation), techniques (mise en œuvre dans les filières de valorisation), ainsi que socio-économiques (coût des opérations, acceptabilité des produits des boues). Des solutions partielles ont été ébauchées. Nous pouvons citer plusieurs travaux de recherche qui portent pour la plupart sur des boues d'épuration. Ils s'appuient sur des méthodes d'analyses multicritères. Les critères retenus sont le plus souvent techniques et environnementaux, parfois économiques et sociétaux (Pan, et al., 2001; Monzo, et al., 2003; Shih, et al., 2004; Vieira, et al., 2006; Monteiro, et al., 2008; Badr, et al., 2012; Leda, et al., 2013; Nuria, et al., 2013; Pavsic, et al., 2014; Paya, et al., 2014; S, et al., 2014; Sara, et al., 2016; Lau, et al., 2017; Gaurav, et al., 2017; Ingunza, et al., 2018).

Le chapitre précédent mettant en jeu la caractérisation des boues a montré que ces déchets sont valorisables. Dans ce quatrième chapitre, deux scénarios de valorisation sont étudiés, le premier scénario consiste en l'incorporation des boues dans la fabrication de clinker de ciment, et le deuxième scénario présente l'incorporation des cendres de boues dans le béton et le mortier. Pour objectif des déterminés les propriétés des matériaux obtenus à base des cendres de boues d'une part, et d'autre part d'établir une comparaison des performances avec celles exigées des matériaux classiques. Une évaluation technique permettant d'aboutir à des formulations utilisables à l'échelle du laboratoire a été mise en œuvre.

Afin de vérifier l'aptitude des cendres de boues à substituer comme des compositions secondaires dans des produits de construction. À l'échelle du laboratoire pour chaque cendre des boues étudiées, deux clinkers sont élaborés avec une proportion différente des cendres dans le cru. Au total, ce sont huit clinkers qui ont été préparés, étudiés et analysés. En plus, des éprouvettes de mortier ont été fabriquées. Ces éprouvettes ont permis de répondre à deux objectifs. D'une part, la détermination de l'indice d'activité des cendres de boues. D'autre part, la détermination du taux de substitution optimal du ciment par les boues envisageables dans les formulations des produits de construction. Enfin, des éprouvettes de béton ont été fabriquées avec le taux de substitution déterminé lors de la première étape de cette évaluation technique. Donc, ces éprouvettes de béton qui permettent de conclure que la faisabilité technique et aussi la faisabilité environnementale de l'utilisation des cendres de boues en matériaux de construction est possible ou vice versa.

## I. Évaluation technique des produits de la valorisation des boues comme matériau de construction

### 1. Filière ciment

#### 1.1. Elaboration des crus

##### 1.1.1. Calcul de la composition des crus

La proportion des cendres de boues étudiées dans les crus varie selon les séries des pourcentages (0 ; 5 ; 10 et 20%). Le tableau 43 détaille la composition des huit crus préparés intégrant des boues calcinées à 950°C.

**Tableau 43: Module des composants des ciments fabriqués par boues étudiées « Composition des crus avant cuisson »**

	Modules	MH	SM	IM	LSF
	Normes	1,7<HM<2,3	1,9<SM<3,2	1,7<IM<2,5	0,8<LSF<0,95
Crus fabriquée par la boue calcinée de la STEP de Khouribga	0%	2,33	2,93	1,66	0,96
	5%	2,31	2,79	1,63	0,96
	10%	2,45	2,68	1,55	1,00
	20%	2,47	2,45	1,39	1,04
Crus fabriquée par la boue calcinée de la STEP de Khénifra	0%	2,33	3,11	1,37	0,96
	5%	2,32	2,92	1,35	0,96
	10%	2,56	2,56	1,31	1,08
	20%	2,44	2,50	1,24	1,03

*MH: Module hydraulique; SM: Module silicique; IM: Module de fer; LSF: Saturation en chaux*

Dans les huit séries de crus préparés, le tableau 43 met en relation les proportions des cendres de boues dans les crus. En effet, le module silicique des deux cendres des boues est élevé. La silice est en très grande quantité comparée au fer. Généralement, on constate que plus les proportions des cendres de boues incorporées dans les crus sont importantes, plus les pourcentages des modules calculés sont élevés. Donc, on peut conclure que la portion optimale des boues incorporées dans les crus avant la cuisson est de 5% selon les exigences des crus cités déjà dans la section 4.1.3 au tableau 26.

#### 1.2. Caractérisation des clinkers à des cendres de boues

Les clinkers obtenus par la cuisson ont été caractérisés avec des analyses chimiques et physiques.

##### 1.2.1. Composition chimique des clinkers à des cendres de boues

La teneur en éléments majeurs a été analysée fluorescence des rayons X (FRX). Les résultats obtenus, présentés en pourcentage en poids d'oxydes sont rassemblés dans le tableau 44.

**Chapitre 4: Aspect technique et environnementale de la valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction**

**Tableau 44 : Caractéristiques chimiques de la famille de ciment fabriquées par les cendres de boues étudiées**

Clinkers fabriqués par des cendres de bouse de la STEP de Khouribga					Clinkers fabriqués par des cendres de bouse de la STEP de Khénifra			
substitution Eléments	0%	5%	10%	20%	0%	5%	10%	20%
SiO <sub>2</sub>	19,89	18,17	17,15	16,1	19,89	18,67	16,41	16,23
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3,7	4,03	3,9	3,82	3,7	3,67	3,63	3,59
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,7	2,48	2,51	2,74	2,7	2,72	2,77	2,89
CaO	61,26	57,1	37,7	28,7	61,26	58,1	42,8	31,2
MgO	0,95	1,23	1,36	1,72	0,95	1,02	1,07	1,13
K <sub>2</sub> O	0,36	0,78	0,75	0,79	0,36	0,39	0,41	0,43
SO <sub>3</sub>	2,83	3,23	3,36	3,51	2,83	2,88	2,89	3,00
Na <sub>2</sub> O	0,08	0,13	0,10	0,09	0,08	0,28	0,55	0,9
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0,043	0,35	0,67	1,40	0,043	0,15	0,27	0,58
TiO <sub>2</sub>	0,21	0,19	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21	0,21
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,011	0,011	0,013	0,04	0,011	0,015	0,014	0,02
MnO	0,04	0,04	0,05	0,06	0,04	0,06	0,07	0,04

Les résultats de ce tableau montrent que l'incorporation des cendres de boues étudiées dans les clinkers fabriqués augmente la teneur de plusieurs éléments chimiques dans les clinkers, principalement des oxydes de sodium, de magnésium, de phosphore, d'aluminium et de soufre. Généralement, les teneurs de ces éléments restent dans les limites et ne présentent aucun effet défavorable pour les clinkers étudiés selon des études antérieures (Ho, 1995; Benard, 2005; Chen, 2012). Par contre, la teneur des oxydes de la chaux, de la silice et de l'alumine a diminué. Donc, l'intégration des cendres de boues par grande portion dans le clinker peut influencer négativement sur les résistances mécaniques des ciments. La figure 46 montre que plus le taux des cendres de boues introduisent dans le clinker augmenté plus le rapport CaO/SiO<sub>2</sub> diminué. Dans notre cas le rapport de CaO/SiO<sub>2</sub> est acceptable pour les deux clinkers élaborés, car les meilleures propriétés mécaniques, il est nécessaire d'avoir un rapport CaO/SiO<sub>2</sub>>>1 selon l'étude de Naamane et al., (2014).

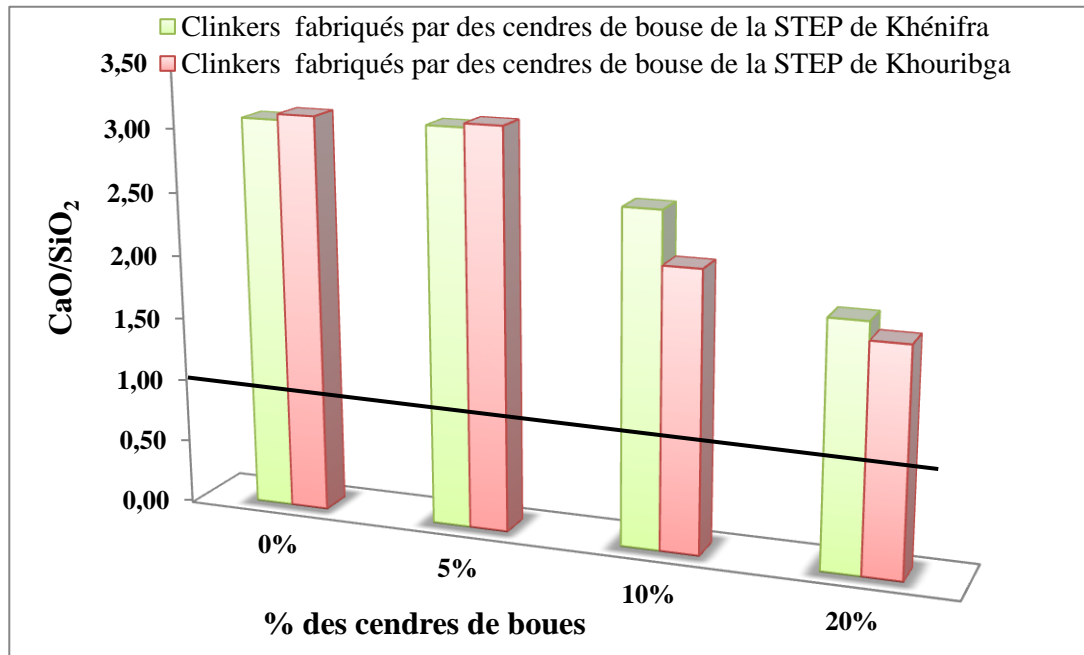


Figure 45: Rapport CaO/SiO<sub>2</sub> des clinkers élaborés

### 1.2.2. Propriétés physiques des clinkers élaborés

#### 1.2.2.1. Analyse granulométrique

Les résultats de l'analyse granulométrique de toutes les familles de clinkers élaborés sont représentés dans la figure 47.

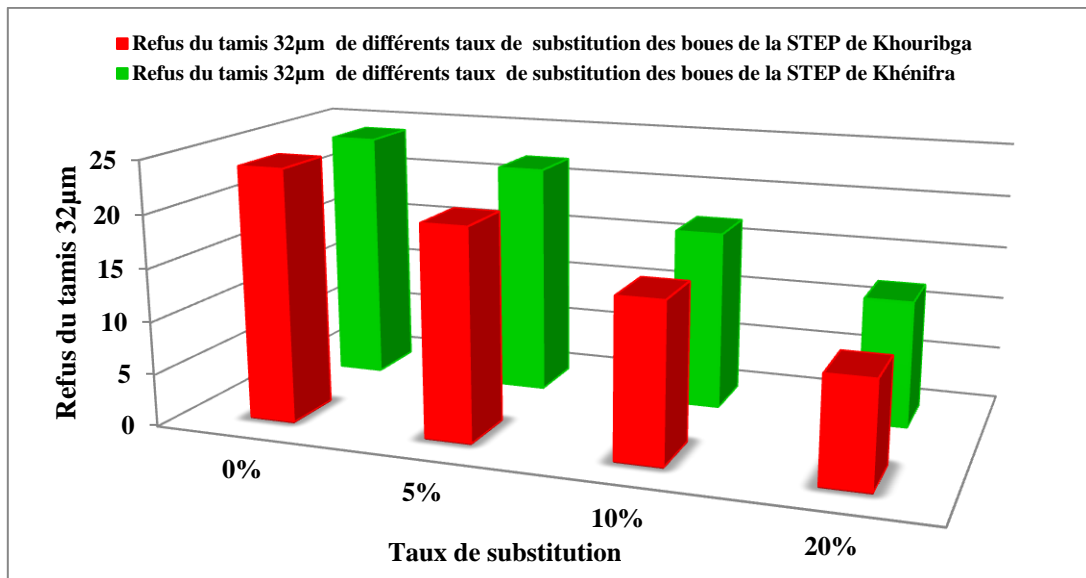


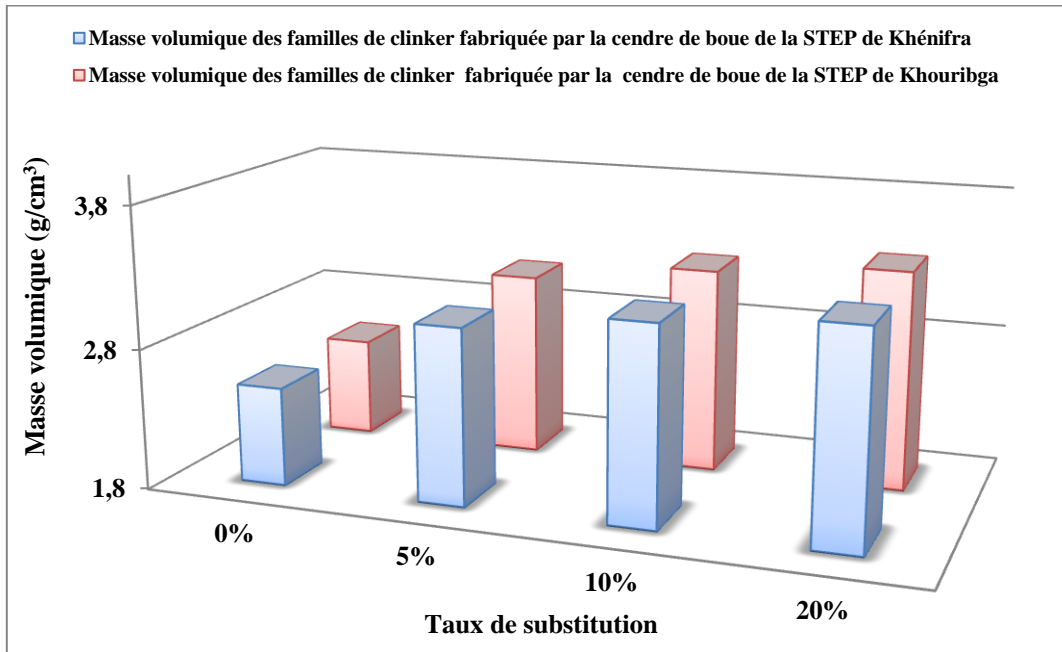
Figure 46: Refus du tamis de 32µm des familles de clinker fabriquées par les boues étudiées

Les résultats de cette figure montrent que les refus de tamis de 32µm pour les deux clinkers élaborés par la cendre de boue de la STEP de Khénifra et la cendre de boue de la STEP de Khouribga ont chuté, respectivement, de 50% et 41,66% entre le clinker témoin et celui à 20% des cendres de boues pour les deux STEP étudiées. Ces résultats montrent que la proportion des cendres

de boues incorporées dans le clinker augmente la finesse des clinkers fabriqués. En conséquence, une finesse élevée assure un contact plus grand des grains des clinkers, ce qui permet une forte réactivité et donne des résistances mécaniques élevées à long terme (Nacéri & Messaoudene, 2006). En outre, la finesse des clinkers qui permet d'augmenter l'activité pouzzolanique (Ho et al., 1995; Benard, 2005, Frohard, 2014).

#### **1.2.2.2. Masse volumique**

Les évolutions de la masse volumique par rapport aux pourcentages des cendres de boues ajoutées dans les mélanges des clinkers sont données dans la figure 48.

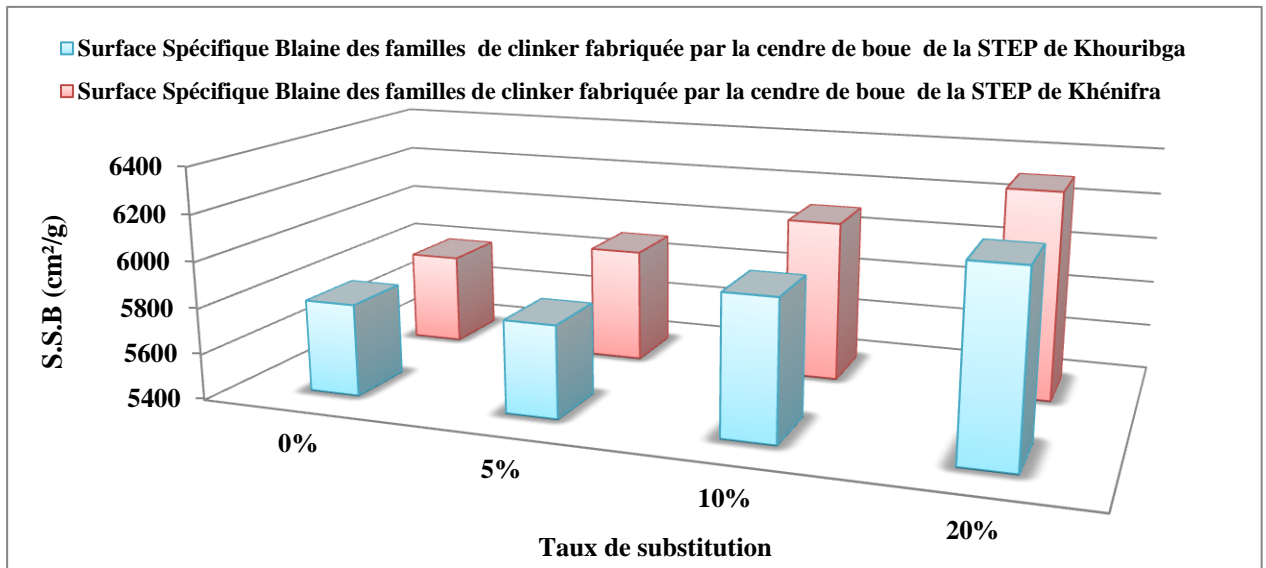


**Figure 47: Masse volumique des familles des clinkers fabriquées par les boues étudiées**

La figure 48 d'une manière générale, montre que la masse volumique augmente proportionnellement avec l'augmentation du taux des cendres de boues intégré dans le clinker, quels que soit le type des cendres de boues et le pourcentage ajouté. Ces résultats sont semblables à des résultats de Sara et al., (2014). Les masses volumiques des clinkers témoins restent supérieures à ceux élaborés par les cendres de boues étudiées. Cet accroissement a un effet significatif sur le poids spécifique des cendres de boues et justifie l'augmentation de la finesse des clinkers fabriqués. Nous remarquons que la masse volumique des familles de clinker fabriquées par les boues étudiées est presque la même.

**1.2.2.3. Surface Spécifique Blaine**

La figure 49 présente les valeurs obtenues pour les surfaces spécifiques des clinkers élaborés en fonction des pourcentages des cendres de boues étudiées incorporées dans les clinkers.



**Figure 48: Surface spécifique Blaine des familles des clinkers fabriquée par les cendres de boues**

Les résultats obtenus montrent une augmentation de la surface spécifique en parallèle entre le clinker témoin (0 % de cendre) et les clinkers qui contiennent différents taux de substitution des cendres de boues étudiées. Cet accroissement s’explique par l’augmentation de la finesse des grains, en fonction du pourcentage des cendres de boues ajoutées. En conséquence, une finesse élevée des clinkers assure un contact plus grand entre les grains. En plus, ceci rend la pénétration de l’air difficile. Ce qui permet par la suite de fabriquer un ciment avec une forte réactivité et donne des résistances mécaniques élevées à long terme (Nacéri & Messaoudene, 2006 ; Naamane et al., 2013). En plus, ces résultats montrent que la surface spécifique Blaine des familles des clinkers fabriqués par les cendres de boues de la STEP de Khénifra est plus grande que de celle fabriquée par les cendres de boues de la STEP de Khouribga. Ces résultats coïncident bien avec les résultats de l’analyse granulométrique par le tamis de 32µm, puisque le clinker élaboré par les cendres de boues de la STEP de Khouribga est plus grossier et le clinker élaboré par les cendres de boues de la STEP de khénifra est plus fin.

**1.3. Conclusion sur l’aptitude des cendres de boues à être valorisés dans la filière du ciment**

L’objet de l’étude menée en laboratoire concernait la faisabilité de l’utilisation des cendres de boues calcinées à 950°C comme constituant d’un clinker de cimenterie. Cette étude a permis de conclure deux points essentiels:

## ***Chapitre 4: Aspect technique et environnementale de la valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction***

---

- ❖ Le taux d'incorporation optimale a d'environ de 5 % des cendres de boues pour les deux cendres de boues étudiées ;
- ❖ Les clinkers obtenus présentent presque des caractéristiques chimiques et minéralogiques similaires à des clinkers ordinaires ;
- ❖ Le clinker fabriqué par la cendre de boue de la STEP de Khénifra plus fin à celui fabriqué par la cendre de boue de Khouribga.

Les cendres de boues calcinées utilisées dans les crus fabriqués au laboratoire présentent des caractéristiques de cuisson adaptées à leur incorporation aux constitutions de crus de cimenterie. Les caractéristiques physiques et chimiques des clinkers obtenus sont tout à fait encourageantes. Afin de valider et d'affermir les résultats obtenus de l'étude de cette faisabilité, il convient de la compléter par des cuissons plus variées et à grande échelle. Ceci permettrait de caractériser de manière plus complète le ciment produit à partir de clinkers à boues calcinées (réactivité, temps de prise, développement des résistances mécaniques, stabilité, etc.). En plus, l'étude en laboratoire a démontré clairement la possibilité d'utiliser des cendres de boues calcinées comme constituant en cru de cimenterie. Les contraintes à l'échelle industrielle sont à considérer. Elles sont de classe économique et technique, telles que : la déshydratation et transport des boues, distance à parcourir, besoin et fonctionnement des cimenteries locales.

## **2. Filière des mortiers et des bétons**

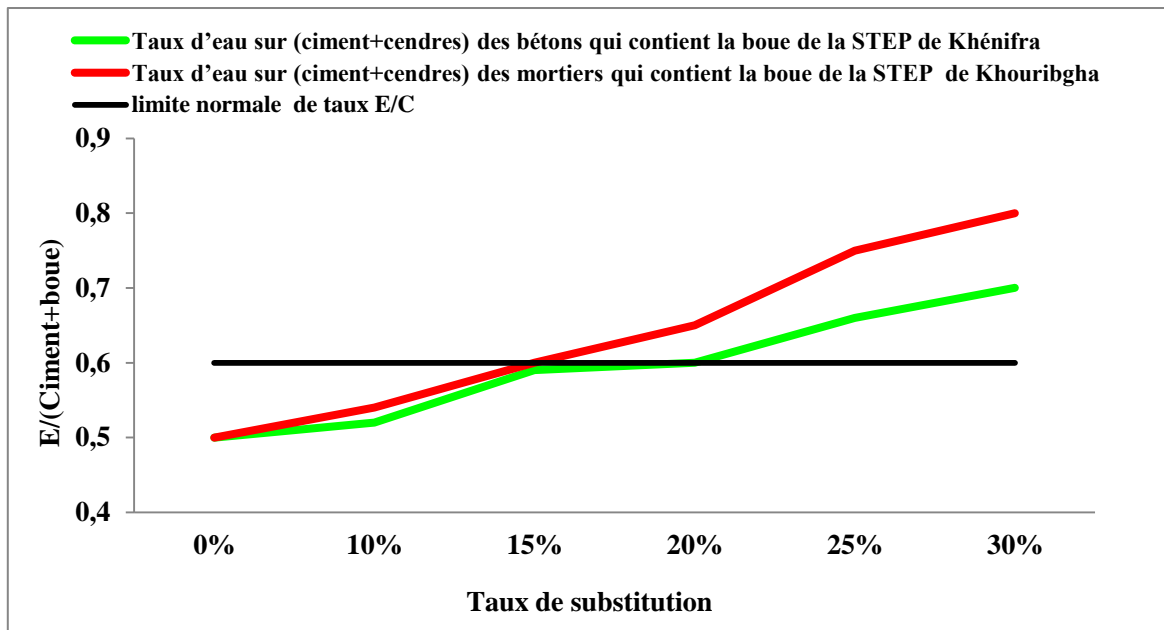
### **2.1. Filière des mortiers**

#### **2.1.1. Caractérisation des mortiers a l'état frais**

Pour caractériser les mortiers à l'état frais, la maniabilité est déterminée d'après la norme [NF EN 12350-5]. De cet essai, on estime la demande en eau par rapport au témoin et aussi les temps de prise selon la norme [NF P15-431].

##### ***2.1.1.1. Demande en eau des mortiers***

L'évolution de la demande en eau des mortiers par rapport aux taux de substitution de ciment remplacé par les cendres de boues étudiées est représentée sur la figure 50.



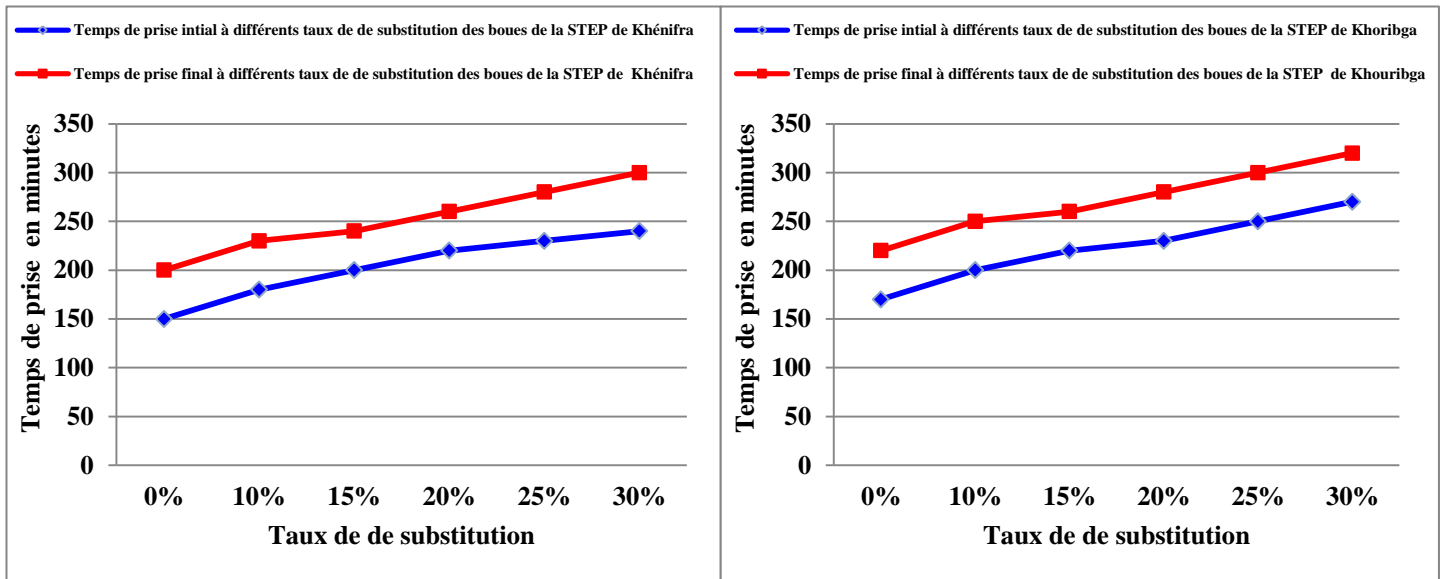
**Figure 49: Demande en eau de mortiers à différents taux de substitution du ciment par les boues étudiées**

Ces résultats montrent l'augmentation de la demande en eau de plus en plus importante par rapport aux taux des cendres ajoutées dans les formulations des mortiers contenant les deux boues d'épuration étudiée comme remplacement du ciment. La figure 50 montre que le taux d'eau ajoutée dans la formulation de mortier de témoin autour de 0,6%. Par contre, le taux d'eau ajoutée dans la formulation de mortier qui contenant 30% des cendres de boues des STEP de Khénifra et de Khouribgha est d'ordre de 0,7 et 0,8% respectivement. En conséquence, la demande en eau dans le mortier que contienne la cendre de boue de la STEP de Khouribgha est plus grande par rapport au mortier que contienne la cendre de boue de la STEP de Khénifra La demande en eau des boues est liée à la surface spécifique élevée des grains, qui sont principalement composés de petites particules. Ces particules ont une forme irrégulière, leurs surfaces présentent des irrégularités qui augmentent la demande en eau pour une consistance de pâte donnée. En outre, la demande en eau supplémentaire est bien sûr liée également à la nature argileuse des cendres de boues étudiées. Cette exigence en eau peut entraîner une diminution des performances mécaniques des mortiers (Monzo et al., 2003; Chen, 2012; Naamane et al., 2016). Donc, l'humidité excessive augmente la plasticité du mortier (matériau solidifié par le ciment) ainsi que le stress de rupture, et diminue la cohésion (Zhang et al., 2008). Par conséquent, trop d'eau et pas assez de ciment signifie que le mortier sera moins résistant et moins durable (CCAA, 2004; Jennings & Thomas , 2007). Pour atténuer l'augmentation de la demande en eau. Il est nécessaire l'emploi des adjuvants de type superplastifiants pour limiter l'apport d'eau.



### **2.1.1.2. Temps de prise des mortiers**

La figure 51 montre le temps de prise des mortiers par rapport de l'incorporation des cendres de boues d'épuration.



**Figure 50: Temps de prise des mortiers à différents taux de substitution du ciment par les boues étudiées**

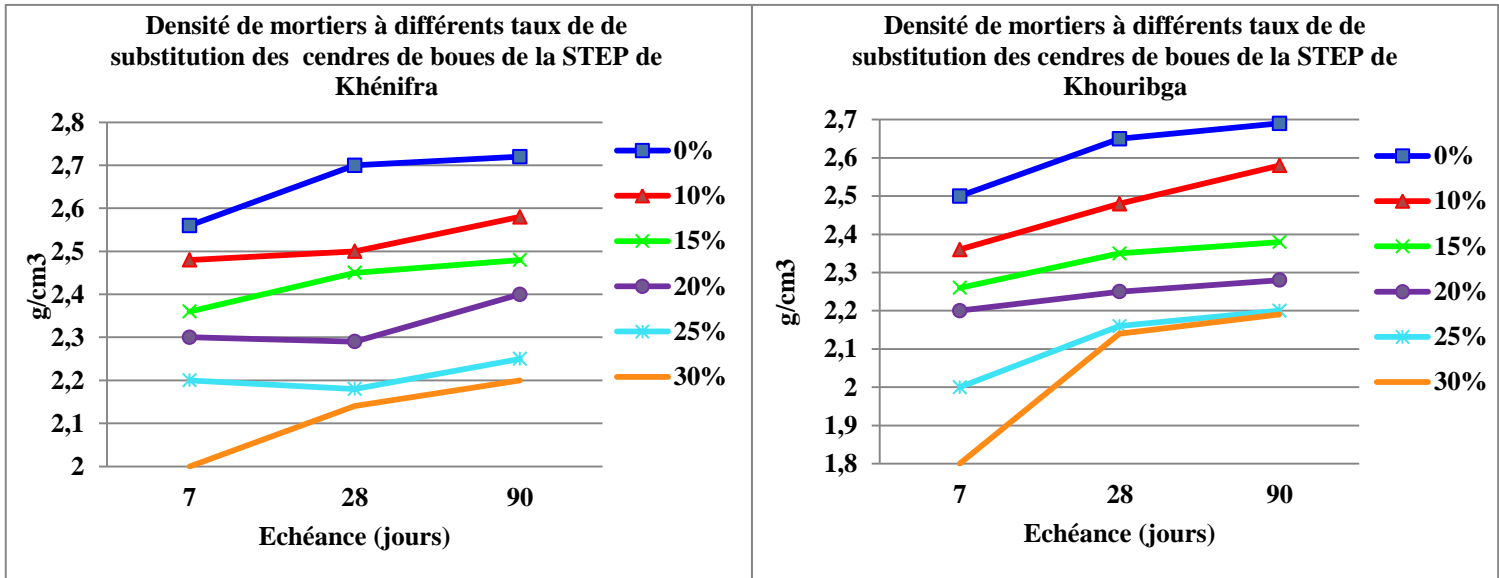
Généralement, on constate que le temps de prise des mortiers fabriqués par les différentes substitutions des cendres de boues est semblable pour les deux échantillons étudiés. En plus, le temps de prise des mortiers est augmenté avec l'augmentation de pourcentage des cendres de boues ajoutées. Donc, le temps de prise des mortiers peut être allongé par l'incorporation des grandes quantités des cendres de boues d'épuration (Pan et al., 2003; Coutand et al., 2006; Dyer et al., 2010). D'une part, les deux cendres de boues incorporées présentent également une faible activité pouzzolanique. Dans la plupart des études, le temps de prise des mortiers qui contenant des cendres de boues sont supérieurs aux mortiers de références (Pan et al., 2003; Coutand et al., 2006; Cyr et al., 2007; Garcés et al., 2008). D'autre part, la présence des métaux lourds et des espèces organiques résiduelles peuvent nuire à la prise et à l'hydratation à court et à long terme et aussi perturbent le durcissement du ciment et empêchent l'installation du réseau cristallin du ciment d'une manière normale (Valls et al., 2004; Alqedra et al., 2011). Ces résultats montrent que le temps de prise optimale est de 10% de substitution des cendres de boues.

### **2.1.2. Caractérisation des mortiers à l'état durci**

Pour caractériser les mortiers à l'état durci, l'indice d'activité des mortiers à 28 jours et la densité des mortiers à différentes substitutions des deux cendres de boues de STEP étudiées sont déterminés, ainsi que les résistances mécaniques aux échéances de 7; 28 et 90 jours.

**A. Densité des mortiers**

Les résultats des mesures de densité selon les teneurs en cendres de boues additionnées dans les éprouvettes des mortiers en fonction des temps sont présentés dans la figure 52.

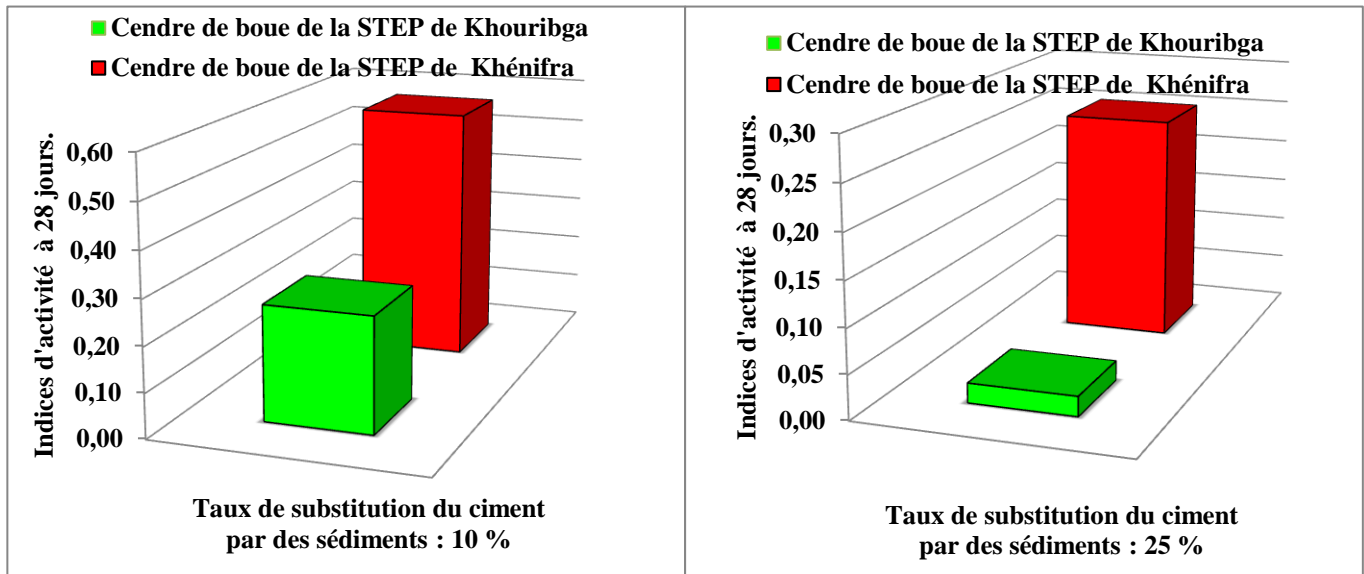


**Figure 51: Variation de la densité mortier en fonction de la teneur en boues ajoutées avec trois temps différents pour les deux cendres de boues étudiées**

Les résultats obtenus montrent que la variation de la densité est presque identique pour les deux cendres de boues étudiées. D’une part, nous remarquons que les lignes des densités sont presque parallèles, ce qui montre que la densité a diminué avec l’augmentation de la proportion des cendres de boues ajoutées. Cela est dû au fait que les deux cendres des boues étudiées était un matériau léger avec une densité inférieure à celle des agrégats entrant dans le mortier, ce qui signifie que la densité du mélange diminuait au fur et à mesure de l’ajout des cendres de boues. D’autre part, nous avons également observé que la densité a augmenté en fonction du temps dans les mortiers contenant les cendres des boues. Il est important de noter que le mortier est plus léger aux âges inférieurs (7<sup>ème</sup> jour) avec une teneur grande en cendres des boues.

**B. Détermination de l’indice d’activité des mortiers à cendres de boues**

L’indice d’activité selon la norme (NF EN 450 et NF EN 450-1) peut être calculé comme le rapport des résistances en compression de mortiers incorporant 10% ou 25% des cendres de boues et des résistances en compression du mortier de référence. Les résultats de l’indice d’activité des deux cendres de boues étudiées dans cette étude sont montrés dans la figure 53 et le tableau 46.



**Figure 52: Indices d'activité des mortiers à 28 jours pour les deux cendres de boues étudiées**

Après un temps de cure de 28 jours, l'indice d'activité des mortiers à cendres de boues est conforme à la norme [NF EN 450-1]. Cet indice d'activité évolue faiblement à long terme à 90 jours.

**Tableau 45: Indice d'activité des cendres de boues à 28 jours et à 90 jours de cure.**

jours	Mortier à cendre de boue de Khouribga		Mortier à cendre de boue de Khénifra		Spécification NF EN 450-1
	28	90	28	90	
<b>Taux de substitution des cendres 10%</b>	0,26	0,18	0,57	0,61	> 0,75
<b>Taux de substitution des cendres 25%</b>	0,02	0,05	0,25	0,23	> 0,85

Les indices d'activité pour les deux mortiers fabriqués à 28 jours pour 25% de substitution de ciment sont inférieurs aux exigences imposées aux additions normalisées. En effet, les indices d'activité des additions calcaires, des additions siliceuses et des cendres volantes doivent respectivement être supérieurs à 0,71 [NF EN 18-508], 0,70 [NF EN 18-509] et 0,75 [NF EN 450-1] (Anger, 2014). Les indices d'activité à 28 jours pour 10% de substitution de ciment sont inférieurs à 1 et par conséquent inférieurs aux exigences imposées pour la fumée de silice [NF EN 13263].

### **C. Caractérisation chimique**

Pour caractériser les échantillons des mortiers fabriqués à l'état durci, les caractéristiques chimiques par l'analyse d'ICP et spectromètre à flamme sont déterminées. L'ensemble des résultats de ces caractéristiques est présenté dans les tableaux 46 et 47.

**Chapitre 4: Aspect technique et environnementale de la valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction**

**Tableau 46: Caractéristiques chimiques par l'ICP des mortiers fabriqués par les cendres de boues**

Eléments (mg/kg)	Mortier fabriqué par des cendres de bouse de la STEP de Khouribga						Mortier fabriqué par des cendres de bouse de la STEP de Khénifra					(Cyr, Idir , & Escadeillas , 2012)
	0%	10%	15%	20%	25%	30%	10%	15%	20%	25%	30%	
Cd	0,63	0,86	0,82	0,77	0,70	0,65	3,70	2,68	1,72	1,36	0,97	1
Cr	1,19	1,15	1,17	1,16	1,18	1,16	1,14	1,15	1,11	1,14	1,13	10
Cu	12,00	16,24	20,63	20,17	21,89	17,02	43,41	43,52	19,46	25,42	24,90	50
Fe	160,87	118,66	183,79	172,70	200,87	149,77	105,53	162,72	90,17	134,25	112,86	-
Mg	7,94	6,40	11,01	10,65	12,49	9,72	6,33	8,81	5,32	7,04	4,82	-
Mn	18,25	13,85	38,45	35,11	41,81	31,49	16,07	22,93	13,52	22,43	24,54	-
Ni	3,37	2,92	2,89	2,54	2,79	2,76	2,65	2,27	2,52	2,54	2,73	10
Pb	0,02	0,02	0,09	0,06	0,09	0,05	0,11	0,08	0,02	4,09	9,50	10
Zn	35,00	29,75	50,84	49,55	53,25	51,60	37,42	47,16	31,45	50,16	70,57	50
Co	0,85	0,96	0,68	0,77	0,68	0,80	0,81	0,80	1,01	0,71	0,63	10
Al	73,64	57,56	78,64	71,84	79,52	62,69	44,84	67,86	41,44	62,01	66,13	-
As	6,27	6,06	6,05	6,08	6,26	6,15	6,50	6,95	6,46	6,58	6,25	20
Hg	9,26	8,53	10,92	12,42	11,75	9,06	7,70	11,85	6,28	9,27	6,38	-
P	2611	3055	5062	5213	7149	6166	2833	3940	2547	3503	2606	-

**Tableau 47: Caractéristiques chimiques par spectromètre à flamme des mortiers fabriqués par les cendres de boues.**

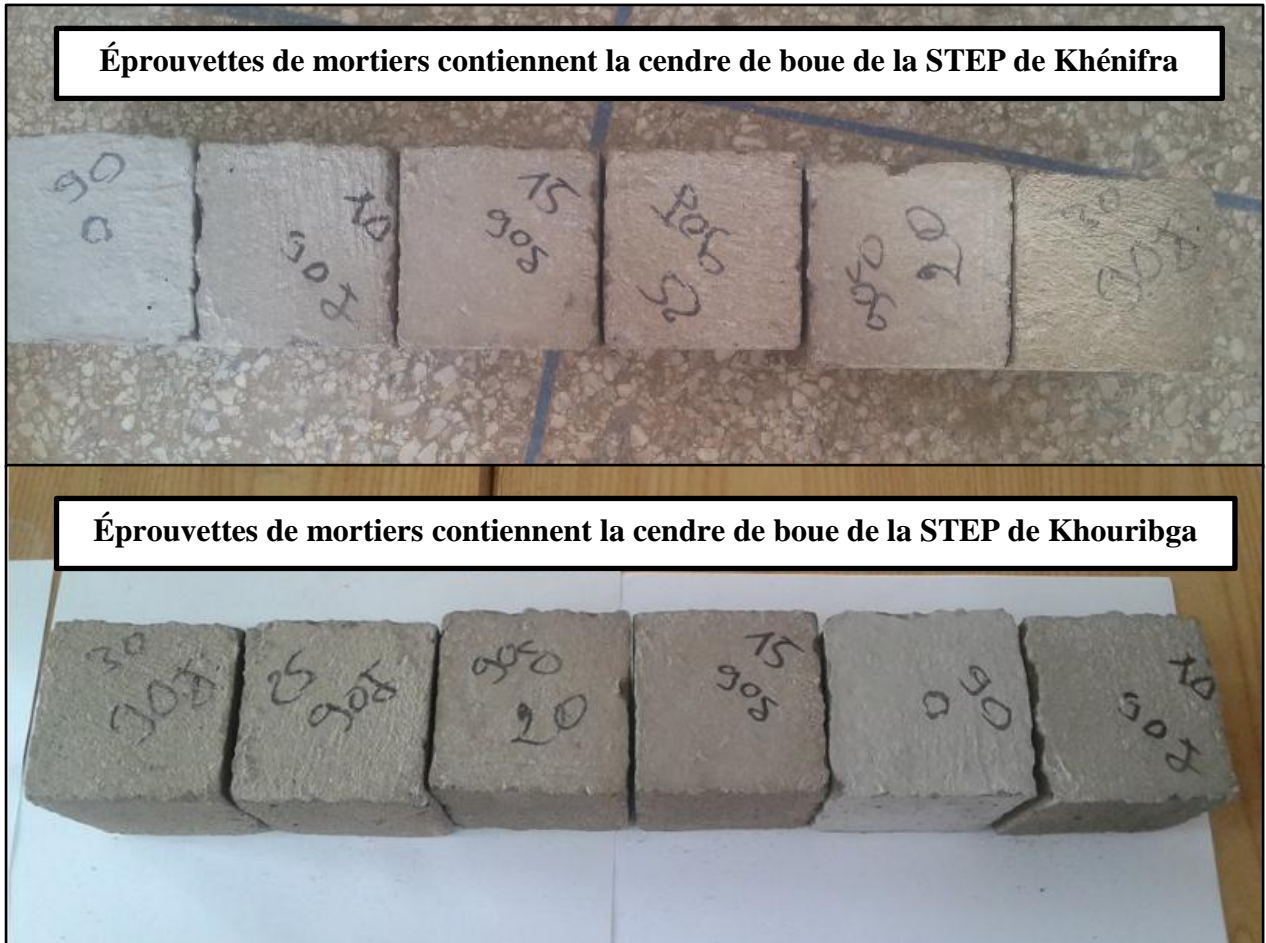
Eléments (mg/kg)	Clinkers fabriqués par des cendres de bouse de la STEP de Khouribga						Clinkers fabriqués par des cendres de bouse de la STEP de Khénifra				
	0%	10%	15%	20%	25%	30%	10%	15%	20%	25%	30%
Na	3,35	2,96	4,08	4,19	3,47	3,34	4,26	3,34	2,54	2,84	2,77
K	1,69	1,37	2,92	3,03	2,29	2,16	3,38	2,77	1,75	2,55	4,63
Li	2,23	1,76	2,07	2,1	2,15	2,23	1,46	1,42	1,44	1,6	1,67
Ca	77,73	76,37	113,8	107,6	87,56	80,03	95,1	77,26	53,5	65,62	61,27
Ba	74,16	56,1	60,06	64,13	69,47	74,03	36,36	38,99	42,24	49,88	54,69

Dans le contexte chimique, concernant les deux mortiers fabriqués qui contiennent des cendres de boues étudiées, les résultats de ces analyses ont donné des résultats satisfaisants par rapport à la norme de la classification du comportement à la lixiviation des mortiers d'après Cyr et al., (2012), sauf pour le zinc qui dépasse le seuil acceptable au niveau 30% de substitution pour les deux cendres de boues étudiées. Les mortiers fabriqués par la cendre de boue de la STEP de Khénifra avaient les caractéristiques chimiques les plus adaptées que les mortiers fabriqués par la cendre de boue de la STEP de Khouribga.

**D. Détermination du taux de substitution optimal du ciment par les boues**

Des éprouvettes de mortiers ont été fabriquées à différents taux de substitution du ciment par les cendres de boues étudiées. Il s'agit dans cette étape de tester quel taux de substitution semble

être optimal avant de passer à des éprouvettes de type béton. Comme explicités dans le tableau 30 dans le chapitre matériel et méthodes, les taux de substitution testés variaient de 0 à 30%. La figure 54 montre des exemples des éprouvettes à 0 et 30% de substitution après démoulage.



**Figure 53: Éprouvettes de mortiers – taux de substitution 0% (témoin) jusqu’aux 30%**

Pour les deux cendres des boues étudiées, l'éprouvette grise correspond à la formulation témoin (0% de boues), tandis que l'éprouvette beige contient des boues selon le taux de substitution de 10 ; 15 ; 20 ; 25 et 30%. La couleur grise correspond à la couleur du ciment. Comme les cendres de boues ont une couleur plus claire que le ciment, il est normal que les éprouvettes en contenant soient plus claires. En revanche, nous remarquons que la couleur des éprouvettes qui contiennent les cendres de boues de la STEP de Khouribga est plus foncée par rapport des éprouvettes qui contiennent les cendres de boues de la STEP de Khénifra (figure 54).

➤ **Résistances mécaniques en compression**

Pour les différents taux de substitution concernant les deux cendres de boues étudiées, les éprouvettes de mortier ont été employées pour réaliser les tests de flexion et de compression après 7 et 28 jours de durcissement. Les résultats sont présentés dans les figures 55 et 56. Dans ces figures, la ligne correspond à une résistance égalant 75% de la résistance de l'éprouvette témoin (0% de taux de substitution) à 28 jours. D'une manière générale pour l'ensemble des cendres de boues étudiées, les deux résistances à la flexion et à la compression augmentent avec le temps (avec l'avancement de l'hydratation du liant).

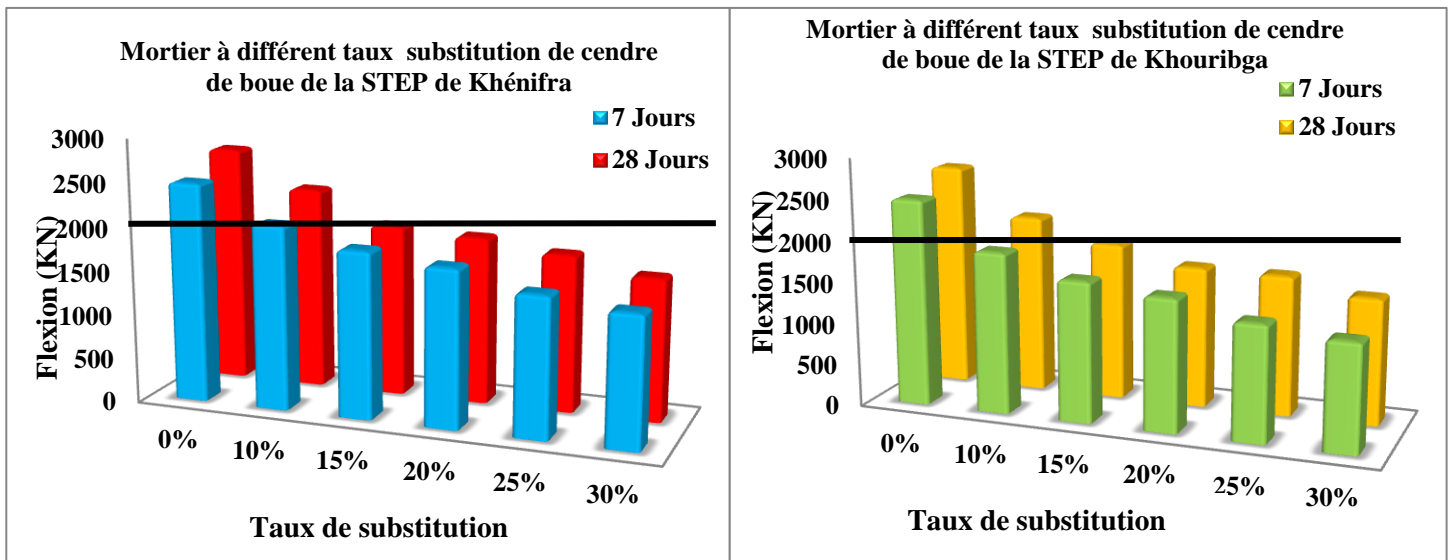


Figure 54: Résistances à la flexion de mortiers à différents taux de substitution du ciment par les boues étudiées

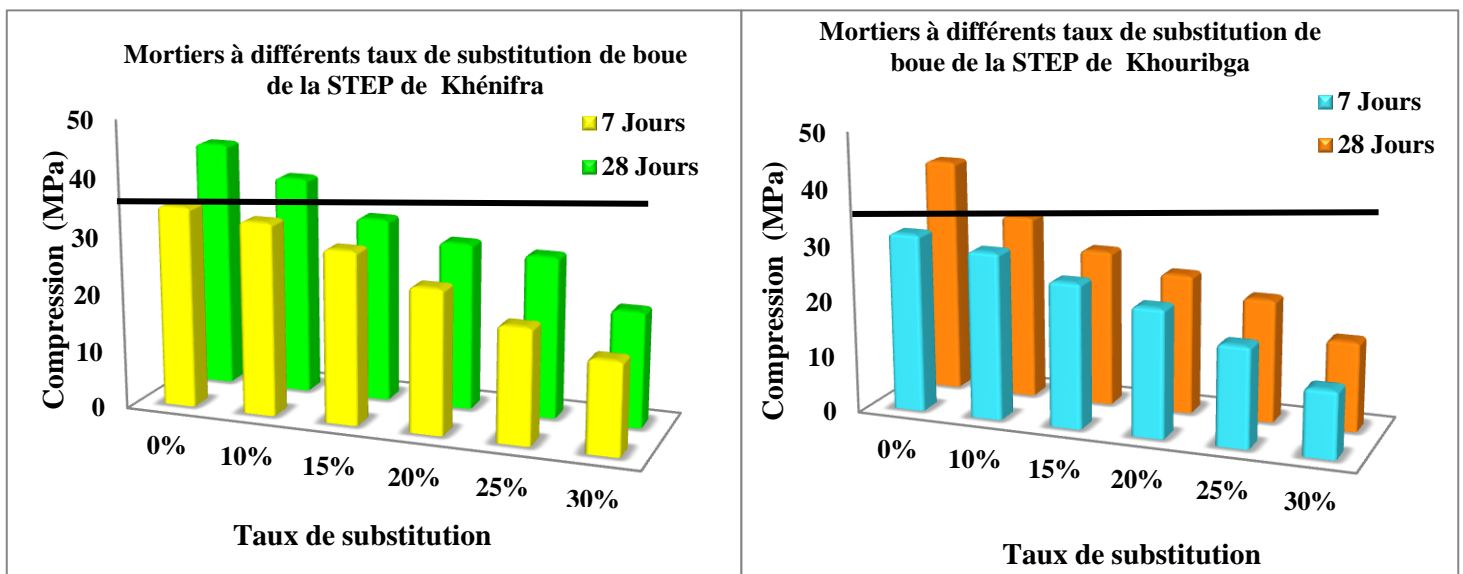


Figure 55: Résistances à la compression de mortiers à différents taux de substitution du ciment par les boues étudiées

Dans tous les cas des cendres de boues étudiées, concernant les formulations de 10, 15, 20, 25 et 30% de substitution, les résultats montrent une diminution des résistances à la flexion et à la

compression par rapport à celles du témoin. Les résistances diminuent presque linéairement lorsque le ratio de substitution augmente. Deux raisons peuvent être invoquées pour expliquer cette diminution. La première raison peut expliquer par la grande quantité d'eau a été ajoutée dans les formulations de mortier qui contient des cendres de boues par rapport des éprouvettes de témoin (voir la figure 50). Par conséquent, trop d'eau augmente l'humidité du mortier et par la suite augmente le stress de rupture, et diminue la cohésion et aussi les résistances mécaniques (Zhang et al., 2008). La deuxième raison est qu'en raison de leur faible teneur en CaO, les propriétés hydrauliques et pouzzolaniques des cendres de boues sont inférieures à celles du témoin. En revanche, les cendres des boues renferment des matières organiques et des minéraux argileux qui peuvent aussi perturber la prise hydraulique et chuter la résistance mécanique des mortiers (Kosmatka et al., 2003; Chen. , 2012).

Dans le but de ne pas trop diminuer les résistances mécaniques, il convient de choisir un taux de substitution compatible ou plus proche à des résultats des éprouvettes témoins. Sur les figures 55 et 56, il apparait que le taux de substitution de 10% est le seul qui permet d'obtenir à 28 jours des résistances à la flexion et à la compression plus proche par rapport aux résistances du témoin. Ce taux de substitution de 10% a donc été retenu et testé dans les produits de construction de type béton.

## **2.2. Filière des bétons**

### **2.2.1. Utilisation des boues dans des produits de construction**

Pour valider techniquement les scénarios de valorisation considérés, il convient à ce niveau de travailler sur des éprouvettes de béton, représentatives des formulations industrielles. Pour cette raison ont été fabriquées les éprouvettes de Béton Prêt à l'Emploi (BPE).

Comme cela a été montré dans le chapitre de matériel et méthodes, une formulation a été mise en œuvre. Pour ce scénario, il y a une formulation témoin (BPE-T) et les formulations incorporant les cendres des boues d'épuration étudiées (BPT-B). Dans les deux cas étudiés, les cendres des boues remplacent 10% de ciment. La figure 57 montre les photos des éprouvettes de béton fabriquées.





Figure 56: Éprouvette de béton fabriquée par les cendres des boues étudiées et éprouvette de témoin

### 2.2.2. Béton prêt à l'emploi

#### A. Résistance à la compression

Les résistances à la compression des formulations BPE-témoin et BPE avec les cendres de boues ont été mesurées à 7, 28 et 90 jours. Les résultats sont présentés dans la figure 58 ci-dessous :

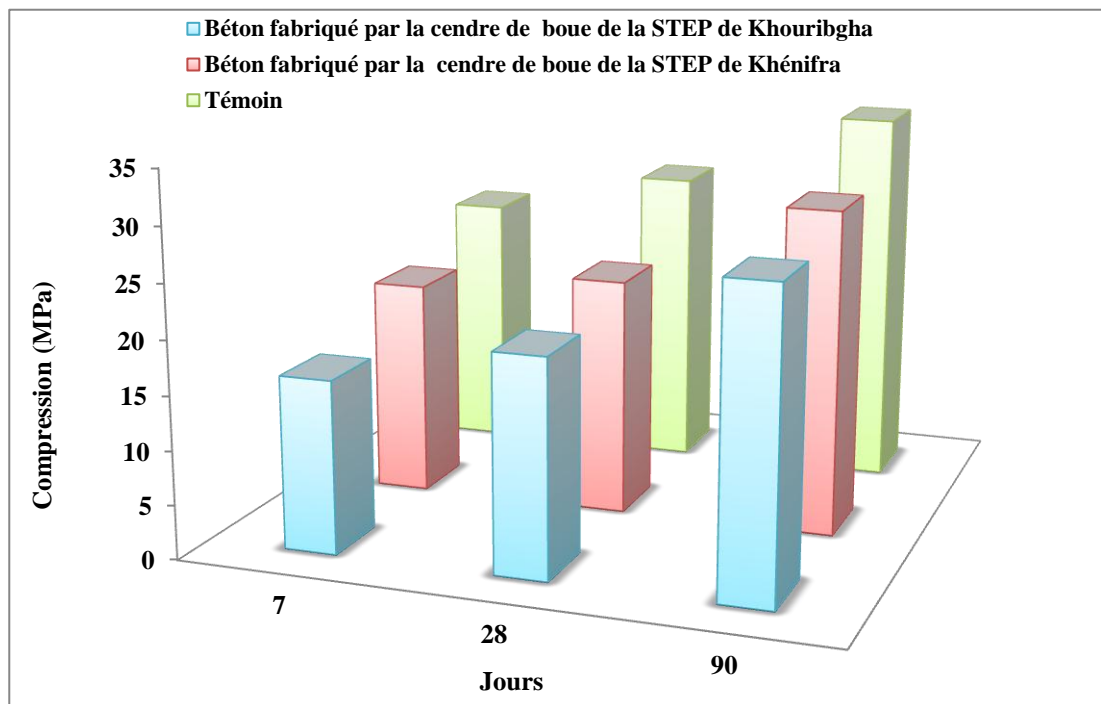


Figure 57: Résistances à la compression des bétons prêts à l'emploi mélangé par les cendres des boues étudiées



#### ***Chapitre 4: Aspect technique et environnementale de la valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction***

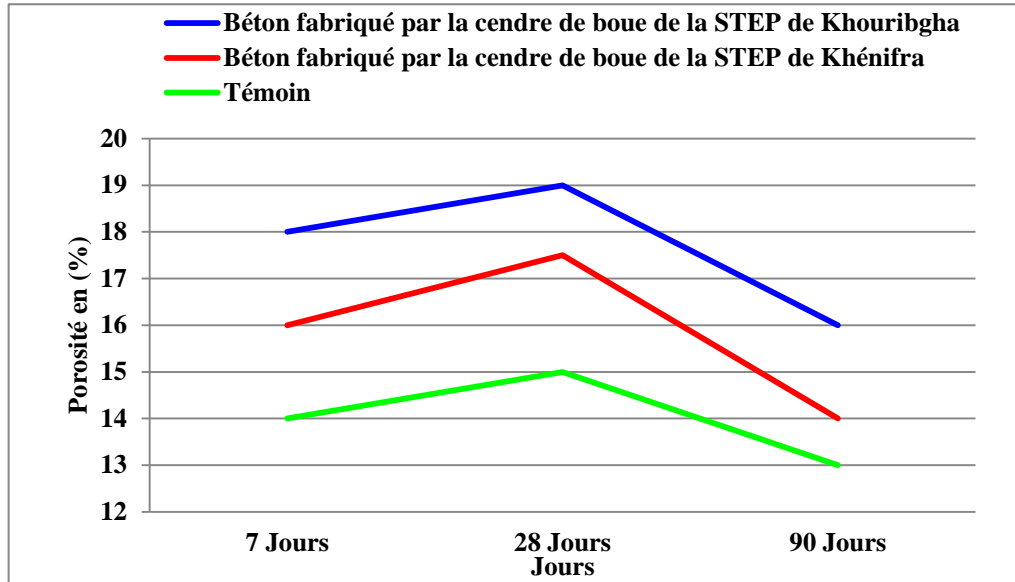
---

Pour l'ensemble des essais mécaniques réalisés sur les éprouvettes fabriquées par les cendres de boues étudiées, les résultats relatifs aux bétons prêts à l'emploi démontrent que la résistance à la compression du béton avec cendres de boues est un peu plus augmentée que celle du témoin à 7<sup>ème</sup> et 28<sup>ème</sup> jours pour les deux boues étudiées. Par contre, la résistance de 90<sup>ème</sup> jour du témoin est plus élevée que la résistance du matériau contenant les cendres de boues. En conclusion, l'ajout des cendres semble, dans un premier temps, avoir un effet positif sur les résistances mécaniques des bétons quand le ratio de remplacement cendre/ciment est de 10%. En revanche, ces cendres de boues semblent avoir une influence non négligeable sur la cinétique des réactions d'hydratation. En conséquence, pour les deux matériaux fabriqués, les résistances à la compression des éprouvettes incluant les cendres des boues augmentent avec le temps de durcissement entre 28<sup>ème</sup> et 90<sup>ème</sup> jours, mais l'amélioration est plus faible et lente pour le matériau contenant des cendres de boues, en particulier entre 28<sup>ème</sup> et 90<sup>ème</sup> jours. Néanmoins, l'augmentation avec le temps de durcissement (solidification) indique que les réactions d'hydratation ont bien continué à se produire (Tkaczewska & Malolepszy; 2009; Chen et al., 2013). Nous constatons que la résistance des éprouvettes fabriquée par la cendre de boue de la STEP de Khénifra est plus élevée que celle fabriquée par la cendre de boue de la STEP de Khouribga.

Pour les éprouvettes des bétons fabriqués par les cendres de boues des STEP de Khénifra et de Khouribga, la résistance à la compression au 28<sup>ème</sup> jour sont respectivement de 20MPa et 22MPa et pour le 90<sup>ème</sup> jour a des ordres de 28MPa et 30MPa. Généralement, les projets de construction commerciale légère emploient généralement des bétons dont la résistance va de 17MPa à 134MPa ou plus à 28 jours d'après l'étude de Chen et al, 2013. Cependant, le béton présentant la valeur de résistance la plus faible est uniquement employée pour les ouvrages de légères expositions environnementales et aussi pour le béton d'intérieur protégé des éléments météorologiques. Les sévères expositions environnementales (le gel et le dégel, et l'exposition aux produits chimiques anti-glace) demandent une résistance minimale de 28MPa pour garantir une bonne durabilité des matériaux. Pour les ouvrages commerciaux lourds et les structures spéciales telles que les dalles, les ponts et les immeubles de grande hauteur recommandent généralement une résistance de 28MPa ou plus (Kosmatka et al, 2003; Chen M., 2012). Donc d'après les résultats présentés ci-dessus, les résistances à la compression obtenues pour les échantillons intégrant les cendres de boues sont acceptables selon la littérature. Alors, la valorisation des cendres de boues d'épuration est donc possible en construction. Néanmoins, cette mesure de la résistance à la compression n'est pas acceptable pour conclure relativement l'efficacité réelle des matériaux fabriqués. Des essais de durabilité complémentaires sont indispensables. Dans ce qui suit, seul le gel/dégel sera étudié par la suite.

**B. Porosité des bétons fabriqués**

Les résultats de la porosité des éprouvettes contenant les cendres des boues et l'éprouvette témoin sont présentés dans la figure 59 ci-après:

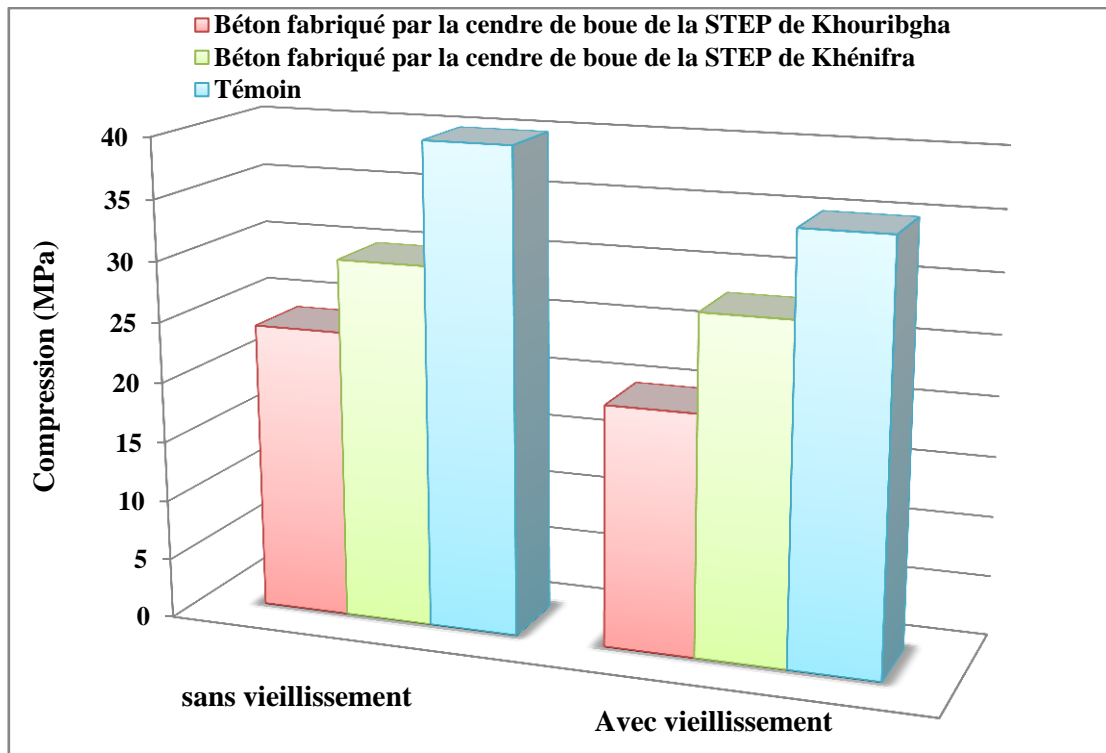


**Figure 58: Variation de la porosité des bétons selon les jours**

Les résultats de la porosité pour les deux cendres des boues étudiées montrent que la porosité est croissante à partir de l'âge 7<sup>ème</sup> à 28<sup>ème</sup> jours. En effet, la porosité a diminué de l'âge des bétons de 90<sup>ème</sup> jours. Le durcissement du béton est joué sur le développement des liaisons entre les particules pendant l'augmentation des temps de solidification, ce qui peut être attribué à la diminution des nombres des pores et par la suite est décroissance le taux de la porosité (Valls et al., 2004). Nous observons également que les valeurs de porosité pour les bétons fabriqués avec la cendre de boue de la STEP de Khénifra sont inférieures à celles obtenues avec des bétons fabriqués à partir de la cendre de boue de la STEP de Khouribga. Donc la porosité des éprouvettes comportant les cendres des boues étudiées semble aussi plus élevée que celle de l'éprouvette témoin. Ces données démontrent qu'il n'y a aucune possibilité d'influencer sur la résistance mécanique. Ceci est probablement dû à un compactage efficace et à une porosité baissée inférieure à 20% (Chen, 2012)

**C. Essais de durabilité au gel/dégel**

La sensibilité au gel/dégel des deux formulations de béton fabriqué par les deux cendres de boues étudiées a été analysée. Cet essai se base à soumettre les éprouvettes à des périodes successives de gel et dégel effectué en conditions saturées en humidité dans une chambre climatique. À la suite de ce traitement de vieillissement, une mesure de la résistance mécanique en compression sur cylindre est réalisée. Les résultats sont montrés dans la figure 60 ci-dessous :



**Figure 59: Résistances des bétons sans vieillissement et avec vieillissement**

Les résultats montrent qu'une très forte diminution des performances mécaniques (plus de 40% en générale) de la formulation introduisant les deux cendres de boues d'épuration étudiées, après la stimulation au gel/dégel. La composition de la formulation témoin reste acceptable. Ce résultat peut être expliqué par deux raisons. L'une est la porosité plus élevée pour les éprouvettes fabriquées par les deux cendres des boues étudiées. La résistance au gel d'un béton est liée à sa porosité et à la structure des pores. La porosité du béton peut absorber de l'eau jusqu'à ce que la saturation en eau. La dilatation et la pression hydraulique qui se produisent au cours de la congélation de l'eau engendrent alors la dégradation du béton. Généralement, les pores plus grands sont plus facilement saturés. À l'inverse, l'eau contenue dans les pores très fins ne peut pas pénétrer facilement. Pendant les périodes gel/dégel, la fissure du béton commence à partir de l'ensemble saturé et progresse vers la surface (Kosmatka et al, 2003; Chen et al, 2013). L'autre raisonnement peut être expliqué par l'existence des compositions attribuées des gonflements des matériaux qui se forment après la prise du ciment, ce qui peut être affaiblissant la structure générale des matériaux. Ceci pourrait être une des raisons pour lesquelles la résistance à la compression diminue après le test au gel-dégel.

### **2.3. Conclusion sur l'aptitude des cendres de boues à être valorisé dans la filière du béton et mortier**

En conclusion de cette section, de l'étude sur l'évaluation technique des produits de la valorisation des cendres de boues comme matériau de construction dans les filières des bétons et

#### ***Chapitre 4: Aspect technique et environnementale de la valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction***

---

mortiers ont été utilisés comme addition minérale avec cinq taux de substitution varie de 10; 15 ; 20, 25 et 30 % ces taux de substitution ont été retenus afin de permettre une comparaison avec certaines additions couramment employées dans les bétons et les mortiers. L'analyse des résultats de ces essais a permis de mettre en avant les points essentiels suivants :

- La demande en eau des cendres de boues additionnées sont relativement élevées. Elles sont à mettre en relation avec leur nature argileuse plus que leur finesse. Cet excès d'eau suite à son évaporation, se transforme en vides (porosité) qui affecteront la résistance mécanique du mortier, par ailleurs, ces effets négatifs d'eau sont atténués par l'emploi d'adjuvants de type superplastifiants pour limiter l'apport d'eau ;
- Les éprouvettes de mortier à différents taux de substitution ont été fabriquées. Il a été montré que la résistance du mortier diminue quand le taux de substitution augmente. Ce résultat peut être dû à la quantité d'eau ajoutée dans les formulations de mortier et à la faible teneur en CaO dans les deux boues étudiées. Après la comparaison des résistances pour toutes les formulations, un taux de substitution de 10 % a été retenu ;
- Pour la formulation de béton retenue, la résistance à la compression est au même niveau que celle du témoin, et est satisfaisante au seuil des projets de construction, pour le béton prêt à l'emploi ;
- En revanche, les essais de durabilité mettent en évidence une forte diminution des résistances mécaniques pour la formulation incorporant les cendres des boues après la sollicitation au gel/dégel.

## **II. Évaluation environnementale des produits de la valorisation des boues comme matériau de construction**

### **1. Introduction**

Dans le chapitre trois, une caractérisation complète des cendres de boues a démontré que la valorisation de ce résidu des deux stations de traitement des eaux usées est envisageable en construction. En plus, dans la section précédente, l'évaluation technique a permis de conclure sur la possibilité d'intégrer ces cendres de boues dans des formulations de type mortier et de type de béton prêt à l'emploi. Avant de pouvoir définitivement valider ces hypothèses de valorisation, il est utile à présent de vérifier la validité environnementale. En conséquence, la méthodologie d'analyse environnementale suivie s'apparente à la méthode préconisée par la norme [EN 12920]. Donc, une caractérisation des matériaux a d'abord été mise en œuvre. En conséquence, ces expériences ont permis de déduire quant à la validité du scénario examiné d'un point de vue environnemental.

## **2. Essais sur éprouvettes de béton prêt à l'emploi à l'échelle du laboratoire**

### **2.1. Caractérisation chimique par le teste de capacité de neutralisation acide**

La mesure de la capacité de neutralisation acide (CNA) sur le matériau de béton fabriqué contenant les cendres de boues étudiées a été réalisée.

#### **2.1.1. Lixiviations des éléments**

##### ***A. Éléments non relargués***

Certains éléments analysés n'ont pas été détectés dans aucun des éluats tels que : As, Co, Mo, Se, P et Si. Ceci indique que pour ces éléments sont stabilisé leurs de l'incorporation les cendres de boues dans les matériaux de construction fabriquée.

##### ***B. Éléments relargués***

La solubilisation de différents éléments a été analysée par la mesure des concentrations dans les différents essais. Les figures 61 et 62 présentent les résultats obtenus par les matériaux des bétons fabriqués contenant les deux cendres de boues étudiées des STEP de Khénifra et de Khouribga respectivement pour le calcium, le magnésium, le soufre, l'aluminium, le cuivre et le zinc.

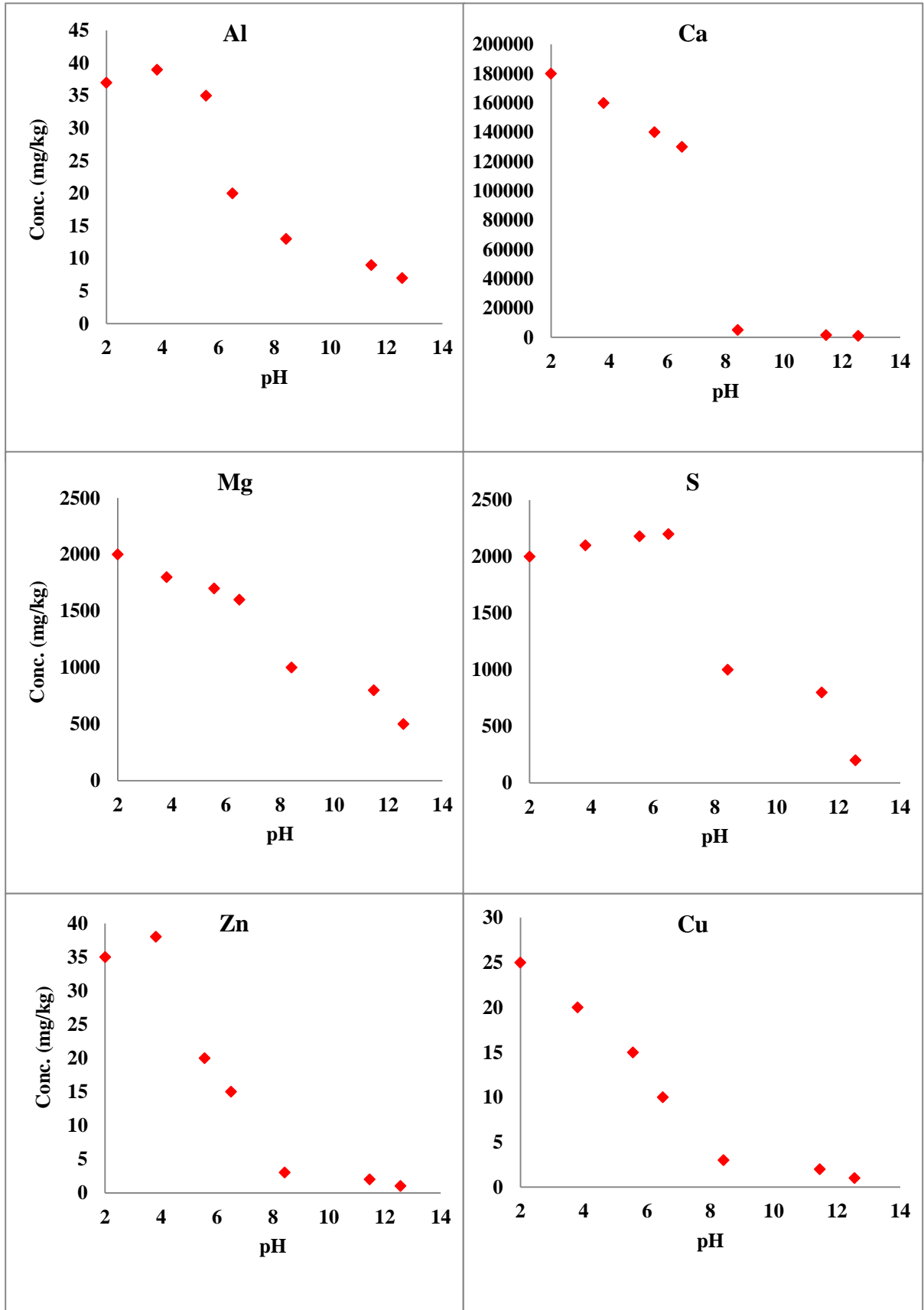


Figure 60: Résultats expérimentaux d'évolution de la concentration de différents éléments en fonction du pH dans le cas de béton fabriqué par les cendres des boues de la STEP de Khénifra

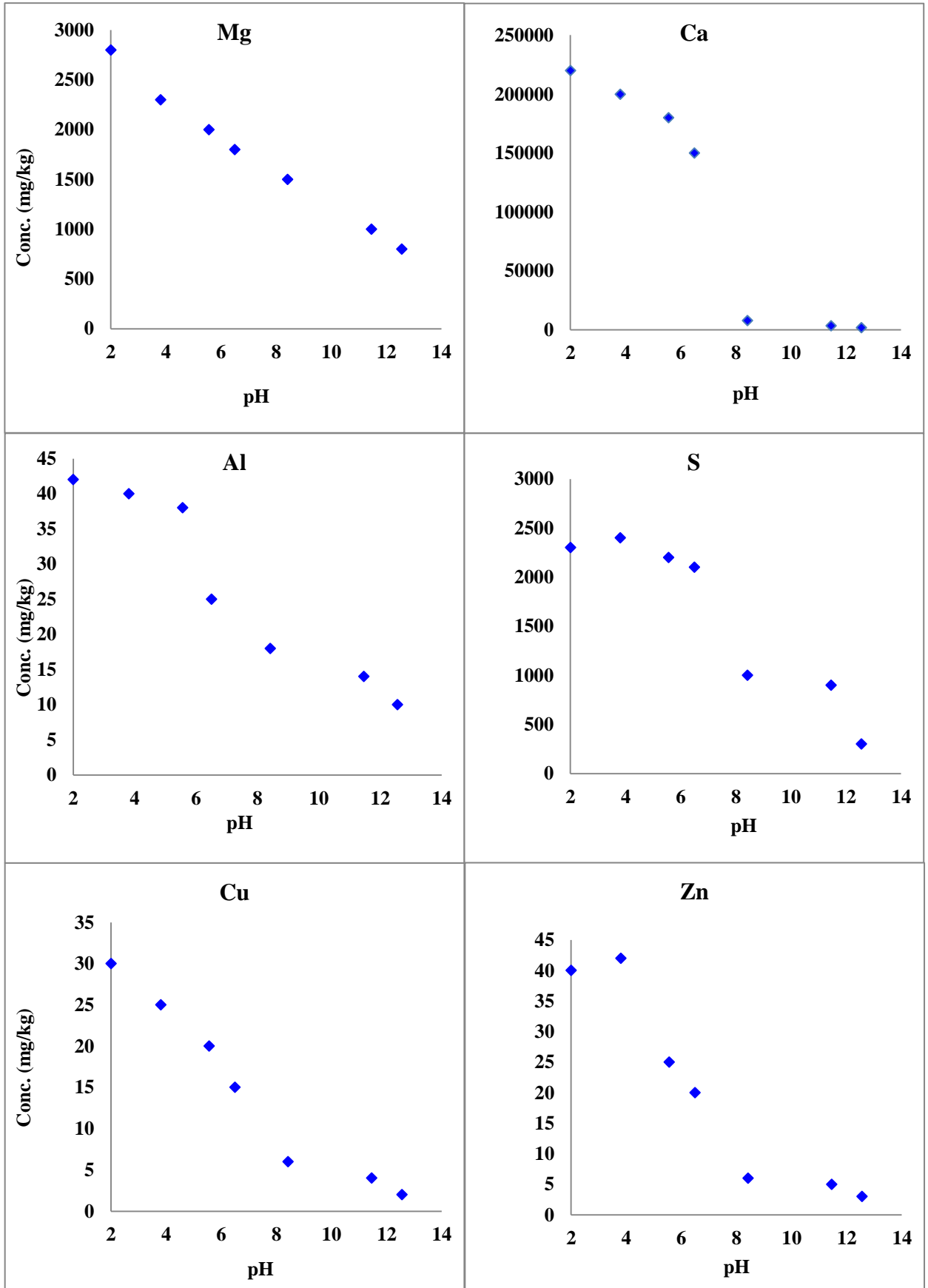


Figure 61: Résultats expérimentaux d'évolution de la concentration de différents éléments en fonction du pH dans le cas de béton fabriqué par les cendres des boues de la STEP de Khouribga

Les concentrations les plus élevées sont celles du calcium, du magnésium et du soufre. Les concentrations de ces éléments sont également élevées dans le ciment.

Tous les éléments sont solubles en milieu acide. Par ailleurs, les éléments détectés par la méthode de CNA sont représentatifs des phases trouvées par DRX. Par exemple, à environ pH=7, la concentration de calcium diminue rapidement, ce qui correspond au pH de dissolution/ précipitation de la calcite.

### **3. Modélisation du comportement chimique de BPE–identification de l’assemblage minéral**

Le comportement à la lixiviation de béton fabriqué contenant les cendres des boues étudiées a été modélisé, pour compléter les analyses précédentes. Donc, le but de cette modélisation est l’obtention d’une meilleure connaissance des cendres de boues, par la définition ou l’identification des assemblages minérales qui les représentant. Comme pour la modélisation des cendres de boues, seules des réactions de type précipitation/dissolution de minéraux sont prises en compte.

Le comportement à l’attaque acide des bétons contenant les boues étudiées a été simulé sous PhreeqC. Pour plus de détails concernant le code PhreeqC utilisé, le lecteur pourra se référer à l’Annexe 6.

Les figures 63 et 64 ci-dessous représentent les résultats de la comparaison entre les résultats de modélisation et d’expérimentale de test CNA (données obtenues à 7 jours de contact solide/lixiviant en termes pH) des bétons fabriqués contenant les cendres de boues d’épuration.



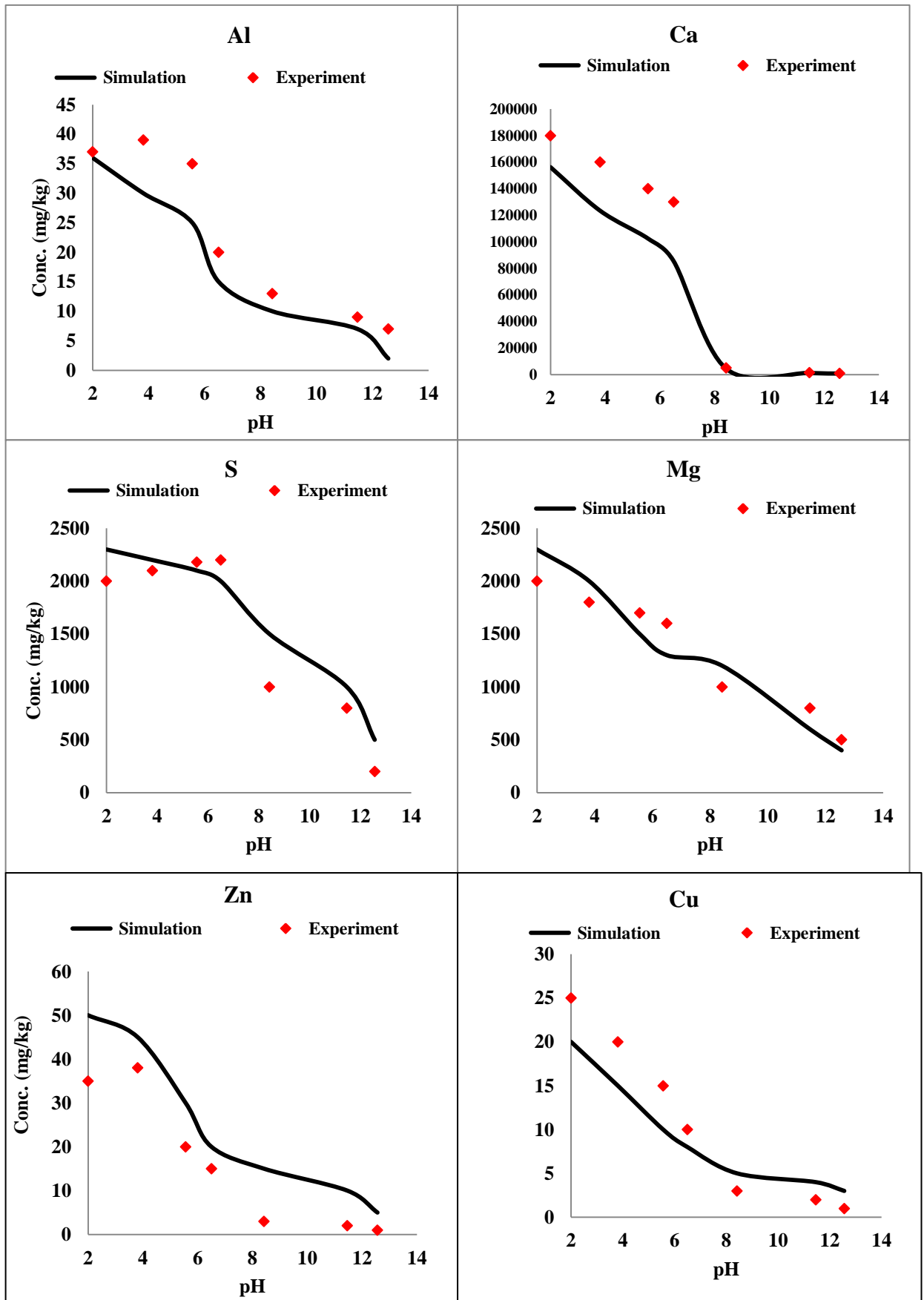


Figure 62: Résultats expérimentaux et de simulation dans le cas de béton fabriqué par les cendres des boues de la STEP de Khénifra

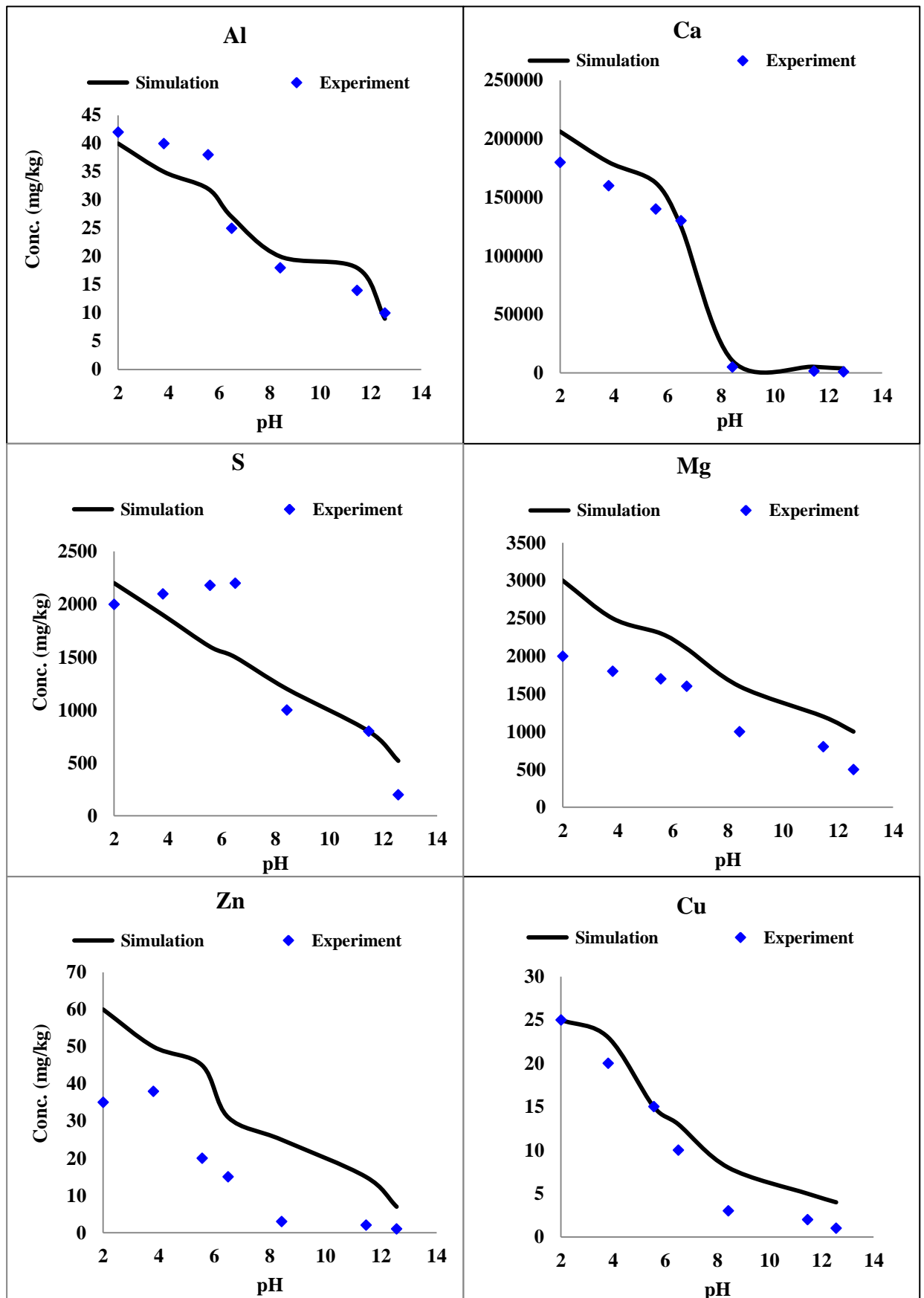


Figure 63: Résultats expérimentaux et de simulation dans le cas de béton fabriqué par les cendres des boues de la STEP de Khouribga

#### ***Chapitre 4: Aspect technique et environnementale de la valorisation des cendres de boues dans les matériaux de construction***

---

On constate qu'il y a une bonne concordance entre les données expérimentales et celles de la simulation pour les deux bétons étudiés, sauf pour le silicium de béton fabriqué par la cendre de boue de la STEP de Khouribga.

Pour tous les éléments, les résultats simulés avec les phases de l'assemblage sont très proches des résultats expérimentaux de la CNA.

D'après les résultats des figures 63 et 64, une bonne concordance est observée entre les résultats expérimentaux et ceux de simulation.

### **Conclusion du chapitre**

On a démontré dans ce chapitre la possibilité de la valorisation des boues étudiées dans deux filières: la filière du ciment et la filière béton et mortiers. La filière du ciment consiste à valoriser les cendres de boues par le remplacement des parties des matières premières par des cendres dans le cru en apportant les mêmes éléments chimiques majeurs lors de la cuisson dans le four. Ensuite à partir des caractérisations des formulations qui ont été réalisées à l'échelle laboratoire les meilleures proportions ont été retenues de 5% des cendres de boues incorporés dans des crus. En revanche, concernant la filière de béton et de mortier, les travaux menés confirment qu'une utilisation dans cette filière est envisageable. Les taux de substitution optimale ont été retenus de 10%. Ce taux peut être considéré a priori comme des additions cimentaires alternatives.

L'étude des évaluations techniques des produits de la valorisation des boues comme matériau de construction permet de déterminer les taux optimaux des boues incorporées. Ces informations permettent d'anticiper les comportements des boues en matériaux de construction. Afin d'étudier le potentiel réactif ainsi que les interactions chimiques entre les additions (cendres de boues) et un milieu cimentaire, nous étudierons, les évaluations environnementales des produits de la valorisation des boues comme matériau de construction. La principale conclusion porte sur la connaissance du comportement à la lixiviation du béton fabriqué par les deux cendres des boues étudiées. Ainsi, la modélisation réalisée par le programme PhreeqC a confirmé :

- La détermination des compositions chimiques des bétons contenant les cendres des boues étudiées ;
- La détermination du comportement de lixiviation du béton obtenu qui est similaire à celui des matériaux sans cendre des boues.

## **Conclusion générale**

Le traitement des eaux usées dans les stations d'épuration génère des quantités considérables de boues, qui sont ensuite traitées par plusieurs méthodes d'incinération, l'épandage agricole ou la mise en décharge sans aucun traitement. Ces déchets constitués aujourd'hui un enjeu technique, économique et environnemental pour plusieurs pays à travers le monde et notamment le Maroc.

Les travaux de cette thèse s'inscrivent dans une notion de développement durable, qui a pour objectif d'apporter une contribution permettant de répondre à la problématique de la gestion des cendres de boues d'épuration au travers d'un schéma favorisant leur valorisation dans le génie civil. En effet, les cendres de boues d'épuration peuvent être constituées par des composants similaires à des matériaux de construction (bétons, mortiers et ciment).

Nos recherches ont eu pour objectifs de décrire d'une part la caractérisation des cendres de boues d'épuration d'autre part la valorisation de ces cendres des boues des stations d'épuration étudiées comme matière première et/ou secondaire dans les matériaux des constructions. En particulier, nous nous sommes attachés à évaluer la faisabilité technique des produits de la valorisation des cendres de boues comme matériau de construction. Enfin, la formulation avec des liants hydrauliques a été évaluée non seulement au niveau mécanique, mais aussi au niveau environnemental. La méthodologie mise en œuvre pour cette étude comprend trois étapes principales :

- des caractérisations physiques, chimiques, minérales, géotechniques et comportementales des cendres de boues étudiées ;
- Une partie technique permettant d'évaluer l'influence de l'incorporation des cendres de boues d'épuration sur les propriétés chimiques, physique et mécaniques des matériaux fabriqués (crues de ciment, bétons et mortiers);
- Une évaluation des impacts environnementaux liés à l'emploi de ces cendres de boues d'épuration, à savoir l'observation du comportement à la lixiviation de ces matériaux.

Une connaissance approfondie des caractéristiques des boues étudiées est indispensable pour optimiser la probabilité pour mieux cibler et trouver une ou plusieurs voies de valorisation. La caractérisation des cendres de boues de deux stations d'épuration étudiées (STEP de Khénifra et de Khouribga) avait pour objectif d'identifier, notamment, les principales caractéristiques chimiques, physiques, minéralogiques et géotechniques qui ont été faites. Différentes techniques analytiques indépendantes et complémentaires ont été employées, telles que la granulométrie, une évaluation du contenu total par l'eau régale, de la composition élémentaire par l'analyse d'ICP-AES (Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry) et les poudres des cendres de boues étudiées par la fluorescence des rayons X (FRX), la détermination de la teneur en matières organiques à l'aide d'une analyse thermogravimétrique (TG/DSC), une analyse de la phase minérale par diffraction des

rayons X (DRX), une analyse comportementale avec la détermination de la concentration lixiviée des éléments polluants. Ces essais ont permis d'établir les caractéristiques des cendres de boues et d'estimer leur aptitude à être employés dans les filières investiguées.

En ce qui concerne la caractérisation des cendres de boues d'épuration étudiées, les résultats ont montré qu'elles ont un comportement intermédiaire entre le ciment et le sable: les boues calcinées ont un taux d'humidité de 0%, la masse volumique réelle de  $2,32\text{g}/\text{cm}^3$  et  $3,86\text{g}/\text{cm}^3$ , en plus la masse volumique apparente de  $1,66\text{g}/\text{cm}^3$  et  $2,24\text{g}/\text{cm}^3$  sont respectivement pour la cendre de boue de la STEP de Khouribga et la cendre de boue de la STEP de Khénifra. De plus, une granulométrie moyenne de  $150\mu\text{m}$  à  $250\mu\text{m}$  pour les deux boues étudiées. La composition chimique des deux cendres de boues étudiées est similaire à celle du ciment, mais leur granulométrie est plus élevée que celle du ciment.

Les éléments majeurs dans les deux cendres de boues d'épuration sont similaires aux éléments majeurs présents dans les ciments (l'aluminium, le calcium, le fer et le magnésium). Aussi la teneur en phosphore est plus diminuée que celles du ciment. Les principales phases minérales dans les deux cendres de boues sont: le carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), la silice ( $\text{SiO}_2$ ), l'oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), l'oxyde de calcium ou la chaux ( $\text{CaO}$ ) et l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

Les indices de plasticité vont de 25 à 49%, ainsi que les valeurs au bleu de  $15$  à  $17\text{cm}^3/\text{g}$  respectivement pour la cendre de boue de la STEP de Khouribga et la cendre de boue de la STEP de Khénifra. Ces paramètres sont fortement influencés par la nature et la quantité de minéraux argileux et des matières organiques.

Pour l'étude environnementale, l'étude du comportement de la lixiviation des cendres de boues étudiées a été réalisée par la procédure de capacité de neutralisation acide (CNA), les résultats ont montré que la plupart des éléments ont des taux de relargage inférieurs aux seuils relatifs aux déchets inertes ou non dangereux.

Dans l'optique d'une gestion durable de l'utilisation des cendres de boues calcinées dans le cru pour la fabrication de clinker et aussi comme composants minéraux dans des mortiers et des bétons à l'échelle du laboratoire ont montré que la valorisation de ces cendres des boues est possible.

Les cendres des deux boues calcinées en  $950^\circ\text{C}$ , utilisées dans les crus fabriqués au laboratoire présentent des caractéristiques semblables à des compositions ordinaires incorporées aux constitutions de crus de cimenterie. Les caractéristiques physiques et chimiques des clinkers obtenus sont tout à fait encourageantes d'utiliser ces cendres de boues dans les crus de cimenteries. En revanche, d'après les analyses des résultats obtenus, le taux d'incorporation optimale est de 5% des cendres de boues pour les deux échantillons étudiés.

## *Conclusion générale et Perspectives*

---

Dans des mortiers, ont été utilisées comme additions minérales des cendres de boues calcinées en 550°C, selon les taux de substitution de ciment de 0, 10, 15, 20, 25 et 30%. Les résultats des tests de résistance sur le mortier ont montré que la résistance du mortier diminue quand le taux de substitution du ciment par les cendres de boues étudiées augmente, ce résultat peut-être dû à l'augmentation de quantité d'eau ajoutée dans les formulations de mortier, d'une part, de plus, la présence de matières organiques semble avoir pour conséquence un retard de la prise de mortier d'autre part. Les indices d'activité à 28 jours concernent les mortiers à des cendres de boues de 10% de substitution de ciment de 0,26 et 0,57 respectivement pour la substitution utilisée dans la cendre de boue de la STEP de Khouribga et la cendre de boue de la STEP de Khénifra, ces résultats sont similaires avec des résultats des performances équivalentes à celles des additions standard usuelles. Après la comparaison des résistances pour toutes les formulations, le taux optimal de substitution de 10% a été retenu pour les deux boues étudiées.

Les bétons formulés avec les additions des cendres de boues d'épuration, la résistance à la compression au 28<sup>ème</sup> jour sont respectivement de 22MPa et 20MPa et pour le 90<sup>ème</sup> jour a des ordres de 28MPa et 30MPa pour les éprouvettes des bétons fabriqués par les cendres des boues de la STEP de Khénifra et de la STEP de Khouribga, ce qui est satisfaisant vis-à-vis du seuil des projets de construction. En revanche, les essais de durabilité mettent en évidence une forte diminution des résistances mécaniques pour la formulation incorporant les boues d'épuration après la sollicitation au gel/dégel.

En ce qui concerne l'étude de l'impact environnemental sur matériaux broyés incorporant les cendres de boues d'épuration, le test de capacité de neutralisation acide (CNA) permet de déterminer la capacité des matériaux à neutraliser acide, et d'étudier le suivi de la solubilisation des espèces en fonction du pH. Les résultats de ce test sur les matériaux broyés ont mis en évidence l'important pouvoir alcalin des cendres de boues ainsi que leurs grandes résistances aux milieux acides. La solubilisation des espèces chimiques suivies (calcium, magnésium, soufre, aluminium, cuivre et zinc) est dans l'ensemble dépendante du pH. Les résultats de simulation ont été réalisés avec le logiciel PhreeqC qui montre en général une bonne concordance avec les résultats expérimentaux.

Nous pouvons donc proposer notre scénario de valorisation des cendres de boues en tant que matière première secondaire dans le cru du ciment aussi dans le mortier et le béton. Cette expérience pourra servir de développer des matériaux de construction écologique et durable, ainsi que permet de contribuer à la préservation des gisements naturels, et également réduire la pollution qui engendre par ces déchets des boues d'épuration.

## **Perspectives**

À partir de cette étude, plusieurs axes de recherche et de développement peuvent être évoqués. Ils recouvrent plusieurs aspects : la caractérisation des cendres de boues d'épuration incinérées à différentes températures, la mise en place de filières robustes et pérennes de valorisation telle que la filière du ciment et la filière de béton et mortier, avec la prise en compte de l'évaluation environnementale des produits de la valorisation de ces cendres des boues d'épuration comme matériau de construction.

Cette thèse offre plusieurs perspectives, concernant la filière des ciments, nous avons bien constaté que les cendres de boues calcinées en 950°C étudiées présentent une bonne aptitude pour être utilisées dans un cru de cimenterie pour la fabrication de clinker. À ce sujet, il serait indispensable de tester les performances mécaniques des matériaux fabriquées par ces crues, ceci pourrait permettre de mieux comprendre les effets de l'incorporation des déchets sur les performances mécaniques. Il pourrait également être envisagé de faire une étude environnementale des matériaux obtenus à partir des cendres de boues.

Les travaux réalisés dans le cadre de cette thèse concernent des études de faisabilité à l'échelle du laboratoire. Il paraît logique et intéressant de poursuivre ces travaux à une échelle plus grande approchant la vraie grandeur à l'aide de pilotes semi-industriels en intégrant le savoir-faire pratique.

Cette thèse a exploré la valorisation des cendres de boues de station d'épuration dans le domaine de la construction, ces travaux pourraient servir de base méthodologique à d'autres études, comme la valorisation dans d'autres domaines tels que les céramiques ou dans les matériaux routiers.

## **Bibliographie**

### **Références normatives**

- NF EN 197-1 - AFNOR (2012). Ciment - Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants
- NF P15-319 - AFNOR (2006). Liants hydrauliques - Ciments pour travaux en eaux à haute teneur en sulfates
- NF P15-317 - AFNOR (2006). Liants hydrauliques - Ciments pour travaux à la merNF P15-318
- NF EN 14647 - AFNOR (2006). Ciment d'aluminates de calcium - Composition, spécifications et critères de conformité.NF P15-314
- NF EN 413-1 - AFNOR (2012b). Ciment à maçonner - Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité
- NF EN 196-1 - AFNOR (2006). Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : détermination des résistances mécaniques
- NF EN 196-2 - AFNOR (2006). Méthodes d'essais des ciments - Partie 2 : analyse chimique des ciments.
- NF EN 196-3 - AFNOR (2009). Méthodes d'essais des ciments - Partie 3 : Détermination du temps de prise et de la stabilité
- NF EN 197-1 - AFNOR (2012). Ciment - Partie 1 : Composition, spécifications et critères de conformité des ciments courants.NF EN 12 620,
- XP P 18-545 normes européennes harmonisées sur les granulats
- NF EN 1008 - AFNOR (2003). Eau de gâchage pour bétons - Spécifications d'échantillonnage, d'essais et d'évaluation de l'aptitude à l'emploi, y compris les eaux des processus de l'industrie du béton, telle que l'eau de gâchage pour béton
- NF EN 934-2 - AFNOR (2012). Adjuvants pour béton, mortier et coulis - Partie 2 : Adjuvants pour bétons - Définitions, exigences, conformité, marquage et étiquetage
- NF EN 206-1/CN - AFNOR (2012). Béton - Partie 1 : Spécification, performance, production et conformité - Complément national à la norme
- NF EN 12350-2 - AFNOR (2012). Essais pour béton frais - Partie 2 : essai d'affaissement
- NF EN 12350-3 - AFNOR (2012). Essais pour béton frais - Partie 3 : essai Vébé.
- NF EN 12350-4 - AFNOR (2009). Essais pour béton frais - Partie 4 : indice de serrage.
- NF EN 12350-5 - AFNOR (2009). Essais pour béton frais - Partie 5 : essai d'étalement à la table à choc
- XP CEN/TS 14429 Norme de caractérisation des déchets - Essais de comportement à la lixiviation
- CEN/TS 14997 Characterization of waste. Leaching behaviour tests. Influence of pH on leaching with continuous pH-control
- NF EN 12457-2 - AFNOR (2002). Caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues - Partie 2 : essai en bûchée unique avec un rapport liquide-solide de 10 l/kg et une granularité inférieure à 4 mm (sans ou avec réduction de la granularité).
- NF EN 15863, ANFOR(2015) Caractérisation des déchets - Essais de comportement à la lixiviation pour la caractérisation de base
- NF CEN/TS 14405 AFNOR (2005). - Caractérisation des déchets - Essai de comportement à la lixiviation - Essai de percolation à écoulement ascendant (dans des conditions spécifiées)
- NF ISO 11465 Norme de Qualité du sol - Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau, méthode gravimétrique
- NF P 94-054 - AFNOR (1991). Sols : reconnaissance et essais - Détermination de la masse volumique des particules solides des sols - Méthode du pycnomètre à eau.
- NF ISO11508 (2017) norme de détermination de la masse volumique des particules.
- NF EN 12879 - AFNOR (2000). Caractérisation des boues - Détermination de la perte au feu de la matière sèche.



## *Bibliographie*

- NF P 94-048 norme de détermination de la teneur en carbonate - Méthode du calcimètre
- NF P 94-051 : norme de détermination des limites d'Atterberg : limite de liquidité à la coupelle - Limite de plasticité au rouleau.
- NF EN12457-2 norme de caractérisation des déchets - Lixiviation - Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues
- NF EN 206-1 - AFNOR (2004). Béton - Partie 1 : spécification, performances, production et conformité
- EN 12390-3 normes de résistance à la compression des éprouvettes - Essais pour béton durci
- NF EN 494 norme des caractéristiques mécaniques
- NF P94-051 - AFNOR (1993). Sols : Reconnaissance et essais - Détermination des limites d'Atterberg  
Limite de liquidité à la coupelle / Limite de plasticité au rouleau
- NF EN 12350-5 - AFNOR (2009). Essais pour béton frais - Partie 5 : essai d'étalement à la table à choc.NF P15-431
- NF P15-431 - AFNOR (1994). Liants hydrauliques - Technique des essais - Détermination du temps de prise sur mortier normal
- NF EN 450 norme pour les cendres volantes pour béton - Définitions, exigences et contrôle de qualité
- NF EN 450-1 - AFNOR (2012). Cendres volantes pour béton - Partie 1 : Définition, spécification et critères de conformité
- NF EN 13263-1+A1 - AFNOR (2009). Fumée de silice pour béton - Partie 1 : Définitions, exigences et critères de conformité.
- NF EN 12457. (n.d.). Caractérisation des déchets - Lixiviation-Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues.
- NF EN 15863. (n.d.). Caractérisation des déchets-essai de comportement à la lixiviation pour la caractérisation de base - Essai de lixiviation dynamique des monolithes avec rénovation périodique du lixiviant, dans des conditions d'essai fixes.
- NF EN 15864. (n.d.). Caractérisation des déchets-essais de comportement à la lixiviation pour la caractérisation de base - Essai de lixiviation dynamique des monolithes avec renouvellement continu du lixiviant dans des conditions pertinentes pour des scénarios.

**Références bibliographiques**

- Aadraoui, M., Elbaghdadi, M., Rais, J., Barakat, A., Ennaji, W., Karroum, L., et al. (2018). Characteristics of sewage sludge produced from wastewater treatment plant in the Moroccan city Khouribga. *Desalination and Water Treatment*, 112 (2018) 179–185.
- Abad , E., Martinez , K., Planas, C., Palacios , O., & Caix. (2005). Priority organic pollutant assessment of sludges for agricultural purposes. *Chemosphere*, 61, 1358-69.
- Adam, C., Peplinski, B., Michaelis, M., Kley, G., & Simon, F. (2009). Thermochemical treatment of sewage sludge ashes for phosphorus recovery. *Waste management*, 29, 1122-1128.
- ADEME. (1999). *L'incinération des déchets et la santé publique : bilan des connaissances récentes et évaluation du risque - janvier, SFSP*.
- ADEME, 1. (1996). *La valeur azotée des boues résiduelles des stations d'épuration urbaines*, 336 p.
- ADMEME. (2001). *Les boues d'épuration municipales et leur utilisation en agriculture - dossier documentaire*. p. 30.
- AFNOR, Standard. (2003). French procedure. Qualité des sols. Sols, sédiments, boues de station d'épuration. Mise en solution d'éléments métalliques en traces(Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Ni, Pb, Zn) par attaques acides. In: AFNOR (Ed.), Paris. (*NF X31-151*).
- Agostini, F. (2006). *Inertage et valorisation des sédiments de dragage marins (Doctoral dissertation*. Ecole Centrale de Lille; Université des Sciences et Technologie de Lille-Lille I).
- Ahmad, T., Ahmad, K., & Alam, M. (n.d.). Characterization of Water Treatment Plant's Sludge and its Safe Disposal Options. *Procedia Environmental Sciences*, 35, 950-955.
- Allen, A. (2001). Containment landfills: the myth of sustainability. *Engineering Geology*, 60, 3- 19 .
- Alqedra, M., & A.M. (2011). Influence of Low and High Organic Wastewater Sludge on Physical and Mechanical Properties of Concrete Mixes. . *Journal of Environmental Science and Technology*, 4, 354–365.
- Alvarenga, P., Palma, P., Mourinha, C., Farto, M., Dôres, J., Patanita, M., et al. (2017). Recycling organic wastes to agricultural land as a way to improve its quality: A field study to evaluate benefits and risks. (582-592, Ed.) *Waste Management*, 61.
- Amadou, H. (2007). *Modélisation de séchage solaire sous serre des boues de station dépuration Urbains*. Thèse de doctorat Université Louis Pasteur- Strasbourg I Discipline: Sciences pour l'ingénieur.
- Amar, M., Benzerzour, M., Abriak, N., & Maherzi, W. (2016). Étude de valorisation des sédiments de dragage. In *Annales du Bâtiment et des Travaux Publics*, 68.
- Amir, S. (2005). *ontribution à la valorisation de boues de stations d'épuration par compostage: devenir des micropolluants métalliques et organiques et bilan humique du compost*. Université Cadi Ayyad, Faculté des Sciences, Marrakech.
- Amoah, I., Reddy, P., Seidu, R., & Stenström, T. (2018). Concentration of soil-transmitted helminth eggs in sludge from South Africa and Senegal: A probabilistic estimation of infection risks associated with agricultural application. *Journal of Environmental Management*, 206, 1020-1027.
- Amritphale, S., Sudhir , S., Anshul, A., Verma, S., & Khan, M. (2017). Advanced non-toxic radiation shielding materials from tailored brine sludge and a process for the preparation thereof. *U.S. Patent Application No 15/449,088*.
- Anger, B. (2014). *Caractérisation de sédiments fins de retenues hydroélectriques en vue d'une orientation vers des filières de valorisation matière*. Ecole doctorale SIMEM, Spécialité : Génie civil, l'Université de Caen Basse-Normandie.
- Appelo, C. P. (2005). *Geochemistry, Groundwater, and Pollution*. (2. e. Balkema, Ed.) 649.
- Arif, M., Shahzad, S., Yasmeen, T., Ashraf, M., Siddique, M., & Buttler, A. (2018). Fresh and composted industrial sludge restore soil functions in surface soil of degraded agricultural land. *Science of The Total Environment*, 619, 517-527.

## Bibliographie

- Asquini, L. (2008). Production and characterization of sintered ceramics from paper mill sludge and glass cullet. *Chemosphere*, 71, 83-89.
- Asses, N., Cherif, S., Hamdi, M., & Bouallagui, H. (2018). Comparative study of sewage sludge co-composting with olive mill wastes or green residues: Process monitoring and agriculture value of the resulting composts. *Process Safety and Environmental Protection*, 114, 25-35.
- Assobhei O. & Mountadar M. (2006). Production des boues de traitement des. *MOROCOMP (LIFE TCY05/MA000141)*.
- ASTM D1883–87, S. (n.d.). American Society for Testing and Materials, ASTM D1883. *California Bearing Ratio (CBR) of Laboratory - Compacted Soils*.
- Attom & Al-Sharif. (2014). A geoenvironmental application of burned wastewater sludge ash in soil stabilization. *Environ. Earth Sci*, 71, 2453–2463.
- Ayati, B., Ferrándiz-Mas, V., Newport, D., & Cheeseman, C. (2018). Use of clay in the manufacture of lightweight aggregate. *Construction and Building Materials*, 162, 124-131.
- Badr, E., Hanan, A., & Ahmed, M. (2012). Incorporation of water sludge, silica fume and rice husk ash in brick making. *J. Adv. Environ. Res.*, 1, 83-96.
- Bagge, E., Sahlström, L., & Albin, A. (2005). The effect of hygienic treatment on the microbial flora of biowaste at biogas plants, National veterinary, institute, Uppsala, Sweden. *Water Research*, 39, 4879-4886.
- Bahij J. et Soudi B. (2003). *Réutilisation des eaux usées épurées en agriculture aux Maroc : Bilan de plusieurs années de recherche. Réutilisation des eaux usées traitées et des sous-produits de l'épuration : Optimisation, Valorisation & Durabilité*. Séminaire international. Tunis.
- Barnabé, S., Brar, S., Tyagi, R., & Beauchesne, I. (2009). Pretreatment and bioconversion of wastewater sludge to value-added products, Fate of endocrine disrupting compounds. *Science of the Total Environment*, 407, 1471- 1488.
- Basista, M., & Weglewski, W. (2008). Micromechanical modeling of sulphate corrosion in concrete: influence of ettringite forming reaction. *Journal of Theoretical and Applied Mechanics*, 35, 29-52.
- Baudez, J. C. (2001). *Rhéologie et physico-chimie des boues résiduelles pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage*. Thèse de doctorat, Ecole nationale du génie rural, des eaux et des forêts, Paris.
- Baudez, J., Coussot, P., & Thirion, F. (2002). Rhéologie et physico-chimie des boues résiduelles pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. *TECHNIQUES SCIENCES METHODES*, (10), 73-80.
- Bernier, G. (2004). *Formulation des bétons*. Techniques de l'ingénieur.
- Berthois, L. (1975). Les roches sédimentaires. *Doin*.
- Boechat, C., Santana, A., A. M., Duda, R., Sena, A., Souza, M., et al. (2017). Solid Waste in Agricultural Soils: An Approach Based on Environmental Principles, Human Health, and Food Security. *In Solid Waste Management in Rural Areas*.
- Boeglin, J.-C. (2000). Traitements et destinations finales des boues résiduelles. *Techniques de l'ingénieur. Technologies de l'eau*, 2.
- Brendan, C., & Kelly, O. (2006). Geotechnical properties of municipal sewage sludge. *Geotechnical and Geological Engineering*, 24, 833-850.
- Cao, H., Liu, W., Xu, J., Liu, J., Huang, J., Huang, X., et al. (2018). Utilization of lime-dried sludge for cement clinker production: effects of different feeding points. *Water Science and Technology*, 77, 960-970.
- Carbonell, G., Pro, J., Gómez, N., & Babin, M. (2009). Sewage sludge applied to agricultural soil: ecotoxicological effects on representative soil organisms. *Ecotoxicology and Environmental Safety*, 72, 1309-1319.
- CCAA. (2004). *(Cement concrete and Aggregates Australia), 2004. Concrete basics: A guide to concrete practice (Sixth Edition), Australia*.
- CE. (1999). *Directive 1999/31/CE du Conseil du 26 avril 1999 concernant la mise en décharge des déchets*.

## Bibliographie

- CEE. (2001). *Disposal and recycling routes for sewage sludge. Part 3 –Scientific and technical report.* <http://europa.eu.int>.
- CEN/TS 14405. (n.d.). Caractérisation des déchets - Essais de comportement à la lixiviation - Essai de percolation à écoulement ascendant (dans des conditions spécifiées).
- CEN/TS 14429. (n.d.). Caractérisation des déchets - Essais de comportement à la lixiviation-Influence du pH sur la lixiviation avec ajout initial d'acide/base.
- CEN/TS 14997. (n.d.). Essais de comportement à la lixiviation - Influence du pH sur la lixiviation avec contrôle continu du pH.
- César, V., Ricard, G., & José, L. (2013). Stabilisation of dewatered domestic sewage sludge by lime addition as raw material for the cement industry: Understanding process and reactor performance. *Chemical Engineering Journal*, 232, 458–467.
- Chahidi Elouazzani, D. (2005). *Caractérisation physico-chimique et valorisation en bâtiments et travaux publics des cendres issues de l'incinération des boues de papeterie.* Thèse de l'INSA de Lyon.
- Chakraborty, S., Jo, B., & Jo, J. (2017). Effectiveness of sewage sludge ash combined with waste pozzolanic minerals in developing sustainable construction material: An alternative approach for waste management. *Journal of Cleaner Production*, 153, 253-263.
- Chang, B., Yang, C., Cheng, C., & Yuan, S. (2004). Biodegradation of phthalate esters by two bacteria strains. *Chemosphere*, 55, 533-538.
- Cheeseman, C., & Viridi, G. (2005). Properties and microstructure of lightweight aggregate produced from sintered sewage sludge ash. *Resources, Conservation and Recycling*, 45, 18-30.
- chemphys. (2018). *chemphys*. Retrieved 07 10, 2018, from [http://chemphys.u-strasbg.fr/mpb/teach/daniel/Projet/principe\\_flux.htm](http://chemphys.u-strasbg.fr/mpb/teach/daniel/Projet/principe_flux.htm)
- Chen, L., & Lin, D. (2009). Stabilization treatment of soft subgrade soil by sewage sludge ash and cement. *Journal of Hazardous Materials*, 162, 321-327.
- Chen, H., Ma, X., & Dai, H. (2010). *Cement & Concrete Composites*, 32.
- Chen, M., & Ma, L. (2001). Comparison of three aqua regia digestion methods for twenty Florida soils. *Soil Science Society of America Journal*, 65, 491-499.
- Chen, M. (2012). L'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon. Formation doctorale : Sciences de l'Environnement Industriel et Urbain.
- Chen, M., Blanc, D., Gautier, M., & Mehu, J. (2013). Environmental and technical assessments of the potential utilization of sewage sludge ashes (SSAs) as secondary raw materials in construction. *Waste Management*, 33, 1268–1275.
- Chennaoui, F. Z. (2007). *Contribution à l'élaboration d'un plan d'action pour la gestion des boues des stations d'épuration au Maroc.*
- Chung-Ho Huang & Shun-Yuan Wang. (2013). Application of water treatment sludge in the manufacturing of lightweight aggregate. *Construction and Building Materials*, 43, 174–183.
- CIMBETON. (2005). *Ciments et bétons - L'essentiel.*
- Coletti, C., Maritan, L., Cultrone, G., Dalconi, M., Hein, A., Molina, E., et al. (n.d.). Recycling trachyte waste from the quarry to the brick industry: Effects on physical and mechanical properties, and durability of new bricks. *Construction and Building Materials*, 166, 792-807.
- Coutand, M., Cyr, M., & Clastres, P. (2006). Use of sewage sludge ash as mineral admixture in mortars. proceedings of the institution of civil engineers. *Construction materials*, 159, 153–162.
- Crest, M. (2007). *Etude multi-échelle de percolations instationnaires à travers un résidu minéral*
- Cusido, J., & Soriano, C. (2011). Valorization of pellets from municipal WWTP sludge in lightweight clay ceramics. *Waste management*, 31, 1372-1380.
- Cyr, M., Klysz, G., Julien, S., & Clastres, P. (2003). *Déchets sciences & techniques*, 29, 22-29.
- Cyr, M., Idir, R., & Escadeillas, G. (2012). *Journal of Hazardous Materials*, 243, 193-203.
- Cyr, M., Coutand, M., & Clastres, P. (2007). Technological and environmental behavior of sewage sludge ash (SSA) in cement-based materials. *Cement and Concrete Research*, 37, 1278-1289.

## Bibliographie

- D'Andrea, A., Fustaino, C., & Tozzo, C. (2014). Recycling dredged sludge in asphalt pavement. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 26, 05014005.
- Diliūnas, J., Dundulis, K., Gadeikis, S., Jurevičius, A., & Kaminskas, M. (2010). (2010). Geotechnical and hydrochemical properties of sewage sludge. *Bulletin of engineering geology and the environment*, 69, 575-582.
- Djafari, D., Mekerta, B., Zentar, R., & Semcha, A. (2018). Sludge of wwtps, from waste family to sustainable development. *African Review of Science, Technology and Development*, 3.
- Donatello, S., Tong, D., & Cheeseman, C. (2010). Production of technical grade phosphoric acid from incinerator sewage sludge ash (ISSA). *Waste Management*, 30, 1634-1642.
- Donatello, D., Freeman-Pask, A., Tyrer, M., & Cheeseman, C. (2010). Effect of milling and acid washing on the pozzolanic activity of incinerator sewage sludge ash. *Cement and Concrete Composites*, 32(1), 54-61., 32, 54-61.
- Donatello, S., & Cheeseman, C. (2013). Recycling and recovery routes for incinerated sewage sludge ash (ISSA): A review. *Waste Management*, 33, 2328-2340.
- Donatello, S., Tyrer, M., & Cheeseman, C. (2010). EU landfill waste acceptance criteria and EU hazardous waste directive compliance testing of incinerated sewage sludge ash. *Waste Management*, 30, 63-71.
- Dounya, C., EL Ouazzani, A., Bouamrane, Mansouri, K., Christian, B., & Fokam. (2012). Valorization of paper mill sludge in construction: mineralogical analysis of the impact of incineration conditions. *J. Mater. Environ. Sci.*, 3, 628-635.
- Dyer, T., Halliday, J., & Dhir, R. (2010). Hydration chemistry of sewage sludge ash used as a cement component. *Journal of Materials in Civil*, 5, 648-655.
- El-Fadel, M., & Khoury, R. (2000). Modeling Settlement in MSW Landfills: a Critical Review. *Critical Reviews in Environ. Sci. Technol*, 30, 327-361.
- El Fels, L. (2014). *Suivi physico-chimique, microbiologique et écotoxicologique du compostage de boues de STEP mélangées à des déchets de palmier: validation de nouveaux indices de maturité*. L'université de Toulouse.
- El Guamri, Y. B. (2006). *Etude de la qualité physico-chimique des eaux usées brutes de la commune urbaine de Saknia, rejetées dans le lac Fouarat (Kénitra, Maroc)*. *Journal Africain des Sciences de l'environnement*, 1, 53-60.
- El Jihad, M.-D. (2005). *Croissance urbaine et problèmes d'assainissement liquide et pluvial dans le bassin du Srou (Maroc central)*. *Science et changements planétaires/Sécheresse*, vol. 16, no 1, p. pp. 41-52.
- Elayadi, D. (2005). *Caractérisation physico-chimique et valorisation en bâtiment et travaux publics des cendres issues de l'incinération des boues de papeterie*. Thèse de doctorat. Lyon, INSA.
- EL Ouazzani, D., Bouamrane, A., Mansouri, K., & Fokam, C. (2012). Valorization of paper mill sludge in construction: mineralogical analysis of the impact of incineration conditions. *Journal of Materials and Environmental Science*, 3.
- Emilie, J. (2012). *COMPOSITION ORGANIQUE DES BOUES RÉSIDUAIRES DES STATIONS D'ÉPURATION LORRAINES : CARACTÉRISATION MOLÉCULAIRE ET EFFETS DE LA BIODÉGRADATION*. l'Université Henri Poincaré, Nancy I en Sciences de l'Univers .
- EPA. (2011, 04 11). *Guide for industrial waste management – Chapter 2 : Characterizing waste* . Retrieved 04 11, 2011, from United States Environmental Protection Agency: <http://www.epa.gov/osw/nonhaz/industrial/guide/chap2s.htm>
- Fang, L., Li, J., Guo, M., Cheeseman, C., Tsang, D., Donatello, S., et al. (2018). Phosphorus recovery and leaching of trace elements from incinerated sewage sludge ash (ISSA). *Chemosphere*, 193, 278-287.
- Fontes, C., Barbosa, M., Toledo Filho, R., & Goncalves, J. (2004). Potentiality of sewage sludge ash as mineral additive in cement mortar and high performance concrete. *International RILEM Conference on the Use of Recycled Materials in Buildings and Structures*, 797-806.
- Franz, M. (2008). Phosphate fertilizer from sewage sludge ash (SSA). 28, 1809-1818.

## Bibliographie

- Frohard, F. (2014). *Durabilité des éco-bétons : Impact des additions cimentaires alternatives sur la corrosion des armatures dans les bétons armés*. These de doctorat, Spécialité : Génie Civil, l'université Paris-Est.
- Frohard, F. (2014). *Durabilité des éco-bétons: Impact des additions cimentaires alternatives sur la corrosion des armatures dans les bétons armés*. Thèse doctorale, Spécialité : Génie Civil, Université de Sherbrooke.
- Fytili, D., & Zabaniotou, A. (2008). Utilization of sewage sludge in EU application of old and new methods- A review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 12, 116-140.
- Garcés, P., Pérez Carrión, M., García-Alco, E., Payá, J., Monzó, J., & Borrachero, M. (2008). Mechanical and physical properties of cement blended with sewage sludge ash. *Waste Management*, 28, 2495-2502.
- Garrec, N., Picard- Bonnaud, F., & Pourcher, A. (2003). Occurrence of *Listeria* sp. and *L. monocytogenes* in sewage sludge used for land application: effect of dewatering, liming and storage in tank on survival of *Listeria* species. *FEMS Immunol. Med. Microbiol* , 35, 275- 28.
- Gaurav , G., Ajay , & Kalamdhad, S. (2017). Degraded municipal solid waste as partial substitute for manufacturing fired bricks. *Construction and Building Materials*, 155, 259-266.
- Gléau, F. L. (2012). *Etude d'un dispositif de traitement de fumées issues de l'incinération de déchets industriels spéciaux*. Département Chimie et Environnement et Energétique industrielle de l'école des mines de Douai, L'université de Lille.
- Guerraoui, F., Zamama, M., & Ibnoussina, M. (2008). Caractérisations minéralogique et géotechnique des argiles utilisées dans la céramique de Safi (Maroc). *Afr. J. Sci. Technol., AJST*, 9, 1-11.
- Guo, F., Zhong, Z., & Xue, H. (2018). Partition of Zn, Cd, and Pb during co-combustion of sedum plumbizincicola and sewage sludge. *Chemosphere*.
- Hamdani, I. (2008). *Gestion des boues des stations d'épuration au Maroc : Quantification, caractérisation et options de traitement et de valorisation*. MEMOIRE DE TROISIEME CYCLE, Option : Sciences du sol ,institut agronomique et veterinaire Hassan II –Rabat.
- Hargreaves, J., Adl, M., & Warman, P. (2008). A review of the use of composted municipal solid waste in agriculture. *Agriculture, Ecosystems & Environment*, 123, 1-14.
- Heinonen-Tansk, H., Mohaibes, M., & Karinen, P. (2006). Methods to reduce pathogen microorganisms in manure. *Livestock science*, 102(3), 248-255., 102, 248-255.
- Hernández, A. B. (2012). *Caractérisation des rejets gaz-solide d'un procédé de gazéification de biomasses complexes appliqué au traitement des boues de station d'épuration*. L'universite d'aix marseille, Faculté des Sciences et Techniques.
- Hewlett, P. (2003). *Lea's Chemistry of Cement and Concrete*. ISBN 0750662565, Fourth Edition.
- Hill , G., & Holman , J. (2001). *Chemistry in Context (Fifth Edition)*. Nelson Thornes Ltd.
- Ho , T., Lee , H., Shiao , C., Hopper , J., & Bostick , W. (1995). *Waste Manage*, 15, 325.
- Holm, O., & Simon, F. (2017). Innovative treatment trains of bottom ash (BA) from municipal solid waste incineration (MSWI) in Germany. *Waste management*, 59, 229-236.
- Holtzman, S. (1994). *Cyanide and heavy metal removal - A comparison of different chemistries with emphasis on an innovative new treatment method*. Retrieved 08 10, 2018, from [http://www.actglobal.net/products\\_wastewater\\_heavy\\_metals.htm](http://www.actglobal.net/products_wastewater_heavy_metals.htm)
- Hsu , J., & Lo , S. (2001). Effect of composting on characterization and leaching of copper, manganese, and zinc from swine manure. *Environmental Pollution*, 114, 119-127.
- Huang, C., & Wang, S. (2013). Application of water treatment sludge in the manufacturing of lightweight aggregate. *Construction and Building Materials*, 43, 174-183.
- Idrissi, M., Miyah, Y., Chaouch, M., Lalami, A., Lairini, S., Nenov, V., et al. (2014). CWPO du phenol, utilisant des catalyseurs à base de manganese (CWPO of phenol Using manganese-based catalysts). *J. Mater. Environ. Sci.*, 5, 2309-2313.

## Bibliographie

- Ignacio, M., Luis, F., Arévalo, & Fernando, R. (2005). Characterization and possible uses of ashes from wastewater treatment plants. *Waste Management*, 25, 1046–1054.
- Imyim, A. (2000). *Méthodologie d'évaluation environnementale des déchets stabilisés/solidifiés par liants hydrauliques*. Doctorat Thesis of the National Institute of the Applied Sciences of Lyon.
- Ingunza, M., Camarini, G., & da Costa, F. (2018). Performance of mortars with the addition of septic tank sludge ash. *Construction and Building Materials*, 160, 308-315.
- Inoue, S., Sawayama, S., Ogi, T., & Yokoyama, S.-Y. (1996). Organic composition of liquidized sewage sludge. *Biomass and Bioenergy*, 10, 1, 37- 40., 10, 37-40.
- Irene, M., Zhou, W., & Lee, K. (2002). Geotechnical characterization of dewatered sewage sludge for landfill disposal. *Can. Geotech. J.*, 39, 1139-1149.
- Jardé, E. (2002). *Composition organique de boues résiduelles de station d'épuration lorraines: Caractérisation moléculaire et effets de la biodégradation*. l'Université Henri Poincaré, NancyI.
- Jarde, E., Mansuy, L., & Faure, P. (2003). Characterization of the macromolecular organic content of sewage sludges by thermally assisted hydrolysis and methylation - gas chromatography- mass spectrometer (THM- GC/MS). *J. Anal. Appl. Pyrol.*, 68- 69, 331- 350, 68-69, 331-350.
- Jennings, H., & Thomas, J. (2007). 2007. Materials of cement science primer. A final report submitted to the Infrastructure Technology Institute for TEA-21 funded projects designated A474. 11.
- Jill, R., Chihpin, H., Jung-Jen, K., & Sheng, H. (2008). Recycling MSWI bottom and fly ash as raw materials for Portland cement. *Waste Management*, 28, 1113–1118.
- Jonas, D., Kastytis, D., Saulius, G., Arunas, J., & Mykolas, K. (2010). Geotechnical and hydrochemical properties of sewage sludge. *Bull Eng Geol Environ*, 69, 575-582.
- Jouraihy, A. (2007). *Compostage des boues activées-déchets vert: analyse physicochimiques, microbiologie, toxicologiques, bilan humique et valorisation agronomique*. Université Cadi Ayyad, Faculté des Sciences Semlalia, Marrakech.
- Juel, M., Mizan, A., & Ahmed, T. (2017). Sustainable use of tannery sludge in brick manufacturing in Bangladesh. *Waste Management*, 60, 259-269.
- Kae-Long, L., Kung-Yuh, C., & Deng-Fong, L. (2006). Effect of heating temperature on the sintering characteristics of sewage sludge ash. *Journal of Hazardous Materials*, 128, 175-181.
- Kandhal, P., Wu, Y., Parker, J., & Spellerberg, P. (1996). Precision of Marshall Stability and Flow test using 6-in. (152.4-mm) diameter specimens. *Journal of Testing and Evaluation*, 24, 20-25.
- Karayildirim, T., Yanik, J., Yuksel, M., & Bockh, H. (2006). Characterisation of products from pyrolysis of waste sludges. *Fuel*, 85, 1498-1508.
- Kawni A. (1999). *Assainissement liquide, Manuel de référence destiné aux élus et techniciens communaux du Maroc*, USAID, 106 p. .
- Kirchmann, H., Börjesson, G., Kätterer, T., & Cohen, Y. (2017). From agricultural use of sewage sludge to nutrient extraction: A soil science outlook. *Ambio*, 46, 143-154.
- Kjeldsen, P., Barlaz, M., Rooker, A., Baun, A., Ledin, A., & Christensen, T. (2002). Present and long-term composition of MSW landfill leachate: a review. *Critical reviews in environmental science and technology*, 32, 297-336.
- Kosmatka, S., Kerkhoff, B., & Panarese, W. (2003). Design and Control of concrete mixtures. *PCA (Portland Cement Association)*, 57-61, 315-318.
- Kumar, M., & Monteiro, P. (2005). *Concrete microstructure, properties, and materials* (Third edition), McGraw-Hill. pp. 26, 30, 213. .
- Kurahash, K., Kimura, C., Fujimoto, Y., & Tokumot. (2017). Value-adding conversion and volume reduction of sewage sludge by anaerobic co-digestion with crude glycerol. *Bioresource technology*, 232, 119-125.
- Kurowski, T., Przemienieck, S., & Grabowski. (2016). Change in Microbiological Conditions of Lawn Grass Root Zones as a Result of Fertilization with Sewage Sludge. *Polish Journal of Environmental Studies*. 25.

## ***Bibliographie***

- Langford, K., & Lester J.N., J. (2003). Fate and behaviour of endocrine disrupters in Wastewater Treatment Processes, In, Birkett J.W, Lester J.N, editors, Endocrine disrupters in wastewater and sludge treatment processe, London, CRC Press LLC and IW A publishing. 103-43.
- Lau, P., Teo, D., & Mannan, M. (2017). Characteristics of lightweight aggregate produced from lime-treated sewage sludge and palm oil fuel ash. *Construction and Building Materials*, 152, 558-567.
- Leckener , B., Amanad , L., Luche , K., & Werther , J. (2004). Gaseous emissions from co-cmbustion of sewage sludge and coal/woord in fluidized bed. *fuel* , 83, 477-486.
- Leckner, B., Amand, L., Lücke, K., & Werther, J. (2004). Gaseous emissions from co-combustion of sewage sludge and coal/wood in a fluidized bed. *Fuel*, 83, 477-486.
- Leda, C., de Figueiredo lopes Lucena, L., Thome, J., Soares, J., & and Portela, M. (2013). Potential uses of sewage sludge in highway construction. *J. Mater. Civil Eng.*, 26, 401-406.
- Lee, C., Yang, W., & Hsieh, C. (2004). Removal of copper (II) by manganese-coated sand in a liquid fluidized-bed reactor. *Journal of hazardous materials*, 114, 45-51.
- Li, X., Peng, Y., He, Y., Wang, S., & Guo, S. (2017). Anaerobic stabilization of waste activated sludge at different temperatures and solid retention times: Evaluation by sludge reduction, soluble chemical oxygen demand release and dehydration capability. *Bioresource technology*(227), 398-403.
- Li, X., & Yang, S. (2007). Influence of loosely bound extracellular polymeric substances (EPS) on the flocculation, sedimentation and dewaterability of activated sludge. *Water research*. 41, 1022-1030.
- Liberati, D., Sconocchia, P., Ricci, A., Gigliotti, G., Tacconi, C., Grenni, P., et al. (2017). Phyto-dehydration of confined sludge: a sustainable approach for the management of polluted ponds. *Journal of Soils and Sediments*, 1-13.
- Lin , D., Chang , W., Yuan, C., & Luo, H. (2008). Production and characterization of glazed tiles containing incinerated sewage sludge. *Waste Management*, 28, 502-508.
- Lin, D., Luo, H., Cheng, J., & Zhuang, M. (2016). Strengthening tiles manufactured with sewage sludge ash replacement by adding micro carbon powder. *Materials and Structures*, 49, 3559-3567.
- Lin, K., Wang, K., zeng, B., & Wang, N. (2004). Effects of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the hydration activity of municipal solid waste incinerator fly ash slag. *Cement and concrete research*, 34, 587-592.
- Lin, K., & Lin, C. (2005). Hydration characteristics of waste sludge ash utilized as raw cement material. *Cement and Concrete Research*, 35, 1999-2007.
- Lin, K., Chang, W., Lin, D., & Luo, H. (2008). Effects of nano-SiO<sub>2</sub> and different ash particle sizes on sludge ash–cement mortar. *Journal of Environmental Management*, 88, 708-714.
- Lin, K., Chiang, K., & & Lin, D. (2006). Effect of heating temperature on the sintering characteristics of sewage sludge ash. *Journal of Hazardous Materials*, 128, 175-181.
- Lin, Y., Zhou, S., Li, F., & Lin, Y. (2012). Utilization of municipal sewage sludge as additives for the production of eco-cement. *Journal of hazardous materials*, 213, 457-465.
- Linus, P. (1988). General Chemistry . *Dover Publications*, 702.
- Liu , D., Fang , S., & Zhang , L. (2006). Effects of phosphorus slag on strength and porosity structure of cement paste. *Cement*, 8.
- Liu, C., Li, F., Ma, L., & Cheng, H. (2010). Advanced materials for energy storage. 22.
- Liu, M., Wang, C., Bai, Y., & Xu, G. (2018). Effects of sintering temperature on the characteristics of lightweight aggregate made from sewage sludge and river sediment. *Journal of Alloys and Compounds*, 748, 522-527.
- Lo, I., Lai, K., & Chen, G. (2001). Salinity effect on mechanical dewatering of sludge with and without chemical conditioning. *Environmental science & technology*, 35, 4691-4696.
- Lo, I., Zhou, W., & Lee, K. (2002). Geotechnical characterization of dewatered sewage sludge for landfill disposal . *Can. Geotech J.*, 39, 1139-1149.
- Lynn, C., Dhir, R., Ghataora, G., & West, P. (2015). Sewage sludge ash characteristics and potential for use in concrete. *Construction and Building Materials*, 98, 767-779.



## **Bibliographie**

- Lynn, C., Dhir, R., & Ghataora, G. (2016). Sewage sludge ash characteristics and potential for use in bricks, tiles and glass ceramics. *Water Science and Technology*, 74, 17-29.
- Malgorzata, K., Ewa, N., Krzysztof, F., Anna, G., Anna, G., Malgorzata, W., et al. (2017). Sewage sludge disposal strategies for sustainable development. *Environmental Research*, 156, 39-46.
- Mansour, m., abadlia, m., jaubertie, r., molez, l., messaoudene, i., & rangeard, d. (2010). pouzzolanicite de la cendre volcanique de beni saf. *Congrès International sur les Matériaux de l'Environnement*.
- Mantovi, P., Baldoni, G., & Toderi, G. (2005). Reuse of liquid, dewatered, and composted sewage sludge on agricultural land: effects of long-term application on soil and crop. *Water research*, 39, 289-296.
- Mao, L., Guo, H., & Zhang, W. (2018). Addition of waste glass for improving the immobilization of heavy metals during the use of electroplating sludge in the production of clay bricks. *Construction and Building Materials*, 163, 875-879.
- Martinen, S., Kettunen, R., & Rintala, J. (2003). Occurrence and removal of or pollutants in sewages and landfill leachates. *The Science of the Total Environment*, 301, 1-12.
- Mattenberger, h., Fraissler, G., Jöller, M., Brunner, T., Obernberger, I., Herk, P., et al. (2010). Sewage sludge ash to phosphorus fertiliser (II): Influences of ash and granulate type on heavy metal removal. *Waste Management*, 30, 1622-1633.
- Mattenberger, H., Fraissler, G., Brunner, T., Herk, P., Hermann, L., & Obernberger, I. (2008). Sewage sludge ash to phosphorus fertiliser: Variables influencing heavy metal removal during thermochemical treatment. *Waste Management*, 28, 2709-2722.
- Mcbride, M. (2003). Toxic metals in sewage sludge- amended soils: has promotion of beneficial use discounted the risks. *Advances in Environmental Research*, 8, 5-19.
- McKendry, P. (2002). Energy production from biomass (part 1): overview of biomass. *Bioresource technology*, 83, 37-46.
- Melotti, R., Santagata, E., Bassani, M., Salvo, M., & Rizzo, S. (2013). A preliminary investigation into the physical and chemical properties of biomass ashes used as aggregate fillers for bituminous mixtures. *Waste management*, 33, 1906-1917.
- Merino, I., Arévalo, L., & Romero, F. (2007). Preparation and characterization of ceramic products by thermal treatment of sewage sludge ashes mixed with different additives. *Waste Management*, 27, 1829-1844.
- Milik, J., Pasela, R., Lachowicz, M., & Chalamońsk, M. (2017). The Concentration of Trace Elements in Sewage Sludge From Wastewater Treatment Plant in Gniewino. *Journal of Ecological Engineering*, 18.
- Monteiro, S., Alexandre, J., Margem, J., Sánchez, R., & and Vieira, C. (2008). Incorporation of sludge waste from water treatment plant into red ceramic. *J. Constr. Build. Mater.*, 22, 1281-1287.
- Monzo, J., Payá, J., Borrachero, M., & & Girbés, I. (2003). Reuse of sewage sludge ashes (SSA) in cement mixtures: the effect of SSA on the workability of cement mortars. *Waste Management*(24), 373-381.
- Monzo, j., Borrachero, M., & & Peris-Mo, E. (1999). Mechanical behavior of mortars containing sewage sludge ash (SSA) and Portland cements with different tricalcium aluminate content. *Cement and Concrete Research*, 29, 87-94.
- Monzo, J., Paya, J., Borrachero, M., & Girbes, I. (2003). Reuse of sewage sludge ashes (SSA) in cement mixtures: the effect of SSA on the workability of cement mortars. *Waste Management*, 23, 373-381.
- Monzó, J., Payá, J., Borrachero, M., & Peris-Mora, E. (1999). Mechanical behavior of mortars containing sewage sludge ash (SSA) and Portland cements with different tricalcium aluminate content. *Cement and Concrete Research*, 29.
- Monzo, J., Paya, J., Borrachero, M., & & Córcoles, A. (1996). Use of sewage sludge ash (SSA)-cement admixtures in mortars. *Cement and Concrete Research*, 26, 1389-1398.
- Morau, D. (2006). *Modilisation des disposition de révalorisation énergétique des déchets solides et liquides (Séchage, Méthanisation, Incinération)*. Spécialité de Mécanique & Énergétique, Université de la Réunion.

## Bibliographie

- Murakami, T., Suzuki, Y., Nagasawa, H., Yamamoto, T., Koseki, T., Hirose, H., et al. (2009). Combustion characteristics of sewage sludge in an incineration plant for energy recovery. *Fuel Processing Technology*, 90, 778-783.
- Mymrin, V., Santos, C., Alekseev, K., Avanci, M., Kreusch, M., Borga, T., et al. (2018). Influence of kaolin clay on mechanical properties and on the structure formation processes of white ceramics with inclusion of hazardous laundry sewage sludge. *Applied Clay Science*, 155, 95-102.
- Naamane, S., Rais, Z., & Taleb, M. (2013). Influence de l'ajout de la boue obtenue après épuration des eaux usées sur les caractéristiques physico-chimiques des ciments. *Matériaux & Techniques*, 101, 703.
- Naamane, S., Rais, Z., Mtarfi, N., El Haji, M., & Tale, M. (2014). (74, Ed.) *Phys. Chem. News*, 44-55.
- Naamane, S., Rais, Z., Lachqar, M., & Taleb, M. (2014). Characterization of calcined sewage sludge for its incorporation in cement. *Mater. Environ. Sci*, 5, 2212-2216.
- Naamane, S., Rais, Z., Taleb, M., Mtarfi, N., & Sfaira, M. (2016). Sewage sludge ashes: Application in construction materials. *Journal of Materials and Environmental Science*, 7, 67-72.
- Naceri, A., & Messaoudene, I. (2006). *World J. Eng*, 3, 45-51.
- Neumann, P., Pesante, S., Venegas, M., & Vidal, G. (2016). Developments in pre-treatment methods to improve anaerobic digestion of sewage sludge. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*. 15, 173-211.
- Ngon, G., Etame, J., Ntamak-Nida, M., Mpondo, A., Gérard, M., & Bilong, P. (2012). Geological study of sedimentary clayey materials of the Bomkoul area in the Douala region (Douala sub-basin, Cameroon) for the ceramic industry. *Comptes Rendus Geoscience*, 344, 366-376.
- Nishida, K., Nagayoshi, Y., Ota, H., & Nagasawa, H. (2001). Melting and stone production using MSW incinerated ash. *Waste management*, 21, 443-449.
- Nmai, C., Suchorski, D., & McDowell, P. (1999). Aggregates for concrete (Developed by Committee E-701, Materials for concrete construction). ACI Education Bulletin E1-99. *American Concrete Institute*, 9.
- Novaes, C., Bezerra, M., da Silva, E., dos Santos, A., da Silva Romao, I., & Neto, J. (2016). A review of multivariate designs applied to the optimization of methods based on inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP AES). *Microchemical Journal*, 128, 331-346.
- Nuria, H., Sagrario, M.-R., Maria, T.-V., Shane, D., Manel, G., Joan, P., et al. (2013). The effect of using thermally dried sewage sludge as an alternative fuel on portland cement clinker production. *Journal of cleaner production*, 52, 94-102.
- Nurse, R. (2007). The effect of phosphate on the constitution and hardening of Portland cement. *Journal of Applied Chemistry*, 2, 708-716.
- O'Kelly, B. (2008). Effect of biodegradation on the consolidation properties of a dewatered municipal sewage sludge. *Waste Manage*, 28, 1398-1405.
- Okoli, R., & Balafoutas, G. (1998). Landfill sealing potentials of bottom ashes of sludge cakes. *Soil and Tillage Research*, 46, 307-314.
- Olga, K., Ramune, Z., & Viktor, K. (2013). Utilisation of sludge waste from water treatment for ceramic products. *Construction and Building Materials*, 41, 464-473.
- OMS. (1989). *OMS (Organisation Mondiale de la Santé). 1989. Technical Report Series No 778. Health guidelines for the Use of Wastewater in Agriculture and Aquaculture, Rapport d'un Groupe Scientifique de l'OMS. Genève: Organisation Mondiale de la Santé, 74 p.*
- Onuaguluchi, O. (2015). Reusing copper tailings in concrete: corrosion performance and socioeconomic implications for the Lefke-Xeros area of Cyprus. *Cleaner Production*, 112, 420-429.
- Pan, S., Tseng, D., & Lee, C. (2002). Use of sewage sludge ash as fine aggregate and pozzolan in Portland cement mortar. *Journal of Solid Waste Technology and Management*, 28, 121-130.
- Pan, S., & Tseng, D. (2001). Sewage sludge ash characteristics and its potential applications. *Water Science and Technology*, 44, 261-267.

## Bibliographie

- Pan, J., Huang, C., Kuo, J., & Lin, S. (2008). Recycling MSWI bottom and fly ash as raw materials for Portland cement. *Waste Management*, 28, 1113-1118.
- Pan, S., Lin, C., & Tseng, D. (2003). Reusing sewage sludge ash as adsorbent for copper removal from wastewater. *Resources, Conservation and Recycling*, 39, 79-90.
- Pan, S., Tseng, D., Lee, C., & Lee, C. (2003). Influence of the fineness of sewage sludge ash on the mortar properties. *Cement and Concrete Research*, 33, 1749-1754.
- Park, Y., Moon, S., & Heo, J. (2003). Crystalline phase control of glass ceramics obtained from sewage sludge fly ash. (223-227, Ed.) *Ceramics International*, 29.
- Parkhurst, D., & Appelo, C. (1999). *User's guide to PHREEQC (Version 2): A computer program for speciation, batch-reaction, one-dimensional transport, and inverse geochemical calculations*.
- Pavsic, p., Mladenović, A., Mauko, A., Kramar, S., Dolenc, M., & Voncina, E. (2014). Sewage sludge/biomass ash based products for sustainable construction. *Journal of Cleaner Production*, 67, 117-124.
- Paya, & José Miguel Saval. (2014). Francisco Baeza-Brotons, Pedro Garcés, Jordi Portland cement systems with addition of sewage sludge ash. Application in concretes for the manufacture of blocks. *Journal of Cleaner Production*, 82, 112-124.
- Pekmezci, B., & Akyüz, S. (2004). Optimum usage of a natural pozzolan for the maximum compressive strength of concrete. *Cement and Concrete Research*, 34, 2175-2179.
- Pérez, S., Guillamón, M., & Barceló, D. (2001). Quantitative analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons in sewage sludge from wastewater treatment plants. *Journal of Chromatography A*, 938, 57-65.
- Petitpain, M., Dehaut, S., Jacquemot, F., & Rougeau, P. (2016). UTILISATION DES MATIÈRES PREMIÈRES SECONDAIRES DANS LES BÉTONS/USING ALTERNATIVE RAW MATERIALS IN CONCRETE. In *Annales du Bâtiment et des Travaux Publics*, 68.
- Peyronnard, O. (2008). *Apports méthodologiques pour la modélisation du comportement à la lixiviation de résidus minéraux. Application aux solidifiés de boues d'hydroxydes métalliques*. Thèse doctorale, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- Pinarli, V. (2000). Sustainable waste management - Studies on the Use of Sewage Sludge Ash in Construction Industry as Concrete Material. In: Telford T. Use of Incinerator Ash. 415-426.
- Pliskin, L. (1993). La Fabrication du ciment. *Eyrolles*(ISBN 9782212011968.), 213.
- Prevot, H. (2000). *La récupération de l'énergie issue du traitement des déchets. Rapport du Conseil général des mines*.
- Prost, A. (1991). *L'évolution des normes d'hygiène pour l'emploi des eaux résiduaires, Session Spéciale N° 5, Réutilisation des eaux usées, VIIème Congrès Mondial des Ressources en Eau, 13 - 18 mai 1991, Rabat, Maroc, pp. 21- 26*.
- RAC, C. (2008). *Manual of Pollution Prevention in the Cement Industry. Regional Activity Centre for Cleaner Production*. Mediterranean Action Plan.
- Rastetter, N. &. (2017). Toxic potential of different types of sewage sludge as fertiliser in agriculture: ecotoxicological effects on aquatic, sediment and soil indicator species. *Journal of soils and sediments*, 17, 106-121.
- Reijnders, L. (2005). Disposal, uses and treatments of combustion ashes: a review. *Resources conservation and recycling*, 43, 313-336.
- Renaut, M. (2017). *Calcination des déchets industriels : synthèse de ciment et stabilisation/solidification des résidus de combustion*. these de doctorat, Spécialité : Génie Civil et Environnemental, Laboratoires d'accueil : Département Génie Civil et Environnemental Mines Douai.
- Romdhana, M. H. (2009). *Conception, modélisation et évaluation environnementale d'un procédé de valorisation de boues organiques en combustibles solides (Doctoral dissertation, Institut National Polytechnique de Toulouse)*.
- Sabbas, T., Poletti, A., Pomi, R., Astrup, T., Hjelmar, O., Mostbauer, P., et al. (2003). Management of municipal solid waste incineration residues. *Waste Management*, 23, 61-88.

## Bibliographie

- Saha, S., Saha, B., Pati, S., Pal, B., & Hazra, G.-C. (2017). Agricultural use of sewage sludge in India: benefits and potential risk of heavy metals contamination and possible remediation options—a review. *International Journal of Environmental Technology and Management*, 20, 183-199.
- Sahlström, L., Aspan, A., Bagge, E., & Tham, M. (2004). Bacterial pathogen incidences in sludge from Swedish sewage treatment plants. *Water Research*, 38, 1989-1994.
- Sara, N., Zakia, R., & Mustapha, T. (2016). The effectiveness of the incineration of sewage sludge on the evolution of physicochemical and mechanical properties of Portland cement. *Construction and Building Materials*, 112, 783–789.
- Sara, N., & Rais, Z. &. (2014). Incorporation of wastewater sludge treated by water washout in cement. *J. Mater. Environ. Sci.*, 5, 2515-2521.
- Sayed, M., Madany, I., & Buali, A. (1995). Use of sewage sludge ash in asphaltic paving mixes in hot regions. *Construction and Building Materials*, 9, 19-23.
- Sayed., H. (2011). *Influence du SO<sub>3</sub> dans le clinker sur la durabilité du béton: Attaque Sulfatique*. (Doctoral dissertation, UNIVERSITE SAINT JOSEPH).
- Schlosser, F. (2003). Eléments de mécanique des sols. *Presses de l'école nationale des ponts et chaussées*, 276.
- Schorcht, F., Kourti, I., Scalet, B., Roudier, S., & Delgado Sancho, L. (2013). *Best available techniques (BAT) reference document for the production of cement, lime and magnesium oxide Industrial Emissions Directive 2010/75/EU (integrated pollution prevention and control)*. Publications Office of the European Union,.
- Scrimshaw, M., & Lester, J. (2003). Fate and behaviour of endocrine disrupters in sludgetreatment and disposal, In, Birkett J.W, Lester J.N, editors, *Endocrine disrupters in wastewater and sludge treatment processes*, London, CRC Pres LLC and IV/A publishing, 145-176.
- Seminaire, N. S. (2017). *Valorisation des boues d'épuration au Maroc: Contraintes, opportunités et issues stratégiques*. SEMINAIRE NATIONAL SUR L'ASSAINISSEMENT LIQUIDE, Date : 15 - 16 mars 2017.
- Shao, Y., Lefort, T., Moras, S., & Rodriguez, D. (2000). Studies on concrete containing ground waste glass. *Cement and Concrete Research*, 30, 91-100.
- Shih, P., Z.Z., W., & and Chiang, H. (2004). Characteristics of bricks made from waste steel slag. *Waste Manage*, 24, 1043-1047.
- Singh, K., Mohan, D., Sinha, S., & Dalwani, R. (2004). Impact assessment of treated/untreated wastewater toxicants discharged by sewage treatment plants on health, agricultural, and environmental quality in the wastewater disposal area. *Chemosphere*, 55, 227-255.
- Singh, R., & Agrawal, M. (2008). Potential benefits and risks of land application of sewage sludge. *Waste management*, 28, 347-358.
- Smol, M., Kulczycka, J., Henclik, A., Gorazda, K., & Wzorek, Z. (2015). The possible use of sewage sludge ash (SSA) in the construction industry as a way towards a circular economy. *Journal of Cleaner Production*, 95, 45-54.
- Som, M. (2006). *Etude moléculaire des composés organiques de compost formation transformation dans les sols action sur les propriétés des sols*. Université de Poitiers, France.
- Su, D., Wong, J., & Jagadeesan, H. (2004). Implications of rhizospheric heavy metals and nutrients for the growth of alfalfa in sludge amended soil. *Chemosphere*, 56, 957-965.
- Su, J., Wei, B., Ou-Yang, W., Huang, F., Zhao, Y., Xu, H., et al. (2017). Antibiotic resistome and its association with bacterial communities during sewage sludge composting. *Environmental science & technology*, 49, 7356-7363.
- Sun, J., & Huang, J. (2002). Co-removal of hexavalent chromium during copper precipitation. *Water Science and Technology*, 46, 413-419.
- S, n., z, r., n.h, m., m, e., & m, t. (2014). Valorization of wastewater sludge in cement CPJ45. *Phys. Chem. News*, 74, 44-50.

## Bibliographie

- Takaoka , M., Oshita , K., Sun , X., Matsukawa, K., & Fujiwara , T. (2010, March 2-5th). Phosphorus material flow and its recovery from wastewater and solid waste. *UNEP-DTIE-IETC,Regional Workshop on waste Agricultural Biomass*.
- Tantawy, M., El-Roudi, A., Elham , M., & Abdelzaher, M. (2012). Evaluation of the Pozzolanic Activity of Sewage Sludge Ash. *International Scholarly Research Network, ISRN Chemical Engineering, 2012*, 8.
- Tarrago, M., Garcia-Valles, M., Aly, M., & Martínez, S. (2017). Valorization of sludge from a wastewater treatment plant by glass-ceramic production. *Ceramics International, 43*, 930-937.
- Tate, M. (2005). The most important property of cement-lime mortar in masonry construction. *International Building Lime Symposium*, 3.
- Tay , J., & Show , K. (1992). Utilization of municipal wastewater sludge as building and construction materials. . *Resources, Conservation and Recycling, 6*, 191-204.
- Thiéry , V., Damidot , D., & Izoret , L. (2013). Les ciments : matériaux, procédés et analogues naturels. *Géochronique*, 9-32.
- Thomas, M., & Matthews, J. (2004). Performance of pfa concrete in a marine environment—10-year results. *Cement and Concrete Composites, 26*, 5-20.
- Thomas, M., Hooton, R., Scott, A., & Zibara, H. (2012). The effect of supplementary cementitious materials on chloride binding in hardened cement paste. . *Cement and Concrete Research, 42*, 1-7.
- Thomsen, T., Sárossy, Z., Ahrenfeldt, J., Henriksen, U., Frandsen, F., & Müller-Stöver, D. (2017). Changes imposed by pyrolysis, thermal gasification and incineration on composition and phosphorus fertilizer quality of municipal sewage sludge. *Journal of environmental management, 198*, 308-318.
- Tian, Y., Zuo , W., & Chen, D. (2011). Crystallization evolution, microstructure and properties of sewage sludge-based glass–ceramics prepared by microwave heating. *J. Hazard. Mater, 196*, 370–379.
- Tkaczewska , E., & Malolepszy , J. (2009). Hydration of coal-biomass fly ash cement. *Construction and building materials, 23*, 2694-2700.
- Turanli, L., Uzal , B., & Bektas , F. (2004). Effect of material characteristics on the properties of blended cements containing high volumes of natural pozzolans. *Cement and Concrete Research, 34*, 2277-228.
- Valls, S., Yagüe, A., Vázquez, E., & Mariscal, C. (2004). Physical and mechanical properties of concrete with added dry sludge from a sewage treatment plant. *Cement and concrete research, 34*, 2203-2208.
- Van der Sloot , H., Kosson , D., & Hjelmar , O. (2009). Characterisation of coal fly ash leaching in relation to long term release behavior and judgment of its use in construction applications. *International Workshop on Environmental Aspects of Coal Ash Utilization, Aviv, Israel*.
- Van der Sloot, H., Kosson, D., & Hjelmar, O. (2001). Characteristics, treatment and utilization of residues from municipal waste incineration. *Waste Management, 21*, 753-765.
- Vieira, C., Andrade, P., Maciel, G., Vern, F., & Monteiro, S. (2006). Incorporation of fine steel sludge waste into red ceramic. *Mater. Sci. Eng. , 427*, 142-147.
- Wang , K., Chiou , I., Chen , C., & Wang , D. (2005a). Lightweight properties and pore structure of foamed material made from sewage sludge ash. *Construction and Building Materials, 19*, 627-633.
- Wang, K., Tseng, C., Chiou, I., & Shih, M. (2005b). The thermal conductivity mechanism of sewage sludge ash lightweight materials. *Cement and Concrete Research, 35*, 803-809.
- Warman, P., & Termeer , W. (2005). Evaluation of sewage sludge, septic waste and sewage sludge compost applications to corn and forage, Yields and N, P, and K content of crops and soils. *Technology, 96* , 955–961.
- Wei , X., Viadero , J., & Buzby , K. (2005). Recovery of Iron and Aluminum from Acid Mine Drainage by Selective Precipitation. . *Environmental Engineering Science, 22*, 745-755.
- Werther J., O. T. (1999). Sewage sludge combustion. *Progress in Energy and Comustion Science*.

## *Bibliographie*

- Xie, A. (2009). Caractérisation des cendres de boues de désencrage et ses applications potentielles dans le béton.
- Yang, G., Zhang, G., & Wang, H. (2015). Current state of sludge production, management, treatment and disposal in China. *Water research*, 78, 60-73.
- Yang, J., Shi, Y., Yang, X., Liang, M., Li, Y., Li, Y., et al. (2013). Durability of autoclaved construction materials of sewage sludge–cement–fly ash–furnace slag. *Construction and Building Materials*, 48, 398-405.
- Zaichick, V., & Zaichick, S. (2014). Determination of trace elements in adults and geriatric prostate combining neutron activation with inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. *Open Journal of Biochemistry*, 1, 16-33.
- Zaim, N., Souabi, S., Aboulhassan, A., & Aboulam, S. (2007). Compostage des boues produites à la station d'épuration d'une huilerie, en mélange avec des déchets de jardin. *Déchets Sciences & Techniques*, 48, 20-25.
- Zebarth, B., McDougall, R., Neilsen, G., & Neil. (2000). Availability of nitrogen from municipal sewage sludge for dryland forage grass. 80, 575–582.
- Zhang, C., Wang, S., Zhu, W., Liu, Q., & Ohki, T. (2008). Influence of initial water content on cement solidification effect of dredged material. *Rock and soil mechanics*, 29, 567-570.
- Zhu, C. A. (2002). *Environmental applications of geochemical modeling*. Cambridge University Press.
- Zhang, Q., Hu, J., Lee, D., Chang, Y., & Lee, Y. (2017). Sludge treatment: Current research trends. *Bioresource technology*. 243, 1159-1172.
- Zhan, T., Zhan, X., & Lin, W. (2014). Field and laboratory investigation on geotechnical properties of sewage sludge disposed in a pit at Changan landfill, Chengdu, China. *Eng. Geol.*, 170, 24-32.
- Zhang, Y., Jia, L., Mei, H., Cui, Q., Zhang, P., & Sun, Z. (2016). Fabrication, microstructure and properties of bricks fired from lake sediment, cinder and sewage sludge. *Construction and Building Materials*, 121, 154-160.
- Zhang, Y., Leng, Z., Zou, F., Wang, L., Chen, S., & Tsang, D. (2018). Synthesis of zeolite A using sewage sludge ash for application in warm mix asphalt. *Journal of Cleaner Production*, 172, 686-695.
- Zhu, W., Yin, Y., Jiang, L., & Che, L. (2004). Study of micropore size distribution and its effect on the strength of silica fume cement paste. *Journal of Building Materials*, 7, 14-18.

## Annexes

### Annexe 1

#### 1. Assainissement liquide au Maroc

La connaissance de la production des déchets est principale dans la planification d'un système de gestion afin d'atténuer leurs impacts environnementaux et de prévoir au mieux le dimensionnement des installations de traitement. De nombreuses études évaluent la quantité des eaux usées produites, mais les résultats présentent des écarts importants entre le Maroc et les autres pays en voie de développement ainsi que les pays développés. La différence de production des eaux usées est tributaire du type de société. Elle est liée à la situation économique, les saisons, la culture et les divergences de coutumes entre les villes. Les stations d'épuration restent les seules solutions d'élimination de la pollution des effluents domestiques et industriels produits, conformément aux normes de rejets, avant leur évacuation dans le milieu naturel. Après la purification des eaux qui consiste à éliminer les matières minérales et organiques en suspension, les polluants initiaux se retrouvent par la suite en partie stockée et concentrée dans les boues issues des diverses étapes de traitement de l'eau. Ces principaux déchets des eaux usées «boues» sont donc considérées comme un déchet riche en bactéries, agents pathogènes, matière organique minéralisée, éléments fertilisants (N, P...), micropolluants minéraux et organiques, qu'il faut éliminer tout en profitant de sa partie utile. Une station d'épuration doit alors comporter des installations de traitement des eaux et des dispositifs de traitement des boues produites. Les eaux usées qui peuvent être à la fois industrielles ou urbaines sont généralement soumises dans les stations à différentes filières.

##### 1.1. Eau usée

###### 1.1.1. Définition

Les activités humaines, domestiques, agricoles et industrielles produisent toutes types de déchets et de souillures qui sont transportés par voie liquide. Ils sont susceptibles d'engendrer diverses sortes de pollution et de nuisance dans le milieu récepteur. Cet ensemble d'eau rejetée et de déchet constitue ce qu'on appelle les eaux usées (El Guamri, 2006).

###### 1.1.2. Les catégories des eaux usées

En général, on distingue trois grandes catégories d'eaux usées : les eaux domestiques, les eaux industrielles et les eaux pluviales.

###### ✓ Les eaux domestiques

Elles sont composées des eaux grises et des eaux vannes. Les eaux grises sont les eaux des baignoires, douches, lavabos, éviers, machines à laver. Les eaux-vannes ou eaux ménagères font références aux sous-produits de la digestion tels que des rejets des toilettes, chargés de diverses matières organiques azotées et de germes fécaux (El Guamri, 2006)..

###### ✓ Les eaux de pluies

Elles peuvent, elles aussi, constituer la cause de pollutions essentielles des cours d'eau, notamment durant les périodes orageuses. au cours de la condensation de l'eau dans l'atmosphère, elle se charge de polluant de différentes natures issus de sources diverses. Après leur précipitation, les eaux de pluies ruissèlent et se chargent d'avantage d'une variété de résidus déposés sur les toits et les chaussées des villes (huiles, gasoils, résidus de pneus, métaux lourds, etc.). En plus, lorsque le système d'assainissement est dit "unitaire", les eaux pluviales sont mélangées aux eaux usées domestiques. Enfin, dans les zones urbaines, les surfaces construites fait augmenter la superficie de substrat imperméable d'où le risque d'inondation à celui de la pollution (El Guamri, 2006).

###### ✓ Les eaux industrielles

Elles sont très différentes des eaux usées domestiques. Leurs compositions varient d'une industrie à l'autre. En plus de matières organiques, phosphorées ou azotées, elles peuvent également contenir des métaux lourds, des solvants, des produits toxiques, des hydrocarbures et des micropolluants organiques. Plusieurs d'entre elles doivent faire l'objet d'un prétraitement de la part des industriels avant d'être rejetées dans les réseaux de collecte. Elles sont malaxées aux eaux domestiques que lorsqu'elles ne présentent plus de danger pour les réseaux de collecte et ne perturbent pas le fonctionnement des usines de dépollution (El Guamri, 2006).

#### 1.2. Traitements d'eaux usées

Il existe diverses filières, mais le choix d'un procédé de traitement doit être adéquat du point de vue climatique, des applications attendues et de l'investissement (ADEME 1. , 1996; Romdhana, 2009; CEE, 2001).

##### 1.2.1. Prétraitement

Le prétraitement consiste à débarrasser les eaux usées des polluants solides, des graisses et autres éléments. Ce prétraitement contient plusieurs étapes parmi lesquelles : Dégrillage, Dessablage et Déshuilage (El Fels, 2014).

### 1.2.2. Traitement primaire

Il s'agit d'une décantation simple ou renforcée par des additifs chimiques.

### 1.2.3. Traitement secondaire

#### ❖ Traitement physico-chimique

Selon plusieurs phases:

- Phase de coagulation ou agglomération par addition des adjuvants chimiques pour éliminer la matière en suspension.
- Phase de floculation et phase de décantation pour assurer la séparation entre la phase solide et liquide suite à des injections des agents floculant, sulfate d'alumine ou de fer par exemple.

Ces traitements acceptent les variations brutales de charges polluantes, mais ils sont très coûteux en exploitation selon les adjuvants chimiques utilisés.

### 1.2.4. Traitement biologique

Il permet la biodégradation des matières organiques des eaux usées grâce à des bactéries aérobies ou anaérobies dans des systèmes suivants :

- ✓ **Système extensif:** c'est un système qui traite les eaux usées d'une manière classique naturelle. Le système le plus répandu est : lagunage naturel, infiltration percolation et chenal algal à haut rendement (El Fels, 2014).
- ✓ **Système intensif:** se réalise d'une façon mécanique et en présence d'oxygène, ce système est plus coûteux et demande plus d'énergie par rapport au système extensif. Parmi les systèmes existants, on trouve: boues activées, disques biologiques et lits bactériens. Une analyse comparative des avantages et inconvénients de ces différents systèmes intensifs est résumé au tableau 48.

**Tableau 48: Comparatif des avantages et inconvénients de différents systèmes Intensifs (El Fels, 2014)**

Système	Avantages	Inconvénients
<b>Installation à culture libre</b> ❖ boues activées	❖ Pour toute taille de collectivité (sauf les très petites) ❖ Bonne élimination de la DBO, DCO et MES ❖ Boues légèrement stabilisées ❖ Adapté pour la protection des milieux sensibles	❖ Coût d'investissement élevé ❖ Sensibilité aux surcharges hydrauliques ❖ Consommation énergétique importante
<b>Installation à cultures fixées</b> ❖ Lits bactériens ou	❖ Faible consommation d'énergie ❖ Fonctionnement simple ❖ Bonne décantation de boues	❖ Cout d'investissement élevé Sensibilité au colmatage et au froid ❖ Nécessite un prétraitement efficace ❖ Boues fermentescible
❖ Disques biologiques ou biodisques	❖ Adapté pour les petites collectivités ❖ Bonne décantation des boues ❖ Plus faible sensibilité aux variations de charge que la technique des boues activées.	❖ Performance plus faible que la technique de boues activées ❖ Cout d'investissement important ❖ Grande sensibilité aux variations de température ce qui exige une couverture ❖ Boues putrescibles

### 1.2.5. Traitement tertiaire

Il s'agit d'une filière conçue pour la désinfection et la réduction des odeurs par des opérations suivantes : désinfection, dénitrification, déphosphatation.



### 1. Définitions

Les ciments usuels sont aussi appelés liants hydrauliques car ils ont la propriété de s'hydrater en présence d'eau et parce que cette hydratation transforme la pâte liante, qui a une consistance plus ou moins fluide, en un solide pratiquement insoluble dans l'eau.

Il ne faut pas confondre:

- ❖ Le ciment, poudre commercialisée en sac ou en vrac, avant son gâchage avec l'eau;
- ❖ La pâte de ciment, au moment du gâchage du ciment avec l'eau;
- ❖ Le ciment hydraté ou pâte de ciment durcie lorsque le mélange eau + ciment s'est solidifié.

### 2. Fabrication du clinker

Le composé de base des ciments est un mélange de chaux apportée par des roches calcaires et d'alumine, de silice et d'oxyde de fer apportés par des argiles. Calcaires et argiles sont extraits de carrières, puis concassés, homogénéisés, portés à haute température (1450 °C) dans un four. Le produit obtenu après refroidissement rapide (la trempe) est le clinker Portland. Le clinker, auquel on ajoute quelque pourcentage de gypse est ensuite finement broyé de manière à obtenir une poudre dont la masse volumique absolue varie de 3,0 à 3,2 kg/dm<sup>3</sup>

### 3. Autres constituants des ciments

Ils modifient les propriétés du ciment grâce à leurs caractéristiques chimiques ou physiques. De part leur nature, ils permettent aussi d'abaisser le prix de revient.

#### 3.1. Laitier granulé de haut fourneau (S) :

Il est obtenu par refroidissement rapide de scories provenant de la fusion de minerai de fer dans un haut fourneau. Le laitier a des propriétés hydrauliques.

#### 3.2. Pouzzolanes naturelles (Z) :

Ce sont des roches d'origine volcanique ou sédimentaires ayant une composition appropriée, ou des argiles et schistes activés thermiquement. Les pouzzolanes n'ont pas de propriété hydrauliques, mais en présence de la chaux libérée par le clinker au cours de son hydratation, elles forment des hydrates stables: on dit qu'elles ont des propriétés pouzzolaniques.

#### 3.3. Cendres volantes (V ou W) :

Elles proviennent du dépoussiérage des gaz de combustion des centrales thermiques au charbon. On distingue:

- ❖ Les cendres volantes siliceuses (V) qui ont des propriétés pouzzolaniques;
- ❖ Les cendres volantes calcaïques (W) qui ont des propriétés hydrauliques et parfois pouzzolaniques.

#### Schistes calcinés (T) :

Ce sont des schistes portés à une température de 800 °C dans un four spécial. Finement broyés, ils présentent de fortes propriétés hydrauliques et aussi pouzzolaniques.

#### 3.4. Calcaires (L) :

Ils doivent être constitués de 75% au moins de CaCO<sub>3</sub>

#### 3.5. Fumées de silice (D) :

Proviennent de l'industrie du silicium et des alliages. Elles ont des propriétés pouzzolaniques.

#### 3.6. Fillers (F) :

Ce sont des constituants secondaires et n'excèdent pas 5% dans la composition des ciments. Ce sont des matières minérales naturelles ou artificielles qui agissent par leur granulométrie sur les propriétés physiques des liants (maniabilité, pouvoir de rétention d'eau).

### 4. Classification des ciments

#### 4.1. Classification par composition

Le tableau ci-dessous présente les différentes classifications des ciments en fonction de leur composition selon la norme NF P 15-301, aussi indique les différents ciments et les proportions en masse de leurs constituants. Les constituants marqués d'une étoile sont secondaires (moins de 5 %)

## Annexes

	Ciment Portland	Ciment portland composé		Ciment de haut fourneau			Ciment pouzzolanique		Ciment au laitier et aux cendres	
	CPA-CEM I	CPJ-CEM II/A	CPJ-CEM II/B	CHF-CEM III/A	CHF-CEM III/B	CLK-CEM III/C	CPZ-CEM IV/A	CPZ-CEM IV/B	CLC-CEM V/A	CLC-CEM V/B
<b>Clinker (K)</b>	≥ 95%	≥ 80% ≤ 94%	≥ 65% ≤ 79%	≥ 35% ≤ 64%	≥ 20% ≤ 34%	≥ 5% ≤ 19%	≥ 65% ≤ 90%	≥ 45% ≤ 64%	≥ 40% ≤ 64%	≥ 20% ≤ 39%
<b>Laitier (S)</b>	*	6% ≤	21% ≤	≥ 36% ≤ 65%	≥ 66% ≤ 80%	≥ 81% ≤ 95%	*	*	≥ 18% ≤ 30%	≥ 31% ≤ 50%
<b>Pouzzolane (Z)</b>	*	total	total	*	*	*	10% ≤ total	36% ≤ total	18% ≤ total	31% ≤ total
<b>Cendres siliceuses (V)</b>	*	≤ 20%	≤ 35%	*	*	*	≤ 35%	≤ 55%	≤ 30%	≤ 50%
<b>Fumée de silice (D)</b>	*	(fumée	(fumée	*	*	*	(fumée ≤ 10%)	(fumée ≤ 10%)	*	*
<b>Cendres calciques (W)</b>	*	de	de	*	*	*	*	*	*	*
<b>Schistes (T)</b>	*	silice	silice	*	*	*	*	*	*	*
<b>Calcaires (L)</b>	*	≤ 10%)	≤ 10%)	*	*	*	*	*	*	*
<b>Fillers (F)</b>	*	*	*	*	*	*	*	*	*	*

### 4.2. Classification par résistance

Trois classes sont définies en fonction de la résistance normale à 28 jours; des sous-classes sont associées aux 3 classes principales pour désigner des ciments dont les résistances au jeune âge sont élevées. Les classes doivent respecter les spécifications indiquées dans le tableau ci-dessous. Les valeurs entre parenthèses sont des valeurs garanties lorsqu'elles peuvent être inférieures aux valeurs spécifiées.

Classe	Résistance à la compression ( MPa ) norme EN 196-1				Retrait à 28 jours (1) norme P 15-433 ( µm/m )	Début de prise norme EN 196-3 ( min )	Stabilité norme EN 196-3 ( mm )
	au jeune âge		à 28 jours				
	2 jours	7 jours	mini	Maxi			
<b>32,5</b>		(17,5)	≥ 32,5 ( 30 )	≤ 52,5	≤ 800	≥ 90	≤ 10
<b>32,5 R</b>	≥ 13,5 ( 12 )		≥ 32,5 ( 30 )	≤ 52,5	≤ 1000	≥ 90	≤ 10
<b>42,5</b>	≥ 12,5 ( 10 )		≥ 42,5 ( 40 )	≤ 62,5	≤ 1000	≥ 60	≤ 10
<b>42,5 R</b>	≥ 20 ( 18 )		≥ 42,5 ( 40 )	≤ 62,5	≤ 1000	≥ 60	≤ 10
<b>52,5</b>	≥ 20 ( 18 )		≥ 52,5 ( 50 )			≥ 60	≤ 10
<b>52,5 R</b>	≥ 30 ( 28 )		≥ 52,5 ( 50 )			≥ 60	≤ 10

(1) Le retrait spécifié ne concerne que les CPA-CEM I et les CPJ-CEM II

### 4.3. Désignation normalisée des ciments :

Les ciments sont désignés par leur type et par leur classe de résistance.

Exemple : CPJ-CEM II/A 32,5R (L)

C'est un ciment Portland composé, contenant de 80% à 94% de clinker et de 6% à 20% de fillers calcaires, de classe 32,5 ayant une résistance au jeune âge élevée.

**5. autres ciments**

En France existent d'autres ciments normalisés, non répertoriés au niveau européen.

**5.1. Chaux hydraulique naturelle XHN : norme NF P 15-310**

Liant hydraulique résultant de la cuisson de calcaires naturels plus ou moins argileux, auquel sont ajoutés, au cours de la mouture, d'autres constituants

**5.2. Chaux hydraulique artificielle XHA : norme NF P 15-312**

Liant hydraulique à base de clinker ou de ciment Portland additionné de fillers généralement calcaires.

**5.3. Ciment de laitier à la chaux CLX : norme NF P 15-306**

Composé de laitier granulé de haut fourneau (plus de 70% ) et de chaux hydraulique.

**5.4. Ciment à maçonner CM : norme NF P 15-307**

Contient les mêmes éléments actifs que le ciment Portland artificiel, dans des proportions moindres. Ses résistances sont moins élevées.

**5.5. Ciment naturel CN : norme NF P 15-308**

Résulte de la mouture de roches clinkérisées obtenues par cuisson de calcaires marneux.

**5.6. Ciment prompt naturel CNP : norme NF P 15-314**

Ciment à prise et durcissement très rapide résultant de la cuisson de calcaire argileux de composition régulière puis d'un broyage très fin

**5.7. Ciment alumineux fondu CA : norme NF P 15-315**

Liant hydraulique provenant de la cuisson d'un mélange d'alumine, de chaux, d'oxydes de fer et de silice. Après broyage, le ciment obtenu renferme au moins 30% d'alumine. C'est un ciment à prise lente et a durcissement rapide. Il peut être mélangé avec des ciments à base de clinker afin d'accélérer la prise.

**5.8. Ciment pour travaux à la mer PM : norme NF P 15-317**

Ce sont des ciments CPA, CPJ, CHF, CLK, CLC, CNP et CA ayant des compositions chimiques qui leurs permettent de résister aux agressions des sulfates en présence de chlorure au cours de la prise et ultérieurement.

**5.9. Ciment à faible chaleur d'hydratation CP : norme NF P 15-318**

C'est un ciment qui présente, 12 heures après le gâchage, un dégagement de chaleur faible.

**5.10. Ciment pour travaux en eaux à haute teneur en sulfate ES : norme NF P 15-319**

Ce ciment présente une résistance accrue à l'agression des sulfates au cours de la prise et du durcissement.

**Tableau 49: Composition chimique du clinker, du calcaire et du gyps ( ( Naamane, Rais, Lachquar, & Taleb, 2014)**

<i>Eléments</i>	<i>Clinker utilisé</i>	<i>Clinker normalise</i>	<i>Calcaire</i>	<i>Gypse</i>
SiO <sub>2</sub>	21.16	19.25	7.44	7.55
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5.18	2.9	0.83	3.09
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.43	1.5	0.75	1.31
CaO	66.70	62.67	48.73	23.49
MgO	1.19	0.3	0.66	2.70
K <sub>2</sub> O	0.52	0.15	0.02	0.76
SO <sub>3</sub>	0.69	1.3	0.00	44.53
Na <sub>2</sub> O	0.13	0.15	0.008	1.05
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	0.05		0.013	0.03
TiO <sub>2</sub>	0.27		0.051	0.08
Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.008		0.015	0.004
MnO	0.03		0.02	0.02
PAF*	0.46		39.79	16.42

\*PAF : Perte au feu.

## Annexe 3

### 1. Les différents tests de lixiviation

#### 1.1. Test d'extraction sans renouvellement du lixiviant

Les tests d'extractions peuvent être séparés en 4 familles selon le protocole mis en place.

##### A. Essais d'extraction agitée

Dans ces essais, les conditions sont réunies pour atteindre l'état d'équilibre le plus rapidement possible. Ils permettent de mesurer alors les propriétés chimiques d'un système déchet - lixiviant.

Parmi ces essais, les protocoles suivant peuvent être cités :

- TCLP (Toxicity Characteristic Leaching Procedure), Procédure de lixiviation pour la détermination des caractéristiques de toxicité (USA),
- EP TOX (Extraction Procedure Toxicity Test), Essais de toxicité-Procédure d'extraction) (USA),
- WET (Waste Extraction Test), Essais d'extraction des déchets (California de l'USA),
- SPLP (Synthetic Precipitation Leaching Procedure), Procédure de lixiviation par précipitation synthétique) (USA),
- CEN/TC 292 (Characterization of waste), Caractérisation des déchets qui comprend le CEN/TS 14429 (Essais de comportement à la lixiviation-Influence du pH sur la lixiviation avec ajout initial d'acide/base), CEN/TS 14997 (Essais de comportement à la lixiviation-Influence du pH sur la lixiviation avec contrôle continu du pH) et le NF EN 12457 (Essai de conformité pour lixiviation des déchets fragmentés et des boues), etc

##### B. Essais d'extraction non-agitée

Ces essais ont pour objectif l'étude des mécanismes cinétiquement limitants. L'intégrité physique de la matrice est conservée et affecte la cinétique de lixiviation. Parmi ces essais, certains font l'objet de normes : le MCC-1 (Static leach test, Lixiviation statique) (Canada), et le MCC-2 (High temperature static leach test, Lixiviation statique à haute température) (Canada), etc.

##### C. Essais d'extraction chimique séquentielle

Ces essais sont composés d'une succession de tests d'extraction agitée. Ils permettent d'étudier l'épuisement dans le temps des espèces solubilisables.

Parmi ces essais, certains font l'objet d'énormes: le D5284-93 (Sequential batch extraction of waste with acidic extraction fluid, Extraction batch séquentielle des déchets avec le fluide d'extraction acide) (USA).

##### D. Essais d'accumulation de concentration

Dans ces essais, des aliquotes de déchets sont successivement mis en contact avec un même lixiviant pour modéliser un volume élémentaire de l'eau qui coule à travers un grand corps de déchets.

Parmi ces essais, seuls certains font l'objet de normes :

- L'extraction chimique séquentielle (Sequential chemical extraction), qui est utilisée en recherche,
- La procédure C de la norme de lixiviation (Standard leach test, Procedure C) (Wisconsin de l'USA), etc.

#### 1.2. Test dynamique avec renouvellement de lixiviant

Cette catégorie de tests comprend tous les essais dans lesquels les lixiviants sont renouvelés continuellement ou de manière intermittente pour maintenir un gradient de concentration pour la lixiviation.

##### A. Essais avec renouvellement périodique du lixiviant

Ces essais sont effectués en utilisant un échantillon de déchets monolithiques, granulaires ou broyés, mis en contact avec des batch successifs de lixiviants frais.

Parmi ces essais, certains font l'objet de normes:

La norme 1320 de l'US EPA (Multiple extraction procedure, Procédure d'extraction multiple),

- ❖ Le MWEPP (Monofill Waste Extraction Procedures, Procédures d'extraction des déchets décharge spécialisée) (USA),
- ❖ Le test de disponibilité NEN 7341 (NEN 7341 Availability test) (Pays-Bas),
- ❖ Le test de batch en série NEN 7349 (NEN 7349 Serial batch test) (Pays-Bas),

- ❖ Le test de batchs gradés en série (Armée américaine),
- ❖ Le NF EN 15863 (Essais de lixiviation dynamique des monolithes avec rénovation périodique du lixiviant, dans des conditions d'essai fixes) (Europe),
- ❖ La lixiviation granulaire compactée (Pays-Bas),
- ❖ Le Test de conformité monolithique (Europe),
- ❖ Le Test de comportement à la lixiviation sur éprouvettes monolithiques (France), etc.

### B. Essais de lixiviation avec renouvellement continu du lixiviant

Un échantillon de déchets est placé dans un récipient de lixiviation dans lequel la circulation du lixiviant frais autour des déchets fournit le gradient de concentration pour maintenir la lixiviation.

Ce type de protocole est souvent utilisé pour les éprouvettes monolithiques. Parmi ces essais, certains font l'objet de normes :

- ✓ L'essai ISO Lixiviation 6961 (ISO Leach test 6961),
- ✓ ANSI/ANS 16-1 (Measurement of the leachability of low-level radioactive wastes by a short term test procedure, Mesure de la lixiviation des déchets de faible activité radioactive par une procédure de test à court terme) (Illinois de l'USA),
- ✓ Le NEN 7345 (Monolithic diffusion test, Test de diffusion monolithique) (Pays-Bas),
- ✓ L'ASTM C1220-92 (Static leaching of monolithic waste forms for disposal of radioactive wastes, Lixiviation statique des formes de déchets monolithique pour la disposition des déchets radioactifs) (USA),
- ✓ Le NF EN 15864 (Essais de lixiviation dynamique des monolithes avec renouvellement continu du lixiviant, dans des conditions pertinentes pour des scénarios spécifiés) (Europe), etc.

### C. Essais de percolation

Dans ces essais, un récipient ouvert est rempli avec un solide poreux, le lixiviant traverse le récipient. L'effluent est échantillonné périodiquement et analysé. Parmi ces essais, certains font l'objet de normes :

- Le WILT (Waste interface leach test, Lixiviation d'interface de déchets) (Canada),
- Le NVN 7344 (Leaching tests-Determination of the leaching of PAH, PCB, and EOX from granular materials with the column test, Test de lixiviation-Détermination de la lixiviation des PAH, PCB et EOX dans la poudre et des matériaux granulaires avec le test de la colonne) (Pays-Bas),
- L'ASTM D4874-95 (Column test, Test de la colonne) (USA),
- Le CEN/TS 14405 (Leaching behaviour tests-Up-flow percolation test (under specified conditions), Essai de comportement à la lixiviation-Essai de percolation à écoulement ascendant (dans des conditions spécifiées).

### D. Tests de Soxhlet

Dans ces tests, l'échantillon de déchets est en contact permanent avec le lixiviant. Un soxhlet (ou plutôt extracteur de Soxhlet) est une pièce de verrerie utilisée en chimie analytique et en chimie organique. Elle permet d'extraire en continue, par un solvant, une espèce chimique contenue dans un solide. Parmi ces essais, certains font l'objet de normes : le MCC-5s (Soxhlet test, Test de soxhlet) (Canada), etc.

**Annexes**

**Annexe 4**

**Résultats de l'ANC des cendres de boues étudiées**

Eléments	STEP de Khouribga		STEP de Khénifra	
	Fractions lixiviables	Contenus totaux	Fractions lixiviables	contenus totaux
Al	24,06	51000	170,7	5102
As	0,01	0	0	0
Cd	0,01	4,248	0	3,03
Co	0,101	2,35	0,086	2,28
Cr	0,127	31,68	0,099	27,76
Cu	0,577	168,5	0,035	158,7
Fe	1,348	5830	1,198	2486
Hg	0,087	0	0,086	0
Mg	3,652	5273	0,208	5273
Mn	0,011	93,3	0,049	96,28
Ni	0,187	15,82	0,18	17,64
P	2,86	2,12	1,06	4,35
Pb	0,692	61,59	0,392	76,53
Zn	3,635	1218	2,375	1289
Ba	0	220,1	0	209,8
Si	0	3	0	8,32

**Résultats de la lixiviation des cendres des boues**

lixiviation des cendres des boues de la STEP de Khénifra								
Concentration en mg/kg	pH	2	3,81	5,56	6,5	8,42	11,46	12,56
Al	Experiment	37	39	35	20	13	9	7
	Simulation	36	30	25	15	10	7	2
Ca	Experiment	180000	160000	140000	130000	5000	1500	1000
	Simulation	156250	123480	102505	85447	4452	1278	863
Mg	Experiment	2000	1800	1700	1600	1000	800	500
	Simulation	2300	2000	1500	1300	1200	600	400
S	Experiment	2000	2100	2180	2200	1000	800	200
	Simulation	2300	2200	2100	2000	1500	1000	500
Si	Experiment	8000	1000	900	700	15,91	10,5	7,3
	Simulation	7000	6000	1500	1200	500	100	60
Cu	Experiment	25	20	15	10	3	2	1
	Simulation	20	15	10	8	5	4	3
Zn	Experiment	35	38	20	15	3	2	1
	Simulation	50	45	30	20	15	10	5

lixiviation des cendres des boues de la STEP de Khouribgha								
Concentration en mg/kg	pH	2	3,81	5,56	6,5	8,42	11,46	12,56
Al	Experiment	42	40	38	25	18	14	10
	Simulation	40	35	32	27	20	18	9
Ca	Experiment	220000	200000	180000	150000	8000	3500	2000
	Simulation	206250	180080	162520	125440	10452	5278	3863
Mg	Experiment	2800	2300	2000	1800	1500	1000	800
	Simulation	3000	2500	2300	2100	1600	1200	1000
S	Experiment	2300	2400	2200	2100	1000	900	300
	Simulation	2200	1900	1600	1500	1200	800	520
Si	Experiment	10000	2000	1200	800	20	15	9
	Simulation	12000	8000	4000	1000	400	250	150
Cu	Experiment	30	25	20	15	6	4	2
	Simulation	25	23	15	13	8	5	4
Zn	Experiment	40	42	25	20	6	5	3
	Simulation	60	50	45	31	25	15	7

**Annexe 5**

Les codes utilisés dans le programme PhreeqC pour la simulation du test ANC des deux boues étudiées

**EQUILIBRIUM\_PHASES 1**

Calcite 0 0.06  
Anhydrite 0 0.008  
Gypsum 0 0.013  
Cattierite 0 0.005  
Whitlockite 0 0.03  
Lime 0 0.01  
Boehmite 0 0  
Brucite 0 0.017  
Dolomite 0 0.00001  
Chrysotile 0 0.0001  
Corundum 0 0.0001  
Cuprite 0 0.0003  
Eskolaite 0 0  
Hematite 0 0  
K-feldspar 0 0.0001  
Magnetite 0 0  
Muscovite 0 0.001  
Quartz 0 0.005  
Tenorite 0 0.0002  
Zincite 0 0  
Zn(OH)2(beta) 0 0.0013  
Andradite 0 4e-6  
Lanarkite 0 5.3e-4  
CSH1.1 0 0.022  
Portlandite 0 0.01  
CSH0.8 0 0.018  
Ca3(AsO4)2 0 1e-6  
Cd3(AsO4)2 0 1e-5  
PbMoO4 0 1.2e-5

**SOLUTION 1**

temp 25  
pH 11.38  
pe 4  
redox pe  
units mol/l  
density 1  
Cl(-1) 0.0004  
-water 1 # kg  
REACTION 1  
NO3- 1  
0.4 moles in 100 steps

**SELECTED\_OUTPUT**

file ANCcendre.xls  
-step true  
-reaction true  
-totals Ca Si Mg S Al Cu Zn As Mo Pb Fe Se  
-equilibrium\_phases Calcite Anhydrite Gypsum Cattierite Whitlockite LimeBoehmite Brucite Dolomite  
Chrysotile Corundum Cuprite Eskolaite Hematite K-feldspar Magnetite Muscovite Quartz Tenorite Zincite  
Zn(OH)2(beta) Andradite Lanarkite CSH1.1 Portlandite CSH0.8 Ca3(AsO4)2 Cd3(AsO4)2 PbMoO4  
-saturation\_indices Cl(-1)

**End**

## Annexe 6

Les codes utilisés dans le programme PhreeqC pour la simulation du test CNA du béton contenant les deux boues étudiées.

### SOLUTION 1

temp 25  
pH 12.28  
pe 4  
redox pe  
units mol/l  
density 1  
-water 1 # kg

### EQUILIBRIUM\_PHASES 1

Anhydrite 0 0.003  
Albite\_low 0 5e-005  
Ca-hydroxyzincate 0 2e-005  
Calcite 0 0.3  
Portlandite 0 0.1  
CSH0.8 0 0.02  
CSH1.1 0 0.01  
CSH1.8 0 0.001  
Fe-Ettringite 0 0.001  
Ettringite 0 1e-006  
Muscovite 0 1e-005  
Quartz 0 0.00  
Zn(OH)2(epsilon) 0 2e-005  
Brucite 0 0.004  
Brochantite 0 1e-005  
Tenorite 0 1e-006  
Al-tricarbonate 0 3e-005  
Amesite-14A 0 1e-006  
Chrysotile 0 0.0013  
C2ASH8 0 5e-007

### REACTION 1

NO3- 1  
0.95 moles in 100 steps

### SELECTED\_OUTPUT

-file ANC-BPE.xls  
-ph true  
-reaction true  
-totals Ca Si Mg S Al Cu Zn  
-equilibrium\_phases Albite\_low Anhydrite Brochantite Brucite Ca-hydroxyzincate Calcite Lime Muscovite  
Portlandite Quartz Zn(OH)2(epsilon) CSH0.8 CSH1.1 CSH1.8 Fe-Ettringite Ettringite Tenorite Al-tricarbonate  
Amesite-14A C2ASH8

END



Annexe 7

