

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE FRERES MENTOURI CONSTANTINE 1
FACULTE DES SCIENCES EXACTES
DEPARTEMENT DE CHIMIE

N° d'ordre :

Série :

THESE

Présentée en vue de l'obtention du diplôme de

DOCTORAT EN SCIENCES EN CHIMIE

Spécialité: Chimie de l'Environnement

Présentée par :

Mme BRAHIMI Rabiaa épouse BENCHAOUI

Thème

***CARACTERISATION DES BOUES RESIDUAIRES
PRODUITES A LA STATION D'EPURATION DES EAUX
USEES SIDI MAROUANE MILA***

Devant le jury

Président : C. MOUATS Pr Université Frères Mentouri Constantine 1

Rapporteur : W. CHEURFI MCA Université Frères Mentouri Constantine 1

Examineur : M. CHIKHI Pr Université Saleh Boubnider Constantine 3

Examineur : M. AOUATI MCA Ecole Normale supérieure Assia Djébar
Constantine3

Année universitaire 2021-2022

الإهداء

إلى والدي منبع إلهامي و مصدر إيماني

إلى روح والدي السابحة في ملكوت الله

إلى والدتي التي أرضعتني حنانا فياضا

وعلمتني كيمياء الحياة

إليهما اهدي أطروحتي محبة و عرفانا و تقديسا

Remerciements

Je tiens à remercier avant tout, Dieu tout puissant de m'avoir donné le courage et la volonté d'achever ce travail

Je voudrais tout d'abord remercier Monsieur le professeur Chaabane MOUATS, Président des membres de jury , merci d'avoir accepté de lire et de corriger mon travail Je remercie également les deux examinateurs professeur Moustapha CHIKHI et Docteur Med Khelil AOUATI d'avoir consacré de votre temps pour lire et examiner ce travail.

Je remercie très spécialement ma directrice de recherche : Docteur Wassila CHEURFI ; merci de m'avoir accompagnée tout au long de ma recherche, de m'avoir guidée et orientée dans le bon sens, merci pour vos remarques, conseils précieux et soutien qui ont fait qu'illuminer mon chemin.

Aussi, comment ne pas remercier le Professeur Brahim KEBABI , chef de laboratoire LPTE, qui a cru en moi merci surtout de m'avoir donné l'occasion de réaliser mes recherches . Votre aide particulière et précieuse a beaucoup apporté à ma recherche.

Je voudrais également adresser un remerciement exceptionnel au professeur Rachida ASSABA, mon ancienne directrice de recherche, madame merci pour toute l'aide que vous m'avez apporté lors des premières années de la recherche.

Je n'oublierai pas de remercier mon collègue M Riad Boulekroune, pour les efforts fournis et pour le soutien qu'il m'a apporté.

Je remercie tous les collègues enseignants, ingénieurs de LABO de la faculté des sciences exacte Université Constantine 1, les collègues des facultés de Polytechniques et Génie des procédés de l'université Constantine 3 ainsi que toute personne me connaissant, ayant contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail

Merci à tous

Table des matières

<i>Introduction générale</i>	1
I. Partie bibliographique	5
I.1 Etat des lieux de l’assainissement en Algérie	6
I.1.1 Les barrages	7
I.1.2 Ouvrage de traitement et d’épuration des eaux usée	9
I.2 Filière de traitement des boues.....	13
I.3 Composition des boues résiduaires	14
I.3.1 Composition globale de la fraction organique	14
I.3.2 Composition globale de la fraction minérale	15
I.4 Traitement et valorisation des eaux usée	17
I.5 Les différentes voies de valorisation et d’élimination des boues.....	19
I.5.1 Valorisation agricole des boues.....	19
I.5.2 Incinération	22
I.5.3 Mise en décharge sur sites appropriés :	23
I.5.4 La gazéification	24
I.6 Risques environnementaux liés aux boues	24
I.6.1 Risques biologiques liés aux organismes pathogènes	25
I.6.2 Risques chimiques liés aux Eléments Traces Métalliques (ETM).....	25
I.6.3 Risques chimiques liés aux Composés Traces Organiques (CTO).....	26
I.7 Cadre réglementaire des boues en Algérie	27
II. Matériels et méthodes	30
II.1 Introduction	31
II.2 Description de la station de Sidi Merouane	31
II.3 Echantillonnage	32
II.4 Techniques expérimentales : Analyses physicochimiques.....	34
II.4.1 L’analyse granulométrique par tamisage.....	34

II.4.2 Masse volumique apparente (ρ_a), masse volumique réelle (ρ_r) et porosité (ε).....	35
II.4.3 Détermination de la conductivité électrique (CE).....	36
II.4.4 Matières volatiles (MV).....	36
II.4.5 Mesure du potentiel d'hydrogène (pH)	37
II.4.6 Détermination de la perte au feu (PAF)	37
II.4.7 Mesure de la demande chimique en l'oxygène DCO et l'azote nitrique ...	37
II.5 Analyses spectrales	38
II.5.1 Fluorescence de rayons X (FRX).....	38
II.5.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	38
II.5.3 Diffraction des rayons X (DRX).....	39
II.5.4 Analyse thermogravimétrie DSC-TG.....	39
III. Résultats et discussion	41
Partie I: Etude comparative des boues au cours des années 2015-2016-2017-2018.....	43
I.1 Caractérisation des boues prélevées au cours des années 2015-2016-2017-2018 par la spectroscopie fluorescence X	42
I.1.1 Les éléments fertilisant	43
I.1.2 Les éléments de concentrations majeurs.....	44
I.1.3 Les éléments trace métalliques :.....	45
I.2 Conclusion	46
Partie II : Caractérisation saisonnière des boues de la STEP de Sidi Merouane	47
II.1 Introduction	47
II.2 Echantonnage.....	47
II.3 Caractérisation Physique chimique	47
II.3.1 Matières volatiles (MV).....	47
II.3.2 Perte au feu (PAF).....	48
II.3.3 Potentiel d'hydrogène pH.....	49

II.3.4 Conductivité électrique.....	49
II.3.5 Masse volumique apparente et réelle et la porosité.....	50
II.3.6 L'analyse granulométrique	50
II.4 Analyses spectrales	59
II.4.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	59
II.4.2 Analyse par diffraction aux rayons X (DRX) :.....	62
II.4.3 Analyses par Fluorescence X FRX	65
II.5 Etude statistique	67
II.6 Conclusion.....	70
Partie III : Etude de l'influence du traitement thermique des boues séchées	71
III.1 Introduction	71
III.2 Analyse physico chimique et spectroscopique des boues séchées :	71
III.3 Etude de l'influence du traitement thermique des boues	82
III.4 Analyse physico chimique et spectroscopique des cendres obtenus	83
III.5 Conclusion.....	92
Partie IV : Caractérisation des boues de différentes stations d'épuration de l'est algérien en vue de leur valorisation.....	94
IV.1 Résultats et discussion	94
IV.2 Conclusion	99
Conclusion	100
Références bibliographiques.....	103
Annexe.....	114
Résumés.....	120

Liste des figures

Figure I.1: Pourcentage de potentiel hydrique (A : Nord ; B: Sahara).....	6
Figure I.2: Capacité de stockage des barrages en Algérie	9
Figure I.3: Les principales étapes de traitement des eaux usées.....	10
Figure I.4: Schéma de la Procédé de traitement des eaux usées dans la STEP.	13
Figure I.5: Approches des éléments fertilisants existant dans la boue de Sidi Merouane 2015-2018.....	43
Figure I.6: Approches des éléments majeurs existants dans la boue de Sidi Merouane 2015-2018.....	44
Figure I.7: Approches des éléments trace métallique existants dans la boue de Sidi Merouane 2015_2018.....	45
Figure II.1: La situation géographique de la station d'épuration des eaux usées Sidi Merouane.	32
Figure II.2: Opération de tamisage.....	34
Figure II.3: Matériels utilisées	40
Figure II.4: La courbe granulométrique différentielle Mai 2018.....	51
Figure II.5: La courbe granulométrique cumulée Mai 2018.....	52
Figure II.6: La courbe granulométrique cumulée Août 2018.	53
Figure II.7: La courbe granulométrique différentielle Août 2018.	53
Figure II.8: La courbe granulométrique cumuléeNov 20118.	55
Figure II.9: La courbe granulométrique différentielle Février 2019.....	56
Figure II.10: La courbe granulométrique cumulée Février 2019.....	57
Figure II.11: Spectres IR des boues SM de Fév. 2019.....	60
Figure II.12: Spectres IR des boues SM de Nov. 2018	60
Figure II.13: Spectres IR des boues SM d'Août2018	61
Figure II.14: Spectres IR des boues SM de Mai 2018.....	61
Figure II.15: Spectre infrarouge superposé des échantillons saisonniers	62
Figure II.16: Diffractogramme des rayons X des boues de Mai 2018	63
Figure II.17: Diffractogramme des rayons X des boues de Nov 2018.....	63
Figure II.18: Diffractogramme des rayons X des boues d'Août 2018	64
Figure II.19: Diffractogramme des rayons X des boues de Fév 2019.....	64
Figure II.20: La boite de dispersion des éléments pendant les saisons	68

Figure III.1: Spectre de Fluorescence X.....	72
Figure III.2: Spectre de la RX de la boue de Sidi Merouane.....	75
Figure III.3: Spectre infra rouge de la boue de Sidi Merouane	76
Figure III.4: Spectres de DSC_TG de la boue étudiée	79
Figure III.5: Aspect Visuel des boues séchées et calcinées.....	82
Figure III.6: La boîte de dispersion des éléments par apport la température.	86
Figure III.7: Spectres de RX superposées des boues calcinées.	88
Figure III.8: Spectres Infrarouge superposées des boues calcinées.	89

Liste des tableaux

Tableau I-1: Répartition spatiale des eaux de surface et souterraines en Algérie.....	7
Tableau I-2: Les résultats de quelques travaux antérieurs.....	15
Tableau I-3: Les teneurs des éléments fertilisants dans diverses boues résiduaires. ..	16
Tableau I-4: Teneurs des ETM de quelques travaux antérieurs	17
Tableau I-5: Données de l'ONA, MRE (2015).....	18
Tableau I-6: Teneurs indicatives des certain HAP dans les boues et demi-vie dans les sols.....	28
Tableau I-7: Valeurs limites françaises de concentration en HAP dans les boues et flux maximum dans les sols.....	29
Tableau I-8: Les teneurs des oxydes présents dans la boue.....	42
Tableau I-9: Les valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671 et flux limites sur 10 ans en ETM apportées par les boues.....	46
Tableau II-1: Teneurs en matière volatile des boues saisonnières.....	47
Tableau II-2: Pertes au feu pendant les quatre saisons.....	48
Tableau II-3: Valeurs de pH des boues saisonnières.....	49
Tableau II-4: La conductivité électrique des boues saisonnières.....	49
Tableau II-5: Les masses apparentes, réelles et porosités des boues saisonnières.	50
Tableau II-6: Les pourcentages des masses refus cumulés et les masses de tamisât de boue de mois de Mai 2018.....	50
Tableau II-7: Les pourcentages des masses refus cumulés et les masses de tamisât de boue de mois de Août 2018	52
Tableau II-8: Les pourcentages des masses refus cumulés et les masses de tamisât de boue Novembre 2018	54
Tableau II-9: Les pourcentages des masses refus cumulés et les masses de tamisât de boue Février 2019.....	55
Tableau II-10: Le mode pour les boues saisonnières.	57
Tableau II-11: La médiane des boues saisonnières.....	58
Tableau II-12: Les résultats obtenus par la courbe de fréquence cumulée.....	58
Tableau II-13: Analyses des éléments dans les boues saisonnières.....	65
Tableau II-14: Eléments en traces présents dans les boues saisonnières de la STEP Mila et les valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671 et flux limites sur 10 ans en ETM apportés par les boues.....	66

Tableau II-15: Les valeurs moyennes et l'écart type des échantillons saisonniers.....	67
Tableau II-16: Niveau de référence préindustriel ($\mu\text{g/g}$) et facteur de réponse toxique par Håkanson (1980)	68
Tableau II-17: Classes d'indice de géo-accumulation.....	69
Tableau II-18: Les valeurs de l'indice Igeo et les facteurs de contamination pour les quarts saisons.....	70
Tableau III-1: Concentration des éléments présent dans la boue.....	72
Tableau III-2: Eléments en traces présents dans la boue de la STEP Mila et les valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671 et flux limites sur 10 ans en ETM apportés par les boues.....	74
Tableau III-3: Les concentrations des éléments dans les boues séchées et calcinées à différentes températures	84
Tableau III-4: Les résultats trouvés par (Cyr et al. 2007) comparés par autres travaux	85
Tableau III-5: Les valeurs moyennes et l'écart type des cendres	85
Tableau III-6: Les différentes phases cristallographiques de boue et cendres	86
Tableau III-7: La perte de masse des boues calcinées.....	90
Tableau III-8: Masses volumiques des boues séchées et calcinées.....	91
Tableau III-9: pH de boue séché et des boues calcinées	91
Tableau III-10: Conductivité électrique de la boue séché et les boues calcinées	92
Tableau IV-1: Principales caractérisations des boues de stations d'épuration de L'est Algérien	96
Tableau IV-2: Les valeurs moyennes et l'écart type des boues.....	100

Liste des abréviations :

B : Boue

ETM : Éléments Traces Métalliques

MS : Matière Sèche

STEP : Station d'épuration des eaux usées

AEPI : Alimentation en Eau Potable et Industrielle

MRE : Ministère de Ressources des Eaux

BRU : Boue Résiduaire Urbaine

ONA : Office National d'Assainissement

CET : Centre d'Enfouissement Technique

EUE : Eaux Usées Epurées

MOS : Matières Organiques des Sols

HAP : Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques

CTO : Composés Traces Organiques

PCB : polychlorobiphényles

DRX : Diffraction des Rayons X

FRX : Fluorescence des Rayons X

IRTF : spectroscopie de l'Infrarouge à Transformée de Fourier

PAF : Perte Au Feu

MV : Matière Volatile

pH : Potentiel d'hydrogène

COT : Carbone Organique Total

DCO : Demande Chimique en Oxygène

CE : Conductivité Electrique

ρ_r : masse volumique réelle

ρ_a : masse volumique apparente

ε : porosité

Introduction générale

Le secteur de traitement des eaux usées urbaines en Algérie est en plein essor, 168 stations d'épuration en fonctionnement avec une capacité installée estimée à 12 millions Eq/hab soit 800 hm³/an sur un volume d'eau rejeté apprécié à 1,4 milliard m³/an (Hannachi et al, 2014). Cependant, une meilleure couverture d'un réseau d'assainissement et des STEP, a pour conséquence une augmentation de la quantité produite des eaux épurées et des boues résiduaires.

Des études récentes, ont montré que la nature et la concentration des eaux usées en polluants sont très dépendantes des activités raccordées au réseau. L'essentiel des contaminations chimiques vient des rejets 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.

Plusieurs filières existent pour l'élimination des boues, mais le choix doit être tributaire du coût d'installation, de l'origine de boues, de la valeur ajoutée du produit qui en résulte et de l'impact que pourrait avoir la filière retenue sur l'environnement.

La mise en décharge a perdu progressivement de son intérêt et se retrouve actuellement interdite pour des raisons financières et pour des problèmes environnementaux.

Le recyclage ou valorisation agricole des boues après compostage contribue à une réintégration des éléments minéraux et organiques dans les sols, ce qui permet de se rapprocher des cycles naturels (Bertoldi et al, 1983). Mais cette gestion est considérée comme préoccupation environnementale majeure. Donc il est nécessaire de les analyser afin d'identifier les caractéristiques générales de boues et d'identifier la présence des métaux lourds et les éléments chimiques toxiques qui peuvent être très polluants même en faibles concentrations.

Les procédés thermiques tels que l'incinération et la gazéification offrent des bonnes solutions pour le traitement des boues des stations d'épuration dans les grandes villes (Sabbas et al, 2003). Ces traitements permettent l'oxydation de la matière organique et l'obtention d'un résidu minéral. L'incinération s'avère, par conséquent, une alternative intéressante de gestion et de valorisation des boues. En raison de leurs analogies avec le ciment, les cendres des boues d'épuration peuvent être utilisées comme substitut du ciment dans les matériaux de construction. Ce qui

contribuera à la préservation des gisements naturels et réduira la consommation énergétique (Lin et al, 2005; Merino et al, 2005).

L'objectif de notre travail, est la caractérisation physico-chimique des boues de la station d'épuration de Mila Algérie, afin de valoriser les énormes quantités de boues générées par le processus de traitement des eaux usées. En cas d'impossibilité de valorisation agronomique des boues, la possibilité d'une valorisation thermique est envisagée.

La méthodologie mise en œuvre dans cette étude a plusieurs objectifs :

- Une caractérisation physique et chimique la plus large possible des boues pour étudier la stabilité de leur composition par rapport au changement annuelle et saisonnières.
- Un traitement thermique des boues séchées pour étudier l'influence de la température de calcination sur la composition des résidus (cendres) obtenus et déterminer ainsi la température de calcination optimale pour une valorisation adéquate.
- une perspective de la valorisation des cendres comme ajout dans les matériaux cimentaires.
- Une caractérisation des boues issues des stations d'épurations de l'est Algérien suivie par une perspective de valorisation agricole de ces boues.

Cette thèse s'articule en trois parties :

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

La deuxième partie décrit la méthodologie de travail. Elle présente les protocoles d'échantillonnage et de préparation des échantillons de boues. Ainsi, les différentes techniques et paramètres d'analyses telles que pH, DCO, MO, $\text{NO}_3\text{-FRX}$, DRX, IR, TG-DSC.

La dernière partie présente les résultats obtenus ainsi les interprétations requises dans cette partie, elle est consacrée à l'étude comparative de la boue de Mila

au cours des années 2015- 2016- 2017- 2018, la caractérisation saisonnière des boues de la STEP de Sidi Merouane, l'étude de l'influence du traitement thermique des boues séchées ainsi, la caractérisation des boues de différentes stations d'épuration de l'est algérien en vue de leur valorisation.

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

Partie bibliographique

I.1 Etat des lieux de l'assainissement en Algérie

L'Algérie occupe une superficie de 2 381 741 km², divisée en 48 wilayas, dont la plupart sont des zones désertiques avec des ressources en eau superficielle très faibles. (Bouchaala , Laid et al., 2017). Selon Mozas et Alexis, les potentialités hydriques de l'Algérie sont estimées en moyenne à 18 milliards de m³/an, dont 12.5 milliards de m³ dans les régions Nord (10 milliards de m³ d'écoulements superficiels et 2.5 milliards de m³ de ressources souterraines renouvelables), 5.5 Milliards de m³ dans les régions sahariennes (0.5 milliards m³ d'écoulements superficiels, 5.0 milliards de m³ ressources souterraines fossiles) (Mozas&Ghosn, 2013). Les ressources hydriques algériennes sont renouvelables, 60% pour les eaux de surface et 15% pour les eaux souterraines.

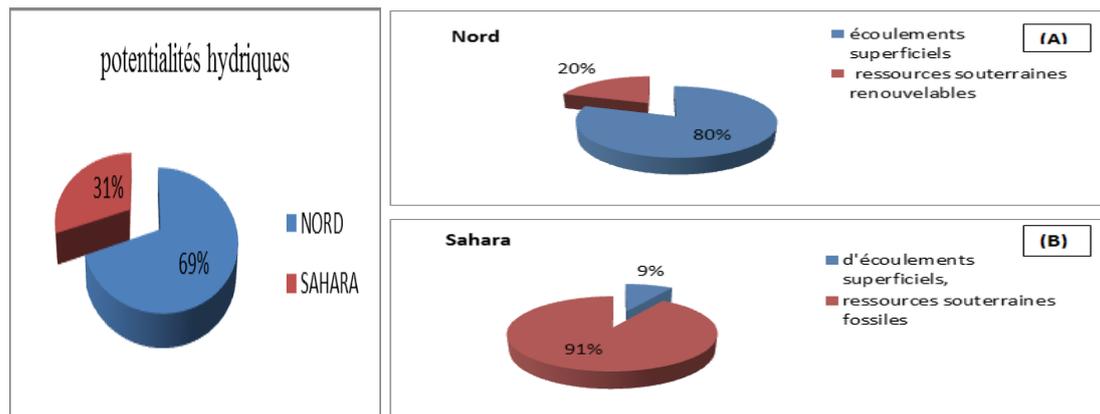


Figure I.1: Pourcentage de potentiel hydrique (A : Nord ; B: Sahara).

- **Ressources en eaux de surface et souterraines**

Selon Bouchaala , les résultats saisis par l'enquête à l'aide des rapports de la commission de l'aménagement du territoire et de l'environnement du ministère des ressources en eau ; ont permis d'enregistrer une répartition spatiale inégale des eaux de surface et souterraines en Algérie, d'une région hydrographique à l'autre. Cependant, les eaux de surfaces sont étendues principalement dans le nord du pays, avec 3,7 milliards de m³ dans le Constantinois-Seybouse-Mellegue, et 3,4 milliards de m³ dans l'Algérois-Hodna -Soummam. Les eaux souterraines sont localisées principalement dans le Sahara, avec 5 milliard de m³ (Bouchaala , Laid et al. 2017).

Partie bibliographique

En revanche, les eaux souterraines sont appréciées à 1,9 milliard de m³, étendues dans le Nord du pays. Ces ressources qui sont relativement faciles à nommer, sont aujourd'hui utilisées à plus de 90%, beaucoup de nappes connaissent même une surexploitation critique telle qu'au Mitidja et autres périmètres urbains industriels et touristiques. Actuellement, il est estimé à plus de 12000 forages, 9000 sources et 100000 puits qui sollicitent les nappes pour les besoins de l'agriculture, l'alimentation en eau potable et industrielle (AEPI) (Terra, 2013).

Dans le sud, quelques nappes phréatiques souvent saumâtres existent, dans les lits des oueds tels que les oueds Ghir, M'Zab, Saoura etc. Mais, l'essentiel du potentiel hydrique se trouve dans les nappes du Sahara septentrional. Le renouvellement de ces nappes fossiles ou semi fossiles n'est assuré qu'à hauteur de 80 millions de m³.

Tableau I-1: Répartition spatiale des eaux de surface et souterraines en Algérie
(Bouchaala , Laid et al. 2017).

Régions hydrographiques	Eaux superficielles	Eaux Souterraines	Total de la ressource
Oranie, Chott Chergui	1 milliard de m ³	0.6 milliard de m ³	1.6 milliard de m ³
Cheliff, Zahrez	1.5 milliard de m ³	0.33 milliard de m ³	1 .83 milliard de m ³
Algérois,Hodna, soummam	3.4 milliard de m ³	0.74 milliard de m ³	4.14 milliard de m ³
Constantinois,Syebouse, Mellegue	3.7 milliard de m ³	0.43 milliard de m ³	4 .43 milliard de m ³
Sahara	0.2 milliard de m ³	5 milliard de m ³	Nappe albiene

I.1.1 Les barrages

En général, les barrages sont la matière de domestication principale des eaux superficielle. L'Algérie compte 84 barrages ; de hauteur de plus de 15m avec 92 % sont en exploitation et une mobilisation de 8.9 milliards m³. En vue de la grandes superficie de l'Algérie cette mobilisation reste insuffisante relativement au pays de voisinage (le Maroc mobilise 10 milliard de m³, avec 104 grands barrages, la Tunisie

Partie bibliographique

mobilise 2.4 milliard de m³, avec ses 28 grands barrages) (Bouchaala , Laid et al. 2017).

Parmi les grands barrages du pays le barrage Béni Haroun, situé à une quarantaine de km au Nord de Constantine, contrôle les eaux du bassin de l'oued Kébir-Rhumel. Il est érigé dans la région bien arrosée du Tell oriental, au Sud de laquelle se situent de grands centres urbains (Constantine, Batna, Khenchela...) et de vastes terres irrigables (Hautes Plaines semi-arides) qui ne peuvent être satisfaites par les ressources locales (Azeddine et al. 2008) et bénéficient du transfert des eaux du barrage.

Selon Adjou, pour l'ensemble des barrages algériens, les sédiments causent un grand problème, en privant le pays de 800 millions de m³ d'eau. A cause de ces conditions naturelles et économiques, l'Algérie ne permet pas d'avoir des barrages avec des grandes capacités, comme le cas de l'Egypte, dont le barrage d'Assouan renferme une capacité théorique de 160 milliards de m³ (soit 4 fois les écoulements superficiels de tous les pays du Maghreb) (Adjou A. 2013.)

Le barrage Béni Haroun est situé au Nord-Est du chef-lieu de la wilaya de Mila dont il est distant de moins de 15 Km. Il est implanté dans la commune de Hamala, Daïra de Grarem Gouga. Le barrage Béni Haroun est situé sur l'oued El Kébir dans la wilaya de Mila, au Nord-Est de l'Algérie, à 36° 33' 19'' Nord et 6° 16' 11'' Est. Il est alimenté par deux bras principaux, l'oued Rhumel et oued Endja. Sur 3900 hectares, il constitue la plus grande retenue artificielle. En février 2012 et décembre 2014, sa réserve a atteint 1 milliard de m³ d'eau (Agence Nationale des Barrages et Transfert, 2017). Il constitue la pièce maîtresse du grand projet structurant de transfert régional d'eau visant l'alimentation en eau potable de pas moins de cinq millions de personnes des wilayas de Mila, Constantine, Jijel, Oum El- Bouaghi, Khenchela et Batna et en eau d'irrigation de 30000 hectares à Teleghma, Chemora et Tafouna.

Le secteur des ressources en eau en Algérie a connu une grande évolution. Dans les années 1962 le nombre des barrages n'était que 13 barrages, alors que de nos jours, le parc national compte 84 barrages, ce qui a augmenté la capacité des eaux mobilisées de 0.45 milliard de m³ à 8.9 milliards m³, soit les 78% des potentialités. Dans le programme du MRE, 19 barrages pour une capacité de 1.3 milliards m³, ont été programmé par MRE durant la période 2010-2014.

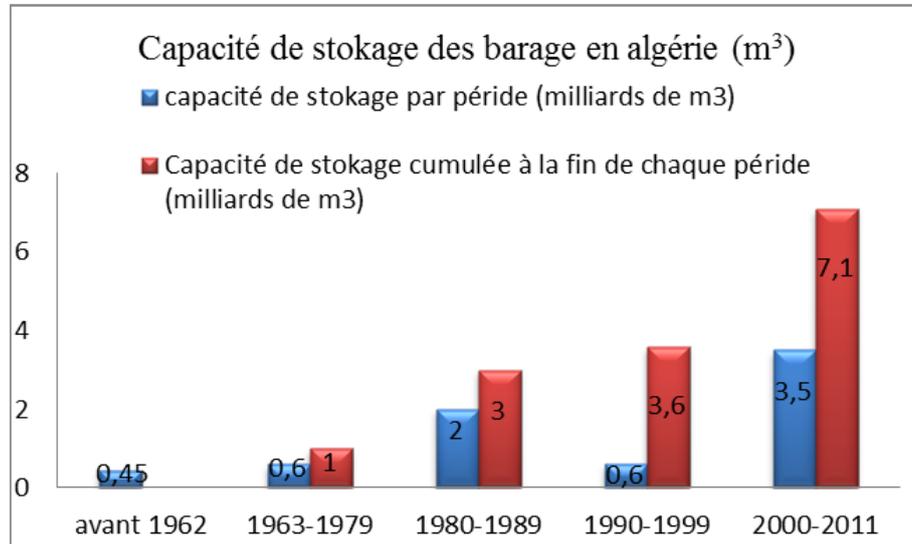


Figure I.2: Capacité de stockage des barrages en Algérie.

I.1.2 Ouvrage de traitement et d'épuration des eaux usée

L'épuration des eaux usées comporte à éliminer les éléments polluants soit par décantation d'éléments particulières ou par extraction d'éléments dissous suite à un traitement approprié. Ainsi, à la sortie de la station il en résulte d'une part une eau épurée rejetée dans le milieu naturel, et d'autre part, il reste des sous-produits désignés sous le terme des boues résiduaires (Werther et Ogada, 1999). Les divers procédés d'épuration des eaux usées actuels entraînent une production plus ou moins importante de boues résiduaires.

La Figure I.3 présente les principales étapes contenues dans un schéma de traitement des eaux usées et qui comporte le prétraitement, la décantation, le traitement secondaire et la clarification.

Lors des phases de traitement, il se produit un transfert de pollution de la phase liquide (eau usée brute) vers une phase plus concentrée (boue) et une phase gazeuse (CO₂, N₂, ...etc). La production de boues résiduaires est donc totalement dépendante de la filière de traitement de l'eau (Bougrier, 2005). Les boues des stations

Partie bibliographique

d'épuration urbaines (BRU) sont un résidu inévitable de l'épuration des eaux usées. La composition physicochimique et biologique des eaux usées brutes, reflète globalement la nature des utilisations de l'eau, des résidus incorporés et des milieux traversés par les eaux (atmosphère, sols, chaussées). Le type de processus d'épuration adopté (biologique et/ou chimique) et son intensité (primaire, secondaire, tertiaire) sont également un outil déterminant de la nature et de la concentration des éléments contenus dans la boue et l'eau usée épurée.

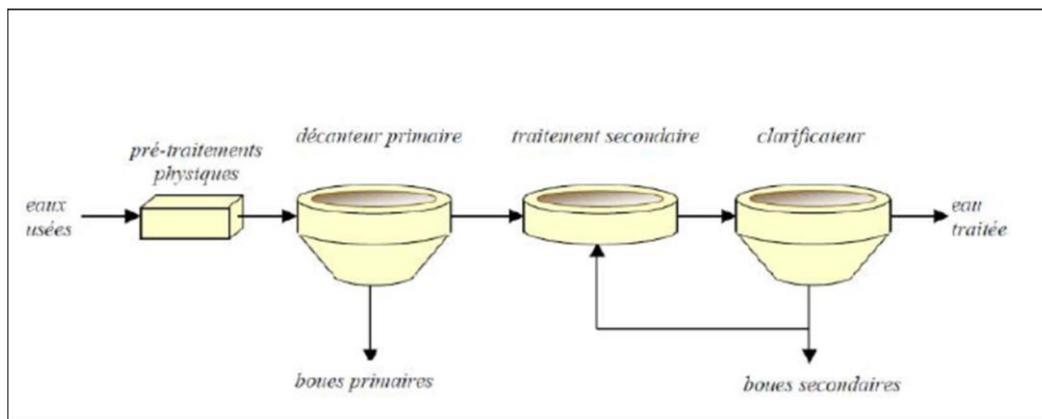


Figure I.3: Les principales étapes de traitement des eaux usées.

1.1.2.1 Prétraitements physiques

Le prétraitement est l'étape avant le traitement proprement dit, il comporte uniquement des opérations de nature physiques ou mécaniques. Ces opérations visent à retirer les éléments encombrants entraînés par les eaux, les déchets grossiers (bouteilles en plastiques, bout de bois) par dégrillage, des sables et graviers (dessablage) et des graisses (dégraissage-déshuilage) (Degrémont, 1989). Les déchets constituant un obstacle aux processus par leur nature ou leur volume sont récupérés et traités séparément.

1.1.2.2 Traitement primaire

Cette étape n'est pas présente sur les petites installations et tend à disparaître sur les installations récentes. Elle consiste à éliminer les particules colloïdales en suspension dans l'eau brute (qui n'ont pas tendance à s'agglutiner les unes aux autres) et adopte

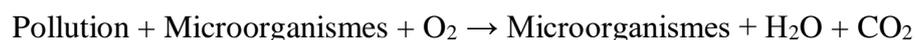
Partie bibliographique

les procédés de coagulation et de floculation suivi de décantation et de filtration. Le traitement primaire s'effectue dans un décanteur canal ou lamellaire et permet de retenir environ 50 à 70 % des matières en suspension contenues dans les eaux usées brutes (Bougrier, 2005). Les boues récupérées au fond du décanteur sont dites « boues primaires ». Elles ne sont pas stabilisées (forte teneur en matière organique) et sont fortement fermentescibles.

1.1.2.3 Traitement secondaire

Cette étape consistant à dépolluer l'eau usée des matières carbonées et azotées, est réalisée par un processus biologique. Les micro-organismes bactériens actifs (en aérobie ou en anaérobie) vivent et se multiplient, grâce à la pollution sous sa forme biodégradable qui leurs procure l'énergie nécessaire.

Une grande majorité de stations d'épuration des eaux usées (municipales ou industrielles) reposent en effet sur un réacteur 'biologique' dit à boues activées. Ce procédé est actuellement le plus utilisé dans l'épuration des eaux usées des stations de l'office national d'assainissement (ONA) algérienne (ONA, 2015). Le procédé par boues activées fut mis au point à Manchester en 1914 par Arden et Lockett (Guettier et al. 1994), il reproduit industriellement l'effet auto-réparateur des rivières, selon l'équation simplifiée :



Au cours de ce traitement les eaux usées sont mises en contact avec des microorganismes bactériens en suspension, en condition aérobie (injection d'air au fond du bassin d'aération). Ces bactéries dites « épuratrices » vont utiliser la pollution de l'eau (matière organique biodégradable) comme source d'énergie pour leur croissance et leur développement. Il se produit des composés gazeux (CO₂) et de la biomasse qui va s'agglomérer sous forme de floccs bactériens formant ainsi des « boues secondaires » où « boues activées ». Cette floculation naturelle permet la séparation des eaux épurées de la biomasse par simple décantation lors de l'étape suivante de « clarification ».

➤ Clarification

Le clarificateur appelé également « décanteur secondaire » est un ouvrage dans le quelles floes bactériens (boues activées) sont séparés des eaux épurées. Il obéit aux mêmes principes qu'un décanteur primaire.

Les eaux épurées sont récupérées en surface du clarificateur par sur verse et sont réutilisées ou rejetées dans le milieu naturel alors que les boues décantées sont extraites du fond du clarificateur par aspiration. Une partie de cette biomasse (boues de recirculation) est réinjectée dans les bassins d'aération pour maintenir une concentration constante de la population microbienne permettant une activité biologique optimale et assurant ainsi la continuité de l'épuration. La partie en excès, quant à elle, est envoyée vers les ouvrages de la filière de traitement des boues (Benoudjit, 2016).

1.1.2.4 Traitement tertiaire

Les traitements tertiaires regroupent tous les traitements complémentaires visant à affiner la qualité de l'eau. L'opportunité de leur mise en place est fonction de la nature du milieu récepteur ou du secteur utilisateur des eaux produites : pisciculture, usage domestique, eaux de baignade, zones naturelles (lacs, retenues collinaires) sujettes aux phénomènes d'eutrophisation. Ces traitements concernent, par exemple, l'élimination de l'azote, du phosphore et la désinfection, mais aussi le traitement des odeurs. L'élimination de l'azote est, le plus souvent, obtenue grâce à des traitements biologiques, de "nitrification dénitrification" ou par les procédés physiques et physico-chimiques comme électrodialyse et résines échangeuses d'ions.

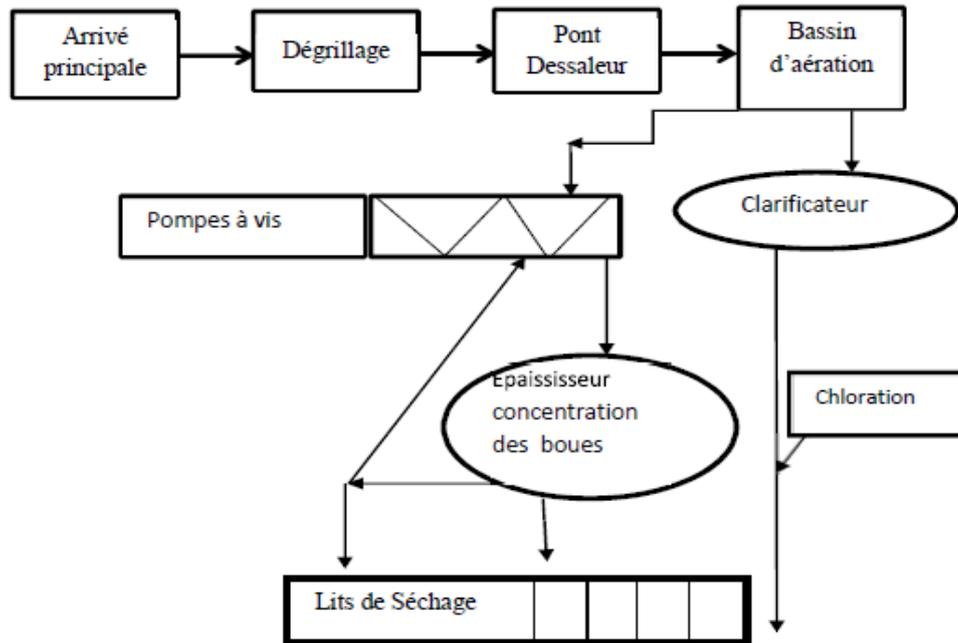


Figure I.4: Schéma de la procédure de traitement des eaux usées dans la STEP.

I.2 Filière de traitement des boues

La quasi-totalité des procédés d'épuration des eaux usées urbaines ou industrielles, qu'ils soient biologiques ou physico-chimiques, conduit à la concentration des polluants sous forme de résidu secondaire : les boues. Les boues se présentent sous forme liquide (95% d'eau en moyenne) avec une forte charge en matière organique hautement fermentescible ainsi que des matières minérales.

Ces caractéristiques sont problématiques quelle que soit la destination des boues et imposent la mise en place d'une filière de traitement. Les procédés de traitement des boues peuvent varier suivant leurs natures et la taille de la station d'épuration. Trois grands types de traitement sont à distinguer :

- Des traitements de stabilisation, dont l'objectif est de réduire le pouvoir fermentescible des boues afin de limiter ou d'annuler les nuisances olfactives.
- Des traitements de réduction de la teneur en eau des boues, visant à diminuer le volume de boues à stocker ou à épandre et/ou à améliorer leurs caractéristiques physiques (tenue en tas notamment).
- Des traitements d'hygiénisation qui visent à éliminer la charge en microorganismes pathogènes.

I.3 Composition des boues résiduaire

Pendant le processus de l'épuration des eaux usées avec des divers procédés, les boues résiduaire produites contiennent à la fois des éléments naturels valorisable et des composés toxique reliées avec la nature des activités du réseau d'assainissement correspondent (Benoudjit, 2016).

La composition de la boue dépend de l'origine des eaux usées; la période de l'année et les conditions du traitement au niveau de la station d'épuration ; donc en général les boues résiduaire constituées d'une partie minérale représenté par les éléments traces métalliques et les éléments fertilisants, et d'une partie organique qui rassemblent les composés traces organiques réfractaires (non biodégradable) et les microorganismes (Werther et Ogada, 1999).

I.3.1 Composition globale de la fraction organique

Dans le cadre de ce travail, les notions de déchets organiques ou de fractions organiques font référence au sens strict à des gisements de déchets solides et liquides, non dangereux, fermentescibles, putrescibles ou biodégradables, c'est-à-dire les déchets organiques qui sont susceptibles de subir une décomposition biologique aérobie ou anaérobie (Bayard et Gourdon, 2010). La fraction organique contient la matière organique réfractaire (non biodégradable) et les microorganismes dont des agents pathogènes (Gantzer et al. 2001; Gondek, 2009).

I.3.1.1 Microorganismes

Les microorganismes se trouvent avec des quantités importantes dans les boues résiduaire urbaines sorties du traitement biologique. Ils contiennent les corps microbiens épurateurs et les germes pathogènes (bactéries, parasites, champignons, virus) qui proviennent en majorités des déchets humains ou animaux (Sahlström et al, 2004) et qui se retrouvent dans les eaux usées de départ.

I.3.1.2 Matière organique

La matière organique existante dans les boues activées (Tableau I-2), est constituée généralement de polymères (cellulose, lignine), de polysaccharides, d'acides aminés

Partie bibliographique

(jusqu'à 33 % de la matière organique), de protéines, d'acides humiques et de lipides (6 à 19 % de la matière organique) (Amir et al. 2005). Selon les travaux antérieurs (Tableau I-2) la concentration en matière organique peut varier de 30 à 80 %, elle peut également contenir des composés traces organiques tels que les détergents, les pesticides, les hydrocarbures aromatiques polycycliques, issus de la combustion des carburants et peuvent être apportés aux STEPs par lessivage des routes (eaux de pluies) ainsi que les polychlorobiphényles présents dans les peintures.

Tableau I-2: Les résultats de quelques travaux antérieurs .

Références	pays	Humidité %	Teneur en Matières Organiques %	pH	Conductivité	C/N
Amir .S ,2005	Maroc	56.7	31.65	7.4	2 .1 mS /cm	14
Albrecht .R et al 2010	France	76.1	80 .8	6.9	----	6.5
Cornu. S et al 2001	Brésil	----	47	10	----	---
Cheng et al, 2010	Chine	----	----	6.8	----	---
Djeddi. H et al 2018	Algérie	----	60.4	8.27	329 mg/l	---
Boudraa. I et al 2020	Algérie	----	60	7.2	----	---

I.3.2 Composition globale de la fraction minérale

I.3.2.1 Eléments fertilisants et amendements

Parmi les besoins de la culture, la présence des éléments fertilisants, tels que l'azote, le phosphore, le potassium, le calcium et le soufre sous forme des oxydes ou par une autre forme. Les boues résiduaires peuvent couvrir, en partie ou en totalité, ces besoins qui sont essentiels pour la croissance des végétaux, ou peuvent aussi corriger des insuffisances à l'exception de celle en potassium (Zebarth et al. 2000).

Le Tableau I-3, récapitule les teneurs de l'élément fertilisant dans diverses boues résiduaires urbaines exprimées par apport de la matière sèche (MS).

Tableau I-3: Les teneurs des éléments fertilisants dans diverses boues résiduaires.

Références	Poltschny H et al,1988 (Kg/tonne)	Legret.M et al,1988 %	R. Font et al 2000 %	Cornu.S et al 2001	Amir.s,2005 (g/Kg)	Cheng et al, 2010 (mg/l)	Yan Lin et al 2017 %	Elmontassir. H et al,2019 %	Boudraa.I et al 2020 %
Pays	Allemagne	France	Espagne	Brezil	Maroc	Chine	Chine	Maroc	Algérie
S	-----	-----	1	---	---	112.5	0.43	0.11	3.3
Cl	-----	-----	---	---	---	81.44	0.02	0.07	-----
TKN%	-----	---	---	---	1.3	---	-----	---	-----
N	38	1.26	1.4	2.3	---	84.34(NH ₄)	3.53	---	-----
P	36	4.2	---	0.9	2.6	20	9.6	0.2	7.1
Mn	-----	6.99	0.06	---	0.0586	1.34	0.21	0.12	3.9
Fe	-----	3.65	8.5	6	3.768	0.24	6.2	3.07	7.7
Mg	9.8	0.29	0.4	-----	9.6	27.22	1.2	4.8	-----
Al	-----	-----	1.7	7.6	---	0.06	22.3	12.1	5.2
K	4.2	0.12	0.06	0.4	5.4	44.6	3.2	10.6	-----
Na	-----	---	0.11	---	6.5	83.6	0.13	0.53	-----
Ca	73.8	10.6	15	15	90.3	105	2.7	9.8	51
Si	-----	-----	-----	15	---	---	52.77	52.4	14

Partie bibliographique

1.3.2.2 Éléments traces métalliques

Les éléments traces métalliques sont des micropolluants inorganiques présents dans les boues sous formes de traces. Ainsi, les ETM sont présents dans tous les compartiments de l'environnement, à la fois a cause de sont naturellement présents (sources naturelles) et de multiples activités anthropiques favorisent leur dispersion (Akobundu N. 2012). Les éléments en traces tels que le cuivre, le zinc, le chrome et le nickel présents dans les boues sont indispensables au développement des végétaux et des animaux, ils peuvent être toxiques à trop fortes doses. D'autres, tels que le cadmium et plomb sont des toxiques potentiels (Chang et al. 1992).

Tableau I-4:Teneurs des ETM de quelques travaux antérieurs

Références	Pays	Cd	Cu	Cr	Pb	Zn	Ni
Poletschny. H et al, 1988 (mg/Kg)	Allemagne	3.8	330	91	159	1318	39
Legret. M et al ,1988 (mg/Kg)	France	1830	488	219	722	3066	4071
R. Font et al 2000 % pH=4.7	Espagne	---	0.02	0.01	---	0.06	---
Cornu. S et al 2001	Brésil	---	1403	---	412	---	967
Amir.S, 2005 (mg/Kg)	Maroc	---	71	---	135	275	24
Albrecht.R et al 2010(mg/Kg)	France	2	276	14	40	378	10
Cheurfi.W et al 2016 PH=7.1	Algérie	---	480	270	350	2700	110
Yan Lin et al 2017 %	Chine	---	0.04	0.09	---	0.08	0.05
Djeddi .H et al 2018	Algérie	---	10.42	----	37.66	75.72	---
Boudraa.I et al 2020 (mg/Kg)	Algérie	---	1620	3150	730	5290	80

1.4 Traitement et valorisation des eaux usée

L'Algérie compte actuellement 168 unités de traitement (Tableau I-5) implantées sur le territoire national. L'ensemble de ces capacités installées en 2015 est estimées de 13 millions Eq/hab, avec un volume d'eau épurée annuellement environ 365 millions de mètre cube d'eaux usées et produit plus de 550 tonnes de matière sèche de boues par jour. Cette production est appelée à augmenter avec les futurs projets de mise en place de nouvelles installations de traitement des eaux usées. C'est pourquoi le recyclage des boues, longtemps considéré comme un aspect secondaire du traitement

Partie bibliographique

des eaux usées, révèle maintenant toute son importance et doit être pris en considération.

Tableau I-5: Données de l'ONA, MRE (2015)

	Nombre STEP en exploitation	Capacités installées en million Eq/hab	Volume d'eau épurée en million de m ³ /an	Quantités des boues produites en T/J
ONA	124	8.71	197	/
SPA et autres	44	/	/	/
TOTAL	168	13	365	550
Données ONA, MRE (2015)				

Parmi les stations d'épuration exploitées par l'ONA (Office nationale d'assainissement) à travers les 43 wilayas, quelques-unes sont intéressées par la réutilisation des eaux usées épurées en agriculture. Cette réutilisation pour l'irrigation doit concerner en priorité les zones déficitaires en eau conventionnelle (JL et Lorraine, 1977). A fin 2011, le volume réutilisé est estimé à 17 millions de m³/an, afin d'irriguer plus de 10 000 hectares de superficie agricoles (JL et Lorraine, 1977).

Le potentiel de la réutilisation des eaux usées épurées à des fins agricoles évoluera d'une manière significative d'environ 17 millions de m³ en 2011 à environ 200 millions de m³ en 2014, et le nombre de stations concernées sera de 25 stations d'épurations à l'horizon 2014 (JL et Lorraine, 1977). Les stations d'épurations gérées par l'ONA concernées par les projets de réutilisation des eaux usées épurées en cours d'étude ou de réalisation, sont au nombre de 12, pour l'irrigation de plus de 8 000 hectares de terres agricoles (JL et Lorraine, 1977).

En Algérie, la présence de normes de rejet spécifiques à la réutilisation des eaux usées en agriculture (Décret exécutif n° 93-160 du 10 juillet 1993 et décret exécutif n° 06-141 du 19 avril 2006) ainsi que la présence de textes réglementaires fixant la modalité de réutilisation des eaux usées et la liste des cultures et les conditions de leur irrigation par les eaux usées épurées (Décret exécutif n° 07-149 du 20 mai 2007 et l'arrête interministériel du 2 janvier 2012) constituent une promotion de projets de réutilisation des eaux usées épurées.

Partie bibliographique

Les dirigeants, publics et privés, ont des décisions à prendre en matière de réutilisation des eaux usées en agriculture. Ils sont confrontés à la nécessité d'exploiter des quantités en augmentation, afin de répondre à des demandes toujours plus grandes. La gestion intégrée des eaux usées épurées en Algérie, désormais institutionnellement reconnue comme un modèle de partenariat public-privée, est la meilleure approche pour une mise en valeur et une gestion efficace et durable des eaux usées épurées, face à des demandes en eau en augmentation.

En revanche, à l'heure actuelle l'Algérie ne dispose pas de textes réglementaires concernant la gestion des boues résiduelles. Cependant une norme algérienne a été établie en 2010. C'est la norme NA 17671 relatives aux boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines utilisées comme matières fertilisantes dont l'objectif est de fixer les dénominations et spécifications des boues des ouvrages de traitement des eaux usées urbaines et les conditions de leur mise en œuvre ainsi que les restrictions de leur emploi en présence de métaux lourds.

Dans le contexte actuel de protection de l'environnement, l'élimination des boues d'épuration constitue un des enjeux majeurs pour notre pays.

L'accroissement du nombre de STEP en Algérie s'accompagne de production de quantités non négligeables de boues d'épuration. L'objectif du traitement est de réduire le volume des boues produites, mais également de les valoriser par :

- Une réutilisation à des fins agricoles, permettant ainsi d'enrichir les sols sans recourir à des engrais chimiques.
- Valoriser leur potentiel énergétique sous forme de biogaz.

I.5 Les différentes voies de valorisation et d'élimination des boues

I.5.1 Valorisation agricole des boues

Tenant compte de la composition des boues, l'épandage sur les terres agricoles permettrait de couvrir une partie des besoins des cultures en nutriments majeurs et oligo éléments. Il s'agit de la voie privilégiée dans un esprit de recyclage et de réutilisation des matières fertilisantes. Les boues constituent une source de Phosphore, d'azote et affecte positivement les propriétés des sols tels que le pH, la teneur en matière organique et la capacité d'échange cationique (Tsadilas et al. 1995).

Partie bibliographique

L'épandage agricole est en outre motivé par l'augmentation des rendements des cultures et le souci de réduire la facture consentie pour l'achat des engrais et des matières fertilisantes au sein des exploitations agricoles.

Il est important de noter que dans le cas d'épandage, une attention particulière doit être apportée à la qualité des boues (présence de virus, produits chimiques, métaux lourds...) pour que ces polluants ne remontent pas la chaîne alimentaire (Bridle et al. 2000). Des contrôles rigoureux doivent donc être effectués.

1.5.1.1 Intérêts agronomiques des boues :

La valorisation des boues en agriculture est intéressante, tant par les quantités de matière organique qu'elles contiennent que par la présence en quantité appréciable d'éléments fertilisants. La teneur élevée en matière organique, en azote et en phosphore justifient l'utilisation des boues résiduaires comme matière fertilisante et aussi comme amendement organique du sol (Lasheen et Ammar, 2009). La teneur des principaux paramètres agronomiques est variable en fonction du milieu producteur des boues. Les matières organiques qui constituent près de la moitié de la composante des boues contribuent aussi bien à stimuler l'activité biologique qu'à améliorer les conditions physiques telles que la capacité de rétention en eau, la densité apparente, la stabilité des agrégats et l'infiltration des eaux (Annabi, 2005).

La matière sèche des boues contient une fraction appréciable de phosphore, cette richesse provient essentiellement des détergents dissouts dans les eaux usées et constitue un des attraits majeurs pour la valorisation agricole (JL et Lorraine, 1977) donne une valeur moyenne de concentration en phosphore de 4,7% relativement à la matière sèche. 5 à 6% du phosphore total des boues se trouvent sous forme de phosphate organique et le phosphore minéral étant surtout constitué par des associations avec les composées du Fe, d'Al du Ca et du Mg qui abondent dans la plus part des boues.

Par ailleurs, dans les BRU, la concentration des éléments varie aussi en fonction du temps, au fur et à mesure du séchage on enregistre des pertes en P, N, K et Mg (Benmouffok, 1994). Le potassium dont le rôle est essentiel dans l'alimentation des végétaux, est généralement présent en faible quantité dans la matière sèche des boues de STEP. Les analyses d'échantillons de boues de diverses STEP indiquent des

Partie bibliographique

teneurs en potassium faibles à négligeables, mais avec un coefficient de disponibilité de 100 %.

En revanche, les teneurs en calcium sont importantes, et certaines boues chaulées peuvent être considérées, en tant qu'amendement calcique, améliorant le pH et l'ensemble des propriétés physico-chimiques et biologiques des sols liées au calcium. Selon la dose appliquée, les boues peuvent couvrir, en partie ou en totalité, les besoins des cultures en éléments majeurs et secondaires.

Les éléments en traces tels que le Cu, Zn, Cr, et Ni présents dans les boues sont aussi indispensables au développement des êtres vivants. L'épandage agricole reste la voie privilégiée dans plusieurs pays (Cabaret et al. 2002). Les apports de boues permettent en effet d'enrichir le sol en azote, en carbone organique, mais également d'améliorer certaines propriétés des sols telles que la structure, la porosité, la capacité de rétention en eau (Mtshali et al. 2014). De plus, des publications récentes montrent que les MOS (Matières organiques des sols) participent à la réduction de la mobilité des métaux, ceci implique un rôle environnemental important (Kwiatkowska-Malina, 2018).

1.5.1.2 Valorisation agricole des boues en Algérie

En Algérie le taux d'épandage des boues sur les terres agricoles est de 25% (Ladjel et Abbou, 2014) (Ladjel et Abbou, 2016). Ce taux est susceptible d'augmenter à l'avenir, vu la forte acceptation des agriculteurs et l'augmentation des quantités de boues qui seront produites par les STEP urbaines estimées à 450000 tonnes par an à l'horizon 2022 (JL & Lorraine, 1977) (MRE, 2012). A titre de comparaison, la quantité de boues destinée à la valorisation en agriculture représente 60% en France, 90% en Wallonie, 70% au Luxembourg, et 67% au Danemark (Cabaret et al. 2002). La valorisation des boues et des eaux issues des STEP urbaines souscrit une dynamique participant à l'élimination de déchets encombrants dans les STEP, tout en tirant profit des substances contenues dans ses matières.

Nos observations, réalisées en milieu agricole, montrent que l'utilisation de la boue est présente et les avis exprimés vont dans le sens d'une acceptation et même d'une large utilisation. Cette option est justifiée par des expériences de terrain concluantes et dont certains résultats sont publiés dans les domaines agricole (Benmouffok, 1994) et sylvicole (Igoud, 2001).

Partie bibliographique

La contrainte de disponibilité des surfaces agricoles en mesure d'accueillir l'ensemble des boues est un facteur limitant pour la promotion de la voie de valorisation agricole. A cet effet, le conditionnement, la stabilisation du produit et le développement de technique de séchage et de granulation permettraient d'étendre l'épandage aux parcelles situées loin des STEP.

I.5.2 Incinération

Deux types d'incinérations sont à distinguer : d'une part l'incinération spécifique, qui utilise uniquement les boues, d'autre part La Co-incinération qui associe les boues à d'autres déchets.

I.5.2.1 L'incinération spécifique

Cette technologie ne connaît pas de développement spectaculaire à cause des coûts d'investissement dus aux normes strictes d'émission des rejets gazeux. D'autre part, seuls les procédés intégrant des schémas auto thermiques, c'est à dire où il ne faut pas dépenser d'énergie supplémentaire, sont intéressants du point de vue énergétique.

Les premières installations d'incinération remontent à 1966 (OTV Pyrofluid) et 1970 (Degremont). Il s'agissait de fours tubulaires rotatifs, aujourd'hui remplacés par des fours à lit fluidisé. La conception d'une unité d'incinération s'effectue sur la base de critères qui prennent essentiellement en compte la valorisation thermique : la chaleur sensible des fumées est ainsi récupérée (pour réchauffer l'air comburant et de fluidisation dans les cas des lits fluidisés, produire de la vapeur...).

Les derniers incinérateurs utilisent la combustion dans des lits fluidisés pour oxyder les boues à une température comprise entre 800 et 900 °C. Pour obtenir une opération auto thermique en lit fluidisé, il faut une siccité de 33 % (Furness et al. 2000) avec préchauffage par les gaz de combustion. Sans préchauffage, une siccité de 45 % est nécessaire. Les métaux lourds sont récupérés dans les cendres, qu'il est possible de qualifier de déchet ultime. Il faut cependant veiller à ce qu'ils ne soient pas facilement lixiviables avant de pouvoir stocker ces résidus en décharge en toute sécurité.

1.5.2.2 La Co-incinération

Dans ce cas, les boues sont incinérées dans des installations existantes, avec des ordures ménagères le plus souvent. C'est une solution simple et en général facilement réalisable à partir d'installations existantes. Les systèmes d'épuration des rejets gazeux à l'atmosphère sont souvent suffisants. Les problèmes posés sont ceux du stockage, du transport des boues et des capacités de traitement.

Voies de valorisation des cendres d'incinération des boues d'épuration :

Les cendres issues de l'incinération des boues d'épuration présentent un caractère Pouzzolanique (Davraz et Gunduz, 2005). Ceci ouvre la possibilité de les valoriser dans les matériaux de construction à condition de connaître leurs compositions afin de les comparer aux matériaux de base utilisés. Le remplacement d'une partie de ces matériaux par les cendres de boues calcinées permet de déterminer le taux de substitution optimum d'obtention d'un matériau fini avec au moins les mêmes performances que celui non substitué. De nombreux travaux antérieurs ont été menés dans ce sens en incorporant les cendres de boues résiduelles en tant qu'additif ou comme substituant d'une des matières premières en fonction des propriétés intrinsèques des cendres. Ce qui constitue une solution innovante qui permet non seulement de préserver les ressources naturelles mais aussi de réduire les coûts de revient de ces matériaux de construction dont la demande ne cesse d'augmenter.

1.5.3 Mise en décharge sur sites appropriés :

Le principal avantage de cette méthode est sa simplicité. Les inconvénients sont d'une part les mauvaises odeurs si les boues sont mal stabilisées, et d'autre part la présence de métaux lourds qui peuvent s'accumuler. Enfin, à terme, seuls les déchets ultimes seront acceptés dans les décharges. Il est également à noter que la mise en décharge à la mer est interdite en Europe depuis 1998. Enfin, cette solution ne donne en aucun cas une valeur ajoutée aux boues issues de stations d'épuration.

En Algérie, cette voie d'élimination figure dans le protocole de gestion des boues résiduelles urbaines, elle est même l'unique moyen de se débarrasser de ce déchet encombrant les aires limitées des STEP.

Cette solution perd progressivement de son intérêt pour des raisons financières et des problèmes environnementaux tels que l'émanation d'odeurs nauséabondes ainsi que l'entraînement d'éléments minéraux et organiques toxiques par les eaux superficielles et la contamination des nappes phréatiques (Looser et al. 1999; Marttinen et al. 2003).

I.5.4 La gazéification

Dans le cas de la gazéification, le carbone est converti en gaz grâce à une combustion partielle du carburant. La gazéification est une réaction endothermique et nécessite donc un apport de chaleur. Celui-ci est en général effectué par combustion partielle de la biomasse avec l'air ou l'oxygène de l'alimentation (Hamilton, 2000). Les gaz combustibles obtenus en sorti de réacteur sont ainsi dilué d'une part dans les produits de la combustion (CO₂) et d'autre part dans l'azote contenu dans l'alimentation, en oxydant.

I.6 Risques environnementaux liés aux boues

Les boues résiduaires urbaines peuvent contenir divers micro-organismes pathogènes et aussi des polluants métalliques et organiques à des teneurs nocives pour l'Homme et à l'environnement. Cependant, Chassande et al. (2000) notent qu'en 30 ans de pratique d'épandage, aucun accident portant directement atteinte à la santé publique n'a été recensé. L'application des boues sans mesures de protection, expose les agriculteurs et leur voisinage à des risques sanitaires via la manipulation directe ou l'inhalation des poussières.

L'épandage des boues sur les terres agricoles constitue également une voie d'introduction des contaminants organiques et inorganiques dans les sols et les nappes phréatiques capables d'altérer leurs qualités physiques, chimiques et biologiques (Lasheen et Ammar, 2009; Walter et al. 2006).

Partie bibliographique

I.6.1 Risques biologiques liés aux organismes pathogènes

Dans le cas des stations d'épurations à boues activées les processus d'épuration sont essentiellement basés sur le travail des micro-organismes. Ces derniers sont présents en abondance, mais seule une faible fraction est pathogène (Sahlström et al. 2004). L'état sanitaire de la population raccordée et des animaux vivant dans le réseau influencent la teneur et la nature des germes pathogènes présents dans les boues d'épuration au même titre que les rejets des abattoirs, des unités de santé et des unités agro-industrielles. Les procédés d'épuration biologiques n'ont qu'une efficacité limitée sur l'élimination des micro-organismes pathogènes : la digestion anaérobie mésophile permet un abattement des bactéries de l'ordre de 90 à 99%, ce qui est insuffisant pour prévenir le développement ultérieur des bactéries lors du stockage (Couturier et Galtier, 1999).

Des procédés d'hygiénisation sont préconisés tels que le compostage de la boue, le séchage et le traitement thermique à 108°C avant l'épandage.

I.6.2 Risques chimiques liés aux Eléments Traces Métalliques (ETM)

Les composés chimiques potentiellement toxiques susceptibles d'être rencontrés dans les boues sont les éléments traces métalliques (métaux et métalloïdes) et les composés traces organiques (HAP, Phthalat) (Trably, 2002). 70 à 90% des contaminants chimiques sont agrippés par les boues lors de l'opération d'épuration des eaux usées brutes (Chassande et al. 2000). La concentration des boues est fonction de la pollution des eaux usées brutes et de l'efficacité des différentes phases des traitements (procédé d'épuration, stabilisation, déshydratation) adoptés dans la station. Le transport des eaux usées dans des réseaux non séparatifs (unitaires), comme c'est en Algérie attribue la présence des ETM dans les eaux usées au ruissellement venant des voiries, des toitures, des chaussées, des canalisations et des rejets de certaines activités industrielles et artisanales (unités agroalimentaires, unités de soudures, lavage de pièces, etc). Les eaux de ruissellement des chaussées transportent des charges importantes de polluants (Legret, M. et al. 1997).

Partie bibliographique

La composition de la boue est déterminée par la qualité des eaux usées brutes qui dérive essentiellement des résidus d'excréments humains, de restes de nourritures et des produits de nettoyages.

En revanche, les boues d'origine industrielle sont marquées par les débits des effluents, la nature de l'activité, et peuvent évoluer en fonction du temps, du climat et d'autres facteurs d'ordre techniques (nature des réactifs, nombre et intensité des lavages).

A concentrations faibles, les métaux ont une action positive sur les réactions biologiques (processus enzymatique des micro-organismes), tandis qu'à concentration élevées ils deviennent inhibiteurs et même toxiques.

Les métaux ne sont pas tous toxiques, certains sont même utiles pour un déroulement normal de certaines fonctions vitales des organismes vivants. Ainsi, en fonction de leurs utilités, deux catégories de métaux peuvent être distinguées dans le milieu naturel : les éléments métalliques essentiels au développement des organismes vivants (Cu, Zn, Co, Fe, Mn, Ni, Cr, V, Mo, Se, Sn) (Sarazin et al. 2000), et les éléments non essentiels (Pb, Cd, Hg) toxiques aux organismes vivants (Laura et al. 2022).

I.6.3 Risques chimiques liés aux Composés Traces Organiques (CTO)

Les CTO regroupent des composés aliphatiques, aromatiques monocycliques ou aromatiques polycycliques. Les composés à risque environnemental, en raison de leur persistance, sont globalement les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), les polychlorobiphényles (PCB), les détergents et les pesticides. Les CTO sont peu solubles dans l'eau sont adsorbés à la surface des particules organiques constituant les boues. Les HAP proviennent de la combustion des carburants et arrivent aux STEP par le ruissellement (lavage et pluies) des chaussées et les écoulements de la voilerie. Malgré leur faible quantité, ces composés posent un problème environnemental, bien que dégradés par l'activité microbologique du sol, à concentration élevée, ils peuvent devenir toxiques pour les micro-organismes utiles pour les sols.

Ce type de pollution est encore difficile à quantifier : à l'heure actuelle, peu de résultats existent quant au transfert des CTO vers les plantes, les animaux et les Hommes, mais une réglementation encadrant ce domaine existe .Le risque de

Partie bibliographique

contamination des sols par les CTO peut se produire suite à l'épandage de boues résiduelles et l'irrigation. Cependant, les retombées atmosphérique et le ruissellement des eaux sont aussi des voies de contamination non négligeables dans l'environnement.

De plus, il semble que, pour les plantes cultivées, le risque de contamination soit plus important au niveau des feuilles (contact avec des particules atmosphériques) par déposition que par les racines (Hedjam, 2019). A cet effet, il convient de relativiser sur l'effet des boues et de considérer dans les études d'impacts l'ensemble des sources de contamination de l'environnement

I.7 Cadre réglementaire des boues en Algérie

La récente législation algérienne sur l'eau et l'environnement prend en compte la réutilisation des eaux usées mais n'intégrer aucunement les boues résiduelles. La réglementation fixant les spécifications des EUE est contenue dans les dispositions mises en place depuis 1993 (Décret Exécutif n° 93-160 du 10 juillet 1993, Décret Exécutif n°07/149 du 20 Mai 2007 et l'Arrêté Interministériel du 2 Janvier 2012) attribuant un rôle dans la limitation du déficit hydrique en période sèche, l'extension des surfaces agricoles irriguées, la sélection des cultures à irriguer, et fixant de même les modalités d'utilisation des eaux usées épurées sous forme de concession et de conventions entre producteurs (STEP) et utilisateurs (agriculteurs).

A ce titre les boues des stations d'épuration et l'ensemble des déchets domestiques sont principalement orientés vers les décharges et les CET sur la base des lois suivantes :

-Décret Exécutif 2001-19 du 12 Décembre 2001 relatif à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets qui oblige à trouver une solution au devenir des boues de STEP.

-Décret Exécutif 2006-104 de 28 février 2006 fixant la nomenclature des déchets qui classifie les boues de STEP comme des déchets spéciaux voire même dangereux en cas de présence des eaux d'origine industrielle.

Partie bibliographique

Globalement, la politique environnementale mise en place, dispose d'un programme national de gestion des déchets municipaux et des déchets spéciaux industriels et de santé (PNAGDEM). Les actions d'envergure nationales, consistent en l'éradication des décharges "sauvages" la mise en place de décharges publiques contrôlées et la construction de CET. Les déchets générés au niveau des agglomérations représentent 10.3M de tonnes par an, avec une proportion de 0.8 Kg/jour et par habitant. Le profil actuel des déchets municipaux est fortement organique, alors que le plastique, le papier et le textile sont dans des proportions voisines de 10%.

La forte proportion de matières organiques constitue un atout important pour l'intégration des déchets issus des villes dans les projets de valorisation à des fins agricoles. Composition des déchets municipaux en Algérie (Y Kehila, 2014). Le positionnement de l'Algérie en faveur d'un développement durable, a été renouvelé à plusieurs reprises notamment par l'adoption des recommandations de l'ensemble des conférences internationales (Rio de Janeiro en 1992 ; Kyoto en 1997 ; Johannesburg en 2002, Copenhague en 2009, Cop 21 en 2016). Par contre, l'instauration d'un cadre réglementaire stricte et contraignant en matière de recyclage agricole des boues a de la peine à se mettre en place pour fixer les modalités relatives aux procédures d'instructions et d'engagement d'un plan d'épandage des boues au sein des exploitations agricoles.

Tableau I-6: Teneurs indicatives des certains HAP dans les boues et demi-vie dans les sols

Composé	Teneurs indicative dans les boues (mg /Kg)	Demi-vie dans les sols
Naphtalène	10	20-50 jours
Fluoréne	2	30-60 jours
phénanthrène	5	20-200 jours
Anthracène	5	2-20 mois
Fluoranthéne	3	5-20 mois
Pyrène	3	1-5 ans
Chryséne	2	1-3 ans
Benzo(b)fluoranthéne	2	1-2 ans
Benzo(k)fluoranthéne	2	2-6 ans
Benzo(a)pyrène	4	2-20 mois

Tableau I-7: Valeurs limites françaises de concentration en HAP dans les boues et flux maximum dans les sols.

composés	Valeur limite dans les boues (mg/Kg)	Flux maximum cumulé apporté par les boues en 10 ans
Fluoranthène	5	7.5
Benzo(b)fluoranthène	2.5	4
Benzo(a)pyrène	2	3

Matériels et méthodes

II.1 Introduction

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

De ce fait, ce chapitre présente dans un premier temps la situation géographique de la station d'épuration de Sidi Merouane. Suivie par une description des boues avec la préparation de l'échantillon ; terminer par une présentation des différents protocoles et techniques expérimentales utilisés.

II.2 Description de la station de Sidi Merouane

La station d'épuration de Sidi Merouane située à 12Km du Nord –Ouest de la Wilaya de Mila Algérie. Sa mise en service a été effectuée le 20/08/2009 avec une capacité 137000 EQ.

Cette station est destinée à épurer les eaux usées rejetées juste en amont du barrage Béni Haroun en vue de pallier aux problèmes de pollution du milieu récepteur. L'objectif essentiel de cette station est de protéger le barrage de Béni Haroun contre le phénomène de pollution, sachant que ce barrage est destiné à l'alimentation d'eau potable de six wilayas de l'Est de l'Algérie : Mila, Constantine, Batna, Jijel, Oum El bouaghi et Khenchela.

Le procédé d'épuration utilisé est le traitement par boues activées à faible charge.



Figure II.1: La situation géographique de la station d'épuration des eaux usées Sidi Merouane.

II. 3 Echantillonnage

Les boues étudiées dans cette thèse proviennent de la STEP des eaux usées urbaines qui se situe au niveau de la commune de sidi Merouane.

Les prélèvements ont été effectués manuellement dans des boites en plastique pour la caractérisation.

Durant les quatre années 2015-2016-2017-2018, des prélèvements ont été effectués chaque année dans la même période pour suivre les changements relatifs aux compositions chimiques de la boue de sidi Merouane. En plus quatre saisonnières durant l'année 2018-2019 (printemps : Mai, été : Août, automne : Novembre, hiver : Février).

Un échantillonnage a été effectuée en novembre 2017 ; ce prélèvement par la suite du travail va subir un traitement thermique à différentes températures.

- **Préparation des échantillons aux analyses**

Tous les prélèvements ont été effectués manuellement dans les lits de séchage pour la caractérisation. Ils ont une texture pâteuse avec des odeurs détestables et de couleur

gris foncé. Après le séchage complet à l'air, ils ont finement broyé à l'aide d'un Broyeur planétaire à billes PM 100 afin d'obtenir une poudre homogène.

Au cours de ce travail tous les paramètres sont étudiés sur les boues séchées et bien broyées ; sous forme de poudre pour les analyses spectrales ou sous forme extrait pour les autres analyses.

Pour l'analyse de la fluorescence X, concernant tous les échantillons, une prise de l'ordre de 10 g d'échantillon et un diamètre de 30 mm a été réalisé sous forme de pastille.

La première partie du travail expérimental consiste à caractériser les boues issues des quatre années successives 2015-2016-2017-2018. C'est une caractérisation par la fluorescence X combiné par une analyse comparative pour suivre les changements observés pendant ces quatre années. Dans le même but, des caractérisations saisonnières plus profondes de l'année 2018-2019 ont été effectuées pour confirmer la stabilité de ce site de travail.

Dans la seconde partie de cette thèse les boues prélevées en 2017, préalablement séchées et broyées, vont subir des traitements thermiques (calcination) à différentes températures. Les échantillons traités seront caractérisés et comparés avec la boue séchée non traitée afin de suivre et de mieux comprendre les différents changements et transformations observés pendant le processus de combustion.

Dans un four à moufle de marque WiseTherm Daihan scientifique la calcination de six échantillons séchés a été effectuée dans des creusets en porcelaine. L'augmentation de la température est linéaire et s'accomplit à une vitesse de 20°C/min jusqu'aux températures désirées : 550°C, 700°C, 750°C, 800°C, 1000°C et 1100°C. A ces températures, la calcination de la boue est maintenue pour une durée de 3 heures. L'objectif de la calcination à différentes températures est de déterminer la ou les températures optimales pour une valorisation adéquate des cendres obtenues dans les matériaux cimentaires.

II.4 Techniques expérimentales : Analyses physicochimiques

II.4.1 L'analyse granulométrique par tamisage

L'analyse granulométrique permet de déterminer et d'observer les différents diamètres de grains qui constituent un granulat. Cette dernière a été effectuée à l'aide d'une tamiseuse de marque Retsch.

L'expérience consiste à classer les différents grains constituant l'échantillon en utilisant une série de tamis, emboîtés les uns sur les autres, dont les dimensions des ouvertures sont décroissantes du haut vers le bas. Le matériau étudié est placé en partie supérieure des tamis et le classement des grains s'obtient par vibration de la colonne de tamis. La vibration fait descendre les grains au travers des tamis jusqu'à ce qu'ils soient bloqués par le tamis de la maille correspondante au diamètre du grain. Les masses cumulées des différents refus sont exprimées en pourcentage par rapport à la masse initiale de l'échantillon de granulat. Les pourcentages ainsi obtenus sont exploités soit numériquement soit graphiquement. Cela permet d'observer la proportion de refus cumulé ou de tamisage jusqu'à un diamètre de grain par rapport au granulat (Dodds et Baluais, 1993).

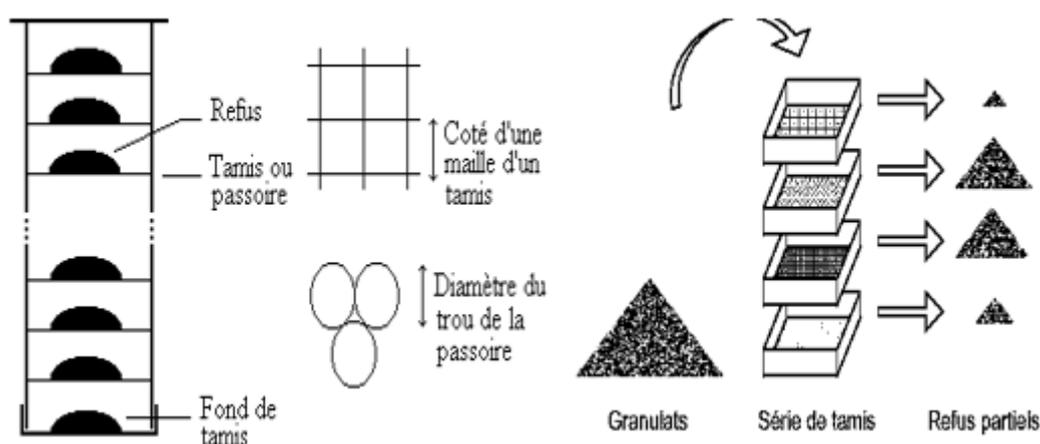


Figure II.2: Opération de tamisage.

Après tamisage, chaque tamis possède refus :

- Pourcentages refus cumulés **R (%)**: Les poids des refus sont cumulés, c'est-à-dire qu'au poids p_1 du premier refus on rajoute le poids du refus 2, le calcul est donné par la relation suivante :

$$R (\%) = (100 \cdot R) / M$$

R : La masse de Refus cumulés (g)

M : La masse totale de l'échantillon exprimée en kg

- Pourcentage de tamisât **Ts (%)** : est donné par la relation suivante :

$$Ts (\%) = 100 - R(\%)$$

II.4.2 Masse volumique apparente (ρ_a), masse volumique réelle (ρ_r) et porosité (ε)

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

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

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

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

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

La masse volumique réelle est le rapport de la masse par le volume occupé par le solide. Sa détermination se fait à l'aide un pycnomètre à eau conformément à la norme NF ISO 11508. Le principe de mesure repose sur la détermination de la différence de masse entre le volume de l'échantillon sec étudié et celui d'un fluide inerte (l'eau) dans lequel il est immergé. Un échantillon sec est pesé et introduit dans un pycnomètre à demi plein d'eau. Le remplissage est complété avec de l'eau distillée et le pycnomètre est pesé. Enfin le pycnomètre est vidé, rempli seulement d'eau distillée puis pesé.

La masse volumique réelle est exprimée par l'équation suivante :

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

Où : m_{ech} est la masse de l'échantillon sec (en g) ;

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

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

ρ_e est la masse volumique de l'eau (en g/cm³).

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

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

II.4.3 Détermination de la conductivité électrique (CE)

La conductivité électrique constitue une approximation de la concentration des sels solubles présents dans l'échantillon. Les mesures sont réalisées en solution, à l'aide d'un conductivimètre 4510 Conductivitymeter, en s'appuyant sur la norme NF ISO 11265. 20 g d'échantillon sont pesés dans un flacon en polyéthylène auquel sont ajoutés 100 ml d'eau distillée. Le mélange est agité pendant 30 min puis filtré directement et la conductivité électrique est mesurée dans le filtrat obtenu.

II.4.4 Matières volatiles (MV)

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

Une calcination dans un four à moufle à 550°C ± 25°C pendant 2h du résidu sec a été réalisée. La connaissance des masses avant et après calcination permet de calculer le pourcentage massique de matières volatiles rapportées à la matière sèche selon la formule :

$$MO(\%) = 100 \times (P_s - P_c) / P_s$$

Ps: Poids de l'échantillon sec Pc: Poids de l'échantillon après calcination

II.4.5 Mesure du potentiel d'hydrogène (pH)

Les mesures du pH sont effectuées en milieu aqueux suivant à la norme NF EN 12176 à l'aide d'un pH mètre JENWAY 3510 pour tous les échantillons.

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

II.4.6 Détermination de la perte au feu (PAF)

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

II.4.7 Mesure de la demande chimique en l'oxygène DCO et l'azote nitrique

Pour la quantification de l'azote et le carbone nous avons procédé à une extraction. L'extraction a été réalisée par agitation de 5g de boue dans 50ml d'eau bidistillée durant 2 heures. On prend 1ml de la solution obtenue après centrifugation et complété à 50ml par l'eau bidistillée, la solution obtenue a servie pour la détermination de la demande chimique en oxygène (DCO), et la concentration de l'azote nitrique.

II.4.7.1 Mesure de la demande chimique en l'oxygène DCO

La demande chimique en oxygène (DCO) est la quantité d'oxygène consommée par les matières existant dans l'eau et oxydables dans des conditions opératoires définies.

Le dosage de la matière organique est effectué par l'intermédiaire d'une oxydation chimique (méthode de demande chimique en oxygène DCO). Son principe repose sur l'oxydation à chaud en milieu sulfochromique de la matière organique pendant 2 heures. Le DCO-mètre utilisé est de marque Hach model 45600. Le spectrophotomètre est de marque Hach DF/2000.

Un bloc chauffant à 1500C, à 16 postes, pouvant être remplacé par tout autre système équivalent capable de recevoir des tubes bouchés avec joint téflon SVL 16 x 100, afin de mesurer l'évolution de la matière organique.

II.4.7.2 Dosage de l'azote nitrique ($N-NO_3^-$)

Les nitrates sont dosés par colorimétrie. En présence de salicylate de sodium les nitrates donnent du paranitro-salicylate de sodium, coloré en jaune et susceptible d'un dosage spectrophotométrique à 420 nm. La mesure de la densité optique à été réalisée par un spectrophotomètre UV visible de marque JENWAY

II.5 Analyses spectrales

II.5.1 Fluorescence de rayons X (FRX)

La spectrométrie de fluorescence atomique, appelée encore spectrométrie de fluorescence X, est une technique d'analyse qualitative et quantitative très répandue. Elle permet d'identifier et de doser tous les éléments à partir du carbone, parfois à l'état de trace, dans des échantillons très divers : liquides, alliages, poudres, céramiques. Elle repose sur l'émission d'un rayonnement caractéristique par les atomes après ionisation.

L'analyse de la composition chimique a été réalisée à l'aide d'un spectromètre de fluorescence X de marque Panalytical Epsilon 3 d'une puissance de 9 watts, piloté par le logiciel Omnian. Une prise de l'ordre de 10 g d'échantillon a été analysée sous forme de pastille à l'aide d'une presse à pastiller PP25 Restch.

II.5.2 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

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

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

L'identification des fonctions chimiques, principalement organiques et les éléments mal cristallisés a été faite par un spectromètre à transformée de Fourier FTIR de marque Irapinity-1S Shimadzu.

II.5.3 Diffraction des rayons X (DRX)

L'analyse minéralogique par diffraction des rayons X permet l'identification et la mise en évidence des différentes phases solides cristallisées. Les échantillons analysés sont sous forme de poudre. Le principe de cette méthode consiste à bombarder le matériau par un faisceau de rayons X monochromatique produit par une anticathode de cuivre. L'analyse des faisceaux diffractés, générés suite à l'irradiation, se traduit par un diffractogramme propre à la matrice.

La détermination des phases minéralogiques au sein des boues a été faite par un diffractomètre panalytical X'pert-PRO ($\text{CuK}\alpha = 1.5406\text{ \AA}$; 45Kv ;40mA). Tous les spectres ont été enregistrés dans la plage de 5° à 80° en utilisant une anode en cuivre (Cu).

Les données de diffraction ont été analysées à l'aide du logiciel Panalytical X'Pert High Score Plus. Les phases cristallines obtenues ont été comparées par les modèles enregistrés dans la base de données du logiciel COD 2013 (Crystallography Open Database).

II.5.4 Analyse thermogravimétrie DSC-TG

Une analyse thermogravimétrie TG couplée par calorimétrie différentielle à balayage DSC a été effectuée pour déterminer le caractère thermique. Un analyseur thermique simultané de la SDT Q600 V20.9 Build 20 a été utilisé pour mesurer à la fois les flux

de chaleur et la masse de l'échantillon en fonction de la température et du temps dans une atmosphère contrôlée.

Pour toutes les analyses thermogravimétriques TG/DSC, environ 16.6 mg de l'échantillon a été placé dans un creuset d'alumine et chauffé à partir de la température ambiante jusqu'à 1500°C.



Spectrophotomètre UV visible
JENWAY



DCO mètre
Hach DF/2000



pH mètre
JENWAY 3510



Tamiseuse
Retsch



Four à moufle
Wise Therm Daihan Scientific



Conductivimètre
4510



Spectromètre FTIR
Iraffinity-1S Shimadzu



Spectromètre de FRX
Panalytical Epsilon 3



Diffractomètre
panalytical X'pert-PRO

Figure II.3: Matériels utilisées

Résultats et discussion

Partie I : Étude comparative de la boue de Mila au cours des années 2015- 2016- 2017- 2018

Dans ce travail nous sommes appuyés sur une analyse comparative de la boue de Mila à partir du 2015 jusqu'au 2018 ; les prélèvements font chaque année dans la même période pour suivre les changements relatifs aux compositions chimiques de la boue pendant ces quatre années. L'utilisation de la fluorescence X est appropriée pour déterminer la concentration de tous les éléments présents dans les boues de Mila.

I.1 Caractérisation des boues prélevées au cours des années 2015-2016-2017-2018 par la spectroscopie fluorescence X

L'analyse par fluorescence des rayons X indique la présence de différents éléments dans les boues sous forme des oxydes. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau I-8.

Tableau I-8: les teneurs des oxydes présents dans la boue

Eléments %	Année 2015	Année 2016	Année 2017	Année 2018
MgO	1.608	4.033	4.860	3.547
Al ₂ O ₃	7.401	10.035	8.683	8.886
SiO ₂	24.215	27.891	23.131	22.429
P ₂ O ₅	1.642	2.734	4.819	3.099
SO ₃	1.414	2.560	4.038	3.028
K ₂ O	3.315	3.366	4.261	3.059
CaO	39.673	33.504	35.889	39.776
TiO ₂	1.264	0.789	0.853	0.909
V ₂ O ₃	0.032	0.017	0.017	0.017
Cr ₂ O ₃	0.057	0.384	0.101	0.037
MnO	0.087	0.083	0.068	0.080
Fe ₂ O ₃	17.315	11.243	9.830	11.467
NiO	0.020	0.014	0.010	0.013

Résultats et discussions

CuO	0.050	0.041	0.059	0.065
ZnO	0.252	0.179	0.271	0.261
As ₂ O ₃	0.021	3.366	0.022	0.013
SeO ₂	0.003	33.504	0.002	0.003
Rb ₂ O	0.030	0.016	0.015	0.018
SrO	0.316	0.184	0.198	0.280
ZrO ₂	0.046	0.031	0.034	0.033
In ₂ O ₃	0.236	1.629	1.727	1.875
BaO	0.108	0.050	0.045	0.083
Eu ₂ O ₃	0.039	0.000	0.013	0.015
PbO	0.031	0.021	0.031	0.031
Cl	0.785	0.294	0.276	0.356
Br	0.028	0.022	0.017	0.028
Na ₂ O	1.608	0.842	0.723	0.590

Les éléments présents dans notre boue sont répartis en trois classes : des éléments fertilisants, des éléments majeurs, des éléments traces métalliques.

I.1.1 Les éléments fertilisant

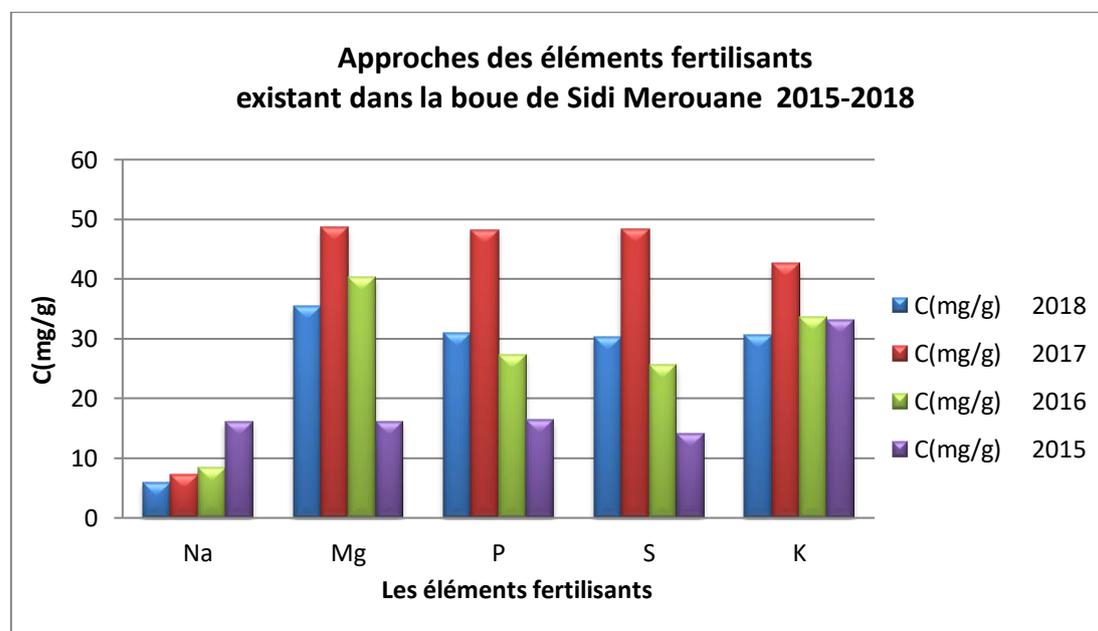


Figure I.4: Approches des éléments fertilisants existant dans la boue de Sidi Merouane 2015-2018

Résultats et discussions

Nous avons remarqués que les concentrations de magnésium (Mg), phosphore (p), le soufre (s) et le Potassium K ont été plus élevées en 2017. Ainsi, en 2015 les concentrations en Na, Mg, P et S sont presque identiques par contre la concentration en K est plus élevée. La présence des éléments fertilisants dans les boues est due à l'utilisation des détergents dans les ménages et l'utilisation des engrais en agriculture. En revanche, la présence de ces éléments fertilisants dans notre boue peuvent couvrir, en partie ou en totalité, les besoins des cultures.

I.1.2 Les éléments de concentrations majeurs

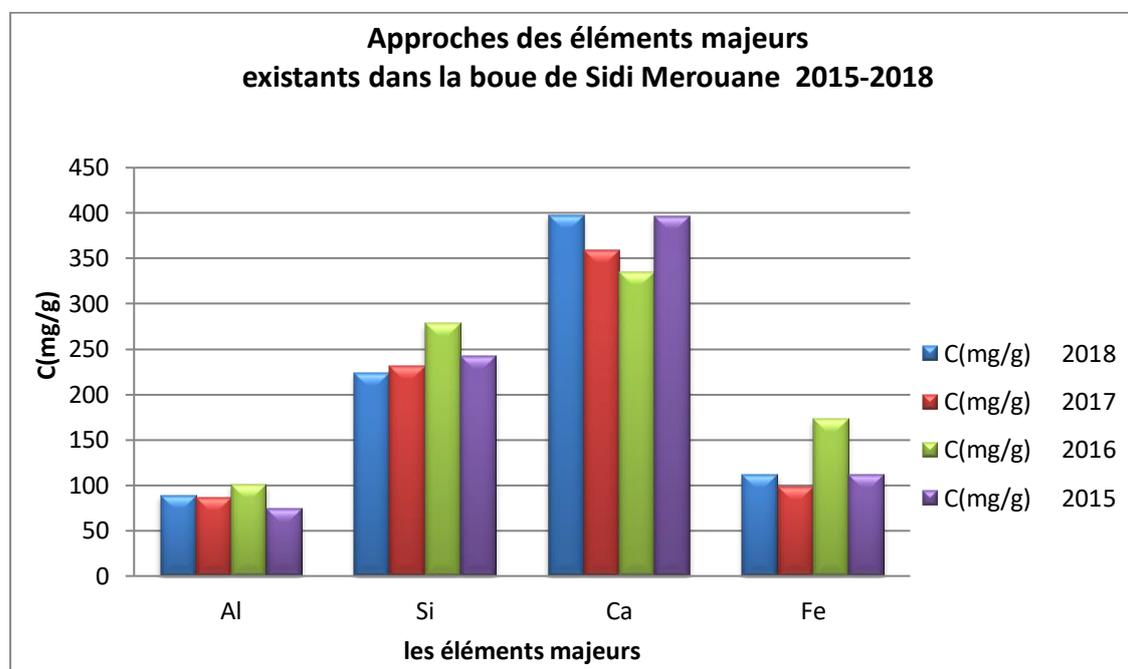


Figure I.5: Approches des éléments majeurs existants dans la boue de Sidi Merouane 2015-2018.

Nous avons observé que la concentration du calcium (Ca) la plus forte a été enregistrée en 2018 et 2015, ainsi la présence du Si avec des teneurs plus élevées dans les quatre années par rapport au Fe et Al. Ceci explique la dureté des échantillons de boues et leur difficulté de broyage.

La présence des éléments suivants : Ca, Si, Fe, Al avec des teneurs importants, est dû à l'érosion des sols (terre, sable, argile) par la pluie qui achemine ces éléments via les

Résultats et discussions

eaux usées vers le réseau d'assainissement unitaire et se retrouvent ainsi, après traitement dans la station d'épuration dans les boues.

I.1.3 Les éléments trace métalliques :

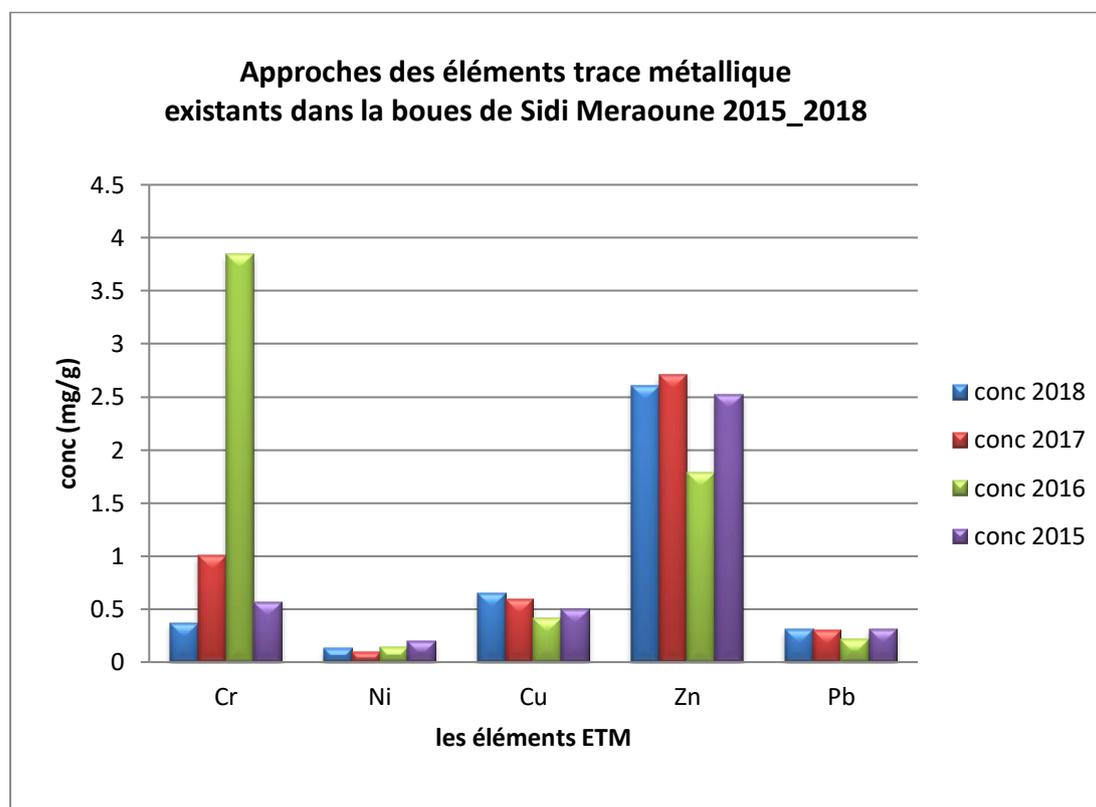


Figure I.6 : Approches des éléments trace métallique existants dans la boue de Sidi Merouane 2015_2018

La concentration de Chrome a été significativement plus élevée en 2016, cet élément provient dans les textiles, les pigments et peintures, les engrais. Parallèlement, les concentrations en Ni, Cu, Zn et Pb sont stables au cours des quatre années.

Beaucoup de métaux comme le cadmium, le chrome, le cuivre, le fer, le plomb, le manganèse, le mercure, le nickel et le zinc sont présents naturellement à l'état de traces dans les eaux du robinet c'est pourquoi ils peuvent également se trouver dans les boues résiduaires. Le cuivre, le zinc, le fer, le cobalt, le manganèse et le molybdène proviennent de la consommation alimentaire humaine (Gagnon et Saulnier, 2003). La plus grande source de cuivre est l'eau du robinet et les eaux qui ruissellent sur les toitures, alors que la présence de zinc est due aux matériaux

Résultats et discussions

galvanisés et aux eaux de lavage des voitures. Le nickel utilise dans les carburants, les engrais, les raffineries et les agents de catalyse.

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

D'après une comparaison entre les concentrations des ETM dans les échantillons avec les valeurs limités par la norme Algérienne NA 17671 (tableau I-9), on constate qu'ils sont loin d'être pollués, ils contiennent des teneurs acceptables en métaux lourds. Par ailleurs, la teneur en Chrome dans les boues produites en 2016 est très élevée.

Tableau I-9: Les valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671 et flux limites sur 10ans en ETM apportées par les boues

éléments	NA 17671 (mg /kg MS)	Flux limite régl française Arrêté 08 /01/98 Kg/ha/10 ans
Cu	1000	15
Cr	1000	15
Ni	200	3
Zn	3000	45
Pb	800	15
Zn+Cr+Cu+Ni=	4000	----

I.2 Conclusion

L'analyse qualitative des boues prélevées au cours des années 2015-2016-2017-2018 par la spectroscopie de fluorescence X indique la présence des éléments suivants : Ca, Si, Fe, Na, Al, P, S, K, Mg, Ti, Cl, Zn, Sr, Ba, Zr, Cu, Mn, Pb, Cr, As, Ni, V, Br, Rb, Se, In, Eu. L'analyse indique aussi la présence des ETM avec des teneurs inférieures à la norme NA 17671. Donc, le site de sidi Merouane est stable pendant les quatre années étudiées.

Partie II : Caractérisation saisonnière des boues de la STEP de Sidi Merouane

II.1 Introduction

Dans cette partie du chapitre ont montrés les résultats des différents essais expérimentaux physiques et chimiques, accompagnés de leurs interprétations, relatifs à la caractérisation saisonnière des boues générées au niveau de la STEP de Sidi Merouane en les comparants avec des boues de même catégorie. L'objectif est d'obtenir une meilleure connaissance globale des propriétés de ce déchet et de recueillir un maximum d'informations utiles permettant de leur identifier un traitement adéquat.

II.2 Echantionnage

Les boues étudiées dans cette partie proviennent de la station d'épuration des eaux usées qui se situe au niveau de la ville de Sidi Merouane Mila. Les prélèvements ont eu lieu dans les quatre saisons : Printemps (Mai 2018), Eté (Août 2018), Automne (Novembre 2018) et Hiver (Février 2019).

Quand la préparation de l'échantillon est finie on a utilisé des différentes techniques pour les caractérisées.

II.3 Caractérisation Physique chimique

II.3.1 Matières volatiles (MV)

Le taux de matières volatiles pour les quatre saisons est récapitulé sur le tableau suivant

Tableau II-1: Teneurs en matière volatile des boues saisonnières

échantillons	Mai 2018	Août 2018	Novembre 2018	Février 2019
MV%	51.7	50.97	44.1	50.7

Résultats et discussions

La teneur en matières volatiles permet d'indiquer le taux de matière organique contenu dans l'échantillon considéré. Cette quantité influe sur la mobilisation des certains polluants précisément les métaux lourds. Plus que la teneur en matière volatile est important plus que la rétention de métaux lourds est favorable (Durand, 2003).

Les pourcentages de matières volatiles de boues saisonnières sont moyens allant de 44.1% à 51.7% .c'est un signe de richesse en matière organique des boues étudiées.

D'après les résultats obtenus, le taux en matière volatile le plus élevé a été enregistré le mois de mai ; par contre le pourcentage le plus faible est enregistré le mois de novembre. Ceci est dû aux quantités importantes de pluie durant le mois de Mai 2018. Le climat de la zone d'étude est de type méditerranéen semi aride. Les précipitations annuelle son de près de 750 mm par an au nord et de 400 mm par an au sud est restent assez irrégulières selon les années et selon les saisons.

II.3.2 Perte au feu (PAF)

La perte au feu à 1000°C permet l'oxydation de la matière organique, la décomposition d'autres éléments, l'élimination de l'humidité résiduelle ainsi l'eau de constitution des minéraux argileux.

Les résultats obtenus des boues prélevées durant les quatre saisons sont regroupées sur le tableau II.2.

Tableau II-2: Pertes au feu pendant les quatre saisons

échantillons	Mai 2018	Août 2018	Novembre 2018	Février 2019
PAF %	59.5	59.5	52.5	55

Les teneurs des pertes au feu des boues saisonnières variant entre 52.5% et 59.5% et elles sont proches à celle des teneurs en matières volatiles. Ce qui signifie que la PAF est due principalement à l'oxydation de la matière organique.

Résultats et discussions

II.3.3 Potentiel d'hydrogène pH

Les mesures du potentiel de l'hydrogène des boues saisonnières sont rassemblées dans le tableau II-3 suivant :

Tableau II-3: Valeurs de pH des boues saisonnières

Echantillons	Mai 2018	Août 2018	Novembre 2018	Février 2019
PH	7.7	7.4	7.45	7.2

Les valeurs des pH des boues saisonnières sont neutres allant de 7.2 et 7.7, par conséquent, ces boues sont typiquement des boues produites lors du traitement des eaux usées urbaines.

Les pH mesurés sont similaires à ceux trouvés dans la littérature (F. Benoudjit.2016).

Tableau II-4 : Les valeurs de pH de quelques travaux trouvés dans la littérature

Références	Pays	pH (boues séchés)
Zhen et al. 2012	Chine	6.7
Zorpas et al. 2011	Chypre	7.0
Tsadila et al. 2009	Grèce	6.8
Moreno-Caselles et al, 2006	Espagne	6.3
Azni et Katayon, 2002	Malaisie	6.2
Tamoutsidis et al. 2002	Grèce	7.05

II.3.4 Conductivité électrique

La conductivité électrique des boues saisonnières (Tableau II-5) varie entre une minimum 1.328mS /cm à 25°C au mois de mai 2018 et un maximum de 2.4mS /cm à 25°C enregistré au mois d'Août 2018. Ceci est dû à la consommation importante d'eau durant l'été.

Tableau II-5: La conductivité électrique des boues saisonnières

Echantillon	Mai 2018	Août 2018	Nov 2018	Février 2019
CE (mS /cm)	1.328	2.4	2.38	1.554
CE (mg/l)	797	1453	1449	929

Résultats et discussions

II.3.5 Masse volumique apparente et réelle et la porosité

Les valeurs de la masse volumique apparente, de la masse volumique réelle et de la porosité pour chaque échantillon sont rapportées au tableau II-6.

Tableau II- 6: Les masses apparentes, réelles et porosités des boues saisonnières.

	ρ_a (g/cm ³)	ρ_r (g/cm ³)	ε (%)
Mai 2018	0.82	1.8	54.44
Aout 2018	0.76	1.66	54.22
Nov 2018	0.76	1.58	51.90
Fév 2019	0.81	1.36	40.44

Les masses volumiques apparentes et réelles sont faibles, elles varient entre 0.76g/cm³- 0.82 g/cm³ et 1,36 g/cm³- 1,8 g/cm³respectivement. Cependant les pourcentages de porosité sont importants qui varient entre 40.44 à 54.44%.

Ces masses volumiques relativement faibles sont probablement dues à la présence de matière organique dans nos échantillons.

En outre, une diminution de la masse volumique amène une augmentation de la porosité.

Ces résultats permettent de conclure que la légère variation de la masse volumique dans la boue au cours de quatre saisons est un indice de sa stabilité structural. (M. Fullen.1985)

II.3.6 L'analyse granulométrique

La représentation graphique de l'analyse granulométrique permet de déterminer les différents diamètres de grains qui constituent nos échantillons.

Les résultats obtenus pour les quatre échantillons saisonniers sont représentés ci-dessous.

Tableau II-7: Les pourcentages des masses refus cumulés et les masses de tamisât de boue de mois de Mai 2018

Ouverture des tamis en mm	Masse de refus en grammes	Pourcentage refus cumulé	Masse cumulé (tamisât)	Pourcentage de tamisât
d>0.71	0.118	0.053	0.118	0.053
0.5<d<0.71	0.467	0.208	0.585	0.261

Résultats et discussions

0.355<d<0.5	54.08	24.157	54.665	24.420
0.315<d<0.355	16.64	7.433	71.305	31.852
0.25<d<0.315	25.833	11.539	97.138	43.391
0.125<d<0.25	50.947	22.758	148.085	66.149
0.063<d<0.125	32.98	14.732	181.065	80.882
d<0.063	39.21	17.515	220.275	98.398
		98.395%		

d	% refus	% cumulé
0.71	0.053	0.053
0.605	0.208	0.261
0.427	24.157	24.42
0.335	7.433	31.852
0.282	11.539	43.391
0.187	22.758	66.149
0.094	14.732	80.882
0.0315	17.515	98.396

Masse initiale de l'échantillon Mai 2018 : 223.864g

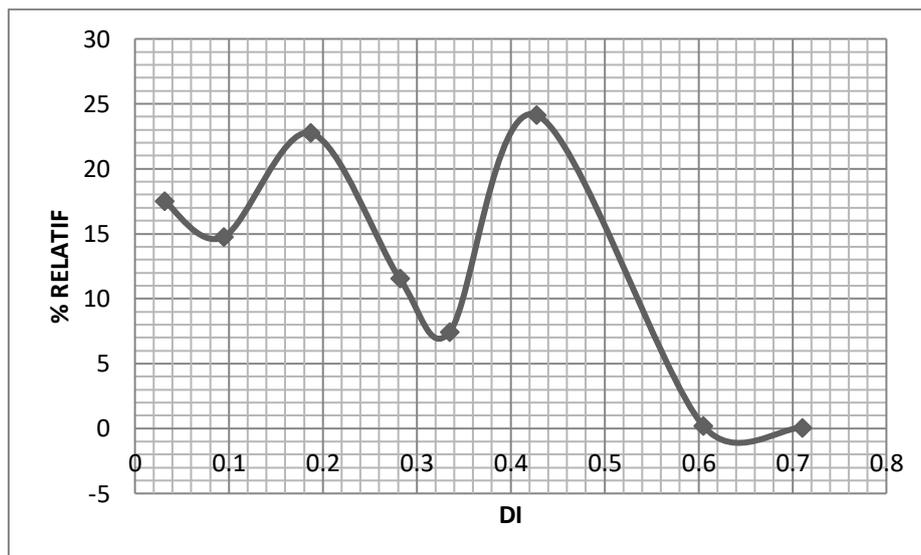


Figure II.4: La courbe granulométrique différentielle Mai 2018.

Résultats et discussions

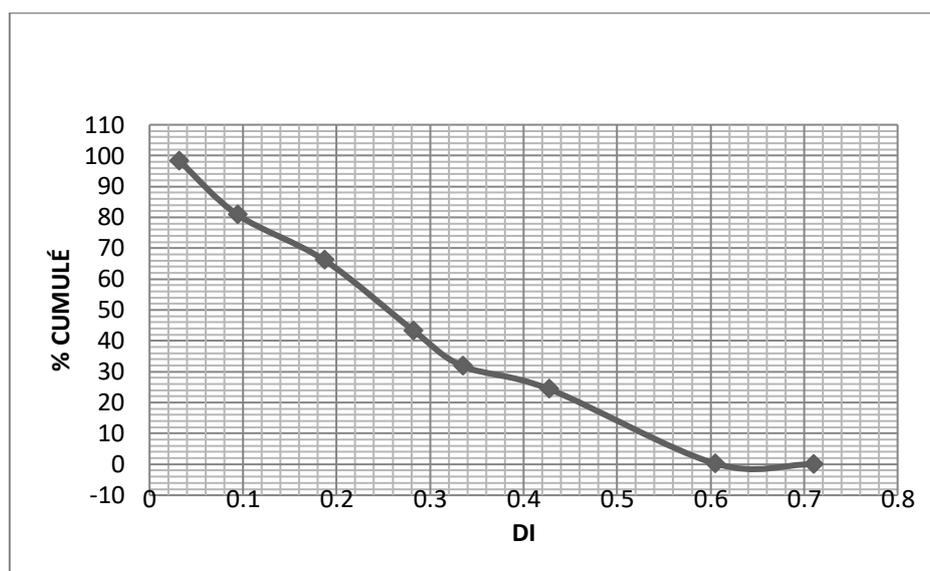


Figure II.5: La courbe granulométrique cumulée Mai 2018.

Tableau II-8: Les pourcentages des masses refus cumulés et les masses de tamisât de boue de mois de Août 2018

Ouverture des tamis en mm	Masse des refus (gr)	Pourcentage refus cumulé	Masse cumulé (tamisât) en gr	Pourcentage cumulé (tamisât)
d>0.71	0.34	0.1353	0.34	0.1353
0.5<d<0.71	0.548	0.2180	0.888	0.3533
0.355<d<0.5	42.42	16.877	43.308	17.231
0.315<d<0.355	22.749	9.0511	66.057	26.282
0.25<d<0.315	29.18	11.611	95.237	37.892
0.125<d<0.25	62.43	24.839	157.667	62.730
0.063<d<0.125	35.47	14.112	193.137	76.843
d<0.063	52.49	20.884	245.627	97.73
		97.73%		

d	% refus	% cumulé
0.71	0.1353	0.1353
0.605	0.2180	0.3533
0.427	16.877	17.231
0.335	9.0511	26.282

Résultats et discussions

0.282	11.611	37.892
0.187	24.839	62.730
0.094	14.112	76.843
0.0315	20.884	97.73

Masse initiale de l'échantillon Août 2018 : 251.34g

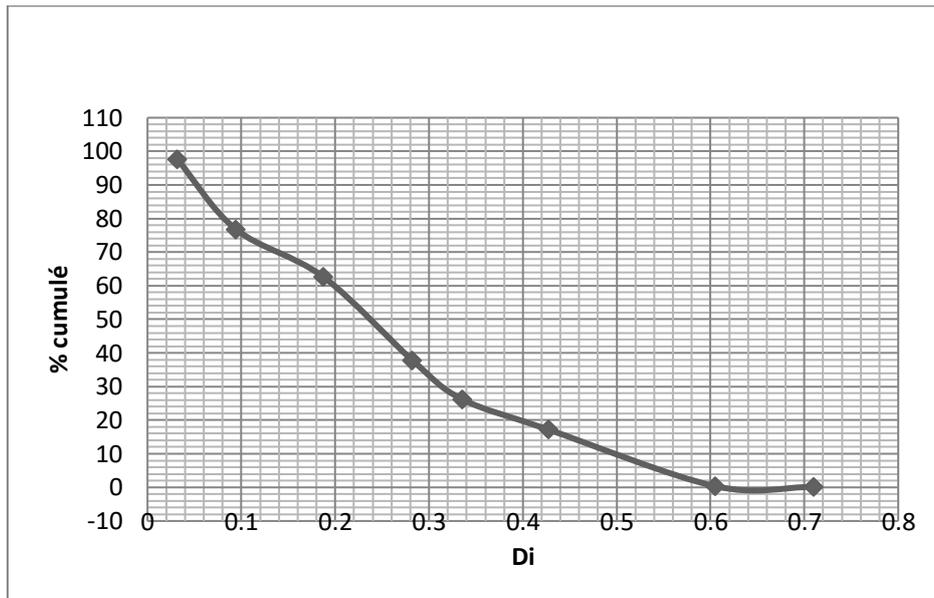


Figure II.6: La courbe granulométrique cumulée Août 2018.

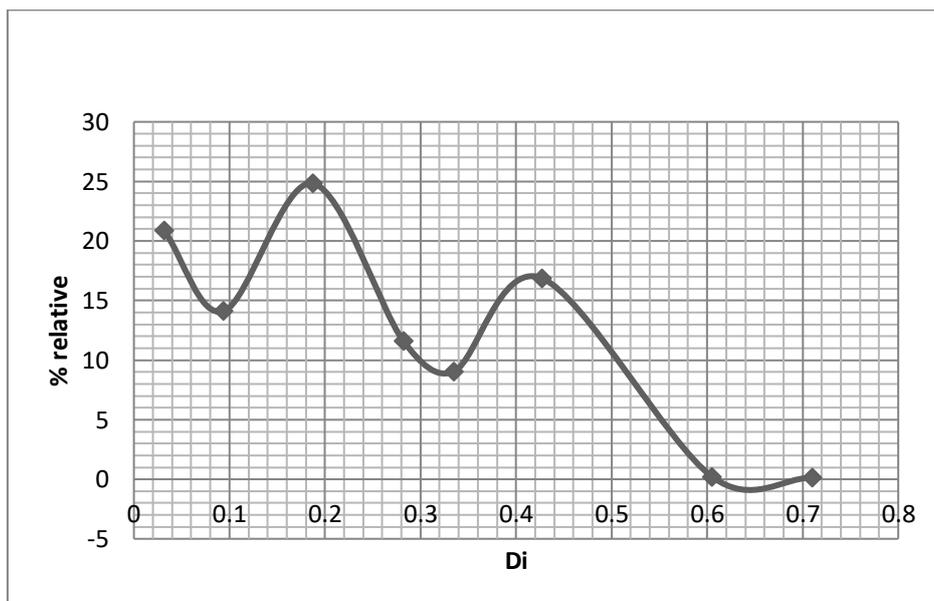


Figure II.7: La courbe granulométrique différentielle Août 2018.

Résultats et discussions

Tableau II-9: Les pourcentages des masses refus cumulés et les masses de tamisât de boue Novembre 2018

Ouverture des tamis en mm	Masse des refus (gr)	Pourcentage refus cumulé	Masse cumulé (tamisât) gr	Pourcentage cumulé (tamisât)
d>0.71	0.266	0.123	0.266	0.123
0.5<d<0.71	1.246	0.577	1.512	0.7
0.355<d<0.5	46.216	21.396	47.728	22.096
0.315<d<0.355	15.69	7.264	63.418	29.36
0.25<d<0.315	23.636	10.942	87.054	40.3
0.125<d<0.25	61.422	28.436	148.476	68.74
0.063<d<0.125	33.672	15.588	182.148	84.33
d<0.063	25.87	11.977	208.018	96.3
		96.3%		

d	% refus	% cumulé
0.71	0.123	0.123
0.605	0.577	0.7
0.427	21.396	22.096
0.335	7.264	29.36
0.282	10.942	40.3
0.187	28.436	68.74
0.094	15.588	84.33
0.0315	11.977	96.3%

Masse initiale de l'échantillon Novembre 2018 : 216g

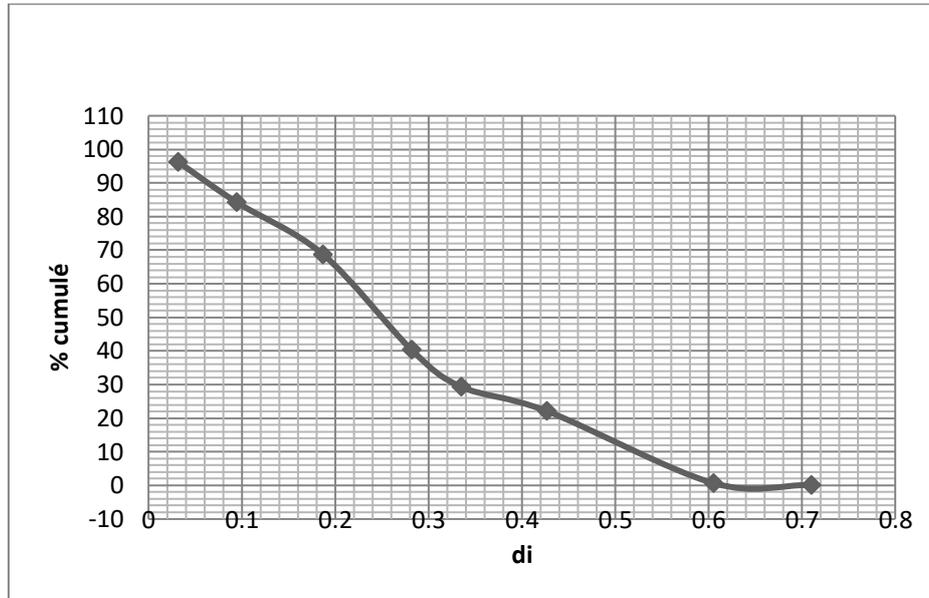


Figure II.8: La courbe granulométrique cumulée Nov 2018.

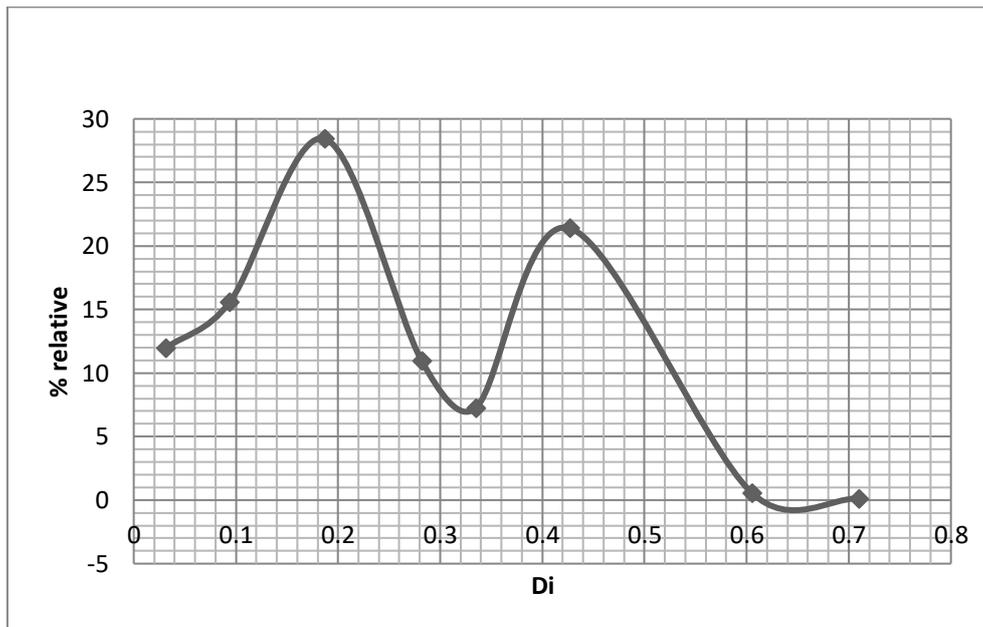


Figure II.9: La courbe granulométrique différentielle Nov 2018

Tableau II-10: Les pourcentages des masses refus cumulés et les masses de tamisât de boue Février 2019

Ouverture des tamis en mm	Masse des refus (gr)	Pourcentage refus cumulé	Masse cumulé (tamisât) gr	Pourcentage cumulé (tamisât)
d>0.71	0.372	0.1759	0.372	0.1759
0.5<d<0.71	0.558	0.2639	0.93	0.4398

Résultats et discussions

0.355<d<0.5	45.43	21.483	46.36	21.92
0.315<d<0.355	16.097	7.612	62.457	29.53
0.25<d<0.315	22.788	10.776	85.245	40.31
0.125<d<0.25	50.354	23.81	135.599	64.12
0.063<d<0.125	29.137	13.78	164.736	77.9
d<0.063	38.44	18.18	203.176	96.08
		96.08%		

d	% refus	% cumulé
0.71	0.1759	0.1759
0.605	0.2639	0.4398
0.427	21.483	21.92
0.335	7.612	29.53
0.282	10.776	40.31
0.187	23.81	64.12
0.094	13.78	77.9
0.0315	18.18	96.08%

Masse initiale de l'échantillon Février 2019 : 211.47g

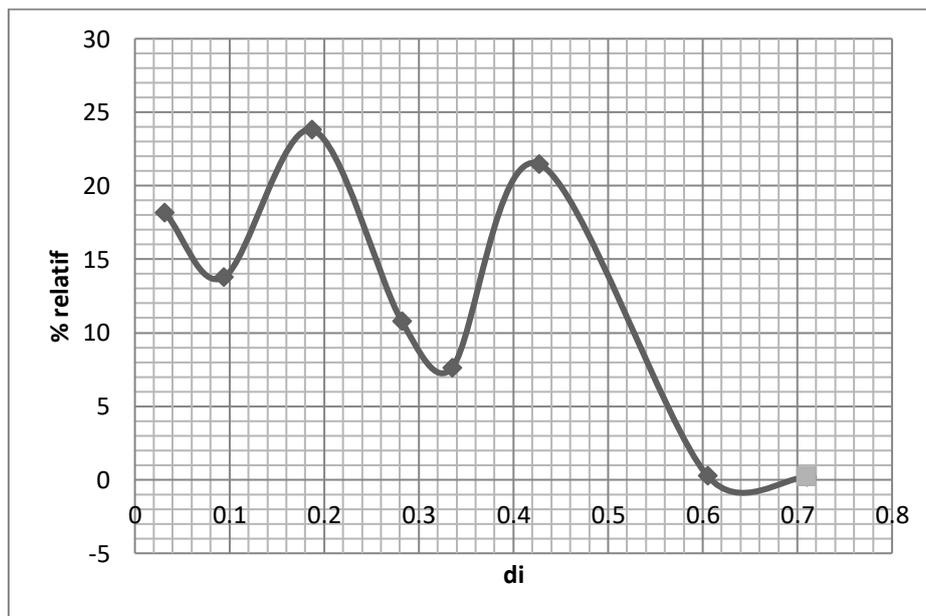


Figure II.10: La courbe granulométrique différentielle Février 2019

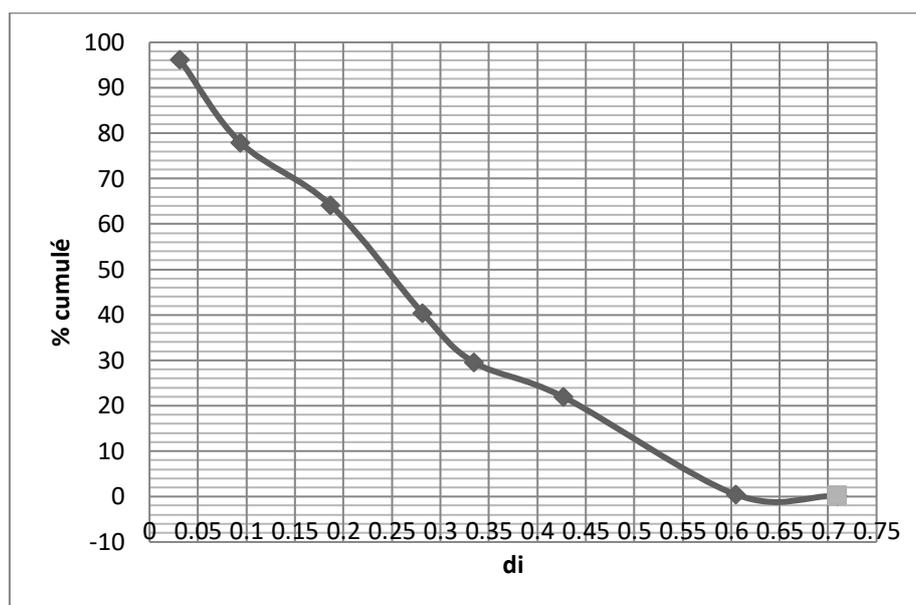


Figure II.11: La courbe granulométrique cumulée Février 2019

Les valeurs représentatives de la distribution granulométrique :

- **Le mode :**

Le mode est le diamètre moyen le plus fréquent (c'est la valeur du caractère dont l'effectif est le plus grand).il correspond au maximum de la courbe des fréquences relatives et au point d'inflexion de la courbe des fréquences cumulée.

À partir de la courbe de la fréquence relative (différentielle) exemple pour l'échantillon de février 2019, on trouve qu'il y'a deux valeurs maximales : $d_i = 0,427\text{mm}$ et $d_i = 0,187\text{mm}$, mais la valeur la plus fréquence qui représente le mode est : $d_i = 0,187\text{mm}$.

Pour les quatre échantillons saisonniers on a récapitulé les valeurs du mode dans le tableau suivant :

Tableau II-11: Le mode pour les boues saisonnières.

L'échantillon	Mai 2018	Août 2018	Novembre 2018	Février 2019
Le mode (mm)	0.427	0.187	0.187	0.187
% cumulé correspond	24.72	62.73	68.74	64.12

Résultats et discussions

- **La médiane :**

la médiane est le diamètre qui divise la distribution en deux parties d'aires égales (le nombre qui divise en deux parties la population telle que chaque partie contient le même nombre de valeurs).il correspond à 50% de la courbe des fréquences cumulée.

À partir de ces courbes de la fréquence cumulée la médiane de chaque échantillon est regroupée dans ce tableau II-12.

Tableau II-4: La médiane des boues saisonnières

L'échantillon	Mai 2018	Août 2018	Novembre 2018	Février 2019
La médiane (mm)	0.255	0.240	0.250	0.245

La valeur de la médiane est similaire pendant les quatre saisons.

- **La moyenne :**

La moyenne arithmétique est la somme des valeurs de la variable (diamètre moyen) divisée par le nombre d'individus.

$$M = \frac{\sum di}{\text{nbr } di+1} = \frac{2,6715}{9} = 0,29683 \text{ mm}$$

Les diamètres d_{10} d_{30} d_{60} d_{90}

A partir de la courbe de la fréquence cumulée :

Tableau II-5: Les résultats obtenus par la courbe de fréquence cumulée

L'échantillon	Mai 2018	Août 2018	Novembre 2018	Février 2019
d_{10} (mm)	0.53	0.50	0.52	0.52
d_{30} (mm)	0.34	0.32	0.35	0.33
d_{60} (mm)	0.21	0.20	0.22	0.25
d_{90} (mm)	0.06	0.05	0.06	0.05

(10% de la masse totale des particules correspond à la masse des particules de diamètre inférieur à d_{10}).

II.4 Analyses spectrales

II.4.1 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Dans l'ensemble, les spectres des boues saisonnières sont qualitativement similaires dans leurs généralités avec des amplitudes différentes (figure II.16).

Vu des travaux antérieurs (Ábrego et al. 2009; Ait Baddi et al. 2004; Benoudjit, 2016; Bouamrane A et al. 2014; Shen et al. 2008), les boues saisonnières de la STEP Sidi Merouane contiennent des différents groupements fonctionnels: hydroxyliques, carboxyliques, amines, amides, aromatiques et méthyléniques.

La large bande d'absorption comprise entre 3200 cm^{-1} et 3400 cm^{-1} correspond aux vibrations des liaisons avec l'atome d'hydrogène (H-) dans les groupements NH et OH. Ce qui confirme la présence de différents composés tels que les alcools, les acides carboxyliques, les amines ou les amides (Ábrego et al. 2009; Ait Baddi et al. 2004; Benoudjit, 2016; Bouamrane A et al. 2014).

Les faibles pics aux alentours de 2900 cm^{-1} peuvent être attribués à l'élongation asymétrique des liaisons C-H dans les groupements méthyle et méthylène.

Le pic à $(1645-1651)\text{ cm}^{-1}$ correspond aux vibrations des liaisons C=C des cycles aromatiques, de la liaison H- avec C=O et de déformation de NH_2 dans les amides primaires (Ábrego et al., 2009; Ait Baddi et al., 2004).

Les vibrations du squelette aromatique C-C attribuées à la présence de lignine se situent entre 1600 cm^{-1} et 1500 cm^{-1} . Ceci est confirmé par la présence des morceaux de bois dans les boues séchées avant broyage.

Les pics à 1419 cm^{-1} et à 871 cm^{-1} sont dus à la présence de calcite (CaCO_3). Ce qui est en accord avec les résultats obtenus par DRX.

Le pic à 1018 cm^{-1} peut être attribué aux vibrations des liaisons C-O dans les polysaccharides et les éthers aromatiques. Il peut également être dû aux vibrations d'élongation des liaisons Si-O dans la silice (Bouamrane A et al. 2014). Ce qui confirme les résultats obtenus par DRX et FRX montrant la présence du quartz.

La bande centrée à 871 cm^{-1} est attribuée aux vibrations asymétriques du tétraèdre Si-O qui confirme aussi la présence des silicates soit sous forme cristalline ou amorphe.

Le pic à $(517-524)\text{ cm}^{-1}$ correspond aux vibrations du tétraèdre Al-O (Al^{IV}). De plus, les bandes de 787 et 455 cm^{-1} sont dues aux vibrations de l'octaèdre Al-O(Al^{VI}) (Jin et al, 2016).

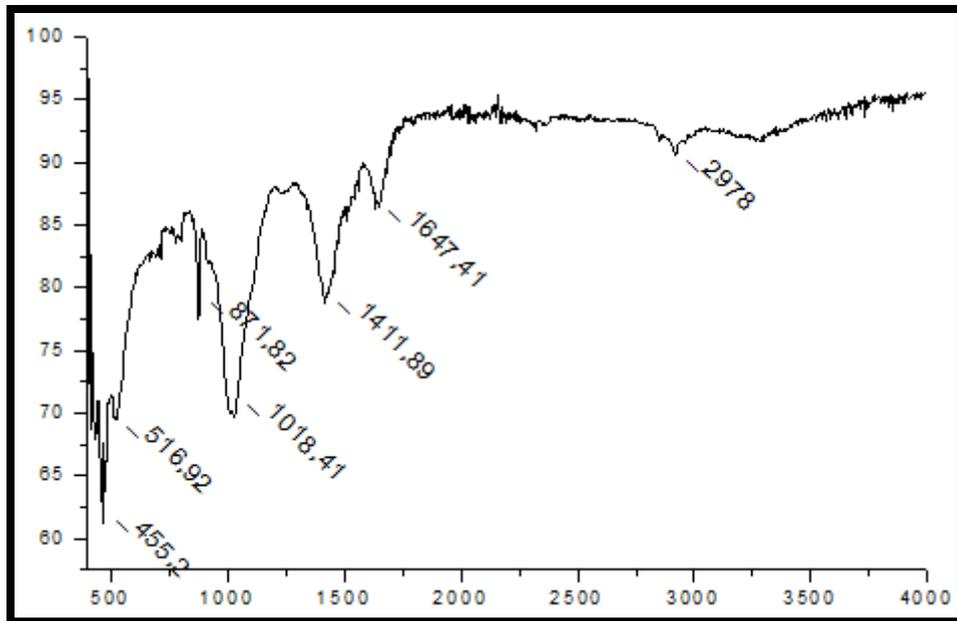


Figure II.12: Spectres IR des boues SM de Fév 2019

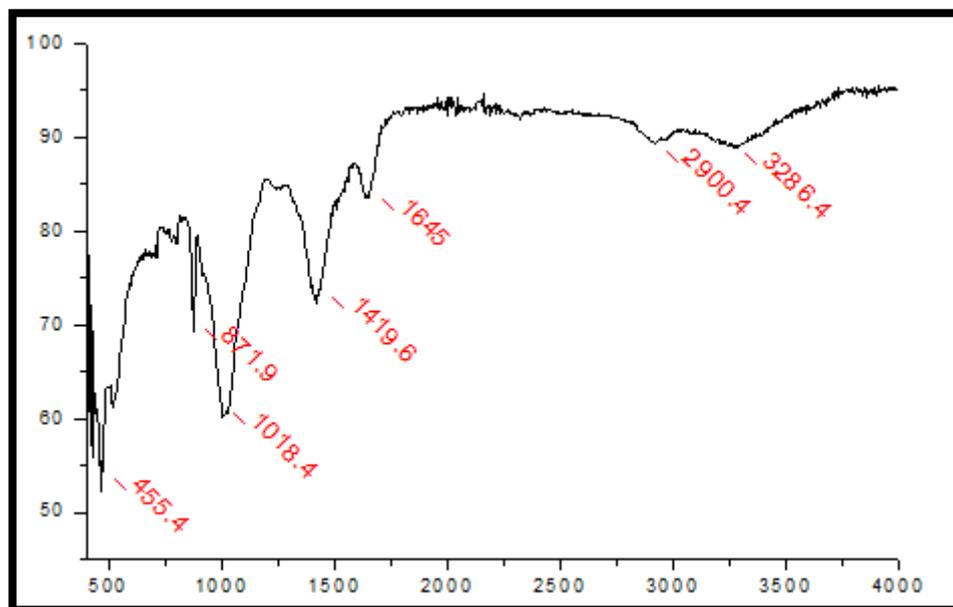


Figure II.13: Spectres IR des boues SM de Nov 2018

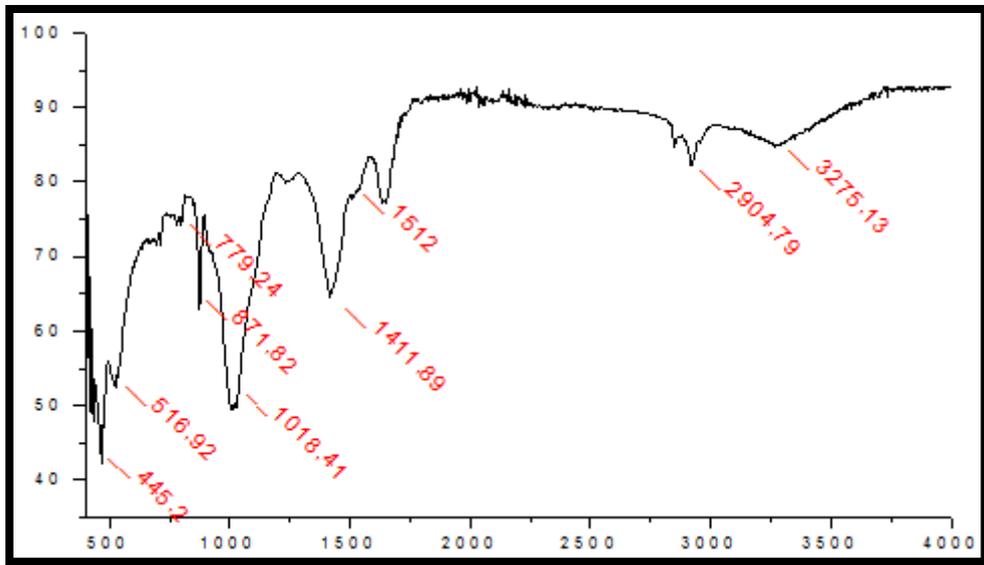


Figure II.14: Spectres IR des boues SM d'Août 2018

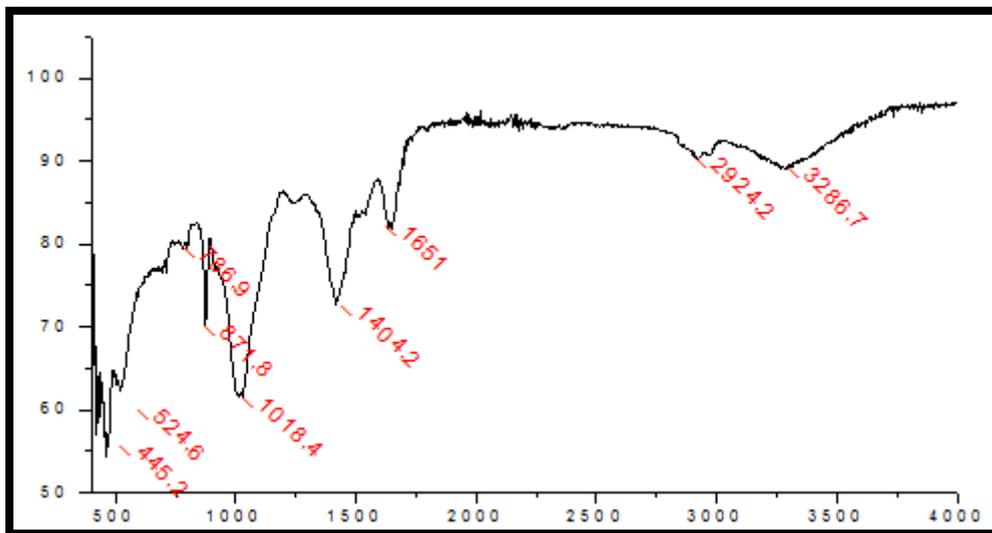


Figure II.15: Spectres IR des boues SM de Mai 2018

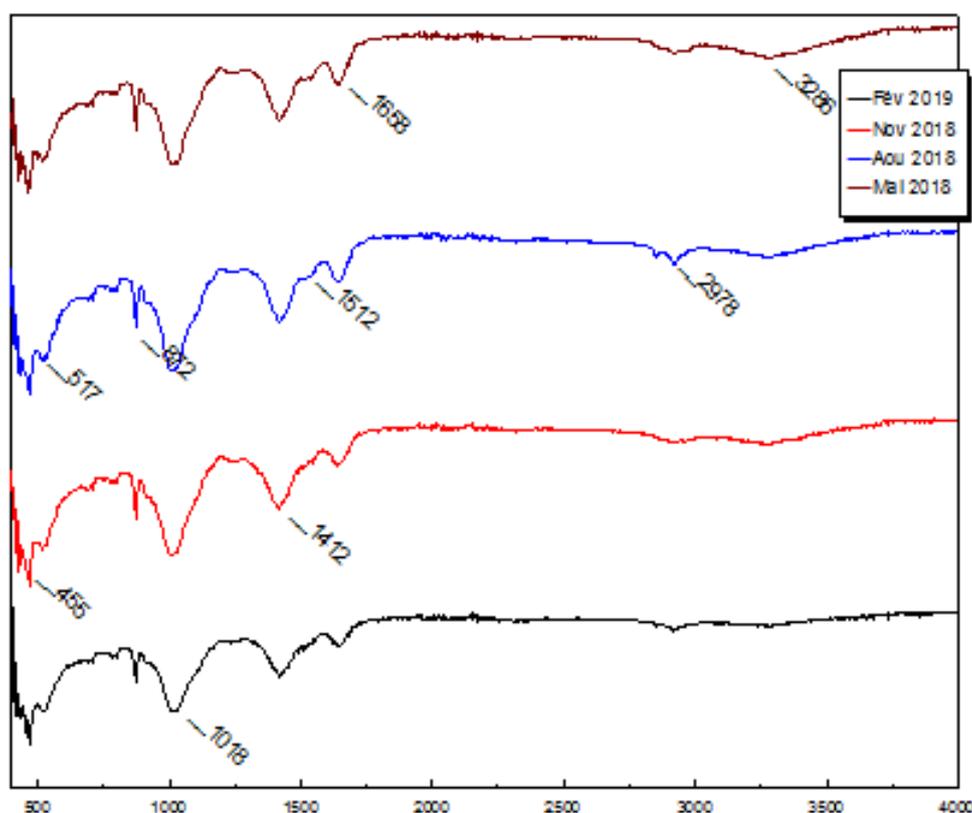


Figure II.16 : Spectre infrarouge superposé des échantillons saisonniers

II.4.2 Analyse par diffraction aux rayons X (DRX) :

Les diffractogrammes des boues saisonnières de la STEP Sidi Merouane montrent la coexistence des phases amorphes et cristallines. (Les figures sont présentées ci-dessous).

L'identification des différents pics montre que la composition minéralogique globale des quatre échantillons est légèrement différente. Les espèces cristallisées mises en évidence dans tous les échantillons avec un pourcentage d'existence important sont : le quartz (SiO_2), la calcite (CaCO_3 hexagonal) et la calcite syn (CaCO_3 Rhombohedral).

Parallèlement, les pics moins intenses observés dans le diffractogramme de la boue de Mai 2018 correspondent au pyroxène idéal MgSiO_3 . Ainsi la phase BaMgFBO_3 a été détectée dans la boue Août avec des faibles pourcentages d'existence. D'autre part, la $\text{C}_{10}\text{H}_{13}\text{N}_2\text{O}_3\text{SCl}$ et l'almandine $\text{Fe}_3\text{Al}_2\text{Si}_3\text{O}_{12}$ sont observées dans les diffractogrammes de la boue Novembre 2018 et Février 2019.

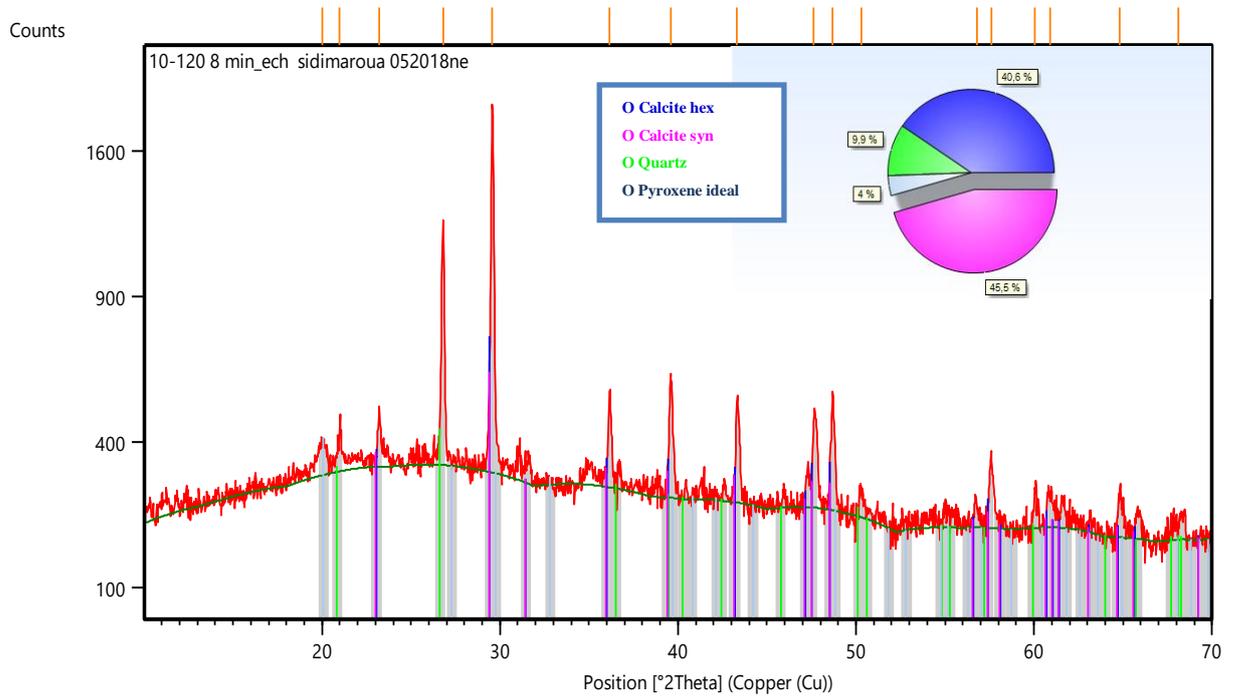


Figure II.17 : Diffractogramme des rayons X des boues de Mai 2018

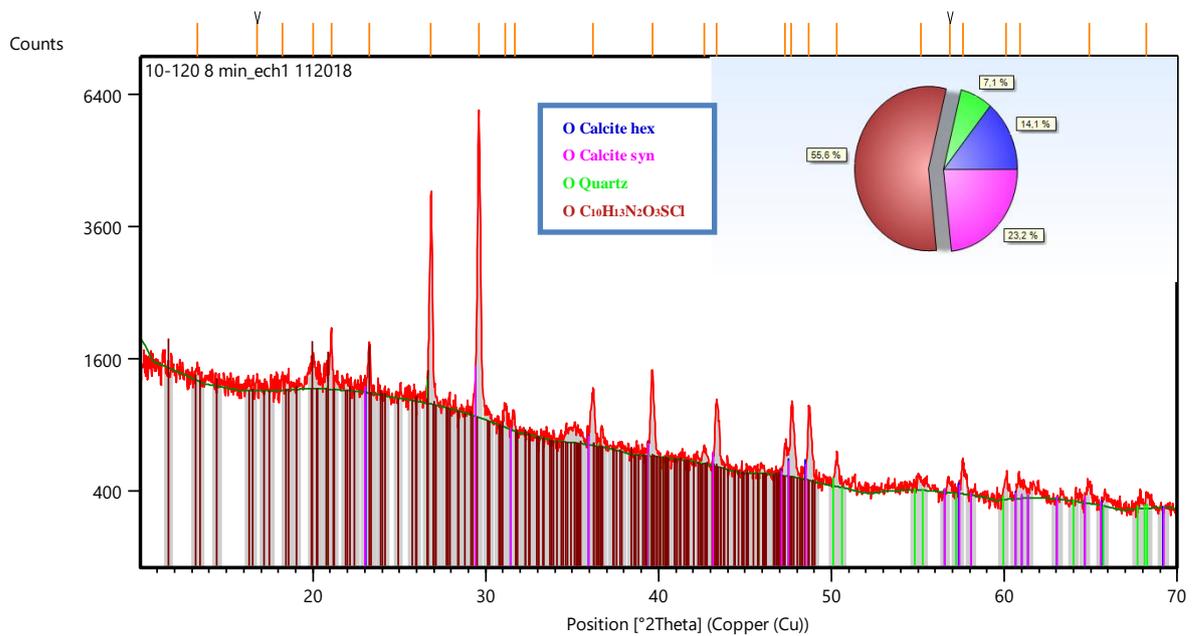


Figure II.18: Diffractogramme des rayons X des boues de Nov 2018

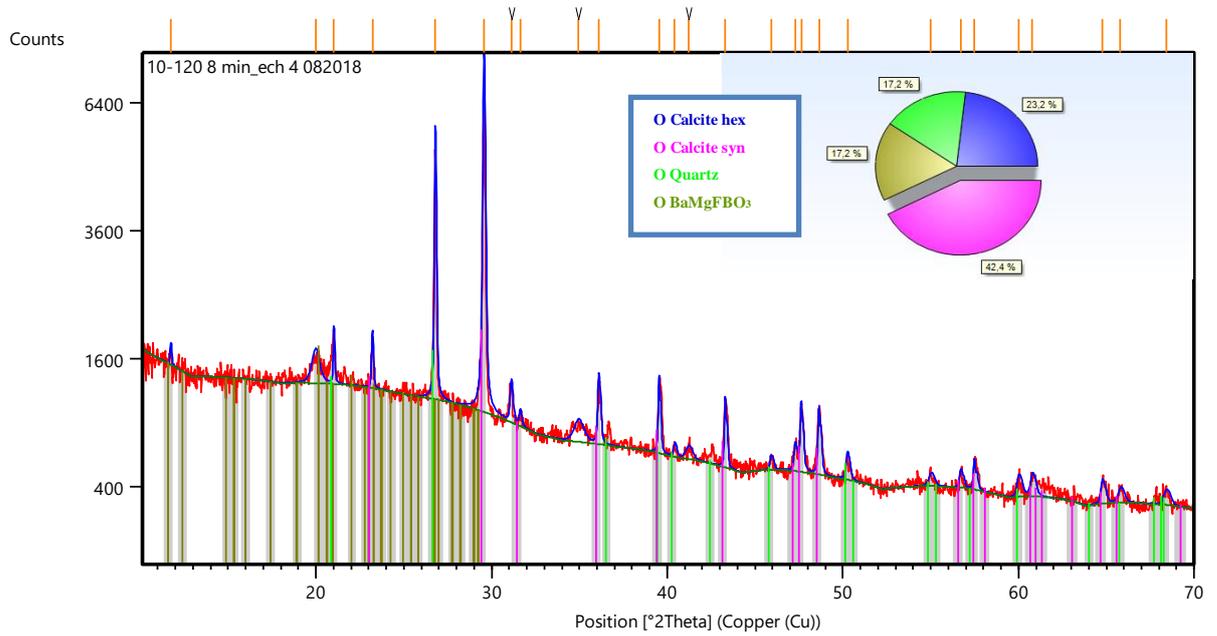


Figure II.19: Diffractogramme des rayons X des boues d'Août 2018

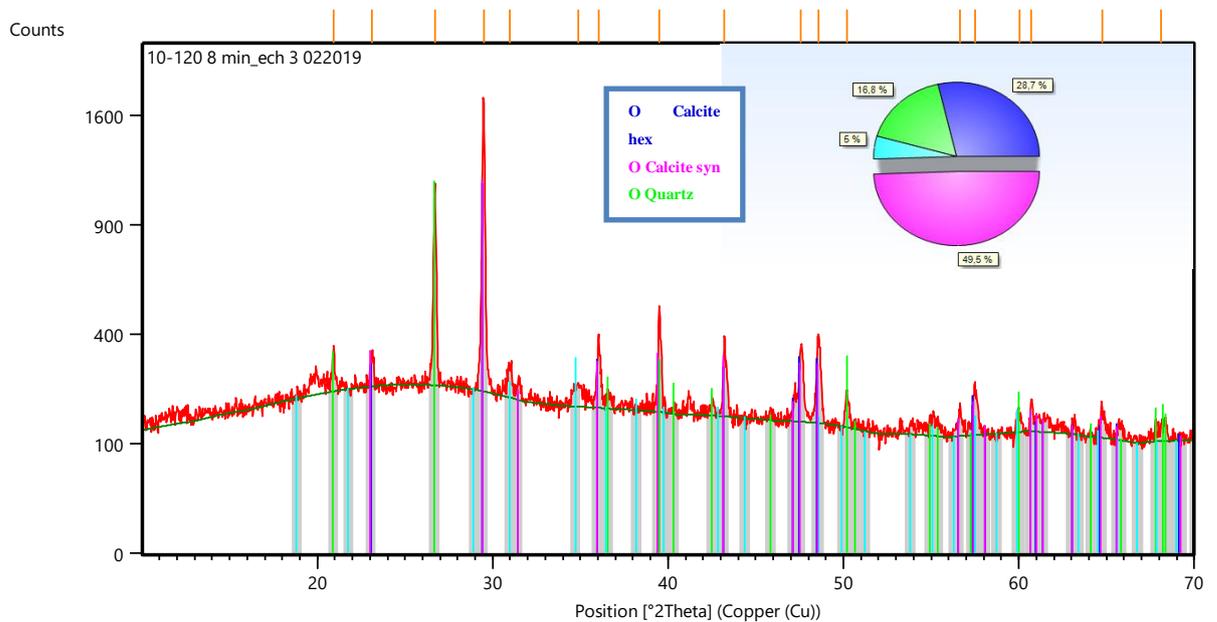


Figure II.20 : Diffractogramme des rayons X des boues de Fév 2019

Résultats et discussions

II.4.3 Analyses par Fluorescence X FRX

Les résultats d'analyse des éléments dans les boues saisonnières par la FRX sont récapitulés dans le tableau II-6 suivant :

Tableau II-6: Analyses des éléments dans les boues saisonnières

	Mai 2018 Printemps	Août 2018 Été	Novembre 2018 Automne	Février 2019 Hiver
Na ₂ O %	0.474	0.834	0.590	0.167
MgO %	3.962	4.037	3.547	2.272
Al ₂ O ₃ %	8.257	8.387	8.886	7.122
SiO ₂ %	21.001	21.014	22.429	23.737
P ₂ O ₅ %	3.693	3.561	3.099	5.019
SO ₃ %	3.164	3.829	3.028	5.166
K ₂ O %	3.656	3.385	3.059	2.943
CaO %	41.898	41.006	39.776	38.739
TiO ₂ %	0.848	0.869	0.909	1.075
V ₂ O ₃ %	0.019	0.018	0.017	0.021
Cr ₂ O ₃ %	0.040	0.041	0.037	0.046
MnO %	0.071	0.073	0.080	0.067
Fe ₂ O ₃ %	9.792	9.857	11.467	11.201
NiO %	0.013	0.013	0.013	0.014
CuO %	0.070	0.061	0.065	0.081
ZnO %	0.239	0.269	0.261	0.26
As ₂ O ₃ %	0.014	0.016	0.013	0.014
Rb ₂ O %	0.016	0.016	0.018	0.013
SrO %	0.255	0.236	0.280	0.211
ZrO ₂ %	0.034	0.032	0.033	0.033
In ₂ O ₃ %	1.985	1.939	1.875	1.499
PbO %	0.032	0.031	0.031	0.027
Cl %	0.353	0.362	0.356	0.178
Br %	0.023	0.017	0.028	0.017

D'après le tableau ci-dessus, la composition chimique des échantillons étudiés est riche en oxyde de silice et en oxyde de Calcium. Ainsi, la présence des oxyde de Fer, d'aluminium, Phosphore, soufre et potassium en pourcentage moins.

Résultats et discussions

En revanche, l'analyse par FRX indique la présence des éléments métalliques tels que : Cuivre, Zinc, Plomb, Nickel, chrome. La présence de ces éléments dans le sol n'est pas un signe de pollution, c'est les quantités et les formes chimiques qui rendent éventuellement ces éléments toxiques (Benselhou, A et al. 2015).

D'après une comparaison entre les concentrations des ETM dans les boues saisonnières avec les valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671 (tableau II-7), on remarque qu'elles sont loin d'être polluée. Cependant, les concentrations en Zn, Cu et Ni varient entre : 80%_90% ; 61%_81% et 65%_70% respectivement de la valeur de la norme NA 17671.

Tableau II-7: Eléments en traces présents dans les boues saisonnières de la STEP Mila et les valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671 et flux limites sur 10 ans en ETM apportés par les boues

L'élément Concentration (mg/Kg MS)	Mai 2018 Printemps	Août 2018 Eté	Novembre 2018 Automne	Février 2019 Hiver	valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671	Flux limite réglementation française (Kg/ha/10ans) Arrêté 08/01/98
Zn	2390	2690	2610	2600	3000	45
Cr	400	410	370	460	1000	15
Cu	700	610	650	810	1000	15
Pb	320	310	310	270	800	15
Ni	130	130	130	140	200	3
Hg	0	0	0	0	10	0.15
Cd	0	0	0	0	10	0.15
Zn+Cr+Ni+Cu	3620	3840	3760	4010	4000	-----

Certains auteurs ont obtenu de bons résultats, en termes de rendement des cultures et d'amélioration des caractéristiques du sol, avec une dose de 40 t/ha (Ati, 2010).

En revanche, si nous épandons 40 tonnes de la boue prélevée au printemps (mai 2018) par hectare, cela apportera 95.6Kg, 28Kg et 5.3 Kg par hectare de Zn, Cu et Ni respectivement. Cependant, les valeurs limitées de flux par la réglementation française Arrêté 08/01/98 sont 45 Kg, 15Kg et 3 Kg par hectare de Zn, Cu et Ni respectivement (tableau II-7). Donc ces éléments sont des facteurs qui peuvent créer

Résultats et discussions

un risque pendant leurs épandages. Et on remarque le même dépassement dans les autres saisons Eté, Automne et Hiver. Donc Zn, Cu et Ni sont susceptibles de constituer une contrainte environnementale et être considérés comme éléments de références dans les études de projets de valorisation agricole des boues de Mila. Car ces éléments ont tendance s'accumulent dans la chaîne alimentaire humaine et animale. (Amir et al, 2005).

II.5 Etude statistique

La valeur moyenne de chaque traitement, ainsi que la variance et l'écart-type correspondants, ont été calculés en tenant compte des trois répétitions réalisées. Les données ainsi obtenues ont fait l'objet d'analyse statistique avec le logiciel R 4.1.2. L'analyse des variances (ANOVA) a été réalisée. Dans les cas où des différences significatives ont été trouvées ($p < 0,05$), les moyennes ont été séparées en utilisant le test de Tukey ($p < 0,05$).

Tableau II-8: Les valeurs moyennes et l'écart type des échantillons saisonniers

Saisons	Mean	Sd (écart type)
Automne	4.162375	9.149780
Eté	4.162625	9.172987
Hiver	4.163417	9.073649
Printemps	4.162750	9.330338

Pvalue=1

On peut remarquez ici que la probabilité globale associée à ce Test de l'analyse de la variance(ANOVA) est de 0.999 ce qui est supérieure à 0.05. Donc la composition de la boue de Sidi Marouene est stable. Cela est confirmé aussi par l'utilisation de la boîte de dispersion, ou tous les intervalles contient un zéro, les moyennes correspondent ne sont pas significativement différentes.

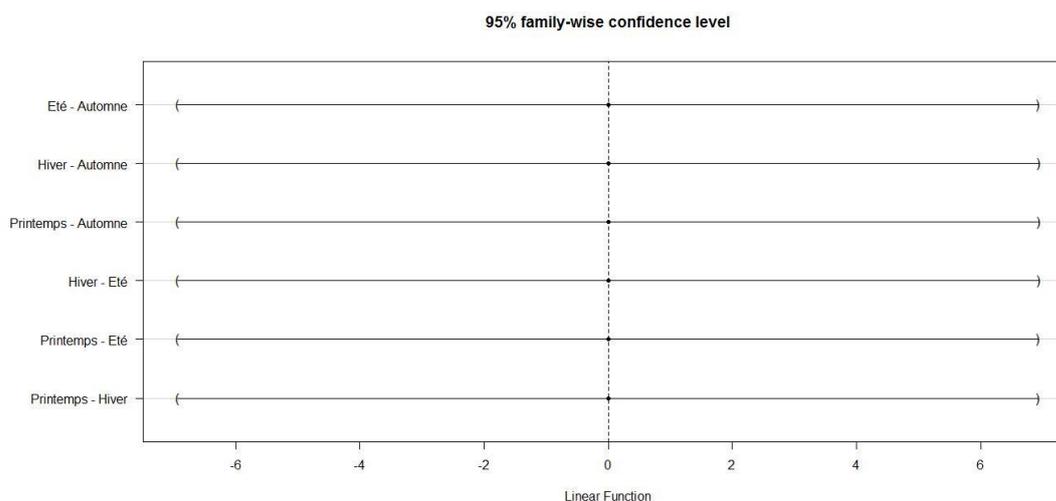


Figure II.21: La boîte de dispersion des éléments pendant les saisons

Indice de géo-accumulation I_{geo} et le facteur de contamination FC :

Les indices de géo-accumulation I_{geo} et le facteur de contamination FC ont été utilisés pour l'évaluation de la qualité environnementale de boues de site étudié, les valeurs de référence utilisées dans cette partie sont suggérées par Håkanson (1980).

Tableau II-9: Niveau de référence préindustriel ($\mu\text{g/g}$) et facteur de réponse toxique par Håkanson (1980)

Elément	Hg	Cd	As	Cu	Pb	Cr	Zn
Référence pré- industrielle	0.25	1.0	15	50	70	90	175
Facteur de réponse toxique	40	30	10	5	5	2	1

Le facteur de contamination (FC) représente le rapport entre la valeur de concentration de métal lourd et de son valeur de référence suggérée par Håkanson (1980). Le FC est exprimé par la formule suivante :

$$FC = C_X / C_n$$

Selon (Hakanson, 1980; Rubio et *al.*, 2000), si $FC < 1$ la contamination est absente à faible; $1 \leq FC < 3$ la contamination est modérée ; $3 \leq FC < 6$ la contamination est considérable ; et $6 \leq FC$ la contamination est très forte.

Résultats et discussions

L'indice de géo-accumulation (I_{geo}) est utilisé pour évaluer la contamination des sédiments par des métaux lourds, comme indiqué dans l'équation (Muller, 1969)

$I_{geo} = \log_2 (C_n / 1,5 C_x)$ où C_n est la concentration calculée du métal et C_x est la concentration de métal de fond observée (x).

Pour minimiser l'impact des modifications possibles des valeurs de référence et des variations lithologiques dans les sédiments, un facteur de 1,5 est utilisé dans l'équation. Sept catégories de valeurs d'indice de géo-accumulation sont distinguées, comme indiqué dans le Tableau II-10 suivant.

Tableau II-10: Classes d'indice de géo-accumulation

Classe	Indice de géo-accumulation	Qualité du sédiment
0	$I_{geo} \leq 0$	Non contaminée
1	$0 < I_{geo} \leq 1$	Non contaminés à modérément contaminés
2	$1 < I_{geo} \leq 2$	Modérément contaminés
3	$2 < I_{geo} \leq 3$	Modérément à fortement contaminé
4	$3 < I_{geo} \leq 4$	Fortement contaminés
5	$4 < I_{geo} \leq 5$	Fortement à extrêmement contaminé
6	$I_{geo} > 5$	Extrêmement contaminés

Les variations de l'indice I_{geo} pour les différents ETM des boues des STEP de Sidi Merouane pendant les quatre saisons sont regroupées dans le tableau suivant

Tableau II-11: Les valeurs de l'indice Igeo et les facteurs de contamination pour les quatre saisons

	Printemps		Eté		Automne		Hiver	
	Igeo	Fc	Igeo	Fc	Igeo	Fc	Igeo	Fc
Zn	3.18	13.9	3.35	15.3	3.31	14.9	3.3	14.8
Cr	1.56	4.4	1.60	4.5	1.45	4.1	1.76	5.1
Cu	3.22	14	3.05	12.2	3.11	13	3.43	16.2
Pb	1.61	4.5	1.56	4.4	1.56	4.4	1.36	3.8
Ni	0.35	1.9	0.35	1.9	0.35	1.9	0.45	2.0

Les valeurs les plus élevées de l'indice Igeo ont été enregistrées pour le Zinc et le cuivre pendant les quatre saisons du class 4 avec une contamination forte. Ces résultats est en accord avec les résultats de la fluorescence X.

II.6 Conclusion

Les résultats obtenus dans cette partie révèlent :

La composition principale de la boue de Sidi Merouane est stable avec un pH proche de la neutralité au cours du longue période d'étude.

L'analyse par FRX indique la présence des éléments fertilisants et des éléments métalliques avec des teneurs inférieures aux valeurs maximales admises par NA 17671. Cependant, le Zn et le Cu sont des facteurs qui peuvent créer des risques à long terme lors du processus de l'épandage.

Partie III : Etude de l'influence du traitement thermique des boues séchées

III.1 Introduction

Les procédés thermiques tels que l'incinération et la gazéification offrent des bonnes solutions pour le traitement des boues des stations d'épuration dans les grandes villes (Sabbas et al, 2003). Ces traitements permettent l'oxydation de la matière organique et l'obtention d'un résidu minéral. L'incinération s'avère, par conséquent, une alternative intéressante de gestion et de valorisation des boues. En raison de leurs analogies avec le ciment, les cendres des boues d'épuration peuvent être utilisées comme substitut du ciment dans les matériaux de construction. Ce qui contribuera à la préservation des gisements naturels et réduira la consommation énergétique (Lin et al, 2005 ; Merino et al, 2005).

Cette partie porte sur la caractérisation des boues prélevées de la STEP Sidi Merouane au mois de Novembre 2017, puis une étude thermogravimétrique dans le but d'envisager ces boues dans un domaine de valorisation. Suivie d'une analyse thermique des boues séchées pour étudier l'influence de la température de calcination sur la composition des résidus obtenus et déterminer ainsi la température de calcination optimale pour une valorisation adéquate.

III.2 Analyse physico chimique et spectroscopique des boues séchées :

Des analyses physiques et chimiques et spectroscopiques relatifs à la caractérisation des boues. En se basant sur un ensemble de techniques et des paramètres diverses et complémentaires, telles que pH, DCO, MO, NO_3^- , FRX, DRX, IR, TG-DSC. Cette caractérisation vise à décrire la composition des boues étudiées et distinguer les conditions optimales d'obtention de résidus ayant des caractéristiques appropriées pour une meilleure valorisation.

- **Spectrométrie de fluorescence X**

Le spectre de fluorescence X avec 20.00 kV et 450 μA et filtre Al-200 μm est représenté sur la Figure III .1

Si l'on regarde le spectre en énergie des rayons X, on voit des pics caractéristiques des éléments présents dans notre boue, ainsi la hauteur des pics permet de déterminer

Résultats et discussions

la quantité de ces éléments. La masse totale des éléments précédents est 64.28% de la masse totale de la boue séchée.

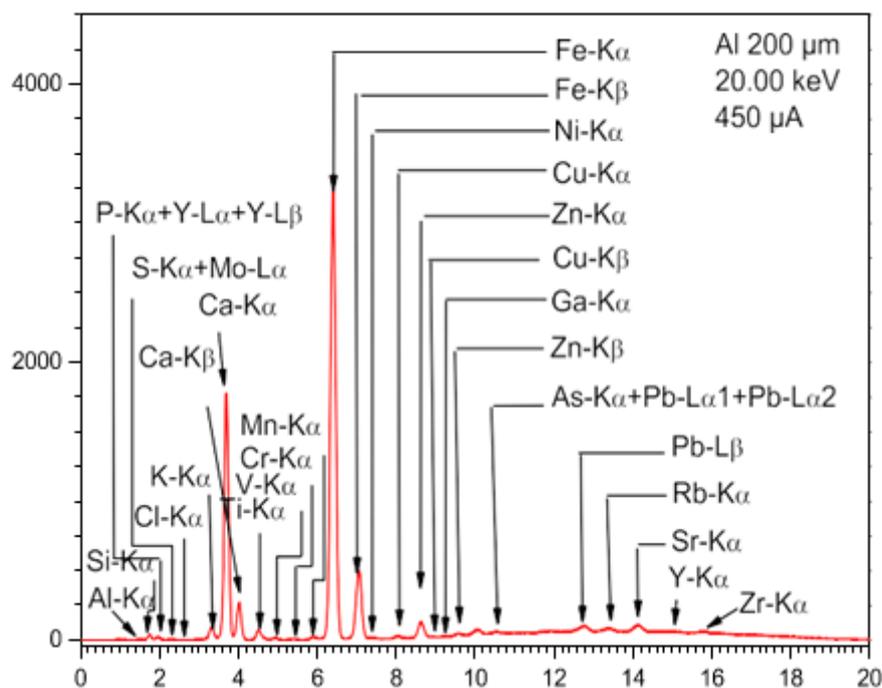


Figure III.1: Spectre de Fluorescence X

Tableau III-1: Concentration des éléments présent dans la boue

Eléments	Concentration (mg/g)	Eléments	Concentration (mg/g)
Mg	15.43	Cu	0.49
Al	70.90	Zn	2.57
Si	227.54	Ga	0.06
P	12.86	As	0.19
Cl	7.08	Br	0.24
S	6.85	Rb	0.36
K	28.59	Sr	2.91
Ca	418.67	Y	0.09
Ti	13.31	Zr	0.61
V	0.31	In	19.07
Cr	0.50	Ba	0.86
Mn	1.38	Eu	0.29
Fe	168.38	Yb	0.00

Résultats et discussions

La composition chimique de la boue étudiée obtenue par fluorescence X, est résumée dans le tableau III-1. On constate que les principaux éléments majeurs présent dans notre boue sont : Ca, Si, Fe, Al, en deuxième degré les éléments fertilisants tels K, Mg, P, S. La présence des éléments majeurs dans les boues, est dû à l'érosion des sols par la pluie qui achemine ces éléments via les eaux usées vers le réseau d'assainissement unitaire et se retrouvent ainsi, après traitement dans la station d'épuration, dans les boues.

La détermination des éléments traces métalliques ETM dans les boues nous a permis de savoir si elles peuvent ou non être utilisées dans le secteur agricole. Ils sont présents naturellement avec des quantités traces dans les eaux du robinet c'est pourquoi ils sont évidemment trouvés dans les boues résiduaire. Les bactéries des stations d'épurations ne font que les doser (Cheurfi et al. 2016).

L'analyse par FRX indique la présence des éléments métalliques suivants : Cuivre, Zinc, Plomb, Nickel, chrome. La présence de ces éléments dans le sol n'est pas un signe de pollution, c'est les quantités et les formes chimiques qui rendent éventuellement ces éléments toxiques (Benselhou, A et al. 2015).

D'après une comparaison entre les concentrations de notre boue en Chrome, cuivre, Nickel, Zinc, Mercure, Cadmium, Plomb avec les valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671 (tableau III-2), on constate qu'elle est loin d'être polluée, elle contient des teneurs en ETM inférieures aux valeurs admises par la norme NA 17671. Cependant, les concentrations en Zn et Ni représentent respectivement 85% et 75% de la valeur de la norme NA 17671. Donc Zn et Ni sont susceptibles de constituer une contrainte environnementale et être considérés comme éléments de références dans les études de projets de valorisation agricole des boues de Mila. Car ces éléments ont tendance s'accumulent dans la chaîne alimentaire humaine et animale (Amir et al. 2005).

Résultats et discussions

Tableau III-2: Eléments en traces présents dans la boue de la STEP Mila et les valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671 et flux limites sur 10 ans en ETM apportés par les boues

Eléments	Concentration des éléments dans la boue (mg/Kg MS*)	valeurs limitées par la norme Algérienne NA 17671	Flux limite réglementation française (Kg/ha/10ans) Arrêté 08/01/98
Zn	2570	3000	45
Cr	500	1000	15
Cu	490	1000	15
Pb	340	800	15
Ni	150	200	3
Hg	0	10	0.15
Cd	0	10	0.15
Cr + Cu + Ni + Zn	3710	4000	----
MS* Matière Sèche			

• Spectrométrie par diffraction X

Les pics illustrés sur le spectre de diffraction des rayons X, indexés par rapport à la composition donnée par fluorescence X, montrent que les phases présentes sont : calcite CaCO_3 (Réfcod :COD 96-900-7690), Silicone oxide (Quartz) SiO_2 (Réfcod : COD 00-033-1161), Tétra calcium dialuminium dodeca hydroxide hemi carbonate hydroxyde n-hydrate $\text{Ca}_{12} \text{Al}_6 \text{O}_{55.2} \text{C}_{2.4}$ (Réfcod : COD 96-210-5252), Sillimanite $\text{Al}_2 \text{SiO}_5$ (Réfcod :96-900-3989), Portlandite $\text{Ca}(\text{OH})_2$ (Refcod : COD 96-900-6837)

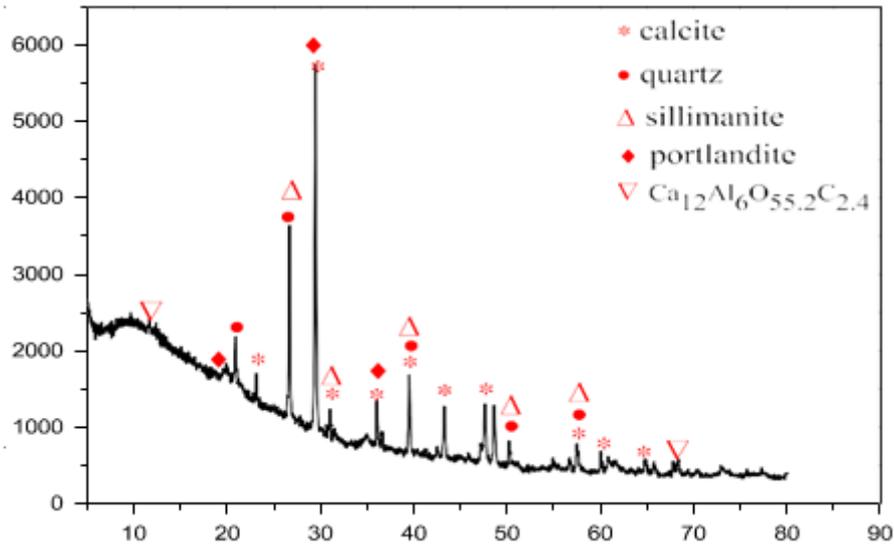


Figure III.2: Spectre de la RX de la boue de Sidi Merouane

• Spectrométrie Infra-Rouge à transformée de Fourier

L'infrarouge est une analyse complémentaire de la caractérisation par DRX, on identifie par cette technique les phases amorphes ou mal cristallisés qualitativement présents dans les boues. L'identification des spectres infrarouges s'avère complexe à cause de la composition des boues, c'est un mélange entre la matière organique et la matière minérale. L'identification a été réalisée grâce à des analyses similaires dans des travaux antérieurs (Ábrego et al., 2009; Ait Baddi et al., 2004; Benoudjit, 2016; Bouamrane A et al., 2014; Kaiser et Ellerbrock, 2005; Madari et al., 2006; Pajączkowska et al., 2003).

En tenant compte de l'origine urbaine de la boue étudiée et de son teneur non négligeable en matières organiques, elle peut contenir des groupements fonctionnels différents : hydroxyliques, carboxyliques, amines, amides, aromatiques et méthyléniques (Ábrego et al, 2009).

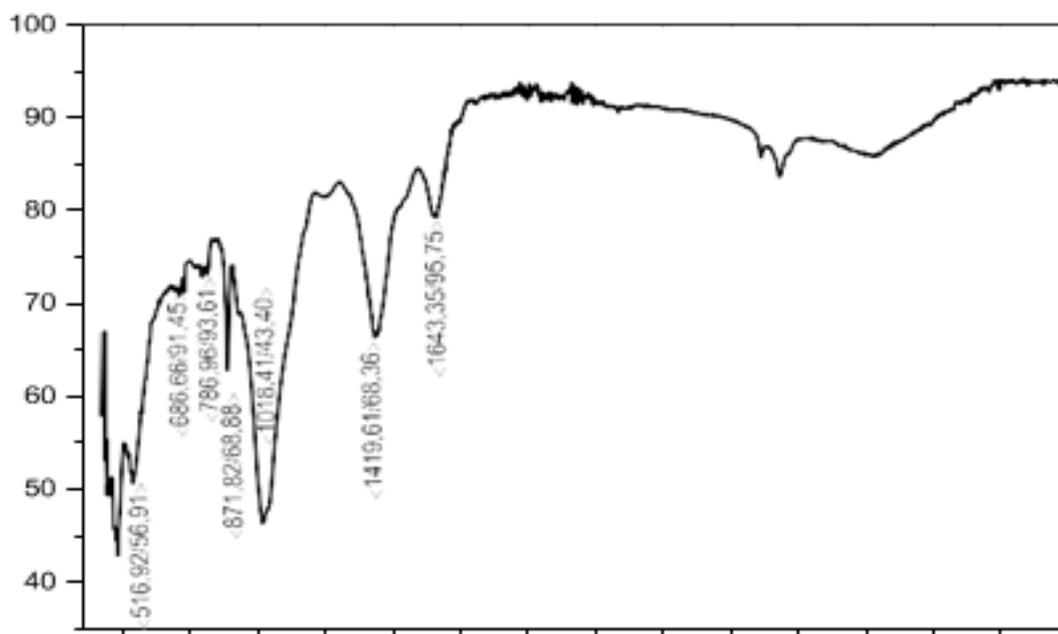


Figure III.3: Spectre infra rouge de la boue de Sidi Merouane

Les principales bandes observées dans la boue étudiée sont :

La large bande d'absorption comprise entre 3200 cm^{-1} et 3400 cm^{-1} correspond aux vibrations des liaisons avec l'atome d'hydrogène (H-) dans les groupements NH et OH.

Dans les boues riches en matière organique, cette bande a été attribuée respectivement à des phénols et à des hydroxyles d'acides carboxyliques (Ait Baddi et al, 2004); à des hydroxyles de phénols et des élongations N-H (Madari et al, 2006).

Des crochets moins intenses à 2900 cm^{-1} peuvent être attribués à l'élongation asymétrique des liaisons C-H dans les groupements méthyle et méthylène. Par contre la bande à environ 2853 cm^{-1} est seulement attribuée à l'élongation symétrique des liaisons C-H dans les méthylènes.

Le pic à 1643 cm^{-1} correspond aux vibrations des liaisons C=C des cycles aromatiques, de la liaison H- avec C=O et de déformation de NH_2 dans les amides primaires.

Résultats et discussions

Dans le cas des échantillons de compost (boues), les bandes apparaissant vers 1750-1600 cm^{-1} renseignent sur la nature et aussi sur la quantité des fonctions C=O contenue dans la matière organique (Kaiser et Ellerbrock, 2005). Les bandes attribuées à COO^- sont situées entre 1680–1630 cm^{-1} dans le cas des acides humiques extraits des boues à différents stades de traitement (Pajączkowska et al. 2003).

Les vibrations du squelette aromatique C–C attribuées à la présence de lignine se situent entre 1600 cm^{-1} et 1500 cm^{-1} . Ceci est confirmé par la présence des morceaux de bois dans les boues séchées avant broyage.

Les pics à 1419 cm^{-1} et à 871 cm^{-1} révèlent la présence du radicale CO_3^{2-} provenant de l'adsorption du gaz carbonique, ce qui entraîne la formation de calcite CaCO_3 (Ábrego et al. 2009; Ait Baddi et al. 2004; Benoudjit, 2016; Bouamrane A et al. 2014). Ce qui est en accord avec les résultats obtenus par DRX.

Le pic à 1018 cm^{-1} peut être attribué aux vibrations des liaisons C–O dans les polysaccharides et les éthers aromatiques. Il peut également être attribué aux vibrations Si–O de la silice contenue dans l'échantillon, ce qui signifie la présence du quartz. Des bandes similaires ont été observées dans le cas de la silice amorphe. Ces observations sont en corrélation avec les principales phases mise en évidence dans les analyses de diffraction des rayons X, qui montrent l'existence de silicane oxide, et les données de fluorescence X qui révèlent d'une composition riche en Si.

La bande centrée à 871 cm^{-1} est attribuée aux vibrations asymétriques du tétraèdre Si–O qui confirment aussi la présence des silicates soit sous forme cristalline (quartz, sillimanite) ou amorphe.

Le pic à 517 cm^{-1} correspond aux vibrations du tétraèdre Al–O (Al^{IV}). De plus, les bandes de 787 et 463 cm^{-1} sont dues aux vibrations de l'octaèdre Al–O (Al^{VI}) (Jin et al. 2016). Ceci est en accord avec les résultats obtenus par DRX qui confirment la présence du sillimanite Al_2SiO_5 .

• Thermogravimétrie DSC - TG

-Les diagrammes d'analyse thermique différentielle DSC-TG (Figure III.4) font ressortir les faits suivants :

Deux zones de perte de masse : la première zone est située entre 100°C et 800°C avec une valeur importante de la perte 37.5%, la deuxième zone est située entre 800°C et 1100°C avec une petite valeur 5%.

Deux bandes endothermiques associées d'un pic endothermique : La première bande située entre 60°C et 200°C due à la perte de la matière volatils et humidité, associée d'un pic endothermique observé à 100°C correspond à la déshydratation, avec un taux d'humidité important 18%. La baisse significative de masse observée entre 250°C et 750°C est due à la décomposition thermique, des protéines, de cellulose et d'hémicellulose et la lignine (Magdziarz et Wilk, 2013). La deuxième bande située entre 700°C et 800°C, on observe un phénomène endothermique correspondant à la décomposition de la calcite (CaCO₃). En effet, la température théorique de la décomposition du carbonate de calcium CaCO₃ est de 725°C (Sanders et Gallagher, 2002). Celui-ci se décompose en formant l'oxyde de calcium CaO et en libérant le gaz carbonique CO₂ selon la réaction suivante :



Un autre pic endothermique relativement petit est observé situé entre 400 et 550°C, accompagné d'une perte de masse correspondant à environ 7.1%. Ce pic correspond à la déshydroxylation des OH structurels de la portlandite Ca(OH)₂. (Bouna, 2012).

Le CaO formé par décomposition du CaCO₃ réagit avec les silicates et aluminosilicates par diffusion contrôlée (Tsakiridis et al, 2014).

Enfin, deux pics exothermiques, observés pour notre échantillon à environ 1000°C et 1100°C, correspondant au changement de la structure cristalline de la boue dû au départ de l'eau (Bouna, 2012).

Résultats et discussions

Les réactions de déshydroxylation des OH de portlandite CaOH_2 et la décomposition de la calcite conduisent à la formation des oxydes très réactifs ou à des combinaisons métastables comme CaO.SiO_2 (CS), $\text{CaO.Al}_2\text{O}_3$ (CA), $\text{CaO.Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$ (CAF) et autres. En premier temps, l'apparition de composés pauvres en chaux du type $\text{CaO.Al}_2\text{O}_3$, et lors de l'élévation de la température, se transforment en composés riches en chaux comme le $3\text{CaO.Al}_2\text{O}_3$. Sous l'influence de Na^+ , K^+ , Fe^{3+} , Al^{3+} et d'autres catalyseurs, les cristaux de quartz présents dans la boue se transforment entre 800 et 1000°C, en cristobalite α très réactive. Cette phase de silice ainsi obtenue forme, entre 800 et 1250°C, avec le CaO (C) une phase qu'on peut trouver dans le clinker 3CaO.SiO_2 (C_3S). Si la teneur de CaO est très élevée on risque de l'avoir sous forme libre dans le ciment. Donc son rôle est la formation des quatre principaux minéraux du clinker : alite 3CaO.SiO_2 noté (C_3S), bélite 2CaO.SiO_2 noté (C_2S) célite $3\text{CaO.Al}_2\text{O}_3$ noté C_3A et féelite $4\text{CaO.Al}_2\text{O}_3.\text{Fe}_2\text{O}_3$ noté C_4AF .

Finalement, on distingue, que les phases existantes dans notre boue peuvent être transformées pendant l'augmentation de la température à des phases qu'on peut utiliser dans le domaine de construction et incorporer les cendres obtenues comme substituant partiel du ciment.

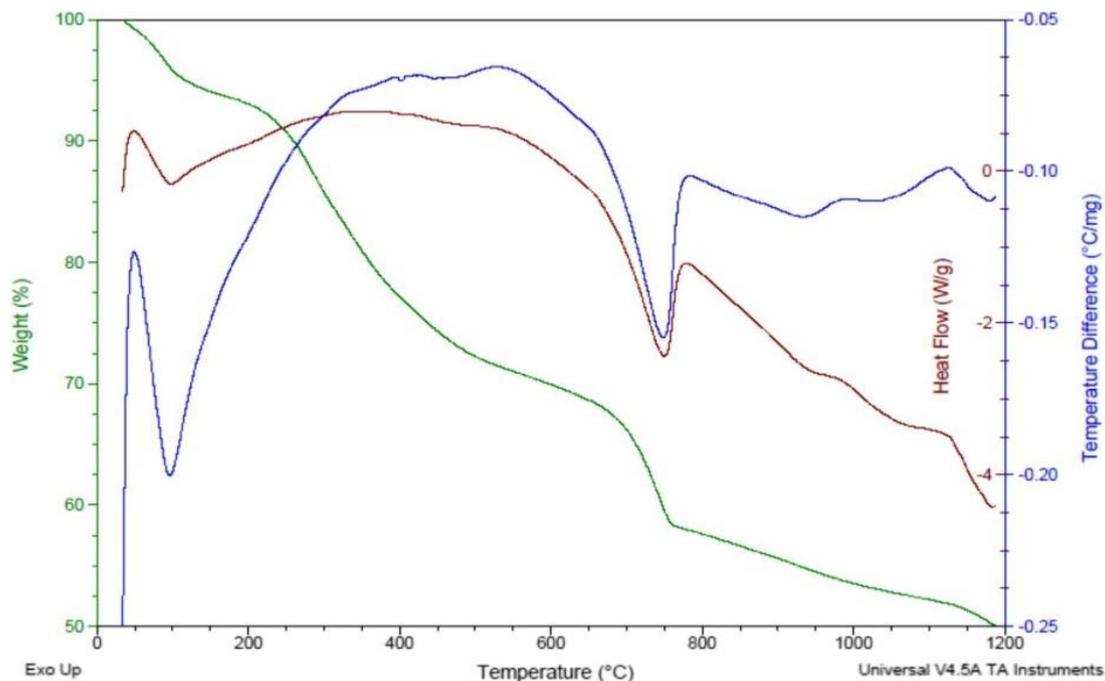


Figure III.4: Spectres de DSC_TG de la boue étudiée

Résultats et discussions

La mesure de la DCO a donné une valeur de 1.4 mg/g. Cette quantité est composée essentiellement de matière organique dissoute. Si nous épandons 40 tonnes de notre boue par hectare, cela apportera 56 Kg de matière organique soluble par hectare. Ces valeurs sont faibles et ne présentent aucun risque pour l'environnement.

Le taux de matière organique est déterminé aussi après calcination de l'échantillon au four pendant 2 heures à 550 °C, l'augmentation de température se fait par paliers thermiques, pour éviter la perte de l'échantillon par projection suite à sa brusque combustion. Après la calcination la combustion de matière organique est totale, ce qui facilite la détermination de sa teneur par simple différence entre le poids avant et après calcination, selon la formule suivante :

$$MO(\%) = 100 \times (P_s - P_c) / P_s$$

Ps: Poids de l'échantillon sec et Pc: Poids de l'échantillon après calcination

Le taux de matière organique dans notre boue est de l'ordre de 48.5%.

A partir de % de MO nous pouvons déterminer le pourcentage du carbone organique total COT, ainsi en appliquant la relation suivante (Emeterio et Victor 1992; El Fels 2014):

$$MO(\%) = COT(\%) \times 1,8$$

La teneur en COT dans la boue étudiée est de l'ordre de 26.94 %, cette valeur montre la richesse de la boue en carbone. En conséquence, l'épandage de cette boue constitue donc, une source de matières organiques et qui sont considérées comme une fraction très réactive dans le sol (Kalbitz et al, 2003). Cette disponibilité facile de carbone dissout accompagnée de nutriments tels que l'azote, potassium, phosphore, soufre contribue à un développement meilleur des cultures.

Le pH mesuré de la boue étudiée est 7.19. Par conséquent, ces boues sont typiques des boues produites lors du traitement des eaux usées urbaines. Il est inoffensif lors de leur épandage.

La mesure de la concentration des ions nitrate dissous nous a donné une valeur de 2.4518mg/g. L'azote présent dans notre boue peut avoir comme origine les engrais utilisés en agriculture, surtout que la Wilaya de Mila est classée comme Wilaya agricole, Une superficie agricole utile de près de 239.150 hectares représentant plus de 63 % des terres agricoles Le patrimoine forestier de la wilaya de Mila couvre plus de 33.394 Hectares représentant 10% de la superficie totale de la wilaya.

Certains auteurs ont obtenu de bons résultats, en termes de rendement des cultures et d'amélioration des caractéristiques du sol, avec dose de 40 t/ha. (Ati, 2010).

Si on fait épandre 40 tonnes de notre boue par hectare, on apporte 98 Kg d'ions nitrate par hectare. Une grande partie de cette quantité va être absorbée par la végétation. Le restant va être dégradé par les bactéries dénitrifiant qui se trouvent dans le sol (Cheurfi et al. 2009).d'après ces résultats on peut constater que les ions nitrate soluble ne posent pas de risques par apport aux nappes aquatiques souterraines.

En revanche, si nous épandons 40 tonnes de notre boue par hectare, cela apportera 102.8 Kg et 6 Kg par hectare de Zn et Ni respectivement. Cependant, les valeurs limitées de flux par la réglementation française Arrêté 08/01/98 sont 45 Kg et 3 Kg par hectare de Zn et Ni respectivement (Tableau III-2). Donc ces éléments sont des facteurs qui peuvent créer un risque pendant leurs épandages.

III.3 Etude de l'influence du traitement thermique des boues

L'étude de l'influence du traitement thermique des boues vise à décrire la composition des boues étudiées et distinguer les conditions optimales d'obtention de résidus ayant des caractéristiques appropriées pour une meilleure valorisation.

La calcination des échantillons séchés a été effectuée à différentes températures : 550°C, 700°C, 750°C, 800°C, 1000°C et 1100°C durant 3 heures à l'aide d'un four à moufle de marque Wise Therm Daihan scientifique de température maximal 1200°C. L'augmentation de la température est linéaire et s'accomplit à une vitesse de 20°C/min jusqu'aux températures désirées.

Après la calcination des boues, une dégradation de couleur à partir de gris claire à 550°C jusqu'à jaune pâle à 1100°C ; passant par le brun orangé à partir de 700°C jusqu'à 800°C et crevette à 1000°C a été visualisé. Ainsi, une agglomération des grains de l'échantillon avec l'augmentation de la température, l'effritement manuel de la boue à 1000°C et à 1100°C devient difficile. Ceci est un début de frittage thermique produit par la calcination.



Figure III.5: Aspect Visuel des boues séchées et calcinées

III .4 Analyse physico chimique et spectroscopique des cendres obtenus

Vu les résultats obtenus dans la précédente partie ou le taux de la matière organique dans notre boue est de l'ordre de 48.5%. Ainsi, l'activité pouzzolanique est améliorée par la calcination à partir de 550°C (Davrazet et Gunduz, 2005). Le traitement thermique a été établi à partir de 550°C jusqu'à 1100°C.

- **Analyse de Fluorescence X (FRX)**

Les compositions chimiques en éléments majeurs (% massique en oxyde) pour les boues séchées et les boues calcinées données au tableau III-3. La caractérisation chimique a montré la présence des principaux oxydes tels que Fe_2O_3 , SiO_2 , CaO et Al_2O_3 à différentes concentrations. Ces oxydes représentent environ 95 % du clinker de ciment responsable du processus de durcissement de ciment (Telschow, S et al, 2012). Les boues séchées et les cendres ont des teneurs similaires en Al_2O_3 , CaO , MgO , mais les cendres des boues ont des teneurs plus élevées en SiO_2 . Ceci montre que la calcination des boues d'épuration à des températures élevées déclenche l'augmentation de la teneur en silicium dans les cendres des boues, qui peut être considéré comme un ajout minéral actif sur les composites à base de ciment Portland. (Telschow, S et al. 2012). Ainsi la présence de Silice dans les boues calcinées conduit à la formation de l'aluminosilicate (SiO_2 et Al_2O_3). Ces oxydes qui composent la partie réactive des matériaux pouzzolaniques*, sont significativement plus faibles dans les cendres que dans les autres adjuvants minéraux classiques tels que les cendres volantes, la fumée de silice ou le métakaolin(Cyr et al, 2007).

Parallèlement, Le pourcentage de chaux (CaO) dans les cendres des boues varie entre 33,6% et 36,2%. Dans ce cas, ces boues peuvent jouer le rôle d'activateur de réaction pouzzolanique ou d'agent liait, ce qu'on appelle l'auto-durcissement (Giergiczny, 2006).

*une pouzzolane se limitait aux cendres volcaniques qui se forment naturellement ainsi qu'aux argiles calcinées qui peuvent réagir avec la chaux, en présence d'eau et à température ambiante. Récemment, ce terme a été prolongé pour couvrir tous les matériaux silico-alumineux, qui en présence d'eau réagissent avec l'hydroxyde de calcium pour former des composés "hydratés" possédant les propriétés du ciment (SABIR et al, 2001). Chimiquement, le terme activité pouzzolanique couvre toutes les réactions qui se produisent entre les éléments actifs d'une pouzzolane, la chaux et l'eau.

Résultats et discussions

En revanche, les boues séchées présente des teneurs plus élevée en oxydes de métaux lourds tels que Zn, Cu, Cr, pb par rapport aux boues calcinées. Ceci peut être attribué au mécanisme de libération et à la volatilité des métaux lourds lors de la décomposition thermique qui permettent d'échapper la plupart des métaux lourds organiques. (Zhou, L. al. 2019). Ceci indique que la décomposition thermique des boues pourrait être une solution suggérée pour réduire le taux de pollution qui en résulte dans le problème de l'évacuation des boues.

Tableau III-3: Les concentrations des éléments dans les boues séchées et calcinées à différentes températures

	boue séché	cendre à550°C	cendre à 700°C	Cendre à 750°C	Cendre à 800°C	Cendre à 1000°C	Cendre à 1100°C
Na ₂ O	0.723	0.269	0.282	0.303	0.268	0.221	0.000
MgO	4.860	3.859	3.662	4.158	4.030	3.632	3.865
Al ₂ O ₃	8.683	8.634	8.704	8.165	7.854	8.806	8.183
SiO ₂	23.131	28.261	28.713	27.607	26.517	28.597	28.514
P ₂ O ₅	4.819	7.834	7.077	8.322	7.945	7.602	7.818
SO ₃	4.038	2.492	2.880	2.385	3.142	1.628	0.445
K ₂ O	4.261	3.457	3.454	3.434	3.455	3.020	2.995
CaO	35.889	33.611	33.847	34.105	35.105	35.075	36.217
TiO ₂	0.853	0.869	0.856	0.839	0.839	0.876	0.903
V ₂ O ₃	0.017	0.018	0.018	0.017	0.019	0.019	0.019
Cr ₂ O ₃	0.101	0.044	0.052	0.034	0.036	0.051	0.062
MnO	0.068	0.053	0.055	0.056	0.054	0.058	0.055
Fe ₂ O ₃	9.830	8.600	8.433	8.579	8.713	8.564	9.001
NiO	0.010	0.011	0.013	0.011	0.010	0.012	0.013
CuO	0.059	0.048	0.046	0.042	0.043	0.045	0.044
ZnO	0.271	0.201	0.203	0.212	0.213	0.079	0.077
As ₂ O ₃	0.022	0.012	0.012	0.012	0.012	0.011	0.011
Rb ₂ O	0.015	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011	0.011
SrO	0.198	0.150	0.146	0.152	0.157	0.152	0.163
In ₂ O ₃	1.727	1.349	1.342	1.377	1.394	1.379	1.437
BaO	0.045	0.043	0.037	0.040	0.039	0.041	0.042
Eu ₂ O ₃	0.013	0.009	0.000	0.000	0.009	0.000	0.013
PbO	0.031	0.019	0.019	0.019	0.019	0.001	0.001
Cl	0.276	0.103	0.096	0.082	0.076	0.083	0.073
Br	0.017	0.007	0.005	0.003	0.002	0.001	0.001

Résultats et discussions

D'après (Cyr et al, 2007) les cendres des boues sont des matériaux polyphasiques composés de plusieurs minéraux cristallins ($\approx 60\%$) et d'une phase vitreuse ($\approx 40\%$), le tableau suivant résume les résultats trouvés par (Cyr et al, 2007) comparés par d'autres travaux cités dans la littérature.

Tableau III-4: Les résultats trouvés par (Cyr et al. 2007) comparés par autres travaux

Oxide	SiO2	Al2O3	Fe2O3	CaO	P2O5	SO3	Na2O	K2O	TiO2	MgO	MnO	LOI
Cendres Cyr et al., 2007(%)	34.2	12.6	4.7	20.6	14.8	2.8	1.0	1.7	0.9	1.9	0.06	5.5
Autres cendres Moy	36.1	14.2	9.2	14.8	11.6	2.8	0.9	1.3	1.1	2.4	0.3	6.1
Min	14.4	4.4	2.1	1.1	0.3	0.01	0.01	0.1	0.3	0.02	0.03	0.2
Max	65.0	34.2	30	40.1	26.7	12.4	6.8	3.1	1.9	23.4	0.9	41.8

-Un test statistique par l'analyse des variances (ANOVA) a été réalisée. Nous avons constaté que la probabilité globale associée à ce Test est de 0.999 ce qui est supérieure à 0.05. Donc on peut constater que les concentrations des éléments dans toutes les cendres ne sont pas différentes.

Tableau III-5: Les valeurs moyennes et l'écart type des cendres

Températures	Mean	Sd
T ambiante	4.165042	8.507016
550°C	4.165792	8.741589
700°C	4.166208	8.813948
750°C	4.166333	8.737141
800°C	4.165958	8.749078
1000°C	4.166375	9.011687
1100°C	4.165917	9.194375

Pour comparer le même caractère dans deux populations de tailles différentes on utilise le diagramme de boîte à dispersion (boîte de Tukey) à 95%.

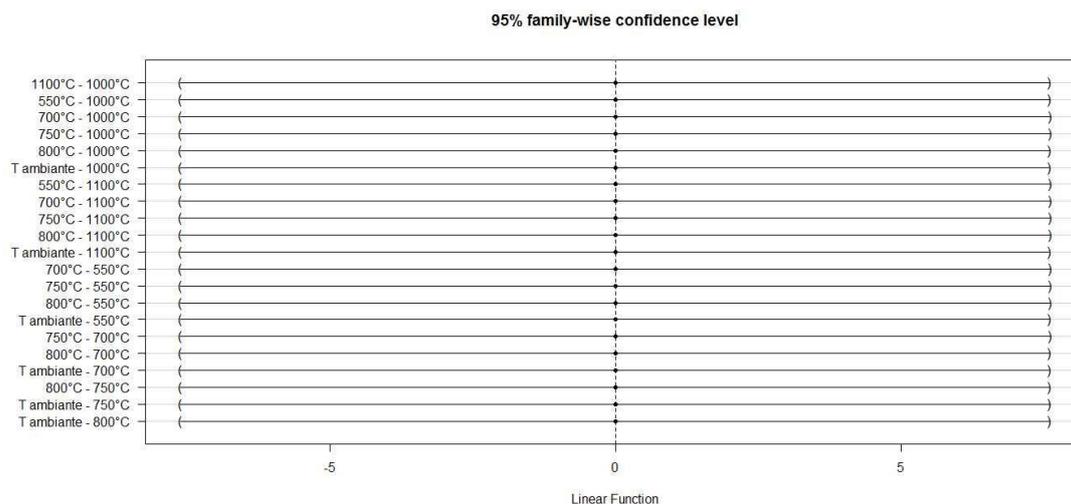


Figure III.6: La boîte de dispersion des éléments par apport la température.

Tous les intervalles contient un zéro, les moyennes correspondent ne sont pas significativement différentes.

• DRX des boues calcinées

Selon les diagrammes DRX (Figure III.9), les principaux composants qui ont été identifiés dans les boues calcinées sont la Calcite ; Quartz ; Hatrurite et Hedenbergite. Ainsi, la présence des composants mineurs tels que le phlogopite ; dolomite et gehlénite. ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$)

Tableau III-6: les différentes phases cristallographiques de boue et cendres

	Les phases existées dans la boue et les cendres
Boue séchée	Calcite(CaCO_3) ; Quartz (SiO_2) ;Silimanite (Al_2SiO_5) :Portlandite ($\text{Ca}(\text{OH})_2$)
Calcinée à 550°C	Calcite ; Quartz
Calcinée à 700°C	Calcite ; Quartz
Calcinée à 750°C	$\text{Li}_{0,15}\text{Si}_{2,85}\text{Al}_{0,15}\text{O}_6$ (quartz) ; Phlogopite ($\text{KMg}_3\text{AlSi}_3\text{O}_{10}\text{F}(\text{OH})$)
Calcinée à 800°C	Quartz
Calcinée à 1000°C	Hatrurite (Ca_3SiO_5) (Alite) ; Dolomite ($\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$)
Calcinée à 1100°C	Hedenbergite($\text{CaFeSi}_2\text{O}_6$) ; Gehlénite($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$)

Entre 550°C et 800°C, la teneur en quartz(SiO_2) est progressivement croissante avec une phase thermiquement stable. Ainsi, à 750°C la présence du Quartz sous forme $\text{Li}_{0,15}\text{Si}_{2,85}\text{Al}_{0,15}\text{O}_6$. Cette dernière est l'une des dérivés bourrés du quartz.

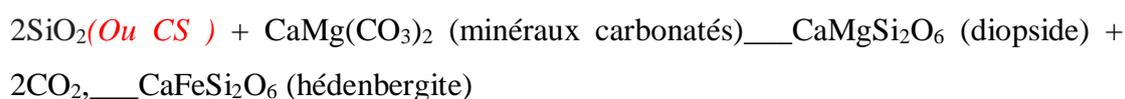
Résultats et discussions

Au propos de calcite ; leur présence est important à 550°C suivie par une diminution dans la phase cristalline à 700°C puis disparaît à partir de 750°C à cause de la décomposition des carbonates pour former de la chaux (CaO) avec un dégagement du dioxyde de carbone (CO₂). Et selon (Traoré et al. 2003), La décomposition thermique de la calcite commence vers 650 °C, et se termine vers 900 °C.

Les diffractogrammes révèlent aussi la présence de l'alite Ca₃SiO₅, Hedenbergite CaFeSi₂O₆, dolomite CaMg(CO₃)₂ et la géhlénite Ca₂Al₂SiO₇ à 1000°C et à 1100°C. Et selon (Maggetti, 1981; Maritan et al, 2006), à des températures supérieures à 800°C le CaO, SiO₂ et Al₂O₃ commencent à réagir pour former des silicates de calcium et d'aluminium.

En général ; les réactions de minéraux carbonatés (calcite, dolomite) avec le quartz et dans certains cas avec les silicates d'aluminium (minéraux argileux) ; commence déjà à température supérieure à 800°C; conduisent à la formation de plusieurs phases minérales métastables calciques et/ou magnésiennes telles que le diopside et le géhlénite (E. Grammatikakis et al. 2019).

La formation des minéraux de « cuisson » susmentionnés commence vers 900 °C, selon la réaction suivante.



La présence du Fe dans les boues calcinées entre 1000°C et 1100°C (d'après l'analyse FRX), provoque la transformation de CaMgSi₂O₆ (diopside) à CaFeSi₂O₆ (hédénbergite) avec une simple déformation substitution (Heure et al 2005).

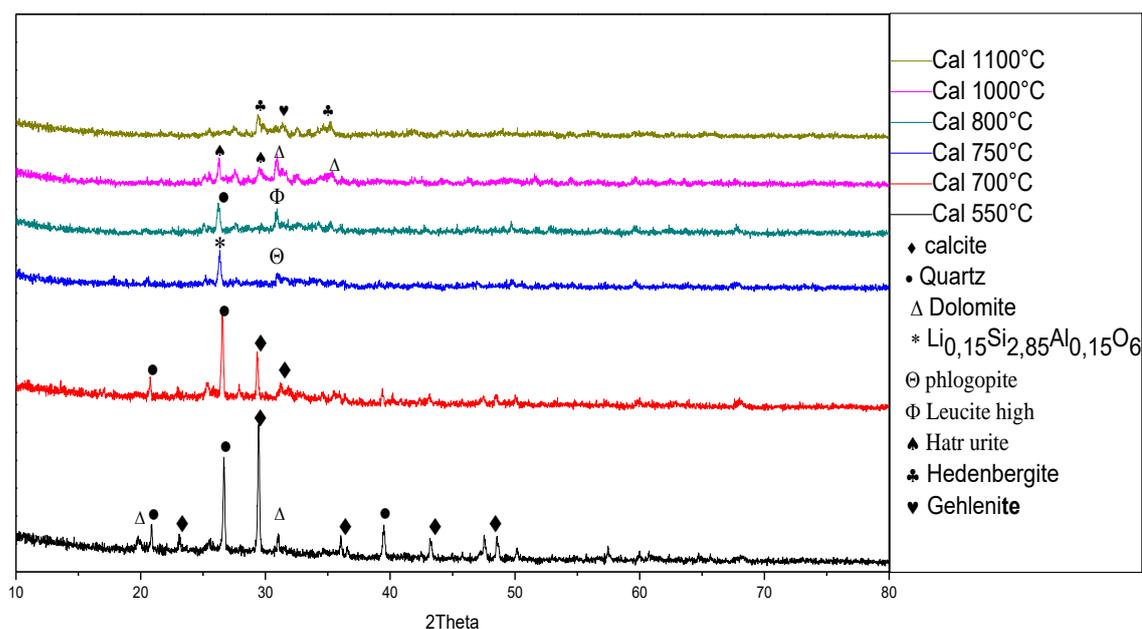


Figure III.7: Spectres de RX superposés des boues calcinées.

• Infrarouge FTIR des boues calcinées

La combustion des boues séchées à différentes températures engendre quelques changements dans les spectres infrarouges des résidus obtenus. La large bande aux alentours de 3400 cm^{-1} disparaît avec l'augmentation de la température entre 550°C et 1100°C

Les pics d'absorbance du dioxyde de carbone dans les cendres aux alentours de 2370 cm^{-1} sont probablement dus à la décomposition des carbonates au cours du traitement thermique qui dégage du CO_2 ; ces pics sont remarquables à partir de 700°C où la décarbonatation de la calcite commence.

Les carbonates sont connus pour une absorption autour de 1420 cm^{-1} ; ce pic d'absorbance disparaît à partir de 750°C avec la composition de la chaux et le CO_2 .

Les larges bandes par chevauchement de pics à $1031\text{-}906\text{ cm}^{-1}$ apparues sur les spectres au cours de la calcination à 1000°C et à 1100°C peuvent être dues à la décomposition des phases siliceuses et à la formation de nouvelles phases cristallines telles que l'alite, hedenbergite et gehlénite. Ces déductions sont confirmées par l'analyse DRX.

Résultats et discussions

Une autre large bande centrée environ 1031 cm^{-1} est attribuée aux silicates Si–O–Si, dans l'intervalle de calcination 550°C jusqu'à 800°C

La bande centrée à 871 cm^{-1} est attribuée aux vibrations asymétriques du tétraèdre Si-O qui confirment aussi la présence des silicates soit sous forme cristalline (quartz) ou amorphe, toujours dans l'intervalle de calcination 550°C jusqu'à 800°C .

La vibration Al-OH apparait à 906 cm^{-1} . Ce mode d'élongation est également observé à 600 , à 520 et à 465 cm^{-1} , cette vibration est observée à 1000 – 1100°C ou la formation des nouvelles phases de silicate comme le gehlénite, cela est confirmé par les DRX. Certains auteurs (Vargas et al. 2010) attribuent la bande aux alentours de 465 cm^{-1} à la vibration O-Si-O dans le quartz. Le double pic à environ 777 cm^{-1} peut correspondre aux vibrations d'élongation symétrique de Si-O dans le quartz.

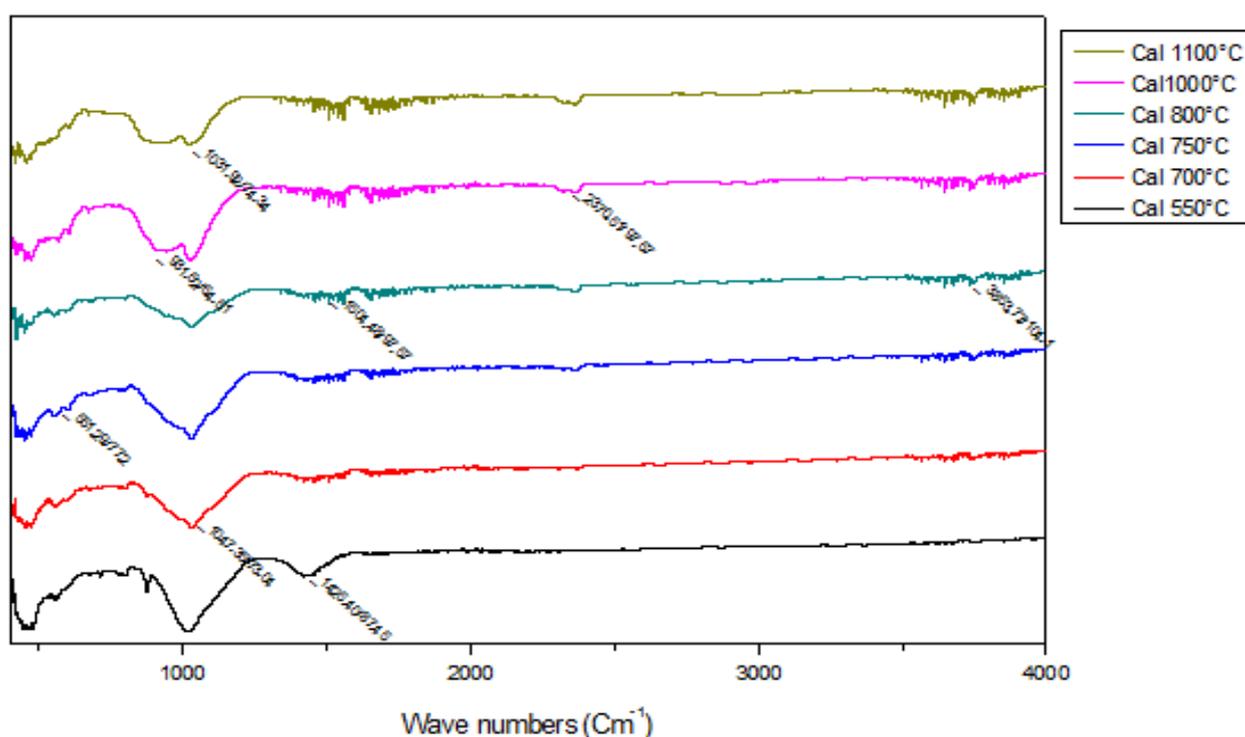


Figure III.8: Spectres Infrarouge superposés des boues calcinées.

- **La perte de masse**

La perte de masse est calculée à partir de la différence entre la masse des boues initiale avant calcination et la masse finale après calcination exprimé par un pourcentage

Le Tableau III-7 résume les résultats de perte de masse obtenus de calcination à des différentes températures 550°C, 700°C, 750°C ,800°C ,1000°C et 1100°C pendant duré de 3heure du temps.

La perte de masse des boues calcinées à 550°C est de 48,57%. Cette valeur est presque identique de celle de matière volatile de boue de départ (48,5%) puisque la 550°C est définie comme une température de l'oxydation complète de la matière organique. les résultats de la perte de masse regroupés dans le Tableau III-7 montre qu'il y a une légère élévation allant jusqu'à 8.28% de perte de masse entre 550°C et 1100°C .Ceci est signifié que la perte masse la plus importante lors de la calcination a été observé à 550°C à cause de la décomposition de la matière organique au cours de cette température.

La teneur en matières organiques qui est supérieure à 40%, rendre ces boues étudiés riche en matière organique et leurs combustions produire une source d'énergie qui peut être récupérée et d'un autre cote, réduire les énormes quantités des boues.

Tableau III-7: La perte de masse des boues calcinées

	B. Calciné à 550°C	B. Calciné à 700°C	B. Calciné à 750°C	B. Calciné à 800°C	B. Calciné à 1000°C	B. Calciné à 1100°C
La perte de masse %	48,57	53,23	53,83	54,98	55,8	56,85

- **Masses volumiques réelles**

Les mesures des masses volumiques réelles (ρ_r) des boues séchées et calcinées sont récapitulées sur le Tableau ci-dessous.

Tableau III-8: Masses volumiques des boues séchées et calcinées

	B sèche	B 550°C	B700°C	B750°C	B800°C	B1000°C	B1100°C
ρ (g/cm ³)	1.5	2.35	2.17	2.17	2.17	3.12	2.77

Selon le tableau III-8, les boues séchées ont une masse volumique plus faible par rapport aux boues calcinées. Ceci s'explique par la présence de métaux lourds et des minéraux ayant une forte masse volumique. Alors les grains deviennent plus denses et comparables avec le sable siliceux.

- **Potentiel d'hydrogène pH**

Les mesures du pH de la boue séchée de Sidi Merouane prélevée en Nov 2017 et des cendres après calcination à différentes températures sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau III-9: pH de boue séchée et des boues calcinées

	B sèche	B 550°C	B700°C	B750°C	B800°C	B1000°C	B1100°C
pH	7.19	8.70	10.36	12.99	12.04	11.34	8.87

L'élévation de la température conduit à une augmentation significative du pH allant de 7.19 à 12.99. L'augmentation du caractère basique avec l'élévation de la température de calcination est due à la formation d'oxydes métalliques à caractère basique (Tran, 2009). Ainsi, la présence de carbonates peut également contribuer à cette basicité. (Ce qui est en accord avec les résultats obtenus par DRX).

En revanche, la plus grande valeur du pH a été observée dans B 750°C qui égale 12.99. Ce caractère alcalin peut influencer sur la rétention des polluants tels que les métaux lourds qui sont mieux retenus lorsque le pH est élevé (Durand, 2003).

• Conductivité électrique

Le tableau III-10 présente les valeurs de la conductivité électrique, visuellement ces valeurs de conductivité sont tous inférieure à la valeur de la boue de départ avant la calcination, à l'exception dans la boue B750°C où la conductivité électrique enregistre une valeur maximale, ça signifie la richesse de ces cendres par des sels solubles.

Cependant une importante baisse de la conductivité électrique à 0,166 mS/cm a été enregistrée dans les boues calcinées à 1100°C. Ceci signifie que les ions solubles dans les boues calcinées sont sensibles à l'élévation de la température.

Tableau III-10: Conductivité électrique de la boue séché et les boues calcinées

	B séché	B550°C	B700°C	B750°C	B800°C	B1000°C	B1100°C
CEmS/cm	1.856	1.44	0.712	3.59	0.905	0.831	0.166

III.5 Conclusion

Les paramètres de pollution de la boue étudiée (Novembre 2017) déterminés par la DCO et NO_3^- , COT, pH montrent que les valeurs de ces paramètres ne présentent aucun danger quant à leur réutilisation en agriculture.

Les analyses par DRX révèlent que la matrice minérale contenue dans l'échantillon est majoritairement composée de quartz, et de calcite, avec présence également de sillimanite et de portlandite. Par ailleurs, les résultats obtenus par FTIR sont en corrélation avec les principales phases mise en évidence dans les analyses de diffraction des rayons X et FRX, qui montrent l'existence des bandes et des pics attribués aux vibrations Si-O, Al-O, CO_3^- , ce qui signifie la présence des silicates soit sous forme cristalline (quartz, sillimanite) ou amorphe et la formation de calcite.

L'étude du comportement thermique, notamment celui de la déshydroxylation et décarbonation conduisent à la formation de la chaux. La combinaison finale entre la chaux obtenue et SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 donnent les principaux minéraux du clinker.

Résultats et discussions

On peut conclure que les boues de la STEP Mila Algérie ont des propriétés intéressantes pour sa valorisation dans les matériaux de construction.

Les boues calcinées présente des teneurs plus faibles en oxydes de métaux lourds par rapport aux boues séchées. Ceci indique que la décomposition thermique des boues pourrait être une solution suggérée pour réduire le taux de pollution qui en résulte dans le problème de l'évacuation des boues.

La calcination des boues montre que les principaux composants qui ont été identifiés dans les boues calcinées sont la Calcite ; Quartz ; Hatrurite et Hedenbergite. Ainsi, la présence des composants mineurs tels que le phlogopite; dolomite et gehlénite ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$). La décomposition thermique de la calcite commence vers $550\text{ }^\circ\text{C}$, et se termine vers $750\text{ }^\circ\text{C}$. A des températures supérieure à $800\text{ }^\circ\text{C}$ le CaO , SiO_2 et Al_2O_3 commencent à réagir pour former des silicates de calcium et d'aluminium.

Les résultats obtenus par FTIR sont en corrélation avec les principales phases mise en évidence dans les analyses de diffraction des rayons X et la FRX.

A partir de $750\text{ }^\circ\text{C}$, les phases obtenues par calcination sont très essentielles dans le domaine de fabrication du ciment et de construction en général.

La perte masse la plus importante lors de la calcination a été observé à $550\text{ }^\circ\text{C}$ à cause de la décomposition de la matière organique au cours de cette température.

Les grains deviennent plus denses et comparables avec le sable siliceux. L'augmentation du caractère basique avec l'élévation de la température de calcination est due à la formation d'oxydes métalliques à caractère basique. Les ions solubles dans les boues calcinées sont sensibles à l'élévation de la température.

Partie IV : Caractérisation des boues de différentes stations d'épuration de l'est algérien en vue de leur valorisation.

Notre étude dans cette partie porte sur la caractérisation des boues de différentes stations d'épuration de l'est algérien en vue de leurs valorisations.

IV.1 Résultats et discussion

L'analyse qualitative des boues indique la présence des éléments suivants : Ca, Si, Fe, Al, P, S, K, Mg, Ti, Cl, Zn, Sr, Ba, Zr, C, Cu, Mn, Pb, Cr, As, Ni, V, Br, Rb, Y, N, Se, Ga. La présence de tous ces éléments dans les boues des stations d'épuration comme le calcium par exemple n'est pas un signe de pollution. C'est une conséquence de leur présence dans l'effluent qui a été traité par les stations d'épuration.

L'analyse des boues résiduaires, produites aux stations d'épuration des eaux usées des douze villes montre qu'elles contiennent des éléments fertilisants primaires tels que N, P, K et des éléments fertilisants secondaires tels que le Ca, Mg et S qui justifient leur utilisation en agriculture.

Les boues que nous avons étudiées se caractérisent par la présence du zinc, cuivre, plomb, chrome et nickel. Lors de l'épandage, selon la composition en minéraux argileux des sols contaminés (Proust, 2015), certains de ces éléments restent localisés en surface tel que le chrome. D'autres, comme le plomb et le nickel peuvent migrer dans le sol avec une vitesse de 3 à 6 cm/an et de 6 à 9 cm/an respectivement (Legret, M. et al. 1997). Leur présence dans les sols peut ne pas avoir de conséquence négative sur la croissance des plantes (Smiri et al. 2015).

Les principales caractérisations de nos échantillons sont décrites dans le tableau suivant

Résultats et discussions

Tableau IV-1: Principales caractérisations des boues de stations d'épuration de L'est Algérien

Concentration en mg/g MS	Zn	Cr	Cu	Ni	Pb	Ph	DCO	NO ₃ ⁻
STEP Guelma	1.61	0.18	0.45	0.09	0.49	7.01	0.72	0.09
STEP Setif	3.93	0.33	0.86	0.08	1.06	6.83	1.15	0.186
STEP Annaba	1.39	0.23	0.58	0.11	0.34	7.99	1.02	0.09
STEP Khenchela	3.13	0.17	0.54	0.06	0.63	7.8	0.47	0.22
STEP Jijel	5.82	6.15	1.21	0.35	1.03	7.93	0.74	0.0115
STEP BBA	11.4	0.58	1.92	0.17	1.65	7.06	1.39	0.068
STEP El Athmania	6.69	0.39	1.54	0.17	0.9	6.72	0.59	0.28
STEP Sidi Merouane	2.52	0.57	0.50	0.20	0.31	7.42	0.81	2.02
STEP Batna	8.31	0.52	5.87	0.14	1.77	7.28	0.85	0.53
STEP Ferdjoua	2.59	1.11	0.51	0.08	0.35	7.213	---	0.0169
STEP Souk Ahrass	4.1	0.48	0.71	0.16	0.73	7.72	0.56	0.278
STEP Constantine	2.70	0.27	0.48	0.11	0.35	7.1	0.45	0.115
Teneur limite réglementation française mg/g MS	3	1	1	0.2	0.8	-----	-----	-----

Résultats et discussions

Aucune des concentrations des éléments en traces métalliques présents dans les boues des stations d'épuration de Constantine, Annaba, Guelma, Sidi Merouane ne dépasse la limite autorisée par la réglementation. Parallèlement, les boues de station d'épuration de Khenchela, Setif, Souk Ahrass, Jijel, El Athmania, Batna et BBA se caractérisent par une pollution en Zinc.

De plus, les boues de station de Batna, El Athmania, BBA et Jijel sont tous caractérisent par un dépassement au niveau du Cuivre. Par apport du Plomb, les boues de Batna, BBA, Jijel et Sétif sont polluées avec un dépassement des normes requises.

Concernant le Chrome les stations qui connues une pollution par cet élément sont Jijel et Ferdjioua.

Cependant le flux limite autorisé sur dix ans en chrome, cuivre, nickel, plomb et zinc est respectivement de 15 kg/ha, 15 kg/ha, 3 kg/ha, 15 kg/ha, 45 kg/ha. Les facteurs limitant sont le zinc, le Cuivre, le plomb et le Chrome.

Les stations les plus contaminants par des plusieurs facteurs sont : Jijel dans la première position avec quatre facteurs de contamination, Batna et BBA en deuxième position avec trois facteurs et après El Athmania et Sétif avec deux facteurs.

Toutes ces boues de stations avec plusieurs facteurs de contamination sont loin d'être valoriser dans l'agriculture surtout les stations de Jijel, Batna et BBA.

La discussion quand peut faire c'est concernant les stations qui ont eu un facteur de contamination comme Khenchela, Ferdjioua et Souk Ahrass

La concentration du Zn dans les boues des STEP Khenchela et Souk Ahrass est de 3.1 mg/g (3.1 Kg/tonne) et 4.1mg/g (4.1 Kg/tonne) respectivement et l'épandage est limité à un apport inférieur à 45 Kg/ha sur dix ans. Les boues produisent par les STEP Khenchela et Souk Ahrassne peuvent être utilisées qu'avec des quantités inférieures à 14.52 et 11 tonnes/ha sur dix ans respectivement. Ces quantités épandues sont insuffisantes pour améliorer sensiblement la qualité du sol et le rendement de culture. Une quantité de boue de au moins de 40 tonnes/ha de boues est indispensable pour cela (Ati, 2010).

Résultats et discussions

Les stations d'épuration de Khenchela et Souk Ahrass peuvent produire 5600 tonnes de boue par an et 5230 tonnes de boue par an respectivement. Le respect des normes d'épandage ne permet d'utiliser que 1.452 et 1.1 tonnes/ha sur un an respectivement. Il faudra utiliser une surface supérieure à 3856 ha pour l'épandage des boues de la station d'épuration de Khenchela et une surface supérieure à 4754 ha pour l'épandage des boues de la station d'épuration de Souk Ahrass. Même en respectant les normes précédentes, la pollution des terres agricoles risque de se faire quand-même progressivement (Wei & Yang, 2010). Il est indispensable donc de réduire la pollution des boues de la station d'épuration de Khenchela et Souk Ahrass pour l'utiliser en agriculture. Il faudra contrôler les rejets industriels de la ville de Khenchela et de Souk Ahrass et étudier la possibilité de l'élimination du Zn, Ni, Cr, Cu, Pb dans les effluents urbains par un traitement biologique approprié des eaux usées (Silva Oliveira et al., 2007; Dhir, 2014; Iram et al., 2015; Mudhoo et al., 2012).

La mesure de la concentration des ions nitrate dissous nous a donné une valeur de 0.22 Kg par tonne de boue de STEP de Khenchela, et une valeur de 0.278Kg par tonne de boue de STEP de Souk Ahrass. Si nous épandons 14.52 tonnes de boues de STEP de Khenchela par hectare et 11 tonnes de boues de STEP de Souk Ahrass par hectare cela apportera 3.2 Kg d'ions nitrate par hectare et 3 Kg d'ions nitrate par hectare respectivement. Ces quantités d'azote soluble seront absorbées en partie par la végétation. Le restant sera probablement dégradé par les bactéries dénitrifiantes qui se trouvent dans le sol (Cheurfi et al. 2009). Le risque pour que les ions nitrate soluble polluent les nappes aquatiques souterraines ou les eaux superficielles est très limité.

La mesure de la DCO qui donne la quantité de matière oxydable soluble dans les boues est composée essentiellement de matière organique.

Si nous épandons 14.52 tonnes de boues de STEP de Khenchela par hectare. Cela apportera 6.82 Kg de matière organique soluble par hectare. Ainsi, Si nous épandons 11 tonnes de boues de STEP de Souk Ahrass par hectare. Cela apportera 6.16 Kg de matière organique soluble par hectare.

Le pH mesuré des boues des douze stations d'épuration est varié entre 6.72 et 7.99, Il est inoffensif lors de leur épandage. En effet L'abaissement des pH favorise la mobilisation des métaux par échange protonique. De ce fait, la réglementation a interdit l'apport des boues dans les sols à pH acide.

Résultats et discussions

La présence du Zn dans la boue de STEP Constantine et Mila avec un pourcentage élevé (90% et 84% respectivement de la NA 17671), peut considérer comme élément de référence dans les études de projets de valorisation agricole des boues de Mila et Constantine.

- Un test statistique par l'analyse des variances (ANOVA) a été réalisé. Nous avons constaté que la probabilité globale associée à ce Test est de 0.000515 , ce qui est inférieure à 0.05 . Donc on peut constater que la composition chimique des boues est différente d'une station à une autre.

Tableau IV-2 : les valeurs moyennes et l'écart type des boues

	Mean	Sd
Teneur limite	0.750000	1.012776
STP Souk Ahrass	1.842250	2.697650
STEP Sidi Merouane	1.793750	2.423515
STEP SETIF	1.803250	2.372934
STEP KHENCHELA	1.627500	2.684270
STEP IJEL	1.782687	1.038804
STEP GUELMA	1.330000	2.347966
STEP FERDJIOUA	1.483737	2.471120
STEP Constantine	1.446875	2.437975
STEP BBA	1.995000	1.369388
STEP Batna	3.158750	3.404117
STEP ATHMANIA	2.160000	2.837977
STEP ANNABA	1.468750	2.674747

Région x région	Pvalue
STEP BBA -STEP ANNABA	<0.01
STEP BBA - STEP ATHMANIA	0.0125
STEP BBA- STEP Batna	0.0351
STEP Constantine - STEP BBA	<0.05

Résultats et discussions

STEP FERDJIOUA - STEP BBA	<0.01
STEP GUELMA - STEP BBA	<0.01
STEP KHENCHELA - STEP BBA	<0.01
STEP Sidi Merouane - STEP BBA	<0.01
STEP Souk Ahrass - STEP BBA	<0.01
Teneur limite - STEP BBA	<0.01

IV.2 Conclusion

En fin de compte, et avant l'épandage agricole des boues provenant des STEPs : Jijel, Batna, BBA, El Athmania et Sétif, il faut prendre en considération la pollution métallique.

Conclusion

Notre étude porte sur la caractérisation de la boue résiduaire de la station d'épuration de Mila Algérie en vue de leur valorisation agricole ou bien leur utilisation dans la fabrication de matériaux réfractaires et des ciments. Plusieurs analyses et paramètres de pollution ont été réalisées par : FRX, DRX, FTIR, TG-DSC, DCO, pH, NO_3^- , COT.

L'analyse qualitative des boues prélevées au cours des années 2015-2016-2017-2018 par la spectroscopie de fluorescence X indique la présence des éléments suivants : Ca, Si, Fe, Na, Al, P, S, K, Mg, Ti, Cl, Zn, Sr, Ba, Zr, Cu, Mn, Pb, Cr, As, Ni, V, Br, Rb, Se, In, Eu. L'analyse indique aussi la présence des ETM avec des teneurs inférieures à la norme NA 17671. Donc le site de Sidi Merouane est stable pendant les quatre années étudiées.

La caractérisation saisonnière des boues de la STEP de Sidi Merouane révèle que la composition principale de cette boue est stable avec un pH proche de la neutralité au cours de la longue période d'étude. L'analyse par FRX indique la présence des éléments fertilisants et des éléments métalliques avec des teneurs inférieures aux valeurs maximales admises par NA 17671. Cependant, le Zn et le Cu sont des facteurs qui peuvent créer des risques à long terme lors du processus de l'épandage.

Les paramètres de pollution de la boue étudiée (Novembre 2017) déterminés par la DCO et NO_3^- , COT, pH montrent que les valeurs de ces paramètres ne présentent aucun danger quant à leur réutilisation en agriculture.

Les analyses par DRX révèlent que la matrice minérale contenue dans la boue (Nov 2017) est majoritairement composée de quartz, et de calcite, avec présence également de sillimanite et de portlandite. Par ailleurs, les résultats obtenus par FTIR sont en corrélation avec les principales phases mise en évidence dans les analyses de diffraction des rayons X et FRX, qui montrent l'existence des bandes et des pics attribués aux vibrations Si-O, Al-O, CO_3^- , ce qui signifie la présence des silicates soit sous forme cristalline (quartz, sillimanite) ou amorphe et la formation de calcite.

L'étude du comportement thermique, notamment celui de la déshydroxylation et décarbonation conduisent à la formation de la chaux. La combinaison finale entre la chaux obtenue et SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 donnent les principaux minéraux du clinker.

On peut conclure que les boues de la STEP Mila Algérie ont des propriétés intéressantes pour sa valorisation dans les matériaux de construction.

Les boues calcinées présente des teneurs plus faibles en oxydes de métaux lourds par rapport aux boues séchées. Ceci indique que la décomposition thermique des boues pourrait être une solution suggérée pour réduire le taux de pollution qui en résulte dans le problème de l'évacuation des boues.

La calcination des boues montre que les principaux composants qui ont été identifiés dans les boues calcinées sont la Calcite ; Quartz ; Hatrurite et Hedenbergite. Ainsi, la présence des composants mineurs tels que le phlogopite; dolomite et gehlénite ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$). La décomposition thermique de la calcite commence vers $550\text{ }^\circ\text{C}$, et se termine vers $750\text{ }^\circ\text{C}$. A des températures supérieure à $800\text{ }^\circ\text{C}$ le CaO , SiO_2 et Al_2O_3 commencent à réagir pour former des silicates de calcium et d'aluminium.

Les résultats obtenus par FTIR sont en corrélation avec les principales phases mise en évidence dans les analyses de diffraction des rayons X et la FRX.

A partir de $750\text{ }^\circ\text{C}$, les phases obtenues par calcination sont très essentielles dans le domaine de fabrication du ciment et de construction en général.

La perte de masse la plus importante lors de la calcination a été observée à $550\text{ }^\circ\text{C}$ à cause de la décomposition de la matière organique au cours de cette température.

Les grains deviennent plus denses et comparables avec le sable siliceux. L'augmentation du caractère basique avec l'élévation de la température de calcination est due à la formation d'oxydes métalliques à caractère basique. Les ions solubles dans les boues calcinées sont sensibles à l'élévation de la température.

Les boues calcinées semblent, selon la température de calcination, être intéressantes dans la production de briques, de tuiles, d'agrégats légers et dans la formulation du mortier et du béton. Donc, les cendres de STEP de Sidi Merouane ayant une perspective d'avenir ouverte et vaste sur tous les domaines de construction.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- Ábrego, J., Arauzo, J., Sánchez, J. L., Gonzalo, A., Cordero, T., & Rodríguez-Mirasol, J. (2009). Structural Changes of Sewage Sludge Char during Fixed-Bed Pyrolysis. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 48(6), 3211-3221. <https://doi.org/10.1021/ie801366t>
- AitBaddi, G., Antonio Albuquerque, J., González, J., Cegarra, J., & Hafidi, M. (2004). Chemical and spectroscopic analyses of organic matter transformations during composting of olive mill wastes. *International Bio deterioration & Biodegradation*, 54(1), 39-44. <https://doi.org/10.1016/j.ibiod.2003.12.004>
- Akobundu N., A. (2012). Quality Assessment of Aba River Using Heavy Metal Pollution Index. *American Journal of Environmental Engineering*, 2(1), 45-49. <https://doi.org/10.5923/j.ajee.20120201.07>
- Amir, S., Hafidi, M., Merlina, G., & Revel, J.-C. (2005). Sequential extraction of heavy metals during composting of sewage sludge. *Chemosphere*, 59(6), 801-810. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2004.11.016>
- Annabi, M. (2005). *Stabilisation de la structure d'un sol limoneux par des apports de composts d'origine urbaine : Relation avec les caractéristiques de leur matière organique* [Phd thesis, INAPG (AgroParisTech)]. <https://pastel.archives-ouvertes.fr/pastel-00001588>
- Ati, S. (2010). *Etude de l'effet des boues résiduaires sur sol cultivé dynamique du phosphore et son utilisation en zone semi – aride* [Magister, El Hadj Lakhdar de Batna]. <http://www.secheresse.info/spip.php?article26921>
- Azeddine, M., Chaouki, B., & Grecu, F. (2008). Le système « Beni-Haroune » (oued Kebir-Rhumel, Algérie) : Aménagements hydrauliques et contraintes morpho-geologiques. *Analele Universitatii Bucuresti Geografie*.
- Bayard, R., & Gourdon, R. (2010). Traitement biologique des déchets. In *Techniques de l'ingénieur Gestion des déchets: Vol. base documentaire : TIB437DUO*. (Numéro ref. article : g2060). Editions T.I. <https://doi.org/10.51257/a-v2-g2060>
- Benmouffok, A. (1994). Caractérisation et valorisation agricole des boues résiduaires de Draa Ben Khedda (Algérie). *Cahiers Agricultures*, 3(5), 295-299 (1).
- Benoudjit, F. (2016). *Caractérisation et valorisation des boues issues d'un office d'assainissement : Cas ONA Boumerdès (STEP Boumerdès)* [Doctorat, Université M'hamed Bougara de Boumerdès]. <http://www.secheresse.info/spip.php?article80619>
- Benselhoub, A, Kharytonov, M, Bounouala, M, Chaabia, R, & Badjoudj, S. (2015). Estimation of soil's sorption capacity to heavy metals in algerian megacities: case of Algiers and Annaba. *IN MATEH - Agricultural Engineering*, 46(2), 147.

Références bibliographiques

- Bouamrane A, Chahidi EL Ouazzani D, TirutaBarna L, & Mansouri K. (2014). Valorisation des boues de papeterie comme matières premières secondaires dans les mortiers de ciment Portland : Incidence des conditions d'incinération sur la résistance mécanique des mortiers. *Journal of Materials and Environmental Science*, 5(2), 605.
- Bouchaala, L, Charchar, N, & Gherib, A. (2017). Ressources Hydriques : Traitement et Reutilisation des Eaux Usées en Algérie = Water Resources Treatment and Reuse of Wastewater in Algeria. *Algerian Journal of Arid Environment*, 7(1), 84-95. <https://doi.org/10.12816/0045919>
- Boudraa, I., Bougherara, H., & Kebabi, B. (2020). Characterization and thermal study of sewage sludge from the municipal wastewater treatment plant of el eulma, Algeria. *Scientific Study and Research: Chemistry and Chemical Engineering*, 21, 367-378.
- Bougrier, C. (2005). *Optimisation du procédé de méthanisation par mise en place d'un co-traitement physico-chimique : Application au gisement de biogaz représenté par les boues d'épuration des eaux usées* [These de doctorat, Montpellier 2]. <http://www.theses.fr/2005MON20089>
- Bouna, L. (2012). *Fonctionnalisation des minéraux argileux d'origine marocaine par TiO2 en vue de l'élimination par photocatalyse de micropolluants organiques des milieux aqueux* [Phd]. <http://ethesis.inp-toulouse.fr/archive/00002107/>
- Cabaret, J., Geerts, S., Madeline, M., Ballandonne, C., & Barbier, D. (2002). The use of urban sewage sludge on pastures : The cysticercosis threat. *Veterinary Research*, 33(5), 575-597. <https://doi.org/10.1051/vetres:2002040>
- Chang, A. C., Granato, T. C., & Page, A. L. (1992). A Methodology for Establishing Phytotoxicity Criteria for Chromium, Copper, Nickel, and Zinc in Agricultural Land Application of Municipal Sewage Sludges. *Journal of Environmental Quality*, 21(4), 521-536. <https://doi.org/10.2134/jeq1992.00472425002100040001x>
- Cheurfi, W., Bougherara, H., Bentabet, O., Batouche, K., & Kebabi, B. (2009). Fighting against nitrate pollution of the dam-retained waters through biological treatment. *Scientific Study & Research-Chemistry and Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry*, 3, 285-294.
- Cheurfi, W., Bougherara, H., & Kebabi, B. (2016). Characterization of the sludge of Ibn Ziad constantine sewage treatment plant for its land spreading. *Scientific Study and Research: Chemistry and Chemical Engineering, Biotechnology, Food Industry*, 17, 27-34.

Références bibliographiques

- Couturier, C., & Galtier, L. (1999). Etat des connaissances sur le devenir des germes pathogènes et des micropolluants au cours de la méthanisation des déchets et des sous produits organiques. *ADEME*, 98.
- 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(8), 1278-1289. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2007.04.003>
- Davraz, M., & Gunduz, L. (2005). Engineering properties of amorphous silica as a new natural pozzolan for use in concrete. *Cement and Concrete Research*, 35(7), 1251-1261. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.11.016>
- Deng, R., Huang, D., Xue, W., Lei, L., Chen, S., Zhou, C., Liu, X., Wen, X., & Li, B. (2020). Eco-friendly remediation for lead-contaminated riverine sediment by sodium lignin sulfonate stabilized nano-chlorapatite. *Chemical Engineering Journal*, 397, 125396. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2020.125396>
- Dhir, B. (2014). Potential of biological materials for removing heavy metals from wastewater. *Environmental Science and Pollution Research*, 21(3), 1614-1627. <https://doi.org/10.1007/s11356-013-2230-8>
- Dodds, J., & Baluais, G. (1993). Caractérisation de la taille des particules. Particle size characterization. *Sciences Géologiques. Bulletin*, 46(1), 79-104. <https://doi.org/10.3406/sgeol.1993.1898>
- Durand, C. (2003). *Caractérisation physico-chimique des produits de l'assainissement pluvial: Origine et devenir des métaux traces et des polluants organiques* [These de doctorat, Poitiers]. <http://www.theses.fr/2003POIT2287>
- E. Grammatikakis, Kyriakidis, D. Demadis, Cabeza Diaz, & Leon-Reina. (2019). Mineralogical Characterization and Firing Temperature Delineation on Minoan Pottery, Focusing on the Application of Micro-Raman Spectroscopy. *Heritage*, 2(3), 2652-2664. <https://doi.org/10.3390/heritage2030163>
- Fullen, M.A (1985) Compaction, hydrological processus and soil erosion on loamy sands in east shrop shire, England. *Soil tilage Res.* 6 ,17-29
- Furness, D. T., Hoggett, L. A., & Judd, S. J. (2000). Thermochemical Treatment of Sewage Sludge. *Water and Environment Journal*, 14(1), 57-65. <https://doi.org/10.1111/j.1747-6593.2000.tb00227.x>
- Gantzer, C., Gaspard, P., Galvez, L., Huyard, A., Dumouthier, N., & Schwartzbrod, J. (2001). Monitoring of bacterial and parasitological contamination during various treatment of sludge. *Water Research*, 35(16), 3763-3770. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(01\)00105-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(01)00105-1)

Références bibliographiques

- Giergiczny, Z. (2006). The hydraulic activity of high calcium flyash. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 83(1), 227-232. <https://doi.org/10.1007/s10973-005-6970-7>
- Gondek, K. (2009). Content of Cadmium in Maize (*Zea Mays* L.) and Soils Fertilized with Sewage Sludges and Mixtures of Sewage Sludge and Peat. *Polish Journal of Natural Science*, 24(3), 146-157. <https://doi.org/10.2478/v10020-009-0014-x>
- Gras, R. (1994). *Sols caillouteux et production végétale*. Inst. National de la Recherche Agronomique.
- Hamilton, C. J. (2000). Gasification as an Innovative Method of Sewage-Sludge Disposal. *Water and Environment Journal*, 14(2), 89-93. <https://doi.org/10.1111/j.1747-6593.2000.tb00232.x>
- Hannachi, A., Gharzouli, R., & DjellouliTabet, Y. (2014). Gestion et valorisation des eaux usées en Algérie. *LARHYSS Journal*, 11(3), 51-62.
- He, Y. D., Zhai, Y. B., Li, C. T., Yang, F., Chen, L., Fan, X. P., Peng, W. F., & Fu, Z. M. (2010). The fate of Cu, Zn, Pb and Cd during the pyrolysis of sewage sludge at different temperatures. *Environmental Technology*, 31(5), 567-574. <https://doi.org/10.1080/09593330903514466>
- Hedjam, H. (2019). *Contribution à la caractérisation des décolorations des aiguilles du pin noir (pinusnigraarnoldssp.mauretanicamaire et payer) dans Parc National du Djurdjura (Algérie)* [Thesis, Université Mouloud MAMMERRI]. <https://www.ummo.dz/dspace/handle/ummo/8399>
- Idder, A., Cheloufi, H., Idder, T., & Mahma, S. A. (2012). Action des boues résiduelles de la station d'épuration des eaux usées de touggourt (algerie) sur un sol sableux cultivé. *Algerian Journal of Arid Environment "AJAE"*, 2(1), 77-81.
- Igoud, S. (2001). Valorisation des Boues Résiduelles Issues des Stations d'Épuration Urbaines par leur Epannage dans les Plantations Forestières. *Rev. Energ. Ren.: Production et Valorisation-Biomasse*, 69-74.
- Iram, S., Shabbir, R., Zafar, H., & Javaid, M. (2015). Biosorption and Bioaccumulation of Copper and Lead by Heavy Metal-Resistant Fungal Isolates. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 40(7), 1867-1873. <https://doi.org/10.1007/s13369-015-1702-1>

Références bibliographiques

- Jin, J., Gao, H., Ren, Z., & Chen, Z. (2016). The Flotation of Kyanite and Sillimanite with Sodium Oleate as the Collector. *Minerals*, 6(3), 90. <https://doi.org/10.3390/min6030090>
- JL, M., & Lorraine, U. D. N.-I. N. P. D. (1977). *Contribution à l'étude de l'évolution des boues résiduairees dans le sol*. INPL. <https://side.developpement-durable.gouv.fr/ACCIDR/doc/SYRACUSE/57108/contribution-a-l-etude-de-l-evolution-des-boues-residuairees-dans-le-sol>
- Kaiser, M., & Ellerbrock, R. H. (2005). Functional characterization of soil organic matter fractions different in solubility originating from a long-term field experiment. *Geoderma*, 127(3-4), 196-206. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2004.12.002>
- Kalbitz, K., Schmerwitz, J., Schwesig, D., & Matzner, E. (2003). Biodegradation of soil-derived dissolved organic matter as related to its properties. *Geoderma*, 113(3-4), 273-291. [https://doi.org/10.1016/S0016-7061\(02\)00365-8](https://doi.org/10.1016/S0016-7061(02)00365-8)
- Kwiatkowska-Malina, J. (2018). Functions of organic matter in polluted soils: The effect of organic amendments on phytoavailability of heavy metals. *Applied Soil Ecology*, 123, 542-545. <https://doi.org/10.1016/j.apsoil.2017.06.021>
- Ladjel, F., & Abbou, S. (2014). *Perspectives de valorisation agricole et énergétique des boues issues des STEP en Algérie*. des boues issues des STEP en Algérie, Oran. [http://ona.dz.org/IMG/pdf/Perspectives de valorisation agricole et energetique des boues issues des STEP en Algerie-2.pdf](http://ona.dz.org/IMG/pdf/Perspectives_de_valorisation_agricole_et_energetique_des_boues_issues_des_STEP_en_Algerie-2.pdf)
- Lasheen, M. R., & Ammar, N. S. (2009). Assessment of metals speciation in sewage sludge and stabilized sludge from different Wastewater Treatment Plants, Greater Cairo, Egypt. *Journal of Hazardous Materials*, 164(2-3), 740-749. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.08.068>
- Laura, S., Philippe, B., & Werner, S. (2022). *Chimie des milieux aquatiques*. <https://www.dunod.com/sciences-techniques/chimie-milieux-aquatiques-cours-et-exercices-corriges>
- Legret, M., le Marc, C., & Demare, D. (1997). Pollution des eaux de ruissellement de chaussées autoroutières – L'autoroute A 11 près de Nantes. *Bulletin des Laboratoires des Ponts et chaussées*, 211, 101.
- Lin, K. L., Chiang, K. Y., & Lin, C. Y. (2005). Hydration characteristics of waste sludge ash that is reused in eco-cement clinkers. *Cement and Concrete Research*, 35(6), 1074-1081. <https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2004.11.014>

Références bibliographiques

- Looser, M. O., Parriaux, A., & Bensimon, M. (1999). Landfill underground pollution detection and characterization using inorganic traces. *Water Research*, 33(17), 3609-3616. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(99\)00062-7](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(99)00062-7)
- Madari, B. E., Reeves, J. B., Machado, P. L. O. A., Guimarães, C. M., Torres, E., & McCarty, G. W. (2006). Mid- and near-infrared spectroscopic assessment of soil compositional parameters and structural indices in two Ferralsols. *Geoderma*, 136(1-2), 245-259. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2006.03.026>
- Magdziarz, A., & Wilk, M. (2013). Thermal characteristics of the combustion process of biomass and sewage sludge. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 114(2), 519-529. <https://doi.org/10.1007/s10973-012-2933-y>
- Maggetti, M. (1981). Composition of roman pottery from Lousonna (Switzerland). In *Scientific studies in ancient ceramics* (Vol. 19, p. 33-49).
- Maritan, L., Nodari, L., Mazzoli, C., Milano, A., & Russo, U. (2006). Influence of firing conditions on ceramic products : Experimental study on clay rich in organic matter. *Applied Clay Science*, 31(1-2), 1-15. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2005.08.007>
- Martinen, S. K., Kettunen, R. H., & Rintala, J. A. (2003). Occurrence and removal of organic pollutants in sewages and landfill leachates. *Science of The Total Environment*, 301(1-3), 1-12. [https://doi.org/10.1016/S0048-9697\(02\)00302-9](https://doi.org/10.1016/S0048-9697(02)00302-9)
- Merino, I., Arévalo, L. F., & Romero, F. (2005). Characterization and possible uses of ashes from wastewater treatment plants. *Waste Management*, 25(10), 1046-1054. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2004.12.023>
- Monzó, J., Payá, J., Borrachero, M. V., & Córcoles, A. (1996). Use of sewage sludge ash(SSA)-cement admixtures in mortars. *Cement and Concrete Research*, 26(9), 1389-1398. [https://doi.org/10.1016/0008-8846\(96\)00119-6](https://doi.org/10.1016/0008-8846(96)00119-6)
- Mozas, M., & Ghosn, A. (2013). *État des lieux du secteur de l'eau en Algérie*. 27.
- Mtshali, J. S., Tiruneh, A. T., & Fadiran, A. O. (2014). Characterization of Sewage Sludge Generated from Wastewater Treatment Plants in Swaziland in Relation to Agricultural Uses. *Resources and Environment*, 4(4), 190-199.
- Mudhoo, A., Garg, V. K., & Wang, S. (2012). Heavy Metals : Toxicity and Removal by Biosorption. In E. Lichtfouse, J. Schwarzbauer, & D. Robert (Éds.),

Références bibliographiques

- Environmental Chemistry for a Sustainable World* (p. 379-442). Springer Netherlands. https://doi.org/10.1007/978-94-007-2439-6_10
- Nakagawa, K., & Izumitani, T. (1972). Metastable phase separation and crystallization of Li₂O Al₂O₃ SiO₃ glasses : Determination of miscibility gap from the lattice parameters of precipitated β-quartz solid solution. *Journal of Non-Crystalline Solids*, 7(2), 168-180. [https://doi.org/10.1016/0022-3093\(72\)90287-6](https://doi.org/10.1016/0022-3093(72)90287-6)
- Pajączkowska, J., Sułkowska, A., Sułkowski, W. W., & Jędrzejczyk, M. (2003). Spectroscopic study of the humification process during sewage sludge treatment. *Journal of Molecular Structure*, 651-653, 141-149. [https://doi.org/10.1016/S0022-2860\(03\)00103-0](https://doi.org/10.1016/S0022-2860(03)00103-0)
- Pestre, C. (2007). *Evaluation du rôle des activités microbiennes dans le devenir de déchets essentiellement minéraux en fonction du scénario de valorisation ou de stockage* [These de doctorat, Lyon, INSA]. <http://www.theses.fr/2007ISAL0047>
- Proust, D. (2015). Sorption and distribution of Zn in a sludge-amended soil : Influence of the soil clay mineralogy. *Journal of Soils and Sediments*, 15(3), 607-622. <https://doi.org/10.1007/s11368-014-1024-z>
- Roy, M., Grondin, S., & Roy, M.-A. (2012). Time perception disorders are related to working memory impairment in schizophrenia. *Psychiatry Research*, 200(2), 159-166. <https://doi.org/10.1016/j.psychres.2012.06.008>
- Sabbas, T., Poletini, A., Pomi, R., Astrup, T., Hjelmar, O., Mostbauer, P., Cappai, G., Magel, G., Salhofer, S., Speiser, C., Heuss-Assbichler, S., Klein, R., & Lechner, P. (2003). Management of municipal solid waste incineration residues. *Waste Management*, 23(1), 61-88. [https://doi.org/10.1016/S0956-053X\(02\)00161-7](https://doi.org/10.1016/S0956-053X(02)00161-7)
- Sabir, B.B., Wild, S. Bai, J. Metakaolin and calcined clays as pozzolans for concrete. *Cement and Concrete Composites*, 2001, Vol. 23, N° 6, pp. 441-454.
- Sahlström, L., Aspan, A., Bagge, E., Tham, M.-L.D., & Albiñ, A. (2004). Bacterial pathogen incidences in sludge from Swedish sewage treatment plants. *Water Research*, 38(8), 1989-1994. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2004.01.031>
- Sahnoun, A. Y., Tidjani, Abdel I. E. I.-B., & Iddou, A. (2012). Comparative Study of the Characteristics of Three Types of Sludge From Wastewater Treatment Plants. *Energy Procedia*, 18, 99-109. <https://doi.org/10.1016/j.egypro.2012.05.022>

Références bibliographiques

- Sanders, J. P., & Gallagher, P. K. (2002). Kinetic analyses using simultaneous TG/DSC measurements. *ThermochimicaActa*, 388(1-2), 115-128. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(02\)00032-1](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(02)00032-1)
- Sarazin, M., Alexandre, C., & Thomas, T. (2000). Influence des apports en oligoéléments, protéines, lipides, glucides et vitamines sur le métabolisme osseux. *Revue du Rhumatisme*, 67(7), 486-497. [https://doi.org/10.1016/S1169-8330\(00\)00006-5](https://doi.org/10.1016/S1169-8330(00)00006-5)
- Segui, P. (2011). *Elaboration de liants hydrauliques routiers à base de pouzzolane naturelle ou de cendre volante de papeterie* [These de doctorat, Toulouse 3]. <http://www.theses.fr/2011TOU30154>
- Shen, Q., Zhang, T., & Zhu, M.-F. (2008). A comparison of the surface properties of lignin and sulfonated lignins by FTIR spectroscopy and wicking technique. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 320(1-3), 57-60. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2008.01.012>
- Silva Oliveira, A., Bocio, A., BeltraminiTrevilato, T. M., MagossoTakayanagui, A. M., Domingo, J. L., & Segura-Muñoz, S. I. (2007). Heavy metals in untreated/treated urban effluent and sludge from a biological wastewater treatment plant. *Environmental Science and Pollution Research - International*, 14(7), 483-489. <https://doi.org/10.1065/espr2006.10.355>
- Smiri, M., Elarbaoui, S., Missaoui, T., & Ben Dekhil, A. (2015). Micropollutants in Sewage Sludge: Elemental Composition and Heavy Metals Uptake by *Phaseolus vulgaris* and *Vicia faba* Seedlings. *Arabian Journal for Science and Engineering*, 40(7), 1837-1847. <https://doi.org/10.1007/s13369-015-1639-4>
- Telschow, S.; Frandsen, F.; Theisen, K.; and Dam-Johansen, K. (2012). Cement formation - A success story in a black box: High temperature phase formation of Portland cement clinker. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 51(34), 10983-11004
- Terra, M. (2013). Les réalisations de l'Algérie dans le secteur de l'eau de 1962 à 2012. *Ministère des ressources en eau, Algérie*, 37p.
- Trably, E. (2002). *Etude et optimisation de la biodégradation d'Hydrocarbures Aromatiques Polycycliques (HAPs) et de Polychlorobiphényles (PCBs) au cours de la digestion anaérobie et aérobie de boues urbaines contaminées* (p. 281) [Phdthesis, Université Montpellier 2 (Sciences et Techniques)]. <https://hal.inrae.fr/tel-02834200>
- Tran, N. T. (2009). *Valorisation de sédiments marins et fluviaux en technique routière* [These de doctorat, Artois]. <http://www.theses.fr/2009ARTO0202>

Références bibliographiques

- Traoré, K., Kabré, T. S., & Blanchart, P. (2003). Gehlenite and anorthite crystallisation from kaolinite and calcite mix. *Ceramics International*, 29(4), 377-383. [https://doi.org/10.1016/S0272-8842\(02\)00148-7](https://doi.org/10.1016/S0272-8842(02)00148-7)
- Tribout, C. (2010). *Valorisation de sédiments traités en techniques routières : Contribution à la mise en place d'un protocole d'acceptabilité* [These de doctorat, Toulouse 3]. <http://www.theses.fr/2010TOU30167>
- Tsadilas, C. D., Matsi, T., Barbayiannis, N., & Dimoyiannis, D. (1995). Influence of sewage sludge application on soil properties and on the distribution and availability of heavy metal fractions. *Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 26(15-16), 2603-2619. <https://doi.org/10.1080/00103629509369471>
- Tsakiridis, P. E., Oustadakis, P., & Agatzini-Leonardou, S. (2014). Black Dross Leached Residue : An Alternative Raw Material for Portland Cement Clinker. *Waste and Biomass Valorization*, 5(6), 973-983. <https://doi.org/10.1007/s12649-014-9313-8>
- Van Rompaey, G. (2006). *Etude de la réactivité des ciments riches en laitier, à basse température et à temps court, sans ajout chloruré*. <http://hdl.handle.net/2013/>
- Vargas, M., Montero, C., Sánchez, D., Pérez, D., Valdés, M., Alfonso, A., Joglar, M., Machado, H., Rodríguez, E., Méndez, L., Leonart, R., Suárez, M., Fernández, E., Estrada, M. P., Rodríguez-Mallón, A., & Farnós, O. (2010). Two initial vaccinations with the Bm86-based Gavacplus vaccine against *Rhipicephalus* (Boophilus) microplus induce similar reproductive suppression to three initial vaccinations under production conditions. *BMC Veterinary Research*, 6, 43. <https://doi.org/10.1186/1746-6148-6-43>
- Walter, I., Martínez, F., & Cala, V. (2006). Heavy metal speciation and phytotoxic effects of three representative sewage sludges for agricultural uses. *Environmental Pollution*, 139(3), 507-514. <https://doi.org/10.1016/j.envpol.2005.05.020>
- Wang, R.-Z., Huang, D.-L., Liu, Y.-G., Zhang, C., Lai, C., Wang, X., Zeng, G.-M., Gong, X.-M., Duan, A., Zhang, Q., & Xu, P. (2019). Recent advances in biochar-based catalysts : Properties, applications and mechanisms for pollution remediation. *Chemical Engineering Journal*, 371, 380-403. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.04.071>
- Wei, B., & Yang, L. (2010). A review of heavy metal contaminations in urban soils, urban road dusts and agricultural soils from China. *Microchemical Journal*, 94(2), 99-107. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2009.09.014>

Références bibliographiques

- Werther, J., & Ogada, T. (1999). Sewage sludge combustion. *Progress in Energy and Combustion Science*, 25(1), 55-116. [https://doi.org/10.1016/S0360-1285\(98\)00020-3](https://doi.org/10.1016/S0360-1285(98)00020-3)
- Xu, J., Nie, G., Zhang, S., Han, X., Hou, J., & Pu, S. (2005). Electrochemical copolymerization of indole and 3,4-ethylenedioxythiophene. *Journal of Materials Science*, 40(11), 2867-2873. <https://doi.org/10.1007/s10853-005-2421-x>
- Y Kehila. (2014). Rapport sur la gestion des déchets solides en Algérie. *sweep net*. https://www.retech-germany.net/fileadmin/retech/05_mediathek/laenderinformationen/Algerien_RA_ANG_WEB_0_Laenderprofile_sweep_net.pdf
- Zebarth, B. J., McDougall, R., Neilsen, G., & Neilsen, D. (2000). Availability of nitrogen from municipal biosolids for dryland forage grass. *Canadian Journal of Plant Science*, 80(3), 575-582. <https://doi.org/10.4141/P99-160>
- Zhou, L.; Guo, H.; Wang, X.; Chu, M.; Zhang, G.; and Zhang, L. (2019). Effect of occurrence mode of heavy metal elements in a low rank coal on volatility during pyrolysis. *International Journal of Coal Science & Technology*, 6(2), 235-246

Annexe

Annexe I : Les résultats de la STEP de Sidi Merouane

Le tableau suivant récapitule le moyen mensuel des résultats d'analyses pour l'eau brute et l'eau épurée, effectuées au niveau de la station d'épuration de Sidi Merouane pendant la période du premier prélèvement novembre 2017.

		Moyen mensuel des résultats d'analyses (Eau brute /Eau épurée) de la STEP de Sidi Merouane												Rendement		
		MES mg/l	DCO mg/l	DBO ₅ mg/l	NH ₃ ⁺ mg/l	NT mg/l	NO ₂ ⁻ mg/l	P _{PO₄} mg/l	PH	µS/cm	CON	Oxd mg/l	T °C	Débit m ³ /j	MES%	DCO %
Nov. 2017	Eau brute	368	761.1	263	45.9	71.6	5.4	8.5	7.75	2847	0.59	17.2	6303	95.5	95.19	96.74
	Eau épurée	23	44.5	10	7.42	16.4	1.61	0.94	7.61	2518	0.85	17.4	4896.3			
Déc. 2017	Eau brute	381.1	637.1	211.7	44.2	68.3	5.6	6.3	7.66	2701	0.33	14.9	5973	91.3	93.45	96.68
	Eau épurée	38.3	52.3	8.2	5.84	13.4	0.31	0.79	7.44	2517	0.34	14.2	4637.8			
Janv. 2018	Eau brute	330.6	561.5	280	45.9	62.9	3.1	6.2	7.7	3029	0.32	14.5	6250	97.6	94.32	98.15
	Eau épurée	10.1	37.6	5.7	5.96	14.3	0.49	0.77	7.41	2717	0.42	14.7	5061.8			
Fév. 2018	Eau brute	433.7	684.2	231.1	46.2	54.5	5.3	6.8	7.69	2896	1.67	13.7	5813	98.2	97.04	98.29
	Eau épurée	7.5	19.5	4.1	1.63	6.5	0.65	0.41	7.44	2549	0.43	13.6	5396.8			

Annexe II : Mesure de la Demande Chimique en Oxygène (DCO)

Réactifs	Appareillage
<ul style="list-style-type: none">✓ H₂SO₄ concentré (d=1.83) contenant Ag₂SO₄ (6.6g/l)✓ HgSO₄ purifié en poudre✓ K₂Cr₂O₇ 10⁻²M (2.942g/l)✓ Acide benzoïque (102mg/l)	Bloc chauffant à 150°C Spectrophotomètre

Mode opératoire

- Introduire dans un tube, 3ml de la solution acide, 0.1g de sulfate de mercure, 2ml d'échantillon (ou d'eau distillée pour le blanc) et 1ml de dichromate de potassium. 10⁻²M.
- Après fermeture hermétique et homogénéisation, le tube est placé dans le réacteur à 150 °C pendant 2 heures.
- Le dosage finale de l'oxydant résiduel se fait par mesure de l'absorbance, par rapport à l'eau distillée, du mélange réactionnel refroidi (T=20 °C) à 440 ou 345nm suivant la concentration en oxydant choisie.

Établissement de la courbe d'étalonnage

L'étalonnage doit être effectué à partir d'une solution mère d'acide benzoïque (102 mg/l pour une DCO de 200 mg/l.

Introduisez dans une série de tubes successivement :

Numéro du tube	1	2	3	4	5
Solution de H ₂ SO ₄ contenant Ag ₂ SO ₄ (ml)	3.0	3.0	3.0	3.0	3.0
HgSO ₄ (mg)	100	100	100	100	100
Solution de K ₂ Cr ₂ O ₇ (ml)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
Solution étalon d'acide benzoïque a 102mg/l	0.0	0.5	1.0	1.5	2.0
Eau distillée (ml)	2.0	1.5	1.0	0.5	0.0
Correspondance en mg/l de DCO	0	50	100	150	200

La DCO des différentes dilutions permet la construction de la droite d'étalonnage DO=f(DCO).

Les résultats sont rassemblés dans le tableau suivant

C (mg/l)	0	50	100	150	200
DO	0	0.308	0.54	0.773	1.011

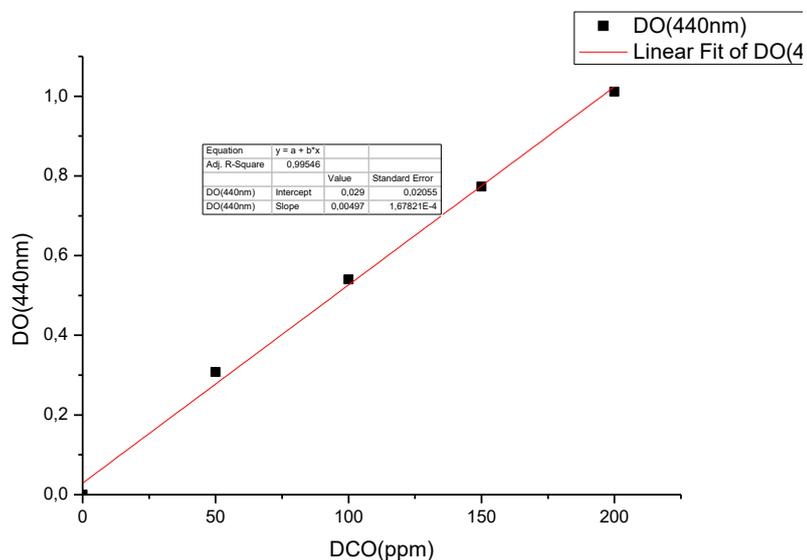


Figure : La courbe de droite d'étalonnage DO=f(DCO).

Annexe III: Dosage des Nitrates

Principe

En présence de salicylate de sodium, les nitrates donnent du paranitro-salicylate de sodium, coloré en jaune et susceptible d'un dosage colorimétrique.

Les réactifs

- Solution de salicylate de sodium a 0.5% en poids (à renouveler toutes les 24heures).
- Acide sulfurique concentré. (d=1.84)
- Solution d'hydroxyde de sodium 40% en poids et de tartrate double de sodium et de potassium 6% en poids. A conserver dans un flacon en polyéthylène.
- Solution mère étalon d'azote nitrique a 0.1 g/l contenant 1ml/l de chloroforme (pour conserver).
- Solution fille étalon d'azote nitrique a 0.005g/l.

Établissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de capsules de 60ml, introduire successivement :

Numéro de capsules	T	1	2	3	4
Solution étalon d'azote nitrique a 0.005g/l(ml)	0	0.2	0.4	1	2
Eau distillée (5ml)	2	1.8	1.6	1	0
Correspondance en mg/l d'azote nitrique	0	0.5	1	2.5	5
Solution de salicylate de sodium (ml)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2

Evaporer a sec au bain marie ou dans une étuve portée a 75-80 °C (ne pas Surchauffer, ni chauffer trop longtemps). Laisser refroidir. Reprendre le résidu par 0.4ml d'acide sulfurique concentré en ayant soin de l'humecter complètement.

Attendre 10 minutes, ajouter 3ml d'eau bidistillée puis 3ml de la solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium qui développe la couleur jaune.

Effectuer les lectures au spectromètre a la longueur d'onde de 420nm. Soustraire des densités optiques lues pour les étalons, la valeur relevée pour le témoin. Construire la courbe d'étalonnage.

N-NO ₃ (mg/l)	0	0.5	1	2.5	5
DO	0	0.115	0.281	0.657	1.205

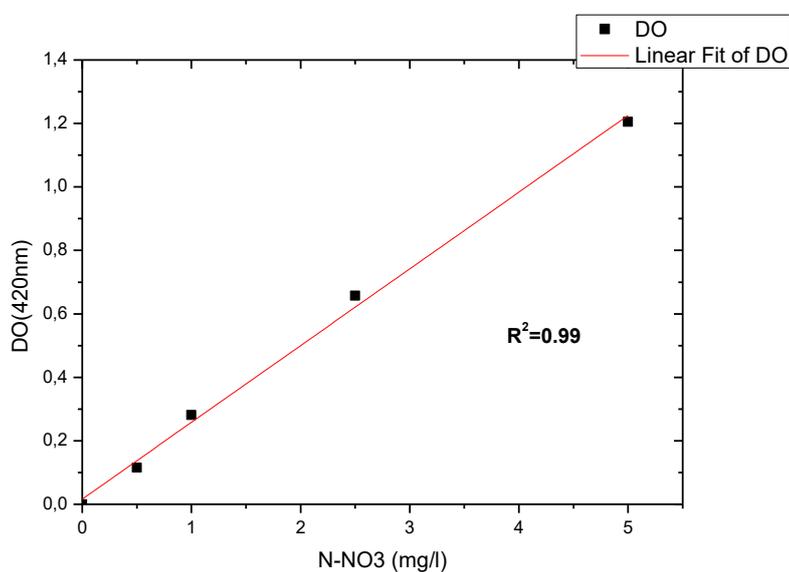


Figure : La courbe de droite d'étalonnage de nitrate.

Résumés

Résumé

Notre étude porte sur la caractérisation de la boue résiduaire de la station d'épuration Sidi Marouane de Mila en vue de leur valorisation. L'analyse qualitative des boues saisonnières et annuelle par la spectroscopie de fluorescence X montre que le site de Sidi Merouane est stable. Les analyses par DRX révèlent que la matrice minérale contenue dans la boue étudiée est majoritairement composée de quartz, et de calcite, avec présence également de sillimanite et de portlandite. Par ailleurs, les résultats obtenus par FTIR sont en corrélation avec les principales phases mise en évidence dans les analyses de diffraction des rayons X et FRX. L'étude du comportement thermique, notamment celui de la déshydroxylation et décarbonation conduisent à la formation de la chaux. La combinaison finale entre la chaux obtenue et SiO_2 , Al_2O_3 et Fe_2O_3 donnent les principaux minéraux du clinker. La calcination des boues montre que les principaux composants qui ont été identifiés dans les boues calcinées sont la Calcite ; Quartz ; Hatrurite et Hedenbergite. Ainsi, la présence des composants mineurs tels que le phlogopite; dolomite et gehlenite. ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$). La décomposition thermique de la calcite commence vers $550\text{ }^\circ\text{C}$, et se termine vers $750\text{ }^\circ\text{C}$. A des températures supérieures à $800\text{ }^\circ\text{C}$ le CaO , SiO_2 et Al_2O_3 commencent à réagir pour former des silicates de calcium et d'aluminium.

Mots clés : Boues, calcination, cendres, valorisation, Station d'épuration, matériaux de construction.

Abstract

Our study focuses on the characterization of the residual sludge from the Sidi Marouane de Mila wastewater treatment plant with a view to their recovery. Qualitative analysis of seasonal and annual sludge by X-ray fluorescence spectroscopy shows that the Sidi Merouane site is stable. XRD analyzes reveal that the mineral matrix contained in the mud studied is mainly composed of quartz and calcite, with the presence also of sillimanite and portlandite. Furthermore, the results obtained by FTIR correlate with the main phases highlighted in the X-ray and XRF diffraction analyses. The study of thermal behavior, in particular that of dehydroxylation and decarbonation, leads to the formation of lime. The final combination between the lime obtained and SiO₂, Al₂O₃ and Fe₂O₃ gives the main minerals of the clinker. Calcination of the sludge shows that the main components which have been identified in the calcined sludge are Calcite; Quartz; Hatrurite and Hedenbergite. Thus, the presence of minor components such as phlogopite; dolomite and gehlenite.(Ca₂Al₂SiO₇). The thermal decomposition of calcite begins around 550°C, and ends around 750°C. At temperatures above 800°C CaO, SiO₂ and Al₂O₃ begin to react to form calcium and aluminum silicates.

Keywords: Sludge, Calcination, Ash, recovery, Wastewater treatment plant, Building materials

الملخص

تركز دراستنا على توصيف الحمأة المتبقية من محطة معالجة مياه الصرف الصحي في سيدي مروان ميله بهدف استعادتها. يوضح التحليل النوعي للحمأة الموسمية والسنوية بواسطة التحليل الطيفي للأشعة السينية أن موقع سيدي مروان مستقر. تكشف تحليلات XRD أن المصفوفة المعدنية الموجودة في الطين المدروسة تتكون أساساً من الكوارتز والكالسيت ، مع وجود السيليمانيت واليورتلانديت أيضاً. علاوة على ذلك ، ترتبط النتائج التي تم الحصول عليها بواسطة FTIR بالمراحل الرئيسية الموضحة في تحليلات الأشعة السينية و XRF. تؤدي دراسة السلوك الحراري ، لا سيما نزع الهيدروكسيل وإزالة الكربون ، إلى تكوين الجير. يعطي المزيج النهائي بين الجير المتحصل عليه و SiO_2 و Al_2O_3 و Fe_2O_3 المعادن الرئيسية للكلنكر. يوضح تكليس الحمأة أن المكونات الرئيسية التي تم تحديدها في الحمأة المكلسة هي الكالسيت ؛ كوارتز؛ الحطرييت وهيدنبرجيت. وبالتالي ، فإن وجود مكونات ثانوية مثل phlogopite ؛ الدولوميت والجيلينايت. ($\text{Ca}_2\text{Al}_2\text{SiO}_7$). يبدأ التحلل الحراري للكالسيت حوالي 550 درجة مئوية ، وينتهي عند حوالي 750 درجة مئوية. عند درجات حرارة أعلى من 800 درجة مئوية ، يبدأ CaO و SiO_2 و Al_2O_3 في التفاعل لتشكيل سيليكات الكالسيوم والألومنيوم.

الكلمات المفتاحية : الحمأة ، التكليس ، الرماد ، الاستعادة ، محطة معالجة مياه الصرف الصحي ، مواد البناء