

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



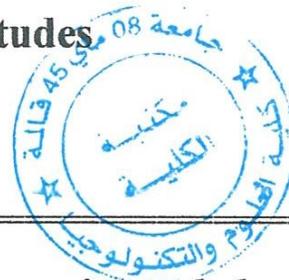
Université 8 Mai 1945 Guelma

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie des Procédés

Mémoire de projet de Fin d'Etudes

2^{ème} Année MASTER



*Caractérisation physico-chimique de la boue issue de la
station d'épuration des eaux usées*

Filière : Génie des Procédés

Spécialité: Génie des Procédés, Génie Chimique

Présenté par :

SIDIBE Oumou Moussa

Sous la direction de :

Dr NACEF Mouna

Juin 2013

Remerciement

Malgré les apparences, cette page est la plus difficile à rédiger. Comment dire en si peu de mots toute ma reconnaissance aux personnes qui m'ont toujours encouragées dans la réalisation de ce travail.

Il a été mené au laboratoire de recherche de l'université 08 mai 1945 de Guelma et au laboratoire de la Station d'épuration de Guelma (STEP) sous la direction de M^{me} NACEF Mouna.

Je tiens à lui exprimer ma profonde reconnaissance pour l'encadrement et les conseils qu'elle m'a apporté, son esprit critique, sa disponibilité, et sa grande expérience très riche restent pour moi exemplaires et très instructifs ; j'ai appris beaucoup de connaissances avec elle au cours de cette étude. Merci à vous Madame.

Je remercie tout d'abord tout le personnel des deux laboratoires, pour leur compréhension, leur courage et leur sympathie pour l'élaboration de ce travail.

Je remercie aussi les membres de mon jury, pour avoir accepté de juger ce travail.

Les remerciements sont un exercice difficile. A chercher une diplomatie déférence, on en oublie la sincérité du merci.

Du simple lecteur aux personnes qui ont consacré de leur temps et de leur énergie, pour m'aider dans ce travail, à tous je voudrais adresser mes remerciements.

Mes remerciements vont aussi à mes enseignants du département de Génie des Procédés qui m'ont formé tout au long de ces dernières années dans cette spécialité.

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

Introduction générale	13
Chapitre I: Généralités sur le traitement des eaux usées et production de boue par la STEP.	
Introduction.....	4
I. Traitement des eaux usées	4
I.1. Prétraitement.....	4
I.1.1. Dégrillage	4
I.1.2. Dessablage	5
I.1.3 Dégraissage-Déshuilage	5
I.2. Traitement primaire	6
I.3. Traitement secondaire.....	6
I.3.1. Les traitements physico-chimiques	7
I.3.2. Les traitements biologiques	8
I.3.2.1. Traitement biologique par boues activées	8
I.3.2.2. Traitement biologique par lit bactérien	9
I.4. Traitement tertiaire	10
II. Production de boues dans la station d'épuration	12
III. Caractéristiques des boues selon leur origine dans la STEP	13
IV. Description de la STEP de Guelma	14
IV.1. Localisation.....	14
IV.2. Emplacement et accès.....	14
IV.3. Nature du réseau	15
IV.4. Points de rejet (destination)	15
IV.4.1. L'eau épurée	15
IV.4.2. Les sous-produits issus de l'épuration.....	15
IV.5. Objectif du Traitement / Objectif de la STEP	15
Conclusion	16

Chapitre II: Boues de la STEP: caractérisation, compositions et devenir.

Introduction.....	18
-------------------	----

I. L'intérêt agronomique des boues	18
II. Les contaminants chimiques	18
III. Les microorganismes	19
IV. Traitements des boues	19
IV.1. L'épaississement.....	20
IV.2. La méthanisation.....	20
IV.3. Déshydratation et stabilisation.....	21
IV.4. L'incinération	22
IV.4.1. Voies d'avenir pour réduire le volume des boues	22
IV.4.1.1. La pyrolyse (ou thermolyse).....	22
IV.4.1.2. La gazéification	23
IV.4.1.3. L'oxydation par voie humide	23
IV.5. La mise en décharge	23
IV.6. Le Compostage	24
IV.7. L'épandage	25
V. Composition de la matière organique des boues d'épuration	26
VI. Données de chiffres.....	27
VII. Quantification des métaux lourds dans les boues d'épuration.....	27
Conclusion	28

Chapitre III: Méthodes et techniques d'analyses physico-chimiques de différentes boues de la STEP de Guelma.

Introduction.....	30
I. Échantillonnage de la boue.....	30
II. Caractérisation de la boue	31
II.1. Caractérisation physique de la boue.....	31
II.1.1. Détermination de la matière sèche et de la teneur en eau	31
II.1.2. Détermination de la densité.....	31
II.1.2.1. La densité apparente.....	32
II.1.2.2. La densité absolue	32
II.1.3. Détermination du pH.....	33

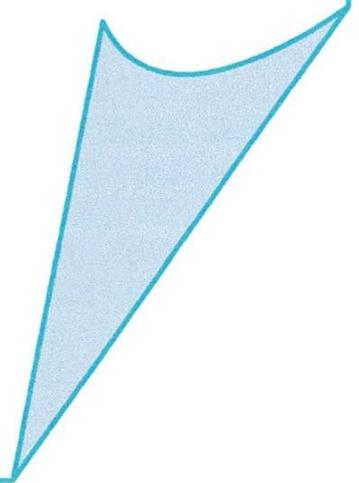
II.1.4. Détermination de la conductivité	34
II.1.5. Détermination de la granulométrie.....	34
III. Solubilisation de la boue	35
a. Solubilisation au chlorure de potassium.....	35
b. Lixiviation	36
b.1. Lixiviation acide	36
b.2. Lixiviation alcaline	37
IV. Appareillage utilisé	38
V. Caractérisation chimique de la boue	39
V.1. Détermination de la teneur en Azote	39
V.1.1. Azote des nitrates.....	39
V.1.2. L'azote ammoniacal NH_4^+	41
V.2. Détermination du phosphate	43
V.3. Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO).....	44
V.4. Détermination des chlorures Cl^-	46
V.5. Détermination du calcium Ca^{2+}	48
V.6. Détermination du magnésium Mg^{2+}	49
V.7. Détermination du fer.....	50
V.8. Détermination des sulfates (SO_4^{2-}).....	52
V.9. Teneur en métaux lourds.....	54
V.9.1. Détermination du chrome(VI)	54
Conclusion	57

Chapitre IV: Résultats et discussions.

Introduction.....	60
I. Caractérisation physico-chimique de la boue.....	60
I.1 Taux d'humidité et taux de siccité	60
I.2. Détermination du pourcentage de graviers.....	61
I.3. La densité apparente et densité absolue	62
I.4. Détermination du pH et de la conductivité.....	63
I.5. Détermination de la granulométrie des différentes boues.....	64

II. Caractérisation chimique de la boue	65
II.1. Détermination de l'ammonium NH_4^+	65
II.2. Détermination de NO_3^-	66
II.3. Détermination des phosphores PO_4^{3-}	67
II.4. Détermination de la demande chimique en oxygène DCO	68
II.5. Détermination des chlorures Cl^-	69
II.6. Détermination du calcium Ca^{2+} et magnésium Mg^{2+}	70
II.7. Détermination du fer	71
II.8. Détermination des sulfates (SO_4^{2-})	72
II.9. Détermination du chrome(VI)	73
Conclusion	75
Conclusion générale et perspectives	77
Références bibliographiques	

*Listes des
figures et des
tableaux*



Liste des figures

Figure 1 : Exemple de dégrillage [2].	5
Figure 2 : Bassin décanteur [6].	6
Figure 3 : Exemple de clarificateur [7].	7
Figure 4 : Schéma de fonctionnement d'une station d'épuration à boues activées [5].	9
Figure 5 : Bassin à lit bactérien.	10
Figure 6 : Cycle de l'azote dans la station d'épuration [7].	11
Figure 7 : Bassin d'aération (a) et bassin de désinfection (b) [6].	12
Figure 8 : Schéma de la STEP de Guelma.	14
Figure 9 : Schéma résumant les différentes étapes du traitement des boues.	19
Figure 10 : Epaissement des boues par flottation.	20
Figure 11 : Déshydratation par filtre presse.	22
Figure 12 : Boues récupérées lors de la décantation [12].	26
Figure 13 : Les trois différentes boues.	30
Figure 14 : Schéma de la détermination de la densité apparente.	32
Figure 15 : Schéma de la détermination de la densité absolue de la boue.	33
Figure 16 : Image d'un pH mètre à électrodes utilisé.	34
Figure 17 : Image du conductimètre utilisé.	34
Figure 18 : Exemple des tamis utilisés.	35
Figure 19 : Lixiviation acide à eau régale [27].	37
Figure 20 : Lixiviation alcaline.	38
Figure 21 : Image d'un spectrophotomètre Visible.	39
Figure 22 : Protocole d'analyse de NO_3^- .	41
Figure 23 : Protocole d'analyse de NH_4^+ .	43
Figure 24 : Image du DCO-mètre utilisé [25].	46
Figure 25 : Courbe d'étalonnage du fer.	51
Figure 26 : Courbe d'étalonnage des sulfates.	53
Figure 27 : Courbe étalonnage du chrome.	56
Figure 28 : Taux d'humidité et de siccité des différentes boues en provenance de la STEP d'Héliopolis.	61
Figure 29 : Pourcentage de graviers dans la boue de la station d'épuration des eaux.	62
Figure 30 : Partition des différentes fractions granulométriques des boues.	65
Figure 31 : Variation de la teneur en NH_4^+ des différentes boues.	66
Figure 32 : Variation de la teneur en nitrates des différentes boues.	67
Figure 33 : Variation de la teneur en phosphore des différentes boues.	68
Figure 34 : DCO des différentes boues en $\text{mg d'O}_2/\text{l}$.	69
Figure 35 : Variation de la teneur en chlorures des différentes boues.	70
Figure 36 : Variation de la teneur en calcium et magnésium des différentes boues.	71
Figure 37 : Variation de la teneur en fer des différentes boues.	72

Liste des tableaux

Tableau 1 : Classification des boues selon leur traitement [25].	13
Tableau 2 : Les pourcentages(%) des boues d'épuration [10].	26
Tableau 3 : Teneurs limites en métaux lourds obligatoires et recommandées pour l'épandage agricole [12].	28
Tableau 4 : Méthodes d'analyses des différents paramètres physicochimiques [21].	44
Tableau 5 : Le protocole de complexations [27].	55
Tableau 6 : Les teneurs en métaux lourds des diverses boues à travers le monde (mg/kg matière sèche de la boue).	56
Tableau 7 : Résultats du taux d'humidité et de siccité.	60
Tableau 8 : Densité apparente et absolue.	63
Tableau 9 : pH et la conductivité des différentes boues.	63
Tableau 10 : Répartition granulométrique des différentes boues de la STEP.	64
Tableau 11 : Valeurs de la concentration en ammonium des différentes boues et les absorbances respectives lues sur le spectrophotomètre.	65
Tableau 12 : Valeurs de la concentration en nitrates des différentes boues et les absorbances respectives lues sur le spectrophotomètre.	66
Tableau 13 : Valeurs de la concentration en phosphores des différentes boues et les absorbances respectives lues sur le spectrophotomètre.	67
Tableau 14 : DCO relative aux différentes boues de la STEP.	68
Tableau 15 : Teneur en chlorure des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.	69
Tableau 16 : Teneur en calcium et magnésium des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.	70
Tableau 17 : Teneur en fer des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.	71
Tableau 18 : Teneur en sulfates des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.	73
Tableau 19 : Teneur en chrome des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.	73
Tableau 20 : Tableau récapitulatif des résultats expérimentaux et la littérature.	74

L'eau consommée ou utilisée par l'homme génère inévitablement des déchets. Ces eaux usées sont recueillies par les égouts et dirigées vers les stations d'épuration afin d'être purifiées avant leur réintroduction dans le milieu naturel. Leur traitement dans les stations permet de séparer une eau épurée d'un résidu secondaire, les boues, qui présentent les caractéristiques d'un amendement organique bien pourvu en matière organique, azote, phosphore ainsi qu'en oligo-éléments.

L'assainissement des eaux usées est devenu au cours de ces dernières années un enjeu considérable pour les sociétés actuelles ; d'une part pour assurer un service de l'eau visant la collecte et l'épuration des eaux usées ainsi que l'approvisionnement en eau potable et d'autre part, pour protéger l'eau en tant que patrimoine naturel. En parallèle s'est développé un problème tout aussi important : la gestion des boues d'épuration. En effet, le traitement des eaux usées génère un sous-produit appelé « boues », issu des différentes étapes d'épuration qui est l'objet de notre travail.

La boue désigne un résidu organique ou minéral, solide, liquide ou pâteux. Elle est caractérisée par son aspect, mais spécifiquement, c'est son origine complétée par sa caractérisation chimique qui déterminera sa filière de traitement. Les boues de stations d'épuration sont des résidus de l'assainissement des eaux usées d'origine industrielle ou domestique. Certains industriels sont raccordés au réseau d'assainissement : les eaux usées qu'ils rejettent sont alors traitées par une station d'épuration urbaine qui assure en outre le traitement des eaux usées des particuliers et des eaux pluviales (pour les réseaux non séparatifs).

En fonction du type d'effluents traité (eaux usées domestiques, agro-alimentaires ou industrielles), et des traitements effectués pour les eaux usées et les boues, la composition de ces dernières peut être différente. Le traitement des eaux usées permet d'éliminer d'une part, la partie la plus facilement dégradable de la matière organique et d'autre part, les différents composés dont les eaux sont chargées (débris alimentaires, graisses, fibres textiles et cellulosiques, savon, lessives et détergents) avant leur réintroduction dans le cycle de l'eau. Ce présent mémoire a été divisé en quatre (4) chapitres qui sont :

Le premier chapitre donne des informations générales sur le traitement des eaux usées et production de boue par la STEP.

Introduction

Le traitement des eaux usées de la station d'épuration (STEP) s'effectue en différentes étapes (qui seront décrites par la suite) selon des techniques basées sur des lois de la physique, de la chimie et de la biologie. Il en résulte une eau épurée que l'on rejette dans le milieu naturel et un résidu principal : les boues. Ce résidu est constitué de matières minérales inertes, d'azote, de phosphore et de matières organiques [2].

I. Traitement des eaux usées

Une station d'épuration a pour principal travail de dégrader et de séparer les polluants de l'eau (boues, particules et substances dissoutes) par des procédés chimiques, physiques et biologiques. Le processus d'épuration des eaux usées comprend trois grandes étapes, présentées ci-dessous, le prétraitement, les traitements primaires et secondaires parfois suivis par un quatrième niveau de traitement, appelé traitement tertiaire.

I.1. Prétraitement

Après collecte et acheminement vers les stations d'épuration, le processus d'épuration des eaux usées peut débuter. A ce stade, elles contiennent de nombreuses matières très hétérogènes, grossières, et potentiellement dangereuses pour les machines. La première étape de traitement consiste en un prétraitement visant à éliminer les déchets volumineux susceptibles d'endommager les équipements, par simples procédés de séparation physique. On y trouve les étapes suivantes :

I.1.1. Dégrillage

Il consiste à faire passer les eaux usées au travers d'une grille dont les barreaux, plus au moins espacés, retiennent les éléments les plus grossiers: L'effluent passe pour cela entre les barreaux métalliques d'une grille dont le nettoyage se fait soit automatiquement, soit manuellement, l'espacement de barreaux varie de 6 à 100 mm et sont placés verticalement ou inclinés de 60 à 80 ° sur l'horizontale. Le nettoyage de la grille est généralement mécanique, il est réalisé par un râteau solidaire d'un chariot

qui se déplace de bas en haut le long d'une crémaillère ou entraîné par deux câbles. Après nettoyage des grilles, les déchets sont évacués avec les ordures ménagères.

I.1.2. Dessablage

Réalisé par décantation, le dessablage vise à éliminer les sables et les graviers. L'écoulement de l'eau à une vitesse réduite dans un bassin appelé « dessableur » entraîne leur dépôt au fond de l'ouvrage. Ces particules sont ensuite aspirées par une pompe. Les sables récupérés sont essorés, puis lavés avant d'être envoyés en décharge, soit réutilisés, selon la qualité du lavage.

I.1.3 Dégraissage-Déshuilage

Les opérations dégraissage-déshuilage consistent à séparer de l'effluent brut, les huiles et les graisses par flottation. Ces derniers étant des produits de densité légèrement inférieure à l'eau. L'injection des microbulles d'air permet d'accélérer la flottation des graisses. Souvent, ces opérations sont combinées dans un même ouvrage où la réduction de vitesse dépose les sables et laisse flotter les graisses. On enlève ainsi de l'eau, les éléments grossiers et les sables de dimension supérieure à 200 microns ainsi que 80 à 90 % des graisses et matières flottantes (soit 30 à 40 % des graisses totales).



Figure 1 : Exemple de dégrillage [2].

Les espèces colloïdales que l'on rencontre dans une eau brute ou une eau résiduaire comprennent de l'argile, de la silice, du fer et autres métaux lourds et des solides organiques tels que des détritits d'organismes morts. Elles ont une taille inférieure à 1 micron. D'après la loi de Stokes, en régime laminaire leur vitesse de décantation est très faible.

Les colloïdes sont donc des particules impossibles à décanter naturellement. Il est alors nécessaire de faire appel à des traitements secondaires. Ceux-ci permettent d'éliminer les particules non décantables et les matières dissoutes. Ils font généralement appel à des procédés physico-chimiques ou biologiques.



Figure 3 : Exemple de clarificateur [7].

I.3.1. Les traitements physico-chimiques

Le traitement physico-chimique va permettre d'agglomérer les particules (coagulation-floculation) par adjonction d'agents flocculants (chlorure de fer ou polyaluminochlorure PAC). Ces amas de particules ainsi formés seront séparés de l'eau par décantation dans des clarificateurs (élimination des particules formées décantables de taille généralement supérieure à 50 μm). Ce traitement peut être effectué préalablement aux traitements biologiques et s'intègre dans ce cas dans les étapes du traitement primaire.

I.3.2. Les traitements biologiques

Le traitement biologique se fait en mettant en contact l'eau à épurer et des microorganismes.

Ceux-ci vont se nourrir des matières organiques présentes dans les eaux usées et vont transformer les polluants :

- 1) par absorption des matières polluantes sur floc bactérien (agglomérat de microorganismes),
- 2) par conversion en matière cellulaire,
- 3) par oxydation en CO_2 et H_2O qui produit l'énergie nécessaire au fonctionnement et à la production du matériau cellulaire.

Si la culture est en suspension dans un bassin aéré, il s'agit du procédé à boues activées. Dans le procédé de type lit bactérien par contre, la culture est fixée ou retenue sur un support solide. D'autres processus sont aussi utilisés (tel que les disques biologiques, etc.), mais dans le présent mémoire nous ne présenterons que les deux modes de traitements biologiques les plus fréquents.

I.3.2.1. Traitement biologique par boues activées

Ce type de traitement implique l'aération du bassin des eaux usées afin d'assurer les conditions adéquates (O_2) pour le développement des micro-organismes qui s'agglomèrent et forment le floc bactérien. Les matières organiques polluantes vont être captées par ces floccs et former des boues activées qui sont brassées et assurent l'épuration des eaux usées dans le bassin. A l'aval de ce traitement, un clarificateur (ou décanteur secondaire) permet l'isolation des boues. Pour conserver un stock constant et suffisant de bactéries dans le bassin de boues activées, une partie des boues extraites du clarificateur est renvoyée en tête de bassin. L'autre partie est évacuée du circuit et dirigée vers les unités de traitement des boues.

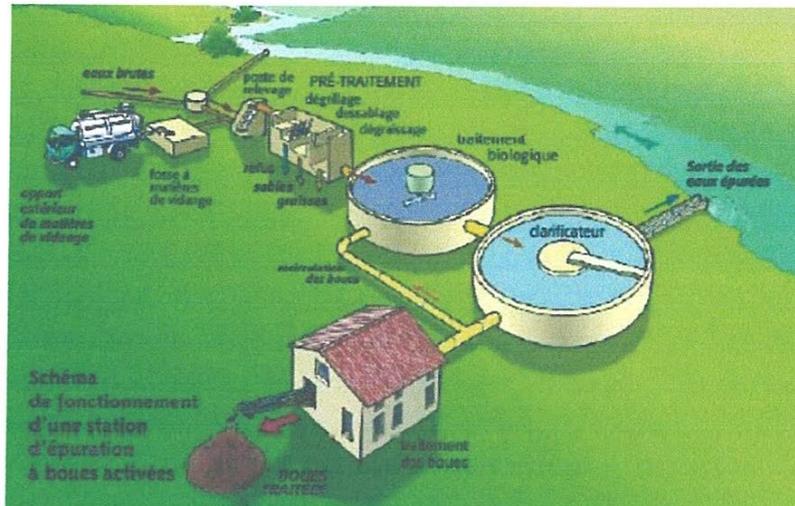


Figure 4 : Schéma de fonctionnement d'une station d'épuration à boues activées [5].

I.3.2.2. Traitement biologique par lit bactérien

Le principe du traitement par lit bactérien consiste à faire ruisseler l'eau à traiter, préalablement décantée (traitement primaire), sur un support poreux contenant les microorganismes épurateurs. L'eau à traiter est répartie uniformément à la surface du filtre (dispersion en pluie par une grille de répartition figure 5), puis suit une phase d'aération pour apporter dans toute la biomasse du lit, l'oxygène nécessaire au maintien des bonnes conditions pour la microflore, l'objectif final n'étant pas de développer une biomasse, mais de restituer une eau purifiée. Une étape de séparation liquide-biomasse est assurée par un dispositif de clarification. Comme pour les boues activées, une partie de ces boues sert à réensemencer les bassins biologiques tandis que le reste est transféré vers la filière boue.



Figure 5 : Bassin à lit bactérien.

Par ailleurs, il existe d'autres procédés d'épuration biologique des eaux, tels que les biofilms ou lit bactérien, qui sont des procédés à cultures fixées. Typiquement, la flore bactérienne est fixée sur un support alvéolaire ou rocheux, et l'eau à traiter passe alors au travers du support et est mise en contact avec les bactéries. Un autre procédé employé est le lagunage. Il consiste en des bassins de rétention ouverts, généralement au nombre de trois, dans lesquels l'autoépuration des eaux usées est réalisée par les organismes aquatiques (bactéries, algues, végétaux, etc.) qui se développent en équilibre avec le milieu. L'oxygène est fourni grâce à la photosynthèse des végétaux aquatiques et par le contact air-eau à la surface des bassins.

L4. Traitement tertiaire

A l'issue du traitement secondaire, l'eau traitée est parfois directement rejetée en milieu naturel. Autrement, elle subit un troisième niveau de traitement, visant soit la réutilisation directe à des fins agricoles ou industrielles voire humaines (comme c'est le cas en Australie), soit la protection des milieux naturels ou des systèmes de captage situés en aval. Ces traitements complémentaires concernent l'azote, le phosphore et la désinfection. L'élimination de l'azote est obtenue grâce à des traitements dits de « nitrification/dénitrification ». En effet, l'azote organique se transforme en ion

ammonium (NH_4^+) dans les eaux usées. Cet ion ammonium est transformé par les cultures bactériennes en nitrates NO_3^- : C'est l'étape de nitrification.

La dénitrification intervient en deuxième lieu, et repose sur l'action des bactéries dénitrifiantes qui vont transformer les nitrates en azote gazeux.

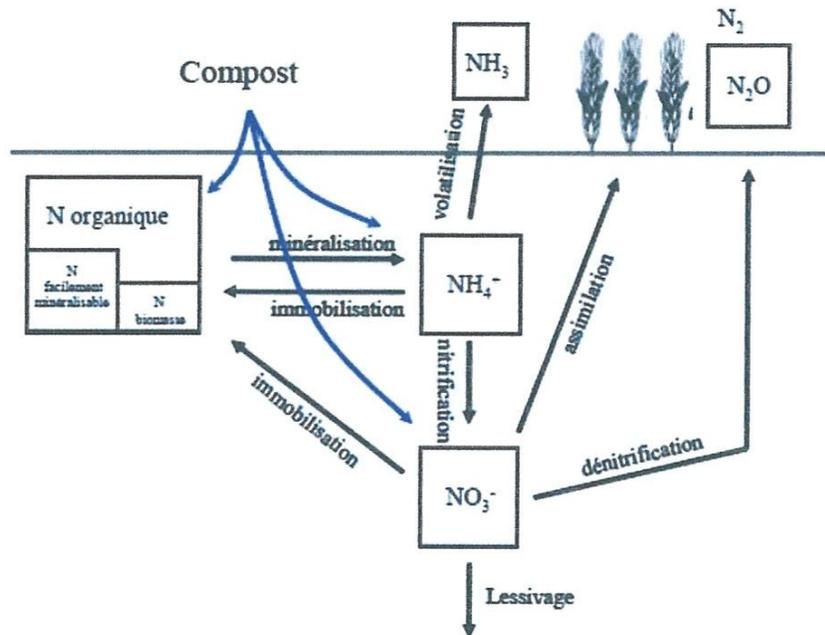


Figure 6 : Cycle de l'azote dans la station d'épuration [7].

L'élimination du phosphore ou « déphosphatation » consiste à provoquer l'accumulation du phosphore dans les cultures bactériennes des boues afin d'y être piégées. La désinfection vient parachever le traitement en éliminant les germes potentiellement pathogènes encore présents dans l'eau. L'éventail des techniques de désinfection est assez large. On y retrouve le traitement au chlore, à l'ozone, à l'UV pour les plus courantes.

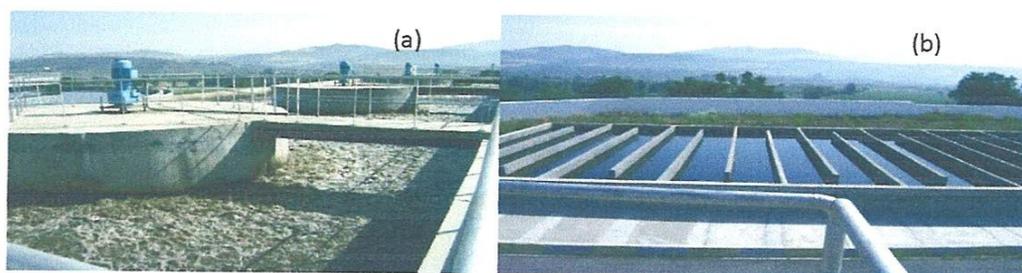


Figure 7 : Bassin d'aération (a) et bassin de désinfection (b) [6].

II. Production de boues dans la station d'épuration

Les boues sont les sous-produits de l'assainissement recueillis au cours des différentes étapes de la dépollution des eaux usées. Elles sont constituées d'eau et de matières minérales et organiques sous forme de matières en suspension ou de matières dissoutes. Les traitements des eaux usées en station d'épuration génèrent plusieurs sortes de sous-produits. Il y a, d'une part, les refus de dégrillage, les matières de dessablage, les matières grasses du déshuilage qui sont éliminés dans le circuit des déchets municipaux, et, d'autre part, les boues qui résultent des dépôts de la pollution particulaire et des matières organiques dissoutes traitées.

Les traitements en stations d'épurations urbaines par boues activées donnent des quantités de boues qui sont de 40 à 60 g par habitant et par jour et ont un volume de 0,4 à 0,8 litres.

1 m³ d'eaux usées domestiques produit, après traitement, 350 à 400 grammes de boues de matières sèches. On mesure la quantité de boues par leur siccité c'est à dire par la part des matières sèches qu'elles contiennent : 1.000 habitants génèrent 73.000 m³/an d'eau usées qui produisent après dépollution 15 à 25 tonnes de matières sèches.

Une usine de 500.000 équivalents/habitants produit environ 30 tonnes de matières sèches par jour. Elle doit donc évacuer chaque jour 100 tonnes de boues à 30 % de siccité [7].

III. Caractéristiques des boues selon leur origine dans la STEP

Une station d'épuration génère trois sortes de boues et celles-ci peuvent être différenciées selon le traitement dont elles sont issues. Le tableau 1 en résume l'essentiel :

Tableau 1: Classification des boues selon leur traitement [25].

Appellation	Nature
Boues issues du traitement primaire des eaux usées, dites "fraîches"	Elles sont produites par une simple décantation des matières en suspension (MES) contenues dans les eaux usées. 70% de MES peuvent ainsi être retenues. Avec l'évolution de la conception des stations, ce type de boues est entrain de diminuer.
Boues issues du traitement physico-chimique des eaux usées	Elles sont formées par l'agglomération des matières organiques particulières ou colloïdales contenues dans les eaux usées. Cette agglomération est obtenue grâce à l'addition d'un réactif coagulant, tel les sels de fer ou d'aluminium. 90 % de MES peuvent ainsi être captées. Séparées par décantation, les boues obtenues renferment une part importante de sels minéraux issus des eaux brutes et de l'agent coagulant.
Boues issues du traitement biologique des eaux usées	Elles sont constituées par les résidus de bactéries "cultivées" dans les ouvrages d'épuration. Ces bactéries ont pour rôle d'éliminer une partie de la matière organique contenue dans les eaux usées en les digérant. Pour maintenir, l'activité biologique de la station à un bon niveau, une partie de la masse des bactéries ou "biomasse en excès" doit être soutirée régulièrement, entretenant ainsi la dynamique de reproduction bactérienne.
Boues mixtes	Mélange de boues primaires et biologiques.

La pratique la plus simple et la plus courante consiste à épandre les boues sur des terres cultivées. C'est ce qu'on appelle l'épandage agricole. Cet épandage est lié à la valeur agronomique des boues d'épuration. A l'inverse, les boues contiennent aussi des éléments indésirables qui doivent être contrôlés et limités [7].

IV. Description de la STEP de Guelma

IV.1. Localisation

La STEP de Guelma est située sur la route nationale N°21, pont Héliopolis près d'Oued Seybouse. Elle est fonctionnelle depuis le 18 Février 2008. Elle a été conçue pour traiter d'environ : 32000 m³/jour par temps sec et 43000 m³/jour par temps de pluie. La station est implantée sur un terrain agricole de 7.8 Hectares avec une capacité de 200 000 équivalent / habitant. Elle utilise le procédé de culture libre « boue activée » comme procédé d'épuration.

IV.2. Emplacement et accès

La STEP de Guelma est alimentée par 02 conduites de refoulement :

***SR1** : alimentée par Oued El Maiz, elle ramène des effluents beaucoup plus chargé que SR2 car elle est raccordée par les effluents des usines qui se trouvent dans la zone industrielle de la ville de Guelma, avec un débit de 1575 m³/h.

***SR2** : alimentée par Oued SKhoun, ces effluents sont de rejet des habitants, avec un débit de 1125 m³/h [6].



Figure 8 : Schéma de la STEP de Guelma.

IV.3. Nature du réseau

Les eaux usées domestiques de la ville de Guelma sont collectées sur 02 bassins versant par un ensemble de réseaux d'assainissement existant. Les 02 tronçons gravitaires rejoignent chacun le point bas (ou il y'a les 02 poste de refoulement).

Le réseau d'assainissement est du type unitaire (c'est-à-dire; englobe tous en même temps; les égouts, les rejets industriels, individuels, etc.).

IV.4. Points de rejet (destination)

IV.4.1. L'eau épurée

Le rejet est réalisé dans l'Oued Seybouse situé en contre-bas de la station d'épuration à 331 m de distance, les effluents sont acheminés jusqu'à l'Oued par une canalisation de rejet [6].

IV.4.2. Les sous-produits issus de l'épuration

*Boues: Les boues sont épaissies puis déshydratées sur des lits de séchage avant leur envoi en décharge (ou autres= utilisation agricole).

*Les produits de Dégrillage: Les refus de dégrillage sont évacués par un tapis transporteur, ou une vis de convoyage dans une benne à ordures.

*Graisses et Huiles: Elles sont stockées dans une fosse à graisse avant enlèvement.

*Sables: Ils sont extraits de l'ouvrage de prétraitement, séparés de leur eau par un classificateur, puis stockés dans une benne relevable [6].

IV.5. Objectif du Traitement / Objectif de la STEP

Le rôle principal de la station de traitement des eaux usées est de réduire la pollution « en nettoyant » les eaux usées domestiques de façon à rejeter à la rivière des eaux traitées compatibles avec la qualité souhaitée et dans les normes idéales.

Pour la station de la ville de Guelma, le rejet doit se conformer aux normes ci-après:

DBO: inférieure à 35 mg/l sur 24 h. Sans dépasser 40 mg/l sur 2 heures.

MES: inférieure à 35 mg/l sur 24 heures.

DCO: inférieure à 130 mg/l sur 24 h sans dépasser 120 mg/l sur 2 heures.

Ceci conduit aux rendements d'élimination moyens suivant:

DBO: 91,12 %

MES:93,15 %

DCO: 82,00 %

Conclusion

On peut conclure que l'objectif de la station d'épuration n'est pas de rendre l'eau potable mais acceptable par la nature. Celle-ci rassemble une succession de procédés qui permettent, petit à petit, de purifier l'eau usée.

Les boues de stations d'épuration présentent bien souvent une valeur agronomique intéressante en raison de leur richesse en matières organiques ou éléments fertilisants : azote, phosphore, calcium, potassium. Elles peuvent donc faire l'objet d'une valorisation agricole.

Introduction

En raison des besoins grandissants de valorisation et d'élimination des déchets, trois voies principales sont utilisées : l'épandage, la mise en décharge et l'incinération. Dans ce chapitre, nous allons essayer d'explorer l'utilisation de la boue en tant qu'engrais, dans l'incinération et en tant qu'un biogaz.

I. L'intérêt agronomique des boues

En premier lieu, les boues sont utilisées comme engrais. Les plantes fabriquent leurs aliments à partir du carbone et de l'oxygène de l'air par le mécanisme de la photosynthèse. Mais il leur faut aussi de l'eau et des nutriments qu'elles prélèvent dans le sol (azote, phosphore, potassium, etc.) ainsi que des oligo-éléments qui sont des éléments traces devant être consommés en très petites quantités (fer, sulfates, le calcium, manganèse, cuivre, etc.).

La matière sèche contenue dans les boues renferme la plupart de ces éléments nutritifs utiles aux plantes, notamment l'azote, le phosphore et le calcium.

Certaines boues ont ainsi des compositions voisines de celles des engrais achetés pour l'agriculture. La valorisation agricole des boues peut même constituer une économie par rapport à l'achat de fertilisant.

Les boues sont utilisées comme amendement. Le rôle de l'amendement n'est pas d'apporter des éléments nutritifs aux plantes mais d'améliorer la structure du sol. Les amendements agissent sur les caractéristiques physiques, chimiques et biologiques du sol. Ils permettent de réduire l'acidité du sol (amendement par des boues chaulées), améliorent la structure du sol et entretiennent la teneur du sol en humus évitant ainsi un phénomène d'érosion.

II. Les contaminants chimiques

Les contaminants chimiques sont essentiellement les métaux lourds présents dans les boues sous forme d'éléments traces. Il s'agit entre autre du cadmium, mercure, plomb, zinc, etc. L'essentiel des contaminations chimiques vient des rejets industriels et dans une moindre mesure des rejets domestiques (utilisation de solvants de déchets de bricolage, par exemple). Toutes ces valeurs sont étroitement réglementées avant un

éventuel épandage et supposent par conséquent un strict contrôle des rejets des eaux usées.

III. Les microorganismes

Enfin, les boues contiennent des milliards de microorganismes vivants dont une partie est pathogène : virus, bactéries, protozoaires, champignons, etc. La plupart viennent des excréments d'origine humaine ou animale.

Il faut cependant noter que l'épandage des boues d'épuration ne constitue pas des circonstances favorables à la survie des microorganismes pathogènes qui sont pour la plupart mal adaptés au milieu extérieur. L'épandage accélère leur destruction en les soumettant aux variations climatiques et aux effets du sol. La plupart des microorganismes ont une durée de vie limitée dans le sol (boue). Seuls certains organismes comme les vers parasites peuvent prendre des formes de résistance [7].

IV. Traitements des boues

Les filières de traitement des boues sont très variées et dépendent de leurs compositions et de leurs destinations finales. La figure 9 représente les différentes étapes possibles de cette filière.

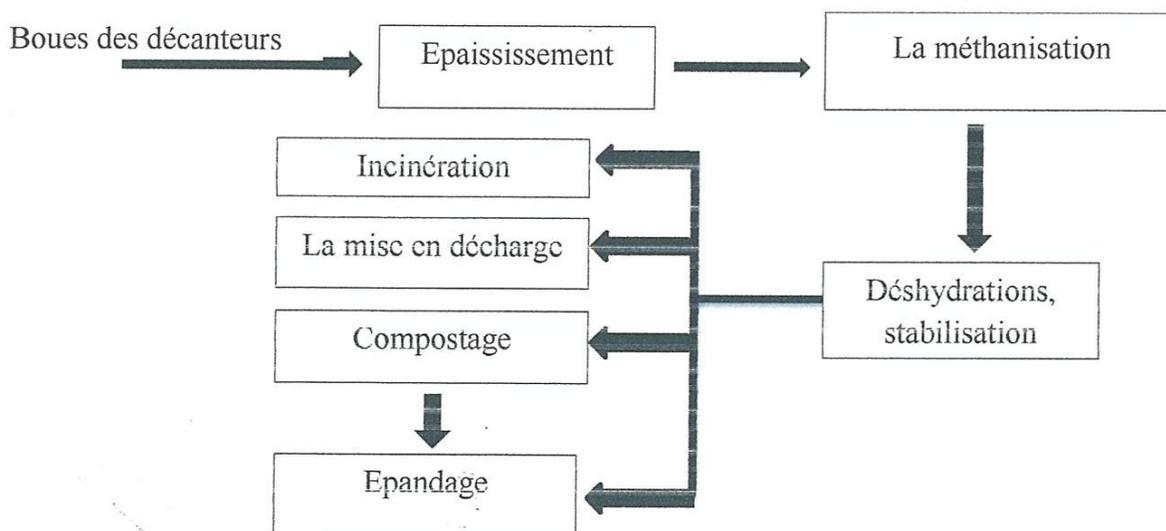


Figure 9: Schéma résumant les différentes étapes du traitement des boues.

IV.1. L'épaississement

C'est la première étape qui vise à augmenter la siccité des boues (teneur en matière sèche) sans pour autant modifier le caractère liquide de la boue. Cet épaississement peut se faire simplement par voie gravitaire dans un concentrateur ou par des moyens mécaniques (égouttage, flottation ou centrifugation).

Les différentes étapes du traitement des boues mettent en œuvre des procédés physicochimiques ou microbiologiques. Il s'agit ici d'appliquer des techniques de traitement des déchets solides.



Figure 10 : Epaississement des boues par flottation.

IV.2. La méthanisation

La réduction du volume par traitement biologique se fait en aérobiose parfois, mais la voie la plus intéressante est l'anaérobiose c'est à dire la méthanisation des boues. Ce traitement consiste à mettre les boues dans des réacteurs anaérobies, les digesteurs qui vont transformer une partie des boues anaérobies en méthane et gaz carbonique (le biogaz). Il est très riche en énergie ($> 7 \text{ kWh/m}^3$) et peut être exploité pour produire différentes formes d'énergie (électricité, chaleur, pompage, etc.) tout en éliminant les odeurs et la pollution de l'air.

Ces digesteurs sont chauffés à 35 ou 55 °C et éliminent 40 à 50 % de la masse des boues. Ils produisent environ 350 m^3 de méthane par tonne de matière organique éliminée sous forme d'un biogaz à 65-70 % de méthane et le reste en gaz carbonique.

Le traitement anaérobie des boues s'avère être une technique efficace pour réduire les charges en polluants et les concentrations en germes pathogènes. Et contrairement au traitement aérobie, il permet, à la fois, de digérer et de stabiliser rapidement les boues tout en réduisant leur volume et de fournir d'importantes quantités d'énergie.

Le biogaz produit par les boues est particulièrement riche en méthane et le pourcentage volumique atteint généralement 75 à 80 % [9].

En Europe, c'est la production de boues urbaines équivalente à 20 millions d'habitants qui sont traités de cette manière. Cela conduit à un taux d'élimination de 14 % du total des boues urbaines produites.

IV.3. Déshydratation et stabilisation

La déshydratation a pour but d'amener les boues aux teneurs en matière sèche désirée pour les traitements ultérieurs. Elle est réalisée par des procédés mécaniques de filtration (par filtres à bande ou filtres presses) ou de centrifugation et/ou thermiques via des fours. Leurs teneurs en matière sèche peuvent atteindre 70 à 80 % en fonction de leurs destinations finales. Une boue qui est à 50 % de matière sèche a perdu 90 % de son volume. Le mélange des boues avec des produits stabilisants empêche les fermentations et détruit des microorganismes pathogènes. Pour cela on mélange les boues avec de la chaux par exemple.

Dans les petites stations d'épuration du secteur rural, on utilise d'autre technique de déshydratation. Dans les zones très ensoleillées, on épand les boues sur des surfaces de sable et de graviers où elles vont sécher au soleil.

On peut aussi accumuler des boues dans un bassin et y mettre des plantes adaptées.

La stabilisation, de type biologique, chimique ou thermique a pour objectif de réduire la fermentescible des boues pour atténuer ou supprimer les mauvaises odeurs.

Les eaux récoltées dans les deux cas retournent à la station d'épuration [6].



Figure 11 : Déshydratation par filtre presse.

IV.4. L'incinération

L'incinération a l'avantage de réduire d'environ 80 % le volume initial des solides des boues. Elle élimine complètement les organismes pathogènes et dégrade plusieurs composés organiques toxiques.

IV.4.1. Voies d'avenir pour réduire le volume des boues

Ces procédés dits «d'avenir» sont généralement de types thermochimiques et regroupent notamment la pyrolyse, la gazéification, l'oxydation par voie humide.

IV.4.1.1. La pyrolyse (ou thermolyse)

Ce procédé repose sur la décomposition de la matière organique grâce à la chaleur (500 à 900 °C) en absence d'oxygène. Contrairement à l'incinération et à la gazéification, il n'y a pas de réaction d'oxydation (combustion) de la matière, mais seulement une décomposition de celle-ci, ce qui permet de réduire notablement le volume de fumées engendrées et de produire moins d'éléments volatils nuisibles. Cette décomposition thermique génère deux sous-produits dans des proportions qui varient avec les conditions opératoires du procédé et la composition du déchet à traiter :

➤ un résidu carboné, appelé «char», qui contient la matière minérale du déchet traité ainsi qu'une partie du carbone, appelé carbone fixe. Dans ce résidu vont se

concentrer les métaux lourds (sauf le mercure et le cadmium). Ce résidu sera ensuite déposé en décharge ou utilisé comme remblai [1].

➤ un gaz de thermolyse, constitué d'une fraction condensable (vapeur d'eau et goudron volatil) et d'une fraction non condensable composée principalement de CH_4 , CO , H_2 et CO_2 . Ce gaz est combustible et permet de valoriser l'énergie contenue dans les boues.

IV.4.1.2. La gazéification

La gazéification se différencie de la pyrolyse par le fait que le carbone est totalement converti en gaz, à des températures pouvant aller de 800 à 2000 °C, sans production de phases liquides ou solides, et seulement la genèse de cendres comme sous-produits. La gazéification est un procédé endothermique et nécessite donc un apport de chaleur important. Celui-ci est en général apporté par combustion partielle du matériau initial avec de l'air ou de l'oxygène.

IV.4.1.3. L'oxydation par voie humide

Ce procédé est apparu dès les années 60 aux USA, et est développé en France par la société Degremont et Granit Technologies ainsi que par OTV. Il s'agit, comme pour l'incinération, d'une oxydation de la matière organique, mais réalisée en milieu liquide, avec de l'air ou de l'oxygène pur. Un résidu minéral est obtenu (30 à 50 % de la matière sèche entrante) ainsi que du CO_2 et un effluent qui est traité ultérieurement en station d'épuration. Le résidu solide quant à lui est éliminé en décharge.

IV.5. La mise en décharge

Les décharges ou encore « Centres d'Enfouissement Techniques » (C.E.T.) sont des sites où l'on stock des déchets solides. On a trois classes de décharge :

- a) Classe 3 : elles n'accueillent que les déchets inertes comme les graviers, les déchets du bâtiment etc., donc les déchets qui ne fermentent pas, qui ne brûlent pas.
- b) Classe 2 : elles accueillent les déchets de types ordures ménagères ou assimilés. Donc les produits qui peuvent fermenter et évoluer avec le temps.
- c) Classe 1 : elles reçoivent les déchets toxiques et dangereux.

Les boues vont en classe 2 si elles ne contiennent pas de produits toxiques sinon elles vont en classe 1.

Le stockage des déchets en C.E.T. de classe 2 se fait par «casiers » qui sont d'immenses bacs de plusieurs milliers de m³. Quand un casier est plein on en remplit un autre. Les C.E.T. génèrent des liquides issus des déchets eux même et des précipitations pluie, neige que l'on nomme les lixiviats. Ces lixiviats sont potentiellement très polluants. C'est pourquoi les C.E.T. sont réalisés dans des sols étanches ou rendus étanches par des géotextiles afin de les récupérer pour les traiter.

Le recyclage des lixiviats dans la masse de déchets permet d'abaisser la durée de vie d'une décharge à 6-8 ans car on accélère la méthanisation.

IV.6. Le Compostage

Le compostage est une technique de fermentation aérobie de déchets solides. Il peut se faire en réalisant des tas qui sont aérés par injection d'air par le sol et mélangés par retournement, de temps à autres, cela nécessite plusieurs mois. Il existe aussi des composteurs qui sont de grands cylindres en rotation où le temps de résidence de la matière est plutôt de quelques jours.

Dans le compostage, on a une consommation des molécules facilement fermentescible et une montée naturelle en température au-dessus de 70 °C. Pendant plusieurs heures à plusieurs jours, en fonction des conditions de réalisation. Cette chaleur est générée par les microorganismes eux-mêmes et constitue une hygiénisation de la matière car elle réduit de manière importante la quantité de microorganismes pathogènes.

Ce compostage se fait à partir de boues (partiellement déshydratées) et de déchets ligneux broyés (déchets verts). Ils permettent ainsi à l'oxygène d'atteindre l'intérieur de tas.

En fin de compostage, le produit obtenu est tamisé donnant ainsi un compost de qualité qui peut être utilisé en agriculture.

Par exemple le mélange de 1700 m³ de déchets verts (soit 600 tonnes) avec 750 m³ de boues liquides (soit 750 tonnes) sont compostées pendant 3 mois. Ce mélange subit ensuite un criblage à 25 mm de diamètre et génère 600 tonnes de compost. Le refus de déchets verts repart de nouveau en compostage avec des boues nouvelles.

Cette nouvelle technique élimine actuellement 2 % des boues de stations d'épurations urbaines en Europe et est amenée à se développer rapidement.

IV.7. L'épandage

En agriculture, les boues sont utilisées comme un engrais, c'est-à-dire comme produit capable de fournir aux cultures des éléments nutritifs tels que l'azote, le phosphore, le potassium, le magnésium nécessaire à leur croissance et à leur développement. La matière organique présente est aussi d'un grand intérêt pour certains sols.

L'épandage des boues sur sol agricole est réalisé depuis très longtemps. Les manques de connaissances de la composition des boues et de leurs conditions de mise en œuvre en épandage, leurs qualités médiocres, ont conduit à des pratiques qui ont discrédité l'intérêt de ce mode d'élimination des boues.

Il permet de réaliser des économies importantes pour les agriculteurs en limitant l'apport d'engrais chimiques et en améliorant la teneur en matières organiques des sols.

Les boues peuvent être épandues sous forme liquide ou plus ou moins déshydratées et enfouie immédiatement ou non suivant les techniques choisies.

La réglementation impose des conditions d'épandage très strictes :

- Tout épandage est subordonné à une étude préalable,
- L'épandage ne peut être pratiqué que si cela a un intérêt pour la plante,
- Les boues doivent avoir une qualité attestée par des analyses complètes,
- La filière d'épandage doit être détaillée,
- Un suivi rigoureux doit être mis en place,
- Ne pas épandre sur des sols enneigés, gelés ou pendant de fortes pluies (il faut donc prévoir des stockages), et sur des terres non régulièrement travaillées.

L'épandage des boues des stations d'épuration permet de réaliser des économies importantes pour les agriculteurs en limitant l'apport d'engrais et en améliorant la teneur en matières organiques des sols [11].



Figure 12 : Boues récupérées lors de la décantation [12].

Le tableau suivant nous montre le pourcentage des boues d'épuration réutilisées ou débarrassées par l'EU.

Tableau 2 : Les pourcentages (%) des boues d'épuration [10].

Pays	Agriculture	Compostage	Incinération	Autres
Belgique	29	55	15	1
Danemark	54	20	24	2
France	60	20	20	0
Allemagne	27	54	14	5
Grèce	10	90	0	0
Irlande	12	45	0	8
Italie	33	55	< 1	11

V. Composition de la matière organique des boues d'épuration

La composition et la quantité de ces boues vont dépendre de leurs origines : urbaines ou industrielles, issues de stations biologiques ou physico-chimiques, de la nature de l'industrie qui produit l'eau usée. Leurs compositions sont donc extrêmement variables en fonction du site où elles sont produites.

En sortie des décanteurs, elles sont aux alentours de 10 à 15 g/litre en matière sèche.

Les boues sont constituées de matières organiques complexes non dégradées, de matières inorganiques (minéraux, métaux lourds), de microorganismes (bactéries, agents pathogènes).

La matière organique est principalement constituée de trois grandes familles : les protéines, les lipides, et les carbohydrates.

VI. Données de chiffres

Actuellement, l'Algérie dispose de 134 stations d'épuration (STEP 'stations d'épuration' et lagunes) en fonctionnement avec une capacité installée estimée à 12 millions EH (équivalent habitant) soit 800 hm³/an. La réutilisation des eaux usées épurées notamment à des fins agricoles est devenue l'un des axes principaux de la stratégie du secteur des ressources en eau en Algérie [8].

VII. Quantification des métaux lourds dans les boues d'épuration

La présence de métaux lourds dans les boues d'épuration municipales provient de sources industrielles et domestiques ainsi que du ruissellement urbain. Ces métaux constituent donc un obstacle important pour la disposition finale de ces boues dans l'environnement et leur enlèvement devient essentiel pour la gestion adéquate de ces dernières. Lors de l'épuration des eaux usées, environ 90 % des métaux lourds se retrouvent généralement dans les boues primaires et secondaires et une partie importante est enlevée lors de la décantation primaire. Afin d'éviter ces teneurs élevées en métaux lourds dans les boues, certains pays préfèrent pratiquer un contrôle à la source des rejets industriels. Le tableau 3 présente les normes prescrites par le Gouvernement du Québec et par la Communauté Économique Européenne (CEE), concernant les concentrations en métaux lourds dans les boues destinées à l'épandage agricole. Les valeurs recommandées par la CEE sont largement supérieures à celles du Gouvernement du Québec, surtout à cause des sols plus contaminés en Europe. Une étude réalisée par St-Yves et Beaulieu [12] montre que plus de 52 % des boues produites au Québec dépassent les normes obligatoires pour l'épandage agricole, alors que 85% dépassent les teneurs recommandées.

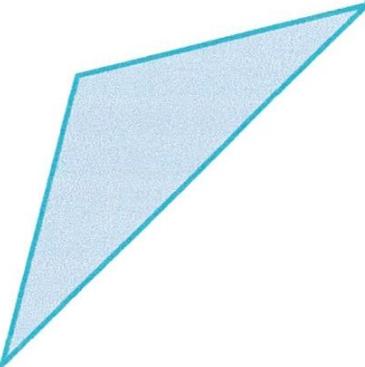
Tableau 3: Teneurs limites en métaux lourds obligatoires et recommandées pour l'épandage agricole [12].

Concentration (mg/kg) de matière sèche)						
		Cd	Cu	Ni	Pb	Zn
Québec	Obligatoires	15	1000	180	500	2500
	Recommandées	10	600	100	300	1750
CEE	Obligatoires	40	1500	400	1000	3000
	Recommandées	20	1000	300	750	2500

Conclusion

Cependant on peut conclure que toutes les méthodes de disposition telles que l'incinération, biogaz, épandage agricole présentent de nombreuses difficultés et notamment aux domaines des dommages qu'elles créent à l'environnement.

Chapitre III :
Méthodes et techniques
d'analyses physico-
chimiques de différentes
boues de la STEP de
Guelma



Introduction

Ce travail se porte sur la caractérisation physico-chimique de la boue d'une station d'épuration, et nous conduit à nous intéresser particulièrement à leur contenu organique et métallique. Toutefois, les valeurs limites en éléments traces métalliques et les oligo-éléments seront également présentées dans ce chapitre.

I. Échantillonnage de la boue

La boue concernée par cette étude a été récupérée de la station d'épuration des eaux usées de la ville de Guelma située dans la commune d'Héliopolis. Selon l'ancienneté de la boue, trois échantillons ont été prélevés d'une façon aléatoire du site de stockage des boues, tels que :

B1 : boue du lit de séchage produite en fin janvier 2013,

B2 : boue récente produite en début janvier 2013,

B3 : boue ancienne produite en 2009.

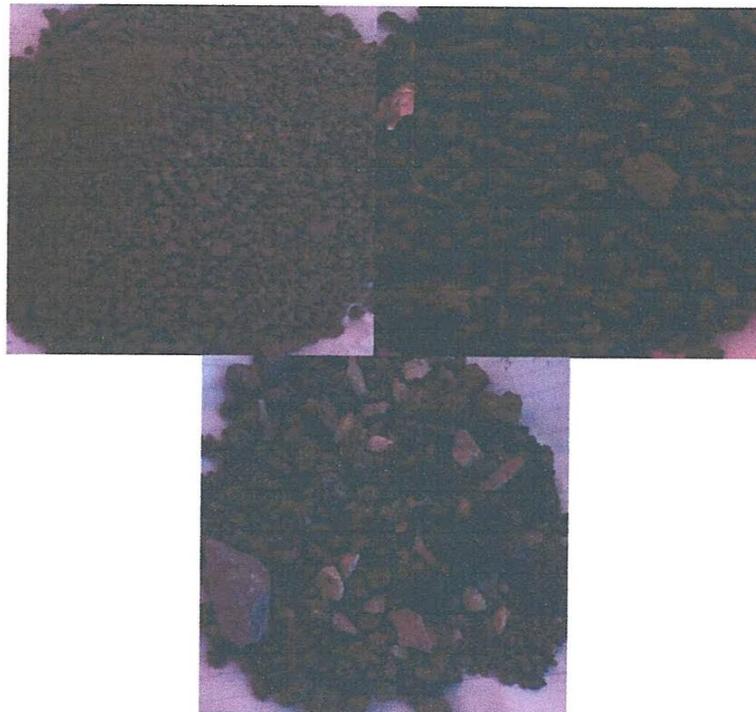


Figure 13 : Les trois différentes boues.

II. Caractérisation de la boue

Les boues agissent comme un catalyseur de la biologie du sol et non pas seulement comme un engrais au sens strict du terme. C'est surtout en raison de leur richesse en carbone organique, en azote et en phosphore, que les boues sont potentiellement intéressantes pour améliorer les propriétés des sols [1].

Un certain nombre de paramètres doivent être déterminés pour la caractérisation physique puis chimique de la boue. Les protocoles expérimentaux de la détermination des paramètres de la boue sont les suivants :

II.1. Caractérisation physique de la boue

II.1.1. Détermination de la matière sèche et de la teneur en eau

Afin de déterminer la teneur en matière sèche de la boue, une masse m a été mise dans l'étuve à 105 °C pendant 24 h, la boue a été ensuite pesée à la sortie de l'étuve (on remarque une augmentation progressive de la masse de la boue au fur et à mesure que le temps s'allonge à la sortie de l'étuve, dû à l'absorption de l'humidité de l'air). La masse ainsi pesée sera notée m_1 :

Le taux de matière sèche, appelée également, siccité, est calculé comme suit :

$$Ts = (m_1/m) \cdot 100 \quad (1)$$

Le pourcentage d'eau dans la boue est appelé le taux d'humidité et il est calculé comme suit :

$$Ts = ((m - m_1)/m) \cdot 100 \quad (2)$$

La boue est notée liquide si la siccité varie de 0 à 10 %, boue pâteuse ; si la siccité varie de 12 à 25 %, boue solide ; si la siccité est supérieure à 25 %, boue sèche.

II.1.2. Détermination de la densité

Pour la caractérisation de la boue, nous avons mesuré deux types de densité ; densité apparente et densité absolue.

II.1.2.1. La densité apparente

Un récipient cylindrique a d'abord été pesé à vide, sa masse est notée M . puis, à l'aide d'un entonnoir placé au-dessus du centre de récipient, la boue est versée dans le récipient jusqu'à débordement. Le surplus de la boue est ensuite arasé avec une règle. A la fin le récipient plein est pesé et cette masse sera notée M' , le volume du récipient étant calculé, la densité apparente de la boue sera déterminée en utilisant l'équation ci-dessous:

$$\text{Densité apparente} = (M' - M) / \pi r^2 L \quad (3)$$

Avec:

r : rayon du récipient

L : hauteur du récipient

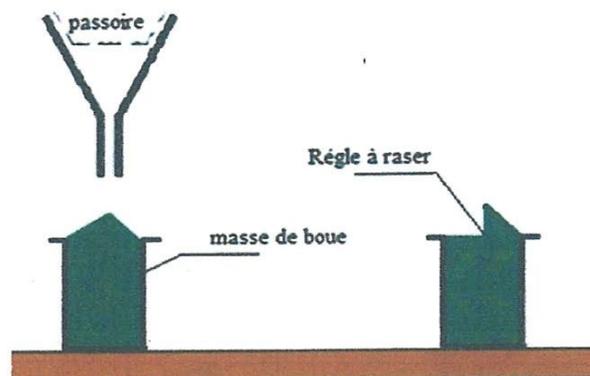


Figure 14: Schéma de la détermination de la densité apparente.

II.1.2.2. La densité absolue

Pour la détermination de la densité absolue de la boue, on pèse une fiole de 50 ml avec son bouchon. Après, on y ajoute 15 à 20 g de boue dont le diamètre est inférieur à 0,2 mm et de l'eau distillée jusqu'à la moitié de la fiole. On laisse bouillir pendant 15min pour faire échapper les gaz emprisonnés dans les pores. On remplit entièrement la fiole avec de l'eau distillée et on pèse à nouveau (figure 15). A la fin, on vide complètement

On fait cette mesure généralement par un pH mètre à électrodes.



Figure 16: Image d'un pH mètre à électrodes utilisé.

II.1.4. Détermination de la conductivité

La conductivité est la mesure de la capacité d'un échantillon à conduire un courant électrique. Elle est liée à la concentration et à la nature des substances dissoutes. En général, les sels minéraux sont de bons conducteurs par opposition à la matière organique qui conduit peu [16].

Généralement, on utilise le même rapport que pour le pH mais dans ce cas, on effectue la mesure à l'aide d'un conductimètre à électrodes.

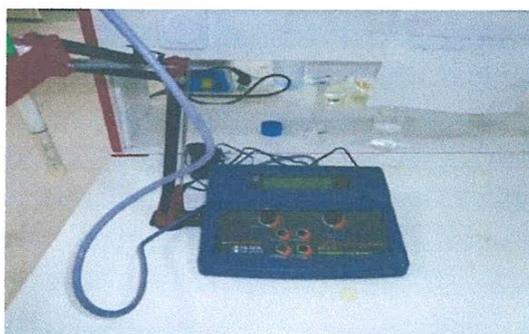


Figure 17: Image du conductimètre utilisé.

II.1.5. Détermination de la granulométrie

L'analyse granulométrique d'un sol (boue) consiste à déterminer la proportion des diverses classes de grosseur des particules. Il n'existe pas de méthode parfaite pour déterminer la granulométrie; l'exactitude de la méthode dépend de la nature du sol (boue) et, plus précisément, de la forme géométrique des particules et du pourcentage des matières organiques qu'elles renferment. L'étude granulométrique des particules permet de déterminer la surface spécifique (m^2/g) du sol, ce qui permet d'estimer sa capacité d'adsorption des métaux et des substances organiques [13]. Elle permet aussi d'estimer la quantité de matières en suspension et la quantité de matières sédimentées lorsque des travaux de dragage sont effectués [18].

L'étude de la distribution granulométrique est déterminée par tamisage à partir de boues séchées sur des tamis de diamètre des pores allant de 0,500 mm à 0,250 mm.



Figure 18: Exemple des tamis utilisés.

III. Solubilisation de la boue

Selon le paramètre recherché, la boue a été solubilisée de manière différente afin d'en extraire le maximum.

a. Solubilisation au chlorure de potassium

Pour la détermination de la quantité des différents éléments fertilisants présents dans la boue, le protocole suivant a été recommandé par les laboratoires d'expertise pour la solubilisation au KCl de l'échantillon.

- Homogénéisation de l'échantillon non séché avec une spatule afin d'avoir un échantillon représentatif. Le pourcentage d'humidité a été déterminé sur une autre portion de l'échantillon.
- Pesée précisément d'environ 1 g (équivalent poids sec) de l'échantillon humide,
- Transfert dans un contenant de plastique et ajout de 50 ml de la solution de KCl, 2N,
- Agitation à environ 280 oscillations par minute pendant 1 heure à l'aide d'un agitateur mécanique.
- Filtration et acidification du filtrat à $\text{pH} < 2$ par ajout de H_2SO_4 , 9 N.

Note : Si les échantillons ne peuvent être filtrés la journée même, conservé à environ 4 °C.

- Dilution des solutions obtenues par un facteur d'au moins 5 avant le dosage.

b. Lixiviation

Il existe plusieurs méthodes d'extractive des oligo-éléments existant dans les boues issues d'une STEP. Elles peuvent être classées en deux catégories : la lixiviation alcaline et la lixiviation acide.

Cependant, nous avons choisis de doser quelques autres éléments traces métalliques tels que le fer, le calcium, le magnésium, les sulfates, le chrome etc.

b.1. Lixiviation acide

Les grandes étapes de cette extraction sont regroupées ci-dessous :

Lixiviation à eau régale est composée de 1V d'acide nitrique (HNO_3) et de 3V d'acide chlorhydrique (HCl),

- On pèse 1 g de chaque boue fine,
- Après on leur ajoute 5 ml d'eau régale,
- Sous hotte, on sépare le mélange à partir d'une centrifugeuse pendant 10 à 15 minutes à 300 tr/min.
- A la fin, on dilue chaque solution 200 fois puis on fait le dosage.

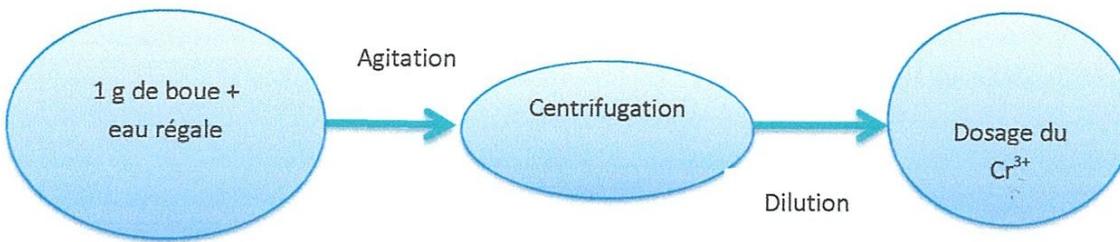


Figure 19 : Lixiviation acide à eau régale [27].

b.2. Lixiviation alcaline

a. Principe

C'est une méthode qui sert à déterminer les oligo-éléments (Fe , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Cl^- , SO_4^{2-}) et des éléments traces métalliques (Cr^{6+}) existant dans les boues.

b. Réactifs

Les différents réactifs utilisés sont :

- Acide nitrique, HNO_3
- Acide sulfurique, H_2SO_4
- Carbonate de sodium, Na_2CO_3
- Hydroxyde de sodium, NaOH

Les solutions utilisées pour la préparation sont :

Solution extractive pour solides

Préparer une solution de NaOH 0,5 M et de Na_2CO_3 0,28 M.

On pèse précisément environ 10 g d'hydroxyde de sodium et 15 g de carbonate de sodium. On les dissout dans environ 400 ml d'eau et les complète à 500 ml avec de l'eau distillée.

Solution d'acide sulfurique 2 N

Dans une fiole jaugée de 500 ml, on verse lentement 28 ml de H_2SO_4 dans environ 450 ml d'eau, on laisse refroidir et complète au trait de jauge avec de l'eau distillée.

c. Mode opératoire

Pour l'extraction, on suit plusieurs étapes qui sont citées ci-dessous :

On pèse environ 2 g de chaque échantillon solide dans un bécher de 150 ml, après on ajoute 40 ml de la solution extractive dans chaque bécher, on les couvre d'un verre de montre, puis les chauffe presque à ébullition sur une plaque chauffante pendant 60 minutes, tout en les agitant, on refroidit chaque bécher et on filtre chaque contenu dans une centrifugeuse, on amène le pH de chaque filtrat entre 7 et 8 en ajoutant lentement de l'acide nitrique tout en agitant avec un barreau magnétique [23].

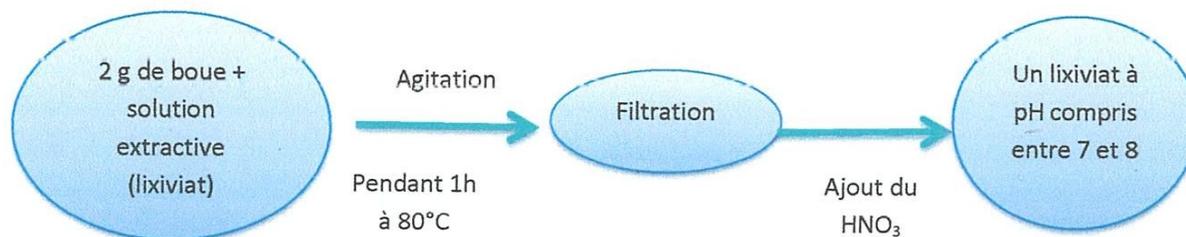


Figure 20 : Lixiviation alcaline.

IV. Appareillage utilisé

Pour le dosage des différents éléments tels que les éléments fertilisants ainsi que les oligo-éléments, nous n'avons pas eu besoin d'appareillage spécifique mais seulement de la verrerie simple du laboratoire

Les dosages des Fe, Ca²⁺, Mg²⁺, Cl⁻, SO₄²⁻, Cr⁶⁺, ont été réalisés à l'aide d'un spectrophotomètre visible.

Il permet de donner l'absorbance ou la transmittance d'une solution à une longueur d'onde prédéterminée. Selon la loi de Beer-Lambert, cette absorbance est proportionnelle à la concentration. Il faut, au préalable établir une courbe d'étalonnage.

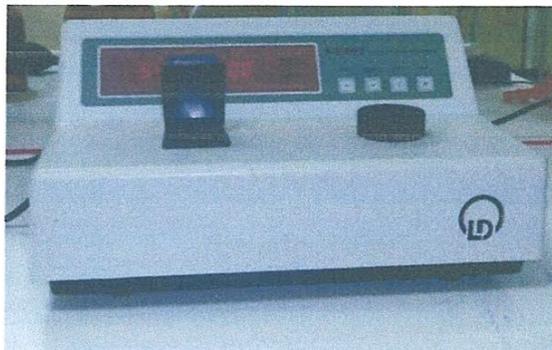


Figure 21 : Image d'un spectrophotomètre Visible.

V. Caractérisation chimique de la boue

Elle est basée sur la détermination des éléments chimiques existant dans la boue à partir des différentes solutions extractives : solubilisation en KCL, lixiviation acide et lixiviation alcaline.

V.1. Détermination de la teneur en Azote

L'atmosphère est la principale source d'azote. On le rencontre principalement sous sa forme diatomique (N_2). Il s'agit d'une molécule très stable.

L'azote est présent dans les boues sous diverses formes chimiques. L'azote total, au sens large du terme, correspond à la quantité totale d'azote présent sous forme liée, soit généralement sous forme de nitrate, de nitrite, ammoniacale, et organique.

$$N \text{ total} = N (NH_4^+) + N \text{ organique} + N (NO_2^-) + N (NO_3^-) \quad (5)$$

V.1.1. Azote des nitrates

Les nitrates (NO_3^-) proviennent de l'oxydation complète des composés de l'azote. Les principales sources de rejet des nitrates sont les aérosols d'acide nitrique ou de nitrates d'ammonium provenant d'usines d'acide nitrique ou de fertilisants et les effluents de certaines industries alimentaires (salaison, par exemple). Les nitrates sont aussi largement utilisés comme agent oxydant dans l'industrie chimique. Si les composés à base d'azote ne sont pas assimilés par les plantes en grande quantité, il peut survenir

très longtemps). On reprend le résidu sec de chaque boue et on les laisse refroidir, 2 ml de H_2SO_4 concentré sont ajoutés, on les mélange et on les laisse reposer pendant 10 min, et à la fin on les ajoute 15 ml d'eau distillée, et 15 ml de tartrate double de sodium et de potassium puis les passer au spectrophotomètre visible à 415 nm.



Figure 22 : Protocole d'analyse de NO_3^- .

V.1.2. L'azote ammoniacal NH_4^+

L'azote ammoniacal ou NH_4^+ , provient de la dégradation des protéines animales (cycle de l'azote), la principale source d'ammoniaque est anthropique. Les effluents domestiques (urée) représentent la plus importante source de pollution. L'azote ammoniacal peut aussi provenir des ruissellements urbains, de l'agriculture (engrais) ou de l'industrie (pharmaceutique, alimentaire, pâte à papier, textile, etc.).

Sa présence peut nuire à certains procédés de traitement d'eaux usées [17].

Les étapes à suivre pour la solubilisation de l'échantillon sont les mêmes comme pour l'azote nitrates NO_3^- , mais le dosage de l'azote ammoniacal se fait par colorimétrie à 655 nm après établissement d'une courbe d'étalonnage.

a. Principe

Le principe de la détermination de NH_4^+ se base sur la mesure spectrométrique à 655 nm du composé bleu formé par réaction de l'ammonium avec les ions salicylate et hypochlorite en présence de nitroprussiate de sodium.

b. Matériels

Les différents types de matériels utilisés sont :

- Erlenmeyer à 100 ml
- Pipettes de 1, 4, 40 ml
- Spectrophotomètre visible.

c. Réactifs

Réactif I

Il est composé de:

- Acide dichloroisocyanurique2 g
- Hydroxyde de sodium (NaOH).....32 g
- H₂O distillée.....1000 ml

Réactifs II (coloré)

Il est composé de:

- Tri citrate de sodium.....130 g
- Salicylate de sodium.....130 g
- Nitroprussiate de sodium.....0,97 g
- H₂O distillée.....1000 ml

d. Mode opératoire

On prend 40 ml de chaque échantillon boue à analyser, après 4 ml du réactif I et 4 ml du réactif II sont ajoutés, on les met ensuite dans un endroit à l'abri de la lumière pendant 1h30.

L'apparition de la coloration verdâtre indique la présence de NH₄⁺ (figure 23). Ensuite, on fait la lecture dans le spectrophotomètre à 655 nm par rapport au blanc c'est-à-dire à la référence de notre analyse. Le blanc est composé de 40 ml d'eau distillée avec les 4 ml du réactif I et de réactif II.

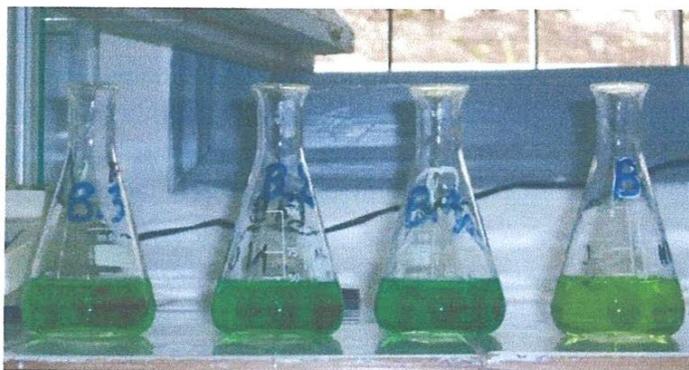


Figure 23 : Protocole d'analyse de NH_4^+ .

V.2. Détermination du phosphate

Le phosphate peut être présent dans l'eau sous la forme ionisée (ortho phosphates) ou plus ou moins polymérisé (poly phosphates minéraux et /ou organiques). Les phosphates ont une origine agricole (engrais), domestique (contamination fécale et détergents) et industrielle (industrie chimique).

a. Principe

Le principe est basé sur la formation en milieu acide d'un complexe avec le molybdate d'ammonium et le tartrate double d'antimoine et de potassium, et la réduction par l'acide ascorbique en un complexe coloré en bleu qui présente deux valeurs maximales d'absorption l'une vers 700 nm, l'autre plus importante à 880 nm.

b. Réactifs

Réactif mixte

Il est composé de :

Heptamolybdate d'ammonium.....	13 g	A
Eau distillée.....	100 ml	
Tartrate d'antimoine.....	0,35 g	B
Eau distillée.....	100 ml	
Acide sulfurique pur.....	150 ml	C

c. Mode opératoire

Dans un tube à fond plat de DCO, on introduit 10 ml des échantillons à analyser, on ajoute après 5 ml de $K_2Cr_2O_7$, puis quelques granules régulateurs d'ébullition sont ajoutés et on les homogénéise, ensuite on met lentement et avec précaution 15 ml de réactif combiné (acide sulfurique- sulfate d'argent) tout en agitant soigneusement, à la fin on les met dans le réacteur DCO à 148 °C pendant 2 h.

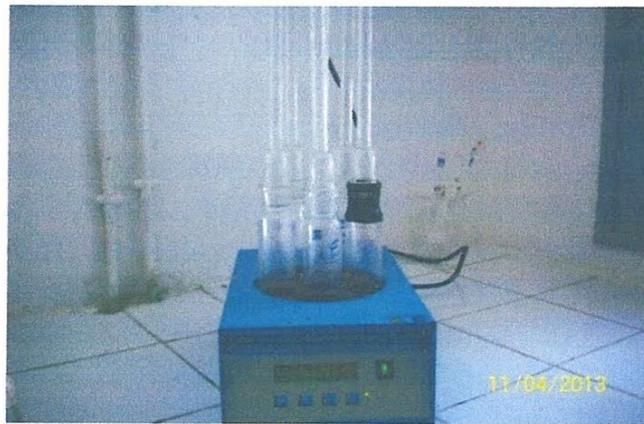


Figure 24: Image du DCO-mètre utilisé [25].

d. Expressions des résultats

La demande chimique en oxygène DCO exprimé en mg d' O_2/l , est donnée par la formule de la norme :

$$DCO = - \frac{8000 \cdot C_{Fe} \cdot (V_T - V_e)}{PE}$$

C_{Fe} : La concentration exprimée en mole par litre de la solution de sel de Mohr déterminée par étalonnage.

PE : volume prise d'essai en ml.

V.5. Détermination du calcium Ca^{2+}

a. Principe

Le principe est identique à celui de la méthode suivante.

Ici comme le dosage se fait à un pH élevé, le magnésium est précipité sous forme d'hydroxyde et n'intervient pas. Donc par ailleurs, l'indicateur choisi ne se combine qu'avec le calcium.

b. Réactifs

Les différents réactifs utilisés sont :

- Indicateur coloré : murexide,
- Solution d'EDTA (N/50),
- Solution de NaOH à 2 N.

c. Mode opératoire

On introduit 50 ml des échantillons à analyser dans un erlenmeyer à col large, puis on ajoute ensuite 2 ml de solution de NaOH dans chacun d'eux, quelque granules de murexide sont ajoutés, à la fin on verse la solution d'EDTA jusqu'au virage de la couleur bleu V_2 [27].

d. Expressions des résultats

La détermination de la concentration en mg/l du calcium est donnée par la formule suivante:

$$\text{Ca}^{2+} \text{ (mg/l)} = ((V_1 * C_{\text{EDTA}} * F * M_{\text{Ca}^{2+}}) / \text{PE}) * 1000$$

Avec

V_1 : volume d'EDTA nécessaire pour la concentration donnée,

C_{EDTA} : concentration molaire d'EDTA (0,01 mol/l)

$M_{\text{Ca}^{2+}}$: masse molaire du calcium,

PE : prise d'essai (volume de l'échantillon nécessaire pour ce dosage),

$$F : \text{facteur} = 12,5 / V_{\text{EDTA}}$$

D'où

$$Ca^{2+} = (V1 * 0,01 * F * 40,08) / 50 * 1000$$

V.6. Détermination du magnésium Mg^{2+}

a. Principe

Le principe est basé sur le titrage du cation magnésium avec une solution de disodique de l'acide éthylène diamine tétra acétique (EDTA) à pH=10. Le noir ériochrome T est utilisé comme indicateur et donne une couleur rouge foncé ou violette en présence du cation magnésium.

b. Réactifs

On aura besoin de :

- Indicateur coloré : noir ériochrome T,
- Solution d'EDTA (N/50),
- Solution de NH_4OH .

c. Mode opératoire

50 ml des échantillons à analyser sont introduits dans un erlenmeyer à col large, on ajoute ensuite 2 ml de solution NH_4OH et quelques graines d'indicateur coloré dans chacun d'eux, après on verse la solution d'EDTA jusqu'au virage du rose au violet avec V le volume de la solution EDTA versé [26].

d. Expressions des résultats

La détermination du magnésium Mg^{2+} est donnée par la formule ci-après :

$$Mg^{2+} = ((V2 - V1) * C_{EDTA} * F * M_{Mg^{2+}}) / PE$$

Avec

V2: volume titré de calcium et de magnésium,

V1 : volume titré de calcium,

C_{EDTA} : concentration molaire d'EDTA (0,01 mol/l),

$M_{Mg^{2+}}$: masse molaire du magnésium,

PE : prise d'essai (volume de l'échantillon nécessaire pour ce dosage),

F : facteur de proportionnalité qui selon la méthode de préparation qui suit aura pour

valeur : $F = 12,5 / V_{\text{EDTA}}$

- 50 ml de solution mère de CaCl_2
- 2 ml de NaOH (2N)
- Quelques graines de noir ériochrome (indicateur coloré)
- On titre par la suite par EDTA (N/50) jusqu'au virage à la couleur violette.

V.7. Détermination du fer

a. Principe

Le principe est basé sur l'addition d'une solution de phénantroline 1,10 à une prise d'essai et mesurage photométrique du complexe rouge-orange à une longueur d'onde de 510 nm.

Pour le dosage du fer total et du fer total dissous, du chlorhydrate d'hydroxylamine est ajouté pour réduire le Fe^{3+} et Fe^{2+} .

b. Réactifs

Tous les réactifs seront préparés à partir d'eau bi distillée exempte de toute trace de fer.

- Tampon acétate

Acétate d'ammonium 40 g
Acide acétique cristallisable..... 50 ml
Eau distillée..... 100 ml.

Chlorhydrate d'hydroxylamine à 10 %

10 g de chlorhydrate d'hydroxylamine et 100 ml d'eau distillée.

Cette solution est stable pendant une semaine.

Solution de phénanthroline -1,10

On dissout 0,42 g de phénanthroline -1,10 monohydrate ($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2\text{H}_2\text{O}$) dans 100 ml d'eau distillée contenant 02 gouttes d'acide chlorhydrique.

Cette solution est stable pendant une semaine. Elle est à conserver dans un flacon teinté et au réfrigérateur.

Solution mère étalon d fer à 1 g/l

Solution fille étalon de fer à 0,01 g/l (à préparer extemporanément). On Dilue au 1/100 de la solution précédente.

c. La courbe d'étalonnage

L'établissement de la courbe d'étalonnage est donné dans le tableau ci-dessous :

Numéros de tubes	T	1	2	3	4	5	6
Solution fille à 0,01g/l (ml)	0	0,25	0,5	1,0	2,0	4	5
Eau distillée (ml)	50	49,75	49,5	49	48	46	45
Solution de Chlorhydrate d'hydroxylamine (ml)	1	1	1	1	1	1	1
Tampon acétate (ml)	2	2	2	2	2	2	0,5
Solution de phénanthroline - 1,10 (ml)	2	2	2	2	2	2	2
Correspondance en mg/l de fer	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,8	1

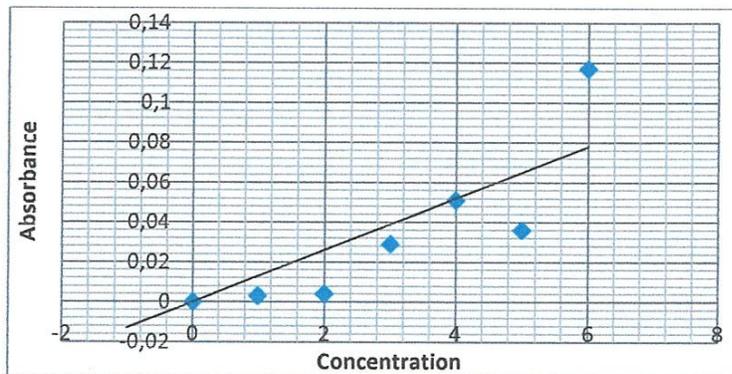


Figure 25 : Courbe d'étalonnage du fer.

d. Mode opératoire

On prend 50 ml d'échantillon à analyser dans un erlenmeyer de 100ml, on y ajoute 1 ml de la solution de Chlorhydrate d'hydroxylamine, puis on mélange soigneusement, après 2 ml de tampon acétate sont occupés, suivit de l'ajout de 2 ml de la solution 1,10 de phénanthroline et on conserve à l'obscurité pendant 15 min, enfin, on passe au spectrophotomètre pour mesurage à la longueur d'onde de 510 nm [26].

V.8. Détermination des sulfates (SO_4^{2-})

a. Principe

Les ions sulfates sont précipités et pesés à l'état de sulfate de baryum.



b. Réactifs

Les différents réactifs utilisés sont :

- Solution mère de sulfates à 1 g/l à partir de Na_2SO_4

On pèse 1,47 g de Na_2SO_4 dans 1000 ml d'eau distillée.

- Solution stabilisante

Acide chlorhydrique.....	60 ml
Ethanol	200 ml
Chlorure de sodium	150 g
Eau distillée	1000 ml
Glycérol.....	100 ml

- Solution de chlorure de baryum :

Chlorure de baryum	150 g
Acide chlorhydrique.....	5 ml
Eau distillée.....	1000 ml

c. Courbe d'étalonnage

L'établissement de la courbe d'étalonnage est donné dans le tableau ci-dessous :

N° Bécher	0	1	2	3	4	5	6	7
Solution mère à 1g/l	0	1	2	3	4	5	6	7
Q.S.P (ml)	100	100	100	100	100	100	100	100
Solution stabilisante	5	5	5	5	5	5	5	5
Solution de chlorure de baryum	2	2	2	2	2	2	2	2
Agitation 1min								
Concentration finale mg/l SO_4^{2-}	0	10	20	30	40	50	60	70

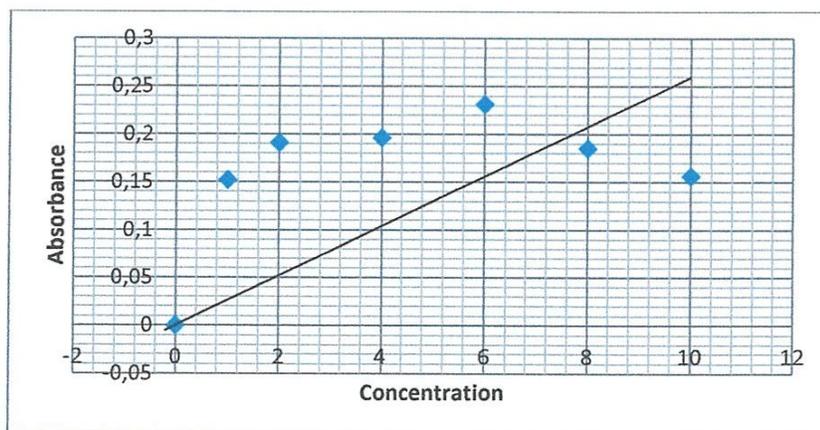


Figure 26 : Courbe d'étalonnage des sulfates.

d. Mode opératoire

On prend 20 ml d'échantillon à analyser puis on complète à 100 ml d'eau distillée, après on ajoute 5 ml de la solution stabilisante, et 2 ml de chlorure de baryum, on agite énergiquement pendant 1 min, et on fait passer au spectrophotomètre à une longueur d'onde de 420 nm [26].

V.9. Teneur en métaux lourds

La mobilité, la disponibilité biologique et l'écotoxicité des métaux dépendent des formes chimiques spécifiques ou les attaches dans lesquelles les métaux existent dans l'ordre de boue [22]. Afin de déterminer la convenance de la boue décontaminée pour l'application de la terre, il est beaucoup nécessaire d'examiner les différentes formes de métaux lourds présents dans la boue. L'efficacité de la lixiviation dépend, également, de la forme chimique spécifique du métal présent dans la boue.

Cependant, on a eu à déterminer la teneur qu'en chrome seulement avec le spectrophotomètre visible, à raison du manque de matériel au niveau du laboratoire pour les autres métaux lourds.

V.9.1. Détermination du chrome(VI)

En milieu acide, les ions du chrome (VI) Cr^{6+} forment un composé rouge-violet avec la diphényle carbazide. D'abord, les ions du Cr^{6+} oxydent la diphényle carbazide en diphényle carbazone et sont donc simultanément réduits en ions chrome (III) Cr^{3+} selon la réaction ci-dessous. La forme énolique de la carbazone réagit avec les ions chrome (III) pour former le complexe coloré dont l'absorbance à la longueur d'onde de 540 nm est proportionnelle à la concentration du chrome hexavalent.

a. Principe

Le principe est basé sur le dosage du chrome (VI) qui réagira avec la diphényle carbazide pour former, en milieu acide, un complexe variant de rose à violet dont l'absorbance est à 540 nm et qui proportionnelle à la concentration du chrome (VI).

Le Cr^{6+} à faible concentration est transparent, alors il ne peut être dosé par le spectrophotomètre sans complexations. Le réactif spécifique permettant la lecture de la longueur d'onde à 540 nm est la diphényle carbazide [19].



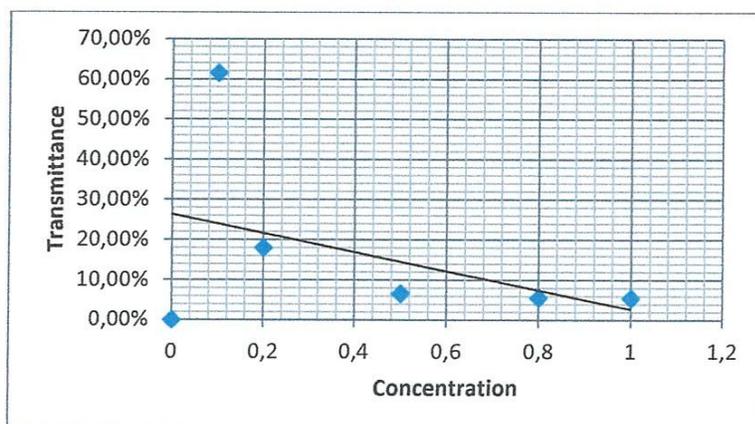


Figure 27: Courbe étalonnage du chrome.

Selon la loi de Beer-Lambert, l'absorbance est une fonction linéaire de la concentration, c'est pour cela qu'on a effectué un ajustement en traçant la droite linéaire passant par l'origine et par maximum de points.

Le tableau suivant, nous donne quelques teneurs en métaux lourds des diverses boues à travers le monde en mg/kg des matières sèches de la boue, même on n'a pas eu à les faire par manque de matériels.

Tableau 6 : Les teneurs en métaux lourds des diverses boues à travers le monde (mg/kg matière sèche de la boue).

Pays	Cu	Ni	Zn	Cr	Cd	Pb
Canada	180-2300	37-179	354-640	66-2021	23-10	26-465
Chine	1312-3945	493-955	7834-3096	458-784	59-13	575-1093
Allemagne	275	233	834	50	15	67,7
Hong kong	112-255	445-622	1009-2823	663	-	525-57
Inde	280-543	192-293	870-1510	102-8110	41-5	91-129
Italie	370	19	1500	-	21	72
Espagne	204-337	232-365	871-1676	54,4-3809	2,37-18,3	167-233
Ukraine	562	585	778	1595	35	2215
USA	616	71	1285	178	25	170

Conclusion

Dans ce chapitre, on a regroupé les différentes méthodes et protocoles d'analyse pour la caractérisation de la composition des boues issues de la STEP. Et toutes ces méthodes opératoires suivies ont été issus des sources établies et les protocoles faits ont été suivis avec rigueur.

Introduction

Cette partie regroupe les résultats et discussions des différentes analyses physico-chimiques des trois boues issues de la station d'épuration de Guelma afin d'en déduire si ces boues ont une influence directe sur le comportement du sol agricole ou sur des plantes. Ces résultats ont été trouvés au niveau du laboratoire de l'université de Guelma et de la Station d'épuration des eaux usées de Guelma.

I. Caractérisation physico-chimique de la boue

Le taux d'humidité, la matière sèche, la densité apparente, la densité absolue, le pH, la conductivité, la granulométrie ont été mesurés sur trois (3) sortes de boue telles que :

B1 : boue de lit de séchage la plus récente datée de fin janvier 2013,

B2 : boue récente du début janvier,

B3 : boue ancienne datée de 2009, selon les protocoles expérimentaux décrits dans le chapitre III.

I.1 Taux d'humidité et taux de siccité

Après 24 h dans l'étuve à 105 °C, les boues ont été enlevées et pesées juste à la sortie, et les résultats sont regroupés dans le tableau 7 ci-dessous :

Tableau 7 : Résultats du taux d'humidité et de siccité.

	<i>B1</i>	<i>B2</i>	<i>B3</i>
<i>Taux d'humidité</i>	33,46%	39,98%	38,98%
<i>Taux de siccité</i>	66,54%	60,02%	61,02%

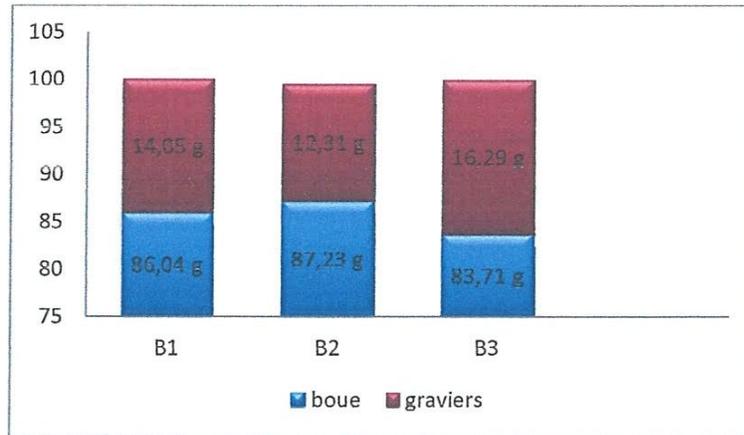


Figure 29 : Pourcentage de graviers dans la boue de la station d'épuration des eaux.

D'après les résultats trouvés, on remarque que le pourcentage en masse du gravier dans la boue oscille entre 12 et 16 %. Ce qui fait que la matière inerte constitue une bonne proportion des boues. Nous remarquons, également, que la boue B3 comprend légèrement plus de graviers que les deux autres. Etant donné la légère différence entre le pourcentage de gravier dans la boue, on ne peut pas tirer de conclusion claire entre l'ancienneté de la boue et ce paramètre.

I.3. La densité apparente et densité absolue

La densité apparente et absolue des différentes boues ont été calculées à partir des équations (3) et (4) du chapitre précédent.

$$\text{Densité apparente} = (M' - M) / \pi r^2 L \text{ et Densité absolue} = (g_1 - g_0) / [(g_1 - g_0) - (g_2 - g_3)]$$

Avec $r = 2,5 \text{ cm}$; $L = 5,7 \text{ cm}$; $M = 8,19 \text{ g}$

	B1	B2	B3
g_0	39,43g	39,51g	39,49g
g_1	50,26g	50,28g	50,54g
g_2	90,93g	76g	92,18g
g_3	86,21g	90,95g	86,53g

Le tableau 8 ci-dessous regroupe les résultats trouvés:

Tableau 8 : Densité apparente et absolue.

	B1	B2	B3
Densité apparente (g/cm^3)	0,52	0,48	0,53
Densité absolue (g/cm^3)	0,21	0,21	0,17

On remarque que les valeurs de densités (que ce soit le cas de la densité absolue ou apparente) pour les différentes boues sont assez proches. De plus, l'écart des valeurs entre les deux densités pour chaque boue reste quasiment le même. Ce qui signifie que les boues sont de porosité équivalente.

I.4. Détermination du pH et de la conductivité

Le tableau 9 regroupe les résultats du pH et de la conductivité des 3 sortes de boues trouvés au cours des analyses physico-chimique:

Tableau 9 : pH et la conductivité des différentes boues.

	B1	B2	B3
pH	7,07	7,25	7,51
Température (°C)	20,4	20,3	20,4
Conductivité ($\mu S/cm^{-1}$)	529	154	74

Etant donné que le pH des eaux usées est généralement près de la neutralité c'est-à-dire entre 7 à 7,50 environ, les valeurs mesurées montrent que le traitement effectué au niveau de la station d'épuration des eaux ne modifie pas le pH. La température mesurée dans les boues solubilisées est la même pour tous les échantillons. Cela peut être attribué, d'abord, au fait que les boues ont été stockées au même endroit mais également en raison de l'absence de toute activité des microorganismes qui auraient pu

élever la température de la boue. Ainsi, le paramètre température est un bon indicateur de l'inertie de la boue (la boue est stable).

On sait que la conductivité permet d'évaluer approximativement la minéralisation globale d'une solution. Le résultat suivant traduit la variation de la conductivité au cours du temps et nous montre que la conductivité diminue avec le temps car elle est directement proportionnelle à la quantité des espèces ioniques présentes dans le milieu, ce qui suggère la minéralisation des espèces ioniques et leur transformation en sel neutre avec le temps.

I.5. Détermination de la granulométrie des différentes boues

Les boues granulées sont obtenues par séchage à 105 °C dans une étuve pendant 24 h. Elles se présentent en granules irréguliers des tailles diverses à cause des différents tamis utilisés. Pour éviter des erreurs conséquentes, la boue a été broyée au mortier et passée dans la colonne de tamis. Le tableau 10 et la figure 30 regroupent les données relatives aux résultats obtenus.

Tableau 10 : Répartition granulométrique des différentes boues de la STEP.

Les boues Diamètres	B1	B2	B3
0,500 mm	94,56 %	97,28 %	93,03 %
0,450 mm	1,35 %	0,65 %	1,16 %
0,400 mm	1,02 %	0,68 %	1,40 %
0,355 mm	0,91 %	0,74 %	1,16 %
0,250 mm	1,47 %	1,21 %	2,60 %
Perméats	2,47 %	1,88 %	3,49 %

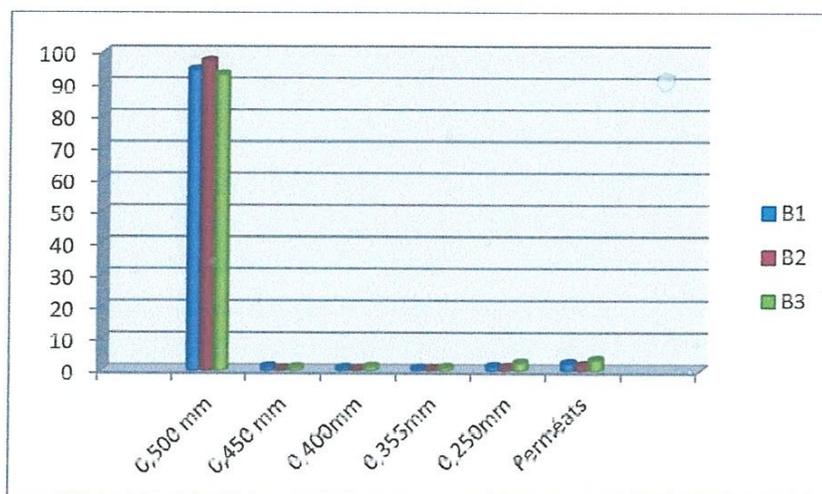


Figure 30 : Partition des différentes fractions granulométriques des boues.

On remarque que pour les trois boues, la proportion grossière constitue le plus grand pourcentage. Cela peut être dû à la méthode de séchage unique pour les trois boues. La présence d'eau interstitielle permet l'agglomération des grains de boues.

II. Caractérisation chimique de la boue

II.1. Détermination de l'ammonium NH_4^+

Après la lecture au spectrophotomètre atomique à 655 nm, on lit les absorbances ci-dessous. A l'aide de la courbe d'étalonnage, on obtient directement la concentration en (mg/l).

Tableau 11 : Valeurs de la concentration en ammonium des différentes boues et les absorbances respectives lues sur le spectrophotomètre.

Boues	B1	B2	B3
Absorbance	0,301	0,218	0,159
Concentration (mg/l)	12,04	8,72	6,36

La figure ci-dessous nous montre la teneur en ammonium de chaque boue.

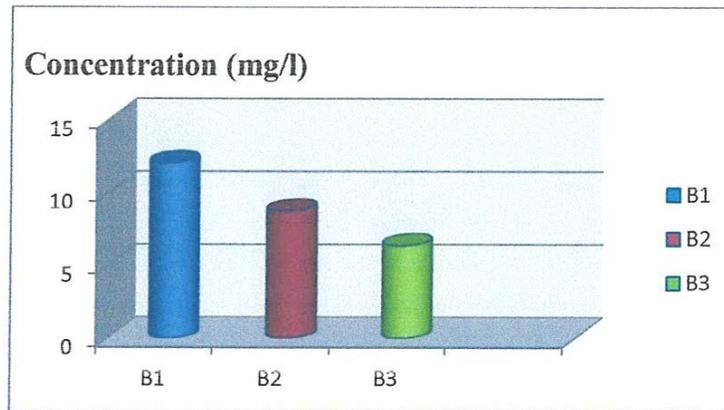


Figure 31: Variation de la teneur en NH_4^+ des différentes boues.

La figure 31 montre qu'il y a une relation entre l'âge de la boue et sa teneur en ammonium, plus la boue est vieille moins elle contiendra de l'ammonium. Ceci peut être dû à la transformation de l'ammonium en nitrate par l'action des microorganismes Nitrosomonas. Cette transformation est appelée la nitrification (figure 6 du chapitre I).

II.2. Détermination de NO_3^-

Après la lecture au spectrophotomètre atomique à 415 nm, on lit les absorbances ci-dessous. A l'aide de la courbe d'étalonnage, on obtient directement la concentration en (mg/l).

Tableau 12 : Valeurs de la concentration en nitrates des différentes boues et les absorbances respectives lues sur le spectrophotomètre.

Les boues	B1	B2	B3
Absorbance	0,133	0,110	0,085
Concentration (mg/l)	3,75	3,12	2

La figure ci-dessous montre la teneur en nitrates des différentes boues de la STEP.

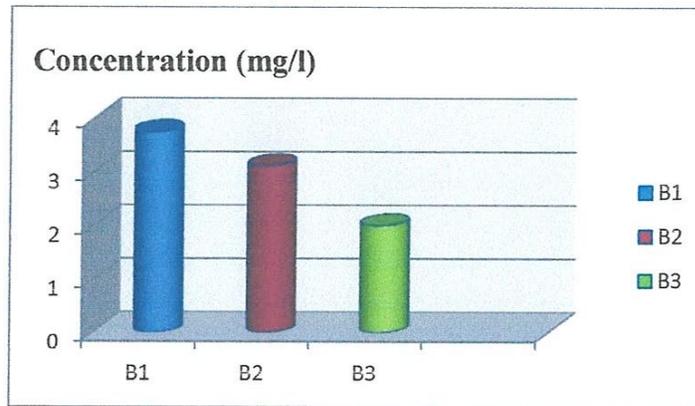


Figure 32 : Variation de la teneur en nitrates des différentes boues.

Comme dans le cas de la teneur en ammonium des différentes boues, nous remarquons que plus la boue est ancienne, moins elle contiendra de nitrates. La transformation des nitrates en azote gazeux est une étape du cycle de l'azote qui repose sur l'action des bactéries dénitrifiantes. La diminution du taux de nitrates dans les boues serait en rapport direct avec leur action.

II.3. Détermination des phosphores PO_4^{3-}

Le dosage de la teneur en phosphore a été réalisé selon le protocole décrit au chapitre précédent par spectroscopie visible à une longueur d'onde de 880 nm. Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 13 : Valeurs de la concentration en phosphore des différentes boues et les absorbances respectives lues sur le spectrophotomètre.

Les boues	B1	B2	B3
Absorbance	0,004	0,015	0,003
Concentration (mg/l)	0,06	0,4	0,08

La figure ci-dessous montre la variation de la teneur en phosphores des différentes boues de la STEP.

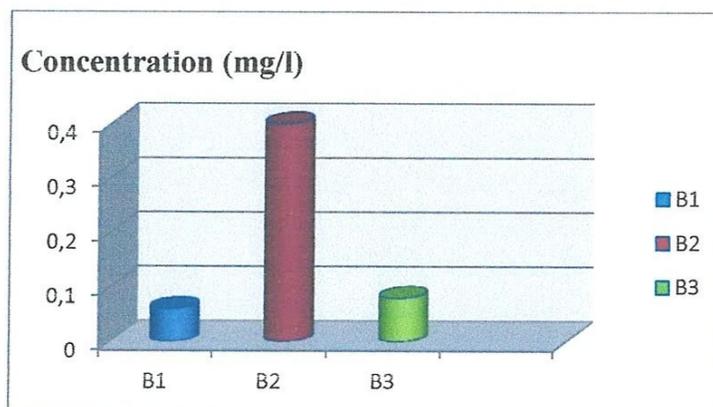


Figure 33 : Variation de la teneur en phosphore des différentes boues.

Contrairement au cas des nitrates et ammonium, dont les teneurs diminuaient avec le temps, il ne semble pas y avoir de relation entre la teneur en phosphore et l'âge de la boue. La teneur en phosphore est probablement due à d'autres facteurs qu'il ne nous est pas possible de connaître à ce stade de l'étude.

II.4. Détermination de la demande chimique en oxygène DCO

La demande chimique en oxygène DCO exprimée en mg d'O₂/l, est donnée par la formule de la norme décrit dans le chapitre précédent. Les résultats sont regroupés dans le tableau ci-dessous :

Tableau 14 : DCO relative aux différentes boues de la STEP.

Les boues	B1	B2	B3
DCO (mg d'O ₂ /l)	441	412	316,8

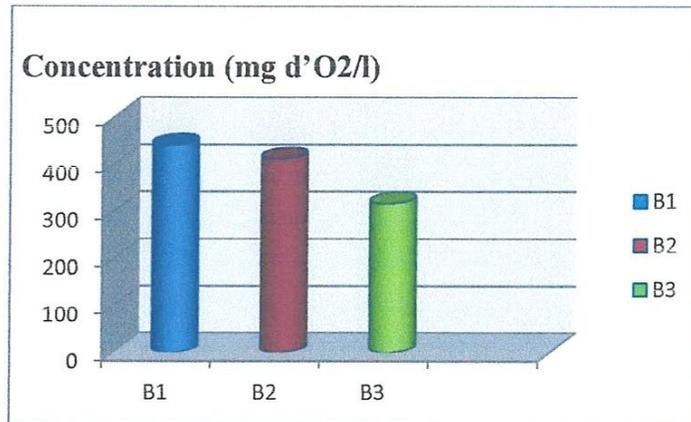


Figure 34 : DCO des différentes boues en mg d'O₂/l.

Comme dans le cas de l'ammonium et des nitrates, les valeurs de la DCO diminuent légèrement avec l'âge de la boue. Ce qui signifie, d'abord, que la boue est assez stabilisée à la fin du processus d'épuration. Mais aussi, que cette boue n'évolue que très peu au cours du temps.

II.5. Détermination des chlorures Cl⁻

Pour la détermination de la teneur en ions chlorure, nous avons suivi le protocole décrit dans le chapitre précédent. Nous avons considéré les solutions issues des deux lixiviations acide et alcaline.

Tableau 15 : Teneur en chlorures des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.

Teneur en Cl ⁻ (mg/g de boue)	B1	B2	B3
Lixiviation alcaline	159,75	124,25	124,25
Lixiviation acide	47,9	24,85	28,4

La figure ci-dessous, nous montre la variation de la teneur en chlorures des différentes boues.

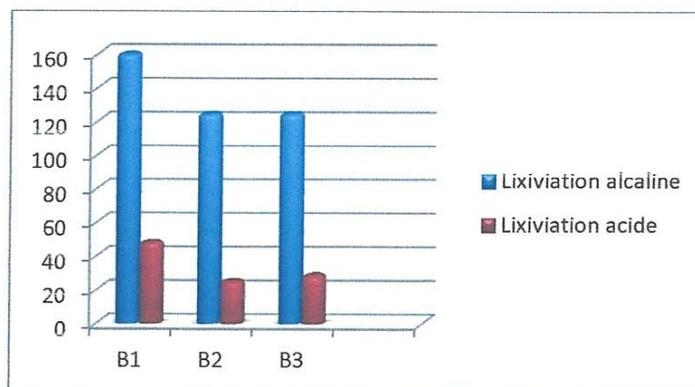


Figure 35 : Variation de la teneur en chlorures des différentes boues.

Nous remarquons en premier lieu que c'est la lixiviation alcaline qui permet l'extraction du maximum d'ions Cl^- . De plus, on note que la boue récente présente la plus grande teneur en chlorures. Cependant, on ne remarque pas de relation directe entre l'ancienneté de la boue et sa teneur en chlorure. Il semblerait que cette teneur en chlorure suit le taux de siccité. Ce qui suggère que l'eau formant l'humidité de la boue draine avec elle les chlorures.

II.6. Détermination du calcium Ca^{2+} et magnésium Mg^{2+}

Pour la détermination de la teneur en cations calcium et magnésium, nous avons suivi le protocole décrit dans le chapitre précédent. Nous avons considéré les solutions issues des deux lixiviations acide et alcaline.

Tableau 16 : Teneur en calcium et magnésium des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.

Teneur en mg/g de boue		B1	B2	B3
Ca^{2+}	Lixiviation alcaline	250,325	250,375	250,4
	Lixiviation acide	50,09	50,10	50,10
Mg^{2+}	Lixiviation alcaline	113,5	129,5	135,5
	Lixiviation acide	24,15	16,65	26,58

La figure ci-dessous, nous montre la variation de la teneur en calcium et magnésium des différentes boues issues de la STEP.

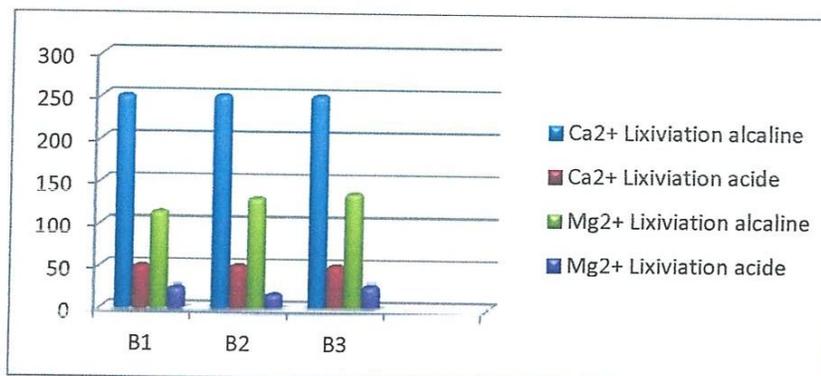


Figure 36 : Variation de la teneur en calcium et magnésium des différentes boues.

Nous remarquons en premier lieu que c'est la lixiviation alcaline qui permet l'extraction du maximum de cations de calcium et de magnésium. On note également que la teneur en calcium est invariable selon l'ancienneté de la boue. A la différence des autres ions tels que le chlorure et le calcium, la teneur en magnésium augmente, mais légèrement, avec l'ancienneté de la boue.

II.7. Détermination du fer

Le dosage de la teneur en fer a été réalisé selon le protocole décrit au chapitre précédent par spectroscopie visible à une longueur d'onde de 510 nm. Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 17 : Teneur en fer des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.

Les boues	B1	B2	B3
Absorbance (alcaline)	0,970	1,059	0,768
Teneur de Fe (mg/g de boue)	175,5	225	125,5
Absorbance (acide)	0,131	0,126	-101
Teneur de Fe (mg/g de boue)	5	4,65	0

La figure ci-dessous, nous montre la variation de la teneur en fer des différentes boues de la STEP.

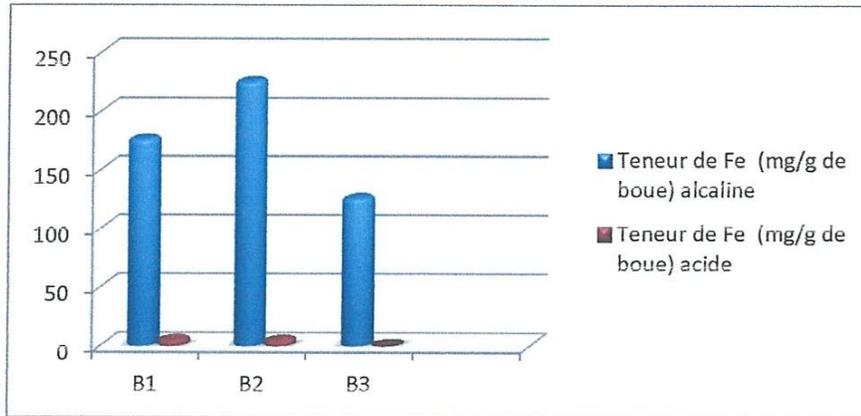


Figure 37 : Variation de la teneur en fer des différentes boues.

Nous remarquons toujours que c'est la lixiviation alcaline qui permet l'extraction du maximum de fer dans les boues. On note également que le fer n'a pas de relation directe avec l'ancienneté de la boue à cause des différentes valeurs trouvées. A la différence des autres oligo-éléments, la teneur de fer dans les boues soumises à la lixiviation acide diminue avec l'ancienneté de la boue. Cela peut être dû à des erreurs de manipulation.

II.8. Détermination des sulfates (SO_4^{2-})

Le dosage de la teneur en sulfates a été réalisé selon le protocole décrit au chapitre précédent par spectroscopie visible à une longueur d'onde de 420 nm. Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 18 : Teneur en sulfates des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.

<i>Les boues</i>	<i>B1</i>	<i>B2</i>	<i>B3</i>
<i>Absorbance (alcaline)</i>	0,054	0,078	0,085
<i>Teneur de SO₄²⁻(mg/g de boue)</i>	2	2,8	3,3
<i>Absorbance (acide)</i>	-041	-059	-058
<i>Teneur de SO₄²⁻(mg/g de boue)</i>	0	0	0

Les résultats ci-dessus nous montrent que c'est la lixiviation alcaline qui extrait le maximum des sulfates. Pour cela, la teneur en sulfates dans les boues soumises à la lixiviation alcaline augmente avec le temps, par contre pour la lixiviation acide, on ne les a pas détectés.

II.9. Détermination du chrome(VI)

Les concentrations en Cr(VI) dans les solutions ont été déterminées par la méthode colorimétrique (complexe chrome-diphényle carbazide) en utilisant un spectrophotomètre visible à 540 nm.

Le tableau ci-dessous regroupe les résultats trouvés.

Tableau 19 : Teneur en chrome des différentes boues soumises à une lixiviation alcaline et acide.

<i>Les boues</i>	<i>B1</i>	<i>B2</i>	<i>B3</i>
<i>Transmittances</i>	102,8%	94%	97%
<i>Concentration (mg/l)</i>	0	0	0

Selon les résultats trouvés dans le tableau ci-dessus, nous remarquons que les boues issues de la station d'épuration sont loin de contenir le chrome, en raison de non fonctionnement de l'usine de cycles et cyclomoteurs de Guelma qui utilisait le procédé de chromage. On ne peut pas tirer de conclusion quant à non toxicité de la boue car des analyses supplémentaires devraient être réalisées afin de déterminer la teneur de la

boue en d'autres métaux lourds susceptibles d'être présents, tels que le mercure, plomb, cadmium, etc.

Le tableau ci-dessous regroupe la comparaison entre nos résultats trouvés et la littérature [28] et [29].

Tableau 20 : Tableau récapitulatif des résultats expérimentaux et la littérature.

Paramètre	B1	B2	B3	Littérature
pH	7.07	7.25	7.51	7.19 [28]
Conductivité ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$)	529	154	74	105.5 [28]
NH_4^+ (mg/g)	12.04	8.72	6.36	
NO_3^- (mg/g)	3.75	3.12	2	7,138 [28]
PO_4^{3-} (mg/g)	0.06	0.4	0.08	1.709 [28]; 0.085 [29]
DCO (mg/g)	441	412	316.8	360,3 29]
Ca^{2+} (mg/g)	250.325	250.375	250.4	2,024 mg/g [29] ; 4,0018 [28]
Mg^{2+} (mg/g)	113.5	129.5	135.5	0,394 [29] ; 0,82 [28]
Fer (mg/g)	175.5	225	125.5	0.49 [28]
SO_4^{2-} (mg/g)	2	2.8	3.3	Non détecté [28]
Cl (mg/g)	159.75	124.25	124.25	0.01899 [29]

- Les valeurs retrouvées dans la littérature sont exprimées en mg/l. afin d'effectuer une comparaison adéquate avec nos résultats nous avons jugé utile de convertir les valeurs de la littérature en mg /g de boue.

On remarque que les valeurs de pH et de conductivité trouvés dans la littérature sont dans le même ordre de grandeur que nos échantillons de boue. Ceci peut être expliqué par le fait que la méthode de détermination de ces deux paramètres est la même. Les valeurs trouvées pour les nitrates, phosphore et DCO sont également équivalentes aux nôtres, ce qui signifie que la lixiviation au KCl est suffisante pour la détermination de ces paramètres.

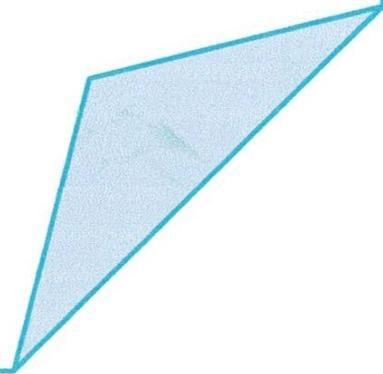
Pour le Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fer, SO_4^{2-} , Cl⁻, les valeurs trouvées par la littérature sont très inférieures à celles que nous avons trouvé. Bien que la méthode d'extraction soit

semblable (solution extractive pour nous est composée de 0,5 M NaOH et 0,28 M de Na_2CO_3 et celle de la littérature est composée de 1 M de $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ et 0.1 M de NaOH), les résultats obtenus sont assez divergents. Ce qui suggère que la méthode que nous avons utilisée permet de mieux extraire ces éléments.

Conclusion

Ce chapitre a regroupé tous les principaux résultats relatifs à l'étude des caractéristiques de la boue issue de la STEP. Les caractéristiques de cette dernière ont permis de décrire son état physico-chimique et d'identifier les composés présents à partir des solutions extractives telles que la solubilisation en KCl, la lixiviation alcaline et acide. Si on se réfère aux différentes mesures effectuées, on peut dire que la boue de la station d'épuration des eaux usées de Guelma est riche en oligo-éléments, ce qui la place en candidate pour l'utilisation à des fins agricoles pour l'épandage ou en tant qu'engrais, mais seulement si des analyses plus poussées en termes de dosage d'autres métaux lourds sont réalisés. Ce qui constitue une perspective de ce travail.

*Conclusion
générale et
perspectives*



Le développement des activités humaines s'accompagne d'une production croissante de rejets polluants, faisant ainsi de l'assainissement des eaux usées, un impératif pour nos sociétés modernes. Les boues d'épuration représentent la part principale des résidus issus des opérations de traitement des eaux usées. Leur devenir constitue un enjeu fondamental de la politique d'assainissement et de protection de l'environnement.

Les contraintes environnementales sont au cœur des préoccupations des industriels et la prévention de la pollution et des risques nous concernent tous. L'économie des matières premières, la maîtrise de l'énergie, la valorisation des déchets ou la réduction des effluents doivent mobiliser notre conscience et notre persévérance. C'est dans cette ligne de conduite que notre travail a été abordé.

Ainsi, nous nous sommes intéressés aux boues issues d'une station d'épuration afin d'analyser les différentes compositions nuisibles ou bénéfiques pour l'environnement. L'objectif de ce travail était de caractériser trois boues issues de la STEP de Guelma. Les boues sont différentes par leur ancienneté. Les teneurs de plusieurs paramètres ont été mesurées ainsi que les paramètres physiques de ces boues. Le but étant d'examiner la faisabilité de l'utilisation de ces boues en agriculture

Pour cela, différents protocoles ont été suivis et ont donné des informations précieuses quant à la teneur en Fe, Ca^{2+} , Mg^{2+} , SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , NH_4^+ , NO_3^- , Cr^{6+} .

Nous avons vu que les valeurs trouvées sont semblables à celles de la littérature et sont sans danger pour l'environnement. Au contraire, elles représentent un avantage certain quant à l'apport d'éléments nutritifs pour des sols qui en sont démunis.

La teneur en chrome (VI) a été mesurée et a été trouvée égale à zéro, d'autres métaux devront être quantifiés avant de proposer l'utilisation de ces boues à des fins agricoles. Ce qui représente une perspective à ce travail.

*Références
bibliographiques*

- [19] A.BENHADJ., Elimination du chrome des boues industrielles par boue électrochimique, thèse de magister, université M'Hamed bougara Boumerdes, 2008.
- [20] K. Jean-Marie, A. Fabian, G. Valencia, Caractérisation des particules fines d'un matériau granulaire de fondation par l'essai au bleu de méthylène Mars 2008.
- [21] Larhyss, Journal, ISSN 1112-3680, n° 09, page 55-72, Décembre 2011.
- [22] J.RODIER, C.BAZIN, J.P.BROUTIN, P.CHAMPON, H.CHAMPSAUR, L.RODI, L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer, 8^{ème} édition Dunod, Paris, France, 1996.
-
- [23] Protocole de lixiviation pour les espèces inorganiques, MA.100-Lix.com.1.1, Ministère du Développement durable, de l'Environnement et des Parcs du Québec, page 17, 2010.
- [24] www.2.ademe.fr/Sevlet/kbeseshow.
- [25] Protocoles d'analyses de laboratoire de la Station d'épuration des eaux usées de Guelma.
- [26] Protocoles d'analyse de laboratoire de station Hammam Debagh de Guelma, ISO n°6058.
- [27] A.GOUASMIA, Extraction du chrome et d'autres cations métalliques de la boue issue des procédés d'électrodéposition, Master Génie chimique, 2012.
- [28] L.XIAOLI, Z. SHUZHEN, W. WENYONG, L. HONGLU, Metal sorption on soils as affected by the dissolved organic matter in sewage sludge and the relative calculation of sewage sludge application, Journal of Hazardous Materials 149 (2007) 399–407.
- [29] A. MENDEZ, A. GOMEZ, J. PAZ-FERREIRO, G. GASCO, Effects of sewage sludge biochar on plant metal availability after application to a Mediterranean soil, Chemosphere 89 (2012) 1354–1359.
-

Résumé : Les traitements réalisés en station d'épuration consistent à dégrader et séparer les polluants de l'eau (particules, substances dissoutes, microorganismes) par des procédés physiques, chimiques et biologiques pour ne restituer au milieu aquatique qu'une eau de qualité suffisante au regard du milieu récepteur. Le résultat est la production de boues qui représentent la part principale des résidus issus de ces opérations d'épuration. Elles se présentent sous des aspects variables, allant de la forme liquide à une matière totalement déshydratée. La réutilisation des boues de station d'épuration s'avère une méthode de recyclage dont le développement et la mise en œuvre sont d'une urgence primordiale à cause de l'augmentation continue du volume de ces boues. La composition de boues de station d'épuration est très diversifiée. Celles-ci contiennent, généralement, des oligo-éléments et autres composés de quantités variables, selon leur situation géographique et l'agglomération dont elles sont issues, mais également de métaux lourds.

Dans ce travail, nous avons caractérisé trois sortes de boues issues de la station d'épuration des eaux usées de Guelma. La caractérisation s'est focalisée sur les paramètres physiques et chimiques.

Les résultats obtenus ont montré que les boues représentent un avantage certain quant à l'apport d'éléments nutritifs pour des sols qui en sont démunis.

La quantification de la teneur en métaux lourds doit, impérativement, être faite avant la proposition de ces boues pour l'utilisation agricole.

