



HAL
open science

Mise au point d'une boîte à outils de tests de lixiviation pour l'évaluation du flux de polluants émis d'un déchet solide

Apichat Imyim, Pierre Moszkowicz, Ligia Tiruta-Barna, Florence Sanchez, Radu Barna, Jacques Méhu

► To cite this version:

Apichat Imyim, Pierre Moszkowicz, Ligia Tiruta-Barna, Florence Sanchez, Radu Barna, et al.. Mise au point d'une boîte à outils de tests de lixiviation pour l'évaluation du flux de polluants émis d'un déchet solide. Environnement, Ingénierie & Développement, 2000, N°18 - 2ème trimestre 2000, pp.15-23. 10.4267/dechets-sciences-techniques.391 . hal-03181573

HAL Id: hal-03181573

<https://hal.science/hal-03181573>

Submitted on 25 Mar 2021

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



Distributed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License

MISE AU POINT D'UNE BOÎTE À OUTILS DE TESTS DE LIXIVIATION POUR L'ÉVALUATION DU FLUX DE POLLUANTS ÉMIS D'UN DÉCHET SOLIDE

Apichat Imyim*, Pierre Moszkowicz*, Ligia Tiruta-Barna*, Florence Sanchez*, Radu Barna**, Jacques Méhu**

* Laboratoire d'analyse environnementale des procédés et des systèmes industriels (Laepsi) - ** Polden Insa de Lyon

Cette étude vise à identifier les paramètres contrôlant le relargage des polluants contenus dans les déchets solides massifs à l'aide d'une « boîte à outils » comportant des tests de lixiviation simples. Les tests de lixiviation : test de l'eau des pores (EP), test de fraction maximale mobilisable (FMM), test de capacité de neutralisation acide (CNA) et test de lixiviation sur monolithe (TLM) ont été effectués afin de caractériser des matériaux à base de déchets stabilisés/solidifiés (S/S) par liants hydrauliques. Trois types de liants ont été utilisés à la fabrication des matériaux étudiés : le CPA-CEM I, le CPJ-CEM II et un liant routier. Le plomb (1 %) a été ajouté sous forme de PbO dans les matériaux. Les résultats des tests ont été interprétés d'une manière qualitative ; le comportement des trois matériaux a été comparé. Les tests proposés permettent de déterminer les paramètres physico-chimiques nécessaires pour l'évaluation du comportement à la lixiviation des matériaux.

This project aims to identify parameters controlling the release of pollutants contained in the solid waste by means of a « toolbox » comprising some simple laboratory leaching tests. The leaching tests : Pore Water simulation test (PW), Maximal Mobile Fraction test (MMF), Acid Neutralisation Capacity test (ANC) and Leaching Test on Monolith (LTM) have been performed in order to characterize materials obtained by wastes stabilisation using hydraulic binders. Three types of binders were used : the CPA-CEM I, the CPJ-CEM II and a binder from road construction. 1 % of PbO were added in all materials. The interpretation of results showed that the release of the pollutant species Pb (II) was controlled by the chemical context of the pore water relating to the type of cements. The setting tests allowed us to determine the fundamental parameters to initialise an environmental behavioural model for a long-term prediction of pollutant release.

INTRODUCTION

La loi sur l'élimination et le traitement des déchets du 13 juillet 1992 prévoit, pour 2002, de réserver les centres d'enfouissement techniques aux déchets ultimes, à savoir les déchets qui ne sont plus valorisables et les déchets industriels spéciaux dont on ne peut plus réduire le caractère polluant ou dangereux. On se trouve donc devant la nécessité de se tourner vers de nouvelles filières de traitement. Pour les déchets industriels spéciaux, la filière la plus utilisée à ce jour est la stabilisation/solidification. Les études mises en place pour caractériser le comportement à la lixiviation des matériaux obtenus par stabilisation/solidification sont nombreuses^[1, 2, 3].

Les déchets stabilisés/solidifiés (S/S) par liants hydrauliques peuvent représenter une source de pollution dans le milieu de stockage ou de valorisation. La pollution est provoquée par l'émission de polluants contenus dans les déchets S/S lors du contact avec de l'eau.

À la demande de nombreux industriels, des administrations et de l'Ademe, l'Insa de Lyon participe à de nombreux programmes de recherche destinés à l'étude de l'impact environnemental de ces matériaux.

Dans ce cadre, le Laboratoire d'analyse environnementale des procédés et systèmes industriels (Laepsi) et la filiale Polden (Pollution déchet environnement) de Insaveal travaillent, à la demande de l'Association Record (Réseau coopératif de recherche sur les déchets) pour la formalisation d'une méthodologie d'évaluation du comportement à la lixiviation des matériaux poreux massifs obtenus par la stabilisation/solidification de déchets. Cette méthodologie comprend des tests expérimentaux et une démarche de modélisation pour la caractérisation du comportement à l'eau des matériaux.

DESCRIPTION DE LA « BOÎTE À OUTILS » DE LIXIVIATION

Du simple test de conformité pour l'admissibilité en centre d'enfouissement technique (par exemple le test NF X31-210^[4] sur matériaux broyés) à ceux qui vont être la base d'une démarche de modélisation (par exemple, le Tank

Leaching Test NEN 7345^[5] sur matériaux massifs), il existe un large panel de tests de lixiviation. Ils visent à prévoir, à long terme, le comportement des polluants. Deux niveaux de procédures sont retenus pour l'évaluation du comportement à la lixiviation des matériaux :

- des tests destinés à la caractérisation des propriétés intrinsèques des matériaux broyés dont le test de capacité de neutralisation acide (CNA), le test de l'eau des pores (EP) et le test de fraction maximale mobilisable (FMM) ;
- des tests destinés à la caractérisation des mécanismes de transfert en solution des polluants dont le test de lixiviation sur monolithe (TLM).

Les tests proposés sont des tests paramétriques car ils permettent de déterminer certaines caractéristiques physico-chimiques des matériaux. Ces tests sont proposés pour des matériaux homogènes de type mortiers.

Test de capacité de neutralisation acide (CNA)

Ce test^[6] a pour but la détermination de la capacité à neutraliser les solutions acides ou basiques du matériau ainsi que la solubilisation des polluants en fonction du pH.

Principe du test

Le matériau est fragmenté et mis en contact, pendant un certain laps de temps, avec des solutions contenant un acide fort ou une base forte.

Protocole expérimental

Le matériau utilisé est broyé à ≤ 1 mm. Une étape préliminaire est nécessaire afin d'estimer les quantités d'acide (ou de base) à introduire dans les solutions du test CNA pour couvrir en fin de test l'échelle de pH souhaitée. Le matériau broyé est mis en contact avec de l'eau déminéralisée dans un rapport liquide-solide fixé (L/S) = 10 mL/g. La totalité du test se fait sous agitation continue dans un récipient fermé. Après une période de 48 heures, le pH de la solution de lixiviation est mesuré (c'est le « pH naturel » du matériau à $L/S = 10$). On procède alors à l'ajout d'un volume déterminé d'acide/base dans la solution de lixiviation. Dès que le pH du lixiviant se stabilise, il est noté et on effectue une nouvelle injection d'acide/base (titration) pour obtenir une nouvelle valeur de pH.

Le test proprement dit consiste en la mise en contact en parallèle de divers échantillons du matériau avec des solutions acides ou basiques de concentrations différentes. L'humidité du matériau est prise en compte pour obtenir précisément un ratio $L/S = 10$ mL/g de matériau sec. Une des solutions de lixiviation est l'eau déminéralisée qui nous permettra d'obtenir le pH naturel du matériau. Les solutions acides sont préparées avec de l'acide nitrique (HNO_3) IM et les solutions basiques avec de la soude (NaOH) IM.

Les flacons de lixiviation sont soumis à une agitation mécanique continue de 10 retournements/min pendant toute la durée du test. Après 7 jours, les éluats obtenus sont filtrés à 0,45 μm et on mesure leur pH, conductivité et

potentiel redox. Les éluats sont ensuite utilisés pour :

- le dosage des métaux par la méthode ICP-AES, après avoir été acidifiés à pH 2 avec du HNO_3 à 65 % ;
- le dosage des anions et la détermination de la fraction soluble.

Estimation de la composition initiale de l'eau des pores (EP) et de la fraction maximale mobilisable (FMM)

La détermination de la composition de l'eau des pores nécessite son extraction à des pressions élevées (> 1 atm) et est par conséquent difficile à réaliser. Le test proposé reproduit des ratios L/S décroissants nous permettant d'extrapoler les résultats pour une quantité de matériau et un volume de liquide correspondant à la porosité du bloc monolithique : c'est l'estimation de la composition de l'eau des pores du matériau. Par le même principe, la reproduction des ratios L/S croissants nous permet d'estimer la fraction maximale mobilisable des espèces considérées.

Principe du test

Le test consiste en une mise en contact du matériau finement broyé (dont on suppose qu'on pourra extraire toute l'eau par une installation de filtration) avec des volumes différents d'eau déminéralisée.

L'analyse physico-chimique des éluats nous permet de déterminer l'évolution des concentrations des espèces chimiques en fonction de la variation des rapports L/S . Cette démarche passe par l'estimation préalable de la porosité ouverte à l'eau du matériau à partir de la Capacité d'absorption en eau (CAE). La CAE est déterminée par la différence entre la masse sèche du matériau et la masse du matériau saturé en eau (qui se détermine pendant le test TLM, cf. Test de lixiviation sur monolithe).

Protocole expérimental

Comme pour le test de CNA, le matériau est broyé à ≤ 1 mm. Des échantillons solides sont mis en contact avec des quantités différentes d'eau déminéralisée. Les rapports L/S sont déterminés en tenant compte de l'humidité du matériau. Les ratios L/S proposés sont 200, 100, 50, 10, 5, 2, 1 et 0,3 mL/g de matériau sec.

Les flacons sont soumis à une agitation mécanique par retournements pendant 7 jours (10 retournements/min) à température ambiante (23 ± 3 °C).

Les éluats obtenus sont filtrés à 0,45 μm et on mesure leur pH, conductivité et potentiel redox. Ils sont ensuite divisés en 2 parties : l'une est acidifiée à pH 2 avec de l'acide nitrique à 65 % pour être soumise à l'analyse des métaux par la méthode ICP-AES, l'autre sera utilisée pour l'analyse des anions.

Test de lixiviation sur monolithe (TLM)

Les tests de lixiviation effectués sur les blocs monolithiques sont élaborés à partir de la procédure d'évaluation approfondie des procédés de stabilisation/solidification à base de liants hydrauliques proposée par l'Ademe^[1].

Principe du test

Le test TLM vise à caractériser les mécanismes de transfert de masse par l'observation des flux d'éléments chimiques relargués par les blocs monolithiques poreux. Le bloc est mis en contact avec un volume fixé de solution de lixiviation. La solution est renouvelée périodiquement et la dynamique du relargage de certains éléments est déterminée par l'analyse physico-chimique des éluats obtenus.

Protocole expérimental

Les éprouvettes ($4 \times 4 \times 4 \text{ cm}^3$) soumises à la lixiviation sont obtenues par tronçonnage à sec du matériau non séché, dépoussiérées à l'air comprimé et caractérisées physiquement (mesurées et pesées). Le lixiviant est l'eau déminéralisée. Le rapport volume de liquide/surface du bloc (V/S) est de $10 \text{ cm}^3/\text{cm}^2$. Ce rapport couplé avec des périodes de renouvellement adaptées est optimal pour assurer un comportement dynamique (non saturation du lixiviat).

Les éprouvettes sont introduites dans des flacons et posées sur une grille à 2 cm du fond pour permettre au lixiviant de circuler et donc au transfert de matière de s'effectuer par toutes les faces du bloc. Les flacons sont soigneusement fermés pour éviter au maximum l'admission d'air et l'évaporation des solutions.

Le rythme de changement de la solution est imposé par les temps de contact éprouvettes/solution qui sont successivement 6 heures, 18 heures, 1 jour, 2 jours, 5 jours, 7 jours, 20 jours et 28 jours. La durée totale du test est donc de 64 jours.

À chaque renouvellement de solution, on veille à ce que le temps passé par les éprouvettes hors du lixiviant soit réduit au maximum. On prévoit également les étapes suivantes :

- la solution de lixiviation est récupérée après l'agitation du flacon et filtrée à $0,45 \mu\text{m}$. Le précipité obtenu sur le papier filtre est réintroduit dans le récipient pour la poursuite de la lixiviation ;
- afin de déterminer la CAE, l'éprouvette est soigneusement égouttée et pesée avant d'être réintroduite dans le flacon ;

– le nouveau volume de lixiviant est ajouté, le récipient fermé et la nouvelle séquence de lixiviation commence.

Dans un premier temps, on analyse les paramètres physico-chimiques des éluats : le pH, le potentiel redox, la conductivité et la température. La solution est ensuite séparée en deux parties :

- la première est acidifiée à $\text{pH} \leq 2$ à l'acide nitrique 65 % pour le dosage des cations ;
- la seconde est utilisée pour le dosage des anions et la détermination de la fraction soluble.

La fraction soluble représente la masse des solides dissous dans la solution. Un volume connu de solution de lixiviation est séché dans une étuve à température $103 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$. Le résidu sec est pesé après avoir été refroidi dans un dessiccateur. La fraction soluble est exprimée en masse (mg) par volume (L) de lixiviat.

MATÉRIAUX ÉTUDIÉS

Les tests présentés ont été appliqués sur trois matériaux ayant des pouvoirs basiques différents dus au type de liant utilisé à leur fabrication^[7] :

- un ciment Portland artificiel (CPA-CEM I) présentant une forte teneur en alcalins ;
- un ciment Portland composé (CPJ-CEM II) au laitier produisant moins de portlandite qu'un CPA-CEM I par la réaction pouzzolanique ;
- un liant routier (LR), obtenu par un mélange de cendres volantes silico-alumineuses de centrales thermiques au charbon avec la chaux.

Le protocole expérimental de fabrication des matériaux est conforme à la norme CEN EN 196-I. La période de cure est de 28 jours pour les mortiers à base de CPA et CPJ et respectivement de 90 jours pour le liant routier LR à base de cendres volantes de charbon et de chaux. Les différents matériaux contiennent des ajouts composés de PbO , As_2O_5 , ZnO , NaCl et CaSO_4 . Les formulations des matériaux sont présentées dans la figure 1.

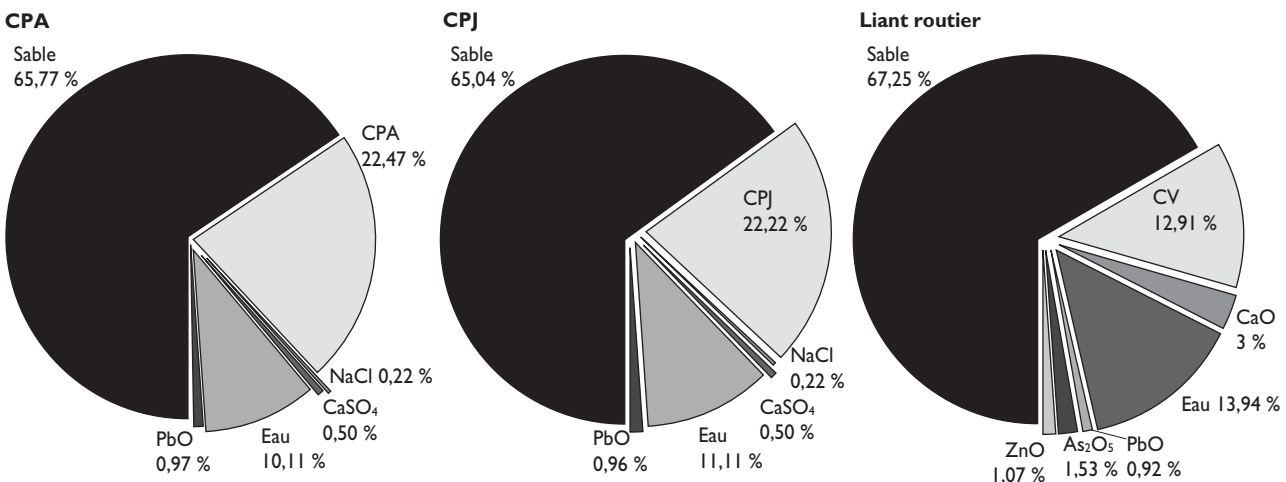


Figure 1 : Formulations des matériaux réalisés

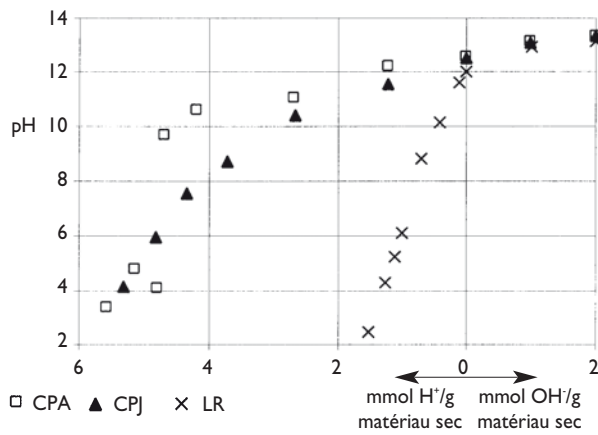


Figure 2 : Comparaison des valeurs de pH en fonction de la quantité d'acide/base ajoutée sur les matériaux CPA, CPJ et LR

COMPORTEMENT À LA LIXIVIATION DES MATÉRIAUX : RÉSULTATS DE LA « BOÎTE À OUTILS »

Résultats du test CNA

L'application du test CNA met en évidence le comportement acido-basique des 3 matériaux. Les valeurs de pH obtenues en fonction de la quantité de H⁺ ou de OH⁻ ajoutée sont présentées sur la figure 2.

Le pouvoir basique du CPA est supérieur à celui du CPJ par conséquent les deux matériaux ont des comportements assez différents. La courbe du CPA part d'un pH naturel de 12,6 et présente deux paliers :

- le premier à pH 12,2 environ pour un ajout de 1 mmol H⁺/g et qui correspond probablement à la consommation de la potlandite du matériau,

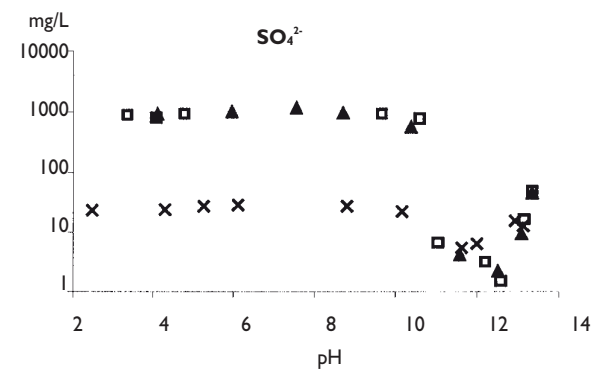
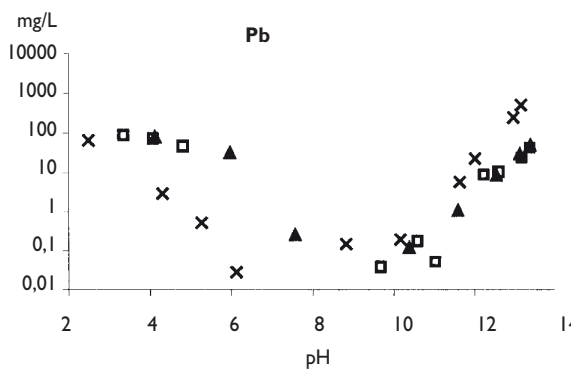
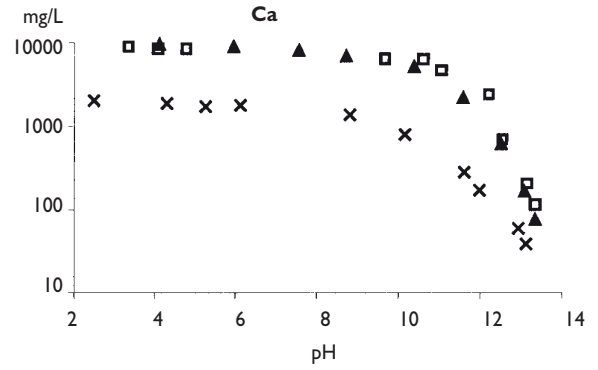
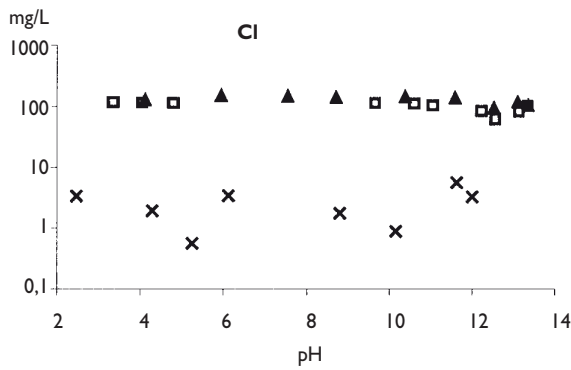
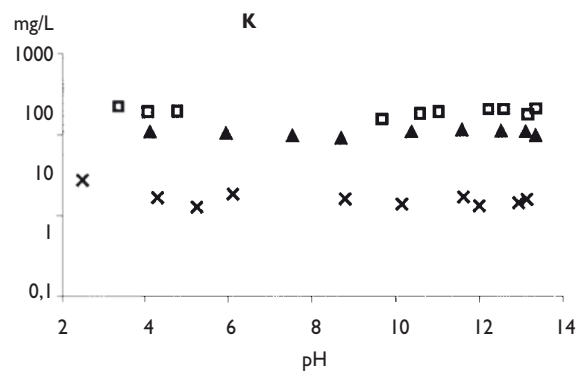
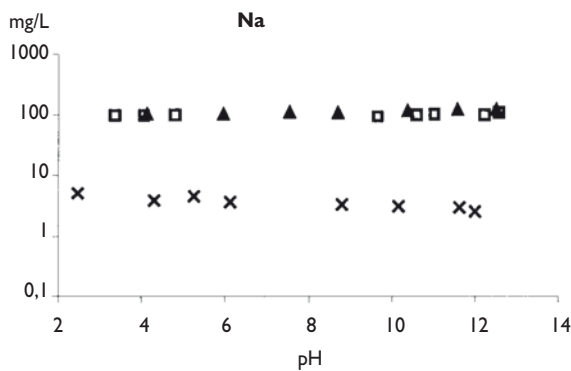


Figure 3 : Solubilisation des éléments Na, K, Cl, Ca, Pb et SO₄²⁻ en fonction du pH (□ CPA, ▲ CPJ, X LR)

– le second se présente aux alentours du pH 11 et vient probablement du pouvoir tampon du C-S-H.

La courbe de pH du CPJ correspond à un matériau moins riche en portlandite et plus riche en C-S-H. En revanche, le matériau LR a une faible résistance à l'attaque par acide, il est le plus pauvre en portlandite car il ne présente pratiquement pas de palier à pH 12. La résistance aux agressions acides varie dans le sens : CPA > CPJ > LR.

La solubilisation des espèces chimiques contenues dans les matériaux, en fonction du pH, est présentée dans la figure 3. Selon le comportement en fonction du pH, nous pouvons classer les espèces en deux catégories : les espèces non dépendantes du pH (le sodium, le potassium et le chlorure) et les espèces dépendantes du pH (le calcium, le plomb et le sulfate).

Chlorure

Les chlorures étaient présents en traces dans les liants utilisés et ils ont été ajoutés (1517 mg/kg) sous forme de NaCl dans les mortiers CPA et CPJ. Cela explique les niveaux de concentration obtenus pour les trois matériaux. Le comportement des ions chlorure peut être considéré indépendant du pH.

Sodium et Potassium

Le sodium a été ajouté sous forme de NaCl dans les mortiers CPA et CPJ. Cela explique la concentration plus élevée dans les solutions de CPA et CPJ. Cependant les deux liants contiennent une quantité de Na ainsi que de K contribuant à l'alcalinité des matériaux. La quantité extraite de Na et K concorde avec l'alcalinité totale des matériaux qui varie CPA > CPJ > LR. La concentration de Na et K solubilisés peut être considérée constante, indépendante du pH des éluats.

Calcium

Deux niveaux de solubilisation du calcium sont remarqués : concentration plus élevée pour les matériaux à base de ciments Portland et plus basse pour le liant routier.

Néanmoins le comportement du calcium reste le même; un palier est observé pour des pH < 10 et la concentration diminue à partir du pH 10.

Plomb

La quantité de plomb ajoutée dans les trois matériaux est la même, d'environ 1 % en masse sous forme de PbO. La solubilisation du plomb en fonction du pH est différente pour les trois matériaux, dépendant des caractéristiques des liants.

Le minimum de solubilisation du plomb (inférieur à 0,01 mg/L) semble se situer dans la région des solutions faiblement alcalines (pH de 7 à 9). Pour les matériaux à base de CPA et de CPJ, le niveau de solubilisation en milieu basique est semblable à celui que l'on rencontre en milieu acide, tandis que pour le LR, il est 10 fois supérieur. Ce phénomène peut s'expliquer par une faible teneur en liant et par conséquent une forte teneur en plomb « libre » ou non réagit avec le liant. Les résultats de solubilisation des polluants constituent des critères pour la caractérisation du procédé de stabilisation choisi.

On remarque également que le plomb ne passe pas totalement en solution (si le contenu total était solubilisé, les solutions auraient des teneurs d'environ 1000 mg de Pb/L).

Sulfate

Seuls les mortiers à base de CPA et CPJ contiennent des ions sulfates exogènes ajoutés sous forme CaSO₄. La quantité de sulfate relarguée est supérieure au contenu ajouté car les ciments utilisés contiennent environ 5 % de gypse. Pour les pH inférieurs à 10, la solubilité est peu dépendante du pH. Dans l'intervalle de pH compris entre 10 et environ 12,5 elle diminue fortement pour réaugmenter dans la zone alcaline. Ce comportement, ainsi que les valeurs des concentrations à l'équilibre du Ca²⁺ et du SO₄²⁻ dans les éluats prouvent qu'il ne s'agit pas de la dissolution du sulfate de calcium « libre » mais probablement de l'ettringite^[9].

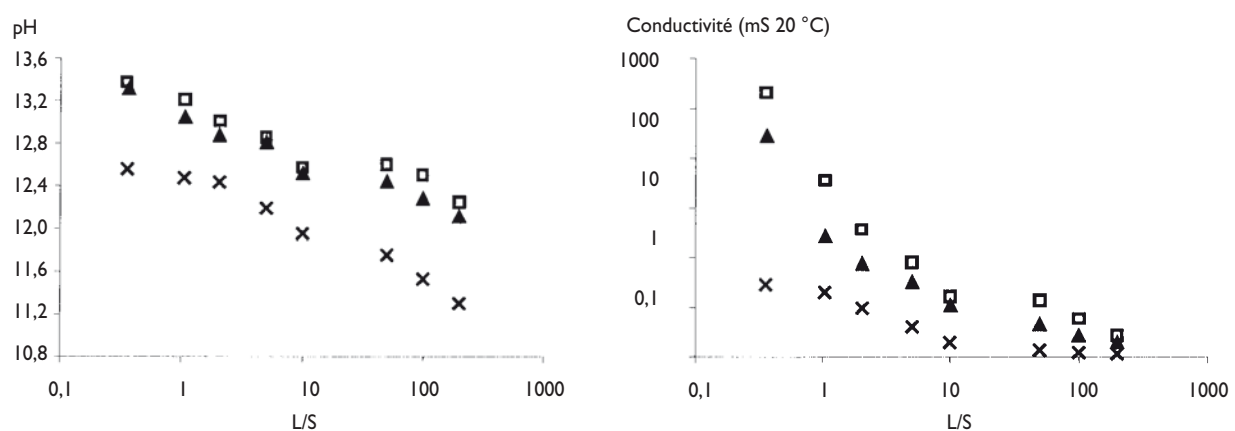


Figure 4 : pH et conductivité du test EP et FMM

(□ CPA, ▲ CPJ, X LR, L/S = rapport liquide/solide en mL/g de matériau sec)

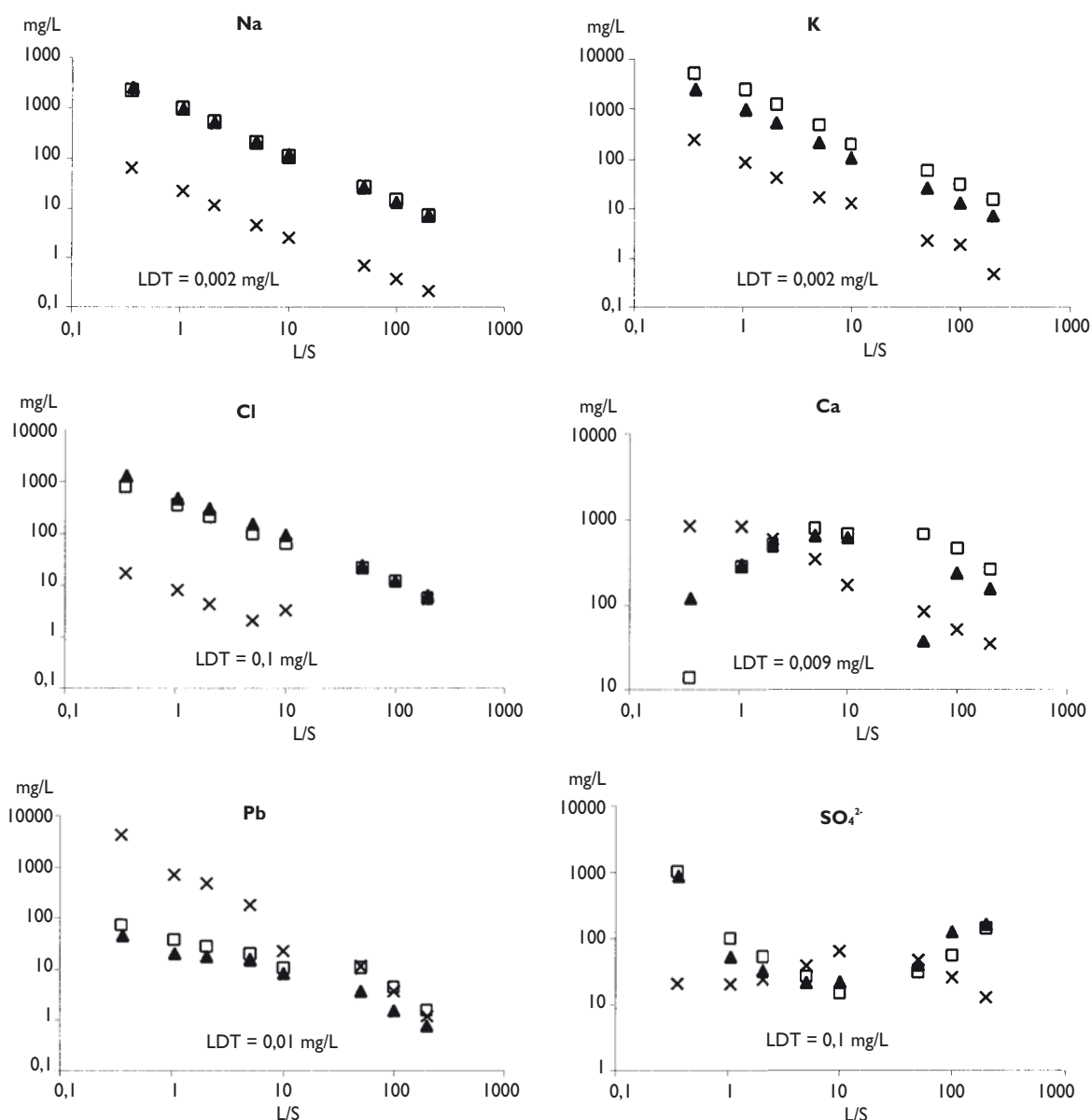


Figure 5 : Concentration en mg/L des éléments suivis du test EP et FMM (□ CPA, ▲ CPJ, X LR, LDT = Limite de détection, L/S = rapport Liquide/Solide en mL/g de matériau sec)

Résultats du test EP

L'évolution générale du pH (figure 4) est la même pour les trois matériaux : il augmente avec la diminution du rapport L/S. On confirme ici les résultats de la CNA : l'évolution du pH en fonction du rapport L/S met en avant les

Quantité extraite obtenue par le test EP/FMM par rapport au contenu total			
Éléments/ Matériaux	Quantité extraite en % par rapport au contenu total		
	CPA	CPJ	LR
Na	84	83	10
K	89	64	12
Cl	81	63	58

différents niveaux de basicité des trois matériaux.

L'évolution de la conductivité montre le même comportement que celui du pH. En fait, la conductivité reflète la force ionique de la solution. On peut déduire que la solution des pores du matériau à base de CPA a la force ionique la plus élevée.

La solubilisation des différentes espèces chimiques est présentée dans la figure 5.

Sodium et Potassium

La dépendance de la concentration du sodium et du potassium du rapport L/S (linéaire avec le rapport L/S en échelle logarithmique) s'explique par le fait que ces éléments proviennent de la dissolution de phases fortement solubles. On peut déduire que l'eau des pores

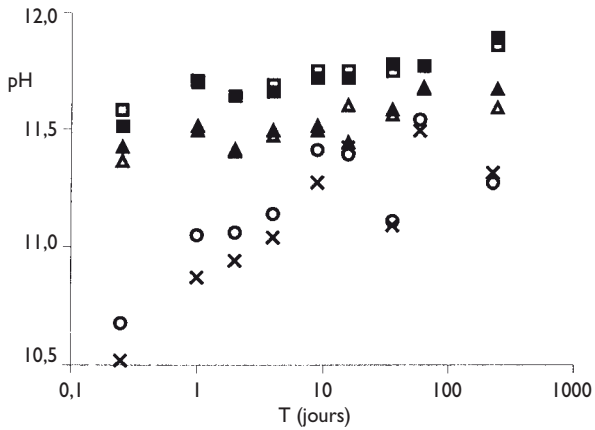


Figure 6 : Comparaison des valeurs de pH sur les matériaux à base de CPA (■□), CPJ (▲△) et LR (x)

contient pratiquement toute la quantité disponible de ces éléments. Le tableau rassemble les quantités extraites exprimées en pourcentage par rapport au contenu total de chaque élément, déterminé par analyse élémentaire. Les concentrations de Na et K dans les solutions à rapports L/S grandissant correspondent aux dilutions respectives de la solution.

Chlorure

Le comportement des chlorures est similaire à celui du Na et K (mais une saturation semble apparaître pour des faibles ratios L/S).

Calcium

L'évolution de la concentration du calcium avec le ratio L/S est plus complexe. Elle semble être déterminée par

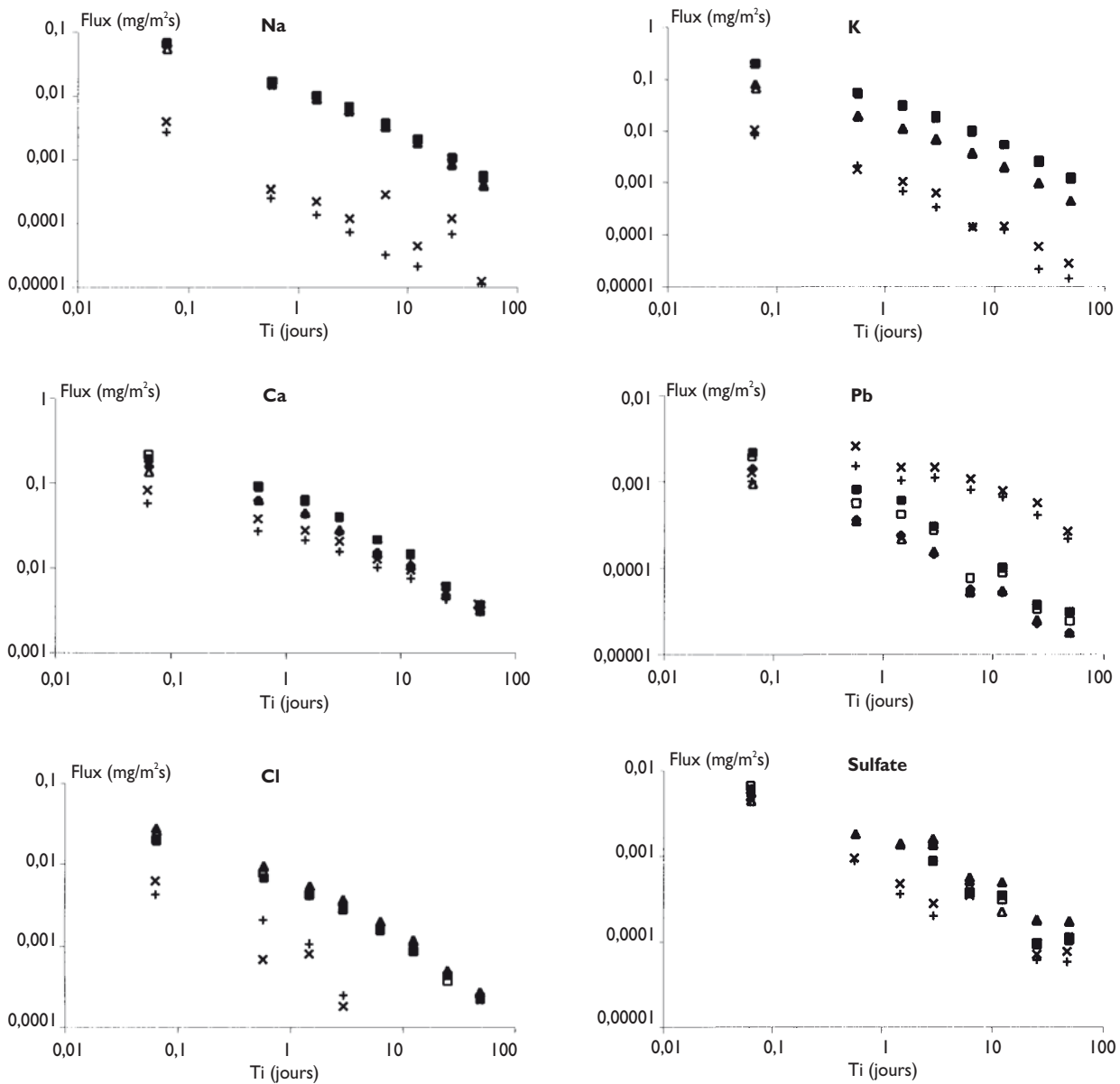


Figure 7 : Comparaison des flux de relargage de Na, K, Ca, Pb, Cl et SO₄²⁻ sur les matériaux à base de CPA (■□), CPJ (▲△) et LR (x +)

la solubilité de la portlandite qui est principalement contrôlée par le pH.

La dilution (L/S grandissant) entraîne une diminution du pH et la solubilité augmente. Cependant, la diminution de la force ionique par dilution a un effet contraire sur la solubilité de la portlandite ce qui détermine le profil de concentration observé expérimentalement (figure 5, concentration du Ca).

Plomb

Le plomb, métal amphotère, semble avoir une solubilité en accord avec la variation du pH. La concentration du plomb solubilisé augmente avec la diminution du rapport L/S et l'augmentation du pH. Il faut noter le niveau de solubilisation plus élevé pour le LR par rapport aux CPA et CPJ, pour des faibles L/S (eau des pores). Ce phénomène peut être expliqué par l'immobilisation du Pb dans les trois matériaux dans des phases solides différents.

Sulfate

Les résultats du test confirment l'évolution de la solubilité des sulfates obtenue par le test CNA.

Pour les mortiers CPA et CPJ, le comportement de l'ion sulfate est similaire. D'après la littérature, l'ettringite est plus soluble pour des pH croissants^[9] et qui correspondent ici à des rapports L/S décroissants.

Résultats du test TLM

Les résultats du test de lixiviation dynamique sont présentés dans la figure 6 pour les valeurs de pH et dans la figure 7 sous la forme du flux relargué par l'unité de surface de matériau en fonction du temps moyen T_i , calculé selon :

$$T_i = [(t_{i-1}^{0.5} + t_i^{0.5})/2]^2$$

où t_i sont les durées de chaque séquence de lixiviation.

Deux essais ont été réalisés pour chaque matériau. Une bonne reproductibilité est observée pour l'ensemble des résultats de lixiviation.

On observe, en général, un début de relargage (les trois premiers points sur les graphiques) de type diffusional, la pente des courbes étant de $-0,5$ pour tous les éléments. Les flux diminuent ensuite plus rapidement à cause d'un phénomène d'épuisement de l'échantillon constaté dans le cas du Na, K, Cl. Il est beaucoup plus difficile d'interpréter qualitativement le comportement du Ca, du Pb et des sulfates. Dans le cas de ces éléments, le relargage est déterminé à la fois par la diffusion dans les pores et par les équilibres chimiques auxquels ils participent dans le système poreux.

CONCLUSIONS

Les tests exposés permettent de déterminer le comportement à la lixiviation des matériaux et des polluants contenus en fonction de deux paramètres principaux : le pH et le ratio L/S.

L'effet du pH du lixiviant a été étudié par le test CNA.

L'effet du pH a été estimé, d'une part, sur le matériau, par sa capacité de neutralisation acide et, d'autre part, sur les principales espèces contenues. La solubilité de certaines espèces telles que les métaux lourds peut être corrélée avec le pH par des relations empiriques. Les valeurs de solubilité obtenues sont le résultat de plusieurs facteurs complexes tels que la nature chimique des phases solides contenant le métal et la force ionique de la solution.

La quantité disponible des constituants peu soluble peut être estimée à partir de la quantité extraite dans une solution très acide ou très basique. C'est le cas de la détermination de la quantité lixiviable par exemple de Ca, Pb et sulfate.

L'extrapolation des courbes des résultats des tests EP et FMM vers le ratio L/S correspondant au volume des pores ouverts permet d'estimer la composition de l'eau des pores. L'extrapolation de ces courbes vers L/S infini permet d'estimer la fraction maximale mobilisable (si la courbe tend vers une asymptote). Les tests EP et FMM fournissent les quantités relarguables par lixiviation à l'eau des éléments fortement solubles tels que Na, K, Cl. Par simulation thermodynamique des équilibres chimiques en solution, les tests permettront également de faire des hypothèses quant aux phases solides contenant les éléments peu solubles.

Les flux des espèces émis par le matériau, dans le test TLM, renseignent sur les mécanismes de transport. Ainsi, il a été démontré que le relargage des espèces solubles (Na, K, Cl, etc.) est régi par la diffusion dans les pores du matériau et qu'on peut facilement déterminer un coefficient de diffusion apparent^[9]. L'évaluation d'un coefficient de diffusion pour les éléments peu solubles (Ca, Pb, sulfate, etc.) est plus difficile car un couplage diffusion-réactions chimiques doit être pris en compte.

Les paramètres physico-chimiques identifiés par le biais des tests expérimentaux présentés sont indispensables pour la prédiction du comportement à la lixiviation des matériaux issus de procédés de S/S. Les résultats expérimentaux obtenus par les tests présentés alimentent les paramètres d'entrée des modèles physico-chimiques et de transfert de matière pour la simulation du comportement à la lixiviation.

Les tests proposés sont des tests paramétriques car ils permettent de déterminer certaines caractéristiques physico-chimiques des matériaux et l'influence d'un nombre restreint de paramètres sur le comportement à la lixiviation des matériaux. Cependant, ces tests peuvent simuler également certains scénarios bien spécifiques, comme par exemple :

- l'exposition du matériau à des agressions acides extrêmes (CNA),
- un contact prolongé du matériau avec un volume très faible de lixiviant (EP),
- la lixiviation par l'eau d'un monolithe à l'abri de l'air, avec un renouvellement permanent (TLM).



Les tests présentés ont été « validés » sur des matériaux obtenus par solidification/stabilisation de déchets granulaires relativement homogènes (sels minéraux, cendres volantes, Refiom⁽¹⁾). La procédure expérimentale n'est pas adaptée à l'étude des déchets fortement non homogènes, présentant une composition chimique et une granulométrie trop variées, tels que les MIOM.

Certains facteurs intervenant dans différents scénarios de disposition des matériaux ne sont pas pris en compte par la procédure proposée. Des efforts supplémentaires sont nécessaires pour l'élucidation de l'effet de la carbonatation ou des processus de séchage et humidification sur le comportement des matériaux.

* **Apichat Imyim, Pierre Moszkowicz, Ligia Tiruta-Barna, Florence Sanchez,**

Laboratoire d'analyse environnementale des procédés et des systèmes industriels (Laepsi) - Insa de Lyon - Bâtiment 404 - 69621 Villeurbanne cedex

** **Radu Barna, Jacques Méhu,**

Polden Insa de Lyon - BP 2132 - 69603 Villeurbanne cedex

Remerciements

Cette recherche a été financée par l'Association Record (Réseau coopératif de recherche sur les déchets). Nous remercions Carole Gaignaire et Florence Philippe pour leur participation au programme expérimental.

Bibliographie

- [1] Moszkowicz, P., Barna, R., et Méhu, J. *Évaluation approfondie des procédés de stabilisation/solidification - Document 3 : Propositions finales pour la procédure française*. Villeurbanne : Polden - Insavalor SA 1994. 47 p. Rapport d'étude effectué à la demande de l'Ademe.
- [2] Van der Sloot, H.A., Heasman, L., Quevauviller, Ph. *Harmonisation of Leaching/Extraction Tests*. Amsterdam : Elsevier, 1997, Chapter 9-10, p 171-208.
- [3] U.S. Environmental Protection Agency. *Technical Resource Document : Solidification/Stabilisation and its Application to Waste Materials*, Cincinnati, Ohio, 1993, 369 p.
- [4] Agence française de normalisation. *Déchet - Essai de lixiviation. Normalisation Française*. N°X 31-210. Paris : Afnor, 1992, 13 p.
- [5] NNI : NEN 7345. *Leaching characteristics of building and solid waste materials - Leaching tests : Determination of the leaching behaviour of inorganic components from shaped building materials, monolithic and stabilised waste materials*. The Netherlands. 1997, 33 p.
- [6] European Committee for Standardization CEN/TC292/WG6. *Basic characterization tests for leaching behaviour-Draft European pre standard N 148, NNI, April 1999, 17p.*
- [7] Philippe, F. *Étude du comportement à la lixiviation de matériaux poreux dopés en polluants en vue de la validation du modèle couplé dissolution/diffusion avec interaction chimique*, Rapport de DEA, Laepsi Institut national des sciences appliquées de Lyon, 1999. 68 p.
- [8] Comité Européen de Normalisation. *Méthodes d'essais des ciments - Partie 1 : Détermination des résistances mécaniques*, CEN EN 196-1, 1995, 25 p.
- [9] Warren C. J., Reardon, E. J. *The solubility of ettringite at 25 °C. Cement and Concrete Research*. vol. 24, n° 8, 1994, p. 1515-1524.
- [10] Barna, R. *Étude de la diffusion des polluants dans les déchets solidifiés par liants hydrauliques*. Thèse : Doctorat : Institut national des sciences appliquées de Lyon, 1994, 210 p.
- [11] Barna, L., Barna, R., Baron, Ph., Launey, K., Méhu, J. et Sanchez, F. *Stabilisation/solidification des déchets : Comportement à la lixiviation à long terme, Étude expérimentale et modélisation*. Villeurbanne : Polden - Insavalor SA 1998. partie D 31 p. Rapport d'étude Record/HSMRC 96-319/2A.

NOTE AUX AUTEURS

Déchets Sciences & Techniques publie des travaux relatifs au domaine des déchets industriels et des sols pollués, qui peuvent être répertoriés dans les thématiques suivantes :

1. Approche bio-physico-chimique du déchet;
2. Procédés de traitement des déchets;
3. Caractérisation et traitement des sols et sites pollués;
4. Évaluation environnementale et management des systèmes et des procédés;
5. Ecotoxicologie, Toxicologie et Santé;
6. Économie, droit, sociologie, évaluation des politiques publiques;
7. Communication.

CONDITIONS GÉNÉRALES DE PUBLICATION

Nous acceptons les articles en langue française et en langue anglaise

- Les articles en langue française doivent être accompagnés d'un résumé en français de 100 mots environ, et d'une synthèse en anglais plus conséquente (200 mots environ).
- Les articles en anglais doivent être accompagnés d'un résumé en anglais de 100 mots environ et d'une synthèse en français plus conséquente (200 mots environ).

Présentation des articles

- L'article type comportera environ 5 pages imprimées incluant textes, figures et références soit l'équivalent de 15 000 signes au maximum;
- Les textes originaux doivent être expédiés sur disquette 3,5 pouces (Mac Intosh ou PC) en mentionnant les logiciels utilisés.

L'auteur doit adresser une version papier en 3 exemplaires pour le comité de rédaction comportant tableaux, figures, ou photographies éventuels. Les fichiers de tableaux ou de figures existants doivent être joints sur la disquette avec originaux papier

- L'article doit impérativement comporter les éléments suivants, dans cet ordre :
 - Titre, en français et en anglais;
 - Nom, qualité et coordonnées de l'auteur ou des auteurs;
 - Résumé et synthèse en français et anglais;
 - Mots clés;
 - Introduction;
 - Matériels et méthodes;
 - Résultats;
 - Discussion;
 - Conclusion;
 - Références;
 - Nomenclatures (symboles et unités).

L'article doit être accompagné d'une note précisant, la ou les thématique (s) souhaitée (s) par l'auteur, selon la répartition de la revue (de 1 à 7).

Les mises au point et revues bibliographiques sont acceptées dans les mêmes conditions que les articles

La revue est également ouverte aux résumés de thèses, aux résumés de mémoires de DEA et DESS, aux rapports de stage de Mastère, aux informations sur les colloques et séminaires relatifs aux thématiques de la revue.

ENVOI DES ARTICLES

Norma Renard, INSA de Lyon, Mastère MDE, Bât 404 - GEN, 20 avenue Albert Einstein, 69621 Villeurbanne cedex France. Tél : (33) 472 43 87 72 Fax : (33) 472 43 80 84 Mél : mastenv@insa.insa-lyon.fr

La rédaction : **M. Pierre Moszkowicz, Rédacteur en Chef,**

M. Gérard Bertolini, M. Jacques Bourgois, M. Rémy Gourdon, M. Gérard Keck, M. Michel Otterbein, M. Yves Perrodin, M. Alain Navarro, M. Patrick Rousseaux.