

Cahier des charges :

Caractérisation et essais en vue de l'application d'un traitement par tris physiques ou physico-chimique

1. Introduction

Cette mission de caractérisation et essais intervient après la présélection des techniques et la caractérisation préliminaire du sol, qui permet notamment de définir la nature des contaminants (métalliques, organiques) et leur teneur globale, ainsi que la composition granulométrique du sol.

La mise en œuvre de cette procédure d'essai suppose que les paramètres limitant ont été pris en compte et, en particulier, que la proportion du sol en particules de dimensions inférieures à 63 μm ne dépasse pas 30% de sa masse, à moins que le contexte économique puisse justifier le traitement d'un sol présentant une telle granulométrie.

Les principales caractéristiques du site, du sol et des polluants qui ont conduit à la présélection de cette technique sont rappelées ci-dessous ainsi que les limites associées à l'application des techniques de tris physiques ou physico-chimiques :

Rappel de la problématique	<u>Caractéristiques de la zone polluée :</u> <u>Nature de la pollution :</u> <u>Situation de la pollution vis-à-vis de la zone saturée :</u> <u>Etat physique de la pollution :</u>
Limites liées à la mise en œuvre	<i>Mise en œuvre sur site ou hors site selon la quantité à traiter</i>
Limites liées à la nature de la pollution	<i>Polluants non ou faiblement volatils</i>
Limites liées aux caractéristiques générales de la pollution	-
Limites liées aux caractéristiques du sol	<i>Composition granulométrique : moins de 30% de particules de diamètre inférieur à 63 μm</i>
Limites liées à la concentration en polluant	-
Limites liées à d'autres paramètres spécifiques	<i>Proportion de sol valorisable après traitement</i>

Tableau 1 : Rappel des caractéristiques à la base de la présélection des techniques de tris physiques ou physico-chimiques

Les délais et coûts maximaux attendus pour la réalisation des essais sont précisés ci-dessous. Le candidat à la réalisation des caractérisations et essais en vue de l'application

d'un traitement par tris physiques ou physico-chimiques précisera les délais et coûts qu'il prévoit pour la réalisation de sa prestation au regard de ces objectifs.

2. Essai d'orientation

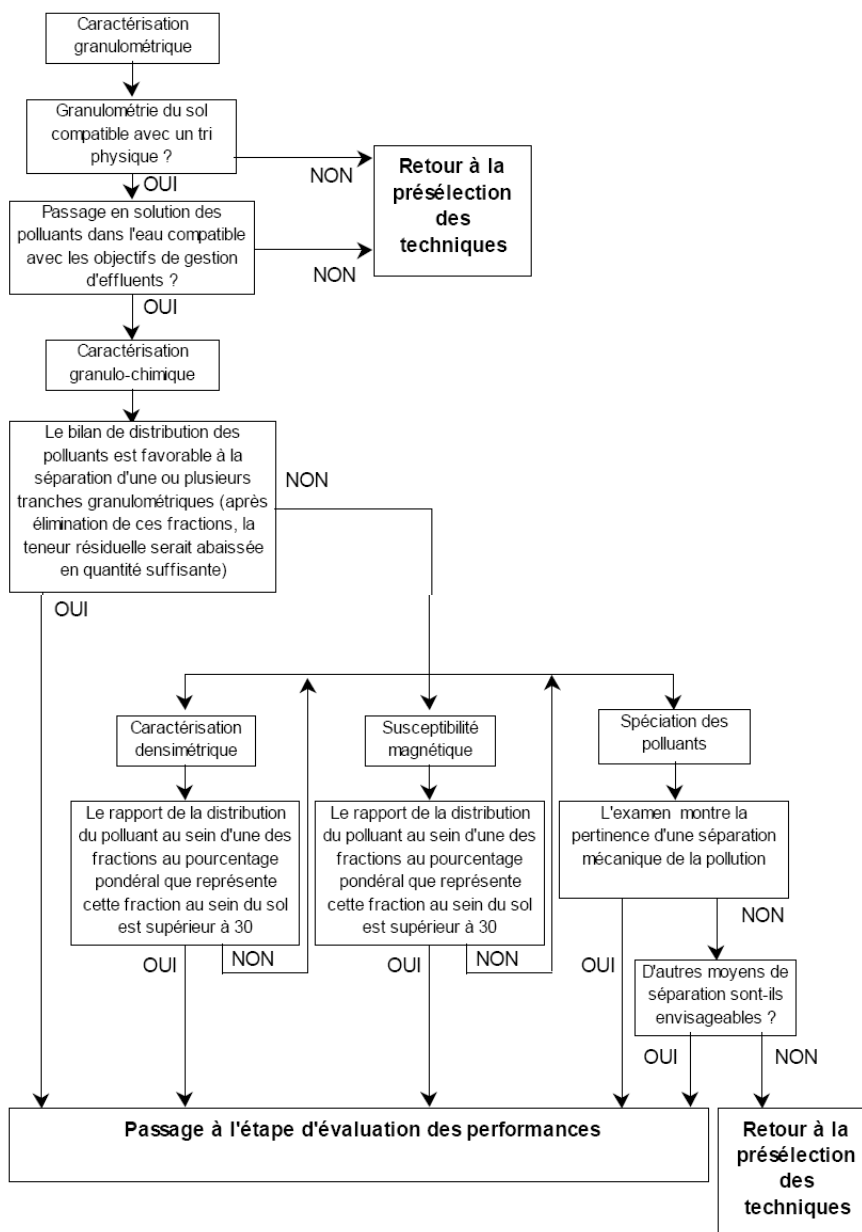


Figure 1 : Procédure d'essais d'orientation d'un traitement par tris physiques ou physico-chimiques

Cette phase a pour objectif, grâce à l'utilisation des techniques de tri physique de laboratoire, complétées par des analyses chimiques et de type minéralogique (diffraction des rayons X, microscopie, microsonde, etc.), de localiser et de déterminer les formes sous lesquelles s'expriment les constituants et les polluants métalliques et organiques dans les sols. Par exemple c'est au cours de cette phase que sont réalisées des caractérisations granulo -

chimiques, qui permettent de quantifier la proportion de contaminants présents dans la fraction fine ou dans une fraction grenue du sol.

Pour les procédés de tri, les essais d'orientation portent principalement sur :

- la répartition granulométrique
- la répartition chimique des contaminants en fonction de la granulométrie
- l'existence et l'amplitude de critères discriminants entre les porteurs de polluants et les autres constituants du sol :
 - la densité
 - la susceptibilité magnétique
 - l'hydrophobie, chimie de surface

Remarque : cela implique que, outre celle des phases porteuses de contaminants, la connaissance et la caractérisation des constituants principaux des sols est également une information précieuse.

Compte tenu de ce qui a été décrit ci-dessus, cinq principaux paramètres d'orientation peuvent être dégagés :

- distribution granulométrique
- analyse granulo-chimique
- caractérisation densimétrique
- caractérisation magnétique
- caractérisation minéralogique

2.1. DISTRIBUTION GRANULOMETRIQUE

Cette analyse vise deux objectifs :

- Obtenir une information sur la granulométrie du sol (information déjà acquise au moins pour partie dans le cadre de la caractérisation préliminaire,
- fournir des fractions granulométriques pour les caractérisations prévues dans les étapes suivantes (granulo-chimie, minéralogie, essais de comportement par fraction,...).

2.1.1 Protocole expérimental

Pour réaliser cette analyse, il est nécessaire d'opérer en voie humide, pour éviter en particulier le collage des particules fines sous l'effet des phénomènes d'électricité statique (avec l'utilisation parfois de dispersants). Cela amène à réaliser, en préliminaire, une mise en pulpe du solide et donc à analyser l'eau surnageante pour évaluer si une partie significative des éléments et/ou contaminant est passée en phase liquide.

Étape préalable : Mise en pulpe et analyse de la solution

Avant tamisage en voie humide, l'échantillon de sol est mélangé à de l'eau déminéralisée, à un rapport pondéral liquide/solide fixé. La pulpe ainsi constituée est agitée pendant quelques heures. Après décantation, un échantillon de la solution surnageante est filtré dans un

premier temps à 2 μm , puis à 0,45 μm et est analysé. A partir de ces analyses et compte tenu du ratio solide/liquide et des teneurs initiales du sol, les proportions de polluants qui passent en solution peuvent être calculées. Il faut noter que ces proportions ne sont qu'indicatives car rien ne prouve qu'il n'y a pas saturation de la solution surnageante.

Analyse par tamisage

L'analyse par tamisage permet d'obtenir des informations sur la distribution granulométrique ainsi que de séparer effectivement des fractions sur lesquelles d'autres essais (séparation densimétrique, magnétique...) et analyses pourront être réalisés.

Il existe différents protocoles, en voie sèche ou en voie humide, ou mixte. D'expérience, afin d'assurer la meilleure qualité de tamisage, la voie humide est privilégiée (sous réserve bien sûr qu'elle n'entraîne pas une remobilisation significative des polluants, auquel cas, c'est le principe même des techniques de tris ultérieurs qu'il convient de revoir).

La coupure granulométrique la plus basse pouvant être obtenue par tamisage simple est généralement située entre 20-30 μm (en dessous de 20 μm , ce tamisage devient moins précis car il présente de nombreuses particules déclassées). La présence de matière organique peut donner un comportement gélifié au sol et la coupure précédente sera difficile à obtenir (elle sera plus élevée). Certains protocoles de tamisage requièrent la destruction préalable de cette matière organique par oxydation à l'eau oxygénée par exemple ; ils ne sont pas conseillés car ils « déforment » la représentation du sol.

En dessous de 20-30 μm , il est encore possible d'obtenir un tamisage, dit micro-tamisage, qui fait appel aux ultrasons pour amener les particules à passer à travers le tamis sans le colmater. Le dispositif s'applique à des tamisages de faible volume, à partir de la fraction la plus fine obtenue précédemment. Il est composé de :

- une cuve à ultrasons à puissance réglable
- un dispositif d'immersion des micro-tamis (en général 10-15 μm de diamètre) dans la cuve

Lors des essais, le tamisage est placé sous dépression d'eau, de manière à assurer un flux continu à travers les mailles du micro-tamis, et est immergé dans la cuve à ultrasons. Après tamisage, les produits sont récupérés puis séchés en étuve.

Classification hydrodynamique

Les coupures granulométriques inférieures à 20 μm sont généralement réalisées par classification hydrodynamique. Ceci correspond à un ensemble de méthodes basées sur la différence de comportement des particules dans l'eau en fonction de leur taille. Ce sont :

- les méthodes basées sur la loi de Stokes, que ce soit sous gravité normale (sédimentation, élutriation), ce qui permet des coupures allant du millimètre à quelques microns, ou sous champ gravitaire artificiel (centrifugation), ce qui permet des coupures entre environ 5 μm et 0,1 μm .
- les méthodes basées sur le classement des particules sous l'effet des forces centrifuges et d'entraînement au sein d'un tourbillon d'eau (hydrocyclone, cyclosizer, etc.). Elles permettent usuellement des coupures entre quelques dixièmes de millimètre et quelques microns.

Le diamètre de coupure obtenu par ces méthodes est un diamètre de coupure hydrodynamique, c'est à dire une coupure à comportement équivalent : ainsi, une grosse particule légère sera dans la même fraction qu'une particule plus petite mais plus lourde.

Ces méthodes hydrodynamiques de caractérisation sont plus représentatives des fractionnements qui seront obtenus lors des étapes d'hydrocyclonage (phase d'évaluation), néanmoins, elles sont plus lourdes à mettre en oeuvre à l'échelle du laboratoire.

2.1.2 VALEURS « GUIDE »

L'expérience acquise dans le cadre de l'exploitation d'unités fixes de traitement de sols, aux Pays Bas, montre que d'un point de vue économique un sol sera difficilement traitable à un coût acceptable s'il contient plus de 30 % pondéral de particules de diamètre inférieur à 63 μm . Cet exemple est, bien sûr, à pondérer en fonction des contraintes économiques liées au site et au contexte de la dépollution envisagée.

L'intérêt du tamisage et des coupures hydrodynamiques réside essentiellement dans la possibilité ultérieure, décrite ci-après, qui est donnée de réaliser des analyses sur les fractions ainsi obtenues.

Transfert des polluants en phase liquide

L'analyse des polluants dans la phase liquide, préparée lors de la mise en pulpe, fournit une estimation de la concentration en polluant de l'effluent qui devra être traité dans le cadre de la mise en oeuvre d'un tri physique ou physico-chimique. La décision de poursuivre ou non les essais de traitement devra être guidée par la compatibilité d'une telle concentration avec les objectifs de gestion des effluents fixés dans le cadre du projet de réhabilitation du site. Dans le cas où la concentration estimée serait incompatible avec ces objectifs, la démarche générale d'évaluation de la traitabilité du sol sera réorientée vers les essais d'orientation des autres techniques présélectionnées.

2.2. ANALYSE GRANULO-CHIMIQUE

L'analyse chimique des fractions granulométriques du sol (analyse granulo-chimique) a pour but de déterminer la répartition des éléments chimiques, et en particulier des contaminants, en fonction de la taille des particules du sol. Il est alors possible d'évaluer si le sol présente une ségrégation des polluants et, par exemple, si les contaminants sont contenus majoritairement dans les fractions fines du sol.

2.2.1 PROTOCOLE OPERATOIRE

Les teneurs en éléments pour chaque fraction sont pondérées par le pourcentage pondéral de sol que représente chacune de ces fractions granulométriques. Il est alors possible d'obtenir :

- la teneur globale « calculée » du sol, reconstituée à partir de l'analyse chimique de ses fractions. Il conviendra, à cette occasion, de s'assurer de la similitude entre les teneurs mesurées et « calculées » du sol, permettant ainsi de valider la qualité de l'analyse de chaque fraction ainsi que l'homogénéité entre les prélèvements ayant servi à l'analyse du sol total et à la séparation granulométrique ;
- la répartition (ou distribution) des éléments dans les différentes fractions granulométriques.

2.2.2 VALEURS « GUIDE »

D'expériences acquises sur des sols et sédiments, pour qu'une étape de tri granulométrique présente un intérêt en terme de séparation des polluants, il convient que le rapport entre la distribution du polluant dans une fraction granulométrique et le pourcentage pondéral de sol que constitue cette fraction, soit au moins égal à 1,5 et que le pourcentage pondéral de la fraction soit assez significatif pour que son élimination se répercute sur la teneur du sol «résiduel ». Plus le rapport entre la distribution du polluant dans une fraction granulométrique et le pourcentage pondéral de sol que constitue cette fraction sera élevé, moins le pourcentage de sol à extraire sera important. C'est évidemment la configuration idéale.

Si la séparation granulométrique d'une tranche caractérisée par un rapport (distribution du polluant dans la fraction granulométrique / pourcentage pondéral de sol constitué par la fraction) au moins égal à 1,5 permet d'abaisser la teneur résiduelle en polluant à une teneur compatible avec les objectifs de teneur résiduelle fixés, la procédure d'essai est alors orientée vers la phase d'évaluation des performances d'un traitement par tris granulométriques.

Si l'élimination de cette fraction n'est pas suffisante, ou s'il n'est pas possible d'obtenir une tranche granulométrique possédant de telles caractéristiques, d'autres séparations sont à envisager à partir des tests paramétriques suivants. Ces séparations ne pourront être appliquées que sur un matériau d'une granulométrie supérieure à 30-40 μm .

2.3. CARACTERISATION DENSIMETRIQUE

La caractérisation densimétrique consiste à séparer des fractions sur la base des propriétés de densité des particules du sol. Ces fractions sont analysées dans le but de déterminer la répartition des éléments chimiques, et en particulier des contaminants, en fonction de la densité des particules du sol et ainsi d'évaluer l'intérêt d'étapes de tris basées sur cette caractéristique.

Notons que cette étape de tri densimétrique n'est jamais appliquée seule dans le contexte du traitement d'un sol, mais constitue une étape d'abaissement des teneurs.

2.3.1 PROTOCOLE OPERATOIRE

Le tri densimétrique est effectué, au laboratoire, au moyen de liquides organiques lourds (ou liqueurs denses). Les particules sont mélangées à l'un de ces liquides. Celles qui sont plus légères que lui vont flotter alors que celles qui sont plus denses vont couler. Notons que ce protocole ne s'applique pas aux pollutions qui risquent de se dissoudre au sein de ces liquides organiques.

Le tri par liqueur dense est indépendant de la granulométrie des particules mais, en dessous d'une certaine finesse de grains, qui se situe vers 40 μm environ, la viscosité de la liqueur rend la séparation difficile et donc moins précise. En effet pour les fines, les forces liées à la surface (et donc la résistance au déplacement dans le liquide) deviennent prépondérantes par rapport aux forces liées au volume de la particule (notamment le poids), d'où des

déplacements des particules très lents et sensibles à la moindre turbulence (courants de convection, etc...) du liquide dense.

La coupure la plus fréquemment réalisée est une coupure densimétrique au Bromoforme (CHBr_3 , densité = 2,89). Elle permet en effet de concentrer les phases de densité supérieure à 2,89 en les séparant des principales phases communes d'un sol comme le quartz ($d = 2,65$), les feldspaths ($d = 2,56-2,76$), la calcite ($d = 2,71$), les argiles ($d = 2-2,8$) ainsi que la matière organique. D'autres coupures peuvent bien sûr être entreprises en fonction de la connaissance que l'on a de la nature du sol et des polluants (exemple au diiodométhane de densité = 3,3 pour l'ancien site minier où des phases très denses comme les sulfures sont attendues).

Les phases denses (de densité supérieure à 2,9) peuvent être des phases minérales naturelles constituées d'éléments chimiques lourds, ou simplement, à composition chimique équivalente, de plus grand compactage atomique (cas de l'aragonite CaCO_3 de densité égale à 2,94 alors que la densité de la calcite CaCO_3 est égale à 2,71). Les phases naturelles denses susceptibles d'être trouvées dans un sol sont des minéraux de la famille des sulfures, des phosphates, des oxydes, des silicates souvent ferrifères issus du métamorphisme ou du magmatisme basique.

Certaines phases naturelles peuvent contenir d'assez forte proportion de métaux comme par exemple Pb et Zn dans la galène (PbS) et la blende (ZnS) ou Cr dans chromite (FeCr_2O_4).

Mais, en général, ces phases naturelles sont présentes en faible proportion dans un sol et la plus grosse proportion des phases denses est d'origine anthropique.

Les métaux peuvent être présents dans toutes ces phases denses :

- Dans les verres et laitiers, où les métaux peuvent être présents dans différents environnements tels que:
 - la phase vitreuse : verre au plomb, à zinc, à arsenic...
 - des billes de métal ou de sulfures métalliques (mattes) ; Des exemples ont été décrits
 - dans les laitiers anciens et les vitrifiats de déchets
 - des phases minérales qui ont cristallisées dans le laitier (exemple : spinelle à Zn, Cr ; méllilite à Zn...).
- Dans les alliages où les métaux peuvent être des constituants majeurs (exemple des produits de soudure à l'étain ou au plomb...).

Les teneurs en éléments, pour chaque fraction, sont pondérées par le pourcentage pondéral de sol que représente chacune de ces fractions densimétriques et la répartition (ou distribution) des éléments dans les différentes fractions densimétriques est ainsi calculée.

2.3.2 VALEURS « GUIDE »

D'expérience, la fraction dense (ou légère) portant les polluants ne constitue généralement que quelques pour cents d'un sol pollué. Pour que cette étape de tri soit satisfaisante, il convient donc que le rapport entre la distribution du polluant dans une fraction densimétrique

et le pourcentage pondéral de sol que constitue cette fraction soit très élevé (environ supérieur à 30) pour que son élimination se répercute sur la teneur du sol « résiduel ».

Si la séparation densimétrique d'une tranche caractérisée par un rapport (distribution du polluant dans la fraction densimétrique / pourcentage pondéral de sol constitué par la fraction) au moins égal à 30 permet d'abaisser la teneur résiduelle en polluant à une teneur compatible avec les objectifs de teneur résiduelle fixés, la procédure d'essai est alors orientée vers la phase d'évaluation des performances d'un traitement par tris physiques ou physico-chimiques.

Dans le cas contraire, la procédure d'essai est orientée vers les caractérisations magnétique et minéralogique approfondies.

2.4. CARACTERISATION MAGNETIQUE

La caractérisation magnétique consiste à séparer des fractions sur la base des propriétés de comportement magnétique des particules du sol. Ces techniques de tri réalisent une séparation en appliquant aux particules une force magnétique qui est fonction du volume et de la susceptibilité magnétique de chaque particule. Cette force est proportionnelle au produit et de l'intensité du champ magnétique et du gradient de ce champ. Ainsi l'efficacité d'une séparation magnétique dépendra-t-elle, à la fois, de la nature de la particule et du type de séparateur magnétique utilisé.

Les fractions ainsi obtenues sont analysées dans le but de déterminer la répartition des éléments chimiques, et en particulier des contaminants, en fonction des propriétés magnétiques des particules du sol et ainsi d'évaluer l'intérêt d'étapes de tris basées sur ces caractéristiques.

Notons que cette étape de tri magnétique n'est jamais appliquée seule dans le contexte du traitement d'un sol, mais constitue une étape complémentaire d'abaissement des teneurs.

Dans la pratique, si les techniques de séparation densimétrique et magnétique doivent être appliquées, elles s'emploient généralement successivement.

2.4.1 PROTOCOLE OPERATOIRE

En raison de l'influence du volume sur la force magnétique appliquée, il est préférable d'utiliser cette méthode sur des fractions présentant des fuseaux granulométriques resserrés, plutôt que sur un échantillon brut présentant un large spectre granulométrique. Cela permet d'adapter les conditions opératoires des équipements à la taille des particules et ainsi de garantir la qualité de la séparation. Toutefois, pour les fractions fines (<40 µm), la séparation devient généralement peu efficace : il y a prédominance de l'entraînement, lié à la surface des particules, par rapport aux forces magnétiques, liées au volume de celles-ci.

Différents types d'aimants peuvent être utilisés. Par exemple deux aimants ont été employés successivement pour les séparations magnétiques en laboratoire : un barreau aimanté pour séparer la fraction dite « ferromagnétique (FM) » et un aimant permanent aux terres rares séparant la fraction dite « peu magnétique (PM) ». La fraction des particules n'ayant pas été séparée par le passage successif de ces deux aimants est dite « non magnétique (NM) ». La

coupure magnétique ainsi effectuée permet de séparer les phases ferro et ferrimagnétiques ainsi que certaines phases paramagnétiques.

Les phases susceptibles d'être séparées lors du tri magnétique sont d'origines naturelle et/ou anthropique. Elles se caractérisent toutes par la présence et la concentration d'un des cinq principaux éléments à forte susceptibilité magnétique qui sont Fe, Mn, Co, Ni, Cr.

Les phases magnétiques naturelles susceptibles d'être trouvées dans un sol, sont des minéraux de la famille des oxydes et hydroxydes de fer et manganèse (hématite, birnassite, chromite, magnétite...) ou des silicates ferrifères. A l'exception des oxyhydroxydes Fe-Mn, ces phases magnétiques naturelles sont généralement peu représentées.

Les phases magnétiques d'origine anthropique fréquemment rencontrées sont :

- les alliages de type acier (les alliages tels que le laiton - Cu, Zn- ou le bronze – Cu, Sn, Pb, Zn - ne seront pas séparés). Ces alliages contiennent souvent des proportions importantes de Ni, Co et Cr ;
- les laitiers et scories riches en fer ;
- les fragments de fer métalliques plus ou moins oxydés.

Ces principales phases anthropiques peuvent, à priori, également être séparées lors d'un tri densimétrique. L'expérience montre que la séparation magnétique est plus efficace à séparer ce type de phases ; en particulier, la séparation magnétique permet d'extraire des scories que leur porosité élevée rend inapte à la séparation densimétrique.

A la différence de la séparation densimétrique où les métaux lourds « contribuaient » à leur concentration, les métaux comme Pb, Zn, As, Cd, Cu... sont concentrés par la séparation magnétique lorsqu'ils sont présents dans des phases contenant Fe, Mn, Co, Ni, Cr. Notons que les structures cristallographiques de la pyrite et de l'arséno-pyrite en font des minéraux peu attirables magnétiquement malgré l'importante présence de fer (composés paramagnétiques).

2.4.2 VALEURS « GUIDE »

D'expérience, la fraction magnétique portant les polluants ne constitue généralement que quelques pour cents d'un sol pollué. Pour que cette étape de tri soit satisfaisante, il convient donc que le rapport entre la distribution du polluant dans une fraction magnétique et le pourcentage pondéral de sol que constitue cette fraction soit très élevé (d'expérience supérieure à 30) pour que son élimination se répercute sur la teneur du sol «résiduel ».

Si la séparation magnétique d'une tranche caractérisée par un rapport (distribution du polluant dans la fraction magnétique / pourcentage pondéral de sol constitué par la fraction) au moins égal à 30 permet d'abaisser la teneur résiduelle en polluant à une teneur compatible avec les objectifs de teneur résiduelle fixés, la procédure d'essai est alors orientée vers la phase d'évaluation des performances d'un traitement par tris physiques ou physico-chimiques.

Dans le cas contraire, la procédure d'essai est orientée vers la caractérisation minéralogique approfondie.

2.5. CARACTERISATION MINERALOGIQUE APPROFONDIE

Elle intervient en général après les essais d'orientation précédents pour deux raisons :

- d'une part, il est profitable de travailler sur des fractions individualisées selon telle ou telle propriété physique afin de concentrer les phases caractéristiques de la propriété et faciliter ainsi leurs identifications ;
- c'est une méthodologie qui fait souvent appel à des moyens relativement sophistiqués et coûteux et sa justification est, en général, liée à l'incompréhension des mauvaises performances des essais précédents.

Pour pouvoir proposer éventuellement d'autres techniques complémentaires, on examine la répartition spatiale des polluants vis-à-vis de la phase porteuse. Il n'existe, de fait, pas de valeurs « guide ».

2.5.1 RAPPEL SUR LES PRINCIPALES TECHNIQUES DE CARACTERISATION UTILISEES

Principe et protocole de la diffraction des rayons X

La diffractométrie des rayons X permet de mettre en évidence les phases minérales cristallisées présentes à hauteur de quelques pour-cent (et d'en donner une estimation qualitative). Ainsi, l'existence de scories, essentiellement vitreuses ou d'oxyhydroxydes mal cristallisés et/ou celle de phases présentes à de faibles pourcentages ne sera pas détectée. Néanmoins, si l'identification des phases amorphes ne peut être réalisée, leur présence peut être suspectée quand elles sont présentes en forte proportion car elles sont à l'origine d'un fond continu de diffusion sur le diffractogramme.

Microsonde électronique et microscope électronique à balayage (MEB)

Sous l'effet d'un faisceau électronique, les éléments constitutifs de l'échantillon émettent des rayons X caractéristiques. Ces rayons X émis sont mesurés ensuite par un détecteur EDS (energy dispersive spectrum) (détecteur du microscope électronique à balayage) ou WDS (wavelength dispersive spectrum) (détecteur de la microsonde électronique).

Le microscope électronique à balayage (MEB) constitue une méthode de visualisation (grandissement supérieur à 500 fois) permettant d'obtenir :

- des images contrastées en fonction de la masse atomique des éléments qui constituent les phases minérales (plus les éléments sont lourds, plus l'image est claire) ;
- des analyses chimiques qualitatives (détecteur EDS : Energy Dispersive Spectrum) ponctuelles à l'échelle de quelques μm^3 .

La limite de détection, fonction de l'élément, est d'environ 5 000 mg/kg au sein de la phase analysée. Cette technique permet ainsi d'identifier les métaux lorsqu'ils constituent un élément majeur des minéraux ou lorsqu'ils sont présents en substitution, coprécipités ou sorbés à ces teneurs significatives.

La microsonde électronique permet l'analyse quantitative ponctuelle, d'éléments sélectionnés au préalable. La limite de détection est légèrement inférieure à celle du MEB.

Il existe deux techniques fréquentes de préparation de l'échantillon :

- Les grains des fractions triées sont collés sur un scotch double face et étudiés directement (après métallisation). Ce type de préparation permet de bien visualiser la forme du grain (ce qui constitue souvent une information importante). Néanmoins, l'analyse qualitative associée ne permettra qu'une connaissance de la surface du grain.
- Les grains sont pris dans une résine époxy puis polis. Ce type de préparation permet de visualiser clairement la présence d'encroûtement. C'est également la technique préparatoire qui permettra des analyses quantitatives ultérieures à la microsonde électronique.

3. Caractérisation en vue de l'évaluation des performances

Les performances de l'application d'un traitement par tris physiques ou physico-chimiques doivent être jugées, en tenant compte des objectifs fixés, par comparaison des résultats d'analyses et essais obtenus sur le sol avant et après traitement.

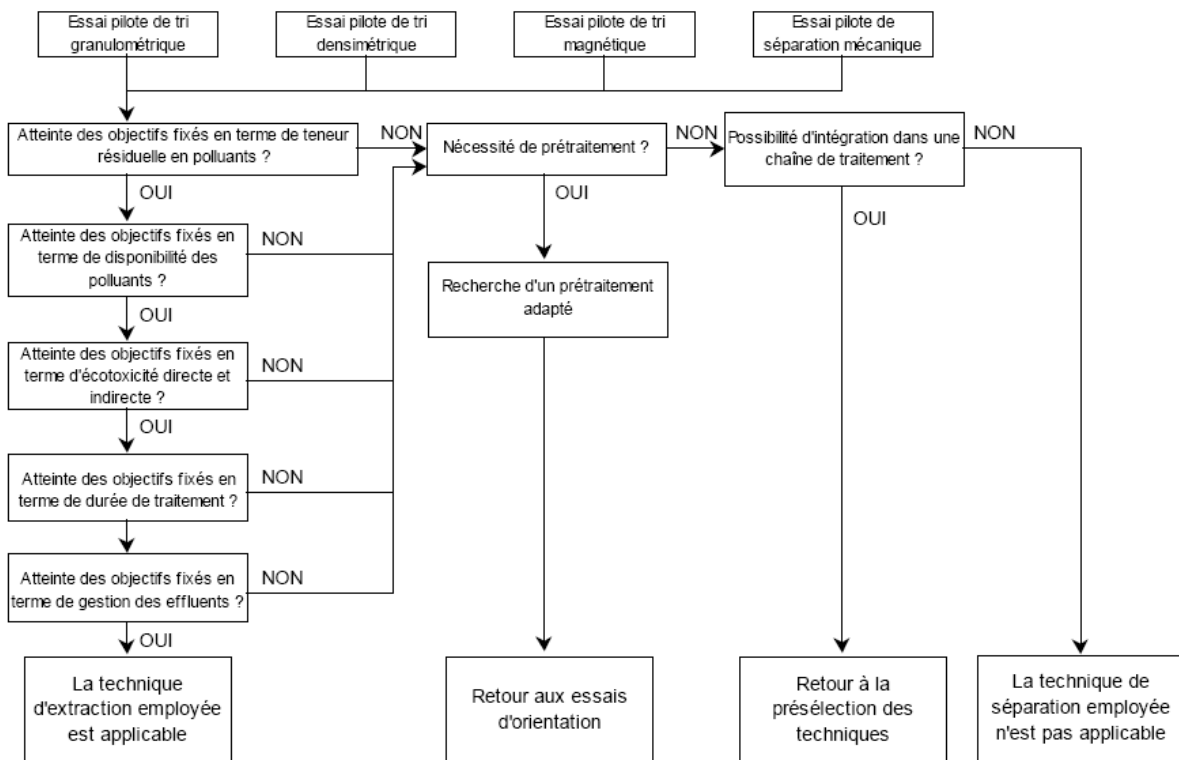


Figure 2 : Procédure d'essais d'évaluation des performances d'un traitement par tris physiques ou physico-chimiques

L'étape suivante consiste en des essais préliminaires de traitement. Les méthodes étudiées, sélectionnées à partir des résultats de l'étape précédente, reposent le plus souvent sur des

caractéristiques physiques (taille des particules, densité,...). Cette phase d'évaluation des performances se compose d'une part des essais de tri, avec des équipements permettant de transposer les performances mesurées lors de la phase d'orientation avec des performances d'équipements de type industriel ; d'autre part d'essais pour des techniques complémentaires aux techniques mentionnées ci-dessus et dont la prise en compte dans les procédés est obligatoire (c'est le cas des opérations de séparation solide/liquide, et les opérations liées à la gestion des effluents).

La faisabilité du traitement par tris physiques ou physico-chimique sera évaluée à ce niveau de la procédure d'essais selon l'atteinte, dans les conditions pilotes optimisées, des objectifs fixés en terme de teneur en polluants, de disponibilité des polluants, d'écotoxicité directe et indirecte du sol traité, de durée de traitement et de gestion des effluents.

Les situations suivantes sont distinguées en fonction des résultats obtenus à l'issue de la phase d'essais d'orientation :

- la séparation granulométrique d'une tranche caractérisée par un rapport (distribution du polluant dans la fraction granulométrique / pourcentage pondéral de sol constitué par la fraction) au moins égal à 1,5 permet d'abaisser la teneur résiduelle en polluant à une teneur compatible avec les objectifs de teneur résiduelle fixés ; dans ce cas, les essais d'évaluation des performances consisteront à réaliser cette séparation, à l'aide d'équipements de type industriel.
- l'élimination de cette fraction n'est pas suffisante, ou il n'est pas possible d'obtenir une tranche granulométrique possédant de telles caractéristiques mais les essais densimétriques et/ou magnétiques d'orientation sont validés ; dans ce cas, les essais d'évaluation des performances consisteront à réaliser une séparation préalable de la fraction fine ($< 30-40 \mu\text{m}$), puis à mettre en oeuvre les séparations densimétriques et/ou magnétique à l'aide d'équipements de type industriel.
- l'élimination de cette fraction n'est pas suffisante, ou il n'est pas possible d'obtenir une tranche granulométrique possédant de telles caractéristiques mais la caractérisation minéralogique a montré la pertinence d'une séparation mécanique de la pollution ; dans ce cas, les essais d'évaluation des performances consisteront à réaliser une séparation préalable de la fraction fine ($< 30-40 \mu\text{m}$), puis à mettre en oeuvre les techniques complémentaires de traitement mécanique à l'aide d'équipements de type industriel.

3.1. ESSAI DE TRI

3.1.1 COUPURE GRANULOMETRIQUE

La séparation en fonction de la taille des particules est une opération fréquente dans les procédés industriels de traitement des sols. Cette opération est le plus souvent réalisée par criblage (crible vibrant ou non, grille courbe, trommel, etc...) lorsqu'il s'agit de coupures grossières (usuellement supérieures à $200 \mu\text{m}$). Pour des coupures plus fines, les techniques utilisées se basent sur le comportement hydrodynamique des particules. La plus employée car présentant un bon compromis efficacité / coût est l'hydrocyclonage.

L'hydrocyclonage est une technique de fractionnement hydrodynamique basée sur la différence de comportement des particules en fonction de leur taille, sous l'effet des forces

centrifuges et de l'entraînement au sein d'un tourbillon d'eau. Cette technique permet, selon la géométrie de l'hydrocyclone (diamètre interne principalement) et les conditions opératoires, des coupures comprises entre quelques dixièmes de millimètres et quelques microns, séparant une fraction « grossière » appelée sous-verse ou underflow, d'une fraction « fine » appelée sur-verse ou overflow.

Le diamètre de coupure est fonction principalement du diamètre de l'hydrocyclone et de la pression d'alimentation.

La concentration solide de la pulpe d'alimentation et les diamètres des buses de surverse et sousverse interviennent également. Les particules sont séparées en fonction principalement de leur taille.

Toutefois, comme il s'agit d'une coupure hydrodynamique, la densité des particules joue également sur leur comportement. A diamètre égal, la séparation ne sera pas identique pour des particules de scories denses et des fragments organiques légers.

Un ajout de dispersant, dans la suspension d'alimentation de l'hydrocyclone, peut parfois être utilisé pour améliorer l'efficacité de la coupure, en évitant le mauvais classement de fines agglomérées entre elles ou sur des grosses particules.

La sousverse et la surverse font l'objet d'un bilan pondéral et d'une analyse granulométrique permettant le calcul de la courbe de partage. Cette courbe représente, pour chaque taille, la proportion de particules de l'alimentation qui se retrouve dans la sousverse (produit grenu) et permet de connaître le diamètre de coupure de l'hydrocyclone.

L'analyse chimique des fractions permet d'établir un bilan de répartition des polluants entre les deux fractions.

Les valeurs guide sont de même nature que pour l'analyse granulométrique des essais d'orientation.

La coupure réalisée par l'hydrocyclonage est moins nette que celle effectuée par tamisage puisque la densité des particules intervient également sur leurs comportements. Cette observation n'a pas d'implication négative sur l'applicabilité de la technique : pour certains sols ou sédiments, sont éliminées à la même occasion, les particules fines et des particules plus grossières mais plus légères comme les fragments de matières organiques, ces deux types de particules étant des porteurs de métaux et d'autres polluants organiques.

L'applicabilité de la technique de séparation granulométrique sera fonction du bilan de répartition de la pollution entre les différentes fractions obtenues et de la masse de chacune de ces fractions

3.1.2 SEPARATIONS GRAVIMÉTRIQUES

Les principales méthodes gravimétriques employées pour la caractérisation d'échantillons à l'échelle du laboratoire ou du petit pilote utilisent des équipements de type table à secousses ou ses variantes (panner, etc.). Pour simplifier, on peut dire que ces équipements reproduisent plus ou moins le fonctionnement de la batée, chère au chercheur d'or. Les particules sont soumises dans l'eau à des accélérations alternatives, souvent d'intensités

asymétriques, ce qui se traduit par des déplacements des grains variant en fonction de la densité (et également, mais dans une moindre mesure, de la taille) de ceux-ci et donc finalement à un classement.

Des techniques de gravimétrie sous force centrifuge peuvent également être utilisées pour le traitement de fractions fines de sols.

Ces méthodes sont plus simples à mettre en œuvre que celles faisant appel à des liquides denses, mais à la différence de ces dernières, elles ne permettent pas une définition précise de la densité de séparation, puisque celle-ci n'est obtenue que par comportement relatif des particules.

Elles interviennent généralement après un fractionnement granulométrique. En effet, il est préférable de traiter des fractions granulométriques serrées, afin de limiter les effets d'équivalence de comportement entre particules de tailles et densités différentes. La taille des particules séparables par ces méthodes est généralement comprise entre l'ordre du millimètre et la soixantaine de microns. Pour les fractions fines (<40 µm), l'entraînement des particules par l'eau rend la séparation inefficace.

On obtient en général une fraction dite lourde, une dite légère et une intermédiaire.

Les trois fractions font l'objet d'un bilan pondéral et d'une analyse chimique permettant d'établir un bilan de répartition des polluants entre les différentes fractions.

Les valeurs guide sont de même nature que pour l'analyse densimétrique des essais d'orientation.

Ces techniques sont directement représentatives des performances que l'on peut espérer à l'échelle industrielle. Notons qu'à la composante densité, s'ajoute également la contribution du diamètre des particules : à densité égale, la séparation ne sera pas identique pour des particules de diamètres distincts. Cette observation n'a pas d'implication négative sur l'applicabilité de la technique.

L'applicabilité de la technique de séparation gravimétrique sera fonction du bilan de répartition de la pollution entre les différentes fractions obtenues et de la masse de chacune de ces fractions.

3.1.3 SEPARATIONS MAGNETIQUES

Ces techniques de tri réalisent une séparation en appliquant aux particules une force magnétique qui est fonction du volume et de la susceptibilité magnétique de chaque particule. Cette force est proportionnelle au produit de l'intensité du champ magnétique et du gradient de ce champ, ce qui permet de classer les équipements de tri magnétique employés pour la caractérisation de lots de particules en trois grandes catégories : les séparatrices ayant des champs de basse intensité, celles à champ de haute intensité et les séparatrices à haut gradient et/ou haut champ.

Les champs peuvent être générés par des aimants permanents simples ou à terres rares, des électroaimants avec ou sans matrice (séparateur Frantz Isodynamic, SMHI -Séparatrice Magnétique à Haute Intensité-, etc.), ou même des électroaimants à supra conducteur.

Comme pour les techniques gravimétriques mentionnées précédemment, il est préférable d'utiliser ces méthodes sur des fractions granulométriques, plutôt que sur un échantillon brut présentant un large spectre granulométrique. Cela permet d'adapter les conditions opératoires des équipements à la taille des particules et ainsi de garantir la qualité de la séparation. Toutefois, pour les fractions fines (<40 µm), la séparation devient généralement peu efficace : il y a prédominance de l'entraînement, lié à la surface des particules, par rapport aux forces magnétiques, liées au volume de celles-ci. Des équipements très spécifiques (aimant à supra conducteur) et peu répandus actuellement permettent de s'affranchir de cette contrainte.

En dehors des applications industrielles, les équipements de tri magnétique autorisent des fonctionnements discontinus, en laboratoire (traitement de lots de l'ordre de l'hectogramme), comme des fonctionnements continus, en laboratoire ou pilote (lots de l'ordre du kilogramme jusqu'à la tonne et plus).

Les fractions obtenues font l'objet d'un bilan pondéral et d'une analyse chimique permettant d'établir un bilan de répartition des polluants entre les différentes fractions.

Les valeurs guide sont de même nature que pour la caractérisation magnétique des essais d'orientation.

L'applicabilité de la technique de séparation magnétique sera fonction du bilan de répartition de la pollution entre les différentes fractions obtenues et de la masse de chacune de ces fractions.

3.2. TECHNIQUES COMPLEMENTAIRES DANS LES PROCÉDES

Les procédés de traitement par des techniques de tri comportent généralement des opérations complémentaires de préparation mécanique (attrition, débouillage) et / ou de traitement des rejets (séparation solide-liquide,...). Ces opérations font partie intégrante des procédés et doivent être prises en compte dans l'évaluation technico – économique de ceux-ci.

Dans le cadre de l'élaboration de ce guide ont été évaluées une opération de préparation mécanique, l'attrition, et une opération de séparation solide-liquide, la décantation. Ces deux techniques sont présentées ci-après.

3.2.1. TECHNIQUES COMPLEMENTAIRES : DESAGGLOMERATION, ATTRITION

La désagglomération du sol et le nettoyage des encroûtements de fines plus ou moins argileuses autour des particules grenues fait partie des techniques complémentaires qui vont conditionner le succès des séparations granulométriques ultérieures. Cet équipement permet de faire frotter les particules du sol entre elles, ce qui érode et détache les encroûtements. En cellule de laboratoire (fonctionnement discontinu), les essais d'attrition s'effectuent sur des lots de l'ordre du kilogramme.

Pour déterminer l'intérêt de l'attrition d'un sol et l'optimum de fonctionnement de cette opération, Hankel et al. [1] proposent des essais en laboratoire dans lesquels la variable étudiée est l'énergie d'attrition.

Cette opération s'effectue en voie humide, à forte concentration solide. Le plus souvent un agent dispersant (silicate de soude, hexamétophosphate, etc.) est employé afin d'éviter que les particules encroûtantes, séparées par les forces mécaniques au cours de l'attrition, ne se réagglomèrent ensuite sous l'effet d'attractions physico-chimiques.

L'équipement nécessaire à l'attrition est constitué d'une cuve et de pales. Il est conçu pour favoriser le frottement et non le broyage. La cuve est d'une forme généralement octogonale pour éviter la rotation de la pulpe. Les pales sont orientées de sorte à ce que les particules soient projetées les unes sur les autres favorisant ainsi un frottement autogène. La concentration solide est élevée pour favoriser les frottements.

La durée de l'attrition, l'énergie de l'attrition ainsi que la concentration solide sont les principaux paramètres que l'on peut modifier lors des essais.

L'attrition est un procédé continu à l'échelle industrielle (ou pilote) et discontinu à l'échelle du laboratoire.

Après attrition, on opère un tamisage ou un cyclonage qui permet de séparer les fines (encroûtements) des particules nettoyées.

Les fractions obtenues font l'objet d'un bilan pondéral et d'une analyse chimique permettant d'établir un bilan de répartition des polluants entre les différentes fractions.

Il convient que le surplus d'énergie dépensé pour la mise en oeuvre de l'attrition soit compensé par une augmentation significative du ratio entre la distribution du polluant dans la fraction et le pourcentage pondéral de la fraction, relativement à l'échantillon de départ.

L'applicabilité de la technique complémentaire sera fonction du bilan de répartition de la pollution entre les différentes fractions obtenues et de la masse de chacune de ces fractions.

3.2.2. TECHNIQUES COMPLEMENTAIRES : SEPARATION SOLIDE - LIQUIDE PAR DECANTATION ET FLOCCULATION

Le traitement des sols par des méthodes physiques ou physico - chimiques comporte souvent une ou plusieurs étapes où interviennent des mélanges avec de l'eau ou des solutions diverses. L'évaluation de la traitabilité selon de tels procédés doit donc obligatoirement prendre en compte l'étude d'étapes de séparation solide - liquide et de gestion des effluents liquides (neutralisation, élimination de contaminants dissous, etc.).

Les étapes de séparation solide – liquide des procédés de traitement de sol étant classiques, elles sont abordées par un ensemble de tests usuels, pour évaluer l'efficacité de :

- la décantation : essais de sédimentation en éprouvette, ... Ces essais peuvent faire intervenir ou non une coagulation ou une floculation préliminaire des fines (évaluation en jar test, etc.),
- la filtration : essais de filtration sous vide, sous pression,...
- la centrifugation : essais en centrifugeuse batch de laboratoire.

Dans le contexte du traitement des sols, comme dans la quasi-totalité des domaines où l'on effectue des décantations, il est fait appel à une floculation préliminaire des fines particules pour accélérer la sédimentation et donc optimiser la taille des équipements.

Les essais de floculation visent à déterminer dans un premier temps le floculant le plus efficace. En second lieu, la concentration optimale (rendement/quantité) est recherchée. Ces essais sont réalisés en floculateur (Jar test). Un ensemble de cinq ou six béchers est rempli d'un volume identique de la même suspension. Puis il est placé dans le floculateur, dont le rôle est de permettre une agitation similaire de l'ensemble des béchers, via des pales à vitesse de rotation variable. Le ou les floculants sont ajoutés dans les différents béchers, à l'exception de l'un qui sert de témoin. L'ensemble est alors soumis à une agitation importante (vitesse de rotation des pales : 100 t/min) pendant un temps court (20 secondes) afin de disperser les réactifs. Puis la vitesse d'agitation est réduite et maintenue à 40 t/min pendant 3 minutes, afin de permettre la constitution de floccs.

L'agitation est finalement stoppée et l'observation visuelle (taille des floccs, rapidité de leur décantation, limpidité de la solution surnageante,...) permet d'évaluer les résultats de l'essai.

Les essais visant à déterminer la concentration optimale sont réalisés selon le même principe. Leurs résultats sont évalués par une estimation visuelle de la qualité de la floculation.

4. Synthèse des résultats

Les résultats de faisabilité de ces techniques sur la base des essais d'orientation et de l'évaluation des performances du traitement par tris physiques ou physico-chimiques sont présentés selon le modèle de fiche ci-dessous.

DESCRIPTION DE LA PROBLEMATIQUE RENCONTREE ET DE L'USAGE PREVU	Typologie de pollution, caractéristiques du sol, du site, cibles à protéger, voies de transfert
OBJECTIFS DE REHABILITATION RECHERCHES	Réduction des risques sanitaires Réduction des risques environnementaux Réduction des nuisances et autres risques
RESULTATS DES ESSAIS D'ORIENTATION	<i>Passage à l'évaluation des performances</i> <i>Abandon de cette technique</i>
RESULTATS DE L'EVALUATION DES PERFORMANCES	<i>Technique applicable</i> <i>Technique non applicable</i>
COMPARAISON DES PERFORMANCES Teneur résiduelle / objectifs Concentration disponible / objectifs Ecotoxicité Aptitude à un support végétal / objectifs Durée de traitement / objectifs	
EQUIPEMENT COMPLEMENTAIRE NECESSAIRE (gestion des effluents)	
COMMENTAIRE	

5. Références

[1] Hankel D., Rosenstock F., Biehler G. (1992) – The effect of attrition in the Lurgi-Deconterra process for decontamination of soil. *Aufbereitungs Technik* -33, n°5, pp. 257-265