



Ecole Nationale Polytechnique
Département de Génie chimique

Thèse de Doctorat

Option : Génie chimique

Présentée par :

LESSOUED RIDHA

Magister en Génie chimique de l'ENP

Intitulée

Modélisation et optimisation de la dépollution des lixiviats

Soutenue publiquement le 28/ 11/ 2018 devant le Jury composé de:

Présidente	Mme Faroudja MOHELLEBI	Pr.	ENP
Rapporteurs	Mme Fatiha SOUABI	Pr.	ENP
	M. Toudert AHMED ZAÏD	Pr.	ENP
Examineurs	Mme. Fairouz KIES	MCA	ENP
	M. Hakim LOUNICI	Pr.	U. de Bouira
	M. Hussein KHALAF	Pr.	U. de Blida
	M. Djamel ABDESSEMED	Pr	USTHB

ENP 2018



Ecole Nationale Polytechnique
Département de Génie chimique

Thèse de Doctorat

Option : Génie chimique

Présentée par :

LESSOUED RIDHA

Magister en Génie chimique de l'ENP

Intitulée

Modélisation et optimisation de la dépollution des lixiviats

Soutenue publiquement le 28/ 11/ 2018 devant le Jury composé de:

Présidente	Mme Faroudja MOHELLEBI	Pr.	ENP
Rapporteurs	Mme Fatiha SOUABI	Pr.	ENP
	M. Toudert AHMED ZAÏD	Pr.	ENP
Examineurs	Mme. Fairouz KIES	MCA	ENP
	M. Hakim LOUNICI	Pr.	U. de Bouira
	M. Hussein KHALAF	Pr.	U. de Blida
	M. Djamel ABDESSEMED	Pr	USTHB

ENP 2018

DÉDICACES

*Ce travail est dédié à mes chers parents dont le sacrifice à toujours été
sans limite et auxquels je souhaite longue vie,*

À ma belle Famille,

À mon frère et mes sœurs,

À ma chère épouse, sa famille et mon enfant Mohamed Ishak,

À tous mes amis,

À tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à ma formation.

REMERCIEMENTS

Mes remerciements les plus sincères s'adressent particulièrement à :

Monsieur AHMED ZAÏD Toudert, Professeur à l'ENP, qu'il trouve ici l'expression de ma profonde gratitude pour son suivi et ses précieux conseils, et de m'avoir encadré et appris le sens de la responsabilité ;

Madame SOUABI Fatiha, Professeur à l'ENP, pour sa collaboration à mes travaux de recherche. Son aide et ses conseils avisés ont sans cesse motivé cette étude ;

Je tiens à remercier Madame Faroudja MOHELLEBI, Professeur à l'école nationale polytechnique, d'avoir fait l'immense honneur de présider le jury de ma thèse ;

Mes vifs remerciements vont aussi à Madame Fairouz KIES, Maître de conférences à l'école nationale polytechnique, à Monsieur Hakim LOUNICI, professeur à l'université de Bouira, à Monsieur Hussein KHALAF, professeur à l'université de Blida et à Monsieur Djamel ABDESSEMED, professeur à l'USTHB qui ont cordialement accepté d'être rapporteurs de ce travail;

Mes profonds remerciements vont aussi à :

Tous mes enseignants du Département de Génie Chimique, ENP, Alger ;

Professeur Elena MARAÑÓN et Professeur Léonor CASTRILLON, ainsi qu'à l'équipe du Laboratoire de traitement des eaux usées et tout le personnel de l'université de Gijón, Espagne ;

Aux collègues du département de Génie des procédés de l'université de Ouargla, en particulier Monsieur Ahmed Tabchouche; le chef de département ;

Je tiens à remercier aussi le Professeur Abdelouahed KRIKER, Doyen de la Faculté des Sciences appliquées, UKMO.

Enfin, un grand Merci à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

ملخص:

في هذه الأطروحة، تم معالجة العصارا الناتجة من مراكز الردم التقنية لكل من ولاية تبسة (بالجزائر) وأستورياس (بإسبانيا) بواسطة التخثر الكيميائي والكهربائي، وذلك بطريقتين: الأولى التقليدية والثانية باستخدام منهجية إستجابة السطح (RSM). تتمثل الأهداف الرئيسية لهذا العمل في: تحسين مردود المعالجات المستعملة ودراسة تأثير المتغيرات وتفاعلاتها على المخرجات المختارة. لقد أظهرت النماذج المتحصل عليها الخاصة بالطلب الكيميائي للأوكسجين (DCO) و العكارة (turbidité) أن الشروط التجريبية المثالية للتخثر الكيميائي هي كتلة (0,82 غ/ل) و pH(5,33) بالنسبة لكلوريد الحديد (FeCl₃) و كتلة (5,55 غ/ل) و pH(7,05) بالنسبة لمتعدد كلوريد الألومنيوم (PAC)، مع الوصول إلى نسبة إزالة قدرت بـ 76.4%، 98.9% و 61%، 96.4% لـ DCO و العكارة على التوالي. بالنسبة للتخثر الكهربائي فإن مردود إزالة الطلب الكيميائي للأوكسجين (DCO)، و العكارة وصل إلى 89% و 74% على التوالي، وذلك في وجود الشروط التجريبية المثالية التالية: 75 دقيقة، pH (5) شدة تيار 1.4 أمبير (A) و سرعة خلط 150 د/د. لقد بيّنت هذه الدراسة مدى فعالية المعالجة بالتخثر الكيميائي والكهربائي في إزالة المواد العضوية من العصارا قبل صرفها في الطبيعة.

الكلمات الدالة: العصارا، مركز الردم، المعالجة، التخثر الكيميائي، التخثر الكهربائي، النمذجة، التحسين، تصميم التجارب، إستجابة السطح (RSM).

Abstract:

In this thesis, coagulation and electrocoagulation were applied to leachates generated from the landfill of Tébessa (Algeria) and Asturias (Spain). Traditional method and design of experiments associated with response surface methodology (RSM) were used. The main objective of the study is the optimization of the process performance and assessment of effects and interactions of variables on selected outputs. Quadratic models developed for the two responses (COD and turbidity) studied indicated the optimum conditions to be FeCl₃ dosage of 0.82 g/L at pH 5.33 and PAC dosage of 5.55 g/L at pH 7.05. COD and turbidity removal efficiencies of 76.4%, 98.9% for FeCl₃ and 61%, 96.4% for PAC were demonstrated. COD, BOD₅ and turbidity removal efficiencies were 89% and 74%, respectively, at 75 min application time; pH 5; current density 1.4 A and 150 rpm stirring speed for electrocoagulation treatment. This study shows the effectiveness of coagulation and electrocoagulation treatment in removing organic matter from the leachate before discharge into the natural environment.

Key Words: Leachate, Landfill, Treatment, Chemical coagulation, electrocoagulation, modeling, optimization, Experimental design, RSM.

Résumé:

Dans cette thèse, deux techniques de traitement ont été appliquées à des lixiviats générés au niveau des CET de Tébessa (Algérie) et Asturias (Espagne), la coagulation et l'électrocoagulation. La méthode traditionnelle en faisant varier les paramètres les uns après les autres et les plans d'expériences associés aux surfaces de réponse (MSR) ont été utilisés. Les principaux objectifs de ce travail sont: l'optimisation de l'efficacité de ces traitements et l'étude de différents effets et interactions des variables sur les réponses choisies. Les modèles quadratiques développés ont indiqué que les conditions optimales étaient une concentration en agent floculant FeCl₃ de 0,82 g/L à pH 5,33 et 5,55 g/L de PAC à pH 7,05. Des taux d'abattement de la DCO et de la turbidité de 76,4%, 98,9% et 61%, 96,4%, respectivement, ont été obtenus. Le procédé d'électrocoagulation a abouti à des taux d'élimination importants de la DCO et de la turbidité de l'ordre de 89% et 74%, respectivement, au bout de 75 min de réaction, à un pH 5, une intensité du courant de 1,4A et une vitesse d'agitation de 150 tr/mn. Cette étude montre l'efficacité du traitement par les techniques de coagulation et d'électrocoagulation pour éliminer les matières organiques du lixiviat avant rejet dans le milieu naturel.

Mots clés: Lixiviat, Centre d'enfouissement, Traitement, Coagulation chimique, Electrocoagulation, modélisation, Optimisation, Plans d'expériences, RSM.

TABLE DES MATIERES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES FIGURES

LISTE DES ABRÉVIATIONS

Introduction générale..... 13

PARTIE 1: ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I: Déchets et CET

Introduction.....	18
I. 1. Caractéristiques physiques des déchets ménagers et assimilés (DMA).....	18
I. 1.1. Masse volumique.....	18
I. 1.2. Humidité.....	19
I. 1.3. MVS (perte au feu).....	19
I. 1.4. Teneur en Cendre	19
I. 1.5. Teneur en Carbone	19
I. 2. Evolution de la composition des DMA.....	19
I. 3. Les grandes filières de traitement des ordures ménagères.....	20
I. 3. 1. Le compostage.....	21
I. 3. 2. La valorisation matière.....	21
I. 3. 3. L'incinération.....	21
I. 3. 4. La méthanisation.....	21
I. 3. 5. La mise en décharge contrôlée.....	22
I. 4. Centres d'enfouissement technique (CET).....	22
I. 4. 1. Flux polluants générés par le CET.....	23
I. 4.2. CET de Tébessa (Algérie).....	23
I. 4.3. CET d'Asturias (Espagne).....	24
Conclusion.....	25

Chapitre II : Traitement des lixiviats

Introduction.....	28
II. 1. Caractéristiques des lixiviats de sites d'enfouissement étudiés.....	28
II. 2. Procédés de traitement des lixiviats.....	30
II. 2.1. Procédé de Coagulation-floculation.....	31
II. 2.1.1. Les différents types de coagulants.....	33
a) Le chlorure ferrique.....	33
b) Les polymères d'Aluminium.....	33
II. 2. 2. Procédé d'électrocoagulation.....	34
Conclusion.....	36

Chapitre III: Plans d'expériences

Introduction.....	38
III. 1. Méthode traditionnelle des essais-erreurs.....	38
III. 1.1. Démarche.....	38
III. 1.2. Limite des méthodes traditionnelles d'essais-erreurs.....	38

III. 2. Méthodologie des plans d'expériences.....	39
III. 3. Les plans de Surface et la Méthodologie des Surfaces de Réponse.....	40
III. 3.1. Présentation des plans composites.....	40
III. 3.2. Présentation des plans de Box-Behnken.....	41
III. 4. Modélisation mathématique à priori de la réponse.....	43
III. 4.1. Modélisation mathématique.....	43
III. 4.2. Modélisation expérimentale.....	43
III. 4.3. Logiciels de planification d'expériences.....	43
III. 4.4. Inclure ou exclure un terme du modèle.....	44
III. 4.5. Ajustement des termes dans un plan de surface de réponse.....	44
III. 5. Analyse d'un plan de surface de réponse.....	45
III. 5.1. Valeur de p - modèle.....	45
III. 5.2. Valeur de p - Facteurs, interactions et groupes de termes.....	45
III. 5.3. P inadéquation de l'ajustement (LOF).....	46
III. 5.4. L'écart type S.....	46
III. 5.5. Le coefficient de détermination (R^2).....	47
III. 5.6. Le R^2 ajusté.....	47
III. 5.7. La somme des carrés de l'erreur de prévision (PRESS).....	47
III. 5.8. Le R^2 prévu.....	47
III. 6. Analyse graphique des résultats.....	47
III. 6.1. Courbes iso-réponses.....	48
III. 6.2. Diagramme de surface en 3D.....	48
III. 6.3. Courbes d'isoréponse superposées.....	48
III. 6.4. Le diagramme d'optimisation (fonction de désirabilité)	48
Conclusion.....	49

PARTIE 2: MATERIEL ET METHODES

Chapitre I: Dispositifs expérimentaux

I. 1. Caractérisation des lixiviats.....	52
I. 2. Traitement des lixiviats.....	53
I.2.1. Coagulation- floculation.....	53
I.2.2. Electrocoagulation.....	54

Chapitre II: Plan d'expériences

II. 1. Modélisation et analyse de données.....	57
II. 2. Création d'un plan composite centré (CCD).....	57
II. 2.1. Coagulation- floculation par $FeCl_3$	57
II. 2.2. Coagulation- floculation par PAC.....	58

PARTIE 3: RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Chapitre I: Caractérisation des lixiviats

I. 1. Lixiviats de Tébessa (CETT).....	62
I. 2. Lixiviats d'Asturias (Espagne) (CETA).....	62
I. 3. Interprétation des résultats.....	63

Chapitre II : La méthode traditionnelle d'essais et erreurs

II. 1. Traitement par le Chlorure ferrique.....	68
II. 1.1. Optimisation de la dose de coagulant.....	68
II. 1.2. Optimisation du pH.....	69
II. 1.3. Caractérisation des lixiviats après traitement.....	69
II. 2. Traitement par le Polychlorure d'aluminium.....	71
II. 2.1. Optimisation de la dose de coagulant.....	71
II. 2.2. Optimisation du pH.....	72
II. 2.3. Caractéristiques des lixiviats après traitement.....	73
Conclusion.....	75
II. 3. Electrocoagulation	76
II. 3.1. Effet de la vitesse d'agitation.....	76
II. 3.2. Effet de la distance inter-électrode.....	77
II. 3.3. Effet de la densité de courant.....	78
II. 3.4. Influence du pH.....	79
II. 3.5. Caractérisation du lixiviat de Tébessa après traitement.....	80
Conclusion.....	81

Chapitre III : La méthodologie des surfaces de réponse

III. 1. Coagulation- floculation par $FeCl_3$	83
III. 1.1. Modélisation des réponses.....	83
III. 1.2. Analyse statistique des résultats.....	84
III. 1.3. Analyse graphique des résultats.....	87
III. 1.4. Optimisation et validation des résultats.....	90
Conclusion.....	93
III. 2. Coagulation- floculation par PAC.....	94
III. 2.1. Modélisation des réponses.....	94
III. 2.2. Analyse statistique des résultats.....	95
III. 2.3. Analyse graphique des résultats.....	98
III. 2.4. Optimisation et validation des résultats.....	100
Conclusion.....	102
Conclusion générale	104
Références bibliographiques	108
Annexes	119

LISTE DES TABLEAUX

PARTIE 1: Etude bibliographique

Tableau III.1: Termes ajustés pour chaque type de modèle.....	45
---	----

PARTIE 2: Matériel et méthodes

Tableau II.1: Domaine de variation des paramètres étudiés lors de la coagulation par FeCl ₃	58
--	----

Tableau II.2: Domaine de variation des paramètres étudiés lors de la coagulation par PAC.....	59
---	----

PARTIE 3: Résultats et interprétations

Tableau I.1: Caractérisation physico-chimique du lixiviat brut (CETT).....	62
--	----

Tableau I.2: Caractérisation physico-chimique du lixiviat brut (CETA).....	63
--	----

Tableau II.1: Composition du lixiviat après traitement.....	70
---	----

Tableau II.2: Études récentes sur le traitement des lixiviats par la coagulation-floculation.....	71
---	----

Tableau II.3: Composition du lixiviat après traitement.....	73
---	----

Tableau II.4: Études récentes sur le traitement des lixiviats par la coagulation-floculation.....	74
---	----

Tableau II.5: Caractéristiques du lixiviat avant et après traitement.....	80
---	----

Tableau II.6: Résumé des résultats de quelques études faites sur l'électrocoagulation des lixiviats de CET.....	81
---	----

Tableau III.1: Résultats des essais de la matrice d'expériences pour les deux réponses étudiées.....	83
--	----

Tableau III.2: Coefficients de régression estimés pour la DCO et la turbidité.....	86
--	----

Tableau III.3: Analyse de variance pour la DCO et la turbidité.....	86
---	----

Tableau III.4: Essais de validation dans des conditions optimales: pH= 5,3 et m= 0,8 g/l ...	91
--	----

Tableau III.5: Études récentes sur l'optimisation de la coagulation- floculation du traitement des lixiviats en utilisant la méthode RSM.....	92
---	----

Tableau III.6: Résultats des essais de la matrice d'expériences pour les deux réponses étudiées.....	94
--	----

Tableau III.7: Coefficients de régression estimés pour DCO.....	96
---	----

Tableau III.8: Résultats de l'Analyse de Variance (ANOVA) pour les réponses étudiées...	98
---	----

Tableau III.9: Expériences de validation dans les conditions optimales: pH=7,05 et m=5,55g/l.....	101
---	-----

Tableau III.10: Études récentes sur l'optimisation de la coagulation- floculation du traitement des lixiviats en utilisant la méthode RSM.....	102
--	-----

LISTE DES FIGURES

PARTIE 1: Etude bibliographique

Figure I. 1: Évolution de la production des DMA en Algérie.....	20
Figure I. 2: Schéma représentatif d'un casier d'enfouissement technique.....	22
Figure I. 3 : Composition globale des déchets admis au CET de Tébessa.....	24
Figure I. 4: Unité de tri des déchets au niveau du CET de Tébessa.....	24
Figure I. 5: Centre d'enfouissement technique de Tébessa.....	24
Figure I. 6: Centre d'enfouissement technique d'Asturies (Espagne).....	25
Figure I. 7: Unité de traitement des lixiviats d'Asturies (Espagne)	25
Figure II. 1: Théorie de la double couche.....	32
Figure II. 2: Schéma d'un procédé conventionnel d'électrocoagulation.....	35
Figure III.1: Plan composite pour l'étude de deux facteurs. Les points factoriels sont en noirs, les points en étoile sont en gris clair, les points centraux sont en blanc.....	41
Figure III. 2: Illustration du plan de Box-Behnken pour trois facteurs.....	42

PARTIE 2: Matériels et méthodes

Figure I.1 : Point de prélèvement (Bassin de décantation).....	52
Figure I.2: Photo illustrant l'essai de coagulation sur jar-test.....	54
Figure I.3: Dispositif expérimental d'électrocoagulation utilisé.....	54

PARTIE 3: Résultats et interprétations

Figure II.1: Effet de l'addition de $FeCl_3$ sur l'abattement de la DCO et la turbidité.....	68
Figure II.2: Effet du pH sur l'élimination de la DCO et la turbidité.....	69
Figure II.3: Évolution de la couleur de lixiviat après traitement par $FeCl_3$	70
Figure II.4: Effet de l'addition de PAC sur l'abattement de la DCO et la turbidité.....	72
Figure II.5: Effet du pH sur l'élimination de la DCO et la turbidité.....	72
Figure II.6: Évolution de la couleur de lixiviat après traitement par $FeCl_3$	74
Figure II.7: Effet de la vitesse d'agitation sur l'efficacité d'élimination de la DCO.....	76
Figure II.8: Effet de la distance inter-électrode sur l'efficacité de l'électrocoagulation.....	77
Figure II.9: Influence de la densité de courant sur l'efficacité du procédé.....	78
Figure II.10: Influence du pH sur l'abattement de la DCO.....	79
Figure II.11: Etat d'électrodes avant et après traitement.....	80
Figure II.12: Couleur des lixiviats avant et après traitement.....	80
Figure III.1: Graphique de Pareto standardisé pour la DCO.....	84
Figure III. 2: Graphique de Pareto standardisé pour la turbidité.....	85
Figure III.3: Valeurs expérimentales en fonction des valeurs prédites d'élimination de la (a) DCO et (b) turbidité.....	87
Figure III.4: Diagramme de surface en 3D pour la (a) DCO et (b) turbidité.....	88
Figure III.5: Courbes iso-réponses pour l'élimination de la DCO (a) et de la turbidité (b).....	89
Figure III.6: Surfaces de réponses superposées pour les taux d'abattement de la DCO et de la turbidité.....	90
Figure III.7: Profils de désirabilité des deux réponses étudiées.....	91

Figure III.8: Évolution de la couleur de lixiviat après traitement.....	92
Figure III. 9. Graphique de Pareto standardisé pour la DCO.....	95
Figure III.10: Graphique de Pareto standardisé pour la turbidité.....	95
Figure III.11: Valeurs prédites en fonction des valeurs observées pour les taux d'abattement de la DCO(a) et de la turbidité (b)	97
Figure III.12: Diagramme de surface en 3D pour la (a) DCO et (b) turbidité.....	98
Figure III.13: Courbes iso-réponses pour l'élimination de la DCO (a) et de la turbidité (b).....	99
Figure III.14: Diagrammes de contour superposés pour les taux d'élimination de la DCO et de la turbidité.	100
Figure III.15: Profils de désirabilité de la DCO et de la turbidité.....	101
Figure III.16: Évolution de la couleur de lixiviat après traitement par PAC.....	101

NOMENCLATURE

- ADEME: Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie (France).
- ANOVA: Analysis of variance (analyse de la variance).
- CCD: Central composite design (Plan composite centré).
- CET: Centre d'Enfouissement Technique.
- C/N: Rapport carbone/azote
- DAF: Flottation à l'air dissous.
- DCO: Demande Chimique en Oxygène.
- DBO₅: Demande Biochimique en Oxygène.
- DMA: Déchets ménagers et assimilés.
- DM: Déchets ménagers.
- EC: Electrocoagulation.
- ECOJEM: Le système public de reprise et de valorisation des déchets d'emballages.
- JORADP: Journal Officiel de la République Algérienne démocratique et populaire.
- KWh: Kilowatt heure.
- LOF: Lack Of Fit (inadéquation de l'ajustement).
- MVS: Matières Volatiles en Suspension
- PAC: Polychlorure d'Aluminium (PCA).
- PCI : Pouvoir calorifique inférieur
- PD: Pays développés.
- PED: Pays En Développement.
- pH: Potentiel Hydrogène.
- PRESS: Predicted Residual Error Sum of Squares (la somme des carrés de l'erreur de prédiction)
- RSM: Response Surface Methodology (Méthodologie des Surfaces de Réponse).
- SP: Pression de saturation (kPa).
- TSS: Matières en Suspension Totales.



INTRODUCTION GENERALE

En Algérie, l'un des soucis majeurs du secteur de l'environnement demeure la gestion des déchets solides et leurs sous-produits, notamment les lixiviats. La croissance démographique, le développement des activités socio-économiques et l'amélioration du mode de vie favorisent grandement la production de déchets en milieu urbain. En Algérie, la production de déchets ménagers et assimilés ont avoisiné 11 millions de tonnes en 2014. Ces quantités pourraient dépasser les 30 Millions de tonnes en 2025 si aucune politique de prévention n'est mise en œuvre et les mêmes tendances macroéconomiques se prolongent dans les années qui viennent (Brahim 2012). Beaucoup d'efforts sont nécessaires pour leur prise en charge en matière de traitement et d'élimination. A ce jour, l'enfouissement est l'un des principaux modes de gestion des déchets dans plusieurs pays du monde, du fait de son faible coût par rapport aux autres filières comme l'incinération ou le compostage (Orkun & Kuleyin 2012; Dia *et al.* 2016).

Les déchets enfouis subissent divers processus de transformations chimiques et biologiques à l'intérieur de la décharge (Kjeldsen *et al.* 2002). Lors de leur stockage et sous l'action conjuguée de l'eau de pluie et de la fermentation naturelle, les déchets produisent une fraction liquide appelée « lixiviats » riches en matière organique et en éléments traces. Riches en matière organique et en éléments traces, ces lixiviats ne peuvent être rejetés directement dans le milieu naturel et doivent être soigneusement collectés et traités. Le lixiviat constitue ainsi un risque potentiel pour les nappes phréatiques. La teneur en polluants dans les lixiviats est fortement influencée par l'âge de la décharge (Kjeldsen *et al.* 2002). Les lixiviats sont des effluents complexes dont le traitement nécessite une expertise particulière. Même si les procédés potentiellement applicables dérivent pour la plupart du traitement des eaux usées, leur mise en œuvre obéit à des contraintes spécifiques. Contrairement à certains types d'effluents, le traitement "type" n'existe pas. À la diversité des composés présents au sein des lixiviats répond une diversité de procédés et de techniques particulières qui s'associent et se combinent pour arriver au résultat souhaité (Christophe 2014).

Pour faire face à ce problème, quelques procédés physico-chimiques ont été expérimentés au cours de ces dernières années pour le traitement des lixiviats de centres d'enfouissement technique (Trabelsi 2012; Boumechour 2015; Dia *et al.* 2016; Rasool *et al.* 2016). La meilleure option est d'utiliser des technologies simples à mettre en œuvre et peu onéreuses dans leur fonctionnement tels que les procédés s'appuyant sur des mécanismes de coagulation-floculation (Berradi *et al.* 2014). Classiquement, ces procédés appliquent l'addition de coagulants à base de sels métalliques et/ou de polymères synthétiques. Elle se présente comme l'une des techniques efficaces pour l'élimination de la matière organique (Rasool *et al.* 2016). Nurfarahim *et al.* 2015 et Nofriady *et al.* 2017 ont rapporté que les coagulants conventionnels

éliminent généralement de 10 à 25% de la DCO des lixiviats jeunes et de 50 à 65% des lixiviats stabilisés. Cependant la technique d'électrocoagulation permet de générer in situ et en continu des agents réactifs capables d'éliminer efficacement les polluants. Elle a été appliquée avec succès pour éliminer une variété de polluants provenant du lixiviat (Li *et al.* 2011; Bouhezila *et al.* 2011; Ricordel & Djelah 2014; Dastyar *et al.* 2015).

La mise en oeuvre appropriée des procédés de coagulation-floculation et électrocoagulation dépend de la précision à laquelle les facteurs sont choisis. Quand on cherche à comprendre comment certains facteurs d'un procédé influencent son rendement, il est fréquent de recourir à une méthode classique qui fait varier un seul facteur à la fois. Cette méthode traditionnelle, appelée essais-erreurs, est imprécise et exige un nombre élevé d'essais. Elle ne permet pas d'atteindre l'optimum réel car l'interaction entre les variables n'est pas prise en considération. Une méthode plus fiable et plus robuste fait appel à l'analyse statistique et aux plans d'expériences. Dans le présent travail, nous avons mis en oeuvre un plan de surface et avons appliqué la méthodologie des surfaces de réponses (RSM), sigle d'origine anglo-saxonne pour Response Surface Methodology (Vivier 2002) pour optimiser l'efficacité des deux procédés étudiés. L'influence de différents facteurs sur l'efficacité des traitements appliqués a été recherchée et des modèles mathématiques ont été élaborés pour prédire les réponses étudiées. Il s'agit d'une méthodologie éprouvée pour traiter des problèmes d'optimisation. L'analyse de variance (ANOVA) fournit les résultats statistiques qui permettent aux chercheurs d'évaluer l'adéquation des modèles (Ghafari *et al.* 2009).

L'objectif de notre travail est la détermination de la composition des lixiviats provenant des Centres d'Enfouissement Technique (CET) de Tébessa et Asturias (Espagne), et l'identification des différents paramètres opératoires qui influencent l'efficacité des traitements utilisés: concentration en coagulant et pH pour la coagulation chimique et temps de réaction, pH, densité de courant et vitesse d'agitation pour l'électrocoagulation. Un plan composite centré (CCD) associé à la Méthodologie des Surfaces de Réponse (RSM) a été utilisé pour concevoir les expériences, et construire des modèles pour décrire la DCO et la turbidité qui constituent les deux réponses étudiées.

Cette thèse s'articule autour des trois parties suivantes:

La première partie, composée de trois chapitres, est dédiée à une revue bibliographique sur les déchets, l'exploitation du CET d'Asturias (Espagne) et les lixiviats en général, ainsi que leurs différentes techniques de traitement (Chap 1 et 2). Le troisième chapitre sera consacré à une présentation de l'intérêt des plans d'expériences par rapport à la méthode classique des essais-erreurs. Un certain nombre de généralités utiles pour une bonne compréhension des plans de surface et des divers outils statistiques seront présentées.

La deuxième partie sera consacrée aux méthodes d'analyse ainsi que les protocoles expérimentaux utilisés dans les traitements étudiés.

Dans la dernière partie, le chapitre cinq sera destiné à la détermination des caractéristiques de lixiviat et à l'optimisation des différents paramètres opératoires lors des traitements par coagulation- floculation, en utilisant la méthode classique et les plans de surface de réponse. Nous faisons une comparaison des différents résultats obtenus avec ceux rapportés dans la littérature.

En conclusion, nous ferons un bilan de ce travail et nous donnerons quelques recommandations

PARTIE 1



ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I

DECHETS ET CET

Introduction

Les déchets ménagers et assimilés, par leur volume, leur relative complexité (nature et comportement biochimique souvent plus variables dans le temps et l'espace) et leurs implications socio-économiques (ils concernent directement la totalité des ménages, des entreprises et des collectivités locales), représentent à ce titre une filière économique particulièrement intéressante à traiter au niveau ultime du stockage (Tourret 2005). L'enfouissement technique reste un mode important d'élimination des déchets. Mais ce constat ne doit pas nous faire oublier que la clé du problème environnemental posé réside dans le tri des déchets et la collecte sélective. La démarche « Zéro Déchet » est devenue au fil du temps une préoccupation majeure dans les pays développés. C'est ainsi que l'U.E. interdit 8 produits plastiques à usage unique et étend le principe "pollueur-payeur".

Un centre d'enfouissement technique doit permettre non seulement une gestion efficace des déchets mais aussi le traitement après drainage et récupération des deux effluents qui sont les biogaz et les lixiviats. Dans ce chapitre, on procédera à une présentation de la problématique des déchets solides et de son impact sur l'environnement.

I.1 Caractéristiques physiques des déchets ménagers et assimilés (DMA)

La caractérisation des déchets urbains est le premier acte à faire en vue d'une gestion efficace de celle-ci. Les principaux critères à prendre en compte pour la collecte et le transport sont (Mayster *et al.* 1994; Berthe 2006)

I. 1.1. Masse volumique:

La connaissance de la masse volumique des déchets est très importante pour le choix, d'une part, des moyens de pré-collecte, collecte ou transport des déchets, et d'autre part du type de traitement à préconiser. Dans certains pays en développement (PED), la masse volumique des déchets se situe entre 300 et 500 kg/m³, fortement supérieure à celle des pays développés (PD), comprise entre 100 et 200 kg/m³ (Tahraoui 2013).

En Algérie, le mode de consommation des ménages qui était basé essentiellement sur les produits frais (légumes et fruits) est en train de changer progressivement avec l'introduction des plats surgelés, plats précuits et produits de conserves, d'où une diminution de la matière organique au bénéfice des emballages. Les valeurs de la masse volumique des DMA générés dans les grandes agglomérations algériennes se situent entre 49 et 55 kg/m³ (Tahraoui 2013).

I.1.2. Humidité

Le Taux d'humidité représente le pourcentage en poids de l'eau contenue dans une masse de déchets solides frais, stockés à l'abri des intempéries et collectée dans un délai raisonnable. Il varie selon la nature des déchets (putrescibles, papiers, cartons, etc.), le lieu de production (zone urbaine ou rurale) et les saisons (pluviale ou sèche). Dans les PED, l'humidité des déchets se situe entre 60 % et 80 %. Elle provient de la forte proportion de matière organique qui oscille entre 60 % et 85 %. Le taux d'humidité des DMA des villes algériennes est compris entre 60 et 70 %, et est en baisse par rapport aux années précédentes où le taux d'humidité pouvait être supérieur à 80 % (Tahraoui 2013).

I.1.3. MVS (perte au feu)

Le taux de matières volatiles sèches (MVS) est déterminé par calcination de la matière sèche à 550°C pendant deux heures (Tahraoui 2013). Selon Ouamane 2016, les résultats d'analyses effectuées sur différents échantillons provenant de deux régions du pays (Nord et semi-aride) ont montré que les matières volatiles varient entre 57,6 % et 80,5 % et représentent en moyenne 67,7 % du poids sec des déchets. Cette moyenne est en bonne corrélation avec le pourcentage de matière organique des DMA des deux régions. Dans les PED, les teneurs en matières volatiles représentent 70 à 80 % de la masse sèche des déchets.

I.1.4. Teneur en cendres

Proportion pondérale de matières résistant à une calcination, la teneur en cendres est le complément à 100 % de la perte au feu. Un taux élevé de cendres indique la prédominance de la fraction minérale par rapport à la fraction organique. Ainsi, cette fraction peut contenir des argiles, du sable et même parfois du gravier mélangé à la matière organique (Ouamane 2016).

I.1.5. Teneur en carbone

Le taux de carbone du déchet est proportionnel à son taux de matières volatiles. Ce dernier peut aussi nous renseigner sur l'aptitude des ordures au compostage et sur la qualité du compost obtenu par le suivi du rapport carbone/azote (C/N). L'expérience montre que le rapport C/N dans les ordures fraîches se situe généralement entre 20 et 35. Après compostage, il se situe entre 10 et 25. En principe, dans un bon compost, le rapport C/N se situe entre 15 et 18. Il est très voisin de 10 dans un bon sol de culture (Sebti 2007; Boumechhour 2015).

I.2. Evolution de la composition des DMA

Aujourd'hui, force est de constater une mutation profonde du mode de vie et de consommation des ménages à l'échelle nationale. La matière organique enregistre en effet, depuis 1980, une baisse substantielle au profit d'autres produits d'emballages comme les

papiers et cartons, les plastiques et l'apparition de textiles sanitaires, (Figure I. 1). L'évolution de la nature des déchets entre 2010 et 2014 se résume comme suit:

- Matières putrescibles (à dominance organique): diminution par rapport à l'année 2010. 62,12 % en 2010 et à peine 54,4 % en 2014.
 - Papier-carton: pas de grand changement: ~10 %. Les cartons d'emballage de par leur volume, sont de moins en moins pris en charge par le service de collecte. La filière de récupération est en train de se mettre en place, d'où l'absence de cette matière en grande quantité dans les CET.
 - Textiles et textiles sanitaires (inerte): augmentation par rapport à l'année 2010 (environ 13 % en 2014 et à peine 10 % en 2010).
 - Plastique (tous types): forte augmentation en 2014 soit ~17 % contre 12 % en 2010.
- Ces constatations nous mènent à conclure que la solution aux dommages causés à l'environnement est à rechercher dans le recyclage des déchets.

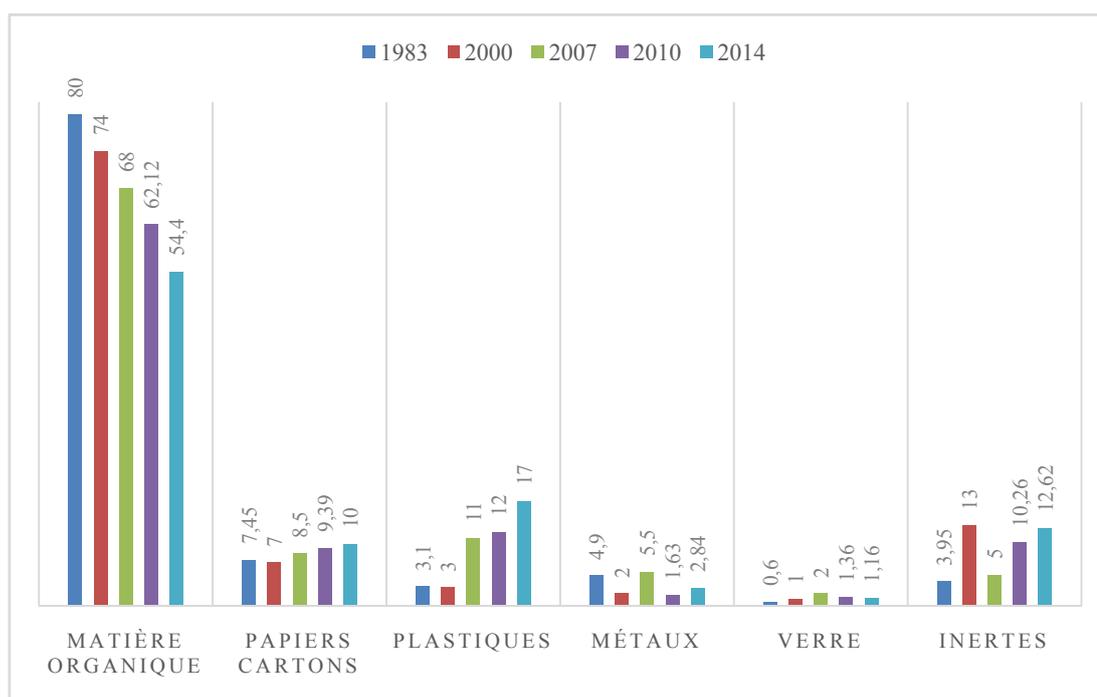


Figure I. 1: Évolution de la production des DMA en Algérie.

I. 3. Les grandes filières de traitement des ordures ménagères

Le but de la gestion de déchets est d'en assurer l'élimination, d'en réduire la production et surtout, de les valoriser (Balet 2005). Le choix des filières doit se faire en tenant compte du contexte régional (économique, géographique, pédoclimatique : lié au sol, au climat) (Koller ; 2009). La gestion des OM est actuellement organisée selon différents modes de traitement ou

de valorisation. Quatre grandes filières de traitement et d'élimination ont été développées. Celles-ci sont détaillées dans les paragraphes suivants (Aboulam 2005; Boumechhour 2015):

I.3. 1. Le compostage

Le compostage est souvent défini comme une bio-oxydation des matières organiques présentes provoquées par des micro-organismes indigènes en conditions contrôlées. En effet, dès que les conditions physico-chimiques (aération, humidité, température) le permettent, les micro-organismes constituent une flore complexe (bactéries, levures, champignons, etc.), qui se met en activité rapidement. Cette activité se traduit par une dégradation microbienne aérobie de la matière organique solide générant une chaleur intense responsable de la phase thermophile (élévation de la température des déchets à 70°C en moyenne). La montée de la température et la compétition microbienne permettent une hygiénisation du produit composté par une destruction des micro-organismes pathogènes et exercent une sélection sur la diversité microbiologique du compostage (Aboulam 2005; Boumechhour 2016).

I.3. 2. La valorisation matière

Parmi les déchets ménagers, plus de 50% en masse sont recyclables et 30% sont fermentescibles. La valorisation matière des DM peut s'effectuer de différentes façons (Grisey 2013; Haeusler et Berthoin 2015):

- La première forme est le réemploi, par exemple réutilisation d'une bouteille en verre, de palettes ou d'emballages.
- La deuxième forme est le recyclage, qui permet d'obtenir, à partir des déchets, des matières premières secondaires entrant dans la fabrication de nouveaux produits. Le recyclage implique qu'il n'y ait pas de mélange des déchets et donc nécessite un tri à la source.

I. 3. 3. L'incinération

Elle consiste à brûler les ordures ménagères dans des fours spéciaux afin d'en réduire le volume et la nocivité. Elle peut se faire avec ou sans valorisation de l'énergie produite. Vis-à-vis de l'incinération, la grandeur caractéristique la plus fréquemment utilisée est le pouvoir calorifique inférieur (PCI), ce procédé est utilisé pour des déchets ayant un PCI élevé ($PCI > 7200 \text{ KJ/Kg}$) et une teneur en eau relativement faible ($Hu < 50\%$). L'incinération est souvent couplée à une récupération d'énergie. En effet, la valorisation d'une tonne de déchets peut permettre de produire jusqu'à 500 kWh d'électricité (Balet 2005; ADEME 2012).

I. 3. 4. Méthanisation

C'est un procédé qui consiste à décomposer la fraction organique des déchets solides urbains dans un digesteur en présence des micro-organismes et en absence d'oxygène. Suite à cette décomposition il y a production du biogaz (mélange de gaz carbonique et de méthane) et

d'un résidu solide stable appelé "digestat". La méthanisation a un double intérêt. En effet, le biogaz obtenu peut être utilisé comme gaz combustible, et le digestat comme amendement organique (Sebti 2007).

I. 3. 5. La mise en décharge contrôlée

La mise en décharge est le procédé le plus largement utilisé pour les ordures ménagères et même pour certains déchets industriels, ce procédé permet certaines valorisations: récupération du gaz des décharges, récupération de terrains pour aménagements divers. Ce type de décharge obéit à un certain nombre de règles où toutes les précautions sont prises pour éviter toutes les nuisances engendrées par la mise en décharge (Boumechhour 2015). De préférence, la mise en décharge ne doit concerner que les déchets ultimes issus des ordures ménagères et des déchets industriels.

I. 4. Les Centres d'enfouissement technique (CET)

Le Centre d'Enfouissement Technique est une décharge spécialement conçue pour le stockage des déchets sans générer de pollution, grâce à un système d'étanchéité au fond de l'aire de stockage, un système de drainage et d'épuration des lixiviats, un système de récupération et d'élimination du biogaz, des équipements d'épandage, de compactage et de recouvrement des déchets. L'étanchéité est assurée par la superposition d'une géomembrane en Polyéthylène haute densité (PEHD) et d'un géotextile en matériaux synthétiques (Boumechhour 2015). Pour autoriser l'installation d'un CET (Figure I. 2), il faut passer par une étude d'impact sérieuse qui doit faire ressortir l'état initial du site et son environnement, les effets du projet sur le site, les raisons du choix et les mesures à prendre pour compenser ou réduire les effets négatifs.

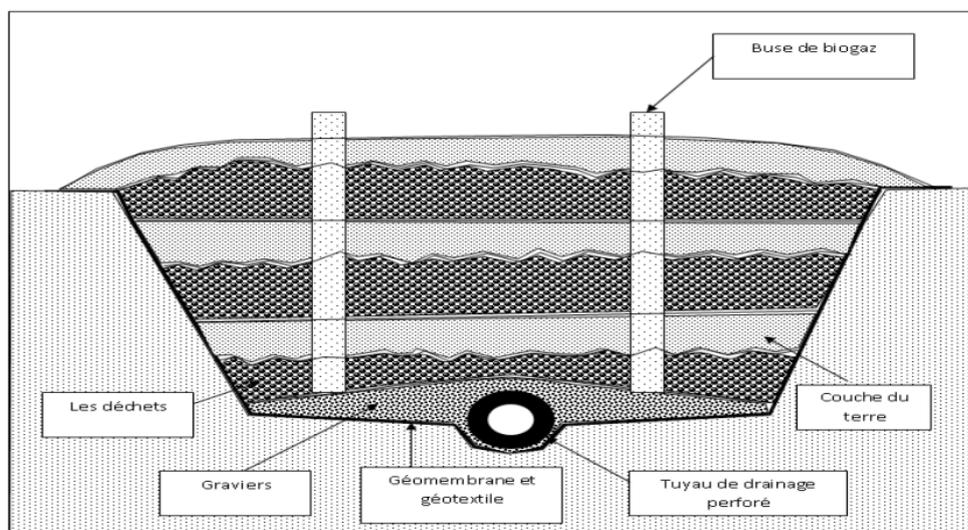


Figure I.2: Schéma représentatif d'un casier d'enfouissement technique (Lessoued 2009).

I.4. 1. Flux polluants générés par le CET

Nous décrivons les plus importants, à savoir les lixiviats et le biogaz (Grisey 2013):

- Le lixiviat est le produit liquide riche en matière organique, en sels minéraux et en bactéries, résultant de la réaction de certaines substances avec l'eau. Il se forme pendant l'infiltration d'eaux dans le centre de stockage en diluant la fraction liquide initiale du déchet. Le plus grand risque lié à la production de lixiviats est la contamination de la nappe phréatique. En cas de consommation d'eau polluée par les lixiviats, les risques encourus sont de graves intoxications pouvant entraîner des maladies irréversibles et la mort. Signalons également que la pollution des réserves d'eau potable par des micro-organismes pathogène peut provoquer des épidémies (Kouloughli 2007).

- **Le biogaz** est un gaz produit lors de la fermentation de la fraction organique des déchets. Il se compose essentiellement de méthane (CH₄) et de dioxyde de carbone (CO₂). Outre sa nuisance olfactive, il est potentiellement dangereux pour l'homme et l'environnement de par ses caractères inflammable et explosif. De ce fait, en cas de production importante, le biogaz est drainé puis acheminé vers une unité de valorisation énergétique (électricité...) ou à défaut détruit par combustion (torchère). À l'inverse lorsque la production est moindre et ne présente pas de danger, un réseau d'évents à biogaz, qui permet d'évacuer passivement le biogaz vers l'atmosphère, peut être mis en place (Grisey 2013).

I. 4.2. CET de Tébessa

Le CET est situé à 7 km au sud- est de la ville de Tébessa dont la population est d'environ 253000 habitants. Il s'étend sur une surface de 30 hectares avec une durée de vie estimée à 25 ans. Sa mise en exploitation a commencé le 8 décembre 2010.

En 2016, la quantité moyenne de déchets déversés dans ce centre est de 77000 tonnes. Actuellement la quantité de déchets déversés dans le CET de Tébessa dépasse 150 tonnes par jour. Les déchets ménagers enfouis sont constitués principalement de substances putrescibles (75% environ) et de déchets d'emballages (papiers cartons, textiles, plastiques) qui font l'objet de tri en vue de leur recyclage. La Figure I.3 donne la composition globale des déchets admis au CET de Tébessa.

Aujourd'hui, les communes qui déversent leur déchets au CET de Tébessa sont : Tébessa, Bakkaria, Boulhaf Dyr, El-Hammamet et El-malabiad. (Gherzouli *et al.* 2015). Les figures I.4 et I.5 montrent respectivement une vue du centre de tri et celle du casier d'enfouissement technique de Tébessa en exploitation avec son bassin de décantation des lixiviats.

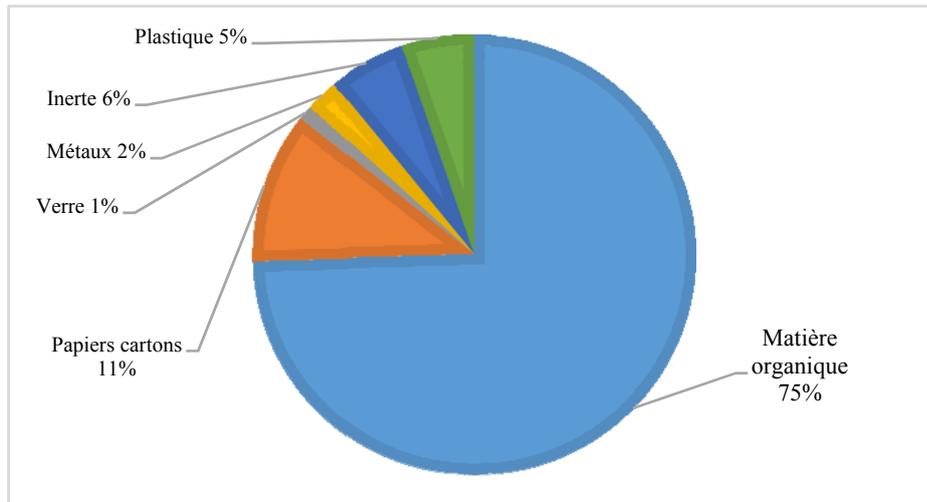


Figure I. 3 : Composition globale des déchets admis au CET de Tébessa.



Figure I. 4: Unité de tri des déchets au niveau du CET de Tébessa.



Figure I. 5: Centre d'enfouissement technique de Tébessa.

I. 4.3. CET d'Asturias (Espagne)

Asturies est une région située dans la côte nord de l'Espagne avec une population d'environ 1100 000 habitants et une superficie de 10500 km². La mise en décharge est en exploitation depuis janvier 1986.

Le CET géré par COGERSA, Consortium pour la gestion des déchets solides en Asturies, occupe une surface d'environ 250 hectares et reçoit environ 550 000 tonnes par an, avec une teneur en matière organique d'environ 38%.

La capacité de ce CET sera vraisemblablement épuisée d'ici 2020. La figure (I. 6) montre une vue du casier d'enfouissement technique d'Asturies en exploitation et le bassin de décantation des lixiviats.

Un système de collecte sélective est utilisé pour le verre, le papier / carton et les déchets d'emballage (on récupère environ 80 000 t/an). Un système de dégazage est utilisé pour récupérer jusqu'à 80% du biogaz produit lequel est utilisé pour générer de l'électricité (45 GWh/an). Environ 200000 m³ de lixiviat sont traités par Ultrafiltration, comme le montre la figure (I. 7) (Marañón *et al.* 2008; Fernández *et al.* 2014).



Figure I. 6: Centre d'enfouissement technique d'Asturies (Espagne).



Figure I. 7: Unité de traitement des lixiviats d'Asturies (Espagne).

Conclusion

L'Algérie doit s'intéresser à ce gisement d'énergie propre et durable et considérer la gestion des déchets comme un secteur de l'économie nationale à part entière à l'instar des

autres secteurs de l'industrie de production. Ce n'est qu'après l'intégration de ces déchets dans le circuit économique que nous pouvons économiser nos ressources et laisser un cadre de vie meilleur pour les générations futures.

Le Centre d'enfouissement technique devrait être considéré comme la dernière des solutions – lorsqu'il n'y a pas de solution au traitement des déchets – Le recyclage et une démarche « zéro déchet » restent le moyen le plus adapté pour faire face aux problèmes de détérioration de notre environnement. En attendant, il y a obligation de caractériser les flux polluants générés par les CET existants et travailler activement pour limiter leurs retombées sur l'environnement.

Chapitre II



TRAITEMENTS DES LIXIVIATS

Introduction

La nature et la composition des déchets, les conditions dans lesquelles ils ont été enfouis, le mode d'exploitation du site ou encore les conditions climatiques auxquelles ils sont soumis sont autant de paramètres qui ont une grande influence sur la nature et la quantité de lixiviats produits.

D'autre part, la composition des lixiviats varie sensiblement au cours du temps. Les lixiviats issus d'un centre d'enfouissement récent, encore en phase acide, sont différents de ceux issus d'un centre plus ancien en phase de méthanogénèse. Les lixiviats jeunes se caractérisent par une charge organique élevée assez facilement biodégradable (seuil $DBO_5/DCO > 0,3$) tandis que les lixiviats âgés ou stabilisés se caractérisent par une charge organique plutôt faible et sont en général réfractaires à la biodegradation (Christophe 2014). Le choix de la technique de traitement d'un lixiviat peut se révéler particulièrement difficile en raison de ses caractéristiques physico-chimiques variables dans le temps (Chtioui *et al.* 2008). Dans ce chapitre, un accent particulier est porté sur la caractérisation des lixiviats et la description des deux procédés de traitement des lixiviats étudiés, la coagulation chimique et l'électrocoagulation.

II. 1. Caractéristiques des lixiviats des sites d'enfouissement étudiés

Le débit et la composition des lixiviats sont influencés par différents paramètres tels que : la nature des déchets enterrés, l'âge de la décharge, le climat local (température, humidité, précipitations), le caractère géologique du site, le mode d'exploitation de la décharge (hauteur des déchets, degré de compacité), etc. (Xie *et al.* 2010). On distingue quatre étapes de décomposition des déchets dans une décharge au cours du temps (Kjeldsen *et al.* 2002):

- 1) la phase initiale aérobie;
- 2) la phase acidogène anaérobie;
- 3) la phase méthanogène initiale;

4) la phase méthanogène stable. Même après la phase de maturation stable d'une décharge, cette dernière continue à produire des lixiviats. Aux États-Unis, les décharges sont sous surveillance jusqu'à 30 ans suivant leur fermeture. On estime qu'après cette période, la décharge est complètement stable et qu'une surveillance intensive n'est plus nécessaire (Kjeldsen *et al.* 2002).

D'après Dia *et al.* (2016), la composition des lixiviats peut être divisée en quatre groupes: la matière organique dissoute, les macro-composés inorganiques, les métaux lourds et les composés organiques xénobiotiques. Il est à noter que les concentrations de ces différents

polluants peuvent varier fortement d'un site à un autre et même au sein d'une même décharge. De ce fait, il est difficile de définir une composition typique et universelle des lixiviats. Dans la littérature, les concentrations sont souvent données par intervalles de valeurs.

De nombreuses études ont mis en évidence la diminution de la concentration en polluants organiques (DCO et DBO₅) avec l'augmentation de l'âge de la décharge.

Les lixiviats dits « **jeunes** » sont caractérisés par de fortes concentrations en polluants organiques avec un grand pourcentage de matières biodégradables composées essentiellement d'acides gras volatiles. La teneur élevée en matière organique est due à la fermentation anaérobie des composés organiques lors de la phase acidogène. Au cours des processus de fermentation et de méthanisation, une grande partie de la pollution organique est dégradée par voie biologique par la flore microbienne présente dans la décharge (Kjeldsen *et al.* 2002).

Avec le temps, la décharge se stabilise, produisant ainsi un **lixiviat** « **mature** » ou « **stable** » caractérisé par une pollution organique qui présente une partie importante de composés réfractaires difficilement biodégradables. Le rapport de biodégradabilité (DBO₅/DCO) est généralement inférieur à 0,1 dans les lixiviats stables. Les substances humiques (acides humiques et fulviques) représentent la majeure partie de la pollution réfractaire des lixiviats (Dia *et al.* 2016).

D'après une étude de Christensen *et al.* (1998) réalisée sur un lixiviat en phase méthanogène, le carbone organique dissous (COD) est composé de 60% d'acide fulvique, 30% de composés hydrophiles et 10% d'acide humique. Entre les phases de méthanisation et de stabilisation, le **lixiviat** produit est dit « **intermédiaire** ». Il est caractérisé par un rapport de biodégradabilité compris entre 0,1 et 0,5 avec des concentrations en DCO généralement inférieures à 10 000 mg·L⁻¹.

L'humidité joue un rôle important sur la vitesse de décomposition des déchets (Wreford *et al.* 2000). Il s'avère que les déchets enterrés dans les régions arides se décomposent moins lentement par rapport aux déchets enfouis dans un sol qui reçoit beaucoup de précipitations (Kjeldsen *et al.* 2002).

Les lixiviats présentent généralement une bonne conductivité électrique liée à une forte concentration en ions Cl⁻ et NH₄⁺. Le pH acide obtenu lors de la phase acidogène donne un caractère agressif aux lixiviats et favorise ainsi la dissolution des composés minéraux (Kjeldsen *et al.* 2002). Contrairement à la matière organique, la concentration en azote ammoniacal ne baisse pas de manière significative au cours du temps. Même dans les lixiviats « **matures** », on retrouve des concentrations élevées en azote ammoniacal (Amokrane *et al.* 1997; Singh *et al.* 2012). Cela est dû en partie à l'ammonification de substances azotées comme les protéines et les acides aminés et le milieu anaérobie de la décharge qui ne favorise

pas les réactions de nitrification. De ce fait, la pollution azotée est considérée comme un polluant à long terme dans les décharges (Kjeldsen *et al.* 2002).

Une large variété de métaux toxiques (Cd, Cr, Cu, Pb, Ni, Zn) peut se rencontrer dans les lixiviats, à des concentrations faibles, pour la plupart inférieures aux normes en vigueur portant sur la qualité de l'eau potable (Kjeldsen *et al.* 2002; Oygard *et al.* 2004). Sur 20 décharges étudiées, les concentrations en métaux étaient pour la plupart inférieures à $1 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ (Dia *et al.* 2016). Ces faibles concentrations sont dues à une très faible proportion (0,02 %) de métaux lixiviés par rapport à la teneur initiale introduite dans la décharge (KJELDSEN *et al.* 2002). Ces faibles concentrations sont également attribuées à l'adsorption des métaux à la surface des colloïdes et à la co-précipitation des métaux avec certains composés organiques et inorganiques présents dans les lixiviats (Calace *et al.* 2001; Baun et Christensen, 2004). Ces métaux peuvent, par exemple, précipiter sous forme de sulfures et de carbonates. Ces composés sont généralement présents en quantités non négligeables dans les lixiviats (Kjeldsen *et al.* 2002).

De nombreuses études ont démontré la toxicité des lixiviats issus des sites d'enfouissement sanitaires (Oshode *et al.* 2008). Dia *et al.* 2016 ont rapporté que la concentration élevée en azote ammoniacal et la présence des microorganismes contribuent de façon considérable à la toxicité des lixiviats. Lors d'une étude de la population bactérienne d'un lixiviat, Oshode *et al.* (2008) ont recensé 112 espèces bactériennes appartenant à 17 genres différents. Certains microorganismes pathogènes recensés (*Bacillus cereus*, *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Clostridium sordelli*, etc.) produisent des substances toxiques dans le milieu. D'autres facteurs comme le pH, la conductivité et la présence de certains métaux lourds peuvent contribuer à la toxicité des lixiviats (Kjeldsen *et al.* 2002). Les lixiviats contiennent une large variété de composés xénobiotiques dont les plus fréquemment rencontrés sont les hydrocarbures aromatiques (benzène, toluène, éthylbenzène, xylènes, etc.) et les hydrocarbures halogénés comme le tétrachloroéthylène et le trichloréthylène (Kjeldsen *et al.* 2002).

II. 2. Procédés de traitement des lixiviats

Les procédés biologiques sont traditionnellement utilisés pour le traitement des lixiviats. Parmi les procédés biologiques couramment utilisés, on peut citer : le lagunage, les boues activées, les lits bactériens, etc. Les procédés biologiques présentent comme principal atout l'efficacité de traiter les polluants organiques biodégradables à faible coût (Kurniawan *et al.* 2010). Ils sont aussi efficaces pour le traitement des lixiviats issus des décharges «jeunes»

caractérisés par leur biodégradabilité. Cependant, leur utilisation est limitée pour l'épuration des lixiviats à forts pourcentages en composés bioréfractaires (Xiao *et al.* 2013).

Pour faire face à ce problème, quelques **procédés physico-chimiques** ont été expérimentés au cours de ces dernières années pour le traitement des lixiviats de sites d'enfouissement sanitaires. Les procédés membranaires, les procédés d'oxydation avancée et les procédés électrochimiques occupent une place importante parmi ces nouvelles technologies de traitement.

Les membranes filtrantes (microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration et osmose inverse) permettent de transférer les polluants d'une phase à une autre sans pour autant les dégrader. De plus, les phénomènes de colmatage des membranes rendent leur utilisation délicate (Renou *et al.* 2008).

Les procédés d'oxydation avancée permettent une dégradation partielle ou totale des polluants avec l'utilisation d'oxydants puissants comme l'ozone et le radical hydroxyle combinés avec les radiations ultraviolettes et les ultrasons. Malgré les bonnes efficacités des procédés d'oxydation avancée, ils nécessitent une grande consommation énergétique liée à l'utilisation des générateurs d'ozone, des lampes UV et des générateurs d'ultrasons (Lopez *et al.* 2004). Certains de ces procédés requièrent également une utilisation conséquente de peroxyde d'hydrogène et de sulfate ferreux (procédé Fenton). Quant aux **procédés électrochimiques**, ils permettent de générer de façon électrochimique des agents réactifs capables d'éliminer efficacement les polluants. Les avantages de tels procédés résident dans leurs aspects non polluants, leurs facilités d'automatisation, des temps de traitement réduits et des besoins en réactifs minimes (Drogué *et al.* 2007).

II. 2.1. Procédé de Coagulation-floculation

La coagulation-floculation est une technique relativement simple qui peut être utilisée avec succès pour le traitement de lixiviats âgés (Amokrane *et al.* 1997). Ce traitement se décompose en 3 étapes successives :

- **Coagulation**: déstabilisation électrostatique des particules colloïdales chargées négativement par addition d'un réactif chimique (sels de fer ou d'aluminium) sous une agitation vive. Les ions positifs sont étroitement collés au colloïde et forment la couche liée ou de STERN, qui attire à son tour des anions accompagnés d'une faible quantité des cations: c'est la couche diffuse ou de GOUY. Il y a donc formation d'une double couche ionique, l'une accompagnant la particule lors de ces déplacements, l'autre se déplaçant indépendamment ou avec un certain retard. Il existe entre ces deux couches un potentiel électrostatique ou de NERNST, qui varie en fonction de la distance par rapport à la surface du colloïde. La valeur

du potentiel à la surface de la couche de NERNST est appelé potentiel Zêta. Les colloïdes étant chargés négativement, ce potentiel est négatif. Les particules de potentiel Zêta négatif se repoussent très fortement. C'est pourquoi, les colloïdes sont très stables et inhibent toute agglomération. L'élimination des colloïdes passe donc par l'annulation du potentiel Zêta afin d'annuler les forces de répulsion (Dihang 2007). La double couche est schématisée sur la figure II.1.

- **La floculation**, sous agitation lente qui entraîne une agglomération des colloïdes «électriquement neutralisés » en floccs suite à l'injection d'agents floculants, tels que des cations portant plusieurs charges (exemples Fe^{3+} , Al^{3+}), des polymères synthétiques (par exemple des copolymères d'acrylamide et d'acide acrylique) ou même des substances naturelles telles que le jus de cactus (bio-floculant) [Abid *et Al.* 2018].

- **Une décantation** ou une **flotation** (selon les densités) afin de séparer les floccs (Zongo 2009; Boumechhour 2015).

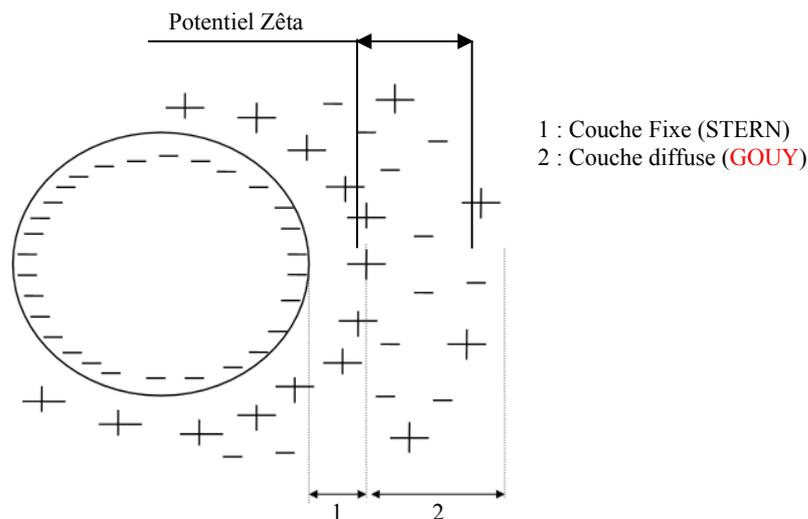


Figure II.1: Théorie de la double couche (Zongo 2009).

La coagulation-floculation permet à la fois l'élimination des matières en suspension colloïdales et aussi d'une partie de la matière organique par adsorption sur les floccs (Amir 2005). C'est donc un traitement physique qui permet d'éliminer tout ou partie des polluants des effluents notamment les métaux lourds, les micropolluants associés aux MES et les macromolécules colloïdales.

L'efficacité de la coagulation-floculation dépend de la nature du lixiviat à traiter. Nurfarahim *et al.* 2015 et Nofriady *et al.* 2017 ont rapporté que les coagulants conventionnels éliminent généralement de 10 à 25% de la DCO des lixiviats jeunes fortement biodégradables et de 50 à 65% des lixiviats stabilisés.

La coagulation-floculation entraîne parallèlement une **décoloration** du lixiviat, mais augmente la concentration dans l'eau traitée en chlorures, fer, ou aluminium, selon le sel utilisé pour la coagulation. Il est par ailleurs producteur de boues (20% de volume traité environ), et génère une coloration sensible (chlorure ferrique) [Lessoued 2009; Heddam *et al.* 2012].

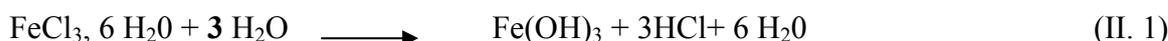
Afin d'optimiser la coagulation, il faut tenir compte de plusieurs variables en interrelation, comme le pH, les sels dissous, la température de l'eau, le coagulant utilisé, les conditions de mélange, la turbidité et la couleur (Boumechhour 2015).

II. 2.1.1. Les différents types de coagulants

Les coagulants sont des produits qui neutralisent les charges de surface des matières colloïdales. Les coagulants principalement utilisés pour déstabiliser les particules colloïdales sont à base de sels d'Aluminium ou de fer hydrolysable au pH voisin de la neutralité. Les coagulants les plus utilisés dans le traitement des eaux sont le sulfate d'Aluminium et le chlorure ferrique. Néanmoins, ces dernières années, des polymères d'Aluminium susceptibles d'être utilisés comme coagulants et ayant une plus grande efficacité, ont été développés tels que le polychlorure d'Aluminium (PAC) (Lee *et al.* 2012). On reproche toutefois aux ions Al^{3+} rejetés d'être responsable d'une majeure partie de la toxicité des sels d'aluminium.

a) Le chlorure ferrique

Le chlorure ferrique est généralement sous forme hexahydraté. Ce coagulant est aussi employé comme agent de précipitation du phosphate et comme agent de conditionnement de la boue. Il se dissocie au contact de l'eau pour donner l'hydroxyde de fer (équations II. 1).



Il est à noter qu'en fonction du pH et de la concentration du chlorure ferrique, la coagulation peut être obtenue par adsorption ou destabilization (Lee *et al.* 2012).

b) Les polymères d'Aluminium

Les polychlorures d'Aluminium (PAC) peuvent être obtenus par la neutralisation partielle d'une solution concentrée de $AlCl_3$ avec une base dans des conditions strictes. A pH faible, l'utilisation de sels d'Aluminium pourra conduire à la présence résiduelle d'Aluminium sous forme soluble dans l'eau traitée. En comparaison avec les sels de fer, les sels d'aluminium, se sont avérés efficaces à une dose inférieure, ils peuvent coaguler dans une gamme de pH plus large et former des floes plus lourds (Amokrane *et al.* 1997; Renou *et al.* 2008; Marañón *et al.* 2008).

II. 2. 2. Procédé d'électrocoagulation

Le procédé d'électrocoagulation (EC) est issu du procédé de coagulation chimique qui utilise des réactifs chimiques pour la coagulation des colloïdes présents dans les eaux. Pendant l'EC, les agents coagulants (Fe^{2+} et Al^{3+}) sont générés in situ de façon électrochimique en appliquant un courant électrique sur une anode sacrificielle en fer ou en aluminium (équations II. 2 et II. 3).



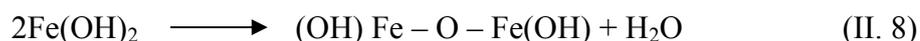
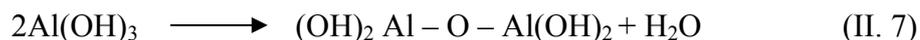
Les ions produits réagissent avec les ions hydroxydes (OH^-) présents dans la solution pour former des hydroxydes de fer ou d'aluminium (équations II. 4 et II. 5) (Drogui *et al.* 2007).



À la cathode, il y a formation du gaz H_2 qui entraîne la flottation des résidus métalliques (Équation II. 6) (Chen, 2004).



Le mécanisme d'EC dépend fortement de la nature chimique du milieu et plus particulièrement de sa conductivité (Mollah *et al.* 2001). Les hydroxydes métalliques formés lors des réactions, exprimées par les équations II. 4 et II. 5, s'impliquent dans des réactions de polymérisation. Ce qui conduit à la formation d'un précipité vert pour les hydroxydes de fer et d'une substance gélatineuse blanche pour les hydroxydes d'aluminium (Drogui *et al.* 2007). Les réactions de polymérisation peuvent être décrites par les équations II. 7 et 8. Les complexes polymériques formés sont capables d'éliminer les polluants dissous et insolubles par des phénomènes d'adsorption, de complexation ou de précipitation (Drogui *et al.* 2007).



Les ions de fer et d'aluminium peuvent générer également différentes espèces coagulantes de charge positive qui provoquent la déstabilisation et l'agglomération des particules et colloïdes chargés négativement. Par exemple, l'hydrolyse des ions Al^{3+} génère, sur une large gamme de valeurs de pH, des espèces comme $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$, $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_5^{2+}$ et

$\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_4^{2+}$. L'hydrolyse de ces dernières conduit à la formation de différentes espèces monomériques ou polymériques telles que $\text{Al}(\text{OH})^{2+}$, $\text{Al}(\text{OH})_2^+$, $\text{Al}_2(\text{OH})_2^{4+}$, $\text{Al}(\text{OH})_4^-$, $\text{Al}_6(\text{OH})_{15}^{3+}$, $\text{Al}_7(\text{OH})_{17}^{4+}$, etc. (MOLLAH *et al.* 2004). Un phénomène similaire est observé avec l'hydrolyse des ions ferriques. Selon le pH du milieu, il est possible de former l'espèce monomérique $\text{Fe}(\text{OH})_3$ et des espèces polymériques complexes comme $\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$, $\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_5(\text{OH})^{2+}$, $\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_4(\text{OH})_2^+$, $\text{Fe}_2(\text{H}_2\text{O})_8(\text{OH})_2^{4+}$ et $\text{Fe}_2(\text{H}_2\text{O})_6(\text{OH})_4^{4+}$ (MOLLAH *et al.* 2004). Les interactions ayant lieu dans un réacteur d'EC (mode batch) sont indiquées sur la figure II. 2.

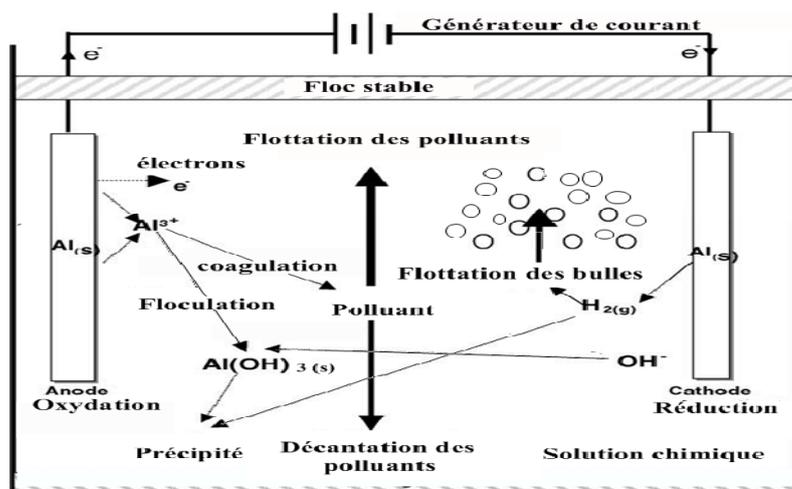


Figure II. 2: Schéma d'un procédé conventionnel d'électrocoagulation (Bennajah 2007).

La combinaison de différents phénomènes de dépollution (électro-oxydation, complexation, précipitation, flottation, coagulation et adsorption) rend ce procédé très efficace pour le traitement des polluants organiques et inorganiques (Drogui *et al.* 2007).

L'EC est également efficace pour l'élimination des grosses molécules (Dia *et al.* 2016). Ces molécules sont largement présentes dans les lixiviats «matures» et sont difficilement biodégradables par une filière biologique. Des études sur le traitement des lixiviats par EC ont été réalisées au cours de ces dernières années et ont des résultats intéressants en termes d'élimination de la DCO et de la couleur (Bouaouine *et al.* 2015; Boumechhour 2015; Dia *et al.* 2016; Moukorab *et al.* 2016; Rasool *et al.* 2016). En revanche, l'efficacité de l'EC sur l'élimination de la pollution azotée est relativement faible.

Dans les essais de laboratoire, l'EC est souvent réalisée dans une cellule électrolytique dans laquelle sont plongées les électrodes plates soumises à une différence de potentiel. Le fer, l'aluminium et leurs dérivés sont largement utilisés comme anode soluble pour former les coagulants. Ces deux éléments peuvent également faire office de cathode (Dia *et al.* 2016).

La disposition des électrodes peut se faire selon deux configurations: monopolaire ou bipolaire (Drogui *et al.* 2007).

Dans la configuration **monopolaire**, on a une succession d'anodes et de cathodes reliées respectivement aux bornes positive et négative du générateur. De ce fait, chaque électrode reçoit la même valeur de la tension et une fraction de l'intensité totale.

Dans la configuration **bipolaire**, seules les deux électrodes externes sont reliées aux bornes du générateur. Pour les autres électrodes intermédiaires, il se forme une anode dans une face et une cathode dans l'autre. Les deux configurations sont utilisées en traitement des eaux, cependant la configuration bipolaire est souvent préférée à cause de la simplicité des connexions et des faibles dissipations énergétiques dans le circuit externe (Drogui *et al.* 2007).

Parmi les paramètres qui influencent le traitement d'EC, on peut citer l'intensité appliquée, le type d'électrode, le pH, la conductivité, la distance inter-électrodes et le temps de traitement (Khandegar et Saroha, 2013).

Conclusion

Les lixiviats, de par leur nature liquide et leur composition, sont une source concentrée de polluants. Le plus grand risque est la contamination de la nappe phréatique. Ce chapitre montre que chaque procédé est efficace pour un type spécifique de pollution en ce qui concerne le traitement des lixiviats de décharges. La mise au point d'une méthode de traitement est un sujet de recherche d'actualité. Il n'existe pas de procédé unique d'épuration, mais la combinaison de plusieurs procédés (mécaniques, physiques, biologiques et chimiques) est indispensable pour des raisons liées à la nature des différents polluants.

Chapitre III



PLANS D'EXPERIENCES

Introduction

Au tout début d'une nouvelle étude, le chercheur conduit des expériences préliminaires destinées à cerner un ou plusieurs domaines expérimentaux, à s'assurer de la maîtrise du phénomène; à choisir les grandeurs qui lui serviront de réponses ultérieurement et en contrôler la répétabilité. Dans ce chapitre, nous allons nous intéresser aux deux méthodes d'expérimentation couramment utilisées dans les laboratoires: méthode traditionnelle dite des essais-erreurs et les plans d'expériences associés aux surfaces de réponse.

III. 1. Méthode traditionnelle des essais-erreurs

III. 1.1. Démarche

Traditionnellement, les essais sont effectués de manière séquentielle en faisant varier les facteurs d'entrée du système étudié l'un après l'autre sans planification préalable de l'ensemble des essais réalisés. Il en résulte que la décision d'arrêter ou de continuer les essais, repose essentiellement sur des résultats obtenus pas à pas. L'expérimentateur tente un premier essai, en tire des conclusions qui vont le conduire à un deuxième essai, et ainsi de suite, en faisant varier un seul facteur à la fois entre deux essais consécutifs. L'interprétation des résultats se fait donc pas à pas, en comparant le résultat de l'essai effectuée avec un résultat précédent, afin d'en déduire l'effet sur la réponse du paramètre dont le niveau vient d'être modifié. Cependant, compte tenu de la très grande complexité des phénomènes mis en jeu dans certains procédés, le développement par une méthode essais-erreurs est parfois inenvisageable (Wang *et al.* 2014). Il est alors indispensable d'avoir recours aux outils de connaissance scientifique structurés sous forme de modélisation multidimensionnelle. Dans ce cas, la méthode s'appuie sur l'expérimentation mais, on ne laisse pas le hasard choisir les expériences. Nous verrons par la suite, que ces outils permettent de fabriquer de l'expérience et d'en tirer de manière claire et simple de l'information (Karam 2004).

III. 1.2. Limite des méthodes traditionnelles d'essais-erreurs

Les essais classiques ne permettent pas toujours d'optimiser le produit ou le processus. En effet, le principe même des essais conduit le plus souvent à emprunter un chemin labyrinthique et s'arrêter dans le meilleur cas à la première solution jugée satisfaisante. Par la suite, la solution retenue n'est pas nécessairement optimale dans la mesure où d'autres solutions non explorées, auraient peut-être pu permettre d'atteindre de meilleures performances ou, pour des résultats identiques, d'obtenir une solution plus économique. Cette méthode ne met pas forcément en lumière les interactions entre les différents paramètres.

Certains effets ainsi calculés en comparant deux à deux les résultats d'essais, ne sont valables que pour des valeurs particulières des paramètres et ne peuvent souvent se transposer à d'autres conditions d'essais. De plus, les expérimentations selon les méthodes classiques ne permettent pas de tenir compte facilement de la variabilité des grandeurs observées, occasionnées par une multitude de sources de fluctuation (Karam 2004 ; Kumar & Bishnoi 2015). En définitive, ces méthodes:

- Conduisent à des conclusions nécessitant des remises en cause fréquentes,
- Impliquent une durée de campagne expérimentale parfois longue,
- Donnent une connaissance très relative des influences des facteurs,
- Ne permettent pas de prévoir de comportement du système étudié pour des valeurs non testés des paramètres,
- Manquent un peu de formalisme, de rigueur et de méthode pour capitaliser et valoriser l'expérience technique,

III.2. Méthodologie des plans d'expériences

Les plans d'expériences constituent essentiellement une stratégie de planification d'expériences afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique. La méthodologie des plans d'expériences se base sur le fait qu'une expérience convenablement organisée, conduira fréquemment à une analyse et à une interprétation statistique relativement simple des résultats (karam 2004). De nombreuses études consistent à trouver, s'il existe, un optimum dans un domaine d'étude appelé domaine expérimental. Les étapes d'une étude par plan d'expériences sont rappelées ici :

- Définition des objectifs et des réponses,
- Choix d'une stratégie expérimentale,
- Définition des facteurs,
- Définition du domaine expérimental,
- Définition du modèle empirique,
- Construction du plan d'expériences,
- Expérimentation,
- Analyse globale des résultats d'essais,
- Analyse mathématique des résultats d'essais,
- Analyse statistique du modèle,
- Analyse graphique du modèle,

- Validation du modèle et des informations obtenues.

Les plans d'expériences factoriels ne considéraient que deux niveaux d'étude par facteur et les modèles mathématiques utilisés étaient du premier degré (avec ou sans interactions) par rapport à chaque facteur. Ces plans sont les plus employés car ils permettent le criblage des facteurs et conduisent parfois à des modélisations simples mais suffisantes. Pourtant, il existe de nombreux cas où il est nécessaire d'avoir une bonne modélisation des phénomènes étudiés et où il faut passer à des modèles mathématiques du second degré. On fait alors appel aux plans pour surfaces de réponse (Jin *et al.* 2014).

III.3. Les plans de surface et la méthodologie des surfaces de réponse

Les plans de surface représentent un ensemble de techniques de planification d'expériences qui permettent de mieux comprendre et d'optimiser des réponses (Jin *et al.* 2014). La méthodologie des surfaces de réponse est souvent utilisée pour mettre au point des modèles une fois déterminés les facteurs les plus importants influençant la réponse étudiée. Une équation décrivant une surface de réponse se différencie de l'équation d'un plan factoriel par l'ajout de termes quadratiques qui permettent de modéliser une courbure dans la réponse (Rabier 2007 ; Abu Amr *et al.* 2014). Le modèle mathématique postulé utilisé avec les plans pour surfaces de réponse est un modèle du second degré avec interactions d'ordre 2 (Equations III.1 et III.2):

- Pour deux facteurs :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_{12}x_1x_2 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + \varepsilon \quad (\text{III. 1})$$

- Pour trois facteurs

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + \varepsilon \quad (\text{III. 2})$$

Il existe deux principaux types de plans de surface : les plans composites centrés et les plans de Box-Behnken (Goupy & Creighton 2006, Myers *et al.* 2009).

III. 3.1. Présentation des plans composites

Le plan composite centré (CCD) est le plan de surface de réponse le plus utilisé (Rabier 2007 ; Ghafari *et al.* 2009). Ils se prêtent bien au déroulement séquentiel d'une étude. La première partie de l'étude est un plan factoriel complet ou fractionnaire complété par des points au centre pour vérifier la validité du modèle (termes du premier degré et termes d'interactions). Si les tests de validation sont positifs (la réponse mesurée au centre du domaine est statistiquement égale à la réponse calculée au même point), l'étude s'achève le plus souvent, mais s'ils sont négatifs, on entreprend des essais supplémentaires pour établir un

modèle du second degré. Les essais supplémentaires sont représentés par des points d'expériences situés sur les axes de coordonnées et par de nouveaux points centraux. Les points situés sur les axes de coordonnées sont appelés les *points en étoile* (Goupy & Creighton 2006 ; Montgomery 2013 ; Farrokhi *et al.* 2015). Les plans composites présentent donc trois parties (Figure III.1):

- **Le plan factoriel** : c'est un plan factoriel complet ou fractionnaire à deux niveaux par facteurs. Les points expérimentaux sont aux sommets du domaine d'étude.
- **Le plan en étoile** : les points du plan en étoile sont sur les axes et ils sont, en général, tous situés à la même distance du centre du domaine d'étude.
- **Les points au centre du domaine d'étude** : On prévoit toujours des points expérimentaux situés au centre du domaine d'étude, et cela aussi bien pour les plans factoriels que pour les plans en étoile. Le nombre total n d'essais à réaliser est la somme des essais du plan factoriel (n_f), des essais du plan en étoile (n_a) et des essais au centre (n_0). Le nombre n des essais d'un plan composite est donné par la relation (Thuy & Lim 2011): $n = n_f + n_a + n_0$.

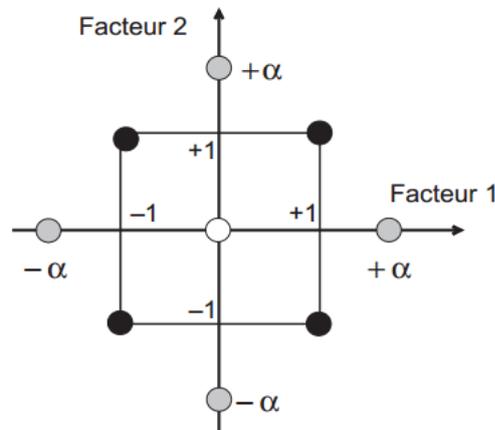


Figure III.1 : Plan composite pour l'étude de deux facteurs. Les points factoriels sont en noirs, les points en étoile sont en gris clair, les points centraux sont en blanc (Goupy & Creighton 2006).

III. 3.2. Présentation des plans de Box-Behnken

Box et Behnken ont proposé en 1960 ces plans qui permettent d'établir directement des modèles du second degré. Tous les facteurs ont trois niveaux : -1 , 0 et $+1$. Ces plans sont faciles à mettre en œuvre et possèdent la propriété de séquentialité. On peut entreprendre l'étude des k premiers facteurs en se réservant la possibilité d'en ajouter de nouveaux sans perdre les résultats des essais déjà effectués (Ghosh *et al.* 2014; Kumar & Bishnoi 2015).

Le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est construit sur un cube. Pour quatre facteurs ce plan est construit sur un hypercube à quatre dimensions. On place les points expérimentaux non pas aux sommets du cube ou de l'hypercube, mais au milieu des arêtes ou au centre des faces (carrés) ou au centre des cubes. Cette disposition a pour conséquence de répartir tous les points expérimentaux à égale distance du centre du domaine d'étude, donc sur une sphère ou sur une hypersphère suivant le nombre de dimensions. On ajoute des points au centre du domaine d'étude. Le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est illustré par la figure III.2. Le cube possède 12 points (expériences) au milieu des arêtes du cube. On a l'habitude d'ajouter des points d'expériences au centre du domaine d'étude, en général trois. Le plan de Box-Behnken pour 3 facteurs possède donc 12 + 3 essais, soit 15 essais (Goupy & Creighton 2006; Ferreira *et al.* 2007; Bezerra *et al.* 2008).

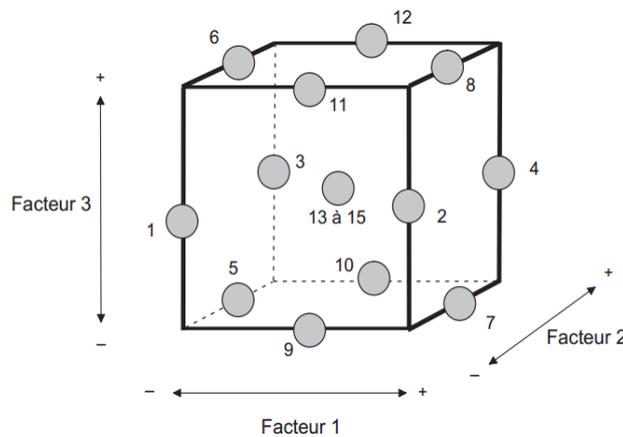


Figure III. 2 : Illustration du plan de Box-Behnken pour trois facteurs (Goupy & Creighton 2006).

Comme les plans de Box-Behnken comportent moins de points, leur coût est moindre que celui des plans composites centrés pour le même nombre de facteurs. Ils peuvent estimer efficacement les coefficients de premier et second ordre; toutefois, l'absence de plan factoriel les rend inappropriés pour les expériences séquentielles. Ils ne peuvent pas inclure d'essais provenant d'un plan factoriel.

Les plans de Box-Behnken comptent toujours 3 niveaux par facteur, contrairement aux plans composites centrés, qui peuvent en compter jusqu'à 5.

De même, au contraire des plans composites centrés, les plans de Box-Behnken n'incluent jamais d'essais dans lesquels l'ensemble des facteurs ont une valeur extrême, comme l'ensemble des valeurs faibles (Goupy & Creighton 2006; Ghosh *et al.* 2014).

III.4. Modélisation mathématique à priori de la réponse

III. 4.1. Modélisation mathématique

En l'absence de toute information sur la fonction qui lie la réponse aux facteurs, on se donne à priori une loi d'évolution dont la formulation la plus générale est la suivante (Equation III.3):

$$y = f(x_1, x_2, x_3, \dots, x_n) \quad (\text{III. 3})$$

Ce modèle est appelé le modèle à priori ou le modèle postulé. Les modèles établis sont des modèles de prévision valables dans le domaine d'étude, domaine que l'on doit toujours préciser. Ce ne sont donc pas des modèles théoriques basés sur des lois physico-chimiques ou mécaniques (karam 2004).

III. 4.2. Modélisation expérimentale

Deux compléments doivent être apportés au modèle purement mathématique précédemment décrit. Le premier complément est le manque d'ajustement. Cette expression traduit le fait que le modèle choisi par l'expérimentateur avant les expériences est probablement un peu différent du modèle réel qui régit le phénomène étudié. Il y a un écart entre ces deux modèles. Cet écart est le manque d'ajustement (LOF ou lack of fit en anglais). Le second complément est la prise en compte de la nature aléatoire de la réponse. En effet, dans le cas général, si l'on mesure plusieurs fois une réponse en un même point expérimental, on n'obtiendra pas exactement le même résultat. Il y a une dispersion des résultats. Les dispersions ainsi constatées sont appelées erreurs aléatoires ou erreurs expérimentales (pure error en anglais) et on les note par la lettre ε (Chattoraj *et al.* 2014).

III. 4.3. Logiciels de planification d'expériences

Les logiciels de planification d'expériences possèdent des bibliothèques de plans classiques et ils permettent aussi de construire des plans particuliers. On peut réaliser le calcul des coefficients avec un tableur, mais cela nécessite de la programmation et du temps. Il est donc préférable d'utiliser un logiciel adapté qui effectue non seulement le calcul des coefficients mais aussi les calculs statistiques permettant d'évaluer la qualité du modèle mathématique. Les logiciels des plans d'expériences sont aussi programmés pour calculer des réponses dans tous les domaines d'étude, pour effectuer les analyses de variance, pour tracer des courbes iso-réponses, pour construire les surfaces de réponses et pour déterminer les zones d'intérêt. Cet ensemble de possibilités permet d'effectuer de multiples analyses et de regarder ces données sous tous les angles. On arrive ainsi à extraire, en peu de temps, toute l'information présente dans les résultats d'un plan d'expériences. Nous indiquons ci-après les

principaux logiciels des plans d'expériences: Minitab; JMP; Statgraphics; Modde; Statistica... (Goupy 2006; Bouzaouit 2016).

III. 4. 4. Inclure ou exclure un terme du modèle

Le choix des termes à inclure ou exclure dans un modèle de surface de réponse est important. Plusieurs éléments peuvent influencer sur la décision. En général, la première étape de l'exclusion d'un terme consiste à observer sa valeur de P. Si la valeur de P est inférieure au niveau de signification (α), le terme doit rester dans le modèle. Dans ce cas, nous dirons que ce paramètre a une influence significative au seuil de signification α . Même si la valeur de P est inférieure au niveau d' α , on peut songer à exclure le terme. Mais on doit d'abord considérer les points suivants (Abu Amr *et al.* 2014 ; Kumar & Bishnoi 2015):

- En quoi l'exclusion du terme modifie les valeurs R^2 ajusté et S. Si l'exclusion du terme diminue la valeur R^2 ajusté et augmente S, le terme doit rester dans le modèle.
- En quoi l'exclusion d'un terme influe sur l'inadéquation de l'ajustement ? Nous pouvons déterminer l'inadéquation de l'ajustement en évaluant les valeurs résiduelles.
- En quoi l'exclusion d'un terme de niveau inférieur influe sur la hiérarchie du modèle ? Dans un modèle hiérarchique, tous les termes d'ordre inférieur qui comprennent les termes d'ordre supérieur apparaissent aussi dans le modèle. Par exemple, un modèle qui comprend le terme d'interaction $a*b*c$ est hiérarchique s'il comprend les termes suivants: a, b, c, $a*b$, $a*c$ et $b*c$.

Les modèles de surface de réponse doivent être hiérarchiques si l'on souhaite produire une équation en unités non codées (ou naturelles). Ces considérations sont toutes d'ordre statistique. Nous pouvons même, parfois, pour de sérieuses raisons techniques ou scientifiques, inclure un terme dans un modèle même s'il ne semble pas significatif. Des connaissances à la fois techniques et statistiques doivent par conséquent guider les décisions.

III. 4.5. Ajustement des termes dans un plan de surface de réponse

Le modèle choisit détermine quels termes sont ajustés et s'il est possible ou non de modéliser des aspects linéaires ou curvilignes de la surface de réponse. Si l'on inclut n'importe quel terme de second ordre (carrés ou interactions), il devient possible de modéliser des données curvilignes. Pour gagner du temps dans la spécification du modèle, on peut choisir, dans le cas du logiciel Minitab par exemple, un type de modèle dans la boîte de dialogue *Termes* de façon à ce que Minitab ajuste un certain ensemble de termes ((karam 2004; Kumar & Bishnoi 2015). Le tableau III.1 indique les termes qui sont ajustés pour

chaque type de modèle. On peut ajouter ou supprimer des termes dans chacun de ces ensembles afin d'indiquer le modèle exact souhaité.

Tableau III.1: Termes ajustés pour chaque type de modèle.

Type de modèle	Termes
Linéaire	a b c d
Linéaire et carrés	a b c d a*a b*b c*c d*d
Linéaire et interactions à deux facteurs	a b c d a*b a*c a*d b*c b*d c*d
Quadratique complet (par défaut)	a b c d a*a b*b c*c d*d a*b a*c a*d b*c b*d c*d

III.5. Analyse d'un plan de surface de réponse

Afin de juger de la qualité du modèle ajusté, des analyses statistiques (ANOVA) sont indispensables et sont prises en charge dans la plupart des logiciels du marché (Ghafari *et al.* 2009):

III. 5.1. Valeur de p - Modèle

La valeur de p (*p-value*) est la probabilité qui mesure le degré de certitude. Pour déterminer les effets qui sont statistiquement significatifs dans le modèle, la valeur de p du modèle est comparée à un seuil de signification. En général, un seuil de signification (noté alpha ou α) de 0,05 fonctionne bien. Un seuil de signification de 0,05 indique 5 % de risques de conclure à tort que le modèle explique la variation dans la réponse (Vivier 2002, Thuy & Lim 2011).

- Si la valeur de p est inférieure ou égale au seuil de signification ($p \leq \alpha$), nous pouvons en conclure que le modèle explique la variation dans la réponse.
- Si la valeur de p est supérieure au seuil de signification ($p > \alpha$), nous ne pouvons pas conclure que le modèle explique la variation dans la réponse. Il est sans doute nécessaire d'ajuster un nouveau modèle.

III. 5.2. Valeur de p - Facteurs, interactions et groupes de termes

L'interprétation dépend du type de terme concerné, et si un terme d'un modèle est statistiquement significatif ou pas. Les interprétations sont les suivantes:

- Si un terme d'interaction est significatif, nous pouvons en conclure que la relation entre un facteur et la réponse dépend des autres facteurs du terme.
- Si un terme quadratique est significatif, nous pouvons en conclure que la surface de réponse présente une courbure.
- Si un groupe de termes est statistiquement significatif, nous pouvons en conclure qu'au moins un des termes dans le groupe a un effet sur la réponse. Lorsque nous nous fondons sur la signification statistique pour choisir les termes à conserver dans un modèle, nous n'enlevons généralement pas des groupes entiers de termes en même temps. La signification statistique de termes individuels peut varier selon les termes du modèle (Farrokhi *et al.* 2015).

III. 5.3. P inadéquation ou le manque d'ajustement (LOF)

Un modèle de régression présente une inadéquation de l'ajustement lorsqu'il n'est pas capable de décrire correctement les relations fonctionnelles entre les facteurs expérimentaux et la réponse. Pour déterminer si le modèle rend correctement compte de la relation entre la réponse et les prédicteurs, on compare la valeur de p du test d'inadéquation de l'ajustement au seuil de signification considéré (généralement 5%) pour évaluer l'hypothèse nulle. L'hypothèse nulle pour le test d'inadéquation de l'ajustement est valide lorsque le modèle rend correctement compte de la relation entre la réponse et les prédicteurs (Ghafari *et al.* 2009; Thuy and Lim, 2011).

- **Valeur de $p \leq \alpha$** : l'inadéquation de l'ajustement est statistiquement significative. Si la valeur de p est inférieure ou égale au seuil de signification, le modèle ne semble alors pas bien adapté aux données, et nous devons peut-être envisager de prendre en compte des termes d'ordre supérieur de prédicteurs existants, ou des prédicteurs supplémentaires, afin d'obtenir un meilleur ajustement aux données.

- **Valeur de $p > \alpha$** : l'inadéquation de l'ajustement n'est pas statistiquement significative. Si la valeur de p est supérieure au seuil de signification, le test ne détecte aucune inadéquation de l'ajustement (Long *et al.* 2017).

III. 5.4. L'écart type S

Il est utilisé pour évaluer la capacité du modèle à décrire la réponse. Il est mesuré dans les unités de la variable de réponse et représente l'écart type de la distance entre les valeurs de données et les valeurs ajustées. Plus S est petit, mieux le modèle décrit la réponse (Abu Amr *et al.* 2014).

III. 5.5. Le coefficient de détermination (R^2)

C'est le pourcentage de la variation de la réponse expliqué par sa relation avec une ou plusieurs variables de prédiction. Cette valeur est calculée comme 1 moins le rapport de la somme des carrés de l'erreur (variation non expliquée par le modèle) sur la somme totale des carrés (variation totale du modèle). Plus la valeur R^2 est élevée, plus le modèle est ajusté aux données. R^2 est toujours compris entre 0 et 100 % et devrait être supérieur à 0,8 pour un modèle raisonnable. (Ghafari *et al.* 2009; Abu Amr *et al.* 2014 ; Smaoui *et al.* 2016).

III. 5.6. Le R^2 ajusté

Le R^2 ajusté est une version modifiée du R^2 , il est ajusté pour tenir compte du nombre de prédicteurs dans le modèle. Le R^2 ajusté est utilisé pour comparer les modèles avec un nombre de prédicteurs différents. Il est toujours inférieur au R^2 . Le R^2 prévu devrait être en accord raisonnable avec le R^2 ajusté (Thuy & Lim 2011; Long *et al.* 2017).

III. 5.7. La somme des carrés de l'erreur de prévision (*Prediction error sum of squares*)

Il permet d'évaluer la capacité de prévision du modèle. En général, plus la valeur de La somme des carrés de l'erreur de prévision (PRESS) est petite, meilleure est la capacité de prévision du modèle. La valeur de PRESS est utilisée pour calculer le R^2 prévu (Djafarzadeh *et al.* 2014; Xu 2017).

III. 5.8. Le R^2 prévu

Il permet de déterminer la capacité du modèle à prédire de nouvelles observations. Plus la valeur du R^2 prévu est élevée, plus la capacité de prévision du modèle est importante (Ghosh *et al.* 2014). La valeur du R^2 prévu est comprise entre 0 et 100 %. Une valeur de R^2 prévu considérablement inférieure à R^2 peut être un signe de surajustement du modèle. Un modèle est dit surajusté lorsqu'il inclut des termes pour des effets qui ne sont pas importants dans la population (Ghafari *et al.* 2009). Son expression en fonction de PRESS est la suivante:

$$R^2_{\text{prevu}} = 1 - \text{PRESS}/\text{SST} \quad (\text{III.4})$$

Où SST représente la somme totale des carrés (*Total Sum of Squares*)

III.6. Analyse graphique des résultats

Les graphiques sont avant tout un outil d'aide à l'interprétation des résultats mais, ils permettent également de manière plus communicative lors d'une réunion de tirer plus rapidement des conclusions et ainsi d'orienter la poursuite d'une étude (karam 2004; Smaoui

et al. 2016). Un des avantages des plans d'expériences est la présentation des résultats sous forme graphique.

III. 6.1. Courbes iso-réponse (graphique de contour)

Un graphique de contour affiche une vue en deux dimensions de la surface, où les points ayant la même réponse sont reliés pour produire des lignes de contour de réponses constantes. Les graphiques de contour permettent d'établir les valeurs de réponses et les conditions d'exploitation souhaitables (Smaoui *et al.* 2016).

III. 6.2. Diagramme de surface en 3D

Un diagramme de surface en 3D affiche une vue en trois dimensions de la surface. Comme les graphiques de contour, ils permettent d'établir les valeurs de réponses et les conditions d'utilisation souhaitables. Les diagrammes de surface en 3D peuvent donner une image plus claire de la surface de réponse que les graphiques de contour (Smaoui *et al.* 2016).

III. 6.3. Courbes d'isoréponse superposées

Les graphiques d'isoréponse superposés permettent d'identifier visuellement les variables réalisables pour plusieurs réponses pour un modèle. Les valeurs de variables réalisables pour une réponse peuvent être loin d'être réalisables pour une réponse différente. On peut utiliser des graphiques de contour superposés pour étudier l'ensemble des réponses en même temps (Farrokhi *et al.* 2015; Bouzaouit 2016).

III. 6.4. Le diagramme d'optimisation (fonction de désirabilité)

C'est un outil d'optimisation des réponses qui illustre les effets de différents paramètres expérimentaux sur les réponses prévues dans le cadre d'un plan factoriel ou d'un plan de surface de réponse (Ghafari *et al.* 2009 ; Khan 2013).

L'optimisation des réponses permet d'identifier la combinaison des paramètres de variables qui optimisent conjointement une réponse unique ou un ensemble de réponses. Ceci est utile lorsqu'on doit évaluer l'impact de plusieurs variables sur une réponse (Goupy & Creighton 2006; Montgomery 2013).

Dans Minitab, on peut utiliser l'optimisation des réponses pour rechercher des réponses optimales en fonction de contraintes déterminées : Minimiser la réponse (préférer la valeur minimale, par exemple le coût); Cibler la réponse (préférer la cible, par exemple la dimension de la pièce); Maximiser la réponse (préférer la valeur maximale, par exemple le goût).

Minitab calcule une désirabilité individuelle pour chaque réponse et pondère chacune d'elles en fonction de l'importance attribuée à la réponse. Ces valeurs sont combinées afin que

soit déterminée la désirabilité composite ou globale du système multi-réponse. Une solution optimale apparaît lorsque la désirabilité composite atteint son niveau maximum.

La désirabilité individuelle et la désirabilité composite déterminent dans quelle mesure une combinaison de variables satisfait aux objectifs définis pour les réponses. La désirabilité individuelle (d) évalue dans quelle mesure les paramètres optimisent une réponse unique, tandis que la désirabilité composite (D) évalue dans quelle mesure les paramètres optimisent un ensemble de réponses globalement.

La désirabilité est comprise entre zéro et un. Un (1) représente le cas idéal ; zéro (0) indique qu'une ou plusieurs réponses se situent en dehors des limites acceptables (Goupy & Creighton 2006; Ferreira *et al.* 2007; Khan 2013; Bouzaouit 2016).

Conclusion

La méthode d'expérimentation choisie doit faciliter l'interprétation des résultats. Elle doit également minimiser le nombre des essais sans toutefois sacrifier la qualité. Les plans d'expériences associés aux surfaces de réponse assurent les conditions pour lesquelles on obtient la meilleure précision possible avec le minimum d'essais. On a donc le maximum d'efficacité avec le minimum d'expériences et par conséquent le coût minimum.

PARTIE 2



MATERIEL ET METHODES

Chapitre I



DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

I. 1. Caractérisation des lixiviats

Pour les besoins de notre étude, nous avons effectué plusieurs prélèvements de lixiviats issus de deux centres d'enfouissement technique durant des périodes ensoleillées, ce qui minimise toute dilution par des eaux de pluie et tout phénomène de lessivage qui augmenterait les teneurs des éléments facilement mobilisables.

Les échantillons de lixiviat ont été prélevés à une température ambiante variant entre 22 et 25 °C, durant la période allant du mois d'Avril à Juin 2016.

Les lixiviats du centre de Tébessa, sont sélectionnés pour le traitement par électrocoagulation. Ceux du centre d'Asturias (Espagne) sont traités par coagulation-floculation.

Tous les échantillons de lixiviat ont été prélevés du bassin de décantation des deux sites dans des récipients en plastique de 20 L, transportés au laboratoire et stockés à 4°C de manière à limiter toute activité biologique (Figure I.1).

Les analyses physico-chimiques ont été effectuées en trois exemplaires en conformité avec la méthode standard pour l'examen de l'eau et des eaux usées (APHA 1998). Les conditions opératoires des différents procédés sont présentées dans les sections développées plus bas.



Figure I.1 : Point de prélèvement (Bassin de décantation).

I. 2. Traitement des lixiviats

Les performances de la coagulation chimique et l'électrocoagulation ont été évaluées sur des lixiviats qui proviennent des CET de Tébessa et d'Asturias.

I. 2.1. Coagulation-floculation

Dans la présente étude, le chlorure ferrique hexahydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ de concentration 40 g Fe/L) et le polychlorure d'aluminium (la solution mère contient 18% de PAC) ont été utilisés pour le traitement des lixiviats de la décharge d'Asturias.

Le pH, la conductivité et la turbidité ont été mesurés en utilisant un pH-mètre de marque CRISON pH 25 00514, un conductimètre de type CRISON CM 35 91313 (CRISON Instruments, Espagne) et un turbidimètre de marque Eutech Instruments modèle TN-100 (Singapour).

La DBO_5 a été mesurée par la méthode de Warburg (APHA, 1998).

La demande chimique en oxygène a été déterminée selon la méthode 5220 D (reflux fermé, méthode colorimétrique) (APHA, 1998) à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible de marque Perkin Elmer (Waltham, Massachusetts), modèle Lambda 35.

Les métaux ont été déterminés en utilisant un spectrophotomètre d'absorption atomique Perkin Elmer Modèle PinAAcle 900F, après digestion par micro-ondes avec HNO_3 et H_2O_2 .

La procédure de coagulation-floculation a été réalisée dans un appareil de Jar test (figure I. 2) équipé de six Bechers de capacité 1 litre. Un volume de 500 ml du lixiviat est traité pendant 20 min. Le pH est ajusté par ajout d'acide chlorhydrique (HCl).

Le traitement est réalisé en trois phases successives :

- **Une phase initiale** avec une agitation rapide de 180 tr/min pendant 3 minutes : c'est dans cette phase où a lieu l'ajout du coagulant.

- **Une phase lente** où la vitesse d'agitation est réduite jusqu'à 40 tr/min pendant 17 minutes (le temps de floculation).

- **Une phase finale** de repos d'une heure, qui correspond à la décantation des floes. Le surnageant est retiré du Becher et analysé. Comme le pH initial et la dose de coagulant sont les paramètres les plus importants dans l'exploitation de la coagulation chimique (Boumechhour 2015), nous avons optimisé ces deux paramètres en mesurant le taux d'abattement de la DCO et la turbidité.



Figure I.2 : Photo illustrant l'essai de coagulation sur jar-test.

I. 2.2. Electrocoagulation

Le dispositif d'électrocoagulation utilisé au cours de cette étude est illustré par la figure (I.3).

Le pH, la conductivité et la turbidité ont été mesurés en utilisant respectivement un pH-mètre Adwa AD 110 (*Adwa Instruments, Hungary Kft.*), un conductimètre HANNA HI 8733 (HANNA instruments, India) et un turbidimètre WTW Turb 555 IR (Expotech, USA).

La DBO₅ a été mesurée par la méthode de Warburg (WTW, Expotech, USA).

La demande chimique en oxygène a été déterminée selon la méthode 5220 D (reflux fermé, méthode colorimétrique) (APHA, 1998) à l'aide d'un réacteur HACH DRB 200 (Loveland, USA) et un spectrophotomètre UV-Visible de marque SpectroScan 80DV (*Biotech Co. Ltd. UK*).

Le réacteur utilisé est une cellule d'électrocoagulation d'une géométrie cylindrique et d'une capacité volumétrique de 600 ml. Un volume de 400 ml du lixiviat est traité pendant 75 min, avec une distance inter-électrodes constante de 3,1 cm. Les électrodes utilisées sont en Aluminium de dimension 0,3×2,4×6,1 cm correspondant à une surface active de 34,4 cm².

Nous avons conçu cette cellule d'électrocoagulation en la dotant d'un filtre en plastique qui permet de piéger les floccs formés par un mécanisme de flottation. Ce filtre de diamètre 1,5 à 2 mm contribue à l'amélioration de la performance de l'électrocoagulation dans le traitement du lixiviat (Boumechhour 2016).

L'anode et la cathode sont reliées à un générateur de courant de marque PHYWE Systeme GmbH & Co. KG, Allemagne, débitant une intensité maximale de 2 A sous une tension de 12 V. Les électrodes sont placées à 2 cm du fond du réacteur. Le mélange de la

solution dans la cellule électrolytique est assuré par un agitateur magnétique (AREX, VELP Scientific Inc., USA) placé au dessous de la cuve.

Au cours de ce traitement des prélèvements d'échantillons ont été effectués afin de déterminer les rendements d'abattement de la DCO et la turbidité. Le pourcentage d'abattement est calculé selon l'équation (I. 1):

$$R (\%) = \frac{(DCO_0 - DCO_f)}{DCO_0} \cdot 100 \quad (I.1)$$



Figure I. 3: Dispositif expérimental d'électrocoagulation utilisé.

Chapitre II



PLAN D'EXPERIENCES

II. 1. Modélisation et analyse de données

La méthode des surfaces de réponses passe par trois étapes : la construction du plan expérimental, la modélisation de la réponse et les représentations graphiques. On peut avoir une bonne approximation de cette relation par un polynôme de second degré qui permet de décrire les phénomènes étudiés (Ghanbari 2014). Ce modèle inclut les effets linéaires, les effets d'interaction et les effets quadratiques des facteurs (Equation II.1). Il peut s'écrire de la manière suivante:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^k \beta_i x_i + \sum_{i=1}^k \sum_{j=i+1}^k \beta_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^k \beta_{ii} x_i^2 + \varepsilon \quad (\text{II. 1})$$

Où Y représente la fonction de réponse, β_0 est la constante polynomiale qui exprime l'effet moyen général, β_i , β_{ii} et β_{ij} sont les coefficients des effets linéaires, quadratiques et interaction respectivement, x_i et x_j représentent les variables codées indépendantes et ε le terme d'erreur (Chattoraj *et al.* 2014; Ghosh *et al.* 2014).

Une fois la modélisation effectuée, il faut valider les modèles obtenus. Pour cela, des paramètres statistiques (ANOVA) sont à considérer tel que : le coefficient de détermination R^2 , R^2 ajusté, R^2 prévu, l'écart type S, inadéquation de l'ajustement, la valeur de P et la somme des carrés de l'erreur de prévision (PRESS).

Finalement, des expériences de confirmations ont été effectuées en trois exemplaires en utilisant les résultats optimisés numériquement pour valider les modèles trouvés. Dans le but d'évaluer la précision des modèles, les résultats expérimentaux observés ont été comparés avec ceux prédits par le modèle.

II. 2. Création d'un plan composite centré (CCD)

La matrice d'expériences a été générée à l'aide du logiciel Minitab 16 (Minitab Inc., State College, Pennsylvania) pour déterminer les coefficients des polynômes pour chaque réponse.

II. 2.1. Coagulation- floculation par FeCl₃

Les doses de FeCl₃ • 6H₂O explorées vont de 0,6 à 1,0 g/L tandis que le pH est varié de 4,8 et 5,8. La solution mère du coagulant utilisé contient une concentration de 40 g Fe/L. Les domaines explorés pour ces facteurs sont choisis sur la base des travaux publiés (Khalil *et al.* 2015; Boumechhour 2015; Kumar & Bishnoi 2015; Verma & Kumar 2016).

Le CCD réalisé comporte 13 essais avec 4 points factoriels (± 1), 4 points en étoile ($\alpha \pm 1,414$) et 4 points au centre (0). Sachant que alpha (α) est la distance de chaque point axial (également appelé étoile) par rapport au centre dans un plan composite centré (Thuy & Lim 2011). Le plan est exécuté et les résultats des essais sont rassemblés dans le tableau (III.1). Les niveaux haut et bas de chaque facteur sont définis comme l'indique le tableau (II.1).

Tableau II.1 : Domaine de variation des paramètres étudiés lors de la coagulation par FeCl₃.

Niveaux codés					
Variable indépendante	-1,414	-1	0	+1	+1,414
Niveaux en valeurs réelles					
pH	4,80	5,00	5,30	5,50	5,80
Dose du coagulant (g/L)	0,60	0,65	0,80	0,95	1,00

Avec:

$$(-\alpha) = X_{\min}$$

$$(-1) = \frac{(\alpha-1)X_{\max}+(\alpha+1)X_{\min}}{2,828} \quad (\text{avec } \alpha= 1,41421)$$

$$(0) = \frac{(-\alpha)+(+\alpha)}{2}$$

$$(+1) = \frac{(\alpha-1)X_{\min}+(\alpha+1)X_{\max}}{2,828} \quad (\text{avec } \alpha= 1,41421)$$

$$(+\alpha) = X_{\max}$$

II. 2.2. Coagulation- floculation par PAC

La dose du coagulant et le pH, varient de 5 à 6 g/L, et 6,7 à 7,5 respectivement, et ont été optimisés pour une réduction maximale des deux réponses (DCO et turbidité) en utilisant le PCC. Ces valeurs sont également choisies en nous basant sur des recherches précédentes (Ghafari *et al.* 2009; Marañón *et al.* 2010; Thuy & Lim 2011; Farrokhi *et al.* 2015) ainsi qu'après un grand nombre d'essais.

Le CCD réalisé comporte 13 essais avec 4 points de cube (± 1), 4 axiaux ($\alpha \pm 1,414$) et 5 répliques au centre du domaine étudié (0). Le plan est exécuté et les résultats sont rassemblés

dans le tableau (III.5). Les niveaux haut et bas de chaque facteur sont illustrés dans le tableau (II.2).

Tableau II.2 : Domaine de variation des paramètres étudiés lors de la coagulation par PAC.

Niveaux codés					
Variable indépendante	-1,414	-1	0	+1	+1,414
Niveaux en valeurs réelles					
pH	6,7	6,8	7,1	7,4	7,5
Dose du coagulant (g/L)	5	5,2	5,5	5,8	6

PARTIE 3



RESULTATS ET INTERPRETATIONS

Chapitre I



CARACTERISATION DES LIXIVIATS

Nous nous attacherons dans ce chapitre à déterminer la charge polluante associée aux lixiviats produits dans les deux CET. Les analyses des paramètres de pollution que nous avons effectuées sont axées principalement sur l'évaluation de la charge organique, de la biodégradabilité, et sur la recherche d'une éventuelle présence d'éléments toxiques. Les principales caractéristiques du lixiviat de Tébessa (CETT) et Asturias (CETA) sont rapportées dans les tableaux I.1 et I.2.

I. 1. Lixiviats de Tébessa (CETT)

La caractérisation physico-chimique (tableau I.1) montre qu'ils sont très chargés en matière organique avec une DCO moyenne de 9850 mgO₂/L et une DBO₅ de 800 mg d'O₂/L. La valeur moyenne du rapport DBO₅/DCO est de 0,08 avec un pH supérieur à 8.

Tableau I.1 : Caractérisation physico-chimique du lixiviat brut(CETT).

Paramètres	Lixiviat	Valeurs limites	Unités
Couleur	noirâtre	----	---
Odeur	Nauséabonde prononcée	----	---
pH	8.5	6,5 à 8,5	---
Conductivité	55	----	mS/cm
Turbidité	150	----	NTU
DCO	9850	120	mgO ₂ /L
DBO ₅	800	35	mgO ₂ /L
DBO ₅ /DCO	0,08	----	---

I. 2. Lixiviat d' Asturias (CETA)

Le tableau (I.2) donne les valeurs des paramètres physico-chimiques analysés de la décharge d' Asturias (Espagne). La valeur de DCO analysé était de 4539,4 mgO₂/L. Ce lixiviat présente un rapport DBO₅/DCO de 0,24. Lorsque le rapport DBO₅/DCO se rapproche de zéro, la décharge est ancienne et est souvent engagée dans un processus de fermentation ultime aboutissant à la production de lixiviats basiques (pH= 8,74) et de fortes teneurs en ammonium 2318,4 mg/L (Boumechhour2015 ; Dia *et al.* 2016).

Tableau I.2 : Caractérisation physico-chimique du lixiviat brut(CETA).

Paramètres	Lixiviat	Valeurs limites	Unités
Couleur	noirâtre	----	---
Odeur	Nauséabonde prononcée	----	---
pH	8,7	6,5 à 8,5	---
Conductivité	23,4	----	mS/cm
Turbidité	78,3	----	NTU
DCO	4539,4	120	mgO ₂ /L
DBO ₅	1100	35	mgO ₂ /L
N-NH ₄ ⁺	2318,4	20	mg/L
DBO ₅ /DCO	0,24	----	---
Fe	40,4 mg/L	3	mg/L
Pb	34,2 mg/L	0,5	mg/L
Cu	1,9 mg/L	0,5	mg/L

I. 3. Interprétation des résultats

Les résultats d'analyse des lixiviats des CETT et CETA montrent une grande variabilité dans leur composition. Cette variabilité dépend essentiellement de l'évolution biologique et physico-chimique de ces effluents au cours du temps et de la nature des déchets enfouis (El bada *et al.* 2010).

- **Couleur**

Les lixiviats étudiés avaient une couleur noire plus foncée pour les lixiviats du CETT et plus claire pour ceux du CETA. Ces couleurs sont dues essentiellement aux matières en solution et à la présence de sulfure de fer pigmentaire dont le pouvoir colorant est élevé (Maallem 2008). Le composé résulte de la combinaison du fer dissous à partir des déchets métalliques de la décharge, et des sulfures proviennent directement de la dégradation des matières organiques. D'autre part les composés humiques produits en phase méthanique contribuent aussi à la couleur des lixiviats (Fadel & Massoud 2000).

- **L'odeur**

Les odeurs désagréables dégagées par les lixiviats avaient une similitude avec celles "des oeufs pourris". Ces odeurs sont dues essentiellement :

- A la présence d'ammoniac ;

- Au soufre qui participe de près à l'émanation de ces odeurs due à la formation du gaz H₂S ;
- A la décomposition de la matière organique présente dans l'effluent dont la macération se poursuit (fermentation anaérobie) ;

- **Le pH**

Le pH (potentiel Hydrogène) mesure la concentration en ions H⁺ de l'eau. Ce paramètre caractérise un grand nombre d'équilibres physico-chimiques et dépend de facteurs multiples, dont l'origine de l'eau. Les valeurs de pH sont relativement basiques (pH > 8). Ces valeurs expliquent que nous sommes dans une phase méthanogène, où le pH remonte essentiellement durant la libération des acides gras volatils (AGV), cette phase favorise l'autoépuration (Kjeldsen *et al.* 2002 ; Martin 2006).

- **La conductivité**

La minéralisation excessive qui caractérise les lixiviats est mise en évidence par la mesure de la conductivité, il s'agit d'une mesure de la capacité d'une solution à laisser passer un courant électrique, cette capacité dépend des sels solubles dans l'eau. Elle constitue un paramètre intéressant à suivre, d'une part pour évaluer la charge minérale présente dans un effluent (le degré de minéralisation), et d'autre part évaluer la concentration en matières minérales dissoutes dans les eaux brutes et usées (Maallem 2008 ; Lessoued 2009)

Durant nos différentes analyses, des fortes conductivité (55 mS/cm ; 23,4 mS/cm) ont été obtenues au CETT et CETA, du fait de la quantité des substances minérales présentes dans ces lixiviats, cette minéralisation est due en partie, aux fortes teneurs en chlorures qui ne peuvent être expliquées seulement par leurs taux de présence naturelle dans les ordures ménagères, mais résulteraient aussi d'un important rejet de sels chlorés (sels de sodium et de potassium) (Boumechhour *et al.* 2012 ; Dia *et al.* 2016).

- **La turbidité**

Les résultats obtenus montrent que la turbidité des lixiviats étudiés atteint des niveaux élevés de 150 NTU (CETT); et 78,3 NTU (CETA), correspondant à une forte charge de matières en suspension composées essentiellement de particules organiques et de divers autres organismes microscopiques (CEAEQ 2016).

- **La demande chimique en oxygène**

La DCO représente la quantité d'oxygène consommée par les matières oxydables chimiquement contenues dans l'eau. Elle est représentative de la majeure partie des composés

organiques et des sels minéraux oxydables. Les valeurs de DCO (4539 mgO₂/L; 9850 mgO₂/L) révèlent une charge organique relativement élevée, due essentiellement à la fraction organique constituée d'acides gras volatils dégradables (Kouassi et al. 2014). Ces valeurs sont très élevées par rapport à la norme qui est de 120 mg/L pour le rejet dans un milieu naturel (JORADP 2006).

- **La demande biochimique en oxygène (DBO₅)**

La DBO₅ est un indicateur de la pollution organique des eaux (Kouassi et al. 2014). La DBO₅ exprime la quantité d'oxygène nécessaire à la dégradation de la matière organique biodégradable d'une eau, par le développement de micro-organismes, dans des conditions données (incubation pendant 5 jours, à 20°C dans l'obscurité) (Maallem 2008). Cette mesure est très utilisée pour le suivi des rejets des stations d'épuration, car elle donne une approximation de la charge organique biodégradable.

Pour nos analyses les valeurs moyennes obtenues aux CETT et CETA sont respectivement de 800 mg d'O₂/L et de 1100 mg d'O₂/L. Nous remarquons que ces deux valeurs sont élevées par rapport à la norme de rejet qui est de 35 mg/l, ces valeurs montrent la présence d'une concentration importante en matière organique biodégradable.

- **Le rapport DBO₅/DCO**

Ce ratio est généralement corrélé à l'âge des lixiviats et donc au degré d'avancement de la stabilisation du massif (Martin 2006).

Avec la DBO₅ mesurée, on obtient un ratio de DBO₅/DCO allant de 0,08 à 0,24. Le rapport DBO₅/DCO caractérise la biodégradabilité des lixiviats. Plus ce rapport est élevé, plus les lixiviats sont biodégradables. (<0,1: non biodégradable, >0,8: totalement biodégradable) (Martin 2006 ; Christophe 2014). Les valeurs observées sont très élevées par rapport à la norme [120 mg/l (DCO) et 35 mg/l (DBO₅)] pour le rejet dans un milieu naturel (JORADP, 2006).

- **L'azote ammoniacal (NH₄⁺)**

Les autres formes de pollution qu'on relève dans les lixiviats étudiés (CETA) sont celles liées à leur richesse en azote. Les lixiviats de la décharge d'Asturias sont riches en azote et l'azote prépondérant se trouve sous forme réduite (azote ammoniacal), parce qu'en aérobiose la minéralisation est ralentie (Belkacemi 1993).

La valeur moyenne de l'azote ammoniacal (NH₄⁺) obtenue est 2318,4mg/L, nettement supérieures à la norme de rejet, qui est de 20 mg/L (JORADP. 2006). Il apparaît que l'azote

ammoniacal domine quantitativement les formes azotées et représente 90 % de l'azote total (Khattabi 2002).

- **Les métaux lourds**

Par manque de moyens matériels, nous n'avons pas pu détecter les métaux lourds des lixiviats du CETT. Les métaux dosés lors de cette étude, CETA, sont : le fer, le plomb et le cuivre. Les concentrations obtenues sont respectivement comme suit : 40,4 ; 34,21 ; 1,87 mg/L. Ces teneurs élevées sont probablement dues à la forte présence des matières organiques, batteries au plomb et cuivre des pesticides respectivement (Khattabi 2002 ; Safa 2015).

En résumé, les lixiviats issus du CETT et CETA présentent respectivement :

- Un pH basique de l'ordre de 8,5 et 8,74.
- Une charge organique avec une DCO de valeur moyenne de 9850 mg d'O₂/L et 4539 mg d'O₂/L (comprise entre 3000 et 15000 mgO₂/L).
- Une biodégradabilité (DBO₅ / DCO) de l'ordre de 0,08 et 0,24.

D'après ces caractéristiques physico-chimiques, nous pouvons conclure que ces lixiviats ne respectent pas à la norme de rejet en milieu naturel (JORADP. 2006). Il s'agit de lixiviats intermédiaires pour les deux CET (Marañón *et al.* 2010 ; Li *et al.* 2010 ; Boumechhour 2015). Ces caractéristiques ne permettent de faire ni un traitement biologique ni un traitement membranaire efficace (El bada *et al.* 2010). Par conséquent, un traitement préliminaire est nécessaire pour réduire les taux des métaux lourds, la DCO, DBO₅ et la turbidité pour éviter les problèmes de toxicité et/ou de colmatage des membranes.

Chapitre II



METHODE DE TRAITEMENT CLASSIQUE

Dans ce travail, nous avons étudié l'effet de coagulation par chlorure ferrique (FeCl_3) et polychlorure d'aluminium (PAC) sur la charge organique et la turbidité des lixiviats. L'abattement de la DCO par le procédé d'électrocoagulation est aussi étudié. Dans la méthode des essais et des erreurs, les expériences ont été effectuées de manière séquentielle en faisant varier les facteurs d'entrée un à la fois tandis que les autres paramètres sont maintenus constants.

II. 1. Traitement par le Chlorure ferrique

Dans la présente étude, le chlorure ferrique hexa-hydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) a été utilisé pour le traitement des lixiviats du CETA. Comme le pH initial et la dose de coagulant, sont les paramètres les plus importants dans l'exploitation de la coagulation chimique, nous avons optimisé ces deux paramètres en mesurant le taux d'abattement de la DCO et turbidité. Ce travail est basé sur les résultats des recherches antérieures faites sur ce procédé (Marañón et al. 2010 ; Boumechhour 2015).

II. 1.1. Optimisation de la dose de coagulant

Les valeurs de la dose de coagulant sont variées de 0,4 à 1g/L en maintenant le pH constant (5,28).

La figure (II.1) représente le taux d'abattement de la DCO et de la turbidité aux différentes doses de FeCl_3 appliquées.

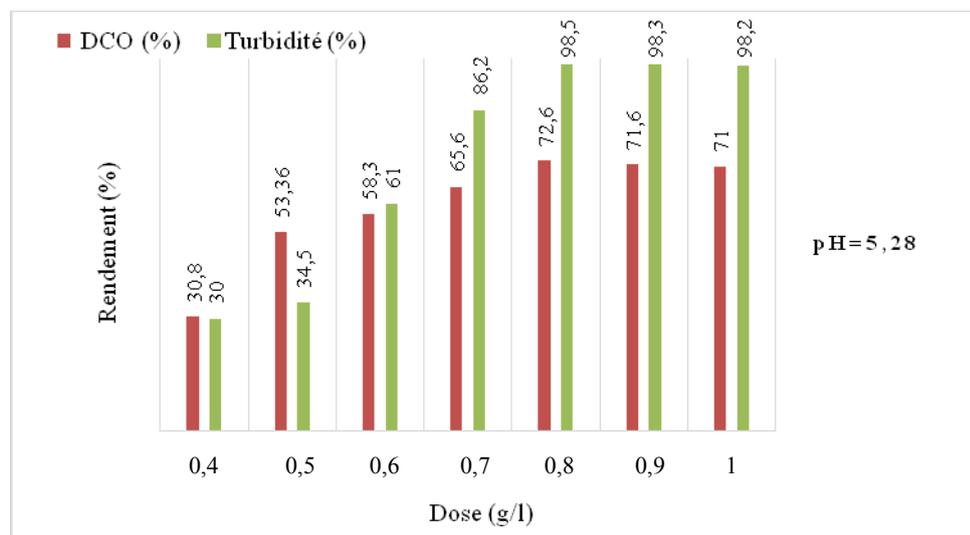


Figure II.1 : Effet de l'addition de FeCl_3 sur l'abattement de la DCO et la turbidité.

La figure II.1 montre que l'élimination de la DCO et la turbidité augmentent avec l'augmentation de la concentration en coagulant jusqu'à 0,8 g/l et puis on obtient des

paliers. Au delà de cette dose, nous constatons une légère augmentation de la turbidité, et le passage de la couleur jaune claire à foncée est dû à l'augmentation de FeCl_3 dans la solution, ce qui défavorise l'agglomération des polluants. Ce changement s'explique par la dissolution des hydroxydes ferriques en milieu acide provoquant la coloration foncée du surnageant et l'augmentation de la turbidité (Khalil *et al.* 2015).

La dose optimale se situe à 0,8g/L correspondant à un abattement de la DCO et de turbidité de 72,6 et 98,5%, respectivement.

II. 1.2. Optimisation du pH

Dans cette partie nous avons fait varier le pH du lixiviat de 4 à 6,5 en maintenant la dose du coagulant constante. Les résultats obtenus sont illustrées sur la figure (II.2), qui montre que l'efficacité d'élimination est meilleure en milieu acide, ces résultats corroborent ceux de Boumechhour 2015.

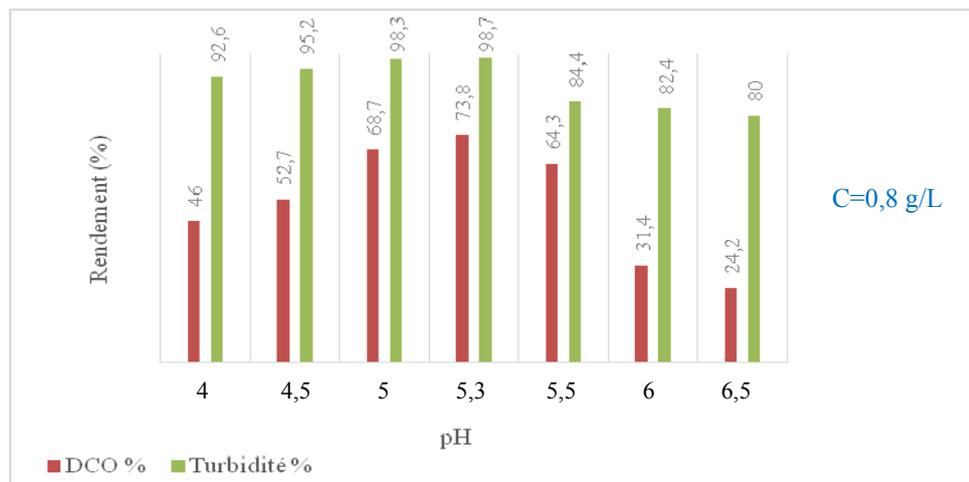


Figure II.2 : Effet du pH sur l'élimination de la DCO et la turbidité.

Les résultats indiquent clairement que l'efficacité d'élimination augmente jusqu'à un pH= 5,3 et diminue pour des valeurs de pH supérieures. Un maximum d'abattement de DCO et turbidité de 73,8% et 98,7% a été obtenu avec un pH optimisé de 5,3 et une dose de FeCl_3 de 0,8 g/L.

II.1.3. Caractérisation du lixiviat après traitement

Le tableau (II.1) regroupe les valeurs caractérisant notre effluent avant et après traitement par le chlorure ferrique. La dose optimale obtenue dans ces conditions est estimé à 0,8 g/L et un pH de 5,3 avec un rendement d'élimination de la DCO et de la turbidité de

73,8% et 98,7% respectivement. Le FeCl_3 a montré une grande efficacité pour la réduction de Plomb avec 98,9% et le Cuivre avec 98%.

Le volume de boue généré après centrifugation représente 4,5% du volume total du lixiviat traité. Ces boues sont nauséabondes et fortement chargées, elles nécessitent également un traitement ou incinération avant rejet dans le milieu naturel.

Concernant la couleur, nous avons remarqué une nette diminution de celle-ci qui passe du noir à un jaune clair, comme le montre la figure (II.3).

Tableau II.1 : Composition du lixiviat après traitement.

	Brut	Après traitement	Valeurs limites	Rendement (%)
pH ₀	8,74	3,59	6,5 à 8,5	-
Conductivité (mS/cm)	23,40	28,70	----	-
Turbidité (NTU)	78,30	0,99	----	98,70
DCO (mgO ₂ /L)	3987	1043,40	120	73,80
DBO ₅ (mgO ₂ /L)	1100	200	35	81,80
N-NH ₄ ⁺ (mg/L)	2318,40	1982,40	20	14,50
Fe (mg/L)	40,40	19,20	3	52,50
Pb(mg/L)	34,21	0,02	0,5	98,90
Cu (mg/L)	1,87	0,67	0,5	98,00



Figure II.3 : Évolution de la couleur du lixiviat après traitement par FeCl_3 .

Le tableau (II.2) résume les résultats de traitement du lixiviats par le procédé de coagulation-floculation en utilisant le chlorure ferrique comparés à ceux rapportés dans la littérature.

Tableau II.2 : Études récentes sur le traitement des lixiviats par la coagulation- floculation.

Variables	Valeurs initiales				Rendement (%)			Référence
	pH ₀	DCO	Turbidité	DBO ₅	DCO	Turbidité	DBO ₅	
pH=8,3 m =1,5g	8,3	4814 (mg/L)	432 FAU	670 (mg/L)	6%	12,4%	ND	Castrillon <i>et al.</i> (2010)
pH=6 m =1,2g	8,1	3847 (mg/L)	ND	388 (mg/L)	64,2%	ND	ND	Boumechhour <i>et al.</i> (2012)
pH= 5 m= 1,6 g	8	8294 (mg/L)	ND	1270 (mg/L)	71%	ND	ND	Boumechhour <i>et al.</i> (2016)
pH= 5,3 m= 0,8g	8,7	4219 (mg/L)	78.3 NTU	1100 (mg/L)	73,8%	98,7%	81,8%	Etude en cours

ND: non disponible, m: la dose de coagulant (FeCl₃)

II. 2. Traitement par le Polychlorure d'aluminium

II.2.1. Optimisation de la dose de coagulant

Le pH des lixiviats a été maintenu à 7,1. Différentes quantités de PAC (3 à 7 g/L) ont été ajoutés et l'élimination de la DCO et la turbidité a été déterminée comme le montre la figure (II.4) ci-dessous.

Ces résultats montrent que la turbidité et la DCO diminue avec l'augmentation de la concentration de Polychlorure d'aluminium (PAC) jusqu'à la dose de 5,5 g/L qui correspond à un rendement d'épuration maximale de 55,3% 96,5% pour la DCO et la turbidité respectivement.

Pour des doses de coagulant supérieures, les colloïdes peuvent se charger positivement en absorbant les cations Al³⁺ et leurs produits hydrolysés et deviennent à nouveau stables en raison de la répulsion électrique (Boumechhour 2015).

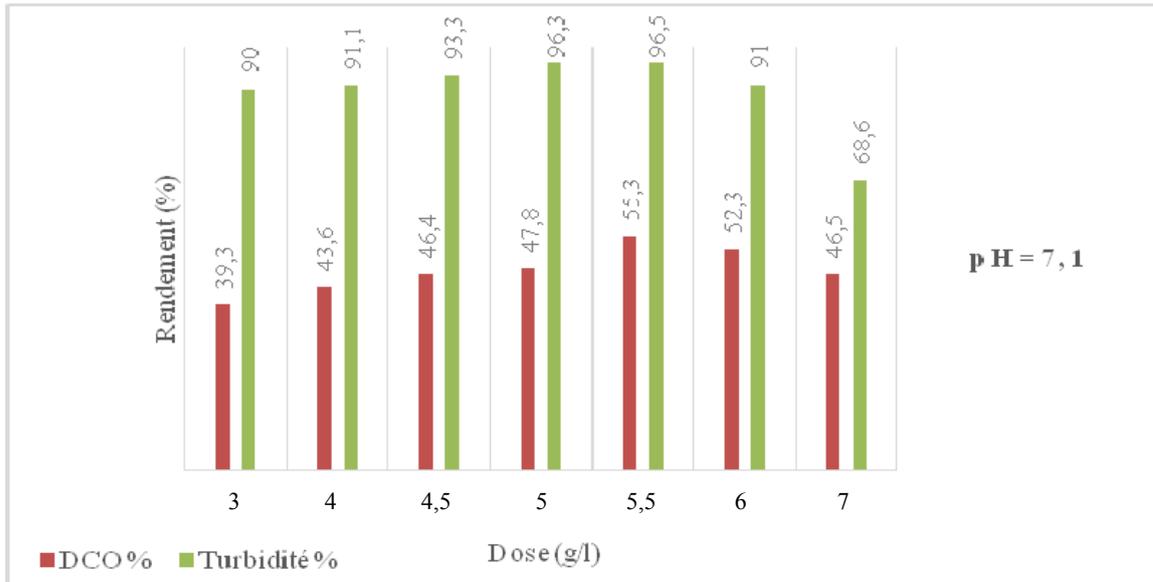


Figure II.4 : Effet de l'addition de PAC sur l'abattement de la DCO et la turbidité.

II.2.2. Optimisation du pH

Afin d'optimiser le pH initial de la solution à traiter, nous avons mesuré le taux d'élimination de DCO et turbidité pour des échantillons avec des pH initiaux variant de 6,5 à 7,5 en maintenant la dose de coagulant constante. Pour différentes valeurs de pH testé, nous avons abouti aux résultats résumés sur la figure (II.5).

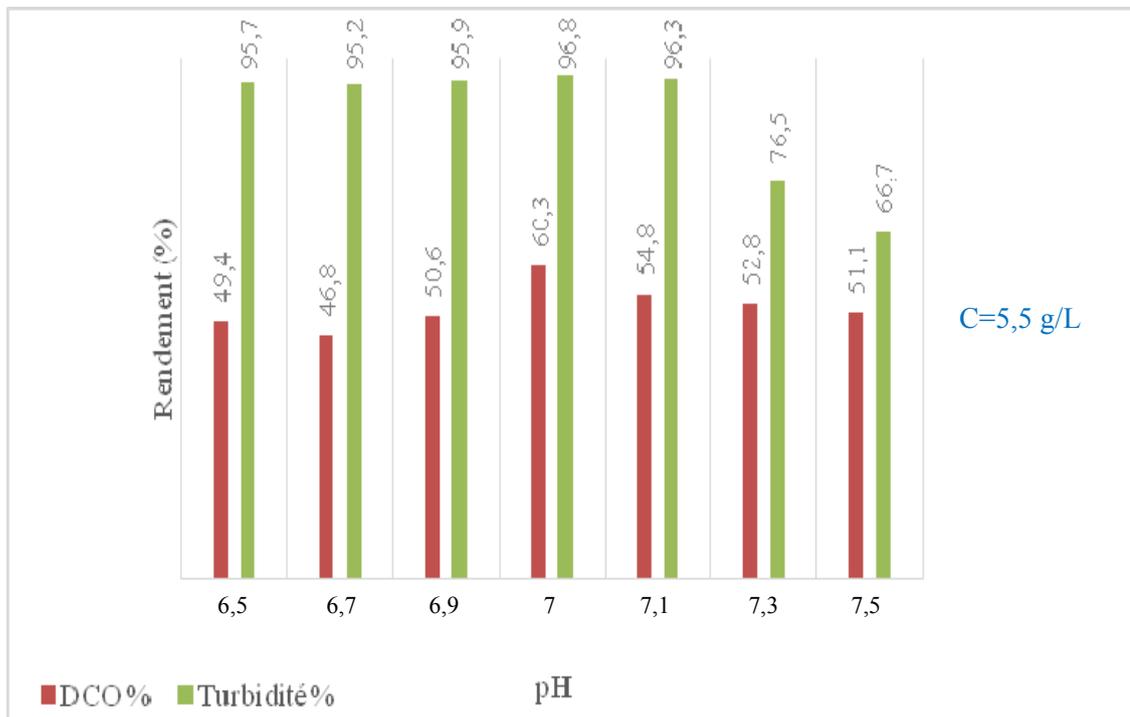


Figure II.5 : Effet du pH sur l'élimination de la DCO et la turbidité.

La dose optimale obtenue dans ces conditions est estimée à 5,5 g/L avec un pH de 7 et un rendement d'élimination de 96,8% et 60,3%, respectivement. L'élimination de la DCO obtenue par coagulation-floculation est généralement faible pour le lixiviat jeune (10 à 25%), mais augmente jusqu'à 50-65% pour le lixiviat avec un faible taux de DBO₅/DCO (lixiviat vieux) (Amokrane *et al.* 1997 ; Nurfarahim *et al.* 2015 ; Nofriady *et al.* 2017).

La quantité de boues produite est environ 10% du volume total du lixiviat traité. Elles nécessitent un traitement ou incinération avant rejet dans le milieu naturel.

Le lixiviat est sujet à une décoloration importante qui passe du noir à un jaune clair, comme indiqué sur la figure II.6.

Le PAC permet l'élimination du Fer avec un pourcentage de 96,9%, du Plomb avec 98,8% et du Cuivre avec 99,8%.

II. 2.3. Caractéristiques des Lixiviats après Traitement

La comparaison de la composition du lixiviat avant et après traitement par le Polychlorure d'aluminium (tableau II.3) montre que malgré une importante réduction du taux de pollution (60,3% d'élimination de la DCO, 54,5% de DBO₅, 96,8% de la turbidité et 11% de N- NH₄⁺), l'effluent ne répond pas aux normes de rejet dans un milieu naturel (JORADP 2006).

Tableau II.3 : Composition du lixiviat après traitement.

	Brut	Après traitement	Valeurs limites	Rendement (%)
pH ₀	8,74	6,13	6,5 à 8,5	-
Conductivité (mS/cm)	23,40	25,50	----	-
Turbidité (NTU)	78,30	0,99	----	96,80
DCO (mg O ₂ /L)	3987	1803,80	120	60,30
DBO ₅ (mg O ₂ /L)	1100	500	35	54,50
N-NH ₄ ⁺ (mg/L)	2318,40	2318	20	11,00
Fe (mg/L)	40,40	1,24	3	96,90
Pb (mg/L)	34,21	0,38	0,5	98,80
Cu (mg/L)	1,87	0,002	0,5	99,80

Chapitre II: La méthode traditionnelle d'essais et erreurs

Le tableau (II.4) résume les résultats de traitement du lixiviat par le procédé de coagulation-floculation en utilisant le chlorure ferrique comparés à ceux rapportés dans la littérature.

Tableau II.4 : Études récentes sur le traitement des lixiviats par la coagulation- floculation.

Variables	Valeurs initiales				Rendement (%)			Référence
	pH ₀	DCO	Turbidité	DBO ₅	DCO	Turbidité	DBO ₅	
pH=8,3 m =6g	8,3	4814 (mg/L)	432 FAU	670 (mg/L)	41,4%	72,9%	ND	Castrillon <i>et al.</i> (2010)
pH=7 m =7,2g	8,25	260 (mg/L)	20,3 (NTU)	ND	50%	ND	ND	Zainol <i>et al.</i> (2011)
pH= 7 m= 4,5 g	8,28	300 (mg/L)	24,9 (NTU)	ND	67%	ND	ND	Zainol <i>et al.</i> (2011)
pH= 7 m= 5,5g	8,74	4219 (mg/L)	78.3 (NTU)	1100 (mg/L)	60,3%	96,8%	54,5%	Etude en cours

ND: non disponible, m: la dose de coagulant (PAC)



Figure II.6 : Évolution de la couleur de lixiviat après traitement par FeCl₃.

Conclusion

Les essais de coagulation par PAC et FeCl_3 ont donné, après optimisation du pH et de la dose de coagulant, des taux d'abattement de 60,3% et 73,8% pour la DCO et 96,8% et 98,6% pour la turbidité, respectivement. Ces résultats corroborent ceux d'autres travaux portant sur ce procédé : Amokrane *et al.* (1997) ; Ntampou *et al.* (2006) et Marañón *et al.* (2010). Cependant, la dose de PAC nécessaire était beaucoup plus élevée, environ 7 fois plus importante que celle de FeCl_3 . L'analyse des métaux lourds montrée une élimination importante des éléments métalliques.

La valeur de la DCO toujours élevée représente un danger potentiel pour le milieu naturel.

Les boues issues du procédé sont nauséabondes. La pollution a été déplacée et concentrée dans la boue. Ces dernières doivent donc faire l'objet d'un traitement ultérieur ou être incinérées avant rejet dans le milieu naturel.

II. 3. Electrocoagulation

Les nombreux mécanismes impliqués dans le processus d'électrocoagulations sont régis par diverses conditions opératoires, dont certaines ont une influence majeure sur l'abattement de la DCO (Boumechhour 2015). Pour notre étude, quatre paramètres ont été retenus pour l'optimisation de ce procédé :

- La vitesse d'agitation (V):100; 150; 200 et 350 tr/min.
- La distance inter-électrode (D) : 2 ; 2,9 ; 3,9 ; 4,9 et 5,9 cm.
- Intensité du courant (I):1; 1,4; 1,6 et 2 A.
- Le pH: l'ajustement du pH a été appliqué pour cinq valeurs: 8,7;7; 6; 5 et 3,8.

Les valeurs attribuées pour chaque variable ont été choisies en tenant compte des travaux de recherche publiés dans ce domaine (Bashir *et al.* 2009; Fernandes *et al.* 2013; Ukiwe *et al.* 2014; Bouaouine *et al.* 2015; Moukorab *et al.* 2016).

II.3.1. Effet de la vitesse d'agitation

La vitesse d'agitation a été étudiée pour déterminer l'influence de ce paramètre sur l'efficacité d'élimination de la DCO. Les paramètres fixés au départ sont:

- la distance inter-électrode 5,9 cm;
- Intensité de courant 2A ;
- le pH initial du lixiviat ;
- Les expériences ont été menées pour un temps de réaction de 75 min.

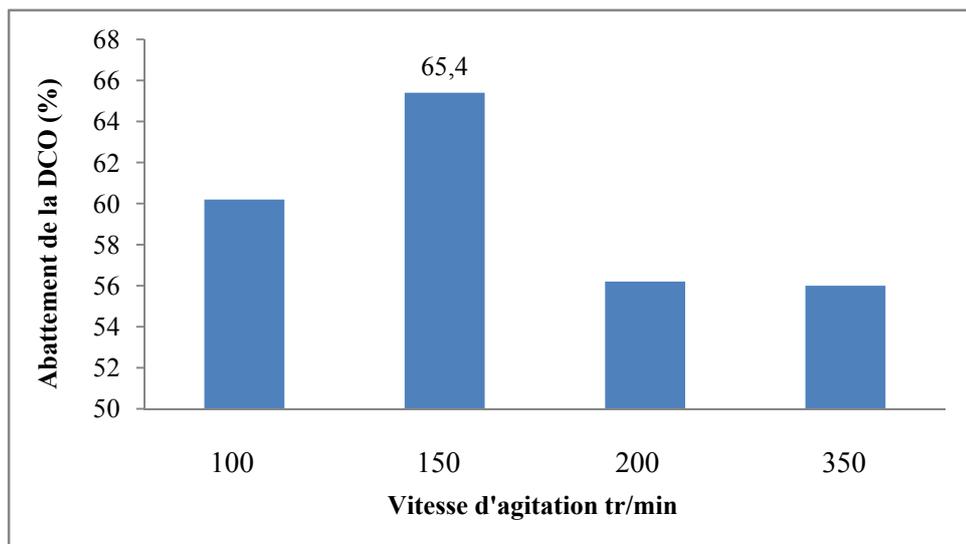


Figure II.7 : Effet de la vitesse d'agitation sur le taux d'abattement de la DCO.

Comme le montre la figure (II.7), une augmentation du taux d'élimination de la DCO jusqu'à 65,4% est observée lorsque la vitesse d'agitation passe de 100 à 150 tr/min. Une diminution de l'efficacité du traitement a été constatée au-delà de cette vitesse optimale d'agitation.

Alinsafi *et al.*(2005) ont montré que l'agitation augmente de manière significative l'élimination de la DCO. Ceci implique une nécessité de travailler à des vitesses d'homogénéisation assez suffisantes pour favoriser la formation des bulles et des floculants par contact " Coagulant - Polluant", mais aussi suffisamment faible pour que les floccs formés ne soient pas désagrégés par les forces de cisaillement hydrodynamique (Bennajah 2007).

II.3.2. Effet de la distance inter-électrode

La figure (II.8) illustre l'effet de la distance inter-électrode sur l'abattement de la DCO en utilisant diverses distances inter-électrodes dans les mêmes conditions expérimentales :

- Intensité de courant 2A ;
- la vitesse d'agitation 150 tr/min ;
- le pH_0 8,53 ;

Nous avons observé également que la distance à considérer comme une valeur optimale est de l'ordre de 2,9 cm.

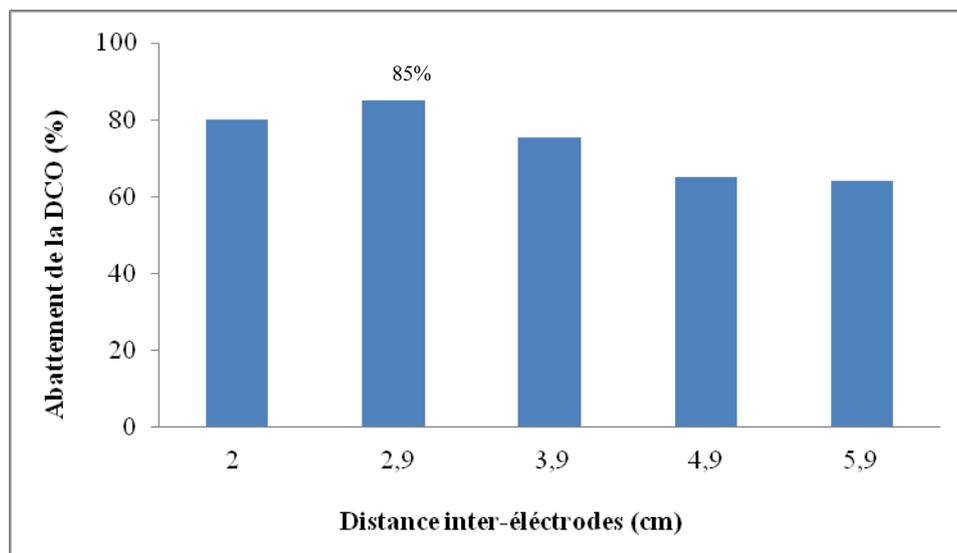


Figure II.8 : Effet de la distance inter-électrode sur l'efficacité de l'électrocoagulation.

Le rendement d'abattement de la DCO correspondant à cette distance est 85%. D'après Ghosh (2008b), lorsque la distance inter-électrodes est plus élevée, les taux d'agrégation des

particules en suspension aussi bien que l'adsorption des contaminants sont plus faibles, ceci est la raison pour laquelle l'efficacité d'enlèvement des polluants devient faible. D'autre part, une distance inter-électrodes très large peut aboutir à une consommation supplémentaire en énergie (Dia *et al.* 2016).

II. 3.3. Effet de l'intensité du courant

Lors des essais réalisés pour déterminer l'influence de l'intensité de courant sur l'efficacité du traitement, nous avons varié l'intensité de courant de 1 à 2 A avec une vitesse d'agitation 150 tr/mn, une distance inter-électrodes de 2,9cm et un pH initial de 8,53.

L'efficacité du courant est un paramètre économique très important dans le procédé d'électrocoagulation. Différents paramètres tels que l'intensité de courant et la quantité de contaminants dissous affectent l'efficacité du courant (Ghosh *et al.* 2008b).

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure (II.9). Lorsque l'intensité de courant est augmentée de 1 à 1,4 A, l'efficacité d'élimination de la DCO passe de 55,3% à 85%. Au-delà, l'intensité du courant réduirait l'efficacité du système selon Trabelsi *et al.* 2009 ; Tabelsi 2012 et Boumechhour 2015.

D'après Ghosh *et al.* (2008b) une intensité de courant plus élevée montre une meilleure élimination des contaminants dissous. Si la quantité de contaminant dissous est importante, le processus d'élimination est ralenti en raison de l'accumulation de film d'hydroxyde d'aluminium sur l'anode, même en cas d'application d'une intensité de courant plus élevée. En conséquence, l'efficacité diminue. Nous retiendrons pour la suite du traitement une intensité de courant optimale de 1,4 A.

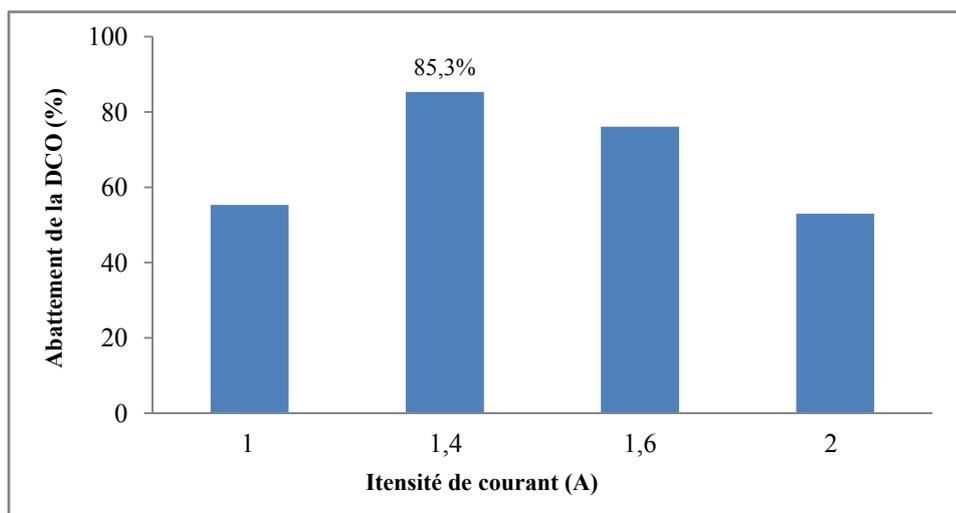


Figure II.9 : Influence de l'intensité de courant sur l'efficacité du procédé.

II.3.4. Influence du pH

Le pH de l'électrolyte joue un rôle important dans l'élimination des polluants (Güçlü 2014). La recherche d'une performance optimale est effectuée dans un intervalle de pH compris entre 4 et 8. La figure(II.10) illustre l'effet du pH sur l'abattement de la DCO.

Vlyssides *et al.* (2003); Wagh & Nemade (2015) et Dia *et al.* (2016) ont conclu que les pH limites de solubilité des hydroxydes d'aluminium $[Al(OH)_3]$ est de 4, ce qui explique les meilleures performances de l'Aluminium à des pH légèrement acides.

D'après Bennajah (2007), la matière organique réagit plus facilement avec l'aluminium en milieu acide qu'en milieu basique ou neutre. L'efficacité maximale d'élimination de la DCO est atteinte à un pH de 5.

Le meilleur taux d'abattement de la DCO était 88,8 % avec une vitesse d'agitation de 150 tr/mn, une distance inter-électrodes de 2,9cm, une intensité de courant de 1,4 A. Le taux d'abattement de la DCO est en bon accord avec les valeurs rapportées par Labanowski (2004) et Boumechhour (2015).

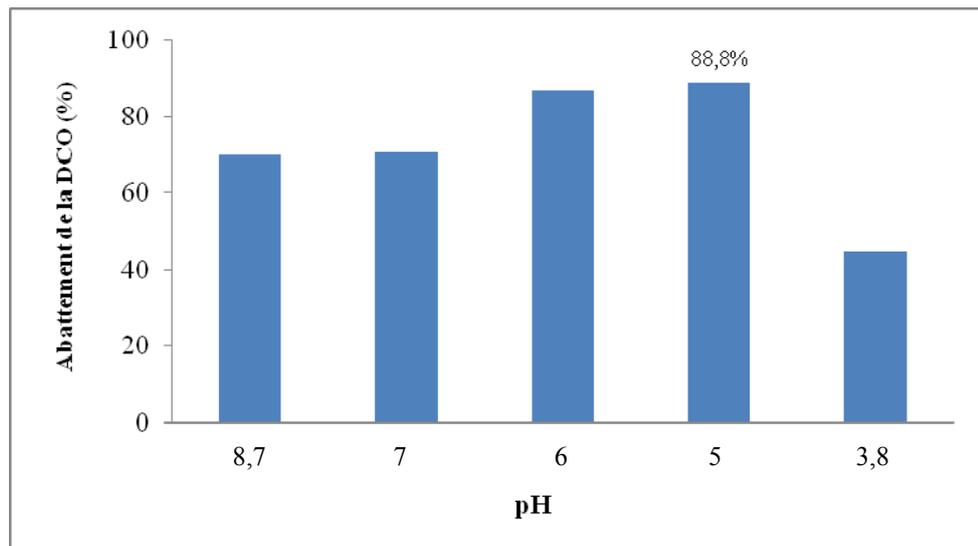


Figure II.10 : Influence du pH sur l'abattement de la DCO.

La figure (II.11) montre l'état des deux électrodes (anode et cathode) après traitement. Après sélection des conditions optimales, la masse dissoute à l'anode est de l'ordre de 0,75g. Moukorab *et al.* 2016 ont montré que cette valeur varie proportionnellement avec la durée d'électrolyse.

Concernant la dégradation de la couleur, nous avons remarqué une nette diminution de la couleur qui passe du noir à un jaune clair comme indiquée sur la figure (V.12).



Figure II.11 : Etat d'électrodes avant et après traitement.



Figure II.12 : Couleur des lixiviats avant et après traitement.

II.3.5. Caractérisation du lixiviat de Tébessa après traitements

Le tableau (II.5) regroupe les valeurs caractérisant le lixiviat traité par électrocoagulation. Après 75 minutes de traitement, l'abattement de la DCO, de la turbidité et de la DBO₅ sont de 89%, 74,3% et 50% respectivement. Le traitement engendre toute fois une quantité importante de boues qui nécessitent une prise en charge à part.

Tableau II.5 : Caractéristiques du lixiviat avant et après traitement.

	Brute	Après traitement	Valeurs Limites	Rendement (%)
pH ₀	8,6	8,7	6,5 à 8,5	-
Conductivité (mS/cm)	55	34,9	----	-
Turbidité (NTU)	150	38,6	----	74,3
COD (mg O ₂ /L)	9850	1103,2	120	88,8
DBO ₅ (mg O ₂ /L)	800	400	35	50

Le tableau (II.6) montre une comparaison des résultats du présent travail et ceux de quelques études expérimentales rapportées dans la littérature et portant sur l'électrocoagulation des lixiviats.

Tableau II.6 : Résumé des résultats comparés de quelques études sur l'électrocoagulation de lixiviats de CET.

Électrode	D (cm)	V (tr/min)	v (L)	pH ₀	t (min)	I (mA/cm ²)	DCO ₀ (mg/L)	DCO (%)	Références
Fe	6,5	200	0,5	8,2	30	63,1	12860	35	Ilhan <i>et al.</i> 2008
Al	6,5	200	0,5	8,2	30	63,1	12860	56	Ilhan <i>et al.</i> 2008
Fe	2,8	150	0,5	8,7	30	50	28200	68	Bouhezila <i>et al.</i> 2011
Al	2,8	150	0,5	8,7	30	50	28200	70	Bouhezila <i>et al.</i> 2011
Al	6,5	300	0,5	4	100	66,7	16464,5	74,1	Rosie <i>et al.</i> 2012
Al	2,9	150	0,4	5	75	40,8	9850	88,8	Présente étude

V: vitesse d'agitation; v: volume de travail; t: durée de traitement; D: distance inter-électrode; DCO(%): Abattement de la DCO; I: Densité de courant.

Conclusion

D'après les résultats enregistrés lors de nos essais, nous retenons comme conditions optimales de travail pour le procédé d'électrocoagulation, les suivantes : vitesse d'agitation 150 tr/min; distance inter-électrode 2,9 cm; intensité du courant 1,4 A; pH 5 et un temps de contact de 75 minutes. L'électrocoagulation a donné un rendement supérieur à 88% en utilisant des électrodes en aluminium, dans ces conditions optimales. Après une phase de décantation d'une heure, nous avons remarqué une formation importante de boues. Ces dernières doivent faire l'objet d'un traitement ou incinération avant rejet dans le milieu naturel. Quant au pH de l'effluent après traitement, il nécessite un léger ajustement pour qu'il soit conforme aux normes de rejet en vigueur.

Chapitre III



METHODOLOGIE DES SURFACES DE REPONSE- MODELISATION ET OPTIMISATION

III.1. Coagulation- floculation par FeCl₃

III.1.1. Modélisation des réponses

La méthodologie des surfaces de réponse (RSM) nous a permis de déterminer des relations polynomiales du second degré entre les variables d'entrée: concentration de FeCl₃ (x₁) et pH (x₂) et les réponses de sortie à savoir la DCO (Y₁) et la turbidité (Y₂) (Equations III.1 et III.2). Cette méthodologie nous a permis de sélectionner les niveaux des facteurs x₁ et x₂ qui maximalisent les taux d'abattement de la DCO et de la turbidité (Lessoued *et al.* 2017a). Le tableau (III.1) rassemble les résultats des essais du plan composite centré (CCD), et fournit en même temps des indications sur la qualité des modèles élaborés (valeurs observées comparées aux valeurs prédites pour les réponses).

$$DCO(\%) = - 1802,4 + 558,6x_1 + 613x_2 - 224,7x_1^2 - 55,2x_2^2 - 29,5x_1x_2 \quad (III.1)$$

$$Turbidité (\%) = - 613,3 - 810,7x_1 + 407,4x_2 - 343,2x_1^2 - 61,3x_2^2 + 269,5x_1x_2 \quad (III.2)$$

Tableau III.1: Résultats des essais de la matrice d'expériences pour les deux réponses étudiées.

Variables codées		Taux d'abattement (%)					
		DCO			Turbidité		
m (x ₁)	pH (x ₂)	Expérimentale	Ajustée	Résiduelle	Expérimentale	Ajustée	Résiduelle
-1	-1	53,4	54,8	-1,4	97,1	97,0	0,1
+1	-1	69,3	69,8	-0,5	88,8	89,4	-0,6
-1	+1	61,4	61,1	0,3	52,0	51,0	1,0
+1	+1	71,4	70,3	1,1	97,6	97,4	0,2
- α	0	58,6	57,9	0,7	70,1	70,8	-0,7
+ α	0	74,5	74,9	-0,5	98,6	98,2	0,4
0	- α	60,5	59,2	1,3	96,8	96,4	0,4
0	+ α	63	64,0	-1,0	68,7	69,5	-0,8
0	0	75,1	75,4	-0,3	98,8	98,2	0,6
0	0	76,4	75,4	1,0	97,3	98,2	-0,9
0	0	75,5	75,4	0,1	98,1	98,2	-0,1
0	0	75,1	75,4	-0,3	98,1	98,2	-0,1
0	0	74,9	75,4	-0,5	98,9	98,2	0,7

III.1.2. Analyse statistique des résultats

Le graphique de Pareto affiche chacun des effets estimés dans l'ordre décroissant d'importance. Les effets individuels de divers paramètres ainsi que leurs interactions peuvent être étudié à partir du diagramme de Pareto illustré par les figures (III.1 et 2) en utilisant le logiciel STATGRAPHICS 16 (StatPoint Technologies Inc., Warrenton, VA, USA).

La longueur de chaque barre est proportionnelle à l'effet standardisé, qui est égal à l'effet estimé divisé par son erreur-type. Cela est équivalent au calcul de la statistique T (effet standardisé) pour chacun des effets (Tableau III.2).

Le graphique comprend une ligne verticale qui correspond à la limite de 95% indiquant la signification statistique. Un effet est donc significatif si sa barre correspondante traverse cette ligne verticale (Rezzoug & Capart 2003). Dans ce cas, 5 effets sont significatifs:

- Les effets principaux Dose (m) et pH.
- L'interaction Dose et pH.
- Ainsi que le terme carré temps (t*t) et (pH*pH).

De la Figure (III.1), le paramètre le plus significatif est clairement le pH (B). Son effet quadratique (BB) indique que cette variable a un role remarquable pendant le processus de coagulation et son comportement présente un maximum. Pour la turbidité, l'effet maximal trouvé est l'interaction (m*pH) (Figure III.2), suivé par l'effet quadratique de pH qui donne au surface de réponse de la DCO et la turbidité la forme incurvée.

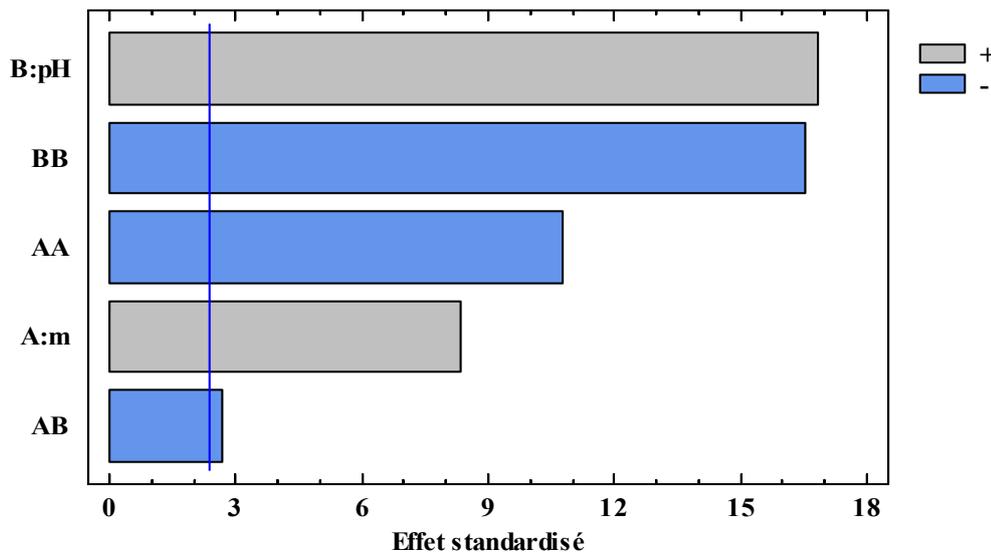


Figure III.1.:Graphique de Pareto standardisé pour la DCO.

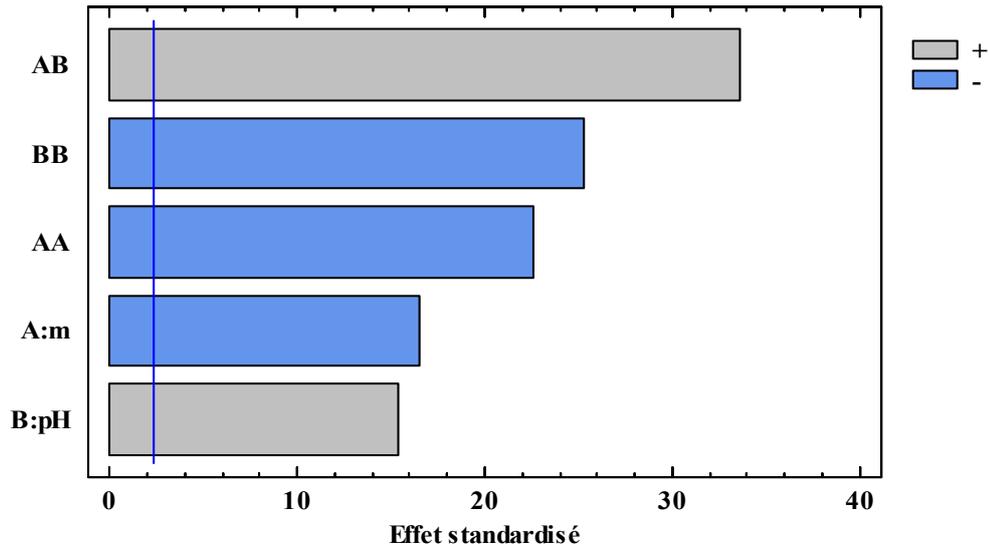


Figure III.2: Graphique de Pareto standardisé pour la turbidité.

La valeur de P présentée dans le tableau (III.3), pour l'inadéquation de l'ajustement, est de 0,051 pour Y_1 et 0,23 pour Y_2 . Ces valeurs sont supérieures au seuil de signification 0,05, ce qui implique une corrélation significative entre les variables et les réponses du processus (Ghafari *et al.* 2009; Lessoued *et al.* 2017a).

Modèle: La régression teste si les termes du modèle ont un effet significatif sur la réponse. Les modèles de régression sont significatifs ($P=0,000$). Donc, ils peuvent expliquer la variation dans les réponses (tableau III.2). Autrement dit, au moins l'un des termes de l'équation de régression a un impact sur la réponse moyenne (Liu *et al.* 2012).

Effets linéaires: Les effets linéaires sont significatifs pour le pH et la concentration ($P=0,000$).

Effets des interactions: La valeur de P de 0,031 (Y_1) et 0,000 (Y_2) pour l'interaction pH par concentration est inférieure à 0,05. Il existe donc un effet d'interaction significatif. En d'autres termes, l'effet du pH sur le rendement d'élimination de la DCO et la turbidité dépend de la concentration de $FeCl_3$.

Effets au carré: Les termes au carré sont utilisés pour évaluer s'il existe ou non une courbure dans la surface de réponse. La valeur de P de 0,000 pour les effets au carré est inférieure à 0,05 pour Y_1 et Y_2 . C'est la preuve d'un effet quadratique significatif. Les valeurs de P pour $pH \cdot pH$ et $m \cdot m$ sont de 0,000, ce qui indique que les relations entre le pH et le rendement, et la concentration et le rendement suivent un profil curviligne (tableau III.2).

Les résultats de l'analyse de la variance présenté dans le tableau (III.3) montre que les modèles trouvés décrivent bien les réponses étudiées en fonction des variables d'entrée avec des coefficients de détermination multiple R^2 de 98,88 et 99,84 et R^2 ajustés de 98,09 et 99,73

respectivement pour la DCO et la turbidité. Lorsque les valeurs de R^2 et R^2 ajusté sont très différents (plus de 5% d'écart), il y a un risque que des termes insignifiants aient été inclus dans le modèle (Montgomery 2013). Comme ces deux valeurs sont très voisines dans notre cas, cette possibilité est écartée.

Les valeurs de R^2 enregistrées indiquent que les modèles élaborés expliquent environ 93,11% de variation de la DCO (Y_1) et 99,21% de variation de la turbidité (Y_2) pour prédire de nouvelles observations.

La capacité de prévision de ces modèles est meilleure que celle rapportée par d'autres modèles cités dans le tableau (III.5).

Nous avons constaté aussi des petites valeurs de l'écart type (S) de l'ordre de 1,098; 0,801 et de La somme des carrés de l'erreur de prévision (PRESS) de l'ordre de 51,99 ; 22,67 pour la DCO et la turbidité respectivement (tableau III.3). Ceci indique que les modèles décrivent correctement la réponse avec une bonne capacité de prévision des modèles.

Tableau III. 2: Coefficients de régression estimés pour la DCO et la turbidité.

Terme	DCO				Turbidité			
	Coef	Coef ErT	T	P	Coef	Coef ErT	T	P
Constante	-1802,41	106,74	-16,89	0,000	-613,31	77,88	7,87	0,000
m	558,62	67,09	8,33	0,000	-810,66	48,95	16,56	0,000
pH	613,01	36,38	16,85	0,000	407,40	26,55	15,34	0,000
m*m	-224,69	20,81	-10,8	0,000	-343,19	15,18	22,60	0,000
pH*pH	-55,15	3,33	-16,56	0,000	-61,31	2,43	25,24	0,000
m*pH	-29,50	10,98	-2,69	0,031	269,50	8,01	33,65	0,000

Coef : Coefficient ; Coef ErT : Coefficient d'erreur-type, T: Effets standardisés

Tableau III.3: Analyse de la variance pour la DCO et la turbidité.

Réponse	Regression	LOF	P	R^2	R^2 Adjusté	R^2 prévu	PRESS	S
DCO	0,000	0,051	<0,0001	98,88	98,09	93,11	51,99	1,098
Turbidité	0,000	0,23	<0,0001	98,84	99,73	99,21	22,67	0,801

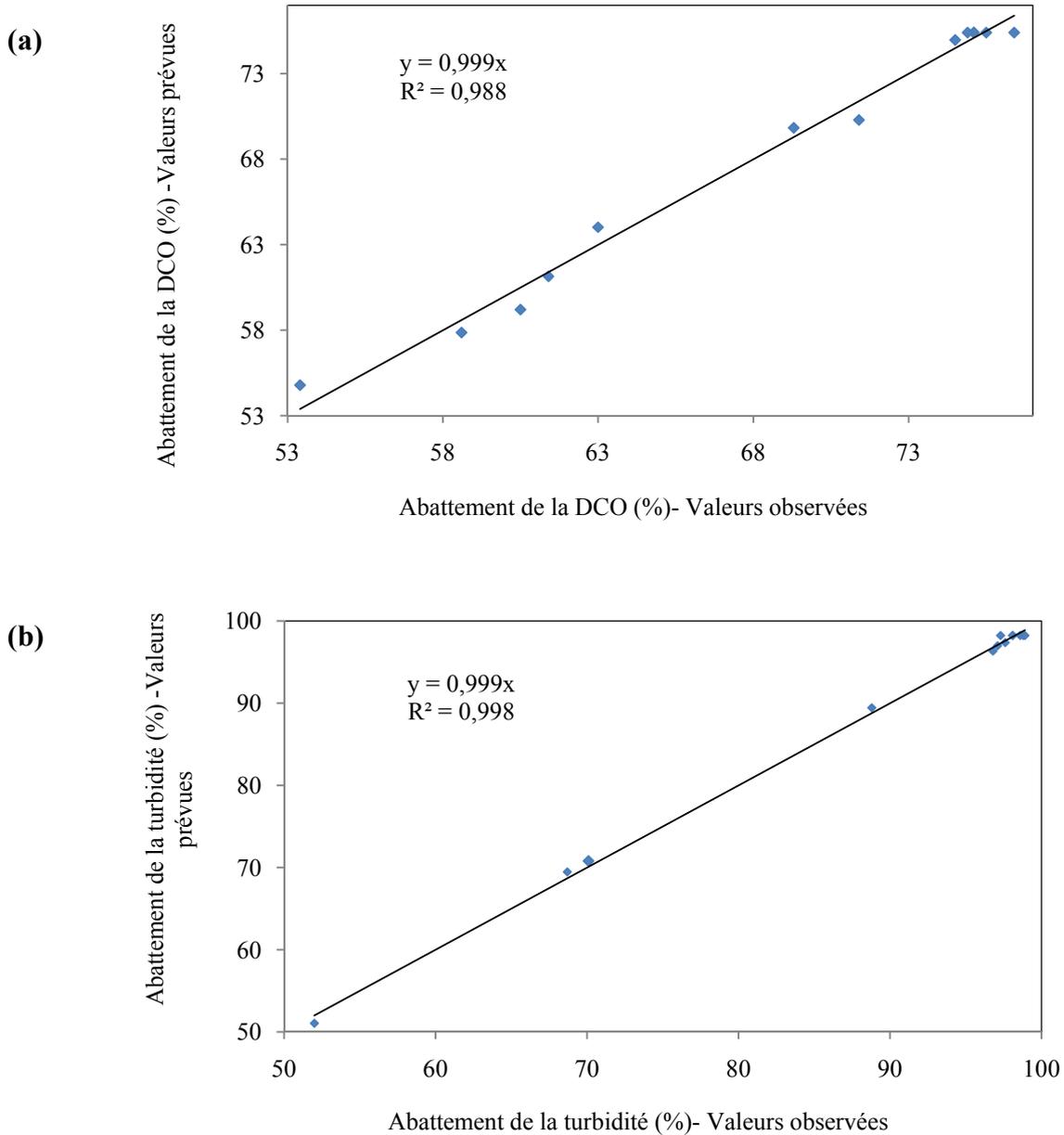


Figure III.3: Valeurs expérimentales en fonction des valeurs prédites d'élimination pour la DCO (a) et la turbidité (b).

La figure (III.3) illustre l'évolution des valeurs prédites par rapport aux valeurs réelles pour le taux d'abattement de la DCO et de la turbidité. Ce diagramme montre le bon accord entre les données expérimentales et les modèles ajustés avec un coefficient de corrélation de 0,988 et 0,998 qui révèle la grande validité des modèles obtenus.

III.1.3. Analyse graphique des résultats

Les diagrammes de surface de réponse (Figure III.4) indiquent que les valeurs optimales de Y_1 et Y_2 se trouvent à un pH de 5,3 et une dose de 0,8 g/L. Les taux d'élimination de la DCO et la turbidité les plus élevées se trouvent dans le coin supérieur droit du graphique sous

forme des pics, ce qui signifie que les conditions optimales pour un maximum d'élimination de réponses sont attribuées au pH et au dosage dans le domaine expérimental (Ghafari *et al.* 2009). Dans ces conditions, les surfaces de réponse suggèrent que la dose de coagulant et le pH ont un effet significatif positif sur l'élimination de la DCO et de la turbidité et ont montré respectivement une efficacité d'élimination de 76,4 et 98,9%, ce qui concorde avec les résultats de Marañón *et al.* (2010) et Mohd *et al.* (2011) pour un vieux lixiviat.

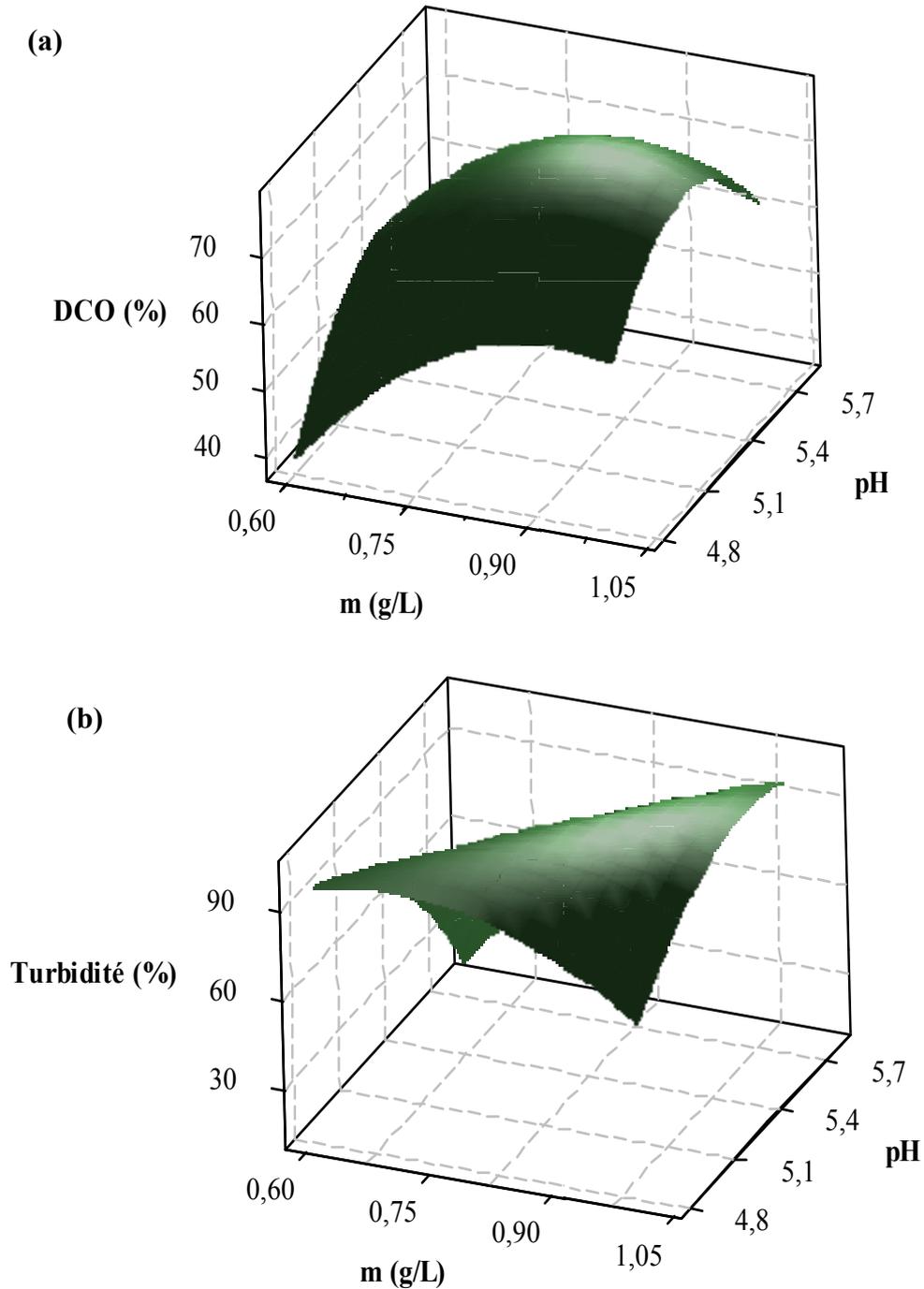


Figure III.4: Diagramme de surface en 3D pour la (a) DCO et (b) turbidité.

La figure (III.5) illustre l'effet de la dose du coagulant et du pH sur l'élimination de la DCO et la turbidité. Les lignes de contour représentent les iso-réponses, qui correspondent à des valeurs de rendements de 45, 50, 55, 65, 71 et 75 % pour la DCO et 45, 60, 70, 80, 90 et 99% pour la turbidité.

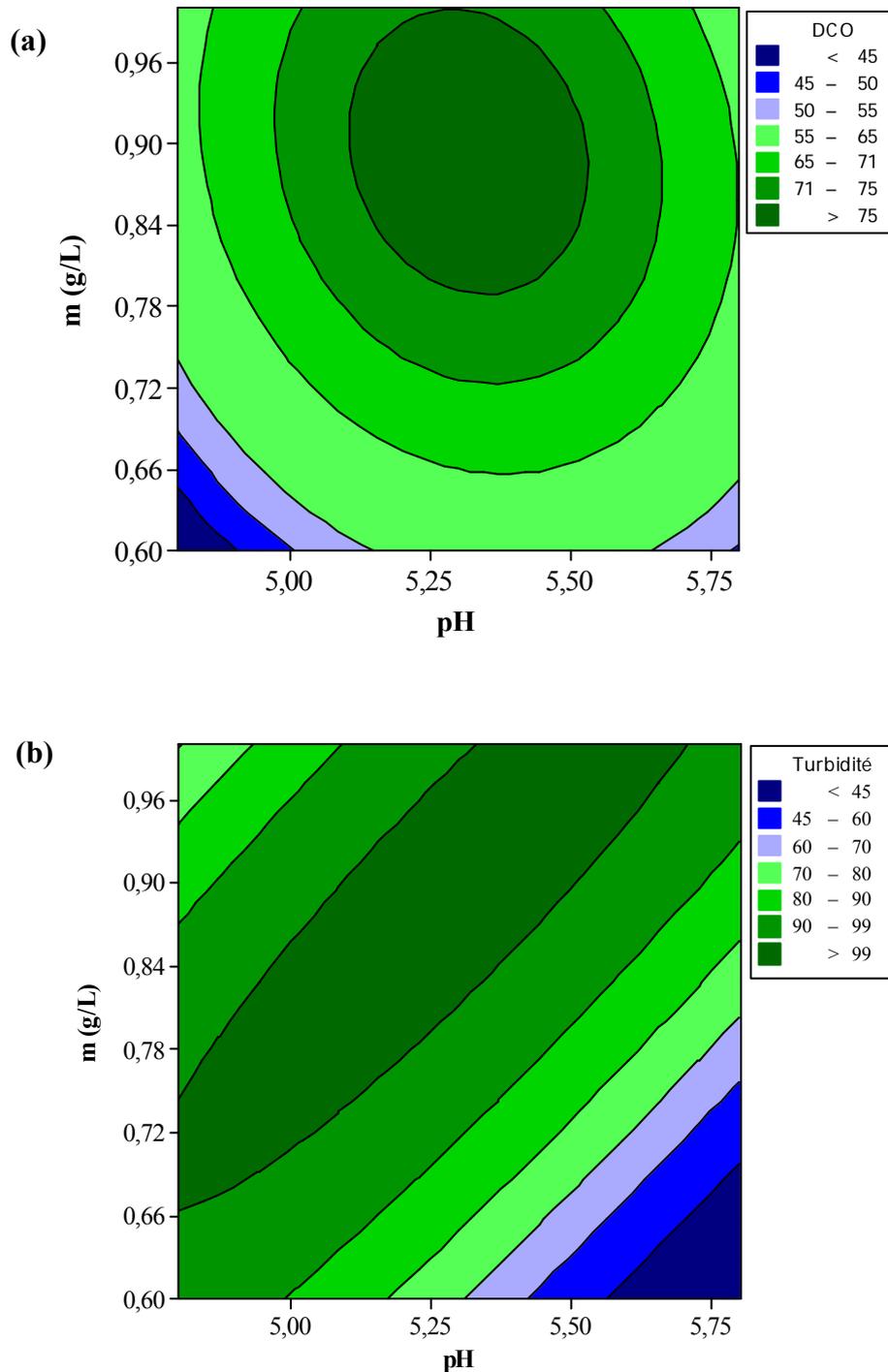


Figure III.5: Courbes iso-réponses pour l'élimination de la DCO (a) et de la turbidité (b).

Le taux d'abattement de la DCO augmente lorsqu'on se déplace du quart inférieur droit au quart supérieur gauche du graphique. En d'autres termes, le rendement augmente si nous

réduisons le pH (effet négatif) et augmentons la dose du coagulant (effet positif) simultanément (figure III.5a).

Nous pouvons constater que la turbidité diminue à mesure que nous passons du quart inférieur gauche du domaine exploré au quart supérieur droit du domaine. Le taux d'élimination de la turbidité augmente lorsque la dose de coagulant et le pH augmentent simultanément (figure III.5b). Ce graphique montre que le rendement sera optimal à un pH légèrement supérieur à 5,25 et à une dose inférieure à 0,84 g/L.

Les conditions optimales peuvent être également identifiées en superposant les contours des deux réponses dans les uns aux autres dans un graphique unique. La zone optimale est clairement indiquée en blanc contre la zone verte qui ne répond pas aux critères comme indiqué dans la figure (III.6).

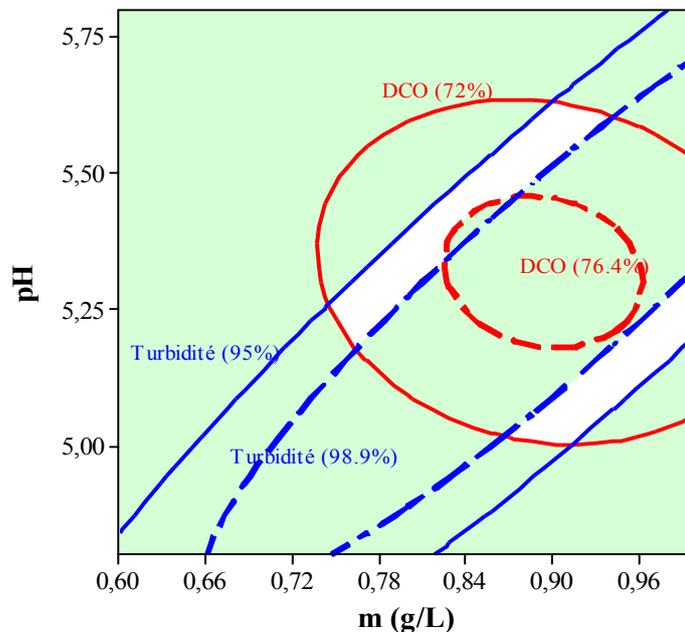


Figure III.6: Surfaces de réponses superposées pour les taux d'abattement de la DCO et de la turbidité.

III. 1.4. Optimisation et validation des résultats

Le diagramme d'optimisation illustré dans la figure (III.7) est appliqué afin de déterminer la combinaison des facteurs expérimentaux qui optimise de façon simultanée les deux réponses. Elle le fait en maximisant une fonction de désirabilité.

L'objectif est de cibler la DCO et la turbidité à 100%. Les valeurs prédites sont respectivement de 76,4% et 98,9% pour la DCO et la turbidité avec un pH= 5,33 et une dose de FeCl₃ de 0,82 g/L.

La désirabilité varie de 1 (cas idéal) à 0 lorsque les réponses sont en dehors de leurs

limites acceptables. La désirabilité individuelle de la DCO et de la turbidité trouvée est de 1,0. Par conséquent, la désirabilité composite de ces deux variables est aussi de 1,0.

Des expériences en trois exemplaires sont menées en appliquant les conditions optimales prévues (pH = 5,337 et dosage de FeCl₃ de 0,825 g/L). Le tableau (III.4) démontre l'efficacité de l'élimination, pour les deux réponses, à partir des résultats expérimentaux. Ce qui correspond bien aux prédictions du modèle. L'efficacité d'élimination des réponses est respectivement de 75,3% et 98,3% pour la DCO et la turbidité.

La quantité maximale éliminée de Pb et de Cu par le chlorure ferrique, dans les conditions optimales, est d'environ 99% de la valeur initiale, pour les deux. Ces résultats confirment la bonne reproductibilité des modèles proposés (Lessoued *et al.* 2017a).

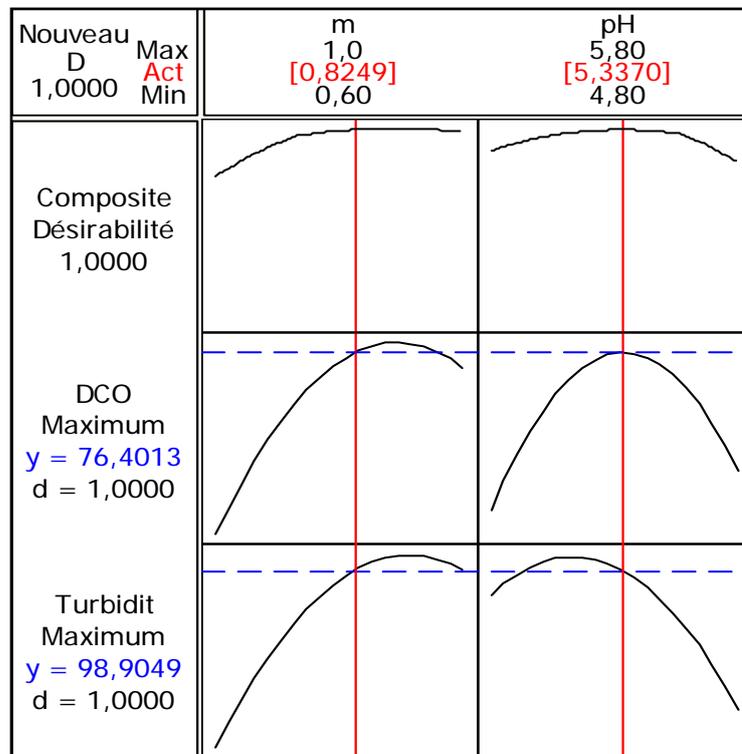


Figure III.7 : Profils de désirabilité des deux réponses étudiées.

Tableau III.4: Essais de validation dans des conditions optimales: pH= 5,33 et m= 0,82 g/L.

	Valeur Prédite (%)	Valeur expérimentale (%)	Erreur (%)
DCO (mg/L)	76,4	75,3	1,1
Turbidité (NTU)	98,9	98,3	0,6



Figure III.8: Évolution de la couleur de lixiviat après traitement.

Tableau III.5: Études récentes sur l'optimisation du procédé de coagulation- floculation du dans le traitement des lixiviats utilisant la méthodologie RSM.

Tr.	Variables	Réponses cibles			Modèle proposée			M.Opt	Réf.
	X	Y	Y ₀	Y'	R ²	R ² a	R ² p		
FeCl ₃ C-F + DAF	pH=4,76 m =0,6 g SP=600kPa D=6 l/min	DCO (mg/L)	2010	75	0,968	0,962	ND	RSM + CCD + Contours superposés	Mohd <i>et al.</i> (2011)
		Turbidité (FAU)	259	50	0,645	0,614	ND		
		Coleur PtCo	4000	93	0,894	0,876	ND		
		NH ₃ -N (mg/L)	1975	41	0,861	0,852	ND		
FeCl ₃ C-F + F	pH= 7 m= 1,5 g	DCO (mg/L)	11280	65	0,966	ND	ND	RSM + CCD	Ghanbari & Moradi (2014)
		TSS (mg/L)	3940	79	0,718	ND	ND		
FeCl ₃ C-F	pH= 8 m= 3g	DCO (mg/L)	9600	71	0,982	0,959	0,932	RSM+ Box- Behnken design	Kumar & Bishnoi (2015)
		Phosphate (mg/L)	15.3	93	0,987	0,971	0,919		
		Sulfate (mg/L)	474	99.6	0,998	0,995	0,979		
FeCl ₃ C-F	pH= 5.33 m= 0,82 g	DCO (mg/L)	4219	76.4	0,989	0,981	0,931	RSM + CCD+ Contours superposés	Lessoued <i>et al.</i> (2017a)
		Turbidité (NTU)	78,3	98,9	0,998	0,997	0,992		

ND: non disponible; Y₀: Valeur initiale; Y': Réponse optimisée en (%); R²: coefficient de détermination; R² a: R² ajusté; R² p: R² prévu; C-F: Coagulation-floculation; F: fenton; CCD: plans composites centrés; DAF: flottation à l'air dissous; m: dosage de FeCl₃ en (g/L); D: débit (l/min); M.opt: Méthode d'optimisation; Rt: Temps de réaction; SP: pression de saturation (kPa); TSS: Matières en suspension totale. Tr: traitement; Réf: Références.

Les résultats de traitement par le procédé de coagulation-floculation et les conditions opératoires optimales observées dans la littérature et la présente étude sont résumés dans le tableau (III.5). Comme prévu, ces résultats confirment la bonne reproductibilité des modèles proposés.

Concernant la dégradation de la couleur, nous avons remarqué une nette diminution de la couleur qui passe du noir à un jaune clair comme indiquée dans la figure (III.8).

Conclusion

La méthodologie des surfaces de réponses a été utilisée avec succès pour évaluer les effets du pH et de la dose de coagulant sur l'efficacité de dépollution du processus de coagulation-floculation. Il a été confirmé que le pH initial et le dosage de FeCl_3 avaient des effets significatifs sur l'élimination de la DCO et de la turbidité. Les résultats ont montré un bon accord entre les valeurs expérimentales et celles prédites par les modèles. Des taux d'abattement de la DCO et de la turbidité et d'élimination du Pb et du Cu respectivement de 75,3, 98,3, 99 et 99% ont été obtenus dans les conditions optimales (0,82 g/L à un pH 5,33). En outre, cette étude a montré que le FeCl_3 peut être utilisé comme un prétraitement approprié pour les lixiviats âgés.

III.2. Coagulation- floculation par le PAC

III. 2.1. Modélisation des réponses

La relation entre les deux variables (dose de coagulant et pH) et les deux réponses (Taux d'élimination de la DCO Y_1 et de la turbidité Y_2) pour le processus de coagulation-floculation par PAC a été déterminée à l'aide de la méthodologie des surfaces de réponse (RSM). Seuls les termes significatifs des modèles établis sont requis pour obtenir un ajustement approprié des ces modèles.

Les résultats des essais de la matrice d'expériences (Tableau III.6) a permis le développement d'équations mathématiques qui décrivent l'évolution de la DCO et de la turbidité en fonction des facteurs dose de coagulant (x_1) et pH (x_2). Les équations des modèles (III.3, III.4) obtenus sont données ci-dessous:

$$\text{DCO}(\%) = -4654,6 + 630,9x_1 + 839,8x_2 - 40,8x_1^2 - 49,9x_2^2 - 24,7x_1x_2 \quad (\text{III.3})$$

$$\text{Turbidité}(\%) = -4780,6 + 271,2x_1 + 1170,9x_2 - 41,4x_1^2 - 93,1x_2^2 + 26x_1x_2 \quad (\text{III.4})$$

Tableau III.6: Résultats des essais de la matrice d'expériences pour les deux réponses étudiées.

Variables codées		Taux d'abattement (%)					
		DCO			Turbidité		
m (x_1)	pH (x_2)	Expérimentale	Ajustée	Résiduelle	Expérimentale	Ajustée	Résiduelle
-1	-1	47,5	48,1	-0,6	88,3	88,3	0,0
+1	-1	57,4	57,8	-0,4	84	83,63	0,37
-1	+1	49,4	49,8	-0,4	78,6	78,69	-0,01
+1	+1	49,4	49,7	-0,3	84,7	84,42	0,28
- α	0	47,5	46,9	0,6	85,8	85,67	0,13
+ α	0	54	53,7	0,3	86	86,4	-0,4
0	- α	55,3	54,7	0,6	84,4	84,6	-0,2
0	+ α	50,6	50,2	0,4	78,3	78,37	-0,07
0	0	61	60,48	0,52	96,4	96,38	0,02
0	0	60,3	60,48	-0,18	96,4	96,38	0,02
0	0	60,5	60,48	0,02	96,4	96,38	0,02
0	0	60,6	60,48	0,12	96,3	96,38	-0,08
0	0	60	60,48	-0,48	96,4	96,38	0,02

IV. 2.2. Analyse statistique des résultats

Dans les Figures (III. 9 et 10), cinq effets s'étendent au-delà de la ligne de référence: les termes carrés (m*m) et (pH*pH), l'interaction entre (m*pH), ainsi que les effets principaux m et pH, sont statistiquement significatif. Les facteurs (m*m) et (pH*pH) sont les effets les plus importants dans les modèles de la DCO et la turbidité, respectivement. Ces facteurs sont statistiquement significatifs au seuil de 0,05 avec les termes du modèle actuel (tableau III.7).

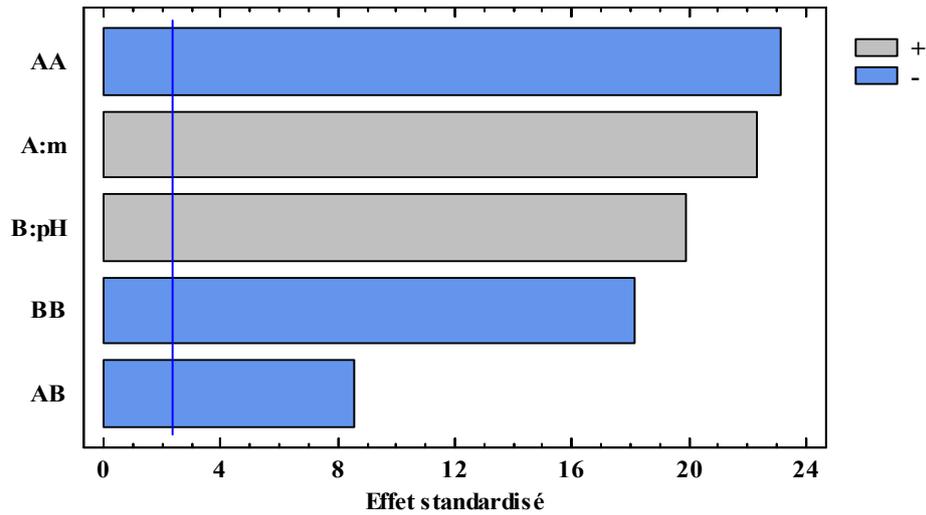


Figure III. 9 : Graphique de Pareto standardisé pour la DCO.

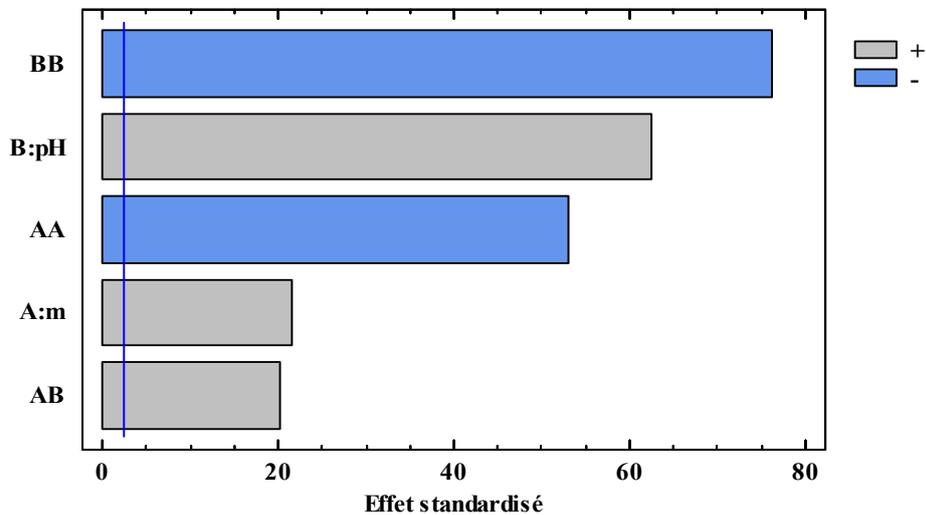


Figure III.10: Graphique de Pareto standardisé pour la turbidité.

L'inadéquation de l'ajustement est de 0,09 ce qui indique une corrélation significative entre les variables indépendantes et les réponses (Lessoued *et al.* 2017b).

Les modèles de régression Y_1 et Y_2 sont significatifs ($P= 0,000 < 0,05$). Le modèle contient deux effets linéaires (pH et m). La valeur de p de 0,000 pour pH et m est inférieure à 0,05 (Tableau III.7). De ce fait, il existe un effet linéaire significatif. En d'autres termes, le rendement d'élimination varie selon le pH et la dose de PAC.

Effets des interactions: le modèle contient une seule interaction à deux facteurs (pH*m). La valeur de p de **0,000** pour l'interaction est inférieure à 0,05, ce qui implique un effet d'interaction significatif sur les réponses.

Effets au carré: Les valeurs de P pour chacun des effets des termes quadratiques (pH*pH = 0,000 et m*m = 0,000) sont inférieures à 0,05. Les effets de ces termes sont donc significatifs au seuil de 95%. En raison de la présence de termes au carré dans les modèles, les relations décrivant les taux d'abattement et les variables indépendantes pH et dose de coagulant suivent un profil curviligne plutôt que des lignes droites.

Les résultats de l'analyse de variance (ANOVA) indiqués dans le tableau (III.8) montrent que les modèle polynomiaux quadratiques sont statistiquement significatifs pour décrire les réponses (DCO et turbidité) en fonction des variables (x_1 et x_2), avec un R^2 très élevé de 0,9933; 0,9992 et un R^2 ajusté de 0,9885; 0,9986 pour la DCO et la turbidité respectivement (Lessoued *et al.* 2017b), ce qui montre que 99,33 % et 99,92% de la variation des rendements sont expliqués par les modèles Y_1 et Y_2 respectivement.

D'après les valeurs trouvées de R^2 prévu, on peut dire que le modèle proposé explique 96,1% et 99,44% des deux réponses pour prédire de nouvelles observations. De plus, le R^2 prévu devrait faire l'objet d'un accord raisonnable avec le R^2 ajusté. Une valeur de R^2 prévu très inférieure à R^2 peut être un signe de surajustement du modèle, c'est à dire qu'il inclut des termes dont les effets ne sont pas significatifs (Yuyang *et al.* 2017).

Nous avons constaté aussi des petites valeurs de S de l'ordre de 0,58 et 0,26 et des valeurs de PRESS de l'ordre de 13,74 et 3,26 pour la DCO et la turbidité respectivement (tableau III.8), ce qui indique une capacité de prévision appréciable de nos modèles.

Tableau III.7: Coefficients de régression estimés pour DCO.

Termes	DCO				Turbidité			
	Coef	Coef ErT	T	P	Coef	Coef ErT	T	P
Constante	-4654,57	191,91	24,25	0,000	-4780,57	85,142	56,15	0,000
m	630,95	28,29	22,30	0,000	271,21	21,609	21,61	0,000
pH	839,83	42,21	19,90	0,000	1170,92	18,728	62,52	0,000
m*m	-40,77	1,76	-23,15	0,000	-41,37	0,781	-52,95	0,000
pH*pH	-49,95	2,75	-18,16	0,000	-93,08	1,221	-76,25	0,000
m*pH	-24,75	2,90	-8,526	0,000	26,00	1,288	20,19	0,000

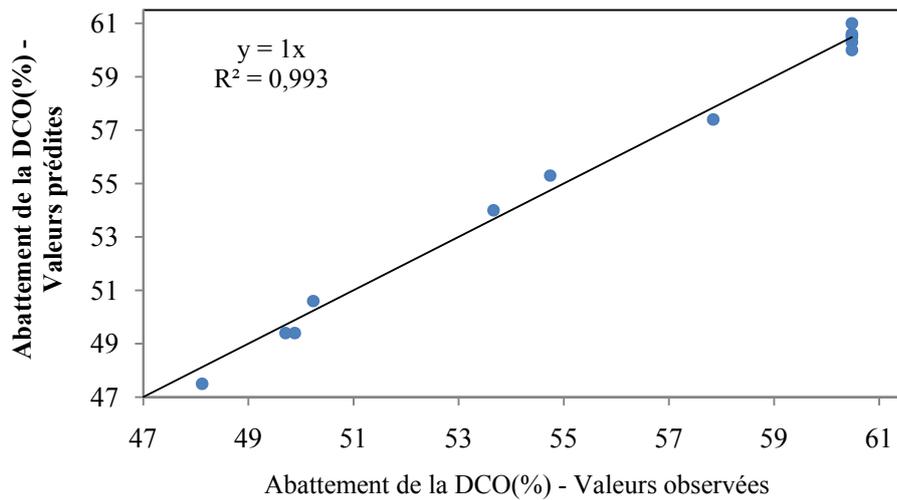
Tableau III.8: Résultats de l'Analyse de Variance (ANOVA) pour les réponses étudiées.

Réponse	Regression	LOF	P	R ²	R ² ajusté	R ² prévu	PRESS	S
DCO	0,000	0,093	0,000	99,33	98,85	96,10	13,74	0,58
Turbidité	0,000	0,001	0,000	99,92	99,86	99,44	3,26	0,26

D'après les résultats regroupés dans les tableaux (III.6 et III.8), les modèles obtenus permettront de prévoir de nouvelles observations de façon précise, avec une petite valeur résiduelle. La capacité de prévision semble satisfaisante par rapport aux résultats rapportés dans la bibliographie dans des travaux similaires (Tableau III.10).

Le taux d'abattement de la DCO et de la turbidité prédits en fonction des facteurs sélectionnés sont illustrés sur les figures (III.11a et b). Ces relations montrent des coefficients de corrélation de 0,993 et 0,999 respectivement pour la DCO et la turbidité, ce qui indique une bonne aptitude prédictive de ces modèles.

(a)



(b)

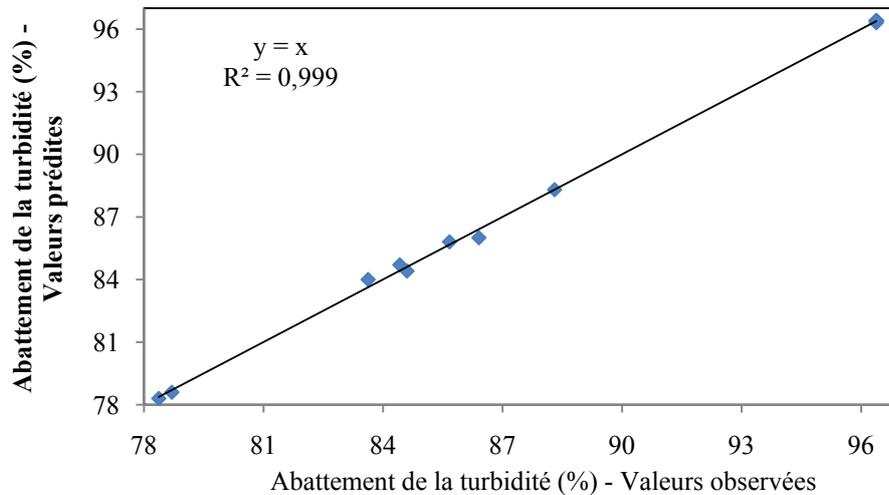
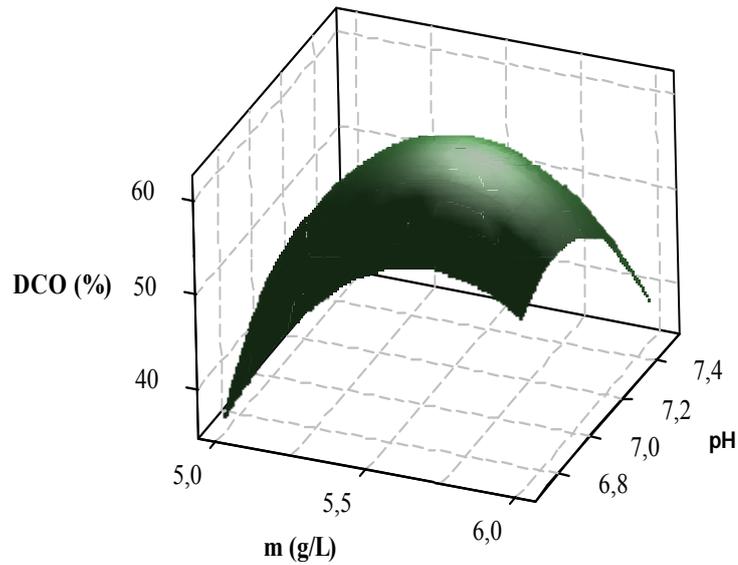


Figure III.11: Valeurs prédites en fonction des valeurs observées pour les taux d'abattement de la DCO(a) et de la turbidité (b).

III. 2.3. Analyse graphique des résultats

Les surfaces de réponse représentées sur les figures (III.12a et b) indiquent clairement des valeurs maximales pour les deux réponses Y_1 et Y_2 , correspondant à des niveaux du pH et de la dose d'environ 7,1 et 5,5 g/L respectivement. Les taux d'abattements de la DCO et de la turbidité correspondant à ces maxima sont de 60,95% et 96,38% respectivement. Ces résultats sont similaires à ceux trouvés par Marañón *et al.* (2010) et Nurfarahim *et al.* (2015) dans le cas du traitement d'un lixiviat âgé.

(a)



(b)

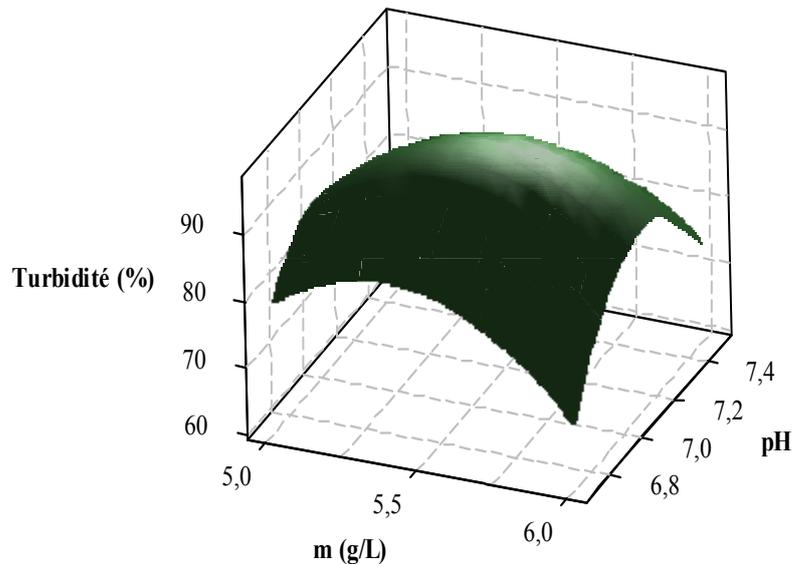


Figure III.12: Diagramme de surface en 3D pour la (a) DCO et (b) turbidité.

La figure (III.13) regroupe les deux courbes iso-réponses de l'abattement de la DCO (a) et de la turbidité (b) en fonction la dose de PAC et le pH. On peut voir sur les courbes de cette figure un effet positif de la dose de PAC sur les réponses. Au fur et à mesure, qu'on augmente la dose, le pourcentage d'abattement de la DCO et de turbidité augmente.

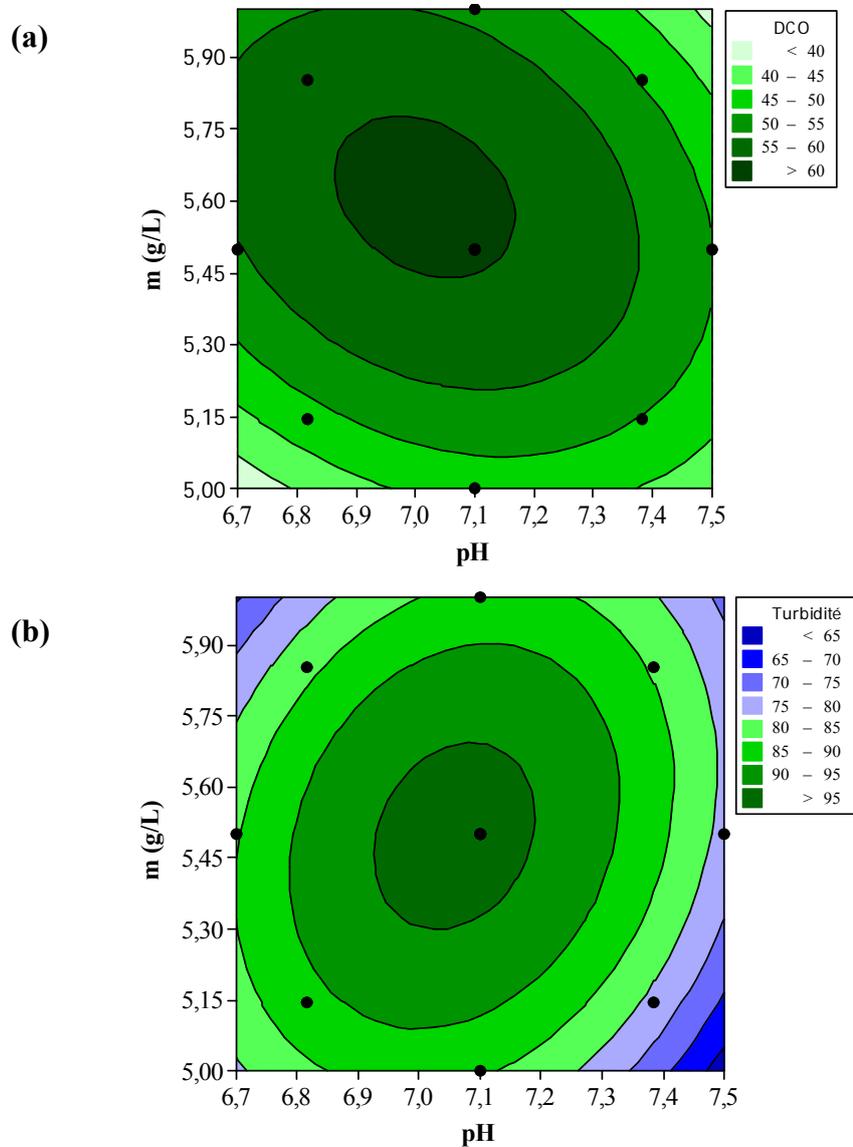


Figure III.13: Courbes iso-réponses pour l'élimination de la DCO (a) et de la turbidité (b).

En effet, on remarque que l'effet du pH est négatif sur le taux d'abatte-ments de la la DCO lorsqu'on augmente le pH du milieu. Le taux d'abattement de la turbidité augmente lorsque nous nous déplaçons du coin inférieur gauche vers le centre du domaine étudié. Il apparait nettement sur les courbes d'iso-réponses l'existence d'une région optimale qui correspond à une DCO et une turbidité minimales. Le rendement sera optimal à une dose de PAC légèrement supérieure à 5,45g et inférieure à 5,6g et un pH situé dans l'intervalle de 7- 7,2.

Les contours superposés (Figure III.14) révèlent un maximum pour une valeur du pH légèrement supérieur à 7 et une dose de coagulant d'environ 5,5 g/L.

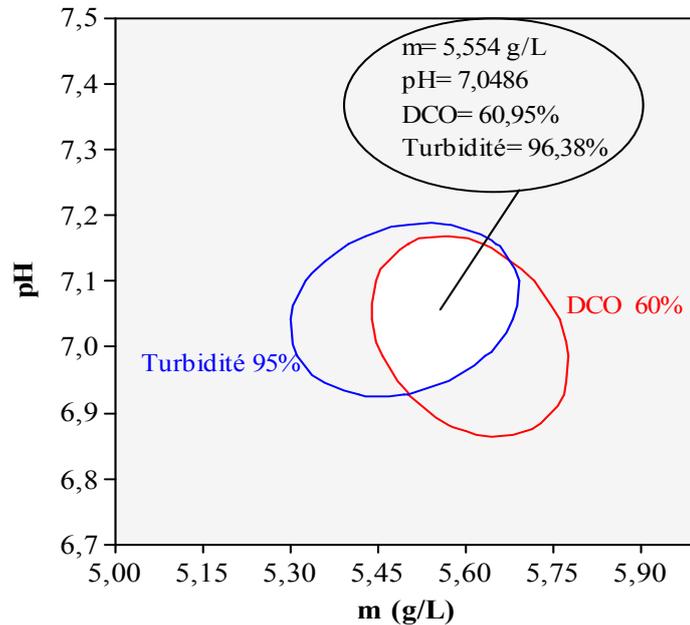


Figure III.14: Diagrammes de contour superposés pour les taux d'élimination de la DCO et de la turbidité.

III. 2.4. Optimisation et validation des résultats

La fonction de désirabilité de la DCO et la turbidité est illustré dans la figure (III.15). L'objectif est de maximiser l'élimination de la DCO et la turbidité. Les conditions optimales obtenues en exploitant les surfaces de réponse étaient obtenues pour un pH = 7,049 et une dose de coagulant = 5,55 g/L avec des réponses prédites de 60,96 et 96,37% pour les taux d'abattement de la DCO et de la turbidité respectivement. La désirabilité individuelle (d) de la DCO et de la turbidité est de 0,999. Par conséquent, la désirabilité composite (D) de ces deux réponses est de 0,9995 (Figure III.15). Sachant que D est calculé en combinant les valeurs de désirabilité individuelles en appliquant la moyenne géométrique (Ferreira *et al.* 2007):

$$D = (d_1 \times d_2 \times \dots \times d_m)^{1/m}.$$

Des expériences de confirmation ont été effectuées aux coordonnées (pH = 7,05 et dosage du PAC = 5,55 g/L). Le tableau (III.9) montre que les résultats obtenus pour les deux réponses correspondent bien avec les prédictions du modèle. L'efficacité d'élimination des réponses sont respectivement de 60,4% et 97,7% pour la DCO et la turbidité. En outre, des taux d'élimination plus élevés d'environ 97,1%, 99% et 100% sont prédits respectivement pour les métaux lourds Fe, Pb et Cu. Comme prévu, ces résultats confirment la bonne reproductibilité des modèles proposés (Lessoued *et al.* 2017b).

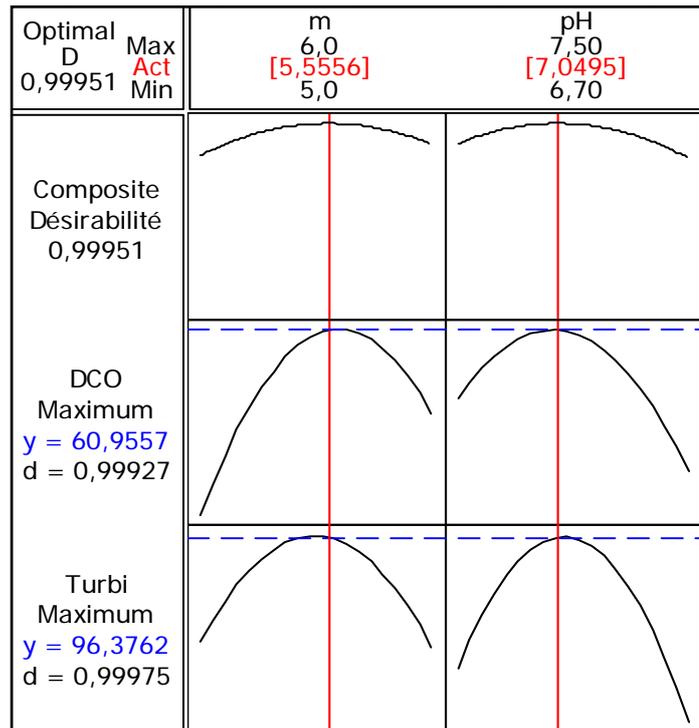


Figure III.15: Profils de désirabilité de la DCO et de la turbidité.

Tableau III.9: Expériences de validation dans les conditions optimales
(pH=7,05 et m=5,55g/L).

	Valeur Prédite (%)	Valeur expérimentale (%)	Erreur (%)
Turbidité (NTU)	96,38%	97,7%	1,38
DCO (mg/L)	60,96%	60,4%	0,56

Une comparaison avec des résultats de traitement par le procédé de coagulation-floculation, utilisant le PAC, rapportés dans la littérature est donnée dans le Tableau (III.10). Cette comparaison confirme la bonne qualité et précision des modèles proposés dans la présente étude. Le lixiviat traité a subi une décoloration importante qui passe du noir à un jaune clair, comme le montre la figure (III.16).



Figure III.16: Évolution de la couleur du lixiviat après traitement par le PAC.

Tableau III.10: Études récentes sur l'optimisation de la coagulation- floculation du traitement de lixiviats en utilisant la méthodologie RSM.

Tr.	Variable	Réponses cibles			Modèle proposé				M.Opt	Réf.
	X	Y	Y ₀	Y'	R ²	R ² a	R ² p	PRESS		
PAC C-F	pH= 7,5 m= 2g	DCO (mg/L)	1925	43,1	0,81	0,71	ND	559	RSM + CCD + contours superposés	Ghafari <i>et al.</i> (2009)
		Turbidité (FAU)	347	94	0,97	0,96	ND	369		
		Coleur (PtCo)	3869	90,7	0,97	0,95	ND	3010		
		TSS (mg/L)	80	92,2	0,95	0,92	ND	797		
PAC C-F	pH= 7,5 m= 2g	DCO (mg/L)	6500	39,95	0,79	0,64	ND	13	RSM + CCD+ contours superposés	Farrokhi <i>et al.</i> (2015)
		Turbidité (FAU)	350	90	0,97	0,95	ND	607		
		Coleur (PtCo)	3940	87,9	0,97	0,95	ND	2912		
		TSS (mg/L)	210	87,3	0,95	0,91	ND	1409		
PAC C-F	pH=7,05 m=5,55g	DCO (mg/L)	4539	60,4	0,99	0,99	0,96	13,7	RSM + CCD+ contours superposés	Lessoued <i>et al.</i> (2017b)
		Turbidité (NTU)	65,3	97,7	0,99	0,99	0,99	3,3		

ND: non disponible; Y₀: Valeur initiale; Y': Réponse optimisée en (%); R²: coefficient de détermination; R² a: R² ajusté; R² p: R² prévu; C-F: Coagulation-floculation; Tr: traitement; m: dosage de PAC en (g/L); TSS: Matières en suspension totale; Réf: Références. M.opt: Méthode d'optimisation.

Conclusion

La coagulation-floculation par polychlorure d'aluminium en utilisant la méthodologie des surfaces de réponses a été effectuée pour développer un modèle mathématique de prédiction de l'élimination de la DCO et la turbidité. Les conditions optimales obtenues pour une dose de 5,55 g/L de coagulant et un pH de 7,05. Les résultats des essais de validation des modèles ont montré un bon accord entre les résultats prévus par les modèles et les valeurs mesurées expérimentalement. Aux conditions optimales, 61%, 96,4%, 97,1%, 99% et 100% d'élimination de la DCO, de la turbidité, du Fer, du Plomb et du Cuivre respectivement ont été obtenus. Par conséquent, cette étude a montré que le PAC est un coagulant efficace pour l'amélioration des caractéristiques physico-chimiques des lixiviats âgés.



CONCLUSION GENERALE

L'enjeu environnemental pour un développement durable consiste à agir au quotidien pour réduire le gaspillage, limiter les pollutions et économiser les ressources. La prévention des déchets, leur recyclage et leur valorisation, restent un moyen efficace pour concilier bénéfices socio-économiques et protection de l'environnement. Les déchets sont considérés de nos jours, comme une ressource précieuse et intarissable à partir de laquelle, peuvent être extraites des matières premières et de l'énergie. C'est à ce titre, que les pouvoirs publics s'investissent dans une politique de collecte différenciée performante et l'instauration de filières de valorisation des déchets ménagers.

L'enfouissement demeure en Algérie une filière d'élimination très économique dans la gestion globale des déchets, mais il n'a pas été jusque-là pratiqué en appréhendant tous les problèmes qu'il pouvait engendrer, tel que le lixiviat qui représente un déchet ultime potentiellement dangereux. Ce dernier est un effluent très concentré qui est généré à raison de volumes considérables. Le contexte économique rend inadaptés des procédés de traitement dont les coûts d'investissement et de fonctionnement restent élevés.

Notre étude, qui se situe dans le cadre de la gestion des déchets et de ses dérivés, a consisté à caractériser et traiter les lixiviats générés au niveau du CET de Tébessa (Algérie) et Asturias (Espagne) par les procédés d'électrocoagulation et la coagulation chimique, afin de minimiser la pollution et ses conséquences sur l'environnement. Leurs caractérisations montrent qu'ils ont une charge organique importante et que toutes les valeurs des paramètres de pollution analysés dépassent les normes de rejet dans les milieux récepteurs, d'où la nécessité de les traiter.

Traditionnellement, on effectue des expériences de manière séquentielle en faisant varier les paramètres les uns après les autres. Cette méthode donne des résultats mais elle est coûteuse en temps et nécessite la réalisation d'un grand nombre d'expériences. Les méthodes d'analyses de données permettent de collecter, de résumer et de présenter des données de façon à en tirer le maximum d'informations pour la suite des expériences. Pour mener une recherche expérimentale planifiée, la méthodologie de surface de réponse est utilisée pour déterminer un modèle empirique permettant d'identifier l'ensemble des facteurs qui optimisent la réponse. Dans cette étude nous avons utilisé la méthode traditionnelle et les plans d'expérience pour les deux procédures de traitement de lixiviats:

- Le lixiviat provenant de la décharge d' Asturias est traité par le procédé de coagulation floculation. Plusieurs expériences jar-tests ont été effectuées en vue de déterminer les conditions optimales (pH et dosage) pour éliminer la pollution pour deux coagulants (le

chlorure ferrique et le Polychlorure d'aluminium). L'efficacité du processus est évaluée en termes de pollution organique et de turbidité.

- Le traitement des lixiviats provenant du CET de Tébessa par le procédé d'électrocoagulation a été évalué pour éliminer la pollution organique (DCO), avec des électrodes d'aluminium d'une pureté de 98%. Le métal des électrodes peut être obtenu par récupération des déchets d'aluminium, ce qui rend leur coût supportable pour un procédé de dépollution. L'influence des paramètres opératoires de l'électrocoagulation (Intensité de courant ; pH; durée d'électrolyse et vitesse d'agitation), a été étudiée, dans le but d'atteindre les objectifs annoncés. L'efficacité du processus est évaluée en termes d'élimination de la pollution organique (DCO). Le traitement des lixiviats par coagulation et électrocoagulation a abouti aux résultats suivants :

1. La méthode traditionnelle d'essais et erreurs

Concernant la coagulation chimique, la dose optimale obtenue par la FeCl_3 est estimée à 0,8g/l et un pH de 5,3 avec un rendement d'élimination de la DCO et de la turbidité de 73,8% et 98,6%, respectivement. La quantité de boues produite est de 4,5% du volume total du lixiviat traité. Le lixiviat est sujet à une décoloration importante avec une réduction de Plomb de 98,9%, et de Cuivre de 98%. Dans les conditions optimales (une dose de 5,5 g/l et un pH de 7), le PAC a permis des éliminations de la DCO de 60,3%, de la turbidité de 96,8%, du Fer de 96,9%, du Plomb de 98,8% et du Cuivre de 99,8%. La quantité de boues produite est d'environ 10% du volume total du lixiviat traité.

Le procédé d'électrocoagulation a permis d'obtenir un rendement de dépollution (DCO) de l'ordre de 89% avec les conditions optimales suivantes : vitesse d'agitation = 150 tr/min, distance inter-électrodes = 2,9cm, Intensité du courant = 1,4 A, pH= 5 et un temps de contact de 75 minutes.

2. La méthodologie de surface de réponse

Les résultats du traitement par FeCl_3 ont montré un bon accord entre les valeurs expérimentales et celles prédites par les modèles élaborés. Dans les conditions optimales (0,82 g/L à pH 5,33), des taux d'élimination de la DCO, de la turbidité, du Plomb et du Cuivre ont été obtenus, respectivement de 75,3, 98,3, 99 et 99%.

En utilisant le PAC comme coagulant, des taux d'élimination de la DCO, la turbidité, le Fer, le Plomb et le Cuivre de 61%, 96,4%, 97,1%, 99% et 100% respectivement ont été obtenus dans conditions optimales.

Les résultats de cette étude nous ont permis de conclure que l'efficacité du traitement par la coagulation et l'électrocoagulation varie selon les contaminants et la composition des lixiviats.

- Un modèle polynomial d'ordre deux complet semble modéliser correctement le phénomène étudié ici.

- L'origine de la matière organique influence le traitement : l'EC permet de réduire considérablement la charge organique et la turbidité des effluents très chargés. Toutefois, il serait judicieux d'approfondir cette étude par l'expérimentation d'électrodes en fer et de coupler l'électrocoagulation à d'autres procédés tels que les traitements biologique (Dia *et al.* 2016). pour affiner le traitement de la matière organique et rendre les lixiviats satisfaisants aux normes d'admission dans un milieu récepteur.

- La méthodologie de surface de réponse a permis d'identifier des facteurs influents et de déterminer les niveaux de ces paramètres qui conduisent à l'optimum des réponses étudiées (DCO, turbidité). Cette méthodologie très efficace a permis d'atteindre cet objectif avec un minimum d'essais et d'éviter ainsi un gaspillage des ressources.

Nous proposons quelques recommandations pour une meilleure exploitation du CET :

- La décharge doit être équipée d'une installation de traitement des lixiviats.
- Un centre de valorisation de déchets peut être combiné au CET.
- Réduire la production des déchets peut s'avérer difficile, ce qui fait appel à leur valorisation en recourant à des filières de récupération et de traitement qui permettent de réelles économies. En effet, les déchets sont considérés comme une ressource précieuse à partir de laquelle peuvent être extraites des matières premières et de l'énergie.
- La mise en place d'un tri sélectif à la source des déchets a pour but de réduire les impacts sur l'environnement et la maîtrise du coût de gestion.

En définitive, il est recommandé la mise en place d'une bonne politique de gestion des déchets allant du tri jusqu'à la mise en place des nombreuses filières de traitement des déchets pour arriver à enfouir uniquement les déchets ultimes.



REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Abid, A., Zouhri, A., Sennoune, M. Etude comparative entre le traitement physico-chimique des rejets de textile par un bio floculant et le traitement au niveau d'une station de pré-traitement au sein d'une unité industrielle de textile. 2018. *Revue des énergies renouvelables*. V21(2) : 165-171.

Abu Amr, S.S., Aziz, H.A., Bashir, M.J.K. Application of response surface methodology (RSM) for optimization of semi-aerobic landfill leachate treatment using ozone. 2014. *Appl. Water Sci.*, 4:231-239. DOI: 10.1007/s13201-014-0156-z.

Aboulam, Smaïl. Recherche d'une méthode d'analyse du fonctionnement des usines de tri compostage des déchets ménagers : Fiabilité des bilans matière. 123p. Thèse de doctorat : Toulouse, Institut National Polytechnique : 2005.

Belkacemi M. Contribution à l'étude des interactions dans le système déchets sol eau; Cas de la décharge de Oued Smar, Mémoire de magister, Génie d'environnement, ENP, Alger, 1993.

ADEME, Les Avis de l'ADEME. L'incinération des déchets ménagers et assimilés. Décembre 2012. 6p.

Alinsafi, A., Khemis, M., Pons, M.N., Leclerc, J.P. Yaacoubi A., Benhammou A., and Nejmeddine A. Electro-coagulation of reactive textile dyes and textile wastewater. 2005. *Chem. Eng. Process.* 44:461–470.

Amokrane, A., Comel, C., Veron, J. Landfill leachate pretreatment by coagulation-flocculation. 1997. *Water Res.*, 31: 2775–2782. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(97\)00147-4](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(97)00147-4).

Amir, Soumia. Contribution a la valorisation de boues de stations d'épuration par compostage : devenir des micropolluants métalliques et organiques et bilan humique du compost. 341p. Thèse de doctorat: Sciences Agronomiques: Toulouse, INP: 2005.

APHA, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 20th edn. *American Public health Association*: Washington, DC. 1998. 2671p.

Asaithambi, P., Beyene, D., Abdul Aziz, A. R., Alemayehu, E. Removal of pollutants with determination of power consumption from landill leachate wastewater using an electrocoagulation process: optimization using response surface methodology (RSM). 2018. *Appl. Water Sci.*, 8:69.

Aziz, H. A., Mohajeri, S., Isa, M. Ha., Zahed, M. A., Adlan, M. N. Statistical optimization of process parameters for landfill leachate treatment using electro-Fenton technique. 2010. *J. Hazard. Mater.*, 176:749–758.

Bashir, M. J. K., Isa, M. H., Kutty, S. R. M., Awang, Z. B., Aziz, H.A., Mohajeri, S., Farooqi, I. H. Landfill leachate treatment by electrochemical oxidation. 2009. *Waste Manage.*, 29: 2534-2541. doi:10.1016/j.wasman.2009.05.004

Baun, D.L. & Christensen, T.H. Speciation of heavy metals in landfill leachate: A review. 2004. *Waste Manage. Res.*, 22(1): 3-23. <https://doi.org/10.1177/0734242X040402146>

Bennajah, Mounir. Traitement des rejets industriels liquide par électrocoagulation-électroflotation en réacteur airlift. 204p. Thèse de doctorat: Génie des procédés et de l'environnement: Toulouse, INP: 2007.

Berradi, M., Chabab, Z., Arroub, H., Nounah, H. & El Harfi, A. Optimization of the coagulation/flocculation process for the treatment of industrial wastewater from the hot dip galvanizing of steel. 2014. *J. Mater. Environ. Sci.*, 23: 53-67.

Bezerra, M.A., Santelli, R.E., Oliveiraa, E.P., Villar, L.S., Escaleira, L.A. Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry. 2008. *Talanta* 76(5):965-977. DOI:10.1016/j.talanta.2008.05.019

Balet J. Michel. Aide- mémoire: gestion des déchets. 2^{ième} Ed. Paris: Dunod, 2005. 246p. ISBN 978-2-10-053548-4.

Berthe, Céline. Étude de la matière organique contenue dans des lixiviats issus de différentes filières de traitement des déchets ménagers et assimilés. 196p. Thèse de doctorat: Chimie et Microbiologie de l'Eau: Université de LIMOGES: 2006.

Boumechhour, F. Rabah, K.; Lamine, C.; Said, B. M. Treatment of Landfill Leachate Using Fenton Process and Coagulation-Flocculation. 2012. *Water Environ. J.*, 27, 114–119.

Boumechhour, Fatima. Étude des lixiviats générés par les déchets urbains: Caractérisation de la charge polluante et application de traitements par procédés classiques et procédés d'oxydation avancée. 152p. Thèse de doctorat: Génie de l'environnement: Alger, ENP: 2015.

Boumechhour, F., Kerbachi, R., Rechoum, A.E., Benmenni, M.S. Treatment of partially stabilized landfill leachate using combinations of coagulation, Fenton oxidation and granular activated carbon (GAC) adsorption. 2016. *Algerian Journal of Environmental Science and Technology*. 2(3): 31-39.

Bouaouine, O., Khalil, F., Chtoui, H., Zaitan, H., Harrach, A. Traitement par électrocoagulation des lixiviats de la décharge publique contrôlée de la ville de Fes (Maroc). 2015. *Larhyss J.*, 5 (2): 360-365.

Bouzaouit, Nadia. Optimisation de la synthèse enzymatique d'esters de sucres par la méthodologie des plans d'expériences. 145p. Thèse de doctorat: Chimie organique, Université Annaba: 2016.

Bouhezila, F., Hariti, M., Lounici, H., Mameri, N. Treatment of the Oued Smar Town Landfill Leachate by an Electrochemical Reactor. 2011. *Desalination*, 280:347–353. doi:10.1016/j.desal. 2011.07.032.

Brahim, Djemaci. La gestion des déchets municipaux en Algérie: Analyse prospective et éléments d'efficacité. 393p. Thèse de doctorat: Sciences économiques: Université de Rouen: 2012.

Castrillón, L., Fernández-Nava, Y., Ulmanu, M., Anger, I. Marañón E. Physico-chemical and biological treatment of MSW landfill leachate. 2010. *Waste Manage.* 30: 228–235.

Calace, N., Liberatori, A., Petronio, M., Pietroletti, M. Characteristics of different molecular weight fractions of organic matter in landfill leachate and their role in soil sorption of heavy metals. 2001. *Environ. Pollut.*, 113: 331-339. [https://doi.org/10.1016/S0269-7491\(00\)00186-X](https://doi.org/10.1016/S0269-7491(00)00186-X)

CEAEQ, Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. Méthode d'analyse. Détermination de la turbidité dans l'eau: méthode néphélométrique, MA. 103 -Tur. 1.0. 2016. [<http://www.ceaeq.gouv.qc.ca/methodes/pdf/MA103Tur10.pdf>]

Christophe, Bouchet. Traitement des lixiviats: des effluents complexes qui nécessitent un traitement poussé. 2014. *L'EAU, L'INDUSTRIE, LES NUISANCES*, 371:49-63.

Chattoraj, S., Mondal, N. K., Das, B., Roy, P., Sadhukhan, B. Biosorption of carbaryl from aqueous solution onto *Pistia stratiotes* biomass. 2014. *Appl. Water Sci.*, 4:79-88.

Christensen, J.B., Jensen, D.L., Grøn, C., Filip Z., Christensen T.H. Characterization of the dissolved organic carbon in landfill leachate-polluted groundwater. 1998. *Water Res.*, 32(1):125-135. DOI: 10.1016/S0043-1354(97)00202-9.

Chen, Guohua. Electrochemical technologies in wastewater treatment. 2004. *Sep. Purif. Technol.*, 38(1):11-41. DOI: 10.1016/j.seppur.2003.10.006.

Contreras, J., Villarroel, M. Nav, R. Treating landfill leachate by electrocoagulation. 2009. *Waste Manage. Res.*, 2009. 00: 1-8. DOI: 10.1177/0734242X08096974

Djafarzadeh, N., Safarpour, M. and Khataee, A. Electrochemical degradation of three reactivedyes using carbon paper cathode modified with carbon nanotubes and their simultaneous determination by partial least square method. 2014. *Korean. J. Chem. Eng.*, 31(5): 785-793 DOI: 10.1007/s11814 -013-0267-5

Dastyar, W., Amani, T., Elyasi, S.H. Investigation of affecting parameters on treating high-strength compost leachate in a hybrid EGSB and fixed-bed reactor followed by electrocoagulation-flotation process. 2015. *Process Saf. Environ. Prot.*, 95: 1-11. DOI: 10.1016/j.psep.2015.01.012

Dia, O., Patrick, D., Rino, D. et Gerardo, B. Utilisation des procédés électrochimiques et leurs combinaisons avec les procédés biologiques pour le traitement des lixiviats de sites d'enfouissement sanitaires - revue de littérature. 2016. *Revue des sciences de l'eau*. 29(1): 63-89.

Drogui, P., Blais, J. F. et Mercier G. Review of electrochemical technologies for environmental applications. 2007. *Recent Pat. Eng.*, 1:257-272.

Dihang, M., Desire. Mécanismes de coagulation et de floculation de suspensions d'argiles diluées rencontrées en traitement des eaux. 157p. Thèse de doctorat: Génie des procédés et de l'environnement : Toulouse III, Université Paul Sabatier : 2007.

Drouiche, N., Ghaffour, N., Lounici, H., Mameri, N., Maallemi, A., Mahmoudi, H. Electrochemical treatment of chemical mechanical polishing wastewater: removal of fluoride-sludge characteristics-operating cost. 2008. *Desalination*, 223: 134 - 142.

ElBada, N., Assobhei, O., Kebbabi, A., Mhamdi, R., Mountadar, M., Caractérisation et prétraitement du lixiviat de la décharge de la ville d'Azemmour. Déchets, Sciences et Techniques. 2010. *Revue Francophone D'écologie Industrielle*, 58(2): 30-36.

Farrokhi, M., Dindarloo, K. and Jamali, H.A. Optimization of Coagulation–Flocculation Process for Mature Landfill Leachate Treatment Using Response Surface Methodology (RSM). 2015. *Res. J. Pharm. Biol. Chem. Sci.*, 6(6): 128-138.

Ilhan, F., Kurt, U., Apaydin, O., Gonullu, M.T. Treatment of leachate by electrocoagulation using aluminum and iron electrodes. 2008. *J. Hazard. Mater.*, 154: 381-389. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2007.10.035.

Fadel, M. et Masoud, M. Emissions from landfills: a methodology comparative assessment. 2000. *Environ. Technol.*, 21: 965-978. DOI: 10.1080/09593332108618041.

Fernandes, A., Catalão, E., Ciríaco, L., Pacheco, M. J. and Lopes, A. Electrochemical treatment of leachates from sanitary landfills. 2013. *J. Electrochem. Sci. Eng.*, 3(3): 125-135.

Ferreira, S.L.C., Bruns, R.E., Ferreira, H.S., Matos, G.D., David, J.M., Brandao, G.C., Silva, E.G.P., Portugal; L.A., Reis, P.S., Souza, A.S., dos Santos, W.N.L. Box–Behnken design: an alternative for the optimization of analytical methods. 2007. *Anal Chim Acta*. 597:179–186.

Fernández-Nava, Y., Río, J.d., Rodríguez-Iglesias, J., Castrillón, L., Marañón. E. Life Cycle Assessment (LCA) of different municipal solid waste management options: A case study of Asturias (Spain). 2014. *J. Clean. Prod.* DOI: 10.1016/j.jclepro.2014.06.008.

Gherzouli, L., Labii, B. La gestion des déchets solides urbains: une necessite pour le developpement urbain durable de la ville de tebessa et la protection de son environnement. 2015. *Sci. Technol.* 42 :29-38.

Ghafari, S., Aziz, H.A., Isa, M. H. Zinatizadeh, A. Application of Response Surface Methodology (RSM) to Optimize Coagulation-Flocculation Treatment of Leachate Using Poly-Aluminum Chloride (PAC) and Alum. 2009. *J. Hazard. Mater.*, 163: 650–656.

Ghosh, P.S., Indu, S.T. Enhanced removal of COD and color from landfill leachate in a sequential bioreactor. 2014. *Bioresour. Technol.*, 170: 10–19.

Ghosh, D., Medhi, C.R., Purkait, M.K. Treatment of fluoride containing drinking water by electrocoagulation using monopolar and bipolar electrode connections. 2008a. *Chemosphere*, 73: 1393–1400. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2008.08.041>

Ghosh, D., Solanki, H. and Purkait, M.K., Removal of Fe (II) from tap water by electrocoagulation technique. 2008b. *J. Hazard. Mater.*, 155: 135-143. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.11.042>

Ghanbarzadeh, M. L., Sabour, M., Amiri, A., Rabbani, O. Application of Quadratic Regression Model for Fenton Treatment of Municipal Landfill Leachate. 2012. *Waste Manage.*, 32: 1895-1902. <https://doi.org/10.1016/j.wasman.2012.05.020>

Ghanbari, F., Moradi, M. Application of Response Surface Method for Coagulation

Process in Leachate Treatment as Pretreatment for Fenton Process: Biodegradability Improvement. 2014. *J. Water Process Eng.*, 4: 67-73. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jwpe.2014.09.002>

Goupy, Jacques. Les plans d'expérience. 2006. *Revue Modulad*, 34:74-116.

Goupy, J., Creighton, L. Introduction aux Plans D'expériences, 3rd Ed. Dunod, Paris, 2006. 336p. ISBN 2100497448

Grisey, Elise. Impact de l'évolution des déchets d'une installation de stockage de déchets non dangereux sur l'environnement. 214p. Thèse de doctorat: Sciences de la Terre et de l'Environnement: Université de Franche-Comté: 2013.

Güçlü D. Optimization of electrocoagulation of pistachio processing wastewaters using the response surface methodology. **2014**. *Desalin. Water. Treat.*, 1-10. Doi: 10.1080/19443994.2014.907752

Haeusler, L. et Berthoin, G. Chiffres clés déchets. ADEME. 2015. 96p.

Hanafi, F., Sadif, N., Assobhei, O. & Mountadar, M. Traitement des margines par électrocoagulation avec des électrodes plates en aluminium. 2009. *Revue des sciences de l'eau*. 22(4): 473-485. DOI:10.7202/038326ar

Heddami, S., Bermad, A. et Dechemi, N. Modélisation de la dose de coagulant par les systèmes à base d'inférence floue (ANFIS) application à la station de traitement des eaux de Boudouaou (Algérie). 2012. *Revue des sciences de l'eau*. 251: 1-17. DOI: 10.7202/1008532ar

Jin, Y., Wu, Y., Cao, J., Wu, Y. Optimizing decolorization of methylene blue and methyl orange dye by pulsed discharged plasma in water using response surface methodology. 2014. *J. Taiwan Inst. Chem. Eng.*, 45-2:589-595.

JORADP. Les valeurs limites des paramètres de rejet des effluents liquides industriels. *Algérie*. Decret- executif, n° 26: 06-141. Algérie. 2006. 6p.

Kabuk, H.A., İlhan, F., Avsar, Y., Kurt, U., Apaydin, O. et Gonullu, M.T. Investigation of Leachate Treatment with Electrocoagulation and Optimization by Response Surface Methodology. 2014. *Clean - Soil, Air, Water*, 42(5): 571-577. DOI:10.1002/clen.201300086.

Karam, Sandrine. Application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation des processus de depot. 234p. Thèse de doctorat: électronique: Université de Limoges: 2004.

Khalil, F., Bouaouine, O., Chtioui, H., Souabi, S., Aboulhassan, M.A., Ouammou A. Treatment of Landfill Leachate by coagulation-flocculation. 2015. *J. Mater. Environ. Sci.* 6 (5): 1337-1342.

Khandegar, V. et Saroha, A.K. Electrocoagulation for the treatment of textile industry effluent - A review. 2013. *J. Environ. Manage.*, 128: 949-963. DOI: 10.1016/j.jenvman.2013.06. 043

Khattabi, Hicham. Intérêts de l'étude des paramètres hydrogéologiques et hydrobiologiques pour la compréhension du fonctionnement de la station de traitement des lixiviats de la décharge d'ordures ménagères d'Etueffont, Belfort. 167p. Thèse de doctorat: Sciences de l'eau et de l'environnement: France, ISE: 2002.

Kjeldsen, P. et Christophersen, M. Composition of leachate from old landfills in Denmark. 2001. *Waste Manage. Res.*, 19: 249-256. doi.org/10.1177/0734242X0101900306

Kjeldsen, P., Barlaz, M.A., Rooker, A.P., Baun, A., Ledin A. et Christensen T.H. Present and long-term composition of MSW landfill leachate: A review. 2002. *Crit. Rev. Env. Sci. Tec.*, 32(4): 297-336. https://doi.org/10.1080/10643380290813462

Koller, Emilian, Traitement des polluants industrielles ; Eau Air Déchets Sols Boues, 2^{ed}, Dunod, Paris 2009. 576p.

Kouloughli, Salim. Etude expérimentale des mélanges sable bentonite: Leurs performances comme barrières de confinement dans les CET. 201p. Thèse de doctorat: Géotechnique Environnementale: Université Constantine: 2007.

Kouassi, A.E., Ahoussik, E., Koffi, Y.B., Kouamei, K., Soro, N., Biemi, J. Caractérisation physico-chimique du lixiviat d'une décharge de l'Afrique de l'ouest: cas de la décharge d'akouedo (Abidjan-Côte d'Ivoire). 2014. *Larhyss J.*, 19: 63-74.

Kurniawan, T.A., Lo, W., Chan G. et Sillanpaa M.E. Biological processes for treatment of landfill leachate. 2010. *J. Environ. Monit.*, 12: 2032-2047. DOI: 10.1039/c0em00076k

Kumar, S.S. Bishnoi, N.R. Coagulation of Landfill Leachate by FeCl₃: Process Optimization Using Box-Behnken Design (RSM). 2015. *Appl. Water Sci.*, 2190-5495.

Labanowski, J., Pallier, V. & Feuillade, G. Study of organic matter during coagulation and electrocoagulation processes: Application to a stabilized landfill leachate. 2010. *J. Hazard. Mater.*, 179: 166-172. https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2010.02.074

Labanowski, Jérôme. Matière organique naturelle et anthropique: vers une meilleure compréhension de sa réactivité et de sa caractérisation. 236p. Thèse de doctorat: Chimie & Microbiologie de l'eau: Université de Limoges: 2004.

Lee, M.R., Zawawi, D., Abdul Aziz, A.L. Treatment of Leachate by Coagulation-Flocculation using different Coagulants and Polymer: A Review. 2012. *Int. J. Adv. Sci. Eng. Inf. Technol.*, 2: 2088-5334.

Lessoued Ridha, Traitement du Lixiviat de la décharge d'Ouled Fayet par la Bentonite Algérienne. Mémoire de magistère: Génie chimique: Alger, ENP: 2009.

Lessoued, R., Souahi, F., Pelaez, L.C. Modelization and Statistical Optimization of Coagulation- Flocculation Treatment of an Old Leachate. 2017a. *Water Environ. Res.*, 89(12): 2136-2141. DOI: https://doi.org/10.2175/106143017X14839994523703

Lessoued, R., Souahi, F., Pelaez, L.C. Assessment of coagulation pretreatment of leachate by response surface methodology. 2017b. *Water Sci. Technol.*, 76(9): 2321-2327. DOI:10.2166/wst.2017.397

Long Y., Jing X., Dongsheng S., Yao D. Huajun feng effective removal of contaminants in landfill leachate membrane concentrates by coagulation. 2017. *Chemosphere*, 167, 512-519. <http://dx.doi.org/10.1016/j.chemosphere.2016.10.016>

Lopez A., Pagano M., Volpe A. et Di Pinto A.C. Fenton's pre-treatment of mature landfill leachate. 2004. *Chemosphere*, 54, 1005-1010.

Li, W., Hua, T., Zhou, Q.X., Zhang, S.G., Li, F.X. Treatment of stabilized landfill leachate by the combined process of coagulation/flocculation and powder activated carbon adsorption. 2010. *Desalination*, 264: 56–62.

Li, X., Song, J., Guo, J., Wang, Z., Feng, Q. Landfill leachate treatment using electrocoagulation. 2011. *Procedia Environ. Sci.*, 10: 1159-1164.

Liu, H.L., Chiou, Y.R. Optimal Decolorization Efficiency of Reactive Red 239 by UV/TiO₂ Photocatalytic Process Coupled with Response Surface Methodology. 2005. *Chem. Eng. J.*, 112: 173–179.

Liu, X., Li, X.M., Yang, Q., Yue, X., Shen, T.T., Zheng, W., Luo, K., Sun, Y.H., Zeng, G.M. Landfill Leachate Pretreatment by Coagulation-Flocculation Process Using Iron Based Coagulants: Optimization by Response Surface Methodology. 2012. *Chem. Eng. J.*, 202: 39–51.

Maallem A., Caractérisation et traitement des lixiviats du CET d'Ouled Fayet par la Bentonite de Maghnia, PFE, Génie Chimique, ENP, Alger, 2008

Manoj, P., Wagh, P., Nemade, D. Treatment of Distillery Spent Wash by Using Chemical Coagulation (CC) and Electro – coagulation. 2015. *Am. J. Enviro.Prot.*, 3(5): 159-163.

Marañón, E., Castrillón, L., Fernández-Nava, Y., Fernández-Méndez, A., Colour, turbidity and COD removal from old landfill leachate by coagulation-flocculation treatment. 2010. *Waste Manage. Res.* 28: 731–737.

Marañón E., L. Castrillón, Y. Fernández-Nava, A. Fernández-Méndez, A.; Fernandez-Séndez, A. Coagulation-Flocculation as a Pretreatment Process at Landfill Leachate Nitrification Denitrification Plant. 2008. *J. Hazard. Mater.*, 156: 539-544.

Martin, P., Aina. Expertises des centres d'enfouissement techniques de déchets urbains dans les PED: contributions a l'élaboration d'un guide méthodologique et a sa validation expérimentale sur sites. 236p. Thèse d'état: Chimie et Microbiologie de l'eau: Université de Limoges: 2006.

Mollah M.Y.A., Schennach, R., Parga, J.R et Cocke, D.L. Electrocoagulation (EC) - science and applications. 2001. *J. Hazard. Mater.*, 84, 29-41.

Mollah, M.Y.A., Morkovsky, P., Gomes, J.A., Kesmez, M., Parga, J. et Cocke D.L. Fundamentals, present and future perspectives of electrocoagulation. 2004. *J. Hazard. Mater.*, 114: 199-210.

Mohd, N.A., Puganeshwary, P., Hamidi, A.A. Optimization of Coagulation and Dissolved Airflotation (DAF) Treatment of Semi-Aerobic Landfill Leachate Using Response Surface Methodology (RSM). 2011. *Desalination*, 277, 74-82.

Montgomery, Douglas C. *Design and Analysis of Experiments*, 8th ed.; John Wiley & Sons: Arizona State University. 2013. 757p. (à intégrer dans les références)

Moukorab, M.A., Daouda, Pépin Aïna, M., Agoungbome, D. Élimination de la matière organique par le procédé d'électrocoagulation : comparaison à la coagulation chimique. 2016. *Déchets Sciences et Techniques*, 72:1-7. Doi:10.4267/dechets-sciences-techniques.3489

Myers, R. H., Montgomery, D. C., Anderson-Cook, C. M. *Response Surface Methodology, Process and Product Optimization Using Designed Experiments*, 3rd Ed. Wiley. 2009.

Nofriady, A., Nuradam, E., Kris, T.B. Comparison of poly aluminium chloride (PAC) and aluminium sulphate coagulants efficiency in wastewater treatment plant. 2017. *Inovasi Teknik Kimia*, 2: 24 – 31.

Nurfarahim, R., Hamidi A. A., Mohd O. F. Potential use of polyaluminium chloride and tobacco leaf as coagulant and coagulant aid in post-treatment of landfill leachate. 2015. *Avicenna J. Environ. Health. Eng.*, 2(2):e5836. Doi: 10.17795/ajehe-5836

Ntampou, X., Zouboulis, A.I., Samaras, P. Appropriate combination of physico-chemical methods (coagulation/flocculation and ozonation) for the efficient treatment of landfill leachate. 2006. *Chemosphere*, 62:722–730. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2005.04.067>

Orkun, M.O. & Ayse, K. Treatment Performance Evaluation of Chemical Oxygen Demand from Landfill Leachate by Electro-Coagulation and ElectroFenton Technique. 2012. *Environ. Prog. Sustain. Energy.*, 3(1): 59-67.

Ouamane K., Caractérisation des déchets ménagers et assimilés dans les zones nord, semi-aride et aride d'Algérie, Agence nationale des déchets (AND), 2016. 28p.

Oshode, O., Bakare, A., Adeogun, A., Efuntoye M. et Sowunmi A. Ecotoxicological assessment using *Clarias gariepinus* and microbial characterization of leachate from municipal solid waste landfill. 2008. *Int. J. Environ. Res.*, 2(4): 391-400.

Oygard, J.K., Mage A. et Gjengedal E.. Estimation of the mass-balance of selected metals in four sanitary landfills in Western Norway, with emphasis on the heavy metal content of the deposited waste and the leachate. 2004. *Water Res.*, 38, 2851-2858. DOI: 10.1016/j.watres.2004. 03.036

Rabier, François. Modélisation par la méthode des plans d'expériences du comportement dynamique d'un module IGBT utilisé en traction ferroviaire. 239p. Thèse de doctorat: Génie Mécanique: Toulouse, INP: 2007.

Rasool, M.A., Babak, T., Naz C., Pendashteh, A.R., Sadat, Aazam. Use of a Plant-Based Coagulant in Coagulation-Ozonation Combined Treatment of Leachate from a Waste Dumping Site Mirroshandel. 2016. *Ecol. Eng.*, 90, 431–437. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2016.01.057>

Reggani, L.A. & Bensaci, N. Optimisation statistique du traitement de lixiviat de Laghouat aar électrocoagulation. 68p. Mémoire de Master: génie des procédés: UKM Ouargla: 2016.

Rezzoug, S. A., Capart, R. Assessment of wood liquefaction in acidified ethylene glycol using experimental design methodology. 2003. *Energy Convers. Manage.*, 44(5): 781-792.

Khan, M. Rehman, Problem Solving and Data Analysis using Minitab: A clear and easy guide to Six Sigma methodology. 1st Ed. UK: John Wiley & Sons, Ltd. 2013. 479p.

Renou, S., Givaudan, J.G., Poulain, S., Dirassouyan, F., Moulin, P. Landfill leachate treatment: review and opportunity. 2008. *J. Hazard. Mater.*, 150:468-493.

Ricordel, C., Djelal, H. Treatment of landfill leachate with high proportion of refractory materials by electrocoagulation: System performances and sludge settling characteristics. 2014. *J. Environ. Chem. Eng.*, 2(3):1551-1557.

Rosie, J., Shaharin, I., Normala, H. Electro coagulation for removal of chemical oxygen demand in sanitary landfill leachate. 2012. *Int. J. Environ. Sci.* 3(2):921-930. Doi:10.6088/ijes. 2012030132020

Safa, Messeaouda. Etude de la capacité de rétention et d'élimination des cations métalliques par des adsorbants naturels. 201p. Thèse de doctorat: Sciences de la nature et de la vie: Université de Mascara: 2015.

Sebti, A., valorisation des déchets solides urbains. 118p. Mémoire de magistère: Génie chimique: Alger, ENP: 2007.

Smaoui, Y., Chaabouni, M., Sayadi, S., Bouzid, J. Coagulation Flocculation Process for Leachate Pretreatment and Optimization with Response Surface Methodology. 2016. *Desalin. Water Treat.*, 57 (31):14488-14495.

Singh, S.K., Townsend, T.G. et Boyer, T.H. Evaluation of coagulation (FeCl₃) and anion exchange (MIEX) for stabilized landfill leachate treatment and high pressure membrane pretreatment. 2012. *Sep. Purif. Technol.*, 96: 98-106. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2012.05.014>

Tahraoui D. Naima. Analyse des déchets ménagers solides de la ville de Chlef, Méthode de Traitement. 171p. Mémoire de magistère : Eau et Environnement : Université Hassiba Ben Bouali, Chlef: 2006.

Tahraoui Douma N. Valorisation par compostage des résidus solides urbains de la commune de Chlef, Algérie. 195 p.Thèse de doctorat, Université de Limoges : 2013.

Thuy, K., Lim, K. Response Surface Methodological Approach to Optimize the Coagulation-Flocculation Process in Drinking Water Treatment. 2011. *Chem. Eng. Res. Des.*, 89(7): 1126-1135. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cherd.2010.12.004>

Tinsson, W. Plans d'expérience: constructions et analyses statistiques, Mathématiques et Applications 67. Springer-Verlag Berlin Heidelberg. 2010. 36p. DOI: 10.1007/978-3-642-11472-41.

Tourret, J. Claude. Les villes méditerranéennes dix ans après Barcelone. Barcelona, novembre 2005. 1234p.

Trabelsi, Souhaila. Etudes de traitement des lixiviats des déchets urbains par les procédés d'oxydation avancée photochimiques et électrochimiques : application aux lixiviats de la décharge tunisienne "Jebel Chakir". 226p. Thèse de doctorat: Sciences et Technologies de l'Environnement: Université Paris-Est: 2012.

Trabelsi, S, Oturan, N, Bellakhal, N, Oturan, M.A., Electrochemical oxidation of phthalic anhydride in aqueous medium by electro-Fenton process. 2009. *J. Environ. Eng. Manage*, 19: 291-297.

Ukiwe, L.N., Ibeneme, S.I, Duru, C.E., Okolue, B.N., Onyedika, G.O. & Nweze, C.A. Chemical and Electrocoagulation Techniques in Coagulation-Flocculation in Water And Wastewater Treatment- A Review. 2014. *IJRRAS*. 18 (3):285-294.

Verma, M., Kumar, R.N. Can Coagulation-Flocculation be an Effective Pre-Treatment Option for Landfill Leachate and Municipal Wastewater Co-Treatment ?. 2016. *Sci. Perspect.*, 8: 492-494.

Vivier, Stéphane. Stratégies d'optimisation par la méthode des Plans d'Expériences, et Application aux dispositifs électrotechniques modélisés par Eléments Finis. Modélisation et simulation. 309p. Thèse de doctorat: Génie électrique: Lille, Université des Sciences et Technologie, Lille I: 2002.

Vlyssides, A.G., Karlis, P.K., Mahnken, G. Influence of various parameters on the electrochemical treatment of landfill leachates. 2003. *J. Appl. Electrochem.* 33 (2): 155-159. DOI: 10.1023/A:1024049324967

Wang, Y., Chen, K., Mo, L., Li, J., Xu, J. Optimization of coagulation–flocculation process for papermaking-reconstituted tobacco slice wastewater treatment using response surface methodology. 2014. *J. Ind. Eng. Chem.*, 20:391-396. DOI: 10.1016/j.jiec.2013.04.033

Wu, Y.; Zhou, S.; Qin, F.; Ye, X.; Zheng, K. Modeling Physical and Oxidative Removal Properties of Fenton Process for Treatment of Landfill Leachate Using Response Surface Methodology (RSM). 2010. *J. Hazard. Mater.*, 180: 456-465. DOI:10.1016/j.jhazmat.2010.04.052

Wreford, K., Atwater, J.W. et Lavkulich, L.M. The effects of moisture inputs on landfill gas production and composition and leachate characteristics at the Vancouver Landfill Site at Burns Bog. 2000. *Waste Manage. Res.*, 18:386-392.

Xiao, S., Peng J., Song Y., Zhang D., Liu R. et Zeng P. Degradation of biologically treated landfill leachate by using electrochemical process combined with UV irradiation. 2013. *Sep. Purif. Technol.*, 117:24-29.

Xie B., Lv, B.Y., Hu C., Liang S.B., Tang Y. et Lu J. Landfill leachate pollutant removal performance of a novel biofilter packed with mixture medium. 2010. *Bioresour. Technol.*, 101: 7754-7760.

Xu, Shizhong. Predicted Residual Error Sum of Squares of Mixed Models- An Application to Genomic Prediction. 2017. *G3: Genes, Genomes, Genetics*. 7(3): 895-909. <https://doi.org/10.1534/g3.116.038059>

Zainol, N. A., Hamidi, A. A., Mohd, S. Y., Umar, M. The use of Polyaluminum Chloride for the treatment of Landfill Leachate via Coagulation and Flocculation processes. 2011. *Res. J. Chem. Sci.*, 1 (3):34-39.

Zongo, Inoussa. Etude expérimentale et théorique du procédé d'électrocoagulation: application au traitement de deux effluents textiles et d'un effluent simulé de tannerie. 226p. Thèse de doctorat: Génie des procédés et des produits: Nancy, ENSIC: 2009.



ANNEXES



ANNEXE I

Tableau 1: Valeurs limites des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels (JORADP 2006).

Paramètres	Valeurs maximales	Unités
Température	30	°C
pH	6,5 à 8,5	-
MES	35	mg/L
DBO ₅	35	mgO ₂ /L
DCO	120	mgO ₂ /L
Azote kjeldel	30	mg/L
Phosphate total	10	mg/L
Cyanures	0,1	mg/L
Aluminium	3	mg/L
Cadmium	0,2	mg/L
Chrome Total	0,5	mg/L
Composés organiques chlorés	5	mg/L
Fer	3	mg/L
Manganèse	1	mg/L
Mercuré Total	0,01	mg/L
Nickel	0,5	mg/L
Plomb	0,5	mg/L
Cuivre	0,5	mg/L
Zinc	3	mg/L
Huiles et graisses	20	mg/L
Hydrocarbures totaux	10	mg/L
Indice de phénols	0,3	mg/L
Solvants organiques	20	mg/L
Fluor et composés	15	mg/L