

وزارة التعليم العالي
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

1Ex

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT : GENIE ENVIRONNEMENT

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

QUANTIFICATION DE LA POLLUTION ENGENDREE
PAR L'UNITE CELPAP DE BABA ALI

ESSAIS DE TRAITABILITE DES EAUX RESIDUAIRES
PAR COAGULATION FLOCCULATION

Proposé par :

MM. F. BOUSSAID

Etudié par :

D. ABDELLALI

Dirigé par :

MM. F. BOUSSAID

PROMOTION : JUIN 1990

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique



DEDICACE

Je dedie ce modeste ouvrage :

- * A mes fidèles et honorables parents que je cherissais de tout mon coeur, à qui j'éprouve de l'affection et de la tendresse.
- * A mes très chères frères et soeurs
- * A toute ma famille (grand et petit)
- * A tous qui me sont très chers
- * A tous ceux qui m'ont aidé tout au long de mon travail
- * A la mémoire de mon grand-père EL-HATTEK.
- * A la mémoire de nos glorieux chouhadas.

ملخص

دراسة تشمل على كيفية إزالة اللون الأسود
وتقليل من تركيز المواد القابلة للأكسدة كيميائياً
في مياه قد استعملت في وحدة
بأعلى ومن أجل ذلك حددنا العوامل
التي تؤثر على كمية القذرات المتعلقة
بالماء ثم أجرينا عملية تطهير فيزيائية كيميائية
أي تخثر وتكثف المواد المتعلقة والمذاوية لتسهيل ترسيبها.

"RESUME"

Notre étude consiste à l'élimination de la coloration noirâtre et la diminution de la teneur de la D.C.O des effluents de l'unité CELPAP de BABA-ALI, nous avons déterminé d'abord les différents paramètres de pollution puis appliquer un procédé d'épuration physico-chimique en l'occurrence la coagulation floculation.

SUBJECT

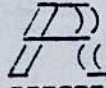
Our study consists of the elimination of the blackish coloration and the reduction of the consistency in C.O.D from effluents of Baba-Ali's CELPAP unit.

Thus, we have determined first of all the different parameters which determine the polluting charge then applied a physico-chemical purifying procedure from which result the floculation - coagulation.

DEDICACE

Je dedie ce modeste ouvrage :

- * A mes fidèles et honorables parents que je cherissais de tout mon coeur, à qui j'éprouve de l'affection et de la tendresse.
- * A mes très chères frères et soeurs
- * A toute ma famille (grand et petit)
- * A tous qui me sont très chers
- * A tous ceux qui m'ont aidé tout au long de mon travail
- * A la mémoire de mon grand-père EL-HATTEK.
- * A la mémoire de nos glorieux chouhadas.



EMERCIEMENTS

- Je remercie mon promoteur Mme BOUSSAID, enseignante au département du genie de l'environnement pour ces conseils bénéfiques prodigués. Je ne saurai oublier de remercier également
- Mr. KERBACHI Docteur d'Etat, professeur à l'école nationale polytechnique d'ALGER, pour ses conseils.
- Les travailleurs de l'unité C E L P A P, particulièrement ceux de l'atelier cellulose et du laboratoire, dont la coopération fût exemplaire.
- A mes très aimables frères qui m'ont largement aidé et soutenu tout au long de ma préparation.
- a tous mes instituteurs et professeurs qui m'ont enseigné depuis mon plus jeune âge jusqu'à ma formation d'Ingénieur.

S O M M A I R E

I - LES EAUX RESIDUAIRES DE LA CELLULOSE ET DU PAPIER

* INTRODUCTION

I- 1. Caractéristiques des eaux résiduelles des papeteries.

I- 2. Effets produits par le deversement des eaux résiduelles de l'industrie des pâtes et papiers.

II - GENERALITES SUR L'UNITE CELLULOSE - PAPIER DE BABA-ALI (CELPAP)

II- 1. Présentation de la papeterie

II -2. Description du procédé de fabrication de la pâte à papier

II- 3. Procédé de fabrication du papier

II- 4. Bilan des eaux de l'unité CELPAP

III - APPERCU GENERAL SUR LE TRAITEMENT DES EAUX ET LIQUIDES RESIDUAIRES DES INDUSTRIES DE LA CELLULOSE ET DU PAPIER.

III - 1. Introduction

III - 2. Filtration sur lit profond pour le recyclage de l'eau dans la fabrication du papier.

III - 3. Récupération des sous produits dans l'industrie de la cellulose et du papier.

III - 4. Techniques d'épuration des eaux résiduelles des industries de la cellulose.

IV - QUANTIFICATION DE LA POLLUTION DE L'UNITE CELPAP DE BABA-ALI.

- IV - 1. Mode de prelevement
- IV - 2. Evaluation de la pollution
- IV - 3. Résultats de différents campagnes de prélèvements.
- IV - 4. Evaluation des résultats d'analyses
- IV - 5. Conclusion

V - ESSAIS DE TRAITEMENT AU LABORATOIRE

(*) Introduction

- V - 1. Théorie de la coagulation floculation
- V - 2. Mise en oeuvre et description de l'essai de coagulation floculation
- V - 3. Traitement des liqueurs noires
- V - 4. Traitement de l'ensemble des eaux résiduaires
- V - 5. Conclusion

VI - CONCLUSION ET RECOMMANDATIONS.

I N T R O D U C T I O N

Le problème de la pollution des eaux est devenu un des aspects les plus inquiétantes de la dégradation du milieu naturel et pourrait constituer à long terme un réel danger pour l'avenir de l'humanité.

En effet, on a constaté, depuis quelques dizaines d'années, une dégradation progressive de la qualité des eaux de surface et de nappes souterraines due à la multiplication des rejets d'eaux usées.

La pollution industrielle représente en masse 60 % de la pollution globale rejetée dans le milieu naturel, dans les pays industrialisés.

La fabrication de la pâte à papier se caractérise par un apport en eau considérable et par conséquent un rejet important d'eaux souillées, transportant les différents résidus de fabrication auxquels sont associés les matières organiques et les produits chimiques.

Le modèle retenu a été celui de l'unité CELPAP de Baba-Ali, dont les effluents sont déversés en aval de l'Oued Terrou qui est un affluent de Oued El-Harrach.

Cette papeterie est une source de pollution de cet Oued, sinon la principale.

L'objectif de notre étude va consister, dans un premier temps, à déterminer les différents paramètres définissant la charge polluante de cette unité et dans un second temps à appliquer un procédé de traitement physico-chimique en l'occurrence la coagulation floculation ceci, dans le but de diminuer la coloration des eaux, les matières en suspension et la demande chimique en oxygène.

I - EAUX RESIDUAIRES DES INDUSTRIES DE LA CELLULOSE ET DU PAPIER

INTRODUCTION :

L'eau joue un rôle considérable dans l'industrie des pâtes et papiers qui l'utilise à tous les stades de la fabrication en exploitant ses nombreuses propriétés physiques et chimiques. Dans la fabrication des pâtes, l'eau apporte en solution les réactifs chimiques qui permettent, au cours des opérations de cuisson et de blanchiment la libération des fibres du bois de l'obtention de pâtes écruées ou blanchies de qualité diverses. Dans la fabrication des papiers, l'eau sert à désgréger la pâte pour individualiser les fibres, les rendre réactives, les gonfler et à disperser les charges et autres adjuvants, elle sert aussi à véhiculer ces divers éléments, à les orienter, à les distribuer et permet la formation de la feuille sur la toile de la machine à papier, elle participe au cours de son élimination dans l'opération de séchage à la liaison des fibres entre elles donnant au papier sa solidité. Ces eaux résiduaires, font dans la plus part des cas l'objet de traitements poussés de dépollution avant rejet dans le milieu récepteur afin de préserver la qualité de l'environnement (1)

I - 1.) Caractéristiques des eaux résiduaires des papeteries :

Les caractéristiques des eaux résiduaires des industries de la cellulose et des papeteries sont extrêmement variées et complexes elles dépendent essentiellement du procédé de fabrication et de la taille de l'entreprise.

I - 1. 1.) Fabriques de papiers et cartons :

Les eaux résiduaires de ces fabriques se caractérisent par

- Un débit important : de 30 m³/tonne fabriquée.
- Une pollution insoluble importante : fibres perdues au cours du cycle de fabrication, charges utilisées pour améliorer la qualité du papier (CaCO₃, Kaolin, Silice, amidon, Al (OH)₃, produits de couchage dont le latex...).

I - 1. 1.) Fabriques de pâtes à papier :

Il existe quatre grandes catégories de procédés de fabrication dont chacun produit des pâtes écruées ou, plus souvent, des pâtes blanchies :

A - Le procédé Kraft basé sur une cuisson alcaline (NaOH, Na₂S)

du bois, permet de dissoudre 40 à 50 % des matières sèches du bois (rendement : 60 à 50 %) : Ces matières organiques se retrouvent sous forme de liqueurs de cuisson (liqueurs noires) puis d'eaux de lavage de la pâte.

Le blanchiment d'une telle pâte diminue le rendement globale de 10 % environ et contribue de manière considérable à la couleur rejetée par les effluents.

B - Le procédé au bisulfite (sel de bisulfite + SO₂)

ce procédé est basé sur une cuisson acide du bois (solubilisation de la lignine par des bisulfites), une telle pâte est presque toujours blanchie, le rendement global atteignant 50 %. (2)

La coloration nette des eaux de rivières, la diminution du taux d'oxygène dissous et le développement des champignons sont les principaux effets produits par les lessives résiduaires sulfitées sur les milieux récepteurs. (3)

C - Les procédés mi-chimiques combinent une action chimique et une action mécanique : le plus connu est le NSSC (Neutral Sulphite Semi chemical), dont le rendement est de 75 % (2)

D - Les procédé par "désintégration mécanique" ou "thermomécanique" du bois : rendement 90-95 %. (2).

Les principales caractéristiques des eaux résiduares des fabriques de pâte à papier sont les suivantes : (2)

* Débit très important : entre 50 m³/t (pâte mécanique) et 400 m³/t (pâte au bisulfite blanchie sans récupération des liqueurs noires).

* Pollution soluble importante et variable dans les fourchettes ci-dessous :

- DBO₅ : entre 100 et 500 mg/l

- DCO : entre 300 et 4000 mg/l (biodégradable à 50 % au maximum),

* Pollution insoluble importante (fibres et fibrilles, argiles, buchettes ...) caractérisée par une teneur non négligeable en matières "indécantables" (entre 50 et 300 mg/l)

* Couleur : importante et réfractaire aux procédés biologiques. Le tableau (1) donne, pour des usines qui incinèrent leurs liqueurs de cuisson, des valeurs typiques de pollution ramenées à la tonne de produit fini.

	D B O Kg/t	M E S Kg/t	COULEUR (Pt - Co) Kg/t	CONSOMMATION EAU (m ³ /t)
KRAFT :				
* écreu	25 - 35	20 - 30	10 - 50	30 - 120
* blanchi	45 - 65	25 - 35	170 - 240	120 - 350
BISULFITE :				
* écreu	50 - 160	20 - 55	10	100 - 300
* blanchi	60 - 250	25 - 60	75	200 - 650
NSSC blanchi	60	20 - 40	40	250

Tableau n° 1 : Valeur typiques de pollution ramenées à la tonne de produit fini, selon DEGRMONT. (2)

I - 2. Effets produits par le deversement des eaux résiduares de l'industrie des pâtes et papiers dans le milieu naturel.

1. 2. 1 - Pollution de l'air :

Dans cette industrie, la pollution par les odeurs est très souvent plus importante que celle par les émissions gazeuses et variable suivant les procédés de traitement du bois et de la pâte.

- Le traitement en bisulfite, dont la partie active de la lessive de traitement et l'auhydride sulfureux libre ou combiné avec de l'hydroxyde calcium, ne provoque pas une importante pollution de l'air, le SO₂ entraîné étant en général recyclé dans le circuit de traitement.

- Le traitement au sulfate, cause des émissions gênantes de méthylmercaptans résultant de la réaction d'un groupe méthoxy de la lignine avec H₂S.

Les polluants produits par la cuisson de la pâte sont principalement

* Les cendres volantes et d'anhydride sulfureux résiduel pour le procédé au sulfite.

* Les composés sulfurés non oxydés, l'hydrogène sulfuré, les mercaptans malodorants, même à faible dose, et l'anhydride sulfureux résiduel pour le procédé au sulfate.

Pierre CHARBIER (1) nous donne une idée sur les émissions dans la fabrication du papier qui sont données dans le tableau n° 2.

TABLEAU N° 2

EMISSIONS DANS LA FABRIQUE DE PAPIER KRAFT

(Kg/T DE PULPE SECHE PRODUITE) SELON PIERRE CHARBIER

SOURCES	POLLUANTS GAZEUX			POLLUANTS PARTICULIERS	TYPE DE TRAITEMENT
	Hydrogène sulfuré	Méthylmercaptans	Diméthyl sulfide		
Système de soufflage (digester)	0,05 - 0,35	0,5 - 2,6	0,5 - 1,9	négligeable	non traité
Réservoir de fusion	-	-	-	10 2,5 0,5 - 1	incontrôlé Pulvérisation à l'eau Séparateur de brouillard à mailles
Four à chaux	0,5	négligeable	négligeable	9,3	caveur (laveur)
Four de récupération	1,8 1,8 - 0,35 0,35	2,5 - -	1,5 - -	75 3,5 - 8 6 - 12	Caveur simple Précipitateur électrique caveur ventur
évaporateur à effet multiple	0,6 0 - 0,25	0,02 0,001-0,015	- négligeable	négligeable négligeable	non traité oxydation par liqueur noire
Tours d'oxydation	-	-	0,5	négligeable	Oxydation par liqueur noire.

1. 2. 2. Pollution de l'eau : (1)

L'industrie des pâtes est une des plus largement responsables de la pollution des cours d'eau, en partie par ce qu'il y a beaucoup de vieilles installations en opération et en partie à cause des procédés eux même mis en oeuvre. Alors que les anciennes installations ont été construites à un moment où la pollution n'était pas considérée comme un problème, de nos jours elles font l'objet d'une sélection soignée pour le choix du site que pour les procédés.

Après utilisation dans les différents processus de la fabrique, l'eau est en suite déversée sous forme d'un rejet renfermant des substances minérales et organiques en solution ou en suspension. Ces déversements peuvent avoir, comme on le sait, des conséquences multiples sur le milieu aquatique, les effets consécutifs à ces rejets peuvent être immédiats ou apparaitre au bout de plusieurs heures, donc à plusieurs kilomètres en aval du point de déversement.

Les eaux résiduaires exercent toujours dans l'émissaire, une action défavorable se manifestant de façon très nette. Une coloration foncée de l'eau et une diminution de la teneur en oxygène sont, dans la plus part des cas, les conséquences du rejet d'eaux résiduaires.

Celles-ci peuvent occasionner des ennuies par formation des mousses, perturbation de processus biologiques naturels, etc..., par infiltration, elle peuvent modifier défavorablement la qualité de l'eau souterraine, par une pollution organique, une salinité, un endurcissement, une acidification, ect...

Nous pourrions citer les effets à long terme occasionnés par ces rejets. Ils sont dus à la présence de matières dissoutes fermentescibles et de fibres en suspension. Les microorganismes ainsi que les substances entrant en décomposition empruntant l'oxygène dissous au cours d'eau, il s'ensuit une asphyxie du poisson et un dégagement d'odeurs nauséabondes.

1 - 2. 3 - Conditions de rejets des effluents :

Le rejet des eaux résiduaires par les établissements industriels classés comme dangereux, insalubres ou incommodes doivent répondre aux critères suivants, après n'importe quel traitement. Pour illustrer cela, Degremont (2) donne dans le tableau n° 3 les conditions qu'il faut respecter.

TABLEAU N° 3

CONDITIONS DES REJETS DES EFFLUENTSINDUSTRIELS

Rejet dans le milieu naturel	Rejet éloigné des prises d'eau pour les villes, de plages, de bancs de coquillages ou de réserves à salmonides			Rejet à proximité du prise d'eau pour les villes, de plages, de bancs de coquillages ou de réserves à salmonides
	Faible charge	Charge importante	Prépondérante	
pH	$5,5 < \text{pH} < 8,5$	$5,5 < \text{pH} < 8,5$	$5,5 < \text{pH} < 8,5$	$5,5 < \text{pH} < 8,5$
Température max.	30° C	30° C	30° C	30° C
D. B. O ₅	200 mg/l	100 mg/l	40 mg/l	40 mg/l
N (Total)	60 mg/l en N 40 mg/l en NH ₄	30 mg/l en N 40 mg/l en NH ₄	10 mg/l en N 15 mg/l en NH ₄	10 mg/l en N 15 mg/l en NH ₄
D. C. O	150 mg/l	100 mg/l	50 mg/l	50 mg/l
M. E. S	200 mg/l	50 mg/l	30 mg/l	30 mg/l
Substances de nature à favoriser la manifestation d'odeurs, de coloration anormales dans les eaux naturelles utilisées en vue de l'alimentation humaine	interdites	interdites	interdites	interdites

II

CHAPITRE II - GENERALITES SUR L'UNITE CELLULOSE - PAPIER DE BABA-ALI (CELPAP)

- II - 1. PRESENTATION DE LA PAPETERIE
- II - 2. DESCRIPTION DU PROCEDE DE FABRICATION DE LA PATE A PAPIER
- II - 3. PROCEDE DE FABRICATION DU PAPIER
- II - 4. BILAN DES EAUX DE L'UNITE CELPAP.

II - GENERALITES SUR L'UNITE CELLULOSE - PAPIER
DE BABA-ALI (CELPAP)

II - 1. PRESENTATION DE LA PAPETERIE

Il s'agit d'une usine intégrée de pâte et de papier, construite en 1949. Sa capacité de production est de 22.000 tonne de papier. L'unité utilise le procédé à la soude procédé pomilio - pour la fabrication de la pâte cellulosique, qui convient le mieux à la matière première utilisée qui est l'alfa.

L'unité est composée de quatre ateliers principaux. L'atelier cellulose qui produit la pâte à papier, l'atelier papeterie qui fabrique le papier, l'atelier végétaux qui prépare l'alfa pour la cuisson, et l'atelier de finition où le papier est découpé et emballé.

L'unité possède actuellement une production de 25 tonnes par jour de pâtes cellulosiques à partir de 62 tonnes par jour d'alfa. La production de papier s'élève, elle a 50 tonnes par jour.

Les effluents de l'unité sont rejetés dans l'oued Terrou qui est un des affluents de l'oued El-Harrach. La figure n° 1 donne la situation géographique de l'unité. (4)

II - 2. DESCRIPTION DU PROCEDE DE FABRICACION DE LA PATE A PAPIER

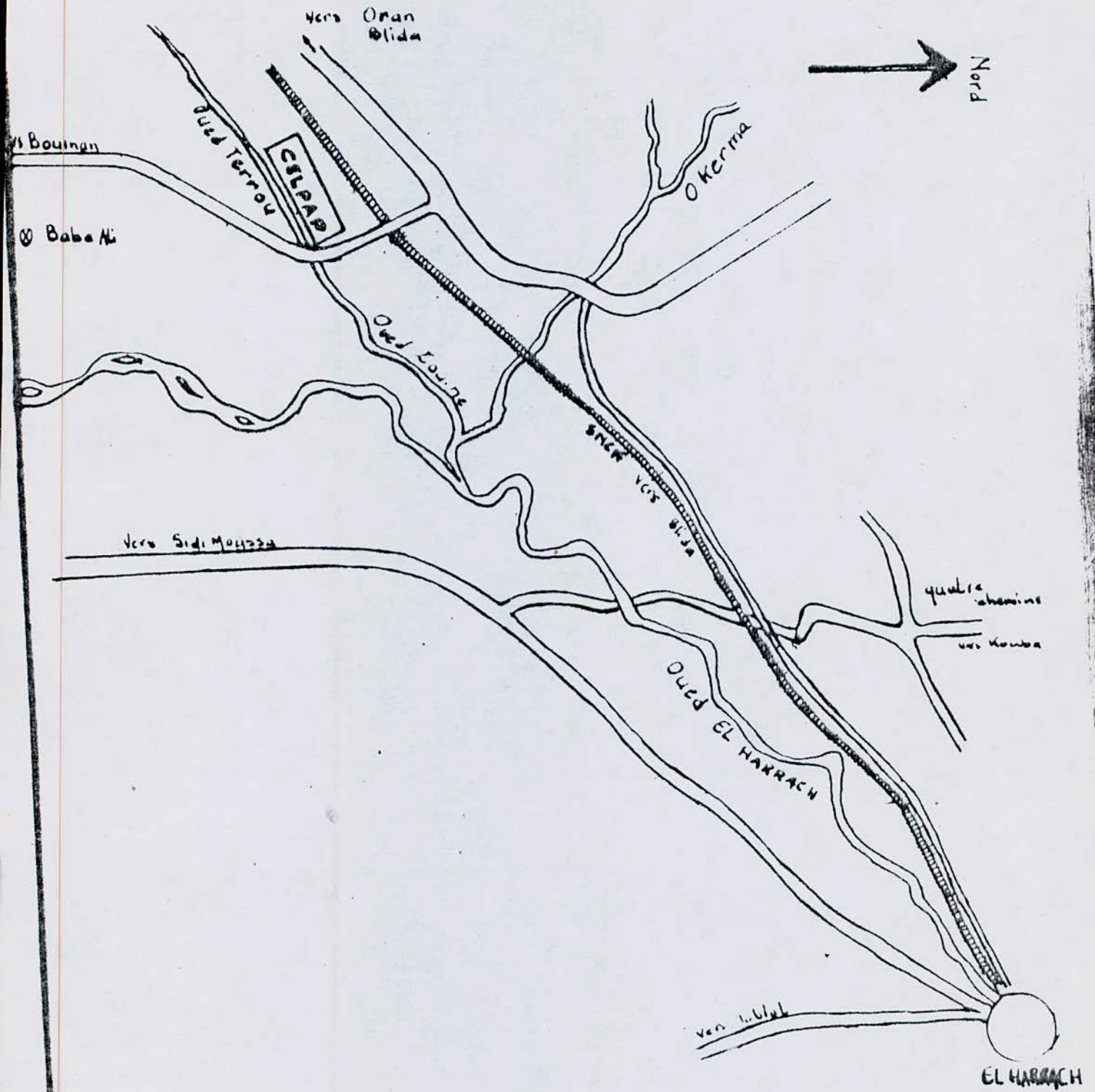
Les différentes opérations technologiques de la fabrication de pâte cellulosique se déroulent (successivement) au niveau des ateliers végétaux et cellulose.

II - 2. 1. Atelier Végétaux :

Cet atelier sert à la préparation de l'alfa qui est coupé en petits brins de quelques centimètre et dépoussiérée. L'opération permettra une meilleur pénétration des agents chimiques d'attaqué lors de la cuisson et de la chloration.

Figure N° 1

Situation géographique de l'unité CELPAP



Le transport de l'alfa ainsi préparé se fait mécaniquement vers l'atelier cellulose (environ 60 tonnes par jour).

II - 2. 2. Atelier Cellulose :

Cet atelier regroupe les principales phases de la transformation de l'alfa en pâte cellulosique, qui sont schématisées dans la figure n° 2.

* a) Phase de Cuisson :

L'alfa arrivant de l'atelier végétaux est déversé dans un cyclone où il est impregné par une solution de soude 40 - 45 g/l préchauffée à une température de 90°C. La cuisson s'effectue dans une tour cylindro-conique de 28 m de hauteur à pression atmosphérique et à régime continu pendant une durée de trois heures. L'alfa impregné de soude descend sous l'action de son propre poids au bas de la tour. On extrait là demi-pâte cellulosique au bas de la tour après l'avoir préalablement dilué de lessive résiduaire (liqueur noire). Elle est ensuite envoyée sur deux filtres de lavage à tambour rotatif opérant à contre courant. Ce lavage permet l'élimination des sodolignines formées lors de la cuisson et évacuation avec les filtrats de lavage. La demi pâte cellulosique ainsi obtenue contient encore de la lignine d'où sa couleur brune foncée, sa concentration est de 17 %.

* b) Phase d'essorage :

La demi-pâte passe par une presse afin d'élever sa concentration à 27 %. Elle est ensuite introduite dans un cône ouvreur dont le rôle est de défibrer la pâte. Cette opération facilitera la pénétration du chlore dans la pâte (Le défibrage permet d'augmenter la surface de contact).

* c) Phase de chloration :

La réaction de chloration s'effectue à contre courant dans deux tours à revêtement en céramique. Cette opération consiste en une attaque de la lignine restante dans la demi-pâte par le chlore gazeux, le produit de la réaction est la formation des chlorolignines. La pâte obtenue est diluée, puis envoyée vers le filtre de lavage dit "filtre acide" permettant l'élimination d'une partie des chlorolignines et de l'acide chlorhydrique.

* d) Phase de sodation :

Les chlorolignines sont des composés très peu solubles dans l'eau, mais ils le sont dans des solutions alcalines, un traitement alcalin est donc nécessaire pour leur extraction. La dissolution des chlorolignines s'effectue dans une tour "alcaline" après avoir additionné une solution de soude (45 g/l). Les produits de cette réaction sont les chlorosodolignines, composés solubles dans l'eau, leur élimination se fait sur un filtre de lavage dit filtre alcalin. Les filtrats de lavages des filtres acide et alcalin rejoignent les liqueurs noires au niveau du bac antimousse situé au rez de chaussée (Niveau 0), le tout est envoyé vers l'Oued Terrou.

* e) Phase d'épuration :

A sa sortie du filtre alcalin la pâte est à une concentration de 17 %. Elle possède encore une coloration brune et renferme des impuretés dues au sable, les faisceaux de fibres et les incuits.

La phase d'épuration mécanique consiste à éliminer ces impuretés de la pâte, elle s'effectue en deux stades :

1er stade : Une épuration grossière ayant lieu dans un tamis vibrant, permet l'élimination des grosses buchettes et des incuits.

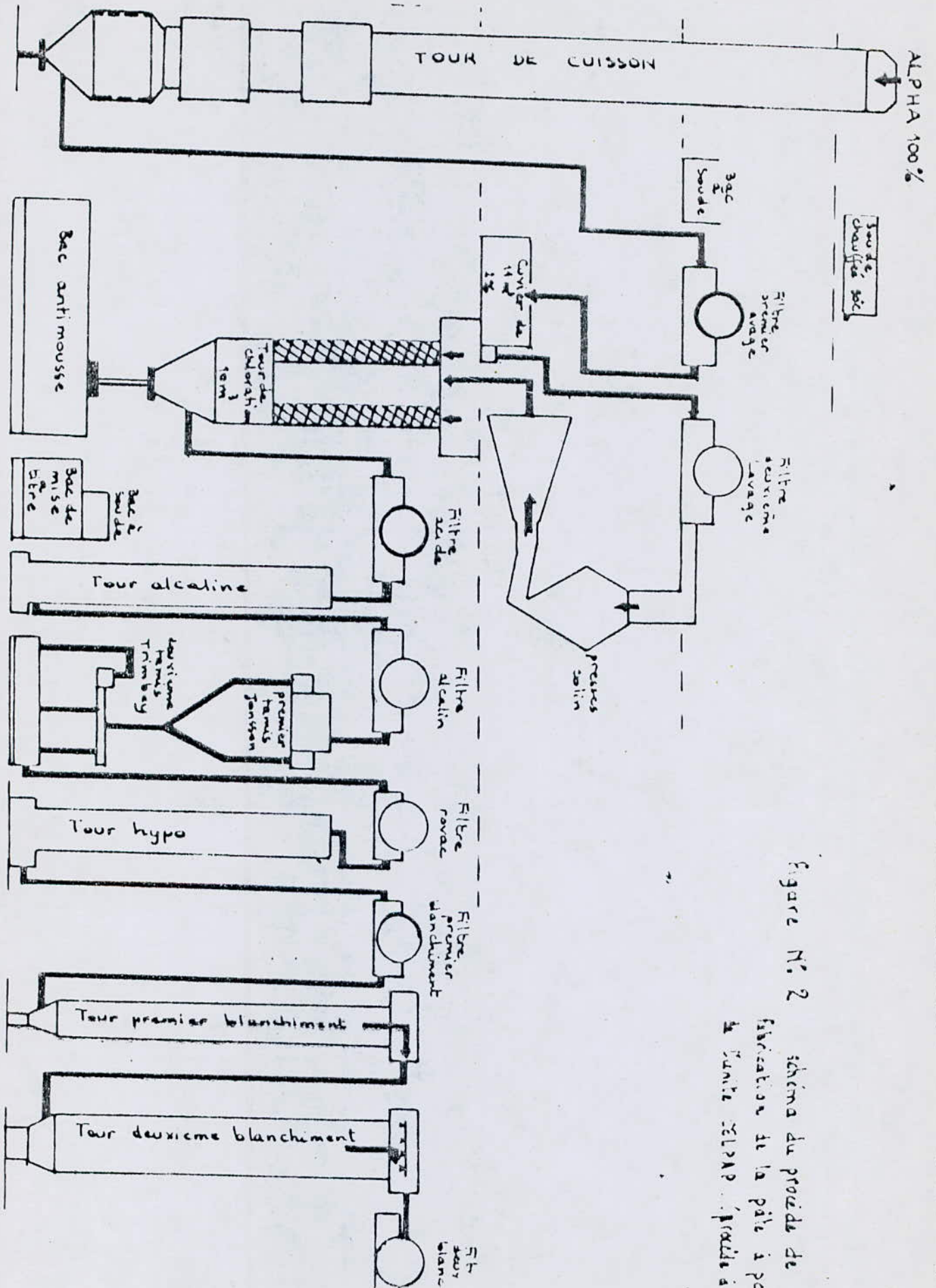


Figure N° 2 schéma du procédé de fabrication de la pâte à papier alpha 100%.

2ème Stade : Une épuration fine ayant lieu dans des centrifugeurs appelés trimbeys, permet l'élimination des fines particules indésirables comme le sable et les fins faisceaux de fibres.

*f) Phase de blanchiment :

Après cette épuration, on obtient une pâte à papier dans le seul inconvénient qui subsiste encore est sa couleur brune qui atteste encore la présence des composés de transformation de la lignine, son taux peut s'élever jusqu'à 6 % pour les pâtes chimiques. On continue pour cela la délignification par un blanchiment sélectif au cours duquel les derniers restes de la lignine, ainsi que les autres éléments colorants sont soit dissous soit éclaircis.

L'agent de blanchiment utilisé est l'hypochlorite de sodium (eau de javel), son action exige des conditions bien déterminées car il peut dégrader la cellulose d'où l'altération des indices qualitatifs de la pâte à papier.

Le blanchiment se fait en deux stades successifs :

1er stade : La pâte est introduite avec l'agent de blanchiment dans une tour appelée tour "hypochlorite". Après un temps de réaction (45 mn), elle est amenée vers un filtre de lavage.

2ème stade : L'opération de blanchiment continue dans deux tours successives. La réaction est plus lente que dans le 1er stade, avec un temps de séjour de 6 heures qui assure un contact plus long avec l'hypochlorite de sodium.

Les 3 lavages de la pâte se font avec l'eau blanche venant de l'atelier papeterie (environ $30 \text{ m}^3/\text{h}$) pour chaque lavage).

On obtient après cette phase de blanchiment une pâte plus ou moins blanche, qui est débarassée de tous les produits de transformation de la lignine. La pâte blanchie et rincée est acheminée par une conduite vers les deux cuviers de stockage se trouvant dans l'atelier papeterie. (pâte contenant 5 g de cellulose par 100g d'eau).

II - 3) PROCEDE DE FABRICATION DU PAPIER : (4)

II - 3. 1. Les charges et produits de collage :

La pâte à papier qu'on obtient ne suffit pas à elle seule à la fabrication du papier. D'autres produits jouent un rôle important dans cette fabrication : ce sont les charges minérales, les produits de couchages et de collage, qui permettent d'améliorer la qualité du papier en lui donnant certaines propriétés de surface, de porosité et de transparence.

L'atelier papeterie utilise comme charges blanches du kaolin et comme produit de collage le sulfate d'alumine qui est un composé hydrophobe à la pâte, il permet le dépôt en surface de la feuille de substances qui obstruent les pores. Les papiers qui ont été collés aptes à l'écriture et à l'impression.

On ajoute aussi de la pâte Kraft comme pâte d'appoint ainsi que la pâte préparée à partir des casses secs.

II - 3. 2. Aperçu sur le procédé de fabrication du papier

La pâte à papier venant de l'atelier cellulose est stockée dans deux cuviers, où elle est mise en dispersion et le plus souvent soumise à un broyage ou raffinage. On ajoute à la pâte, les charges, les produits de collage, l'amidon, ainsi que la pâte d'appoint, le tout est homogénéisé dans les mélangeurs avant d'être amené dans des cuviers permettant d'alimenter la machine à papier en continu. Le distributeur de pâte l'envoie sur la toile où une règle la répartit et fixe l'épaisseur de la feuille (g/m^2).

Grâce à cette toile sans fin qui est animé d'un mouvement transversal, les fibres s'enchevêtrent et la feuille de papier se forme et commence à perdre de l'eau.

L'égouttage de l'eau est favorisée par les cylindres chauffés par la vapeur d'eau. La siccité du papier en fin de secherie est d'environ 95 %. Le papier est alors enroulé et envoyé vers l'atelier de finition.

II - 4. BILAN DES EAUX DE L'UNITE CELPAP :

II - 4. 1. Les besoins en eau :

Les industries de fabrication de pâte cellulosique et de papier sont parmi les plus grandes industries consommatrices d'eau. Il faut environ 100 à 300 m³ d'eau pour fabriquer une tonne de papier.

a) Les eaux brutes :

L'unité CELPAP possède actuellement six puits dans deux sont fonctionnels, les quatres autres sont à sec selon les informations receuillis auprès des travailleurs. Les puits refoulent l'eau d'une profondeur de 50 à 100m, leur puissance moyenne est de 220 - 400 m³/heure. L'eau brute possède une dureté de 40° français (22° allemand).

La consommation moyenne journalière de l'unité en eaux brutes s'élève à 8800 m³/j soit 176 m³/tonne de papier.

Normalement l'unité devrait consommer 15000 m³/j d'eau, vu que sa production s'élève à 50 tonnes de papier jour.

La quantité d'eau manquante est compensé par la réutilisation des eaux de blanchiment de l'atelier cellulose, et des eaux blanches de l'atelier papeterie.

b) Les eaux adoucies :

Une certaine quantité d'eau brutes (30 - 35 %) sont adoucies par des batteries d'échangeurs d'ions. Ces eaux adoucies servent à alimenter les chaudières pour la fabrication de vapeur d'eau.

La consommation en eaux brutes et adoucies est illustrée par le tableau n° 4

Mo. 1 ^{rs} eaux	JANVIER	FEVRIER	MARS
eaux brutes (m ³)	211.000	192.600	186.200
eaux adoucies (m ³)	69.800	68.300	70.100
Total (m ³)	280.800	260.900	256.300
moyenne (m ³)	9.058	8.996	8.260

Tableau N° 4 : Consommation en eaux brutes et adoucies pendant le 1^{er} trimestre de l'année 1987.

II - 4. 2. Les eaux résiduaires de l'unité :

L'origine des eaux résiduaires résultent des deux principaux ateliers de pâte et de papier.

a) Atelier cellulose :

Les eaux résiduaires de cet atelier (qui sont rejetées) proviennent des différentes phases de fabrication de la pâte, c'est à dire des opérations successives des lavages effectués après la cuisson, chloration, sodation et blanchiment.

Les eaux résiduaires de cet atelier sont principalement :

- * Les lessives résiduaires de cuisson de couleur noire d'où leur nom de "Jus noir". Elles se caractérisent par une très grande concentration en matières organiques (lignine, cellulose, fibre et autre résidus) en plus d'une quantité résiduelle de soude (3 - 5%).
- * Les eaux résiduaires provenant des filtres de lavages acide et alcalin qui renferment des substances telles que les chlorolignines, les chlorosodolignines l'acide chlorhydrique (HCl) et de la soude. Ces deux types d'eaux résiduaires rejoignent un bac anti-mousse, situé au rez de chaussée, ou elles sont mélangées et rejetées directement par la suite dans l'oued terrou. Comme le montre la figure 3.

La charge polluante de ces eaux est due essentiellement à la lignine solubilisé au cours de la cuisson alcaline et qui se présente de la sous forme de chromophores.

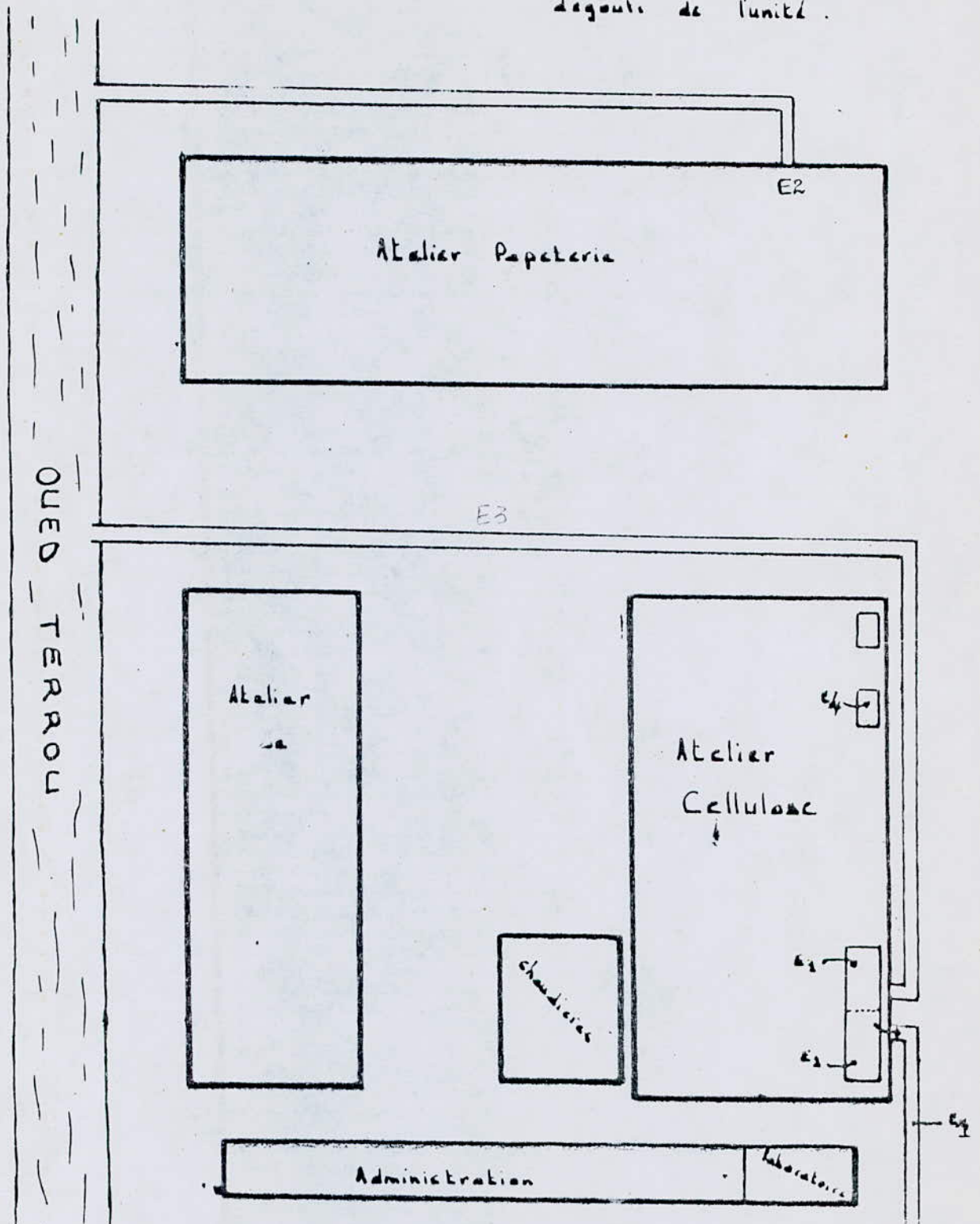
Leurs inconvénients sont nombreux, couleur et odeurs désagréables, apport nutritif pour les algues et les champignons, altération de la transmission de la lumière, donc diminution de l'activité photosynthétique.

- * Les eaux résiduaires résultant du blanchiment contiennent une forte concentration d'hypochlorite de sodium donc de chlore actif, ainsi que des fibres de cellulose. Une faible partie de ces eaux est réutilisée dans la tour d'hypochlorite pour diluer la pâte, l'autre partie est emmagasinée dans les bacs en vue d'une réutilisation dans les lavages de la pâte.

Les différents types d'eaux résiduaires de l'atelier cellulose sont représentées dans la figure n° 4.

Figure N° 3

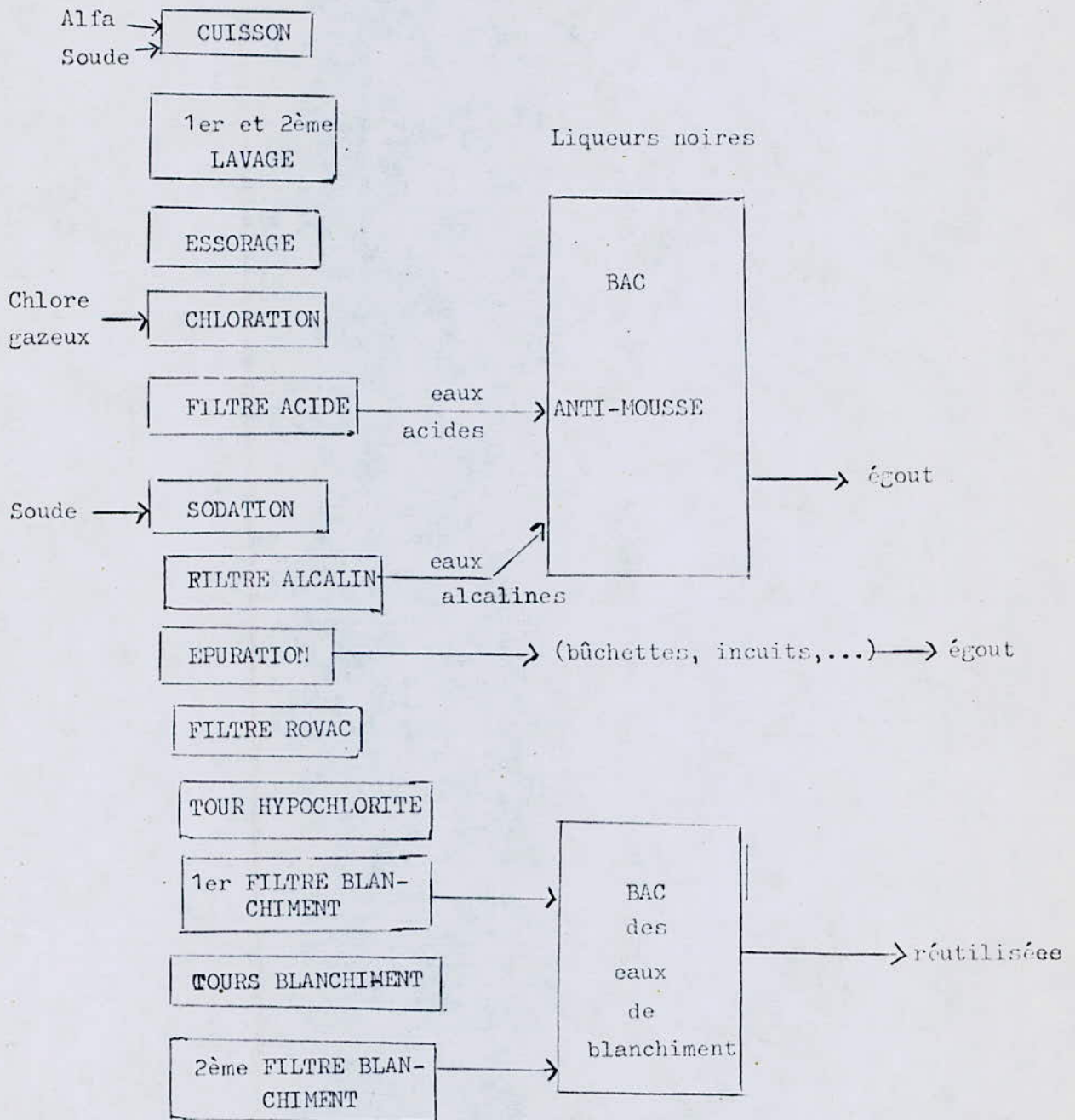
schema des differentes canalisations
d'egouts de l'unité.



b) L'atelier papeterie :

Les eaux résiduelles de cet atelier proviennent principalement des deux machines à papier (MAP) lors de la formation de la feuille de papier. Ce sont donc des eaux d'égouttages qui sont récupérées au niveau de la fosse sous toile et des caisses aspirantes. Ces eaux dites "blanches" sont acheminées vers deux bacs de réceptions appelés bacs "Broughton". (voir figure n°5).

FIGURE N° 4 : SCHEMA REPRESENTANT LES DIFFERENTS EAUX RESIDUAIRES DE L'ATELIER CELLULOSE.

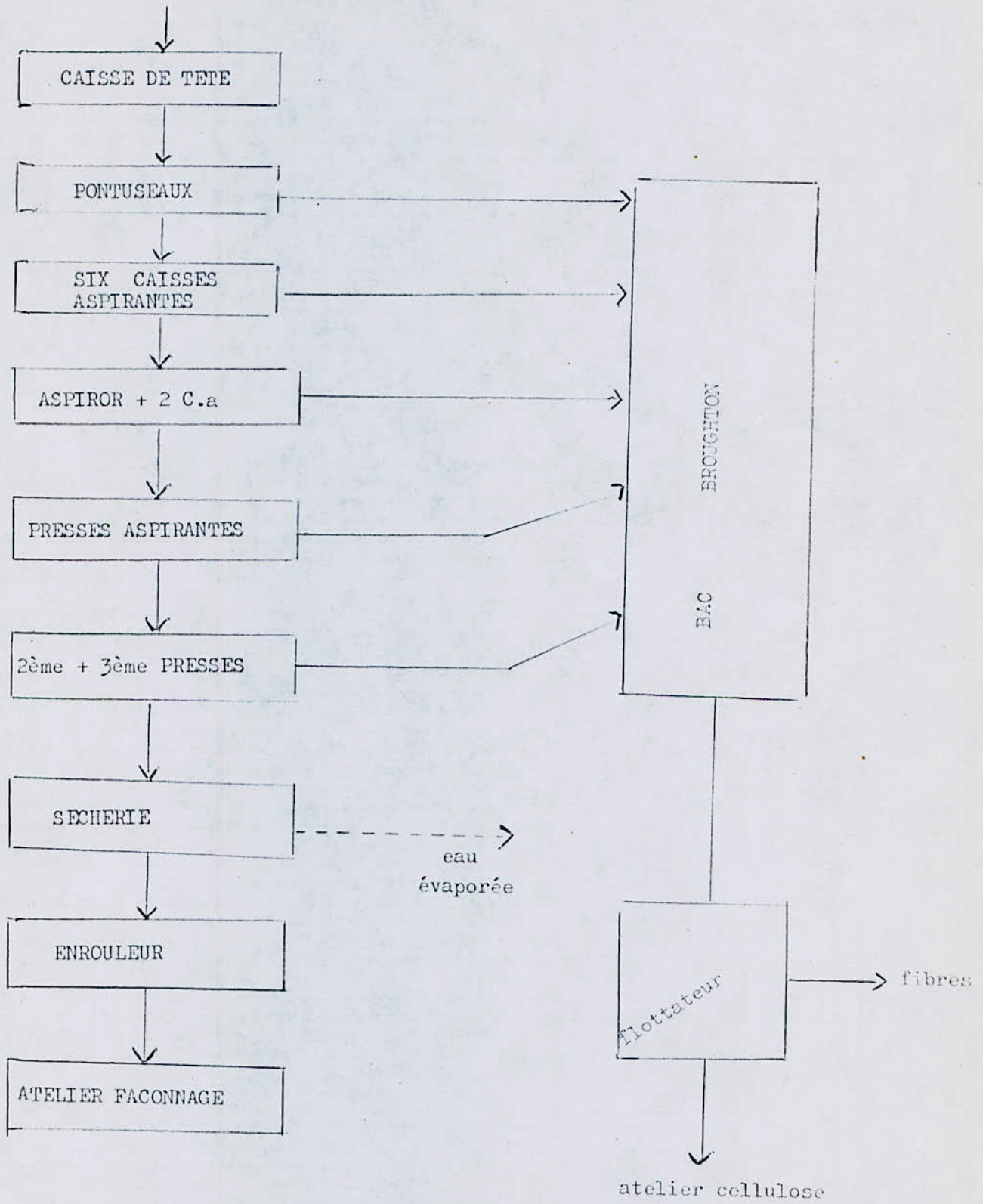


Elles sont ensuite envoyées vers les deux appareils de récupération des fibres (flottateurs de type S venn Pederson) la majorité de ces eaux clarifiées sont envoyées vers l'atelier cellulose afin d'y être réutilisées pour les lavages de la pâte, l'autre partie est envoyée vers la fosse sous toile pour le maintien de son niveau. Les eaux blanches sont caractérisées par une forte concentration en fibres, et des fractions non retenues dans la feuille de tous les produits d'addition (Kaolin Colle, Sulfate d'alumine, Amidon).

Ces eaux sont partiellement clarifiées après leur passage dans les deux flottateurs. Mais le rendement de récupération de fibres de ces appareils est faible vu que l'insufflation d'air n'est pas effectuée, ce qui confirme la quantité de fibres contenues dans ces eaux sortante des flottateurs, environ $100\text{cm}^3/\text{l}$.

FIGURE N° 5

SCHEMA DES DIFFERENTES COMPOSANTES
DE LA M.A.P ET LE CIRCUIT DES EAUX
BLANCHES.



CHAPITRE III - APERÇU GÉNÉRAL SUR LE TRAITEMENT DES EAUX ET
LESSIVE RÉSIDUAIRES DES INDUSTRIES DE LA
CELLULOSE ET DU PAPIER.

III - 1. INTRODUCTION

Le procédé complet de traitement d'une eau résiduaire papetière comportera de façon général, un certain nombre d'opérations. Ces opérations techniques de traitement peuvent elles-mêmes être classées suivant la nature de principe mis en oeuvre pour la séparation des impuretés. On distingue à cet égard les opérations suivantes :

- Physiques : Ces opérations utilisent toutes les techniques permettant l'extraction des charges polluantes en appliquant les principes purement physiques (ex : décantation, centrifugation, filtration,...)
- Physico-chimiques : Adjonction d'adjuvants permettant une séparation des particules dissoutes dans l'eau (ex : coagulation - floculation)
- Biologiques : Traitement par les bactéries afin d'inhiber l'action nocive des particules organiques (ex : lagunage, boues activée, lits bactériens...)

Dans l'industrie papetière, on attache de l'importance à la récupération des matières fibreuses qui échappent au cycle de fabrication.

III - 2. FILTRATION SUR LIT PROFOND POUR LE RECYCLAGE DE L'EAU
DANS LA FABRICATION DU PAPIER. (5)

Le recyclage de l'eau dans le circuit de fabrication du papier est étroitement lié à la récupération des fibres, de l'énergie et des produits chimiques.

La filtration sur lit profond représente un moyen de recyclage efficace. Cette technique dans laquelle le mécanisme de filtration s'étend sur la totalité de la profondeur du lit filtrant permet, avec une chute de pression minimale et à peu de frais, de retenir de grandes quantités de matières en suspension et amener la concentration dans l'eau des fibres restantes ainsi que des matières en suspension, à des valeurs inférieures à 1 ppm.

Plusieurs cas d'application de la filtration sur lit profond de matériaux granuleux au recyclage d'eau en circuit peuvent être utilisés, pour cela nous citons ces deux exemples de possibilités de filtration des eaux dans la fabrication du papier.

Exemple 1 : La filtration après flottation

Après fermeture du circuit d'eau au niveau de la machine à papier, ils procèdent au traitement de l'eau du circuit après récupération des fibres.

Cette récupération se fait par le procédé de flottation :

Les fibres sont entraînées vers le haut par les micro-bulles produites et peuvent être évacuées comme boues flottantes avec une consistance supérieur à 4 %, l'élimination des fibres peut atteindre plus de 99 % ; elle est très fortement dépendante des conditions d'exploitation de la flottation.

L'eau issue de la flottation contient cependant encore une petite quantité de fibres. Les changements qualitatifs et quantitatifs dans l'eau du circuit peuvent en outre conduire momentanément à une augmentation de sa teneur en matières solides.

Une filtration correctement dimensionnée et raccordée en série, peut alors retenir toutes ces fibres, de façon que l'eau puisse être recyclée dans la machine à papier sans risque de colmatation.

Il est possible de coupler la filtration à un autre procédé physico-chimique, amenant une réduction supplémentaire des matières solides.

LE Tableau N° 5 indique les résultats d'exploitation obtenus après flottation - filtration

D A T E	18.8.80	19.8.80	15 - 10 - 80			16.10.80
Vitesse de passage $m^3 / m^2 \cdot h$			38	16	16	
Eau brute (mg MES/l)	1620	76		15		2172/150
Eau filtrée (mg MES/l)	1350/850	15/17		15		73 43
Elimination (%)	17 48	81 78	34	90	81	66 71

TABLEAU N° 5 : Elimination des matières en suspension par un filtre à deux couches, après récupération des fibres par flottation.

(détermination des matières en suspension avec filtre de 8μ)

Exemple 2 : La filtration après floculation - sédimentation, lorsque la papeterie dispose d'une station d'épuration des eaux usées, il est avantageux de recycler l'eau après qu'elle soit passée par différents traitements. Si l'eau est floculée au moyen de minéraux adsorbants ou avec des polyelectrolytes, la salinité s'élève très peu.

Ce procédé permet une élimination presque intégrale de la couleur et une élimination jusqu'à plus de 35 % de la DCO.

Les matières en suspension résiduelles sont présentes en petite concentration. Des résultats typiques de la filtration sont représentés sur le tableau n° 6.

DATE JUILLET 1979	4	5	6	9	10	11	12	13	16	17	18
EAU BRUTE mg MES /l	19	18		22	5	17	30	150	40	120	45
EAU FILTRÉE mg MES /l	6	7	7,3	4,7	3	6	8	5	4,5	3,5	4,5
ÉLIMINATION (%)			94	79	40	65	73	97	89	97	90

TABEAU N° 6 : Élimination des MES par un filtre à deux couches. Après floculation - sédimentation (détermination des MES avec un filtre de 1μ)

Il apparait que la concentration en matières en suspension, après la floculation sédimentation se situe à des valeurs relativement basses (10 - 40 mg MES/l).

A la sortie du filtre, la concentration en matières en suspension est inférieure à 7 mg/l et aucune fibre n'est plus présente.

En conclusion la filtration est la base du retraitement de l'eau en circuit dans la fabrication du papier. Elle peut être exploitée et optimisée, en vue de l'élimination des matières solides avec ou sans floculation additionnelle sur le filtre. Lorsque la filtration est placée dans le circuit tertiaire, c'est à dire après traitement central des eaux usées, il en résulte un fonctionnement stable et de bonnes conditions pour ramener l'eau épurée biologiquement dans l'exploitation.

Une telle eau contient moins de substances organiques solubles et peut être épurée jusqu'à l'obtention d'un nombre de germes très faible.

Dans de tels cas la filtration est le procédé de base rendant possible le raccordement avec des procédés d'affinage supplémentaires tels l'adsorption, les échangeurs d'ions, en vue de l'élimination de certaines substances solubles.

III - 3. RECUPERATION DES SOUS PRODUITS DANS L'INDUSTRIE DE LA CELLULOSE ET DU PAPIER.

Les liqueurs résiduelles de l'industrie de pâtes à papier et en particulier les liqueurs résiduelles de sulfite peuvent être considérées comme une matière première plutôt que des déchets.

La récupération des sous produits à partir des liqueurs de sulfite est pratiquée dans de nombreux cas mais le problème de pollution des eaux existe toujours.

Nous citons ci-après quelques exemples :

- * La récupération de la soude contenue dans les lessives de cuisson que ce soit pour le procédé à la soude que le procédé au sulfate. (3)
- * Cas des lessives sulfitées (procédé au bisulfite) dont le traitement permet la récupération d'alcool méthylique de furfurool et du cymen, sous forme pure qui peuvent être donc vendus. (3)
- * La calcination par voie humide est un procédé de valorisation des lessives résiduelles des procédés au sulfate, par l'utilisation de la chaleur de combustion. (3)
- * L'épaississement des lessives (procédé au sulfate) permet leur valorisation par production de vapeur et par régénération des réactifs chimiques d'extraction (ex : la chaux vive CaO). (3)
- * La liqueur résiduelle de sulfite est un substrat de fermentation dans les fermentations aérobies, on produit des levures alimentaires "Candida Utilis" et "Monilia Murmanica" sont la plus part des temps cultivées. La teneur en protéine des levures Candida atteint 47 à 55 %. Elles contiennent aussi de nombreuses vitamines en particulier la vitamine B complexe. D'autres développements importants dans ce domaine sont les cultures de champignons comestibles sur la liqueur résiduelle de sulfite (recherches en laboratoires actuellement).

Les fermentations anaérobies incitent la production d'éthanol par "Saccharomyces Cerevisia" qui convertit les hexoses en alcool et gaz carbonique. (?)

* A la place de la fermentation alcoolique, on peut aussi, en choisissant des cultures bactériennes appropriées, réaliser la fermentation lactique par "Lactobacillus pentosus".

Le rendement doit être de 125 Kg d'acide lactique à 90 % de pureté et 30 Kg d'acide acétique par tonne de pâte produite. (3)

* Le procédé permettant d'utiliser la lessive épaissie, obtenue à partir des lessives sulfitées ou des lessives à la soude, comme liant, fixateur de poussières pour la construction de route. (3)

* Le procédé permettant la fabrication d'un produit d'addition commercial pour le ciment Portland (augmente sa plasticité) à partir des lessives résiduelles sulfitées. (3)

* Le procédé de valorisation des lessives sulfitée, permettant la fabrication de furfural qu'on utilise dans la construction des routes. (3)

III - 4. TECHNIQUES D'EPURATION DES EAUX RESIDUAIRES DES INDUSTRIES DE LA CELLULOSE.

III - 4. 1. Les eaux de lavage de la pâte et du blanchiment : (6)

Ces effluents sont caractérisés par une DBO₅ faible, mais dont le volume est important.

Les polluants introduits par ces eaux dans le milieu receveur sont constituées :

- * des matières en suspension
- * des matières en solution (minérales et organiques)

III - 4. 1. 1. Récupération des matières en suspension :

Il s'agit d'éliminer les fibres. Divers types d'appareillage sont utilisés et fonctionnent suivant des principes divers.

1° Ramasse pâte :

L'utilisation des ramasses-pâte est largement répandue dans les circuits intérieurs des usines. On recueille ainsi la pâte à l'état frais, non putréfiée que l'on réemploie. Dans ces appareils de faible capacité, l'eau se renouvelle rapidement et l'enlèvement des boues est rapide.

Dans les usines de fabrication de papier impression et de papiers fins comme le papier de soie, l'arrosage des ramasse pâte par flottation du type S veno- Pederson, Krofta, Wolf ou Savala, ressort tout spécialement.

Ces appareils recueillent les matières fibreuses rapidement au lieu même de production.

La teneur résiduelle des matières fibreuses obtenue avec ces appareils est de l'ordre de 10 mg/l.

On peut accélérer la flottation par l'addition d'agents de flottation (colle de résine, surfactants,...) à un pH déterminé.

Dans ces appareils, les fibres sont amenées à la surface du liquide par insufflation d'air comprimé.

2° Trémies de décantation :

Les modèles les plus connus Dunch, Schmidt, Kropp...

Dans ces appareils la circulation de l'eau est ascendante. Les fibres se déposent dans la pointe de la trémie sont renvoyées continuellement à la fabrication (moulins à cylindres). Les moulins à cylindres devront toujours être remplis, avec l'apport d'eau chargée de fibres, provenant des ramasses-pâte. La décantation des matières fibreuses s'y fait au moyen d'un courant d'eau dirigé de bas en haut.

Les matières fibreuses retenues à l'aide de ces trémies sont de l'ordre de 10 mg/l. (6)

3° - Les décanteurs :

Dans les eaux résiduaires de fabrique de cellulose, les matières en suspension sont en général éliminées par décantation sans ajout de réactif, et ne nécessitent pas de filtration comme prétraitement. (4)

Dans l'industrie papetière, les décanteurs circulaires sont les plus utilisés (6), du fait que le principe de répartition hydraulique est plus satisfaisant qu'ils utilisent un mécanisme de pont racleur.

Ce dernier permet de ramener les boues tassées vers la fosse d'extraction. Le temps de séjour est de 2 à 3 heures on peut arriver ainsi en général à un rendement de 80 à 90 % pour l'élimination de la MES et de 25 à 40 % de celle de la DBO₅.

L'élimination des M.E.S est essentielle pour l'état du cours d'eau et pour le traitement à suivre.

4° - Epuración physico-chimique :

Des recherches faites par Munteanu et Cute (tous deux de l'institut de Recherches Hydrotechniques de BUCAREST) sur l'épuration des eaux résiduaires provenant de la fabrication de cellulose (procédé sodique) ont donné les résultats suivants :

Les échantillon de l'effluent total, c'est à dire les échantillons de chaque atelier (blanchiment, lavage, régénération des lessives...) ont été analysés après 1 heure, 8 heures, 24 heures.

* Les résultats ont été les suivants :

pH : 9	DCO : 1000 mg d'O ₂ /l
MES : 1200 mg/l	DBO ₅ : 200 mg d'O ₂ /l
Chlorures	240 mg/l.

Les expériences pour obtenir une séparation des M.E.S légères ont été réalisés sur une installation de flottation avec insufflation d'air. Cette installation comprenait des décanteurs radiaux d'un diamètre de 50 mètres et des clarificateurs à suspension d'un diamètre de 25 mètres pour la sédimentation des suspensions lourdes formées après la coagulation au sulfate ferreux.

Dans cette installation de flottation, en écartant les suspensions légères, le moussage des eaux a été réduit considérablement dans le décanteur radial, des charges hydrauliques superficielles de plus en plus grandes de 6,5 à $1,75 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{h}$ ont été expérimentées ce qui fait diminuer le temps de rétention de 210 mn à 60 mn.

On a donc une augmentation des débits traités des installations de 252 à 316 l/s. Il existe donc une étroite corrélation entre la concentration en M.E.S dans l'eau résiduaire soumise à la décantation, la charge hydraulique superficielle du décanteur et la concentration des suspensions dans l'eau décantée.

Ainsi, pour une efficacité de la sédimentation de 90 %, il faut retenir d'après les calculs, dans le décanteur, les suspensions dépassant 0,02 cm/s. Ce qui implique qu'à la hauteur utile du décanteur radial comprend une charge hydraulique superficielle de $0,7 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{h}$ et un débit traité de 370 l/s à volume fixé.

Les résultats pratiques obtenus avec le décanteur expérimenté ont démontré qu'une augmentation jusqu'à $1 \text{ m}^3/\text{m}^2/\text{h}$ de la charge hydraulique superficielle même à un débit de 500 l/s pour une même efficacité de décantation. Dans la station pilote, le rendement de l'épuration par le traitement mécano-chimique sur la réduction des matières organiques a été supérieur de 5 à 10 % à celui obtenue au laboratoire. (6).

Dans cet aperçu sur les différents traitements préconisés précédemment, il nous a paru important de noter une autre possibilité de traitements des matières en solutions.

III - 4. 1. 2.) Matières en solution :

Les matières en solutions, qu'elles soient minérales ou organiques sont plus délicates à éliminer du fait des énormes volumes d'eau à traiter (jusqu'à 300 m³/tonne). De plus, leur faible concentration interdit l'emploi judicieux d'un système de récupération rentable. Alors que les matières minérales sont généralement inoffensive (sauf les sulfites et les sulfures); les matières organiques qui sont les dérivés de lignine, hydrates de carbone, par contre, occasionnant les nuisances citées précédemment.

Leur élimination peut se faire au moyen de plusieurs méthodes mais il semble que la coagulation donne les meilleurs résultats. (6)

III - 4. 2. Traitement des lessives résiduaire :

Nous étudierons le traitement de ces lessives, qui présentent un degré de pollution dû principalement au procédé de fabrication utilisé.

III - 4. 2. 1.) Récupération et oxydation de la liqueur noire :

C'est incontestablement le plus efficace pour réduire la pollution avec un rendement de 90 %. Ce procédé s'applique qu'aux lessives résiduaire sodiques, car ces lessives ont une teneur suffisamment importante en matières organiques pour fournir les calories justifiant l'aménagement coûteux des installations. (7).

Nous traiterons sommairement dans ce sous-chapitre la récupération de la liqueur noire.

III - 4. 2. 2. Les différents phases de récupération :

Nous savons que dans le procédé sodique, la pâte liquide obtenue est lavée plusieurs fois et qu'elle est séparée ainsi de la liqueur alcaline dont elle est impregnée.

Cette liqueur est appelée liqueur noire et contient de la lignine, des hémicelluloses dégradés, cette dernière sera dirigée à la régénération, ce processus comprend les phases suivantes? (8)

a) évaporation b) combustion c) caustification

a) Evaporation :

Pour pouvoir brûler la lessive dans les fours, la teneur en matières solides doit être de 50 % . L'évaporation s'effectue dans les concentrations (évaporateurs ou cuiseurs) à contact direct.

b) Combustion :

La lessive noire après l'évaporation contient 60 - 70 % de substances organiques et 30 - 40 % de substances minérales. Dans un processus de combustion, la partie organique est brûlée et la partie minérale forme le reste fondu qui s'appelle Salin, avec cela, NaOH (libre de combiné) se transforme en Na_2CO_3 . Pour compléter les pertes d'alcaline actif, on ajoute Na_2SO_4 qui se réduit en sulfite de sodium Na_2S .

$$\text{Na}_2\text{SO}_4 + 2\text{C} \longrightarrow \text{Na}_2\text{S} + 2\text{CO}_2$$

Ensuite le salin se dissout dans l'eau en donnant la solution appelée lessive verte (qui comprend tous les sels de sodium).

Pour la combustion, on applique les chaudières de récupération (fours) qui représentent des générateurs de vapeur.

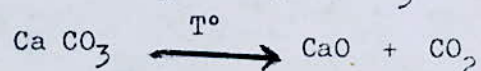
L'obtention de la vapeur est très importante car la chaudière de récupération doit assurer les besoins de fabrication de la pâte et du papier comme les matières énergétiques.

c) Caustification :

Le but de la caustification consiste à transformer le carbonate de sodium qui se trouve dans la lessive verte en NaOH.

Dans l'atelier de caustification, on traite la lessive verte par la chaux $\text{Ca}(\text{OH})_2$ et on obtient la lessive blanche qui est utilisé de nouveau pour la cuisson.

Les réactions principales sont :



On constate que cette récupération est très onéreuse et nécessite une certaine dimension de l'usine.

III - 4. 3. Les Traitements biologiques :

Les traitements d'épuration par voie biologique sont particulièrement adaptés aux eaux résiduaires de l'industrie papeterie et plus spécialement aux effluents provenant de la fabrication de la pâte à papier du fait de leurs teneurs assez élevées en substances organiques fermentés cibles (hydrates de carbone, acide organiques, composés hydroxylés) provenant de la dégradation de la cellulose et de la lignine, lors de la cuisson de la matière fibreuse végétale.

Le principe de l'épuration biologique est basée sur l'activité vitale des microorganismes, et dans une grande mesure des bactéries. La pollution est attaquée par l'activité des colonies bactériennes, contenues dans l'eau à traiter et rendues dynamique par une oxygénation adaptée.

Ainsi, on peut supprimer les matières organiques dissoutes ou colloïdales par oxydation biologique.

On distingue des procédés biologiques intensifs tels que lits bactériens et boues activées et procédés biologiques extensifs tels que lagunage aéré.

III - 4. 3. 1. Procédés biologiques intensifs :

1° - Boues activées :

Le procédé consiste à provoquer le développement d'une culture bactérienne dispersée sous forme de flocons (boues activées) dans un bassin brassé et aéré (bassin d'aération) et alimenté en eau à épurer.

Dans ce bassin le brassage a pour but d'éviter le dépôt et d'homogénéiser le mélange des floccs bactériens et de l'eau usée (liqueur mixte), l'aération, qui peut se faire à partir de l'oxygène de l'air, voir même d'oxygène pur, a pour but de dissoudre ce gaz dans la liqueur mixte, afin de répondre aux besoins des bactéries épuratrices aérobies. Après un temps de contact suffisant, la liqueur mixte est envoyée dans un clarificateur appelé aussi décanteur secondaire, destiné à séparer l'eau épurée des boues. Ces dernières sont en partie recyclées dans le bassin d'aération pour y maintenir une concentration suffisante en bactéries épuratrices.

L'excédent est extrait du système et évacué vers le traitement des boues. En cas de carences en azote et en phosphore, on peut ajouter ces deux éléments nutritifs sous forme respectivement d'ammoniac et d'acide phosphorique, mais prendre la précaution de bien les mélanger avec l'eau usée avant d'entrer dans le bassin d'aération. (9)

Dans le cas d'une petite station, on peut ajouter périodiquement du phosphate d'ammonium. Dans le traitement par boues activées, les meilleures performances sont obtenues en maintenant l'âge des boues proportionnel à la charge massique du bassin d'aération. (9).

2° Lits bactériens :

Le principe de fonctionnement d'un lit bactérien appelée quelques fois filtre bactérien, consiste à faire ruisseler les eaux usées préalablement décaantées sur une masse de matériaux poreux qui sert de support aux micro-organismes épurateurs qui y forment un film. Une aération est pratiquée, le plus souvent par tirage naturel et quelques fois par ventilation forcée. Cette aération a pour but d'apporter dans toute l'épaisseur de la masse du lit l'oxygène nécessaire au maintien en aérobiose des bactéries aérobies suivant la nature du matériau utilisé, on peut distinguer :

- * Lits bactériens à remplissage traditionnel (cailloux de même granulométrie)
- * Lits bactériens à remplissage plastique (tube en polyéthylène ou plastique)

Le Tableau n° 7 donne des performances de lits bactériens à haute charge dans l'industrie de pâte à papier. (10).

TABLEAU N° 7

PERFORMANCES DE LITS BACTERIENS A HAUTE

CHARGE D'APRES ECKNFELDER. (10).

N.B : 1 foot = 33 cm (Unité britannique)

EAUX RESIDUAIRES	CHARGE HYDRAULIQUE	PROFONDEUR (foot)	D B O BRUTE (mg/l)	REDUCTION DE D B O (%) CLARIFIE
FABRIQUE DE KRAFT	365	18,0	250	10
	185	18,0	250	24
	200	21,6	250	23
	90	21,6	250	31
LIQUEUR NOIRE	47	18	400	73
	95	18	400	58
	189	18	400	58
EAUX D'EGOUT	189	10,8	166	45
	126	21,6	145	-
	135	-	165	57
	126	-	152	76

III - 4. 3. 2. Procédés biologiques extensifs :

On utilise souvent le lagunage aéré, qui est un vaste bassin peu profond, comportant un système d'aération artificielle qui assure l'oxygénation des eaux usées et permet de maintenir dans l'étang un milieu aérobie. L'aération artificielle est réalisée soit par insufflation d'air, soit le plus souvent par des aérateurs flottants constitués par des turbines à un axe vertical portées par des flotteurs.

L'intérêt essentiel du lagunage aéré est son fort pouvoir tampon, son exploitation aisée lorsque les eaux brutes sont peu chargées en produits lourds. Suivant l'intensité du mélange eau-boue assurée par l'aération artificielle, les lagunes aérées sont classées en aérobie ou facultatives.

Le tableau n° 8 donne des performances des lagunes aérées.(10).

On utilise aussi des étangs de stabilisation, qui sont de vastes bassins peu profonds.

Cependant, le système devient très efficace si on utilise des étangs anaérobies - aérobie comme le montre le tableau n° 9.

TABLEAU N° 8

PERFORMANCES DES LAGUNES AEREESD'APRES ECKENFELDER. (10)

GENRE D'EAU RESIDUAIRE	TEMPS DE RETENUS (j)	TEMPERATURE (°c)	D.B.O (mg/l)	REDUCTION DE D B O (%)
KRAFT	4	20 - 36	89	64
	4	26 - 39	40	81
	3	26 - 40	52	73
COPEAUX DE PATE A PAPIER JOURNAL	10	17 - 30	122	68

TABLEAU N° 9

ETANGS DE STABILISATION POUR EPURER DES EAUXRESIDUAIRES DE PATE A PAPIER D'APRES FORGES. (11).

GENRE D'ETANG	SURFACE (ha)	PROFONDEUR (foot)	CHARGE Kg/ha. J	TEMPS DE RETENUS (J)	REDUCTION DE LA D B O (%)
AEROBIE	34	5	120	30	80
ANAEROBIE	29	6	390	18	50
AEROBIE - ANAEROBIE (COMBINE)	1000	5,5	31	136	94

N.B : 1 foot = 33 cm.

III - 4. 4. Epuration des eaux résiduaires de
Fabriques de pâte à la soude :

Pobis préconise, pour l'épuration des eaux résiduaires de fabriques de pâte à la soude, un traitement en deux temps, avec floculation chimique dans le 1er étage, et épuration biologique dans le second.

D'après les indications de cet auteur, la floculation par le sulfate d'aluminium permet de précipiter 48 % des matières organiques (principalement les substances colorantes provenant de la lignine).

Dans le traitement qui suit, par les boues activées, la DBO_5 des eaux résiduaires est diminuée de 94,5 %. On peut ainsi obtenir un effluent conforme même à des conditions sévères. (3).

III - 4. 5. Epuration chimique des eaux résiduaires
de papeterie et cartonneries :

Le traitement chimique des eaux résiduaires est effectué dans des bassins de décantation précédés par des bassins mélangeurs et flocculateurs.

Comme flocculants, on obtient de bons résultats avec le sulfate d'aluminium en association avec la silice activée, ainsi qu'avec des acides humiques, des sels de fer ou d'autres agents de précipitation, effectuant, si besoin est, une correction de pH par addition de chaux vive ou de soude.

Le plus souvent, il faut moins de 100 mg/l de chlorure ferrique, et au maximum 200 mg/l de chaux vive.

Kominek a obtenu, avec addition de 33 g de sulfate d'aluminium et 10g de gel de silice par m^3 d'eaux résiduaires, un rendement d'épuration de 88 à 97 % (par rapport aux matières en suspension), ou de 36 à 65 % (par rapport à la demande biochimique en oxygène).

CHAPITRE IV - QUANTIFICATION DE LA POLLUTION DE
L'UNITE CELPAP DE BAB-AII.

- 1 - MODE DE PRELEVEMENT
- 2 - EVALUATION DE LA POLLUTION
- 3 - RESULTATS DES DIFFERENTES COMPAGNES DE PRELEVEMENTS.
- 4 - EVALUATION DES RESULTATS D'ANALYSES
- 5 - CONCLUSION.

IV - 1. MODE DE PRELEVEMENT

La 1ère phase de l'étude expérimentale a été consacrée à la connaissance de la papeterie et aux choix des paramètres de pollution. Ce choix a été fixé suivant l'importance des polluants et des possibilités matériels mises à notre disposition.

La technique de prélèvement doit être étudiée avec soin car la représentativité de l'échantillonnage est un problème fondamental qui conditionne les résultats.

Nous avons choisi, après avoir constaté que certains points des rejets étaient inaccessibles, d'analyser les échantillons prélevés au niveau des endroits suivants :

E 1 : - Les eaux du 1er et 2ème lavage après la cuisson ;
 - Jus noires concentrées ;
 - Eaux de press colin ;
 - Filtre acide ;
 - Une partie du filtre alcalin.

E 2 : - Les eaux blanches de la papeterie

E 3 : - Les eaux de lavages provenant des filtres acide et alcalin, (eaux du 1er et 2ème blanchiment) + les eaux provenant d'autres usagers (les eaux de cuisine, eaux de bloc hygeinique...)

E 4 : - Les eaux de lavage provenant du 1er filtre de blanchiment qui sont récupérées dans un bac qui leur est réservé.

E 5 : - Bac des liqueurs noires concentrées.

La détermination des paramètres de pollution en ces différents points a été effectuée sur un échantillon moyen obtenu par mélange de plusieurs prélèvements ponctuels pratiqués au cours de la journée.

Ainsi, nous avons prélevé à intervalles réguliers, des quantités identiques d'eau que nous avons utilisées pour faire des échantillons mixtes.

IV - 2. EVALUATION DE LA POLLUTION :

Dans le domaine des eaux résiduaires industrielles, la caractérisation des effluents fait appel à des paramètres spécifiques qui peuvent être physiques, chimiques ou biologiques. Ce sont les paramètres nécessaires à l'évaluation des charges des effluents et de leurs effets sur les milieux récepteurs. Ils permettent aussi d'avoir une première idée quant aux procédés de traitements à mettre en oeuvre pour assurer une épuration.

IV - 2. 1. Les paramètres physiques :

Les paramètres étudiés sont : la couleur, la température, la conductivité et le pH.

- La couleur : C'est le paramètre lié au déversement de composés solubles présentant une coloration marquée. Le dosage des substances colorantes font appel à des techniques d'analyse spectrophotométrique.

Le déversement des eaux résiduaires industrielles peuvent provoquer une altération persistante.

- La température : Le contrôle de la température est indispensable, particulièrement pour les eaux résiduaires industrielles. Elle joue un rôle important dans le fonctionnement de certains ouvrages de la chaîne de traitement des eaux usées.

- La conductivité :

La conductivité nous renseigne sur la minéralisation ou salinité globale de l'eau, et nous donne de nombreux renseignements sur l'eau à étudier. En effet, la valeur de la conductivité est influencée par la force de l'électrolyte, la nature des ions libérés et leur concentration dans la solution. (12)

- Le pH : La concentration en ions $H_2 O^+$ dans un milieu influe grandement sur la croissance des microorganismes. De plus, des pH trop bas ou trop élevés peuvent être néfastes pour les traitements physico-chimiques et biologiques.

L'étude de ce paramètre permet notamment de voir si les eaux de l'effluent se situent dans une zone de pH compatible avec une épuration biologique efficace. (13).

IV - 2.2.) Les paramètres physico-chimiques :

Ils concernent principalement les matières en suspension décantables ou non décantables.

- Les matières solides totales : (4)

L'évaluation de ces matières repose sur trois déterminations :

* Le résidu sec total ou matières solides totales obtenu par évaporation et dessiccation à 105 °C.

* Le résidu sec filtrable ou matières en solution obtenu, après filtration de l'échantillon, par évaporation du filtrat (et assèchement à 105 °C).

* La différence entre ces deux résidus, correspondant à la matière solide en suspension (résidu sec non filtrable) (M.E.S).

* Si en revanche, le résidu sec total est porté à une température de 600 °C (625 °C), une partie est volatilisée. La perte de masse correspond aux matières volatiles en suspension (M V S) c'est à dire les matières organiques en suspension.

- Les matières décantables et non décantables :

Les matières décantables représentent la fraction des M E S qui sédimentent pendant un temps donné, généralement de 2 heures. L'essai de décantation est réalisé dans un cône d'IMHOFF. Leur quantité est indiquée sur le volume de la boue décantée, les matières décantables sont exprimées en ml/l.

Les matières non décantables sont, quant à elles, celles qui restent dans le liquide surnageant et qui seront dirigées vers le procédé de traitement biologique ou chimique. (14)

IV - 2. 3.) Les paramètres chimiques :

Ils sont évalués en mesurant la D B O, la D.C.O et le carbone organique total.

* Demande biochimique en oxygène (D B O)

Par définition, la demande biochimique en oxygène est la quantité d'oxygène nécessaire pour assurer l'oxydation et la stabilisation des matières organiques présentes dans l'eau usée. C'est donc, une mesure de carbone organique biodégradable, et, dans certaines conditions, des formes azotées réduites contenues dans l'eau usée. Par convention, on mesure la D B O à 20 °C, à l'abri de la lumière et sur une durée de 5 jours. On parle alors de D B O₅. (9).

* Demande chimique en oxygène (D.C.O)

La D.C.O traduit la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder chimiquement, sans intervention de microorganismes, les matières organiques contenues dans l'effluent. C'est donc, une mesure de quasiment toutes les matières organiques contenues dans les eaux usées, qu'elles soient ou non biodegradables. La D.C.O constitue un paramètre important, surtout, pour les rejets industriels à caractère toxique qui se prétend mal à la mesure de la D.B.O.

La procédure normalisée, pour sa détermination, fait appel à une oxydation à chaud par le bichromate de potassium en milieu acide fort concentré (H₂ SO₄) à reflux pendant deux heures. On catalyse le processus par ajout de sulfate d'argent.

La D.C.O présente, cependant, certaines limitations.

En effet, on peut observer les faits suivants :

- * Certains composés aromatiques résistant à l'oxydation ;
- * Les nitrites interfèrent, ces derniers peuvent être éliminés par l'action de l'acide sulfamique.
- * Les chlorures, iodures et bromures interfèrent également, pour éviter l'oxydation de ces composés, on les complexe par addition de sulfate mercurique.

- Rapport D C O / D B O :

La D.B.O d'une eau résiduaire est, le plus souvent, inférieure à sa D C O. On attache souvent, et à juste raison, de l'importance au rapport D C O / D B O. Ce rapport marque l'apport relative des matières rapidement biodégradables dans l'ensemble des matières oxydables.

Lorsque DCO/DBO_5 est inférieur à 1,7, il s'agira d'un effluent biodégradable.

Lorsque ce rapport est compris entre 1,7 et 5 il s'agira d'un effluent biodégradable avec des souches sélectionnées. Enfin, lorsqu'il dépasse 5 il s'agira d'un effluent non biodégradable. (14).

- Carbone organique total (C O T)

Bien que le C O T ne compte pas au rang des demandes en oxygène, on peut le placer à proximité de celles-ci, car il correspond aussi à une approche quantitative de la matière organique dont le carbone est le principal constituant.

Le principe le plus courant de la mesure du C O T repose sur la combustion des matières organiques carbonnées dans un four à 950 °C, sous un courant d'oxygène.

Cette combustion libère du gaz carbonique qui est dosé par un analyseur infra-rouge, après combustion de la vapeur d'eau. Cette méthode nécessite l'étalonnage de l'appareil avec des solutions de produits purs, aux concentrations voisines de l'échantillon à analyser.

IV - 2. 4) Les Nutriments

On entend par ce terme les composés de l'azote et du phosphore qui sont responsables de l'eutrophisation des milieux aquatiques. L'évolution de ces deux principaux composés nutritifs, permet de vérifier l'équilibre nutritionnel des eaux résiduaires industrielles, (qui doivent être traitées biologiquement) par calcul de certains rapports, comme DBO_5/N , DBO_5/P , $DBO_5/N/P$,^P ou DCO/N , DCO/P , que l'on trouve dans les différentes bibliographies.

Dans ce contexte les études ont montré qu'un rapport $DBO_5/N/P$ voisin de 100/5/1 permet d'assurer un développement normal des microorganismes épurateurs aérobie.

- L'azote :

L'azote existe dans les eaux usées, sous toutes ses formes minérales, NO_2^- , NO_3^- , NH_4^+ et organique.

L'azote organique et ammoniacal exercent tous deux une demande en oxygène importante.

Il y a lieu d'indiquer que les industries de pâtes à papier et papeteries sont les industries qui rejettent les plus grandes quantités d'azote organique dans les milieux récepteurs. (15)

- Le phosphore :

Le phosphore est présent dans les eaux résiduaires sous forme d'orthophosphates, des phosphures, de diverses combinaisons minérales, ou sous forme organique d'origine industrielle ou biologique.

La connaissance de la quantité de phosphore contenue dans les eaux résiduaires permet de vérifier si ce composé ne fait pas défaut, pour envisager un traitement biologique de ces eaux. (14).

IV - 3. RESULTATS DES DIFFERENTES CAMPAGNES DE PRELEVEMENTS.

- Première campagne du 08.04.90.

Elle nous a permis de prendre partiellement connaissance de la charge polluante et des caractéristiques des différents types d'eaux considérés.

Les résultats de cette campagne sont donnés dans le tableau n° 10

- Deuxième campagne du 15.04.90 : Les résultats obtenus lors de cette campagne sont résumés dans le tableau n° 11.

- Troisième campagne du 22.04.90 : Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau n° 12.

- Quatrième campagne du 29.04.90 : Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau n° 13.

- Cinquième campagne du 06.05.90 : Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau n° 14.

TABLEAU N° 10

RESULTATS DE LA 1^{ere} CAMPAGNE

DE PRELEVEMENTS 08/04/90

PARAMETRE DE POLLUTION	TYPE D'EAU	E1	E2	E3	E4	E5
TEMPERATURE (°C)		29,4	23,1	26,8	29,0	37,5
pH		11,6	7,3	9,7	10,2	12,8
CONDUCTIVITE (µs/cm)		5,1	2,8	5,4	-	6,3
M E S (mg/l)		5740	1180	1975	550	1480
M V S (mg/l)		3100	-	1300	-	725
MATIERES DECANTABLES (cm ³ /l)		5,8	4,0	4,3	8,1	3,9
CHLORURES (mg -l/l)		940	725	975	630	215

TABIEAU N° 11

SI

RESULTATS DE LA 2ème COMPAGNE

DE PRELEVEMENTS : 15.04.1990

PARAMETRE DE POLLUTION	TYPE D'EAU	E1	E2	E3	E4	E5
TEMPERATURE (°C)		31,6	25,9	29,1	26,5	40,0
PH		12,3	7,9	9,9	10,0	13,1
CONDUCTIVITE (ms/cm)		5,8	3,3	3,7	4,1	7,6
M E S (mg/l)		10690	2100	5560	1420	2560
N V S (mg/l)		8170	975	3830	490	1315
M D (cm ³ /l)		6,4	-	3,7	-	-
D.B.O ₅ (4g ₂ /l)		-	-	620	292	-
D.C.O (mg O ₂ /l)		15900	1440	5850	2200	-
CHLORURES (mg Cl-/l)		975	880	1025	675	200

CHLORURES

TABLEAU N° 12 :

RESULTATS DE LA 3ème CAMPAGNE

DE PRELEVEMENT 22/0490

PARAMETRE DE POLLUTION	TYPE D'EAU	E1	E2	E3	E4	E5
TEMPERATURE (°C)		33,0	25,7	26,2	27,9	41,5
pH		11,9	7,1	9,8	10,5	13,3
CONDUCTIVITE (ms/cm)		5,2	-	3,1	-	-
M E S (mg/l)		7850	1030	4160	1090	1360
M V S (mg/l)		4080	490	2400	666	580
M D (cm ³ /l)		5,0	-	3,8	-	2,6
D B O ₅ (mg O ₂ /l)		1100	280	150	-	-
D.C.O (mg O ₂ /l)		10820	1255	7100	1800	45100
CHLORURES (mg Cl-/l)		1050	830	1150	705	190

TABLEAU N° 13

RESULTATS DE LA 4ème CAMPAGNE

DE PRELEVEMENTS : 29/04/1990

TEMPERATURE (°C)	TYPE D'EAU				
	E1	E2	E3	E4	E5
30,5		22,4	26,3	27,9	38,0
pH	12,1	6,8	9,2	10,8	13,4
CONDUCTIVITE (ms/cm)	6,0	2,1	3,0	4,4	7,6
M E S (mg/l)	9520	1600	3400	860	-
M V S (mg/l)	4950	530	1385	295	-
M.D (cm ³ /l)	6,4	-	-	9,7	-
D B O ₅ (mgO ₂ /l)	910	300	625	-	-
D.C.O (mg O ₂ /l)	9625	830	5500	-	38200
CHLORURES (mg Cl ⁻ /l)	1010	820	995	660	168

RESULTATS DE LA 5ème CAMPAGNE
DE PRELEVEMENT : 06/05/1990

PARAMETRE DE POLLUTION	TYPE D'EAU	E1	E2	E3	E4	E5
TEMPERATURE (°C)		35,5	25,7	28,1	28,0	46,0
pH		12,3	7,5	11,6	10,3	13,1
CONDUCTIVITE (ms/cm)		6,0	3,1	3,8	-	-
M E S (mg/l)		16900	-	5100	845	2210
M V S (mg/l)		10580	-	3290	212	1200
MATIERES DECANTABLES (cm ³ /l)		-	-	-	-	-
D B O ₅ (mgO ₂ /l)		1250	-	-	340	-
D C O (mg O ₂ /l)		16300	1475	6900	1600	48500
CHLORURES (mg Cl-/l)		1020	870	1100	650	220

IV - 4 - EVALUATION DES RESULTATS D'ANALYSES :

A l'issue de ces 5 campagnes, nous constatons certaines fluctuations des paramètres de la pollution des eaux résiduelles de l'unité.

L'interprétation des résultats d'analyse pour les différents paramètres de pollution étudiés est :

* Température :

Les plus hautes températures sont celles qui sont relevées de l'effluent du bac des liqueurs noires (elle atteint parfois 46 °C). Ces températures élevées sont dues au fait que la cuisson se fait à une température de 90 - 100 °C. Sinon les autres valeurs restent inférieures à la norme ($T = 30^{\circ}\text{C}$)

* pH :

La totalité des rejets ont un pH généralement alcalin, ceci est dû à la forte concentration de la soude rejetée dans l'eau résiduelle. Par contre le pH de l'effluent E2 est pratiquement neutre et se trouve donc dans les normes ($5,5 < \text{pH} < 8,5$)

* Matière en suspension :

Elles sont en teneurs très importantes, constituées en grande partie de :

- (-) fines particules d'écorces provenant de la chambre de broyage,
- (-) fibres et particules de fibres en provenance de la fabrication de la pâte à papier,
- (-) matériaux de recouvrement et de remplissage tels que talc, argile, carbonate de calcium, dioxyde de titane en provenance du procédé de fabrication du papier.

Les plus fortes teneurs sont celles observées dans les eaux du type E1.

Les valeurs trouvées sont nettement supérieures à la norme de rejet qui est de 30 mg/l.

* Matières décantables :

Elles sont en quantités importantes, surtout dans les eaux de type E1, (ce sont surtout des incuits et des fibres). Ces teneurs élevées en matières décantables, peuvent être réduites par une simple décantation, ce qui permettra de réduire d'une manière appréciable la charge polluante des eaux résiduaires.

* D B O₅ :

L'existence de substances inhibitrices, telles que les chloro-lignines a un effet direct sur la croissance des bactéries et fait que les valeurs obtenues sur la D.B.O₅ apparaissent plus faibles qu'elles ne le sont en réalité. (un essai d'estimation de la D B O₅ des liqueurs noires concentrées a été impossible).

* D. C. O :

Les valeurs de la D.C.O sont comprises entre 1255 et 48500 mg₂/l. Elles demeurent fortement élevées et dépassent de très loin la norme de rejet fixée à 90 mg O₂/l.

La valeur 48500 mg O₂ /l correspond à l'effluent des liqueurs noires concentrées (E5), car celui-ci renferme beaucoup de matières organiques jusqu'à 50 % environ.

Le rejet de degrés élevés de substance en D.C.O peut réduire l'approvisionnement en oxygène dissous du milieu récepteur, pour cela il est indispensable de traiter l'effluent avant rejet dans la rivière.

* Les Chlorures :

Les teneurs en chlorures des effluents E1, E2, E3 et E4 sont très élevées, en effet la pâte à papier subit une chloration au contact du HCL, ainsi qu'un blanchiment. Quant au rejet E5, les chlorures sont en faible quantité.

Nous remarquons que ces valeurs sont nettement supérieures à celle fixée par la norme de rejet qui est de 100 mg/l.

IV - 5. CONCLUSION. :

Les analyses effectuées sur les eaux résiduaires de la papeterie de BABA-ALI nous conduisant à dégager quelques constatations qui nous permettent d'appréhender le degré de pollution.

L'évaluation des résultats d'analyse nous révèle que la plus part des paramètres étudiés présentant des valeurs largement supérieures aux normes de rejet imposées par la législation.

Il ressort aussi du résultat des analyses que la liqueur noire a laquelle donne lieu le procédé de cuisson contribue d'une façon prépondérante à la quantité totale de la pollution issue de l'unité.

La coloration foncée de l'eau et la forte D.C.O sont dans la plus part des cas les conséquences du rejet des eaux résiduaires.

De ce fait une épuration poussée est indispensable afin de ramener les teneurs à des valeurs acceptables.

CHAPITRE V - ESSAIS DE TRAITEMENT AU LABORATOIRE.

*) INTRODUCTION

V - 1. THEORIE DE LA COAGULATION - FLOCCULATION

V - 1. 1.) La double couche

V - 1. 2.) Le potentiel zêta

V - 1. 3.) Destabilisation des particules

V - 1. 4.) Mode opératoire de la coagulation - flocculation

V - 1. 5.) Les paramètres de l'eau influençant la coagulation - flocculation.

V - 2. MISE EN OEUVRE ET DESCRIPTION DE L'ESSAI
DE COAGULATION - FLOCCULATION.

V - 3. TRAITEMENT DES LIQUEURS NOIRES

V - 4. TRAITEMENT DE L'ENSEMBLE DES EAUX RESIDUAIRES.

V - 5. CONCLUSION

INTRODUCTION :

Avant rejet dans le milieu naturel, les eaux usées d'une façon générale doivent en principe, satisfaire aux normes de rejet fixées par la législation, ceci, afin de répondre aux exigences de protection de l'environnement. Cet objectif peut être atteint en procédant à l'épuration systématique des effluents d'origine domestique ou industrielle. Si le premier type d'eaux résiduaires se prête bien à un traitement "classique" par voie biologique, ceci n'est pas le cas des eaux usées industrielles qui, de par leur diversité et la complexité de leur composition, exigent une étude préalable approfondie avant d'opter pour la chaîne de traitement adéquate.

On dispose pour l'épuration des eaux résiduaires de fabrication de papier, de procédés physico-chimiques et biologiques, qu'il faut adapter de cas par cas aux propriétés particulières de l'eau qu'il s'agit à traiter.

Les effluents de la papeterie de Baba-Ali sont caractérisés par une très forte D.C.O et une coloration brunâtre très prononcée.

Dans le but d'éliminer cette coloration et diminuer la charge en D.C.O, nous avons opté pour un procédé de traitement physico-chimique en l'occurrence la coagulation - floculation, qui sera appliquée à l'effluent brut (des eaux du type E1) ainsi que pour l'ensemble des eaux résiduaires de l'unité, à l'échelle de laboratoire.

L'efficacité de traitement sera suivie au moyen de deux paramètres : la D.C.O et la densité optique.

V - 1) THEORIE DE LA COAGULATION - FLUCULATION :

La coagulation et la floculation sont des traitements physico-chimiques de l'eau. Ils ont pour effet de créer des agrégats facilement séparables. Le choix du coagulant est déterminé par la nature de l'eau à traiter, le résultat recherché, le mode de séparation utilisé, (par exemple : la filtration) et surtout le coût qu'il représente (16)

V - 1. 1. La double couche :

Les particules sont souvent chargées négativement, charge primitive dans la nature, dont l'origine peut-être :

- (-) Absorption d'ions, préférentiellement les anions
- (-) Ionisation de groupes chimiques à la surface de la particule.
- (-) Ions formés par réaction entre la particule et le liquide.

Autour d'une particule chargée, les charges électriques se répartissent en deux couches :

* une couche fixe d'ions de signe contraire à celui de la particule appelée couche de STERN.

* Une couche diffuse de contre ions se rarefiant avec la distance déformable et mobile, c'est la couche de GOUY.

L'importance relative de ces deux couches dépend, d'une part de la charge primitive et d'autre part de l'agitation thermique, donc de la température. Cette agitation tend à réduire l'importance de la couche fixe et à dilater la couche diffusée. (14).

V - 1. 2.) Le Potentiel Zéta :

C'est le potentiel qui prend une particule ou plus généralement un colloïde lorsqu'il est mis en suspension dans un milieu aqueux. Ce potentiel est créé par l'environnement du colloïde, et c'est une caractéristique de la stabilité de la suspension.

$$Z = \frac{4 \pi e q}{D}$$

et $m = \frac{e q}{\mu}$

Z : potentiel Zéta

D : Cte. diélectrique

q : charge mobile par unité de surface

e : épaisseur effective de la couche diffuse

m : mobilité électrophorétique

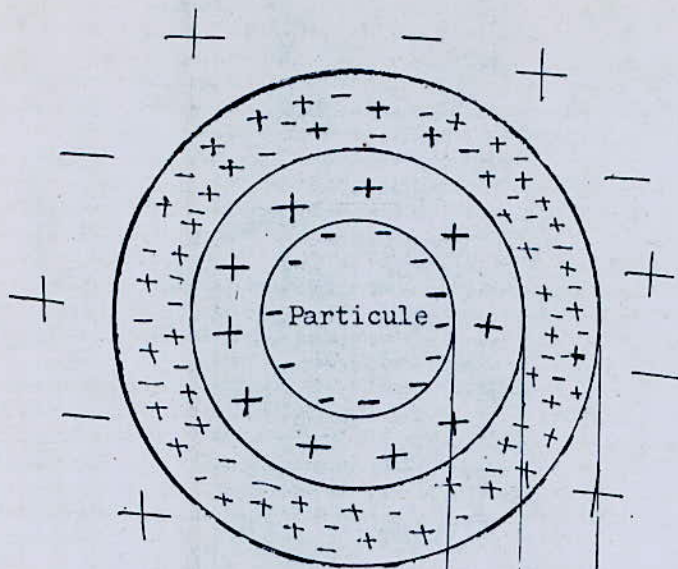
μ : viscosité dynamique.

V - 1. 3.) Destabilisation des colloïdes :

Le principe fondamental de la destabilisation des colloïdes réside dans la faculté de réduire voire annuler le potentiel Zéta des particules. Pour vaincre ce potentiel il existe deux possibilités

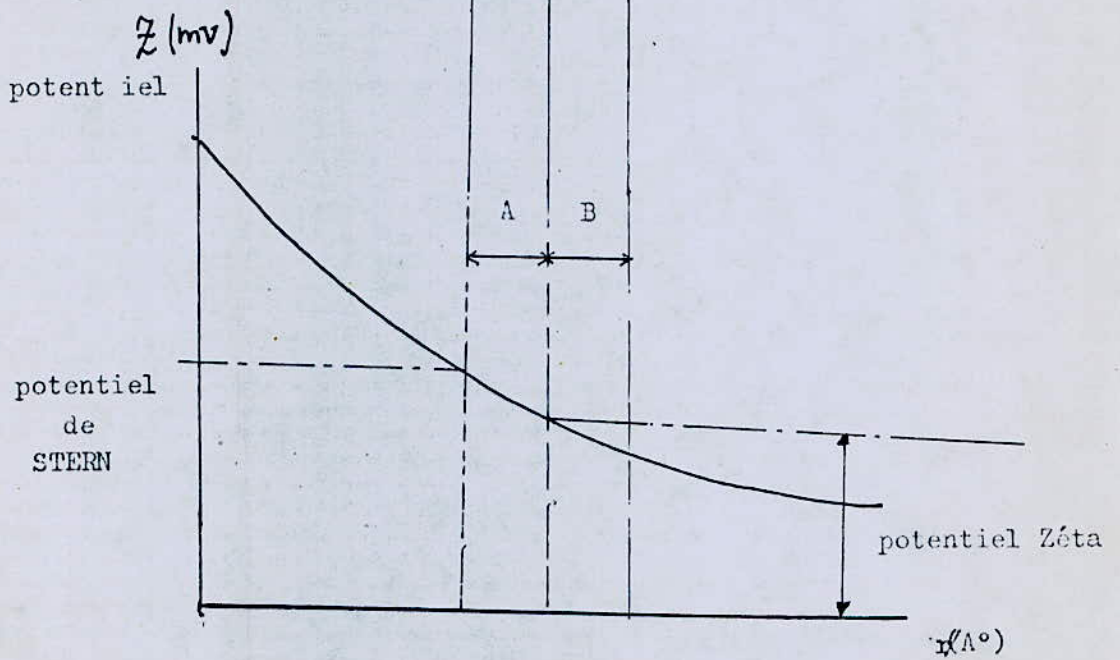
* En ajoutant des réactifs minéraux contenant des cations multivalents qui seront adsorbés au niveau de la surface colloïdale.

Nous assistons à une neutralisation de charge électrique appelée coagulation.



A - Couche de STERN

B - Couche de GOUY



Double couche +
potentiel ZETA

distance jusqu'à
la particule

* En ajoutant des réactifs, de haut polymères organiques appelés poly-electrolytes qui permettent de rassembler les colloïdes non seulement par réduction de charges électriques, mais également par des effets de pontage entre colloïdes c'est la floculation.

- Les coagulants sont des produits qui neutralisent la charge de surface des matières en suspension. Les composés les plus fréquemment utilisés comme coagulants sont des sels minéraux, les sels de fer et d'alumine et ce pour des raisons économiques. (16)

- Les flocculants sont des produits susceptibles de former des ponts interparticulaires, conduisant à l'agglomération des flocons et la capture des fines particules. Parmi les flocculants utilisés, nous citons : (16)

La silice activée, polymères organiques, etc...

V - 1. 4.) Mode opératoire de la coagulation floculation :

La coagulation - floculation est employée pour le traitement de beaucoup d'eaux résiduaires industrielles, en particulier celles des pâtes et papiers.

Quand le test est bien mené, d'importantes informations peuvent être retenus pour aider l'ingénieur de processus à proposer un nouveau mode de traitement, à améliorer un procédé déjà existant ou à optimiser un traitement de coagulation - floculation. (9).

L'essai de coagulation floculation s'effectue en 3 étapes :

- Un mélange rapide pour la desabilisation
- Une agitation lente pour la floculation
- Une décantation des flocons au fond.

a) - Détermination de la bonne dose de coagulants
(ou flocculants) :

C'est un paramètre essentiel pour la destabilisation des colloïdes ; une surdose peut empêcher la formation des floccs.

b) - Temps et vitesse d'agitation :

En introduisant le coagulant dans l'eau, on procède à une agitation rapide pour la dispersion et l'homogénéisation de la suspension. Une agitation très intense empêche l'agrégation des particules tandis qu'une agitation prolongée conduit systématiquement à la restabilisation du système agrégé.

La durée et l'intensité de l'agitation doivent être déterminées expérimentalement pour chaque eau, avec ses propres caractéristiques physico-chimiques.

V - 1. 5.) Les paramètres de l'eau influençant la coagulation - flocculation :

La coagulation - flocculation sont conditionnées par l'eau à traiter et sa composition, cela nous conduit à montrer les différents paramètres qui entrent en jeu :

* Le pH joue un rôle très important et détermine la nature du coagulant à employer, influe sur la dose procurant un effet donné et recherché, influe également sur la quantité résiduelle de coagulant restant dans l'eau après traitement et conditionne la cinétique de la formation de flocons. (En bref dans chaque cas donné et pour chaque coagulant il existe un pH optimal ou tout au moins des zones de pH optimal).

- * Une température élevée favorise le processus
- * La présence de boues préformées ne jouent pas le rôle favorable au 1er stade de l'hydrolyse des réactifs et de leurs actions complexes sur les matières à éliminer.
- * La nature des matières à éliminer joue un rôle très important, les suspensions minérales étant aisément floculées à partir d'un certain seuil minimal dont la valeur n'est pas proportionnelle à la quantité de matières en suspension, par contre les colloïdes organiques, la coloration demandent des quantités importantes de réactifs qui croissent à peu près proportionnellement à la quantité de matières indésirables à extraire.

Les suspensions minérales sont peu solubles à l'emploi de réactifs oxydants, alors que l'application de ces derniers est quelque fois indispensables à un stade préliminaire à l'introduction de réactifs de coagulation proprement dits. (1)

V - 2) Mise en oeuvre et description de l'essai de coagulation - floculation

Le but recherché dans l'essai de coagulation - floculation est d'obtenir la dose optimale du coagulant, celle-ci correspond aux meilleurs rendements d'élimination des paramètres de pollution considérés.

- Matériel utilisé : L'essai de floculation appelé "JARTEST", cherche à reproduire à toute petite échelle des processus complexes de coagulation et de la coalescence.

Cet essai a été effectué au moyen d'un flocculateur de laboratoire qui permet de réaliser simultanément cinq essais sur 500 ml d'eau usée.

Pour nos essais de coagulation nous avons utilisé :

- * Le chlorure ferrique ($\text{Fe Cl}_3, 6\text{H}_2\text{O}$)
- * Le sulfate d'aluminium ($\text{Al}_2 (\text{SO}_4)_3, 18 \text{H}_2\text{O}$)
- * et le sulfate ferreux ($\text{Fe SO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$)

Les coagulants utilisés, ont été préparés en solution de 10 %.

MODE OPERATOIRE :

- Remplir chaque b cher de 500 ml d'eau us e,
- Ajouter le coagulant sous une agitation rapide d'environ 2 mn,
- Proc der   une agitation lente pendant 25 mn environ,
- Enfin, laisser d canter pendant 20 mn environ,
- Prelever un certain volume de surnageant pour effectuer les dosages des param tres de pollution retenus.

Nous avons suivi syst matiquement le pH, la D C O et la densit  optique (D. O). La m thode de mesure de la D.C.O est d crite au chapitre

- Annexe - , quant   la densit  optique, elle a  t  d termin e   l'aide d'un spectrophotom tre   la longueur d'onde de 720 n.m (12)

V - 3) TRAITEMENT DES LIQUEURS NOIRES :

Le tableau n  15 donne les valeurs de diff rents param tres de pollution, parmi lesquelles ; la temp rature, pH, DCO, DBO₅, l'azote et les orthophosphates, avant l'essai coagulation - flocculation.

TABLEAU N° 15

VALEURS DES DIFFERENTS PARAMETRES DE POLLUTION
AVANT L'ESSAI DE COAGULATION - FLOCCULATION

(Eaux du type E1)

PARAMETRES	VALEUR
Température (°C)	33
pH	12,4
Densité optique	0,668
M E S (mg/l)	11140
M V S (mg/l)	6920
D B O ₅ (mg O ₂ /l)	2070
D C O (mg O ₂ /l)	21052
Orthophosphates (mg P/l)	0,45
Ammonium (mgN/l)	23,5
Chlorures (mg Cl ⁻ /l)	875

V - 3. 1.) Résultats et interprétations de l'essai de Coagulation - Flocculation par $Al_2(SO_4)_3$:

Le tableau n° 16, nous donne les valeurs de la D.C.O et la densité optique après l'essai de coagulation - flocculation et ce, pour les différentes doses en coagulant.

Par contre le graphe n° 6, donne les variations du pH en fonction de la dose de coagulant utilisé constaté au cours de l'essai (voir figure n° 6). En reprenant les valeurs de la D.C.O et de la D.O avant traitement, nous avons déterminé le rendement sur chaque paramètre considéré, que nous avons reporté dans le tableau n° 17

Nous avons représentés graphiquement la variation de l'efficacité d'élimination sur la D.C.O et la D.O, en fonction des teneurs en sulfate d'aluminium. (voir figure n° 7 et 8).

En vue des résultats obtenus, nous constatons que les meilleurs rendements sont obtenus pour une dose de sulfate d'aluminium équivalente à 23 ml/l, ce qui correspond à 2,3 g/l de $Al_2(SO_4)_3$.

TABLEAU N 16

RESULTATS OBTNUS APRES L'ESSAI DE
COAGULATION FLOCULATION "LIQUEURS NOIRES"

Dose de coagulant (g/l)	pH final	D.C.O ($\text{mg}^{\text{O}}_2/\text{l}$)	D.O
1,5	5,33	15955	0,525
1,7	5,14	13961	0,440
1,9	5,02	12631	0,365
2,0	4,91	11124	0,251
2,1	4,75	9750	0,175
2,2	4,63	8288	0,151
2,3	4,56	6426	0,133
2,4	4,88	7978	0,156
2,5	5,20	9307	0,184

TABLEAU N° 17

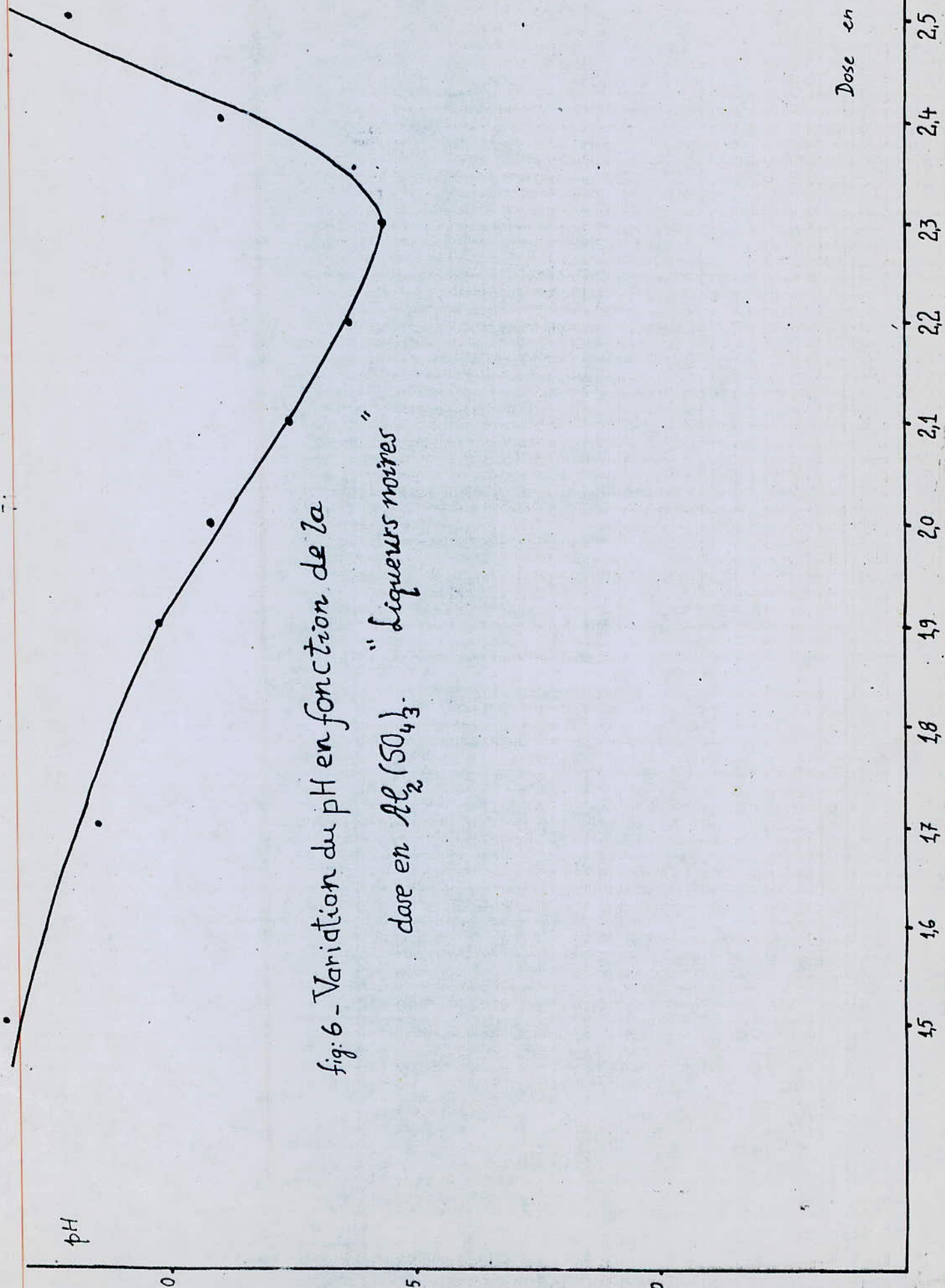
POURCENTAGES D'ELIMINATION DE LA D.C.O ET DE LA
COLORATION APRES COAGULATION - FLOCCULATION

Dose de coagulant (g/l)	E (D.C.O) %	E (D. O) %
1,5	24,2	21,4
1,7	33,7	34,1
1,9	40,0	45,4
2,0	47,2	62,1
2,1	53,7	73,8
2,2	60,6	77,4
2,3	69,5	80,1
2,4	62,1	76,6
2,5	55,8	72,5

D.C.O (avant coagulation) : 2 1052 mg O₂ /l

D.O (avant coagulation) 0.668

fig:6 - Variation du pH en fonction de la dose en $Al_2(SO_4)_3$ "Liquieurs noires"



Dose en coagulant (g/l)

E(D.O) %

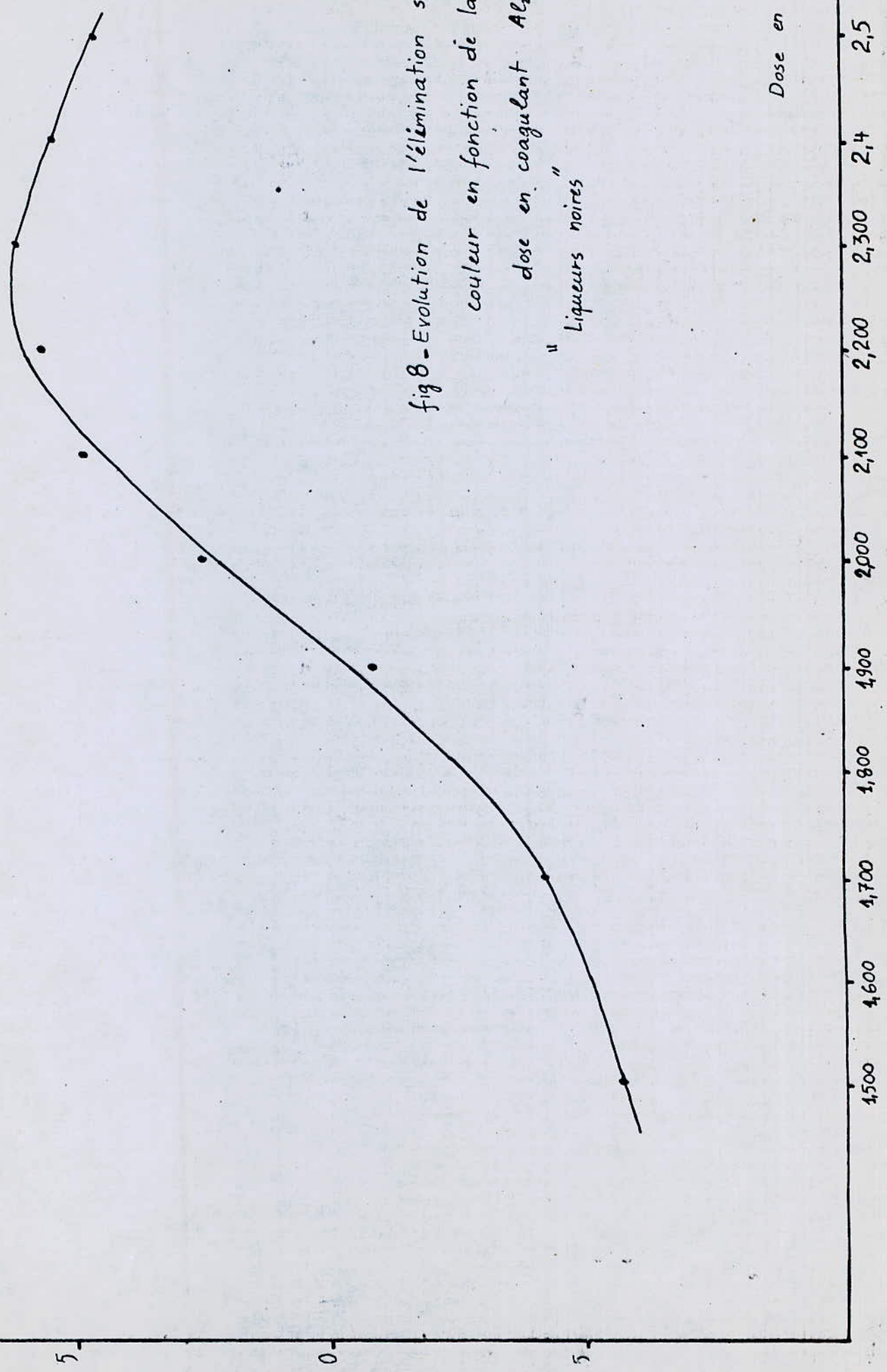


fig 8 - Evolution de l'élimination sur la couleur en fonction de la dose en coagulant $Al_2(SO_4)_3$ " Liqueurs noires "

Dose en coagulant (g/l)

E (DCO) %

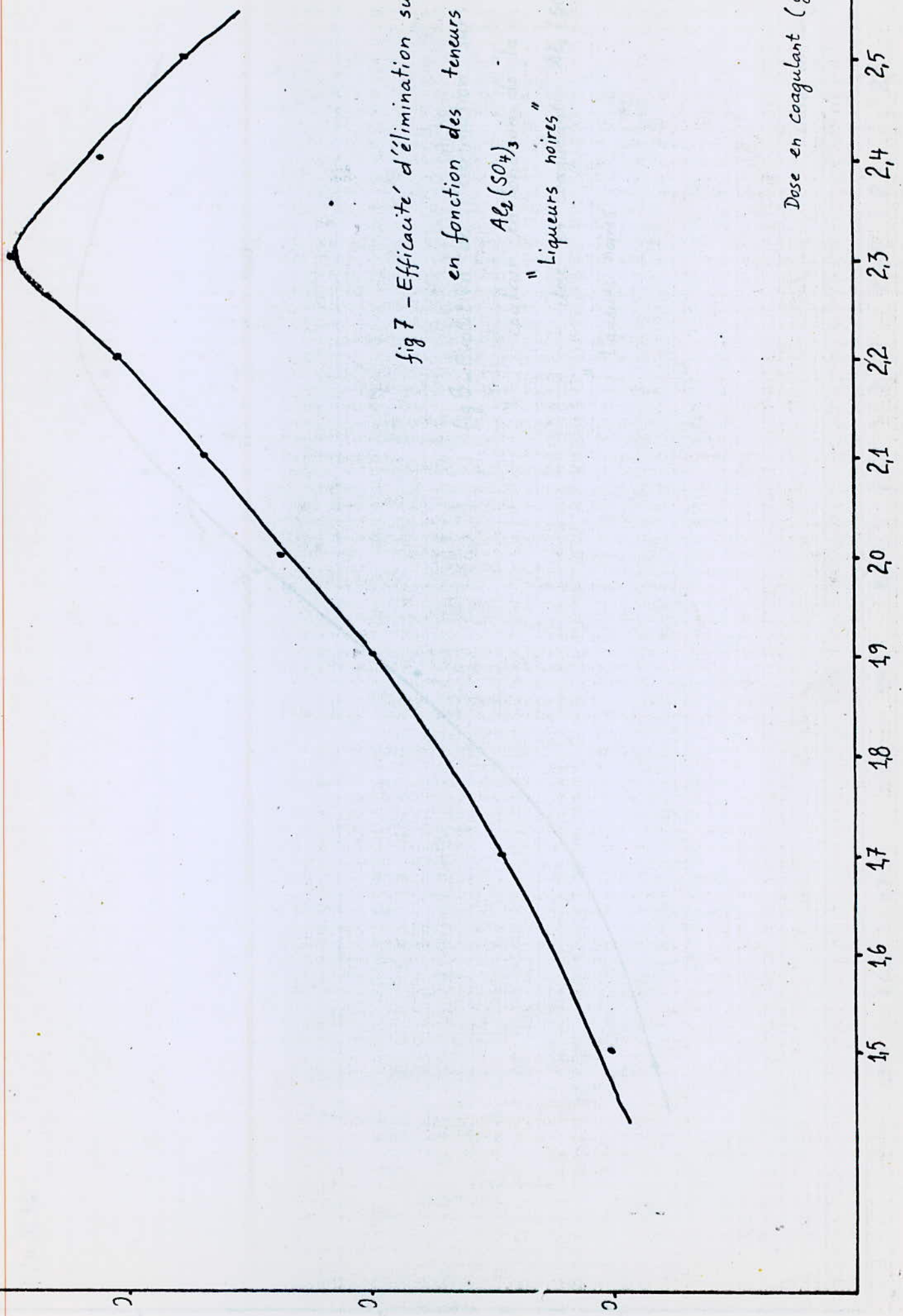


fig 7 - Efficacité d'élimination sur la DCO
en fonction des teneurs en

$Al_2(SO_4)_3$
"Liqueurs noires"

Dose en coagulant (g/l)

1,5 1,6 1,7 1,8 1,9 2,0 2,1 2,2 2,3 2,4 2,5

En effet à cette dose le sulfate d'aluminium, conduit à des résultats satisfaisantes vu que l'efficacité d'élimination est de 69,5 % pour la D.C.O et 80,1 % pour la coloration.

- Elimination des matières organiques lors de la coagulation :

A la dose optimale, un essai d'estimation de la DBO_5 du liquide de séparation a donné la valeur : 1255 mg O_2/l .

Le pourcentage d'élimination de la DBO_3 est

$$\% D B O_5 = \frac{2070 - 1255}{2070} = 39,37 \text{ soit,}$$

$$E (D B O_5) \% = 39,4$$

Ainsi, la coagulation - floculation par le sulfate d'aluminium conduit à une précipitation de 40 % environ des matières organiques.

En conclusion, pour le traitement des "liquides noirs" de l'unité de BABA-ALI, nous recommandons l'utilisation de $Al_2 (SO_4)_3$ à une dose de 2,3 g/l, vu les considérations suivantes :

- Rendements d'élimination acceptables,
- et surtout disponibilité au niveau de l'unité, vu que ce réactif est aussi utilisé comme agent de recouvrement pour la fabrication de papier.

V - 3. 2. Résultats et interprétation de l'essai de coagulation - Floculation par les sels de fer :

Pour l'essai de coagulation - floculation par $FeSO_4, 7H_2O$ et $FeCl_3, 6H_2O$ nous avons choisi des doses allant jusqu'à 7 g/l. Nous avons constaté au cours des essais, que la coloration des eaux résiduaires devient plus intense et que la coagulation ne s'était pas opérée.

MEINCK a. montré que, dans le cas des eaux résiduaires de fabriques de pâte au sulfate et de pâte de paille, les sels de fer ne conviennent pas pour ces eaux vu qu'elles contiennent des tannins et ceux-ci forment avec le fer des tannates de fer qui gênent la floculation.

V - 4. TRAITEMENT DE L'ENSEMBLE DES EAUX RESIDUAIRES :

Nous avons réalisé un essai sur un échantillon mixte regroupant toutes les eaux usées de l'unité. Le mélange a été effectué dans des proportions bien déterminées, tenant compte du fait que les débits ne sont pas les mêmes pour les différents rejets à savoir E1, E2 et E3.

Ces débits sont évalués à : (1)

$$E1 = 5487 \text{ m}^3/\text{j}$$

$$E2 = 2082 \text{ m}^3/\text{j}$$

$$E3 = 2500 \text{ m}^3/\text{j}$$

Les proportions pour l'échantillon mixte ont été de 5,5l d'eau usée de E1, 2l de E2 et 2,5l de E3.

Le tableau n° 18, donne les valeurs de différents paramètres de pollution, avant l'essai de coagulation - floculation.

TABLEAU N° 18

VALEUR DE DIFFERENTS PARAMETRES DE POLLUTION
 AVANT L'ESSAI DE COAGULATION - FLOCCULATION
 (ECHANTILLON MIXTE)

PARAMETRES	VALEUR
Température (°C)	28,3
pH	11,42
Densité optique	0,625
M E S (mg/l)	8280
M V S (mg/l)	4990
D B O ₅ (mg ₂ ⁰ /l)	1445
D C O (mgO ₂ /l)	16290
Orthophosphates (mgP/l)	0,18
Ammonium (mgN/l)	13,2
Chlorures (mg cl ⁻ /l)	1190

L'opération de coagulation - flocculation a été réalisée dans les mêmes conditions que les "liqueurs noires".

- Interpretation des résultats :

Les résultats sont données dans les tableaux n° 19 et 20 illustrés par les figures 9, 10 et 11.

Nous avons choisi les mêmes doses en coagulant pour $Al_2(SO_4)_3$. C'est à dire (15, 17, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25 ml/l) que la "liqueur noir", car celle-ci représente la pollution la plus importante dans cet échantillon.

Nous constatons d'après les tableaux que les bons rendements aussi bien pour la D.C.O que pour la densité optique sont obtenus pour une dose de sulfate d'aluminium équivalente à 21 ml/l, ce qui correspond à 2,1 g/l de $Al_2(SO_4)_3$.

En effet à la dose de 2,1 g/l la teneur résiduelle en D.C.O est de 4826 mg O_2/l , ainsi le rendement est de 70,4 %

(La D.C.O avant coagulation était de 16290 mg CO_2/l)

Quant à la densité optique, cette même dose en coagulant conduit à l'élimination de 82,1 % de la coloration.

V - 5. CONCLUSION :

Nous recommandons l'utilisation de $Al_2(SO_4)_3$ à une dose de 2,1 g/l et d'appliquer la coagulation - floculation à l'ensemble des effluents de cette unité, que de l'appliquer aux "liqueurs noires" seulement.

Vu que la dilution apportée par les eaux usées E2 et E3 diminue la dose optimale en coagulant.

TABLEAU N° 19

RESULTATS OBTENUS APRES L'ESSAI DE C.F
POUR "L'ENSEMBLE DES EAUX RESIDUAIRES"

Dose de coagulant (g/l)	pH final	D. C. O (mg O ₂ /l)	D.O
1,5	5,07	10695	0,433
1,7	4,95	9474	0,359
1,9	4,82	7995	0,258
2,0	4,73	6477	0,163
2,1	4,52	4826	0,112
2,2	4,71	7220	0,159
2,3	4,95	8177	0,207
2,4	-	-	-
2,5	-	-	-

POURCENTAGES D'ELIMINATION DE LA D.C.O
 ET DE LA COLORATION APRES L'ESSAI DE C.F
 " ENSEMBLE DES EAUX RESIDUAIRES "

Dose de coagulant (g/l.)	E (D. C. O) %	E (D. O) %
1,5	34,3	30,7
1,7	41,8	42,6
1,9	50,9	58,7
2,0	60,2	73,9
2,1	70,4	82,1
2,2	55,7	74,6
2,3	49,8	66,9

N B : D.C.O (avant coagulation). 16 290 mg O₂/l
 D.O (avant coagulation) : 0,625

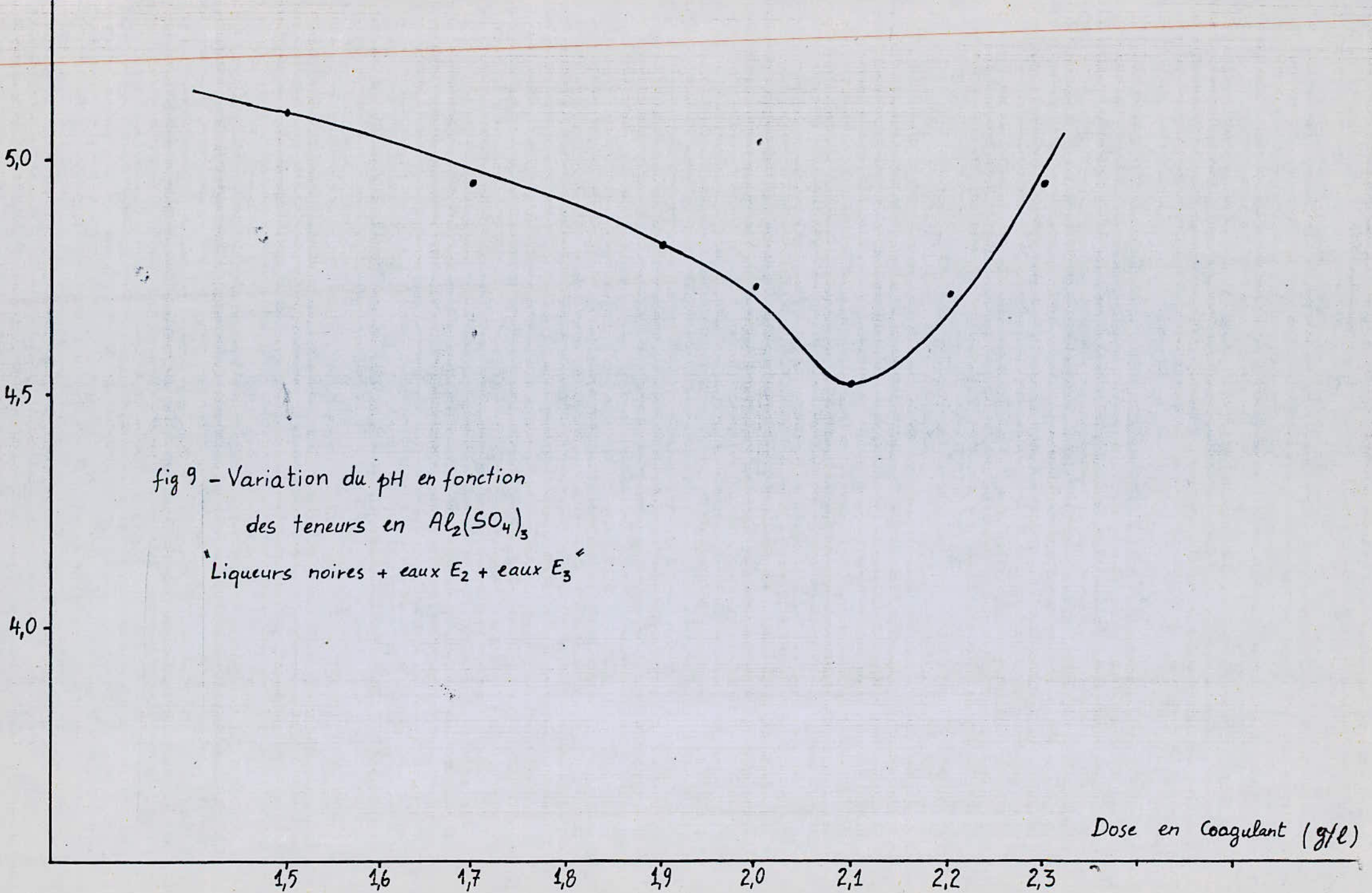


fig 9 - Variation du pH en fonction
des teneurs en $Al_2(SO_4)_3$
Liqueurs noires + eaux E_2 + eaux E_3

Dose en Coagulant (g/l)

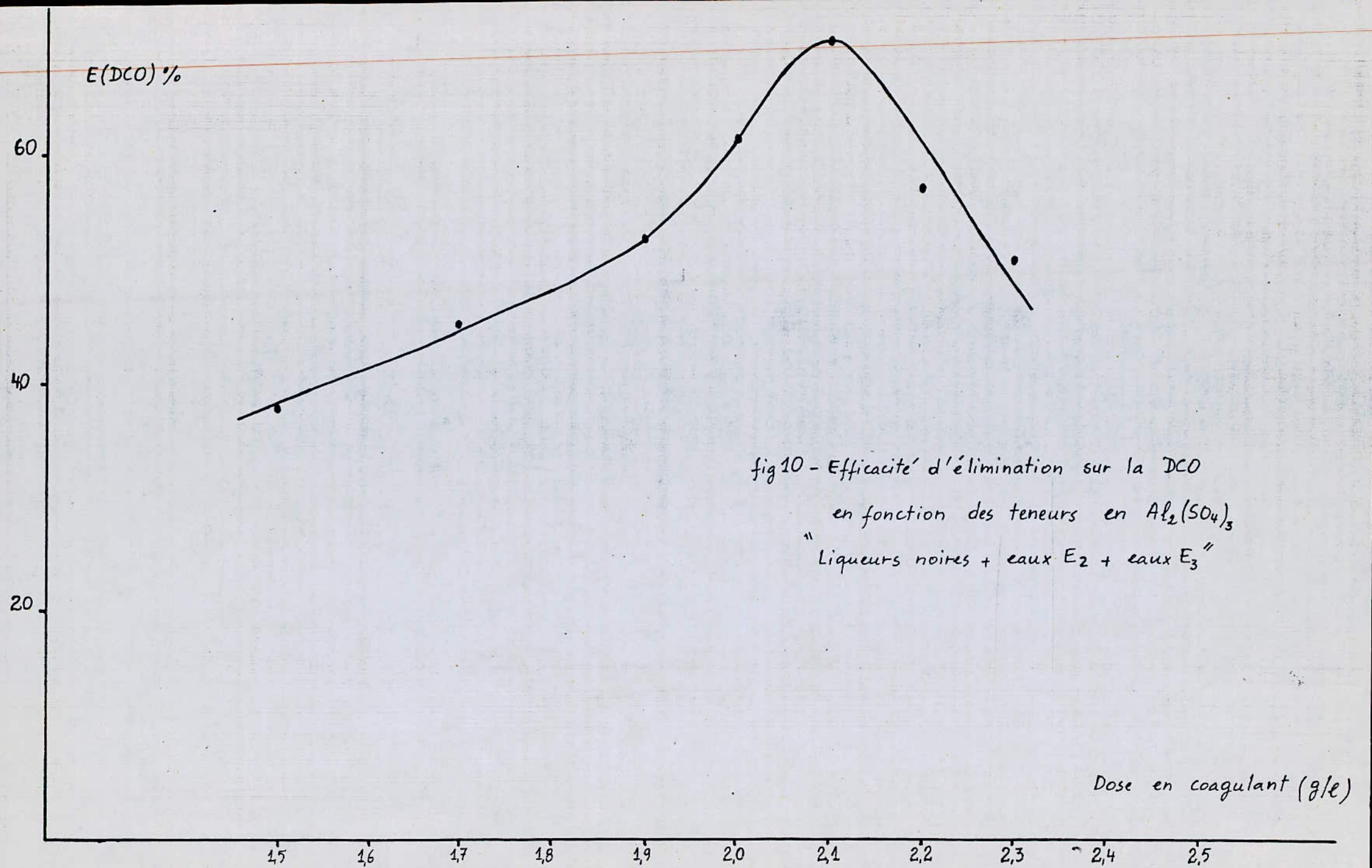


fig 10 - Efficacité d'élimination sur la DCO
en fonction des teneurs en $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$
"Liqueurs noires + eaux E_2 + eaux E_3 "

Dose en coagulant (g/e)

E(DO)%

75

50

25

1,5

1,6

1,7

1,8

1,9

2,0

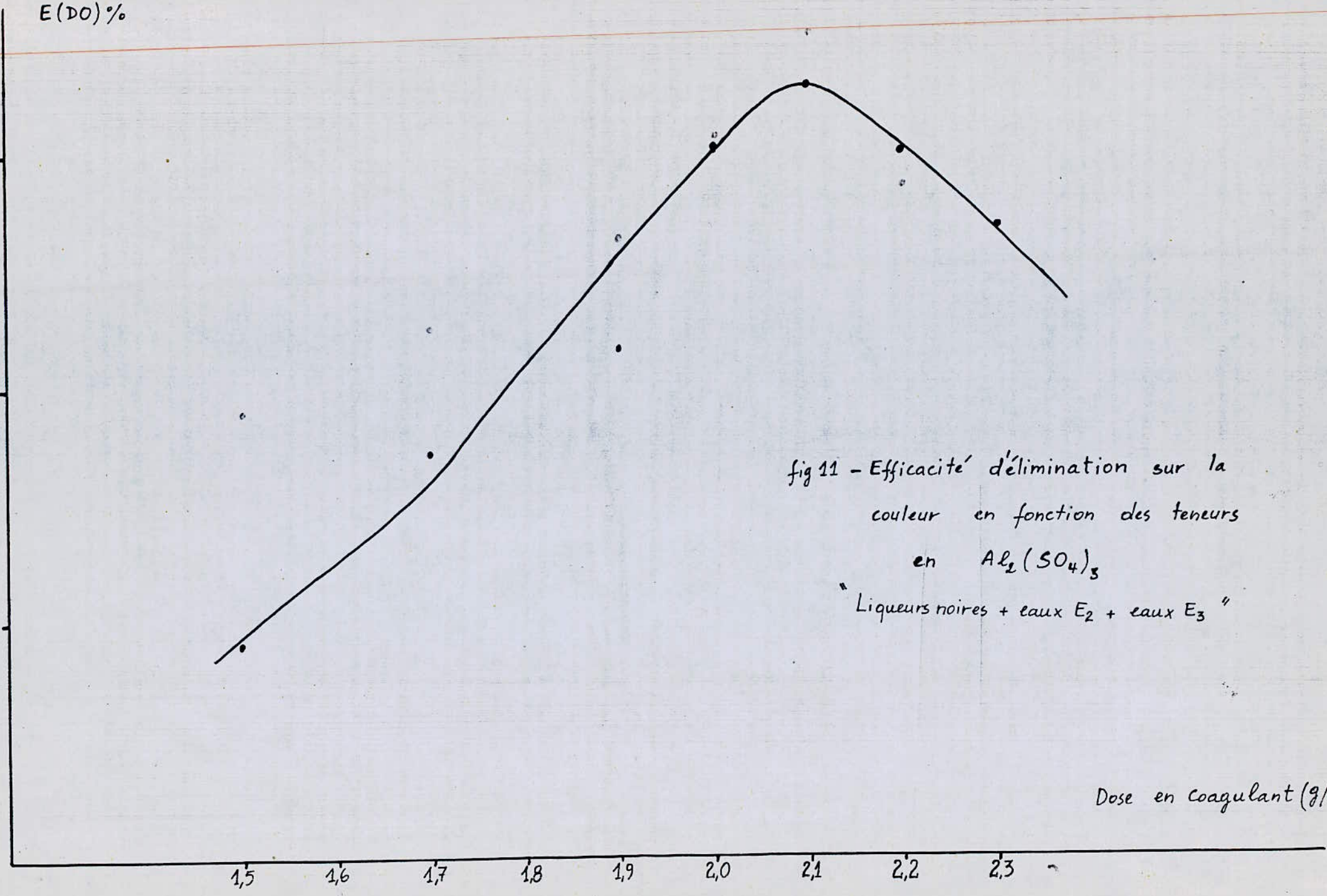
2,1

2,2

2,3

fig 11 - Efficacité d'élimination sur la
couleur en fonction des teneurs
en $Al_2(SO_4)_3$
"Liqueurs noires + eaux E₂ + eaux E₃"

Dose en Coagulant (g/e)



L'objectif de notre étude consistait à une contribution à l'amélioration de la qualité des eaux résiduaires rejetées par l'unité CELPAP de BABA-ALI.

Cette dernière consomme, en effet, une quantité d'eau considérable (235,1 m³/tonne de pâte produite et 59 m³/t de papier) dont la majeure partie est rejetée sous forme d'effluent très polluée.

Les résultats obtenus à l'issue des analyses des différents rejets de l'atelier cellulose, ont montré que ceux-ci présentaient des caractéristiques de pollution dépassant largement la norme admissible.

Actuellement l'unité de production de Baba-Ali par l'intermédiaires de ses liqueurs résiduaires provoque la dégradation du milieu environnant d'une part, et des pertes de réactif de cuisson d'autre part.

L'atelier cellulose rejette environ 90 % de la quantité totale de la pollution issue de l'unité de Baba-Ali.

Il va sans dire que la teneur en D.C.O se trouve fortement élevée (allant jusqu'à 20 g/l) alors que la teneur, en oxygène dissous du cours d'eau est plus réduite, son pouvoir autoépurant est insignifiant.

L'effluent rejeté dans le milieu naturel renferme également une forte teneur en M.E.S.

La vétusté de certaines machines ne fait par ailleurs qu'augmenter les charges polluantes puisque les installations datent des années 1940 - 1950 et sont en ce qui concerne l'atelier cellulose dans un état défectueux.

La réutilisation des eaux de blanchiments de l'atelier cellulose dans le procédé de fabrication (lavage) sans un traitement préalable entraînant des pertes en fibres de bonne qualité pouvant servir à la production de la pâte à papier.

Nous recommandons que soit réalisé :

- * Une décantation pour les eaux du type E1, E2, E3 dans le but de réduire les matières en suspension.
- * Une flottation pour les eaux du type E4 en voie de récupérer les fibres cellulosiques.
- * Et une neutralisation dans le but de reajuster le pH à la zone admissible.

Nous estimons qu'il est possible, d'après les résultats donnés par nos essais de traitement au niveau de laboratoire, de traiter les liqueurs noires par coagulation - floculation.

L'utilisation du sulfate d'aluminium comme coagulant semble améliorer la qualité de l'effluent.

Enfin, nous pensons que le traitement des eaux résiduaires de l'unité de Baba-Ali est subordonné à plusieurs aspects :

- * Au niveau de l'usine, les responsables doivent se soucier de la modernisation progressive du matériel de l'usine (atelier cellulose et papeterie)
- * Comme mesure interne, nous citons également la récupération et la génération des lessives noires, néanmoins à l'état actuel ce système ne peut être applicable à Baba-Ali car sa production ne dépasse guère 40 tonnes de pâte à papier par jour.

ANNEXE

METHODES DE L'ANALYSE DE L'EAU

- I - Détermination de la demande chimique en oxygène. (section 508 A, standards methodes, AWWA, APHA et WRCF 1980)
- 2 - Dosage des chlorures par la méthode de MOHR. (12)
- 3 - Détermination des matières décantables. (12)
- 4 - Détermination des matières en suspension par filtration. (12)
- 5 - Détermination des matières volatiles en suspension. (17)
- 6 - Dosage de l'azote ammoniacal par la méthode de NESSLER. (18)
- 7 - Détermination de la demande biochimique en oxygène. (19)
- 8 - Dosage photométrique des orthophosphates. (20)

I - DETERMINATION DE LA DEMANDE CHIMIQUE EN OXYGENE :

PRINCIPE :

Dans des conditions bien définies, certaines matières contenues dans l'eau sont oxydées par un excès de bichromate de potassium, en milieu acide et en présence de sulfate d'argent et sulfate de mercure. l'excès de bichromate est dosé par le sulfate de fer et d'ammonium (SFA)

REACTIFS :

- * Eau distillée fraîchement préparée.
- * Sulfate de mercure cristallisé
- * Solution sulfurique de sulfate d'argent à 0,66 %
- * Solution de S.F.A (0,25 N)
- * Solution de bichromate de potassium (0,25 N)
- * Solution de ferroïne : dissoudre 1,485 g de I-10 - phénanthroline et 0,695 de sulfate de fer dans 100 ml d'eau distillée.

MODE OPERATOIRE :

- * Introduire 10 ml d'eau à analyser dans un tube de 250 ml ou, éventuellement, une même quantité de dilution.
- * Ajouter 0,2g de sulfate de mercure cristallisé
- * Ajouter 5 ml de solution de bichromate de potassium, puis 15 ml de solution sulfurique de sulfate d'argent.
- * Chauffer pendant 2 heures à 120 °C.
- * Laisser refroidir, diluer à 70 ml avec de l'eau distillée. Ajouter quelques gouttes de solution de ferroïne.
- * Déterminer la quantité nécessaire de solution de SFA pour obtenir le virage au rouge violacée.
- * Procéder aux mêmes opérations sur 10 ml d'eau distillée.

EXPRESSION DES RESULTATS :

La demande chimique en oxygène (D.C.O) exprimée en mg d'oxygène par litre est égal à :

$$\frac{8000 \cdot (V_0 - V_i) \cdot T_{sfa}}{V}$$

V_0 : Volume de SFA nécessaire à l'essai à blanc (ml)

V_i : Volume de SFA nécessaire au dosage (ml)

V : Volume de la prise d'essai (ml)

T_{sfa} : Titre de la solution de sulfate de fer et d'ammonium.

2 - DOSAGE DES CHLORURES PAR LA METHODE DE MOHR :

PRINCIPE :

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge caractéristique du chromate d'argent.

REACTIFS :

- Acide nitrique pur
- Carbonate de calcium pur
- Solution de chromate de potassium à 10 %
- Solution de nitrate d'argent N/10.

MODE OPERATOIRE :

Introduire 100 ml d'eau à analyser, préalablement filtrée, dans un eslen-meyer de 250 ml.

Ajouter 2 à 3 gouttes d'acide nitrique pur puis une pincée de carbonate de calcium et 3 gouttes de solution de chromate de potassium à 10 %. Verser alors au moyen d'une burette la solution de nitrate d'argent, jusqu'à apparition d'une teinte rougeâtre, qui doit persister 1 à 3 minutes. Soit V le nombre de ml de nitrate d'argent.

EXPRESSION DES RESULTATS :

Pour une prise d'essai de 100 ml : $V \times 10 \times 3,55$ donne la teneur en chlorures, exprimée en mg de Cl^- par litre d'eau, et $V \times 10 \times 5,85$ donne la teneur en chlorures exprimés en mg de Na Cl par litre d'eau.

3 - DETERMINATION DES MATIERES DECANTABLES : (20)

PRINCIPE :

Un certain volume d'eau est abandonné au repos pendant 2 heures. La quantité de matière décantée est déterminée par volumétrie.

MODE OPERATOIRE :

Passer l'eau sur un tamis à mailles de 5 mm de côté. L'homogénéiser et verser 1 litre dans un cône d'IMHOFF maintenu vertical à l'abri de la lumière et de la poussière. Au bout de 45 minutes, imprimer au cône deux ou trois mouvements brusques alternatifs autour de son axe, les matières adhérant aux parois se détachent.

Effectuer une première lecture après une heure de sédimentation. Puis une deuxième après 1 heure 30 minutes. Au bout d'une heure 45 minutes de decantation, imprimer de nouveau au cône les mêmes mouvements de rotation que précédemment.

Effectuer une nouvelle lecture après 2 heures.

Si le niveau arrive entre deux graduations, la teneur en matières sédimentable est le volume correspondant à la graduation inférieure.

EXPRESSION DES RESULTATS :

Les résultats s'expriment en ml de matières décantées pour un litre d'eau.

4 - DETERMINATION DES MATIERES EN SUSPENSION PAR FILTRATION :

PRINCIPE :

L'eau est filtrée et le poids de matières retenues par le filtre est déterminé par pesée différentielle.

MODE OPERATOIRE :

Laver le disque de filtration à l'eau distillée, le sécher (105 °C) jusqu'à masse constante, puis le peser à 0,1 mg près après passage dessiccateur. Le mettre en place sur l'équipement de filtration. Mettre en service le dispositif d'aspiration ou de pression. Verser l'échantillon (V) sur le filtre. Rincer la fiole ayant contenu l'eau à analyser avec 10 ml d'eau distillée.

Faire passer sur le filtre cette eau de lavage.

Laisser essorer le filtre, sécher à 105 °C.

Laisser refroidir au dessiccateur et peser à 0,1 mg près, jusqu'à poids constant.

EXPRESSION DES RESULTATS :

La teneur de l'eau en matières en suspension (mg/l) est donnée par l'expression : $\frac{1000 (M_i - M_o)}{V}$

M_o : Masse du disque filtrant avant utilisation (mg)

M_i : Masse du disque filtrant après utilisation (mg).

V : Volume d'eau utilisée (ml) qui doit être d'au moins 100 ml

5 - DETERMINATION DES MATIERES VOLATILES EN SUSPENSION : (17)

PRINCIPE :

Une certaine quantité d'eau est évaporée dans une capsule tarée. Le résidu desséché est ensuite pesé. Celui-ci incinéré à 550 °C ± 50 °C est également pesé. La masse des matières volatiles en suspension est déterminée par pesée différentielle.

APPAREILLAGE :

- * Une étuve à 105 °C
- * Un four à 550 °C.
- * Un dessiccateur.

MODE OPERATOIRE :

Placer un volume d'environ 100 ml d'échantillon dans une capsule de porcelaine sèche et propre. Assécher le résidu 2 - 3 heures à l'étuve (105 °C). Refroidir au dessiccateur environ 30 minutes. Peser à poids constant. Calciner le résidu 2 heures au four (550 °C). Refroidir au dessiccateur. Peser à poids constant.

EXPRESSION DES RESULTATS :

La teneur de l'eau en matières volatiles en suspension (mg/l) est donnée par l'expression :

$$\frac{1000 (M_a - M_e)}{V}$$

M_a : Masse du résidu desséché (mg)

M_e : Masse du résidu calciné (mg)

V : Volume d'eau utilisé (ml)

6 - DOSAGE DE L'AZOTE AMMONIACAL PAR LA METHODE DE NESSLER : (18)

PRINCIPE :

Le réactif de NESSLER (iodo-mercure de potassium alcalin) en présence d'ions d'ammonium est décomposé avec formation d'iodure de dimercuriammonium jaune - brun, soluble en faible concentration, qui se prête au dosage photométrique entre 400 et 500 n.m. des ions ammoniums.

REACTIFS :

* Réactif de NESSLER ajouter par portion 12,5 g de $Hg I_2$ rouge à une solution de 9,75 KI dans 15 ml d'eau distillée, après dissolution verser le liquide lentement dans une solution froide de 27,5 g de Na OH dans 75 ml d'eau distillée. Compléter à 100 ml par l'eau distillée et tenir à l'obscurité. Utiliser le surnageant.

* Tartrate : une solution de 10 % de tartrate de sodium et potassium est conservée avec 0,5 ml de réactif de NESSLER alcalin par 100 ml. Utiliser le surnageant clair.

* Solution étalon à 1 g/l d'azote auquel on ajoute de l'acide sulfurique concentré à raison de 0,8 ml $H_2 SO_4$ /litre.

ETABLISSEMENT DE LA COURBE D'ETALONNAGE :

Par dilution de la solution étalon, préparer en flacons jaugés de 50 ml numérotés, 5 ou 6 solutions contenant entre 0 et 0,1 mg/l d'azote ammoniacal.

Introduire ensuite dans chaque flacon successivement : la solution de tartrate (0,5 ml) et 1 ml du réactif de NESSLER. Laisser au repos pendant 10 minutes à l'abri de la lumière. Effectuer les lectures au spectrophotomètre à la longueur d'onde de 410 nm. Construire la courbe d'étalonnage.

MODE OPERATOIRE :

Dans une fiole jaugée de 50 ml, introduire successivement : la solution à analyser, son volume ne dépassant pas 25 ml, 0,5 ml de tartrate, de l'eau distillée jusqu'à 35 - 40 ml, agiter pour bien homogénéiser la solution et ajouter rapidement 1 ml de réactif de NESSLER, immédiatement agiter et compléter avec de l'eau à 50 ml. Laisser la solution au repos pendant 10 minutes à l'abri de la lumière. Mesurer l'absorbance à 410 nm contre le blanc des réactifs. Se reporter à la courbe d'étalonnage.

EXPRESSION DES RESULTATS :

La courbe donne la teneur en azote ammoniacal exprimée en mg dans la prise d'essai de l'échantillon.

7 - DETERMINATION DE LA DEMANDE BIOCHIMIQUE EN OXYGENE : (19)

PRINCIPE :

Par demande biochimique en oxygène (DBO), on désigne la quantité d'oxygène moléculaire dissous consommé dans les conditions d'essai après incubation durant 5 jours, à 20 °C et dans l'obscurité, par les microorganismes pour les dégrader en les oxydant, les matières organiques contenues dans l'eau. La mesure de la quantité d'oxygène consommée est suivie dans une solution ensemencée ou non.

La méthode de dilution convient bien pour la détermination de la DBO₅ dans les eaux fortement polluées.

Ces eaux sont diluées avec une eau riche en oxygène et dans laquelle la consommation d'oxygène a cessée.

Cette dilution doit être effectuée à un tel degré qu'après la durée d'incubation et de consommation, il reste au moins 2 mg d'oxygène par litre d'eau.

REACTIFS :

* Solution de phosphates : dissoudre 8,5 de KH_2PO_4 ; 21,75g de K_2HPO_4 , 33,4 g de $\text{NaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ et 1,7 g de NH_4Cl dans un litre d'eau distillée. (pH = 7,2).

* Solution de sulfate de magnésium à 2,25 % de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

* Solution de chlorure de calcium à 2,75 % de CaCl_2

* Solution de chlorure de fer à 0,25 % de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

PREPARATION DE L'EAU DE DILUTION :

L'eau utilisée doit être exempte d'ions d'argent et de cuivre ainsi que de chlore efficace.

Ajouter à un litre d'eau distillée, un ml de chacune des solutions ci-dessus

L'eau de dilution ainsi obtenue doit être aérée plusieurs fois jusqu'à consommation d'oxygène. Elle est conservée à l'abri de la lumière à 20 °c.

Cette eau de dilution doit être utilisée dans les 24 heures.

MODE OPERATOIRE :

Mettre un volume connu d'eau à analyser dans une fiole jaugée compléter avec l'eau de dilution. Homogénéiser. Vérifier que le pH est compris entre 6 et 8. Remplir complètement un flacon avec cette solution. Bien boucher en évitant la formation de bulles d'air. Préparer également deux autres dilutions successives.

Agiter fortement le premier échantillon. Les deux autres échantillons sont conservés dans l'obscurité à 20 °C.

Mesurer l'oxygène dissous subsistant au bout de 5 jours. Pratiquer un essai témoin en dosant l'oxygène dissous dans l'eau de dilution.

EXPRESSION DES RESULTATS :

La demande biochimique en oxygène, exprimée en mg O₂ par litre de l'eau, pendant 5 jours est égale à :

$$D B O_5 = F (T_0 - T_5) - (F - 1) (D_0 - D_5)$$

D₀ : teneur en oxygène (mg/l) de l'eau de dilution au début de l'essai

D₅ : teneur en oxygène (mg/l) de l'eau de dilution au bout de cinq jours d'incubation.

T₀ : teneur en oxygène (mg/l) de l'une des dilutions de l'échantillon au début de l'essai.

T₅ : teneur en oxygène (mg/l) de l'une des dilutions au bout de cinq jours d'incubation

F : facteur de dilution

8 - DOSAGE PHOTOMETRIQUE DES ORTHOPHOSPHATES : (20)

PRINCIPE :

En présence en excès d'une solution d'acide sulfurique de molybdate d'ammonium, les orthophosphates conduisant à la formation d'un complexe qui, en présence de chlorure stanneux, est réduit. Le corps obtenu est stable et soluble dans l'eau. Il est coloré en bleu avec un large maximum d'absorption entre 500 - 750 nm.

REACTIFS :

* Réactif de molybdate : 25g de (NH₄)₆ Mo₇ O₂₄ · 4H₂O dans 175 ml d'eau 280 ml de H₂ SO₄ concentré dans 400 ml d'eau distillé. Refroidir mélanger et porter à un litre

* Réducteur : 2,5g de SnCl₂ , 2H₂O dans 100 ml de glycérine.

ETABLISSEMENT DE LA COURBE D'ETALONNAGE :

Par dilution des étalons, préparer des échantillons contenant entre 0 et 2 mg/l de phosphore (PO_4^{3-}) dans des flacons de 100 ml. Ajouter successivement en agitant après chaque addition 4 ml de réactif de molybdate et 10 gouttes du réducteur.

Attendre 10 - 12 mn puis effectuer les lectures au spectromètre à la longueur d'onde de 660 nm en cuve de 1 cm. Construire la courbe d'étalonnage.


MODE OPERATOIRE :

Introduire 20 ml d'eau à analyser filtrée et neutralisée dans une fiole de 100 ml. Ajouter 4 ml de molybdate et 0,5 ml de réducteur, agiter et compléter le volume à 100 ml avec l'eau distillé.

Attendre 10 - 12 mn puis effectuer la lecture au spectrophotomètre à la longueur d'onde de 660 nm en cuve de 1 cm. Tenir compte de la valeur lue pour le témoin. Se reporter à la courbe d'étalonnage.

EXPRESSION DES RESULTATS :

Pour une prise de 20 ml, la courbe d'étalonnage donne directement la teneur en PO_4^{3-} ou en phosphore exprimée en mg/l d'eau.

 I B L I O G R A P H I E

- 1 - AFIR. D : P.F.E "Application et dimensionnement d'un procédé de coagulation - floculation pour le traitement des eaux résiduaires de la papeterie de BABA-ALI"
E.N.P, Février 1984
- 2 - DEGREMONT : "Memento technique de l'eau"
PARIS (1978) 2ème Ed.
- 3 - F. MEINCK - H. STOFF. H. KOHLSCHUTTER : "Eaux résiduaires industrielles"
PARIS, NEW YORK, BARCELONE, MILAN
MASSON 1977, 2ème Ed.
- 4 - BOUDJELLALI M.R et KADI A. : P.F.E "Contribution à l'étude de la quantification de la pollution et au traitement des eaux résiduaires de de l'unité CELPAP de BABA-ALI"
E.N.P, Janvier 1988.
- 5 - SULZER W. : L'eau et l'industrie, N° 68
Octobre 1982
- 6 - A. KHETTAB : P.F.E. "Etude des eaux résiduaires de l'unité S.O.N.I.C de BABA-ALI-
I N A, 1977

- 7 - SHAH, ANDERSON : "Oxydation de la liqueur noire (I)"
TAPPI (1967)
- 8 - SHAH, MASON : "Oxydation de la liqueur noires (II)"
T A P P I (1967)
- 9 - W. W. ECKENFELDER : "Gestion des eaux usées, urbaines et industrielles"
Technique et documentation, Ed. LAVOISIER,
PARIS (1982)
- 10 - W. W. ECKENFELDER : "Industrial Water pollution control"
Mc Graw - Hill, NEW YORK (1966)
- 11 - R. PORGES : "Journal of Water pollution control"
Fred 35 (4) , (1963)
- 12 - RODIER (J.) "L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires
eaux de mer", Ed. DUNOD, PARIS (1978)
- 13 - LARPENT (J.P), LARPENT (G.M),
"Eléments de microbiologie", collection enseignement
des sciences, Ed. Hermann, PARIS (1985)
- 14 - BECHAC (J.P), BOUTIN (P.), MERCIER (B), NUER (P.),
"Traitement des eaux usées",
Ed. Eyrolles, PARIS, (1984)
- 15 - G. MARTIN
"Le problème de l'azote dans l'eau".

- 16 - KHELIFA (Z.) , OKAT (M.)
P.F.E "Etude de la décoloration des eaux usées
traitées de l'unité textile de D B K"
E N P, Juin 1988
- 17 - MONIQUE (T.H), BEAUDRY (J.P),
"Chimie des eaux", Les éditions le Griffon.
d'Argile Inc, BRUXELLES, GENEVE, PARIS (1984)
- 18 - DOWGIALLO (A)
"Simplified photometric methods of determination,
of ammonia and Kjeldahl Nitrogen in biological materials",
Pol Arch hydrobiol, POLOND, (1984)
- 19 - LEITH (W.)
"Détermination comparée de la demande chimique et biochimique
en oxygène ainsi que la consommation de permanganate de
potassium dans l'eau potable et les eaux de surface",
Annuaire, Tome 38, P 119 - 127, (1971)
- 20 - AUDIGIE (C.L), FIGARELLA (J.), BONSZAN (F.)
"Manipulations d'analyse biochimique",
Ed. DOIN, PARIS (1984).

