

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
Ecole Nationale Polytechnique



Département du Génie de l'environnement

Projet de Fin d'Etudes
pour l'obtention du diplôme
d'Ingénieur d'Etat en Génie de l'environnement

THEME

***Traitement des lixiviats
fortement chargés par
bioréacteur à membrane***

Présenté par : **Mr Fares AOUICHAT**

Président de jury :	Mr.H.GRIB	Maitre de conférence-ENP
Examineur :	M^{me}.N.ABDI	Professeur-ENP
Promoteur :	Mr.N.MAMERI	Professeur-ENP
Co-promoteur :	M^{lle}.L.AZZOUZ	Doctorante-ENP

Année universitaire 2011/2012

Ecole Nationale Polytechnique

10, Avenue Hacén Badi, El-Harrach, Alger.

Résumé

Notre investigation a été d'étudier et de traiter le lixiviat du C.E.T de Staouali. Les résultats d'analyses obtenus ont révélé que celui-ci était fortement biodégradable, cette constatation nous a permis d'opter pour un traitement biologique à savoir le bioréacteur en batch process aéré parfaitement agité avec ou sans inoculum de boues activées, couplé à un procédé de séparation membranaire, *a priori*, l'ultrafiltration.

Le BRM nous a permis d'atteindre un rendement d'élimination de la pollution évalué en DCO de 95%.

Mots clés: BRM, DCO, lixiviat, biodégradable, ultrafiltration.

Abstract

Our investigation was to study and to treat the landfill leachate of Staouali. Analysis results revealed that this leachate was lightly bio-degradable, so that, we choose a biologic treatment, such as, aerated bioreactor batch process with/without activated sludge, coupled with a membrane separating process : the ultrafiltration.

In fine, the MBR allowed an elimination of pollution up to 95% of the COD.

Key words: MBR, COD, leachate, bio-degradable, ultrafiltration.

ملخص

كان بحثنا في دراسة ومعالجة المادة المترشحة لمركز الطمر التقني لسطاوالي . بينت نتائج التحليلات المتحصل عليها أن هذه المادة قابلة للتحلل، سمح لنا هذا الإثبات باختيار معالجة بيولوجية أي المولد الطبيعي للمعالجة بحصص مشبع بالهواء جد مضطرب بـ/بدون ملقح للطين المنشط، مقترن مع أسلوب التقسيم الغشائي، أوليا، الترشيح الدقيق.

سمح لنا MBR ببلوغ فعالية القضاء على التلوث المقيم في COD بـ 95%.

مفاتيح : MBR، COD، المادة المترشحة، تلف طبيعي، الترشيح الدقيق.

Remerciements

Ce travail a été fait au niveau du laboratoire BIOGEP qui entre dans le cadre du doctorat de M^{lle} Azzouz. Ainsi, je tiens à exprimer vivement mes remerciements et ma profonde gratitude à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à sa réalisation.

Je tiens à remercier en premier lieu mon promoteur Mr. MAMERI Nabil pour la confiance qu'il a placée en moi, pour ses critiques et ses suggestions, qui ont été d'un grand apport. ainsi que ses précieux conseils qui m'ont guidé dans l'élaboration de ce travail.

Je ne peux passer sous silence l'énorme contribution de ma Co-promotrice M^{lle} AZZOUZ Latifa., merci pour son aide, son investissement et son extrême gentillesse, qu'elle trouve ici toute ma reconnaissance

Je remercie vivement Mr GRIB. Hocine pour avoir accepté de présider le jury.

Je tiens à exprimer également mes remerciements à Mme. ABDI Nadia d'avoir accepté de faire partie de mon jury et d'avoir évalué mon travail.

Je suis extrêmement reconnaissant envers Mustapha pour le dispositif d'ultra filtration qu'il a mis à ma disposition et qui m'a été d'une très grande utilité.

Je tiens à remercier mes parents, ma sœur adorée, ma famille et tous mes amis pour leur aide et leur soutien dans la réalisation de ce mémoire.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à l'ensemble du personnel de l'Ecole Nationale Polytechnique ainsi qu'à tous les enseignants qui ont contribué à ma formation.

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Etude bibliographique	3
I.1 Lixiviat.....	3
I.1.1 Phénomène de lixiviation.....	3
I.1.2 Lixiviat des décharges.....	3
I.1.3 Etapas de formations des lixiviats.....	3
I.1.4 Composition des lixiviats.....	5
I.1.5 Types de lixiviat.....	7
I.1.6 Impact des lixiviats.....	8
I.1.7 Stratégie de gestion des lixiviats	11
I.2 Filtration membranaire	12
I.2.1 Principe.....	12
I.2.2 Les techniques membranaires à gradient de pression	12
I.2.3 Modes de filtration	13
I.2.4 Champs d'application.....	14
I.3 Le bioréacteur à membrane BRM.....	14
I.3.1 Contexte	14
I.3.2 Configuration du BRM.....	15
I.3.3 Limitation des BAM.....	17
I.4 Traitement biologique.....	18
I.4.1 Le bioréacteur en discontinu (batch process).....	19
I.4.2 Cinétique de croissance microbienne.....	20
Chapitre II: matériels et méthodes.....	22
II.1.1 Descriptif du C.E.T de Staouali.....	22
II.1.2 Point de prélèvement du lixiviat.....	22
II.1.3 Conservation des échantillons	22
II.2 Prélèvements pour le traitement par les réacteurs biologiques	23
II.2.1 Prélèvement de la boue activée	23
II.2.2 Préparation des boues	24
II.3 Dispositifs expérimentaux	24
II.3.1 Le réacteur biologique (traitement biologique).....	24
II.3.2 Traitement par Ultrafiltration	25

II.4	Méthodes d'analyses.....	26
II.4.1	Mesure des paramètres globaux des effluents aqueux.....	26
II.4.2	Mesures des paramètres liés à la pollution azotée.....	27
II.4.3	Mesure des paramètres globaux liés à la pollution organique.....	28
Chapitre III: Résultats et discussion		31
III.1	Analyses du lixiviat	31
III.1.1	Caractérisations du lixiviat	31
III.2	Traitement du lixiviat.....	33
III.2.1	Traitement par bioréacteur en discontinu	33
III.3	Traitement par ultrafiltration	39
III.3.1	Calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane.....	39
III.3.2	Influence de la pression sur le flux du perméat	40
III.3.3	Impact du traitement par ultrafiltration sur l'abattement de la DCO des lixiviats prétraités par bioréacteurs	46
III.3.4	Impact du traitement par ultrafiltration sur l'élimination des métaux lourds.....	47
III.3.5	Impact de l'ultrafiltration sur l'élimination des matières en suspension.....	48
III.4	. Bilan du procédé proposé.....	48
III.4.1	. Rendement de l'élimination de la DCO	48
III.4.2	. Rendement de l'élimination des métaux lourds	49
III.4.3	. Rendement de l'élimination des matières en suspension	49
Conclusion générale		51
Références bibliographiques.....		52

Annexes

Liste des figures

Figure I.1 : Mécanisme de fermentation anaérobie.....	5
Figure I.2 : Mécanisme de filtration sur membrane	12
Figure I.3 : Mode de filtration.....	14
Figure I.4 : BAM à boucle externe.....	16
Figure I.5 : BAM à membrane immergée	16
Figure I.6 : schéma de fonctionnement du bioréacteur discontinu	20
Figure I.7 : courbe de croissance microbienne.....	20
Figure II.1 : Photo du bassin d'aération dans lequel s'est fait le prélèvement.	23
Figure III.1 : cinétique d'abattement de la DCO dans les bioréacteurs Bio-boue et Bio-témoin au cours du temps de traitement	34
Figure III.2 : Rendements d'abattement de la DCO pour les bioréacteurs Bio-boue, Bio-témoin et le témoin	35
Figure III.3 : Cinétique de croissance des microorganismes des bioréacteurs Bio-boue et Bio-témoin au cours du traitement	36
Figure III.4 : Evolution du pH au cours du traitement pour les bioréacteurs Bio-boue et Bio-témoin	37
Figure III.5 : Impact du traitement par bioréacteur sur l'élimination des métaux lourds.....	38
Figure III.6 : Perméabilité à l'eau de la membrane M5 avant ultrafiltration.....	40
Figure III.7 : Influence de la pression transmembranaire sur le flux du perméat pour le lixiviat prétraité par Bio-témoin	41
Figure III.8 : Perméabilité à l'eau avant et après l'ultrafiltration pour le lixiviat prétraité par Bio-témoin	42
Figure III.9 : Perméabilité à l'eau de la membrane avant deuxième ultrafiltration.....	43
Figure III.10 : Influence de la pression transmembranaire sur l'ultrafiltration du lixiviat prétraité par Bio-boue.....	44
Figure III.11 : perméabilité à l'eau avant et après ultrafiltration du lixiviat prétraité par Bio-boue	45
Figure III.12 : Impact du traitement par ultrafiltration sur l'abattement de la DCO des lixiviats prétraités par bioréacteurs.....	46
Figure III.13 : impact du traitement par ultrafiltration sur l'élimination des métaux lourds..	47
Figure III.14 : Rendement de l'abattement de la DCO par traitement avec le bioréacteur à membrane	48

Liste des tableaux

Tableau I.1: Composition des lixiviats de décharge	7
Tableau I.2 : Stratégie de gestion des lixiviats.....	11
Tableau I.3 : Comparaison des différentes techniques séparatives à membrane	13
Tableau II.1: Fiche d'information sur les échantillons.....	23
Tableau II.2 : Intervalle de mesure et volume d'échantillon correspondant Pour la DBO ₅ ...	29
Tableau III.1: Caractéristique physico-chimique du lixiviat.	31

Liste des abréviations :

AGV :	Acides gras volatiles
Bio-boue :	Bioréacteur à boues activées
Bio-témoin :	Bioréacteur témoin
BRM :	Bioréacteur à membrane
BRM1 :	Bioréacteur à boue activé couplé à ultrafiltration
BRM1 :	Bioréacteur témoin couplé à ultrafiltration
C.E.T :	Centre d'enfouissement technique
CSDU :	Centre de stockage des déchets ultimes
DBO₅ :	Demande biochimique en oxygène pendant 5 jours
DCO :	Demande chimique en oxygène
MES :	Matière en suspension
MF :	Microfiltration
MVS :	Matière volatile sèche
NF :	Nanofiltration
OI :	Osmose inverse
pH :	potentiel d'hydrogène
SAA :	Spectrométrie d'absorption atomique
STEP :	Station d'épuration des eaux usées urbaines
UF :	Ultrafiltration
UV :	Ultra-violet

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

L'eau, élément précieux et essentiel à la vie, doit nécessairement être préservée et épargnée, or la croissance continue de la population mondiale qui atteindra, selon l'institut national d'études démographiques, 8 milliards d'individus en 2025, implique une demande croissante en eau. Ceci risque d'induire des conséquences pouvant être graves sur les réserves en eau et le problème de pénurie sera ressenti puisque, selon de nombreuses prévisions, 30 pays souffriront de stress hydrique. Par ailleurs, il est important de souligner que l'eau potable n'existe pas à l'état naturel, c'est le résultat soit de divers traitements des eaux stockées, soit de l'utilisation des eaux présentes dans les sous-sols. Il faut noter également que des quantités considérables d'eau sont annuellement perdues, ceci est dû essentiellement à la pollution et à la contamination par les activités industrielles (extraction des gaz de schiste, rejets des industries agroalimentaires, pharmaceutiques, métallurgiques comme ce qui s'est déroulé récemment en Hongrie ou la digue des bassins de stockage de l'usine d'aluminium d'Ajka s'est effondrée. Entraînant le déversement d'un million de m³ de boues alcalines, toxiques et corrosives).

Pour pallier à d'éventuelles pénuries d'eaux dans les années à venir, il serait judicieux d'investir dans des moyens de recyclage de ces eaux afin de les réutiliser.

En termes d'eau polluée, nous nous intéresserons dans cette étude aux lixiviats ; ce sont des eaux fortement chargées qui se forment suite à la percolation des eaux de pluie à travers les déchets ménagers stockés au niveau des décharges. Au cours de cette infiltration, le lixiviat se charge de composants solubles et dissous, de substances issues de l'hydrolyse et de produits de la dégradation des déchets. Il a été estimé qu'une tonne de déchets produirait 0,2 m³ de lixiviat.

Les caractéristiques du lixiviat varient d'un site à un autre, selon le type et la composition des déchets, le stade de la décomposition des déchets, le climat, les variations saisonnières, l'hydrologie du site et les conditions qui règnent dans la décharge telles que le degré du tassement et la teneur en eau [1]. Le lixiviat peut contenir des grandes quantités de matières organiques (biodégradables) mais également des matières réfractaires à la biodégradation (substances humiques). L'azote ammoniacal, les métaux lourds, les composés organiques chlorés et inorganiques sont aussi présents en grandes quantités.

Par ses composants, les lixiviats sont susceptibles de contaminer le milieu naturel, en particulier les eaux souterraines.

Afin de limiter les effets néfastes de ces lixiviats et dans le but de les réutiliser, différents types de traitements peuvent s'appliquer pour réduire leur teneur en pollutions qu'elles soient biologiques ou chimiques. En raison de leur faible coût, les procédés biologiques sont les plus adaptés pour réduire la teneur en matières organiques et en NH_4^+ . Néanmoins, le procédé biologique seul ne peut éliminer totalement la fraction réfractaire du lixiviat.

Pour cela, nous nous sommes proposés, au cours de cette étude, de coupler le traitement biologique à un traitement par filtration à gradient de pression (ultrafiltration). Cette méthode appelée couramment bioréacteur à membrane (BRM). Apparue aux débuts des années 70 [2], les bioréacteurs à membranes (BRM) sont une hybridation du traitement biologique et d'une séparation membranaire et constituent une solution pour atteindre plusieurs des objectifs fixés. Ainsi, ils permettent de fiabiliser les performances environnementales des traitements d'eaux résiduaires et d'envisager une réutilisation partielle ou totale des eaux traitées, afin de limiter la consommation d'eau de surface. Vis-à-vis des systèmes conventionnels à boues activées, ils permettent à la fois d'assurer une clarification importante et fiable de l'effluent à traiter et d'assurer un traitement des eaux dans des conditions intensives en minimisant la taille des installations et la masse de sous-produits générés (boues). Cependant résident des freins à ces techniques, notamment ceux liés aux problèmes de colmatage.

La présente étude, effectuée au niveau du laboratoire BioGep, a été organisée comme suit :

- Une première partie réservée à des rappels bibliographiques et portant sur le lixiviat, la filtration membranaire, le bioréacteur à membrane et le traitement biologique,
- Une deuxième partie présentant notre matériel et nos méthodes d'analyses
- Une troisième partie rapportant les résultats et leur discussion et enfin une conclusion.

Chapitre I

Etude bibliographique

Chapitre I : Etude bibliographique

I.1 Lixiviat

I.1.1 Phénomène de lixiviation

La lixiviation est un phénomène de lessivage d'éléments solubles et insolubles, ce qui entraîne une modification du matériau originel ainsi que du solvant qui cause l'altération de ce dernier.

I.1.2 Lixiviat des décharges

Sous l'effet des infiltrations d'eau de pluie, les déchets sont lixiviés. En effet, les eaux entraînent dans leur migration une partie des sous-produits finaux ou intermédiaires et les composés liquides, solubles voire colloïdaux, sont entraînés avec les eaux constituant les rejets liquides ou lixiviateurs. [3]

Ces rejets liquides seront chargés bactériologiquement et surtout chimiquement de substances tant minérales qu'organiques. Ils peuvent se mélanger aux eaux de surface comme aux eaux souterraines et donc constituer un élément polluant tant par leur aspect quantitatif que qualitatif (éléments écotoxicologiques). [4]. Il faut toutefois tenir compte de l'humidité des déchets et, parfois au niveau des eaux superficielles et souterraines en cas de crue ou de pluies soudaines et violentes.

I.1.3 Etapes de formations des lixiviateurs

La genèse des lixiviateurs implique simultanément des processus physico-chimiques, et biologiques (aérobies et anaérobies), liés au mode d'exploitation de la décharge et à la nature des déchets enfouis. Ces mécanismes sont bien connus, [5].

I.1.3.1 Processus physico-chimiques

La mobilisation des constituants des déchets par l'eau se fait d'une part par une mise en solution de ses constituants, mais également par un entraînement mécanique (particules en suspension, colloïdes...).[5]

Les principales réactions et différents mécanismes intervenant dans le processus de formation des lixiviateurs sont comme suit :

- processus chimiques : neutralisation, précipitation, oxydation, réduction, complexation, ionisation, réaction acide-base ;

- processus physiques : échange d'ions, adsorption, absorption, filtration, évaporation, extraction, encapsulation ;

I.1.3.2 Processus biologiques

Les déchets mis en décharge contiennent de nombreuses sources de matière organique. Sous l'action des bactéries et des conditions du milieu, la décomposition de cette matière organique est dégradée suivant deux phases [6] ; ce qui donnera des petites molécules et des composés facilement biodégradables qui sont rapidement minéralisés. [7].

I.1.3.2.1 Processus biologique aérobie

Tant que la densité des déchets permet le passage de l'oxygène (faible compactage et absence de couverture, immédiatement après le dépôt des déchets par exemple), une fermentation aérobie conduit à la production de CO₂, d'eau et de chaleur. A ce stade, la température peut s'élever jusqu'à 60 °C au sein de la masse de déchets. [5],[8]

I.1.3.2.2 Processus biologiques anaérobie

On distingue dans le processus biologique anaérobie de formation des lixiviats cinq phases d'évolution (Figure I.1).

- **L'hydrolyse** : C'est le passage des conditions aérobies aux conditions anaérobies, ce dernier est accompagné de chute du potentiel d'oxydoréduction, d'apparition d'acides carboxyliques et d'augmentation rapide de la charge organique. L'attaque de la matière organique par des bactéries anaérobies facultatives conduit à un mélange de sucres simples (osides) et d'acides aminés libres qui pourront servir de nutriments dans la phase suivante.[5],[10].

- **L'acidogenèse** : C'est la formation des acides gras volatils (AGV) tels que les acides acétique, propionique, butyrique, valérique, alcool, et autres acides organique (lactiques, sacciniques..etc) devenant prépondérants dans la structure organique des lixiviats, à partir des produits d'hydrolyse. Il se produit une diminution du pH, une complexation des espèces métalliques, une consommation de l'azote et du phosphore pour la croissance de la biomasse avec production de CO₂ et de H₂. [5],[9].

- **Acétogenèse** : Dans cette étape, les intermédiaires métaboliques sont transformés en acétate CH₃COO⁻, CO₂ et H₂ sous l'effet de bactérie anaérobie stricte. [9],[10].

- **Méthanogenèse** : Les métabolites intermédiaires (acétate, hydrogène) sont transformés en CH_4 et CO_2 . Le pH remonte sous le contrôle de la capacité tampon des carbonates. Le potentiel redox est à sa valeur minimale, les espèces métalliques sont complexées et précipitent. La charge organique diminue fortement en liaison avec l'augmentation de la production de biogaz.[5].

- **Maturation** : C'est la fin des phénomènes de biodégradation, avec stabilisation de la matière organique et chute de la production de biogaz. Il y a métabolisation très lente des produits peu biodégradables avec formation des molécules complexes de type acides humiques.

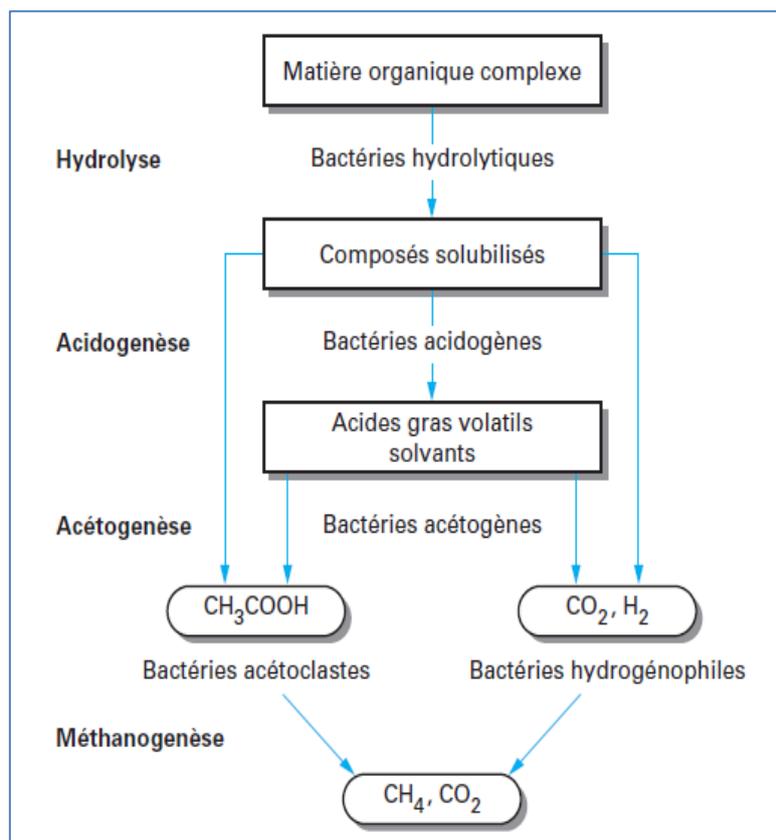


Figure I.1: Mécanisme de fermentation anaérobie [5]

I.1.4 Composition des lixiviats

Plus de 200 familles de composés organiques ont pu être identifiées au cours des nombreuses études menées sur la caractérisation des lixiviats de centre de stockage. Nous citons les composés carbonés cycliques ou aromatiques, les composés benzéniques mais aussi les alcools, les éthers, les cétones, les acides, les phénols, les phtalates, les furanes et enfin les composés azotés, soufrés et phosphorés. Parmi toutes ces molécules certaines, comme le

chloro- et dichlorobenzène, le toluène, le styrène, le naphthalène et les xylènes, sont reconnues comme des polluants prioritaires et représentent une menace sérieuse pour l'environnement. [11].

La composition des lixiviats de décharge est très variable car elle dépend de facteurs caractéristiques du site comme la topographie, la situation géographique du site, la nature des déchets enfouis, en prenant en considération les teneurs en matière nutritive (N,P,K) pour la dégradation biologique ainsi que leur solubilité et le taux d'humidité qui influe sur la qualité et le volume de lixiviat généré, le mode d'exploitation de la décharge ou encore les conditions climatiques du site. De plus, pour un même site, la composition des lixiviats varie selon l'évolution du casier de déchet.[5], [11], [12].

Étant donné la synergie de l'ensemble des facteurs mentionnés ci-dessus, il est difficile de prédire la composition moyenne d'un lixiviat d'un site donné. A ce sujet, de nombreux auteurs, relèvent classiquement, en rapport avec les domaines de variation des principaux paramètres physico-chimiques quatre types de polluants:

- la matière organique dissoute ou en suspension, issue de la biomasse, exprimée généralement en Demande Chimique en Oxygène (DCO), la demande biologique en oxygène (DBO), le carbone organique dissous (COD), (les AGV, les substances humiques et fulviques...). [13], [14]
- les micropolluants organiques (hydrocarbures, composés organohalogénés...). [11]
- les composés minéraux majeurs sous forme ionique (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , Fe^{2+} , HCO_3^- , Cl^- , SO_4^{2-} ...) ainsi que d'autres composés tels que les borates, les sulfites...[11], [15]
- les cations de métaux lourds à l'état de traces, sous forme majoritairement complexée par des ligands minéraux (HCO_3^- , Cl^- , SO_4^{2-}) ou organiques (macromolécules de type humique et fulvique). [11].

Les différents paramètres des lixiviats sont rapportés dans le Tableau I.1

Tableau I.1: Composition des lixiviats de décharge [3]

Paramètre	Variations	Unité
pH	3,7 à 9	(sans unité)
Quantité de lixiviats	1 à 8	(L/min/ha)
MES	100 à 500	(mg.L ⁻¹)
DCO	40 à 152 000	(mgO ₂ .L ⁻¹)
DBO₅	20 à 57 000	(mgO ₂ .L ⁻¹)
Carbone organique total	30 à 29 000	(mg.L ⁻¹)
Azote ammoniacal	50 à 2 200	(mg.L ⁻¹)
Azote organique	14 à 2 500	(mg.L ⁻¹)
Phosphore total	0,1 à 50	(mg.L ⁻¹)
Chlorures	45 à 5 000	(mg.L ⁻¹)
Sulfates	50 à 5 000	(mg.L ⁻¹)
Sodium	60 à 7 700	(mg.L ⁻¹)
Potassium	28 à 3 700	(mg.L ⁻¹)
Calcium	10 à 7 200	(mg.L ⁻¹)
Fer	0 à 5 500	(mg.L ⁻¹)
Cadmium	0 à 17	(mg.L ⁻¹)
Chrome	0 à 1,5	(mg.L ⁻¹)
Cuivre	0 à 10	(mg.L ⁻¹)
Plomb	0 à 5	(mg.L ⁻¹)
Magnésium	100 à 2 000	(mg.L ⁻¹)
Manganèse	0,03 à 1 400	(mg.L ⁻¹)
Nickel	0 à 13	(mg.L ⁻¹)
Zinc	0 à 1 000	(mg.L ⁻¹)
Hydrocarbures totaux	0 à plusieurs dizaines de milligrammes par litre	
Phénols		
Pesticides		

I.1.5 Types de lixiviat

Le rapport DBO₅/DCO, qui traduit la biodégradation des lixiviats, diminue très rapidement avec l'âge du centre de stockage des déchets. Des valeurs proches de 0,7 sont

atteintes sur les sites jeunes alors que les lixiviats vieux affichent des rapports inférieurs à 0,05. Cette diminution de la biodégradabilité de l'effluent est due au relargage dans le milieu de grosses macromolécules organiques, du type substances humiques. Enfin, toutes ces études montrent d'une part, que la majorité de l'azote est présente sous forme ammoniacale et d'autre part, que les métaux lourds semblent très affectés par l'évolution temporelle du lixiviat. Suivant le stade d'évolution biologique des déchets, trois types de lixiviats ont été distingués [16].

I.1.5.1 Les lixiviats jeunes

Les lixiviats jeunes se caractérisent par une charge organique élevée relativement biodégradable (seuil de biodégradabilité $DBO_5/DCO > 0,3$) constituée principalement d'AGV. Ces lixiviats peuvent être chargés en métaux (jusqu'à 2 g.L^{-1}) du fait de leur pH relativement bas ($< 6,5$). Ils correspondent aux premières phases non méthanogènes de l'évolution d'un CSDU. [16]

I.1.5.2 Les lixiviats intermédiaires

Au fur et à mesure que le CSDU vieillit et que les déchets se stabilisent, la charge organique diminue et les AGV se raréfient (20 à 30 % de la charge du lixiviat) au profit de composés de hauts poids moléculaires. L'émergence de ces composés tend à diminuer la biodégradabilité du lixiviat. De ce fait, le pH est voisin de la neutralité et la charge en métaux devient négligeable. Ces lixiviats correspondent globalement à la phase méthanogène stable.[16], ce sont les lixiviats intermédiaires .

I.1.5.3 Les lixiviats âgés ou stabilisés

Les lixiviats âgés ou stabilisés sont caractérisés par une faible charge organique, composée essentiellement des substances humiques (acides fulviques et humiques) de hauts poids moléculaires. Sont également présents des composés de faibles poids moléculaires tout aussi réfractaires à la biodégradation ($DBO_5/DCO < 0,1$).

I.1.6 Impact des lixiviats

La décharge est donc un système d'interactions déchets-sol-eau, donnant naissance aux lixiviats constituant le vecteur essentiel des espèces polluantes générées par ces réactions et par l'évolution du réacteur bio-physico-chimique des déchets qu'est la décharge. [17].

I.1.6.1 Impact sur l'environnement

L'émission des polluants vers les eaux de surface (lacs, cours d'eau, zones humides) est conditionnée par les mêmes facteurs que pour les eaux souterraines. Le transfert vers ces eaux est dicté par les facteurs suivants :

- l'imperméabilité des sols qui favorise le ruissellement au détriment de l'infiltration ;
- la pente de la ligne d'eau jusqu'à la berge ;
- l'encombrement de la ligne d'eau (obstacle, rétention, végétation...) qui dicte le temps de transit ;
- la distance aux berges.

Durant ce transfert vers les eaux de surface, une atténuation naturelle de la charge polluante est souvent constatée. Elle peut être très efficace dans les zones humides où la présence conjuguée de la strate des macrophytes (joncs, roseaux, végétation hygrophile) et de sols vasards très riches en matière organique joue en faveur d'une dégradation rapide et d'un piégeage des micropolluants. De même, la capacité autoépuration des cours d'eau peut être significative, limitant ainsi le tronçon impacté [3]

Les impacts types résultent surtout de la mise en solution des polluants solubles, de la surmultiplication d'une microflore spécifique et d'un déficit en oxygénation du milieu (consommation de l'oxygène dissous par les processus de biodégradation). Ils correspondent à :

- la perte de la qualité des eaux, perte de la potabilité des eaux ;
- la perte de la biodiversité (surdéveloppement d'espèces au détriment d'autres) ;
- l'intoxication de la faune et de la flore par anaérobiose, voire de la chaîne alimentaire par bioaccumulation (micropolluants) [3].

I.1.6.2 Impact sur la biocénose

Nous citerons ici quelques exemples de l'effet toxique de certains éléments présents dans le lixiviat tels que le chrome qui a un effet inhibiteur sur la photosynthèse des plantes aquatiques ; le sulfite de fer qui acidifie le sol et provoque une disparition graduelle de certaines espèces et de plantes douces.

I.1.6.3 Impact sur la santé humaine

Il faut noter que la connaissance des effets sur la santé des centres de stockage est encore lacunaire, d'une part parce que les méthodes d'investigation demandent à être mises au point et testées et d'autre part parce que les études réelles de terrain n'ont souvent été que parcellaires et ont plus apporté de doutes que de certitudes.

En effet, les études entreprises ont souvent été trop en « amont » des effets et se sont cantonnées à l'étude de toxicité ou d'écotoxicité des déchets.

Nota : il faut souligner qu'il n'y a pratiquement pas de relation simple et directe entre la composition physico-chimique d'un déchet et les émissions, et donc les expositions, qui en résultent.

D'autres études, ou plus exactement des enquêtes, ont tenté de rechercher et de montrer à l'aide de statistiques épidémiologiques, une relation éventuelle entre l'existence d'un centre de stockage et un constat de taux anormal de maladie ou de malformations [5], Néanmoins, plusieurs composants chimiques trouvés dans le lixiviat peuvent nuire à la santé tels que le mercure, le cadmium, le plomb, les hydrocarbures, les phénols .[12].

I.1.7 Stratégie de gestion des lixiviats

Tableau I.2 : Stratégie de gestion des lixiviats [5]

Procédés	Avantages	Inconvénients	Sous-produits	
Procédés biologiques	Lagunage aéré	Élimination de la DBO ₅ et de l'azote.	Dénitrification difficile, encombrement important.	Boues biologiques en excès.
	Boues activées	Élimination de la DBO ₅ et de l'azote global.	Consommation énergétique pour l'apport d'oxygène.	Boues biologiques en excès.
	Bioréacteur à membranes	Élimination de la DBO ₅ , azote, DCO résiduelle, MES, bactéries, virus. Faible encombrement.	Consommation énergétique	Boues biologiques en excès.
	Culture fixée	Élimination de la DBO ₅ et de l'azote. Faible consommation énergétique.	Faible rendement épuratoire	
Procédés physico-chimiques	Coagulation-floculation	Débit de traitement. Réduction de 40 à 50 % de la DCO dure. Agglomération des MES.	Production importante de boues (20 % du volume traité)	Boues.
	Précipitation	Précipitation des métaux, diminution des MES, élimination d'une partie de la matière organique.	Production de boues d'hydroxydes métalliques.	Boues.
	Filtration sur charbon actif	Élimination de la DCO résiduelle, réduction des organo-halogénés et de la couleur	Renouvellement des absorbeurs.	
	Ozonation (H ₂ O ₂ et/ou UV)	Élimination de la DCO dure, décolorisation et augmentation du caractère biodégradable	Sensible aux variations de charges. Consommation énergétique	
Procédés thermiques	Évaporateur	Concentration maximale de la pollution. Utilisation du biogaz.	Dissipation partielle à l'atmosphère. Dépend de la qualité et de la quantité du biogaz.	Concentrât.
	Évapocondensateur	Concentration maximale de la pollution et condensation des vapeurs. Utilisation du biogaz.	Dépend de la qualité et de la quantité du biogaz.	Concentrât.
	Sécheur isoflash	Élimination de la charge polluante du lixiviat. Utilisation du biogaz.	Dépend de la qualité et de la quantité du biogaz.	Extrait sec pulvérulent.
Procédés	Nanofiltration	Rétention de la DCO dure, des sels et des métaux.	Consommation énergétique.	Rétentats de nanofiltration.
	Osmose inverse	Rétention de la DCO dure, des sels, des métaux et des nitrates.	Consommation énergétique.	Rétentats d'osmose (saumures).

I.2 Filtration membranaire

I.2.1 Principe

Le rôle d'une membrane est d'agir comme barrière sélective. Sous l'effet d'une force motrice, elle permet le transfert ou la rétention de certains composants entre les deux milieux qu'elle sépare (Figure I.3) La phase retenue constitue alors le retentât ou concentrât, alors que la phase ayant traversé la membrane s'appelle le perméat (ou filtrat).

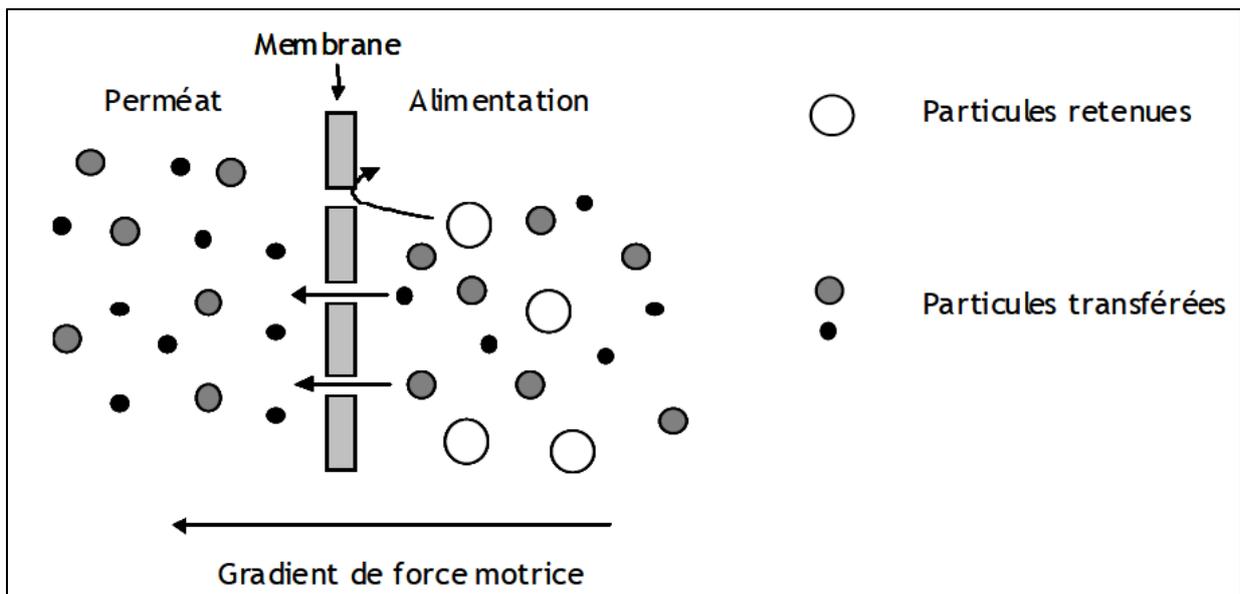


Figure I.2 : Mécanisme de filtration sur membrane

Les différentes techniques membranaires peuvent être classées selon la nature de la force motrice mise en jeu. Nous retiendrons : le gradient de pression ΔP ; le gradient de concentration ΔC ; le gradient de potentiel électrique ΔE ; le gradient de pression partielle Δp ; le gradient de température ΔT .

Nous nous intéresserons spécifiquement aux procédés à gradient de pression.

I.2.2 Les techniques membranaires à gradient de pression

Ces techniques, appelées également techniques baro-membranaires, reposent sur une différence de pression totale de part et d'autre de la membrane. Nous distinguons parmi ces procédés :

- La microfiltration (MF) ;
- L'ultrafiltration (UF) ;

- La nanofiltration (NF) ;
- L'osmose inverse (OI).

Les membranes peuvent être classées selon le diamètre moyen de leurs pores pour les membranes poreuses (MF, UF, NF) ou selon la taille des particules et molécules dont elles assurent la séparation. Le Tableau I.3 présente une synthèse de ces techniques membranaires, les constituants qu'elles peuvent retenir suivant le diamètre des pores, les mécanismes de transfert ainsi que les procédés concurrents.

Tableau I.3 : Comparaison des différentes techniques séparatives à membrane [18]

Procédé	Osmose inverse OI	Nanofiltration NF	Ultrafiltration UF	Microfiltration MF
Diamètre des pores (nm)	< 0,5 Membrane dense	1	1 à 100	10 ² à 10 ⁴
Espèces retenues	Sels	Petites molécules (M ≥ 300 g/mol)	Macromolécules, colloïdes	Particules, colloïdes
Mécanisme de transfert	Solubilisation diffusion	- Solubilisation -diffusion +capillaire	Capillaire	Capillaire
Rôle de la pression osmotique	Importante	Moyenne	Faible	Négligeable
Pression appliquée (bar)	30 à 80	10 à 40	2 à 10	Négligeable
Débit-volume spécifique (L.h⁻¹.m⁻¹)	10 à 60	50 à 100	50 à 500	150 à 1 500
Procédés concurrents	Évaporation Électrodialyse Échange d'ions	Échange d'ions Chromatographie	Précipitation chimique Chromatographie sur gel Dialyse	Centrifugation Filtration

I.2.3 Modes de filtration

Il existe deux méthodes de filtration (Figure I.3):

- Filtration frontale : l'accumulation de matière à la surface de la membrane gêne la filtration. Le procédé est de plus discontinu.

- Filtration tangentielle : la circulation du rétentat tangentielle à la membrane permet de limiter cette accumulation et ainsi de diminuer le colmatage. Le procédé peut de plus être continu (soutirage du rétentat).

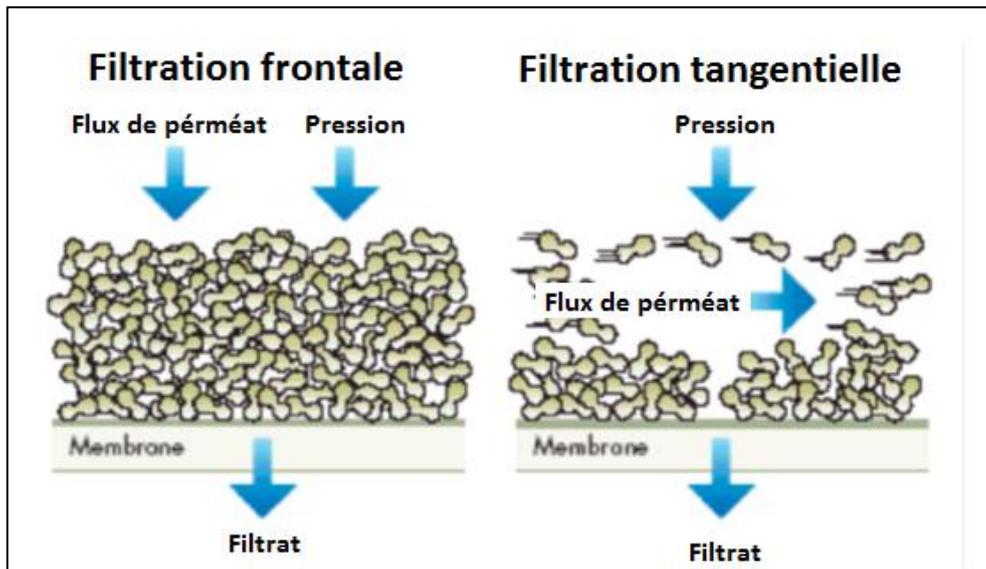


Figure I.3 : Mode de filtration [19]

I.2.4 Champs d'application

Historiquement, les procédés membranaires à gradient de pression ont commencé à apparaître dans l'industrie laitière.

Les grands marchés sont actuellement l'industrie agro-alimentaire (stabilisation, clarification, extraction ou concentration de produits), la pharmacie, les biotechnologies et le traitement de l'eau. Le traitement des effluents et des eaux usées, en particulier par bioréacteur à membrane (réacteur couplé avec un procédé membranaire), est en pleine expansion. La chimie et les industries de traitement de surface (huile de coupe par exemple) sont également utilisateurs de ces techniques.

I.3 Le bioréacteur à membrane BRM

I.3.1 Contexte

Dans le cas du procédé conventionnel par boues activées, l'étape de séparation biomasse/eau traitée repose sur une décantation gravitaire placée en aval du bioréacteur. Cette étape de séparation a deux rôles essentiels, minimiser la teneur en matières en suspension dans l'eau traitée et permettre un recyclage des boues concentrées vers le bioréacteur pour y maintenir une concentration en biomasse adaptée à l'épuration escompté.

La fiabilité de cette étape est donc déterminante pour la qualité de l'eau traitée mais aussi pour la maîtrise des processus biologiques en empêchant tout « lessivage » du réacteur biologique (diminution progressive de la concentration en biomasse et donc de l'activité dans le réacteur due à une vitesse de croissance des espèces épuratives inférieure au flux spécifique d'extraction du bioréacteur).

Pour pallier la fragilité de l'étape de décantation, l'étape de séparation doit être composée d'une barrière infranchissable par les espèces épuratrice, quel que soit leur état de floculation, voire par des fines particules non retenues habituellement par décantation.

Le choix de cette barrière s'est porté sur une opération de tamisage très fin obtenu par la mise en place de membranes poreuses dont la sélectivité est imposée par le seuil de coupure choisi. [20].

Cette association d'un système biologique et de l'étape de séparation sur membranes poreuses a donné naissance au procédé appelé « bioréacteur à membranes ». La sélectivité remarquable de la barrière filtrante a alors pour conséquences : [21].

- Une grande qualité de l'eau filtrée en terme de particules avec absence totale de MES (matières en suspension) et de matières colloïdales ;
- Une désinfection poussée dont l'intensité dépend du seuil de coupure et de la distribution des diamètres des pores des membranes ;
- Une rétention totale des espèces biologiques, même peu floculées, qui peut favoriser le développement d'espèces et d'activités spécifiques au sein du réacteur ;
- Une retenue, par la membrane, des matières en suspension non décantables dont le temps de séjour dans le système devient égal au temps de rétention de la phase solide (âge des boues), facilitant ainsi leur assimilation ;
- Le maintien dans le réacteur d'une teneur contrôlée et élevée en biomasse qui permet une intensification des processus biologiques.

I.3.2 Configuration du BRM

On distingue deux familles de configurations : les réacteurs à configuration externe et les réacteurs à membranes immergées.

I.3.2.1 BRM à boucle externe

Il s'agit de la première configuration à être mise en œuvre et la plus simple technologiquement. La suspension est pompée du bioréacteur vers le module membranaire placé à l'extérieur (Figure I.4). La biomasse est alors mise en circulation tangentielle à la membrane. La filtration, interne/externe est réalisée sous une pression allant jusqu'à 5 bars. Le concentrât est ensuite recirculé dans le bioréacteur. [21], [22].

Les modules tubulaires ou les modules plans sont les plus adaptés à ces conditions opératoires.

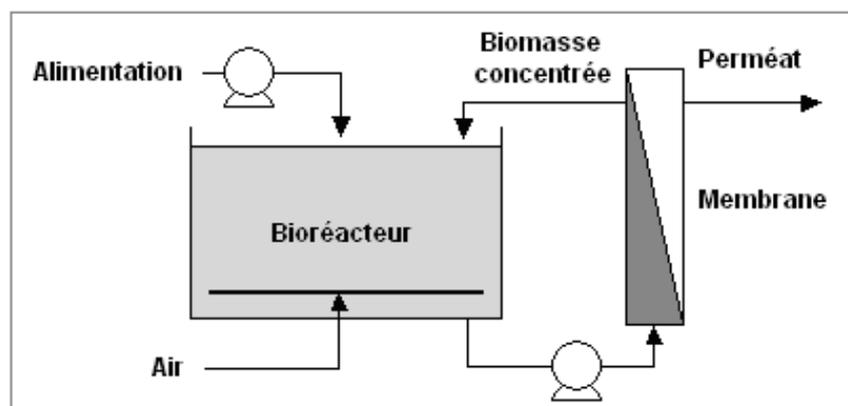


Figure I.4 : BRM à boucle externe

I.3.2.2 BAM à membrane immergée

L'idée est d'immerger directement les membranes dans le bioréacteur. La pression transmembranaire est créée par une pompe de succion qui aspire le perméat au travers des membranes (Figure I.5).

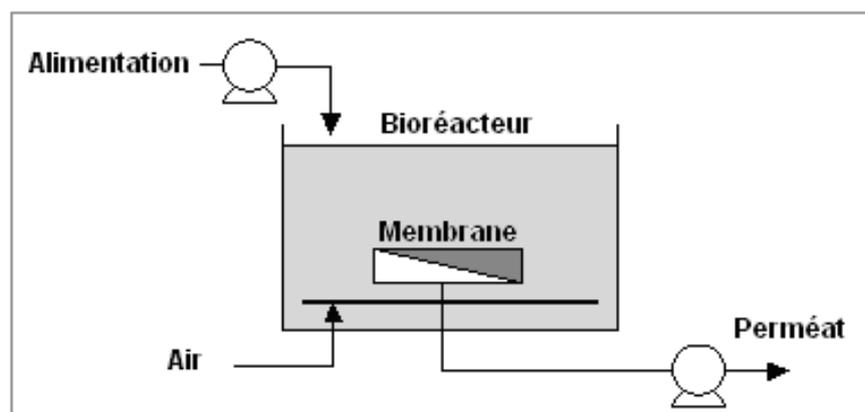


Figure I.5 : BRM à membrane immergée

Les modules utilisés sont généralement des fibres creuses (la filtration frontale a lieu de l'extérieur vers l'intérieur des fibres) ou des membranes planes. L'aération dans le bassin biologique permet de lutter contre le colmatage, en créant une agitation à proximité des membranes, tout en fournissant l'oxygène nécessaire au métabolisme de la biomasse. [21], [23].

I.3.3 Limitation des BAM

Les difficultés opérationnelles les plus souvent rapportées sont liées au colmatage des membranes ainsi qu'aux problèmes de transfert d'oxygène.

Concernant ce dernier point, selon les conditions opératoires, l'application de charges élevées et de fortes concentrations de boues induit une réduction du transfert d'oxygène.

I.3.3.1 Colmatage

Le colmatage reste un verrou majeur pour le développement de la filtration sur membrane car il est à la fois inévitable parce qu'inhérent à la séparation et complexe parce que basé sur des mécanismes variés (obstruction des pores, précipitation, adsorption, formation de biofilm..). Il dépend toutefois du mode de filtration qu'il soit frontal ou tangentiel. Car lors d'une filtration frontale l'accumulation des particules a tendance à obstruer les pores assez rapidement, tandis que pour le mode tangentiel l'écoulement à la surface de la membrane, limite la croissance des couches concentrées à sa surface. [18].

Les phénomènes de colmatage, liés aux solutés présents dans le fluide à traiter et à leur rétention. On distingue habituellement quatre phénomènes qui peuvent être à l'origine du colmatage des membranes :

- **L'Adsorption** : Elle se traduit normalement par le dépôt d'une monocouche de solutés sur les parties du matériau qui lui sont accessibles.

Les molécules dont l'adsorption est la plus gênante pour la filtration sont les macromolécules ou les agrégats de molécules (matière organique), qui s'adsorbent en quantité, car elles sont relativement peu solubles, ont une diffusivité relativement élevée et une capacité à se déformer pour présenter plusieurs sites d'adsorption par molécule. [24].

- **La capture de particule** : Un deuxième phénomène à l'origine du colmatage est bien entendu la capture de particules par le milieu poreux, entraînées par le liquide qui filtre à travers la membrane, les particules dont la taille est de l'ordre de grandeur de celle des pores

ou supérieure ont tendance à se bloquer à la surface, à l'entrée ou dans les pores, entraînant une obstruction totale ou partielle de ces derniers, et donc une augmentation de la résistance finale de la membrane. Ce phénomène est de plus lié aux propriétés individuelles des particules présentes dans le fluide et à leurs interactions avec le matériau membranaire. [24].

- **Le changement d'états des fluides :** Un troisième mécanisme qui conduira à l'apparition d'un dépôt de matière sur ou dans le filtre correspond à un changement d'état des solutions ou dispersions sur concentrées au voisinage de la membrane et qui peuvent former une phase gel ou solide, qui se dépose, obstruant, totalement ou partiellement, le milieu poreux. Ce phénomène est plus lié au comportement collectif de différentes catégories de particules et solutés présents en phase concentrée dans le fluide que le précédent. [24].

- **Les biofilms :** La matière accumulée selon les mécanismes évoqués ci-dessus est une condition favorable à l'ancrage de micro-organismes sur les membranes ou dans les modules, et on peut alors assister, si quelques précautions élémentaires ne sont pas prises, à la croissance d'un biofilm qui lui aussi augmente la résistance hydraulique, dégrade les membranes (acétate de cellulose, en particulier) ou contamine le perméat. En réalité, on retrouve des micro-organismes dans tous les milieux aqueux, à l'exception de certaines eaux très spécifiquement traitées (pharmacie, micro-électronique). Ces microorganismes, à la différence d'autres sources de colmatage, se multiplient rapidement, même à partir de colonies très affaiblies et en présence de peu de nutriments. On note par ailleurs que, en situation de faible concentration en nutriments, les bactéries ont tendance à développer une stratégie d'adhésion et de croissance sur des solides plutôt qu'en milieu liquide.

Le moyen le plus efficace d'empêcher la croissance de biofilms est l'injection en alimentation continue d'antibactériens, comme l'hypochlorite ou autres produits. [24].

I.4 Traitement biologique

L'épuration biologique a pour but d'éliminer la matière polluante biodégradable contenue dans l'eau domestique (décantée ou non) en la transformant en matières en suspension : micro-organismes et leurs déchets, plus facilement récupérables.

La dégradation peut se réaliser par voie aérobie (en présence d'oxygène) ou anaérobie (en l'absence d'oxygène). Dans ce dernier cas, où les réactions s'effectuent à l'abri de l'air, le carbone organique, après dégradation, se retrouve sous forme de CO₂, méthane et biomasse. Ce type de traitement appelé « digestion anaérobie » n'est utilisé que pour des effluents très concentrés en pollution carbonée, de type industriel (brasserie, sucrerie, conserverie...).

La biomasse utilisée dans le traitement des eaux usées constitue un écosystème très simplifié, ne faisant appel qu'à des microorganismes.

Elle peut être, soit libre, c'est-à-dire intimement mêlée au milieu aqueux à épurer (boues activées), soit fixée ; elle est alors adsorbée sur un support solide à la surface duquel percole l'eau à traiter (lit bactérien, biofiltre).

Elle est constituée d'êtres vivants de petite taille, inférieure au millimètre, microflore de bactéries et microfaune d'animaux, protozoaires et métazoaires proches des vers. Ces êtres s'y trouvent à de très fortes concentrations, de l'ordre de 10^{11} à 10^{12} par litre pour les bactéries et de 106 à 108 par litre pour la microfaune.

Les relations entre ces divers groupes sont apparemment simples : les bactéries sont des producteurs primaires qui fixent le substrat apporté par les eaux usées sous forme de matière organique ; la microfaune se nourrit de bactéries et parfois d'autres espèces de la microfaune.

La microfaune est représentée surtout par des protozoaires, organismes prédateurs de taille comprise entre 20 et 200 μm qui jouent un rôle important pour la clarification de l'effluent. Ils sont, en effet, à l'origine de la formation en floc de la biomasse ; celle-ci apparaît alors comme une suspension de particules de quelques millimètres de diamètre, agglomérats constitués de bactéries, levures, protozoaires, matières organiques non assimilées et absorbées, matières minérales floculées ; elle présente alors une aptitude à la décantation, ce qui offre une possibilité de séparation biomasse-liquide interstitiel par une technique simple. [25]

I.4.1 Le bioréacteur en discontinu (batch process)

Le Batch process est utilisé dans le cas de faibles volumes. Après avoir rempli le bioréacteur vide et l'avoir stérilisé, ou bien après avoir stérilisé le bioréacteur vide et l'avoir rempli de milieu de culture stérilisé à part, on introduit l'inoculum et on laisse se dérouler la biodégradation. Durant tout le temps qu'elle dure, on n'introduit pas de milieu de culture, tout au plus un réactif de neutralisation, en quantité suffisamment faible, ou encore un produit antimousse. De la même façon, on ne soutire pas la culture tant qu'elle n'est pas terminée. Le volume de suspension dans la cuve infiniment mélangée est donc constant ou peut être considéré comme tel et homogène (Figure I.6). La concentration en biomasse présente augmente selon la courbe de croissance microbienne. (Figure I.7). Dans le même temps, le

substrat (S) est consommé et le produit recherché apparaît, sa concentration (P) augmente. [26].

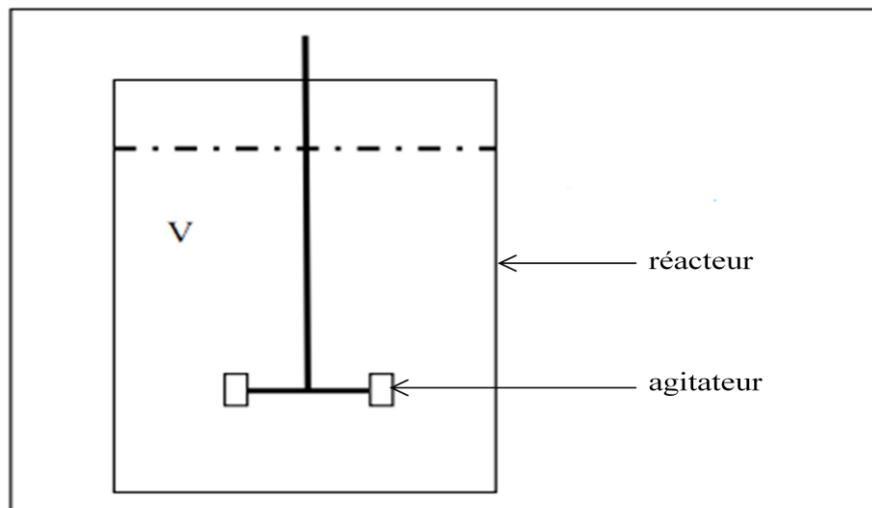


Figure I.6 : Schéma de fonctionnement du bioréacteur discontinu

I.4.2 Cinétique de croissance microbienne

La croissance d'une biomasse de concentration X mise en présence à l'instant zéro d'un substrat dégradé de concentration S comporte un nombre de phases comme indiqué dans la Figure I.7.

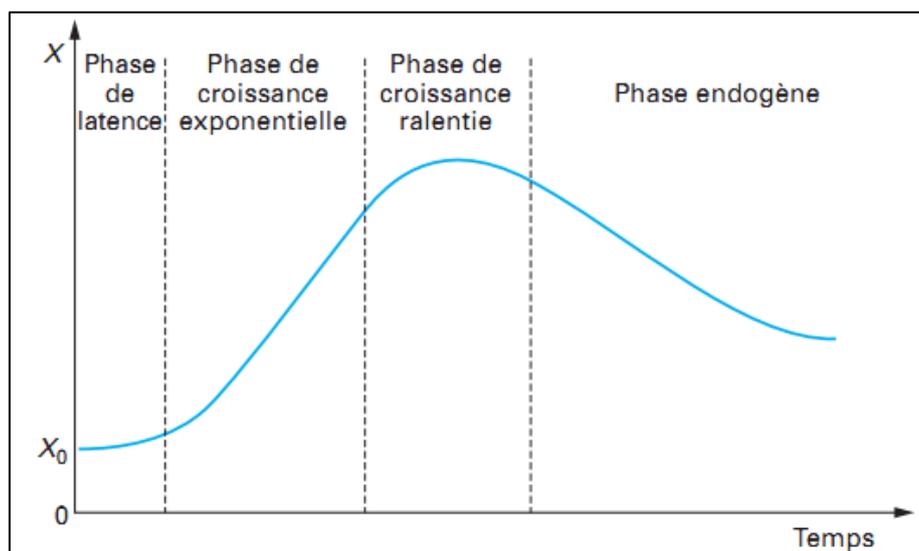


Figure I.7 : Courbe de croissance microbienne [25]

I.4.2.1 Phase de latence

Cette phase correspond à l'adaptation des micro-organismes au milieu nutritif. La vitesse de croissance est nulle ou faiblement positive.

I.4.2.2 Phase de croissance exponentielle

Lorsque le taux de reproduction cellulaire atteint son maximum et reste constant en présence d'une concentration non limitante en substrat.

I.4.2.3 Phase croissance ralentie

Cette phase est dite phase de ralentissement et correspond à une perturbation du milieu de culture par la croissance exponentielle des micro-organismes. Le passage en phase de ralentissement correspond à une diminution de la concentration du substrat et de la vitesse de croissance.

I.4.2.4 Phase stationnaire

La phase de ralentissement se termine toujours par une inactivation totale de la culture dont le nombre d'individus n'augmente plus et on atteint ainsi la phase de stabilisation. Au cours de cette phase, il n'y a plus de substrat et le taux de croissance est nul.

I.4.2.5 Phase endogène

La stabilisation de la culture conduit rapidement au décès des micro-organismes et s'accompagne d'une lyse des cellules libérant des produits divers. Durant cette période, les besoins en oxygène sont limités aux besoins respiratoires d'entretien des cellules; c'est une phase de décroissance dite phase de respiration endogène.

CHAPITRE II:

PARTIE EXPERIMENTALE

Chapitre II: matériels et méthodes

II.1 Etude expérimentale du lixiviat de la décharge de Staouali

II.1.1 Descriptif du C.E.T de Staouali

Le C.E.T de Staouali est un nouveau centre d'enfouissement s'étalant sur un site d'une superficie de 8 hectares qui a vu le jour le 27-12-2010. Il est doté d'un unique casier d'un volume

de 500 000 m³ qui est alimenté quotidiennement en déchets dont les quantités varient de 200 à 220 tonnes par jour.

Cinq communes y déversent leurs déchets journaliers (Zeralda, Staouali, Souidania, Chéraga et Ain Benian) avec à leur tête Staouali qui y déverse de 60 à 80 tonnes par jour.

Le lixiviat est récupéré et stocké dans trois bassins de lagunage qui occupent une aire d'un hectare et demi. La protection des nappes souterraines contre toute contamination par les lixiviats se fait de deux manières : une première naturelle car le sol est argileux et empêche toutes infiltrations d'eau, et une deuxième artificielle à l'aide de couches de géotextiles additionnées d'une géomembrane.

II.1.2 Point de prélèvement du lixiviat

Le lixiviat a été prélevé à partir de l'alimentation en lixiviat du bassin de lagunage.

Le lixiviat est récupéré dans deux récipients en plastique étanche d'une capacité de 30L. Le plan et le calendrier d'échantillonnage du lixiviat sont indiqués dans le Tableau II.1.

II.1.3 Conservation des échantillons

Dés l'arrivée de l'échantillon au laboratoire, les 60 L du lixiviat sont agités dans un grand récipient et répartis dans des bouteilles en plastique de 1,5 L. Etant donné la variabilité des caractéristiques du lixiviat en fonction du temps, les bouteilles contenant le lixiviat sont conservées à température de congélation afin de minimiser l'activité microbienne dans le milieu.

Les analyses des paramètres globaux sont réalisées après décongélation du lixiviat à une température ambiante. Il n'est donc pas exclu que de légères transformations, particulièrement celles de la matière organique se produisent durant la phase de stockage ou de décongélation. Or, bien que la matière organique du lixiviat soit constituée de composés considérés comme réfractaires à l'oxydation, il a été montré qu'après 15 jours de stockage au contact de l'air, la DCO pouvait diminuer de 9%. [27]

Tableau II.1: Fiche d'information sur les échantillons

Echantillon	Date du prélèvement	Condition météorologique	Prélèvement	Observation
L	09/04/2012	4 semaines ensoleillées	Conduite d'alimentation du bassin de lagunage	Couleur Noirâtre Odeur très prononcée

II.2 Prélèvements pour le traitement par les réacteurs biologiques

II.2.1 Prélèvement de la boue activée

Afin de traiter le lixiviat par bioréacteur en batch process en conditions non limitantes d'oxygénation, nous avons prélevé 20 L de boues activées de la station d'épuration de la SEAAL de Beni Messous (Figure II.1). Au laboratoire, la boue est soumise à un protocole expérimental afin d'être utilisée ultérieurement.



FIGURE II.1: Photo du bassin d'aération dans lequel s'est fait le prélèvement

II.2.2 Préparation des boues

Les boues activées sont une matrice complexe dans laquelle différents interférents sont présents. Pour s'affranchir de ces derniers lors des dosages, un protocole expérimental a été mis en place. Dans un premier temps, les boues sont lavées à l'eau. Après décantation, le surnageant est retiré, puis le culot (les boues) est à nouveau lavé à l'eau et bien mélangé. Le mélange est centrifugé pendant 15 min et le surnageant éliminé. L'opération est répétée 5 fois. Les boues activées étant aérobies, elles sont donc mises sous barbotage à température ambiante pour préserver leur qualité. [28].

II.3 Dispositifs expérimentaux

II.3.1 Le réacteur biologique (traitement biologique)

II.3.1.1 Conditions de culture

Le lixiviat L est incubé à température ambiante et agité à l'aide d'un agitateur mécanique. Le procédé est de type discontinu et parfaitement agité. Une aération est maintenue continuellement grâce à compresseur, un diffuseur est ajouté afin d'avoir de fines bulles d'air pour un meilleur transfert d'oxygène. Aucune stérilisation n'a été effectuée afin de se rapprocher des conditions de terrain et il est donc important de réaliser un témoin afin d'étudier le comportement des microorganismes.

Afin d'accélérer le processus de biodégradation, nous avons réalisé une préculture sur l'effluent pendant 72 heures à température ambiante, en milieu agité et aéré.

II.3.1.2 La préculture :

Pour cette partie du traitement, le lixiviat L servira à la mise en œuvre du couplage Bioréacteur/UF. Pour accélérer le process, des précultures ont été réalisées avec un ensemencement pendant 72 h de Boue activée et de lixiviat dans un rapport de volume 1/1 que l'on nommera : Boue.

II.3.1.3 L'installation des bioréacteurs

Pour cette opération, nous disposerons donc des essais suivants :

- un essai réalisé à partir de l'effluent non-ensemencé, ce qui correspondra au témoin ;

- un essai à partir de l'effluent auquel ont été ajoutés des microorganismes préalablement amplifiés.

On a mentionné :

- La Bio-Boue : bioréacteur N°1 contenant le lixiviat (L) représentant 90% du volume du réacteur et 10% du volume de Boue de la préculture ;
- Le Bio-témoin : bioréacteur N°2 contenant du lixiviat (L) à 100%.

II.3.1.4 Les nutriments

Les produits utilisés dans l'alimentation nécessaire pour la croissance des microorganismes sont :

- o L'urée comme source d'azote ;
- o K_2HPO_4 comme source de phosphore.

Les nutriments sont déposés directement dans les Bioréacteurs. La source de carbone est fournie par le contaminant modèle.

II.3.1.5 Protocole expérimental

Dans cette étude, plusieurs heures sont nécessaires pour mener à terme le traitement. . Au départ, les prélèvements se font du réservoir contenant le volume de lixiviat à traiter (7 L), à des intervalles de temps réguliers, toutes les 30 min, au bout de quelques heures de traitement, les prélèvements se feront successivement toutes les heures, les 2h, toutes les 4h et enfin toutes les 24h, afin de les soumettre à différentes analyses comme décrit ci dessous.

Nous avons effectué une mesure de pH, une mesure de la DO à 600 nm et une mesure de la DCO après chaque prélèvement afin d'établir une cinétique de la croissance microbienne. Ces cinétiques ont permis de déterminer le rendement et la durée du traitement.

Ces analyses ont été réalisées pour le bioréacteur N°1 et N°2.

II.3.2 Traitement par Ultrafiltration

Cette opération a nécessité la mise en place d'un dispositif adéquat afin d'évaluer la perméabilité de la membrane et d'optimiser le traitement par ultrafiltration.

Dispositif d'ultrafiltration

L'installation d'ultrafiltration comporte les éléments suivants :

- Une cellule tubulaire d'ultrafiltration ;
- Un système d'alimentation fonctionnant à partir d'une pompe centrifuge ;
- Deux prises de pressions P_1 et P_2 permettant de mesurer les pressions d'entrée et de sortie du module d'ultrafiltration.
- Une boucle d'évacuation de la solution du circuit ;
- Un circuit de recirculation.
- La membrane : Le module est équipé d'une membrane d'ultrafiltration M5 à seuil de coupure de 15kDa. Elle est composée d'une couche poreuse ultrafine en oxyde de zirconium ZrO_2 à laquelle s'ajoute un support de carbone poreux. Cette membrane présente une grande résistance aux radiations, à la chaleur et aux contraintes chimiques comprises, pour la température entre 0-80°C, pour le pH entre 1-14 et pour la pression entre 0-8 bars. Le module utilisé est de géométrie mono tubulaire de surface active égale à 0,012 m² avec des diamètres interne et externe respectivement de 6 et 10 mm, et d'une longueur de 50 cm.

II.3.2.1 Protocole expérimental

Cette opération nous a permis de calculer la perméabilité et de tracer les courbes de polarisation, cette étape s'est effectuée en boucle.

Afin d'obtenir la perméabilité de la membrane avant et après ultrafiltration et d'optimiser le traitement par ultrafiltration, nous avons réalisé les opérations suivantes :

1. Remplir le bac d'alimentation (solvant/effluent) ;
2. Fixer une pression ΔP à l'aide de la vanne ;
3. Pour chaque ΔP noter le temps t nécessaire pour avoir un volume V du perméat.
4. En traçant la courbe : flux de perméat (J_v) en fonction de la différence de pression (ΔP), nous obtenons une droite linéaire qui passe par l'origine où la perméabilité représente la pente et cela en conformité avec la loi de DARCY.

II.4 Méthodes d'analyses

II.4.1 Mesure des paramètres globaux des effluents aqueux

II.4.1.1 pH et conductivité

Le pH des échantillons a été mesuré sous agitation magnétique à l'aide d'un pH mètre de marque HANNA, modèle pH 211, calibré avec deux solutions tampon de pH 4 et 7.

La conductivité a été mesurée à l'aide d'un conductimètre de marque HANNA, modèle EC 214. Une mesure intégrée de la température permet une compensation automatique de la valeur de la conductivité en fonction de la température de la solution (température de référence : T 25°C).

II.4.1.2 Dosage de la matière en suspension (MES) à 105 °C, méthode par centrifugation (norme NFT 90 – 105 02 1997)

La matière en suspension se reporte à toute matière solide en suspension dans l'eau usée. Elle peut affecter d'une façon défavorable, les procédés de traitement biologiques et physicochimiques. [29].

Un volume V_E d'un échantillon de lixiviat est centrifugé ; le culot est récupéré puis déposé dans une capsule préalablement pesée (M_1). La capsule et son contenu sont séchés à 105°C puis pesés : (M_2). La teneur en MES est calculée à partir de la formule suivante :

$$MES = \frac{(M_1 + M_2) \cdot 1000}{V_E} \quad (1)$$

II.4.2 Mesures des paramètres liés à la pollution azotée

II.4.2.1 Dosage des nitrites (NO_2^-) (NF EN ISO 13395)

Les nitrites (NO_2^-) sont dosés par colorimétrie par la méthode à la sulfanilamide (Standard Methods, 4500- NO_2^- B. Colorimetric Method), qui consiste à réaliser à pH 2.0 à 2.5, la diazotation des ions NO_2^- avec la sulfanilamide et sa copulation avec la N-(1-naphtyl)-éthylénediamine dihydrochloride (NED dihydrochloride), en vue de la formation d'un complexe coloré pourpre dont l'intensité est mesurée au spectromètre UV-Visible à une longueur d'onde de 537 nm.[30].

II.4.2.2 Dosage des nitrates (NO_3^-) : Méthode au réactif Sulfophinique (Norme AFNOR NF T 90 102)

Les nitrates sont dosés par colorimétrie par la méthode au réactif sulfophinique et en présence d'ammoniaque, la présence des ions nitrates est indiquée par la formation d'une

coloration jaunâtre dont l'intensité est mesurée au spectromètre UV-Visible à une longueur d'onde de 440 nm. [30].

II.4.2.3 Dosage de l'azote ammoniacal (NH_4^+) : (Norme ISO 7150/1)

La méthode de Salicylate a été employée pour des concentrations en NH_4^+ entre 0 et 0,50 mg.L^{-1} . Les mesures spectrophotométriques ont été faites à une longueur d'onde de 655 nm d'un composé bleu formé par la réaction de l'ammonium avec les ions salicylate et hypochlorite en présence du nitroprussiate de sodium comme catalyseur. Les échantillons ont été dilués par un facteur de 500 ou 1000 pour porter les concentrations analytiques dans la marge du spectrophotomètre.[30].

II.4.3 Mesure des paramètres globaux liés à la pollution organique

II.4.3.1 Détermination la demande chimique en oxygène (DCO) : (MA. 315-DCO 1.0)

La demande chimique en oxygène (DCO) est employée couramment pour mesurer le niveau de contamination organique d'une eau usée. Le niveau de contamination est déterminé en mesurant la quantité d'oxygène requise pour oxyder la matière organique dans l'échantillon du lixiviat en CO_2 . Ce test est utilisé aussi pour suivre le changement de la concentration de la matière organique dans le lixiviat traité et pour évaluer le rendement et les performances de traitement.

La procédure de la détermination de la demande chimique en oxygène consiste en une oxydation sous reflux durant 2 h à la température d'ébullition (150°C) d'un volume de 2,5 ml de lixiviat avec une quantité connue de dichromate du potassium en milieu sulfurique et en présence de sulfate d'argent (catalyseur). Les mesures d'absorption de chaque échantillon sont effectuées par un spectrophotomètre à une longueur d'onde de 600 nm. [31].

II.4.3.2 Détermination de la demande biochimique en oxygène (DBO_5) : (MA. 315 – DBO 1.1)

La DBO est l'un des paramètres les plus largement employés pour caractériser les polluants organiques présents dans l'eau. Concrètement, la DBO_5 est basée sur la quantification de l'oxygène consommée (en $\text{mgO}_2.\text{L}^{-1}$) par un échantillon incubé avec des microorganismes ou non, à 20°C pour une période de 5 jours.

La mesure de la DBO_5 a été réalisée par procédé respirométrique à volume constant, au moyen d'un BSB-MeBgerat, Modèle 602, qui permet une détermination de la DBO_5 de 0 à $4000 \text{ mgO}_2.\text{L}^{-1}$. Le principe de l'expérience est le suivant :

Dans une bouteille fermée, pendant la dégradation oxydative de la matière organique, les micro-organismes consomment l'oxygène dissous qui est remplacé en permanence par de l'oxygène en provenance du volume d'air situé au-dessus de l'échantillon. Puisque l'expérience est menée à volume constant, le gaz carbonique produit est piégé par NaOH ou KOH au fur et à mesure de sa formation, la dépression mesurée correspond donc à la consommation d'oxygène due à l'activité bactérienne.

Le volume de l'échantillon diffère selon la valeur de la DBO attendue. Le tableau présente la relation entre la DBO et le volume de l'échantillon. Dans chaque cas, la valeur de la DBO devrait être multipliée par un facteur F, comme présenté sur le Tableau II.2 ci-dessous.

Tableau II.2 : Intervalle de mesure et volume d'échantillon correspondant Pour la DBO_5 .

Volume de l'échantillon (ml)	Intervalle de mesure ($\text{mgO}_2.\text{L}^{-1}$)	Facteur F
432	0-40	1
365	0-80	2
250	0-200	5
164	0-400	10
97	0-800	20
43.5	0-2000	50
22.7	0-4000	100

Comme prétraitement, le pH de l'échantillon a été ajusté à 6,5 – 7,5. L'échantillon a été ensuite inoculé en ajoutant 2 ml d'une solution de la boue activée. Des solutions minérales et tampons ont été préparés et ajoutés à l'échantillon. Finalement, toute consommation possible d'oxygène due à une nitrification a été inhibée en ajoutant 1-allyl-2-thiourée (ATU) à l'échantillon. [31].

II.4.3.3 Analyse des métaux par spectrométrie d'absorption atomique

Les métaux de lixiviat (Fe, Pb, Cu, Zn, Cr, Cd) ont été déterminés par spectrométrie d'absorption atomique après une digestion préliminaire avec HNO_3 - H_2SO_4 selon la méthode décrite dans Standard Methods (3030 G. Nitric Acid-Sulfuric Acid Digestion).

Le principe consiste en une digestion de l'échantillon par les acides HNO_3 - H_2SO_4 à haute température (200°C) jusqu'à décoloration du minéralisât. Après refroidissement celui-ci est filtré deux fois.

La concentration des métaux dans les échantillons a été déterminée par spectrophotométrie d'absorption atomique. La mesure a été réalisée par l'analyseur SOLAAR UNICAM M series. [30].

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION

Chapitre III: Résultats et discussion

III.1 Analyses du lixiviat

III.1.1 Caractérisations du lixiviat

Les principales caractéristiques du lixiviat sont rapportées dans le tableau III.1.. Les différentes valeurs sont comparées à celles des normes de rejets en milieu naturel et celles admises aux STEP.

Tableau III.1: Caractéristique physico-chimique du lixiviat

Paramètre	Unité	Lixiviat	Normes de rejets [32]	Normes STEP [33]
pH	-	7,1	6,5-8,5	5,5-8,5
Conductivité	mS	8,7	-	-
MES	mg.L ⁻¹	7370	40	600
MVS	mg.L ⁻¹	2770	-	-
DCO	mg O ₂ .L ⁻¹	10500	130	1000
DBO ₅	mg O ₂ .L ⁻¹	5500	40	500
DBO ₅ /DCO		0,52	0,3	0,5
NH ₄ ⁺	mg.L ⁻¹	311,51	-	-
NO ₂ ⁻	mg.L ⁻¹	Trace	-	-
NO ₃ ⁻	mg.L ⁻¹	36,27	-	-
PO ₄ ⁻³	mg.L ⁻¹	19,02	15	-
Fe	mg.L ⁻¹	0,27	5	1
Cd	mg.L ⁻¹	-	-	-
Cr	mg.L ⁻¹	-	-	-
Cu	mg.L ⁻¹	0,014	1	1
Pb	mg.L ⁻¹	0,005	0,75	0,5
Zn	mg.L ⁻¹	0,017	-	-

Les résultats obtenus dans le Tableau III.1, représentés préalablement, donnent les caractéristiques du lixiviat prélevé au niveau de l'alimentation en lixiviat du bassin de lagunage du C.E.T de Staouali, nous renseignent sur sa qualité physico-chimique.

III.1.1.1 pH du lixiviat

Le pH du lixiviat, proche de la neutralité, est de 7,1 ; c'est un indicateur des différentes étapes de la dégradation et des déchets et du lixiviat, mais il reste insuffisant pour déterminer avec exactitude la fourchette dans laquelle se situe l'âge de notre lixiviat.

III.1.1.2 Demande chimique biologique en oxygène (DCO et DBO5)

Les autres paramètres que nous avons déterminés peuvent contribuer à nous situer d'une manière plus précise l'état d'avancement de la dégradation du lixiviat sont la DCO et la DBO₅, dont les valeurs sont de 10500 et 5500 mgO₂.L⁻¹ respectivement. Celles-ci sont nettement au dessus des normes de rejets en milieu naturel [32]. et celles imposées par les STEP. [33].

Quant au rapport DBO₅/DCO qui renseigne sur le taux de biodégradabilité du lixiviat, il est de 0,52. Par conséquent, le résultat enregistré étant supérieur à 0,3 [16]. Ceci nous amène à classer notre lixiviat comme fortement biodégradable. Si l'on doit ajouter à cela les valeurs du pH, de la DCO et de la DBO₅, l'état dévolution de notre lixiviat se situerait entre la phase d'hydrolyse et la phase d'acidogénèse [34].

III.1.1.3 Pollution azotée

Concernant la pollution azotée, nous avons relevé des concentrations de 311,5 mg.L⁻¹; 36,3 mg.L⁻¹ pour les ions ammonium et nitrates sont déterminés respectivement. Par contre, que les ions nitrites sont à l'état de traces. Nous remarquons une prédominance en NH₄⁺ qui pourrait révéler une dégradation de la matière putrescible, de l'urée...etc. Cette hypothèse est d'autant plus soutenue que le lixiviat se trouve dans une phase précoce de sa dégradation. [34],[35]. Les ions nitrates ont une plus faible concentration, ceux-ci ont pu être utilisés comme accepteur final d'électron de la dénitrification étant donné que la formation du lixiviat se fait dans des conditions d'anaérobiose [35]. Les nitrites sont la forme azotée la moins stable, ceci pourrait expliquer leur concentration à l'état de traces.

III.1.1.4 Les orthophosphates

Les orthophosphates sont des éléments indispensables pour le métabolisme microbien. Nous avons enregistré une concentration de 19mg.L^{-1} et elle est supérieure aux normes de rejet en milieu naturel [32],[33]. Cependant, connaissant la relation microorganismes – orthophosphates, ces derniers seraient bénéfiques lors du traitement du lixiviat par bioréacteur.

III.1.1.5 Les matières en suspension

Le prélèvement s'est fait au niveau du canal de drainage du lixiviat à la sortie du casier. L'écoulement de l'effluent a entraîné des molécules non solubles, donc en suspension d'une concentration de 7370 mg.L^{-1} , supérieure aux normes de rejets [32], [33].

III.1.1.6 Les métaux lourds

Les métaux dosés lors de cette étude sont : le plomb, le cuivre, le zinc et le fer. Les concentrations obtenues sont respectivement comme suit : $0,005$; $0,014$; $0,017$; $0,27\text{ mg.L}^{-1}$ pour le Pb, Cu, Zn et le Fe respectivement, Le cadmium et le chrome sont à l'état de traces. Ces teneurs sont nettement inférieures aux normes de rejets en milieu naturel [32], [33]

III.2 Traitement du lixiviat

Le lixiviat ayant fait l'objet de cette étude a été traité par couplage d'un bioréacteur en batch process parfaitement agité et dans des conditions non limitantes en oxygénation et d'un procédé de filtration à gradient de pression (UF). Cette expérience a été réalisée en boucle externe.

III.2.1 Traitement par bioréacteur en discontinu

Deux bioréacteurs ont été réalisés dans les mêmes conditions opératoires d'agitation, d'oxygénation et d'ajout de nutriments.

Le premier bioréacteur, Bio-boue estensemencé par des boues activées (comme décrit dans la partie expérimentale). Par ailleurs, pour éliminer un éventuel traitement du lixiviat par les microorganismes qui y sont déjà présent, un deuxième bioréacteur a été réalisé sans addition de boues activées, dont l'objectif était de revivifier les microorganismes.

Pour celà, nous avons effectué un suivi de l'abattement de la DCO, l'évolution du pH au cours du temps de traitement, ainsi que l'évolution de la croissance microbienne.

III.2.1.1 Cinétique de l'abattement de la DCO

La cinétique d'abattement de la DCO dans les deux bioréacteurs est représentée dans la figure III.1.

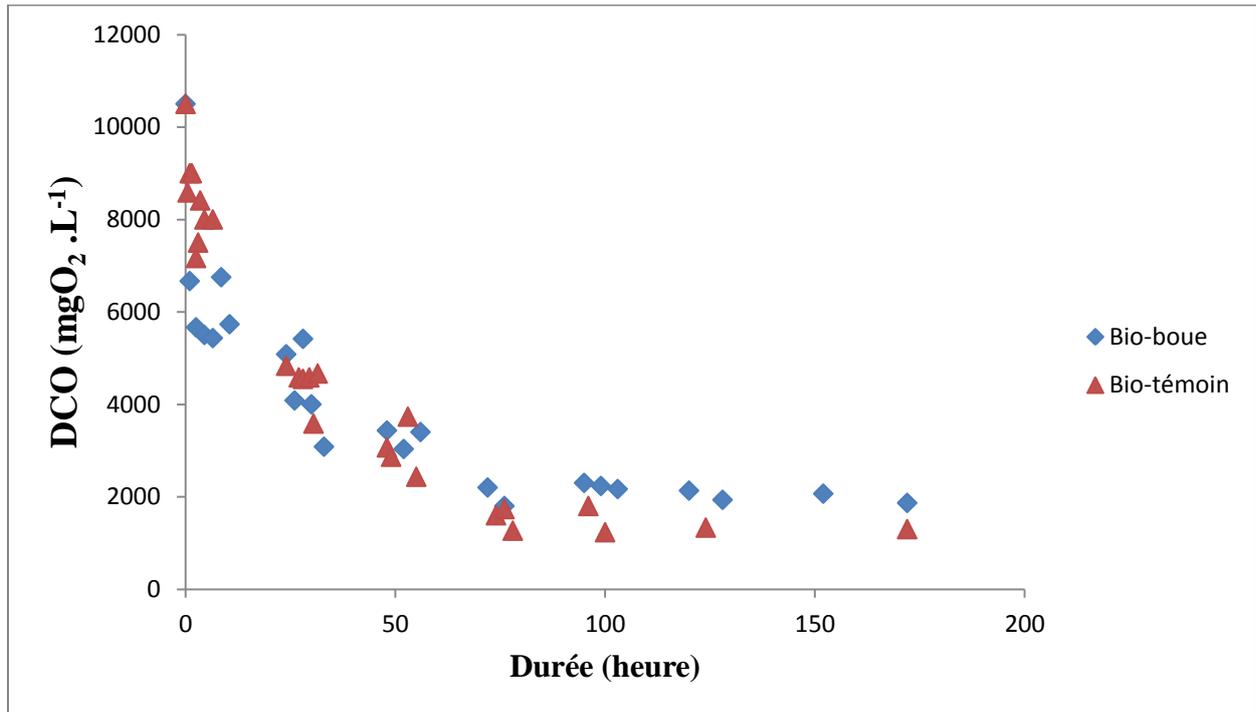


FIGURE III.1: cinétique d'abattement de la DCO dans les bioréacteurs Bio-boue et Bio-témoin au cours du temps de traitement

Pour les deux essais réalisés, nous avons obtenu des profils de la cinétique d'abattement de la DCO dans les bioréacteurs Bio-boue et Bio-témoin. Nous remarquons une diminution considérable de la pollution estimée en termes de DCO. En effet, pour les deux bioréacteurs la concentration initiale est de 10500 mgO₂.L⁻¹. La concentration finale est de 1833,33 et 1300 mgO₂.L⁻¹ pour Bio-boue et Bio-témoin respectivement au-delà desquelles le traitement n'est plus efficace. Notons que le palier a été atteint au bout de 72h de traitement (3 jours).

Les rendements d'abattement sont représentés sur les histogrammes dans la Figure III.2.

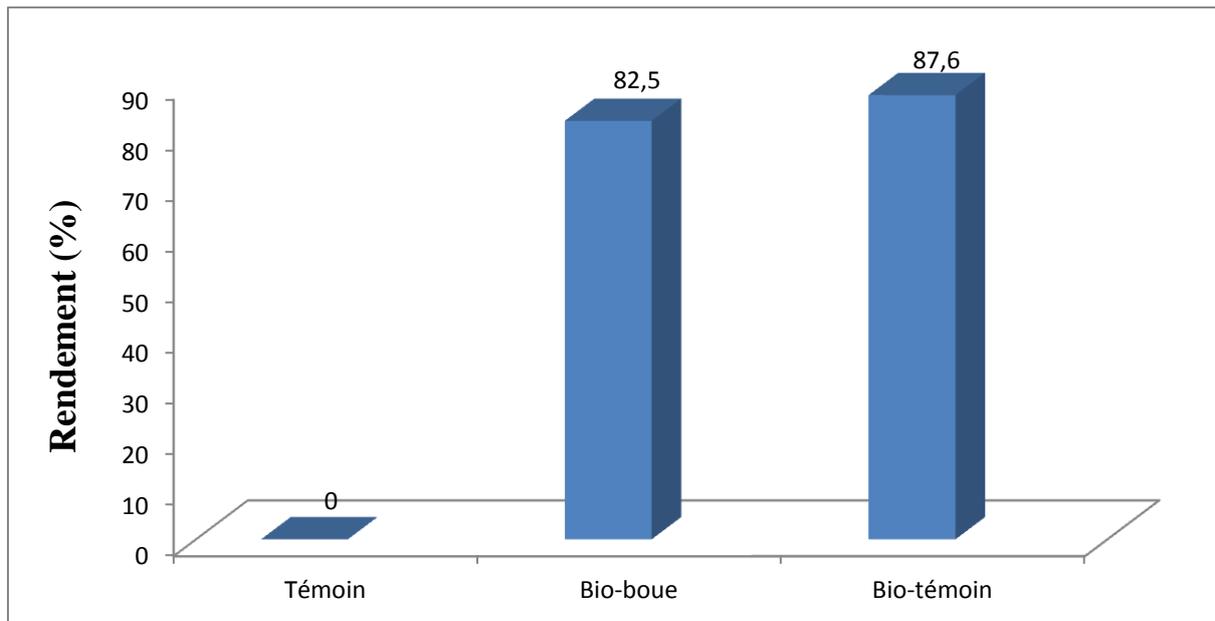


FIGURE III.2: Rendements d'abattement de la DCO pour les bioréacteurs Bio-boue, Bio-témoin et le témoin

Les rendements obtenus sont de 82,5 ; 87,6 % pour les bioréacteurs Bio-boue et Bio-témoin respectivement. Nous avons obtenu un rendement nul pour le témoin qui a consisté en un prélèvement du même lixiviat dans un récipient où toutes les conditions citées au préalable (aération, agitation) ont été supprimées. Le témoin permet d'éliminer l'hypothèse d'une éventuelle autoépuration pour une même durée de traitement qui est de 72h.

L'opération a été effectuée deux fois pour les deux bioréacteurs afin de tester notre résultat.

III.2.1.2 Suivi de la croissance microbienne

L'évaluation de la cinétique de croissance microbienne a été réalisée par dosage au spectrométrie UV-Visible. Les résultats sont représentés sur la Figure III.3.

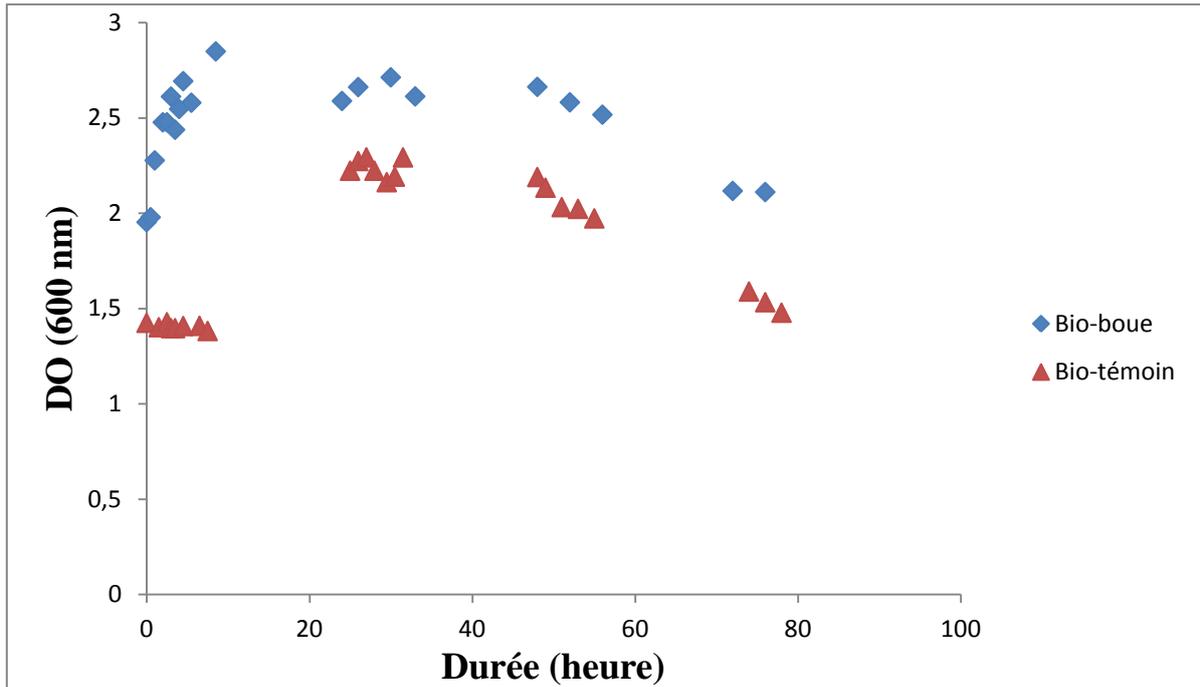


FIGURE III.3: Cinétique de croissance des microorganismes des bioréacteurs Bio-boue et Bio-témoin au cours du traitement.

Le bioréacteur Bio-boue présente selon la Figure III.3 une courbe de croissance sans phase de latence. Ceci s'explique par une mise en contact au préalable des boues activées avec le lixiviat brut, afin d'accélérer le métabolisme microbien. Au cours de la phase stationnaire de 10 jusqu'à 50 h de traitement, l'abattement de la DCO a été important. La phase de déclin qui suit à partir de 50 heures, correspond à la mort cellulaire due à une diminution de la concentration en substrat. En effet, au cours de cette étape, le pallier est atteint en termes de DCO.

En revanche, le bioréacteur Bio-témoin présente une courbe de croissance qui débute par une phase de latence de 10 heures. Celle-ci s'explique par un temps d'adaptation des microorganismes présents dans le lixiviat aux nouvelles conditions du milieu (aération et agitation). Bien que similaire au bioréacteur Bio-boue, l'abattement de la DCO a été plus conséquent lors de la phase stationnaire de croissance qui varie de 30 à 50 h de traitement.

La courbe de croissance du bioréacteur Bio-boue présente une densité plus importante que celle du Bio-témoin, expliquée par une population microbienne beaucoup plus riche dans les boues activées additionnées aux microorganismes autochtones du lixiviat lui-même.

III.2.1.3 Suivi du pH au cours du traitement par bioréacteur

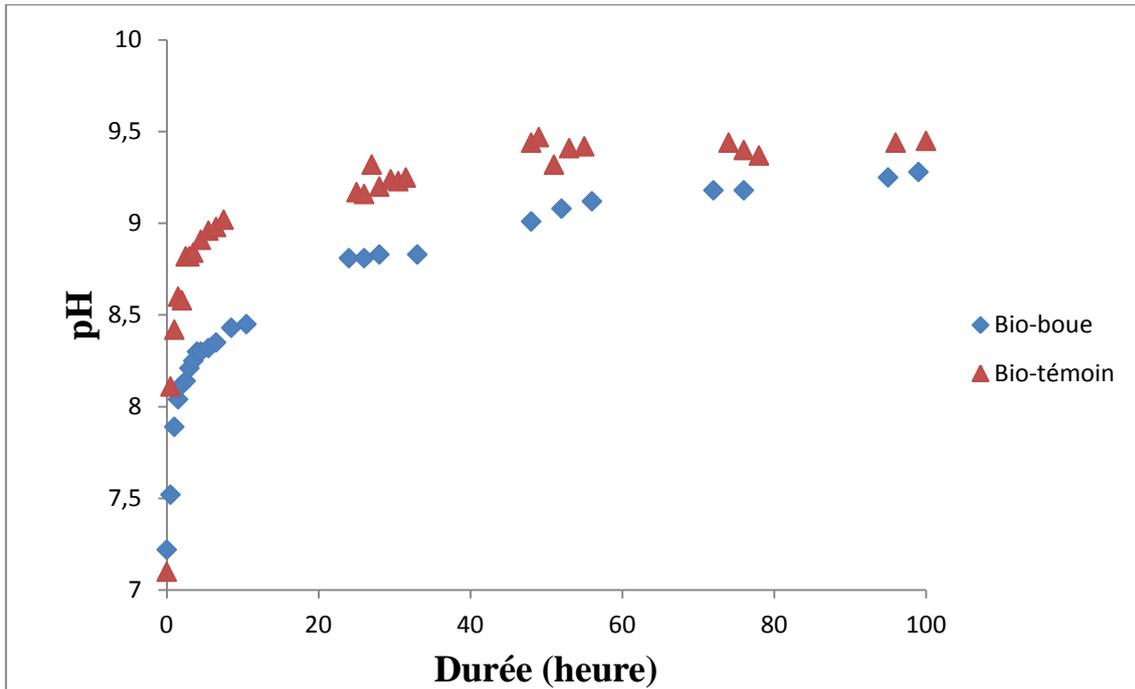


FIGURE III.4: Evolution du pH au cours du traitement pour les bioréacteurs Bio-boue et Bio-témoin

Le pH du lixiviat *in situ* est de 7,1, au cours du traitement par bioréaction, il augmente pour atteindre une valeur de 9,3 et 9,4 pour Bio-boue et Bio-témoin respectivement. La fourchette du pH comprise entre [5-9] favorise le développement de microorganismes neutrophiles au cours d'un traitement biologique en aérobose.[36]

L'intérêt du traitement par bioréacteur est d'accélérer le processus de la dégradation de la matière organique qui se fait naturellement en plusieurs années. Le stade final atteint correspond à la phase méthanogène et de stabilisation où le pH a tendance à augmenter sous le contrôle de la capacité tampon des carbonates. [5].

D'après la Figure III.4. Nous remarquons que l'évolution du pH dans le Bio-témoin est plus importante que celle observée dans le Bio-boue. En effet, la dégradation de la matière organique est plus importante sachant que la consommation en substrat organique induit une production de métabolite secondaire (sous produits) comme les carbonates qui ont tendance à alcaliniser le milieu.

III.2.1.4 Impact du traitement par bioréacteur sur l'élimination des métaux lourds

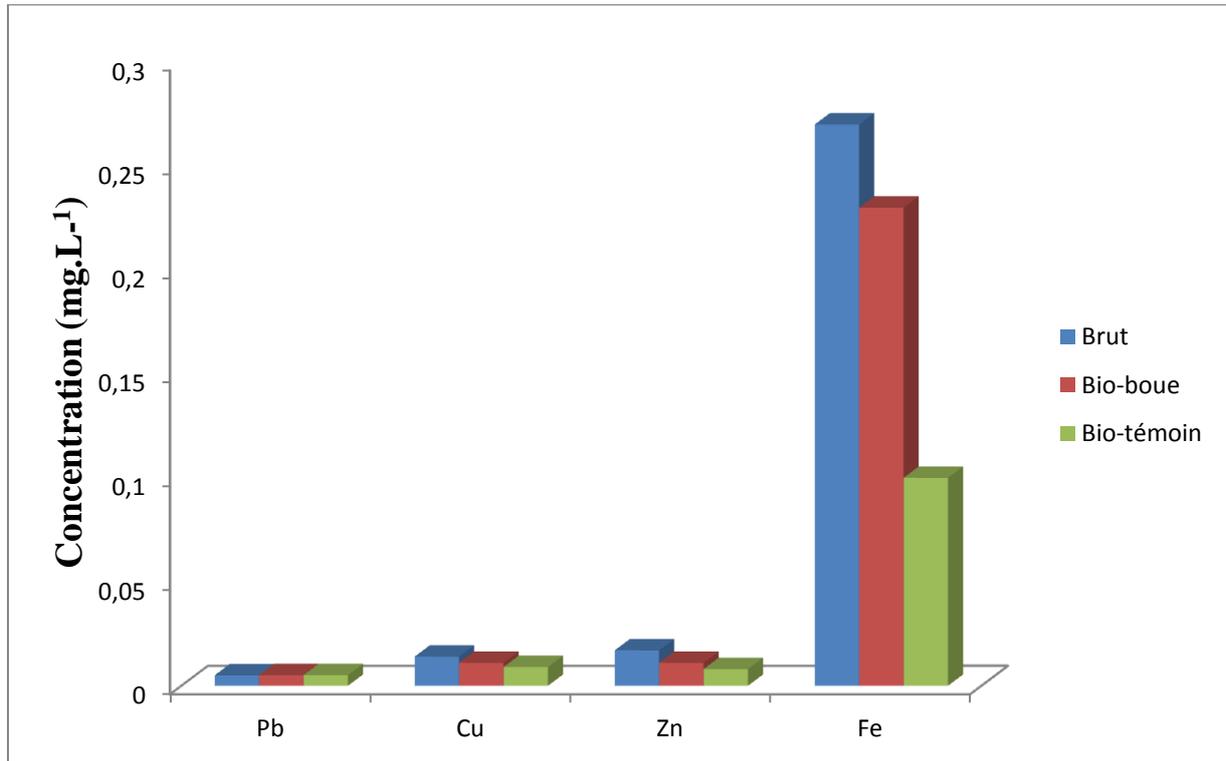


FIGURE III.5: Impact du traitement par bioréacteur sur l'élimination des métaux lourds

Les microorganismes ont des besoins en sources carbonées, azotées, phosphorées, mais aussi en micronutriments tels que les ions Ca^{2+} , S^{2-} , Mg^{2+} , K^{+} et les métaux : fer, cuivre, zinc et cobalt nécessaires à leur croissance. [36].

La Figure III.5 indique que les concentrations en cations métalliques : fer, zinc, cuivre ont diminué considérablement au cours du traitement par le bioréacteur Bio-témoin avec des rendements de 62%, 52% et 35% respectivement. Pour le bioréacteur Bio-boue les taux sont de 14%, 35% et 21%. Ce phénomène peut s'expliquer :

- Par une assimilation de ces ions métalliques en tant qu'oligonutriments nécessaires pour le métabolisme des microorganismes.
- Ou par une complexation avec les carbonates.

Cependant, nous ne notons aucun changement dans la concentration du plomb au cours du traitement par bioréacteur. Son assimilation ne peut se faire car c'est un élément toxique pour le métabolisme microbien. L'absence probable de sa non complexation avec les carbonates nous amène à réfuter la deuxième hypothèse émise précédemment.

III.3 Traitement par ultrafiltration

L'objectif de cette étude est d'atteindre les normes de rejets en milieu naturel. Pour cela, nous avons couplé l'ultrafiltration au traitement par bioréacteur.

Le dispositif conçu est à l'échelle laboratoire, en utilisant la membrane M5.

Dans un premier temps, nous calculerons la perméabilité au solvant de la membrane propre (avant ultrafiltration) celle-ci jouera le rôle de référence lors de notre étude. Nous procéderons par la suite à l'optimisation de la pression transmembranaire sur le flux de perméat en effectuant une courbe de polarisation

III.3.1 Calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane

Le calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane se résume au calcul de la variation du flux de perméat en fonction de la pression transmembranaire appliquée. Le résultat est repris par la Figure III.6. Le calcul de cette perméabilité se fait à température ambiante.

Le flux de perméat J_v étant calculé à l'aide de la formule :

$$J_v = \frac{V}{A.t} \quad (\text{L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}) \quad (2)$$

A est la surface de la membrane active 0,012 m².

t et V sont respectivement le temps et le volume d'empotage.

La perméabilité L_p est donnée par la relation qui suit :

$$L_p = \frac{J_v}{\Delta P} \quad (\text{L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{bar}^{-1}) \quad (3)$$

La pression transmembranaire ΔP par la relation suivante :

$$\Delta P = \frac{P_1 + P_2}{2} \quad (\text{bar}) \quad (4)$$

P1, P2 : sont respectivement les pressions d'entrée et de sortie du module d'ultrafiltration.

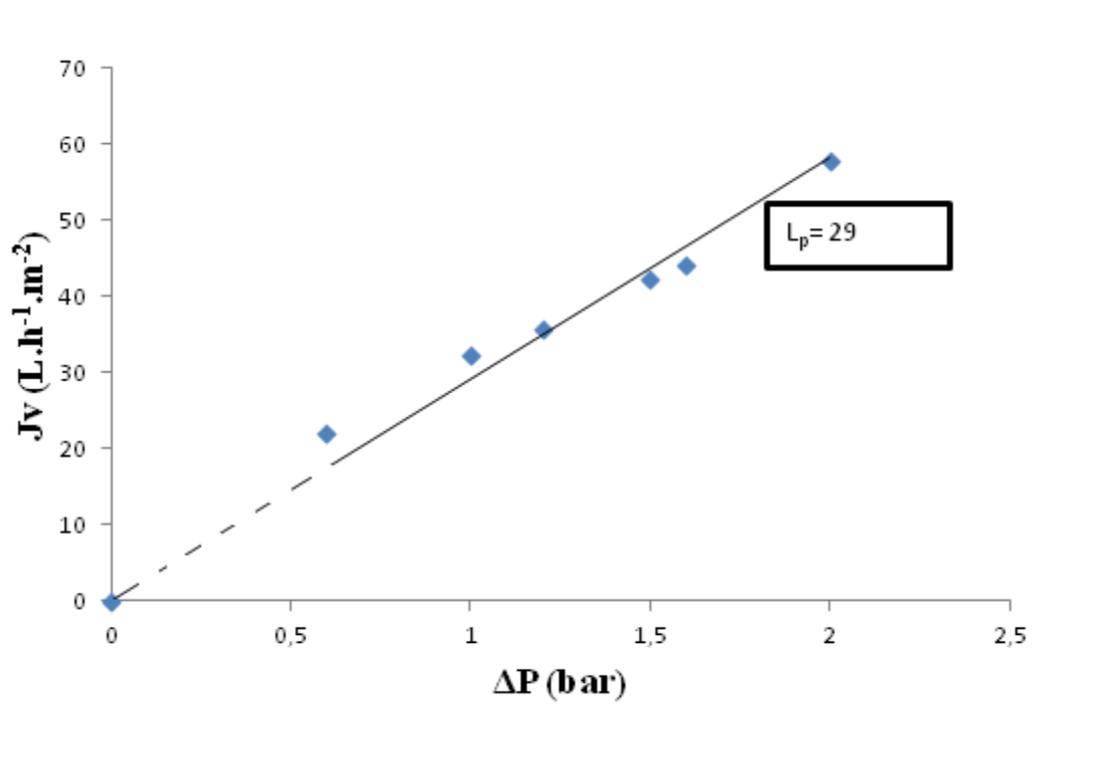


FIGURE III.6: Perméabilité à l'eau de la membrane M5 avant ultrafiltration

En traçant J_v en fonction de ΔP , nous obtenons une droite qui passe par l'origine. Le calcul de la pente de la Figure III.6 permet d'obtenir la perméabilité (L_p), est de 29, $\text{L}\cdot\text{h}^{-1}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{bar}^{-1}$.

III.3.2 Influence de la pression sur le flux du perméat

La réalisation de cette manipulation se fait à concentration constante. Cette concentration est maintenue en dirigeant les sorties de perméat et du concentrât vers le bac d'alimentation. La température doit demeurer constante. Nous faisons varier la pression et réalisons des empotages qui nous permettent de tracer la courbe $J_v = f(\Delta P)$.

III.3.2.1. Le lixiviat prétraité par Bio-témoin

Les résultats de l'expérience sont repris dans la figure III.7

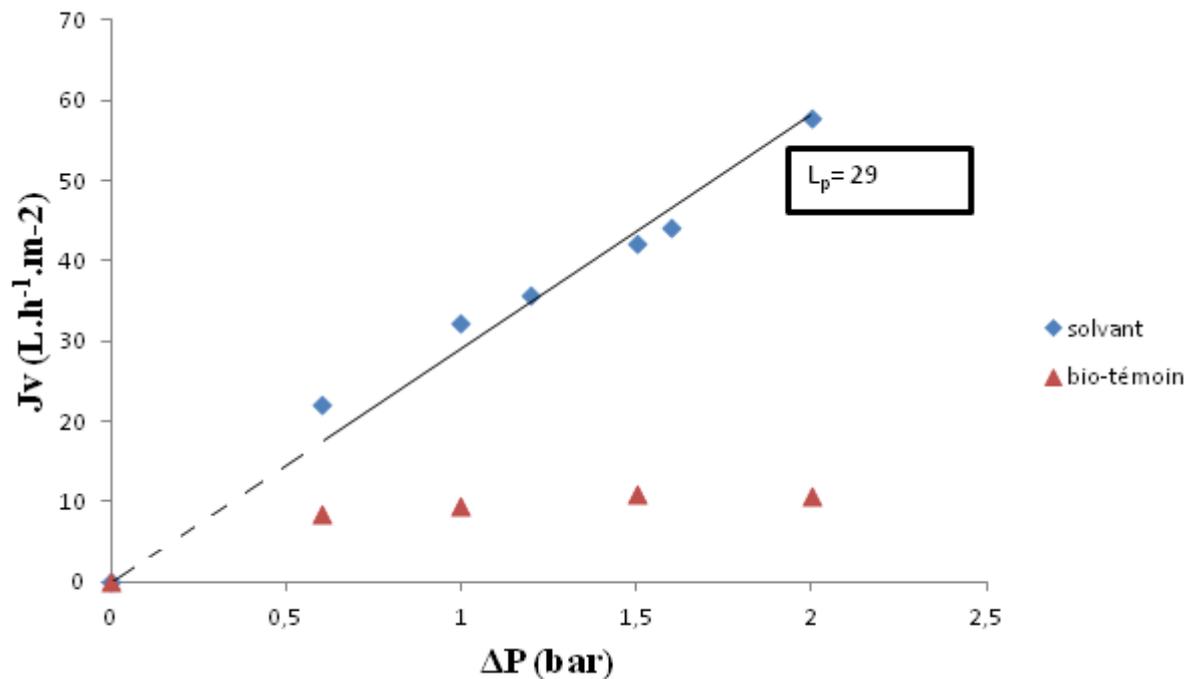


FIGURE III.7: Influence de la pression transmembranaire sur le flux du perméat pour le lixiviat prétraité par Bio-témoin.

Nous notons que pour une pression inférieure à 0,6 bar, le flux de perméat est proportionnel à la pression transmembranaire. Au-delà de cette valeur cette proportionnalité n'est plus respectée et le flux de perméat devient constant. Ceci nous permet de conclure que la pression de 0,6 bar est la pression optimale pour le traitement par ultrafiltration de notre effluent.

Après vidange de l'installation et évacuation de l'échantillon à traiter qu'elle contient, nous procédons au calcul de la perméabilité à l'eau de la membrane après ultrafiltration ; les résultats sont repris dans la Figure III.8.

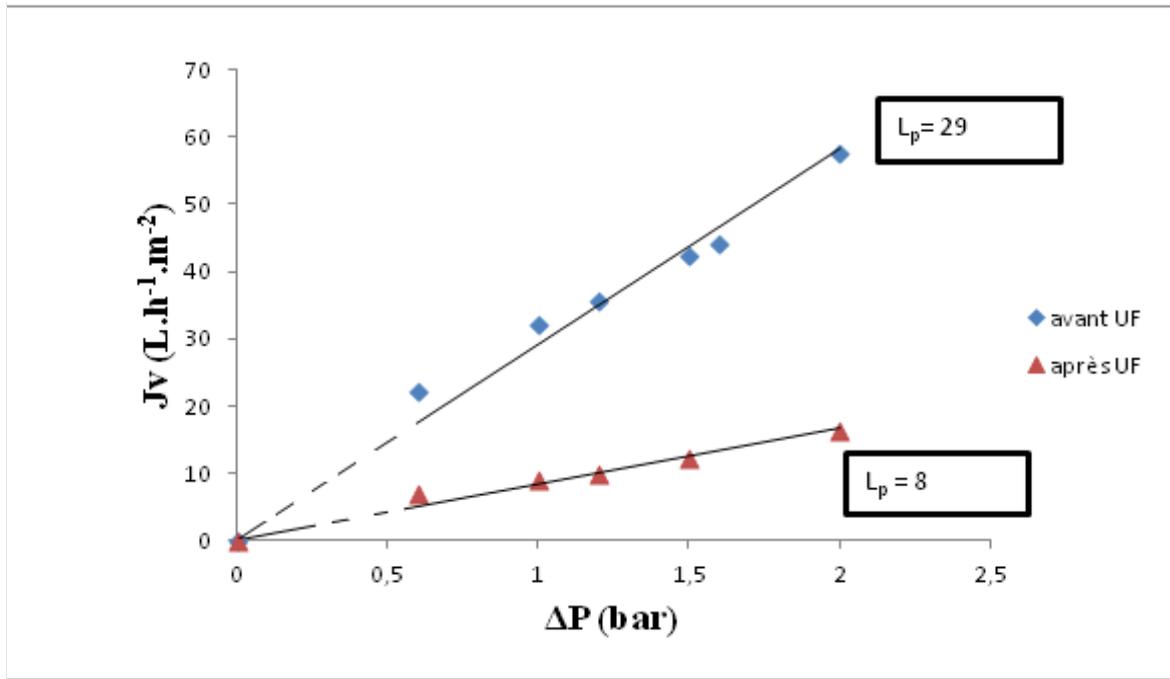


FIGURE III.8: Perméabilité à l'eau avant et après l'ultrafiltration pour le lixiviat prétraité par Bio-témoin

Les résultats montrent que la L_p passe de 29 $L \cdot h^{-1} \cdot m^{-2} \cdot bar^{-1}$ avant UF à 8 $L \cdot h^{-1} \cdot m^{-2} \cdot bar^{-1}$ après UF. Ceci indique qu'il y a réellement un abattement important de la perméabilité qui s'explique par la réduction du rayon de pores et donc au colmatage de la membrane. Ceci serait la conséquence du phénomène d'adsorption à la surface de la membrane.

La variation de la perméabilité renseigne sur l'évolution du rayon de pores moyen de la membrane d'ultrafiltration. En effet, la loi de POISEUILLE selon l'expression suivante :

$$L_p = \frac{N_p \cdot \pi \cdot r_p^4}{8 \cdot \mu \cdot e} \quad (L \cdot h^{-1} \cdot m^{-2} \cdot bar^{-1}) \quad (4)$$

L_p : Perméabilité.

N_p : Nombre de pores.

r_p : Rayon de pores moyen.

μ : Viscosité dynamique.

e : Epaisseur de la couche active.

D'après la relation (4) on aura :

$$\frac{L_{p0}}{L_{p1}} = \frac{r_{p0}^4}{r_{p1}^4} \quad (5)$$

Ou r_0 représente me rayon des pores moyen avant ultrafiltration.

Le calcul r_0 se fait selon l'équation de SARBOUISKI :

$$r_0 = 0,5379.M^{0,3915}.(A^\circ) \quad (6)$$

M : Seuil de coupure de la mambrane

De l'équation (5) et (6) on peut obtenir le nouveau rayon des pores après UF, donc $r_{1=16} A^\circ$, d'où une réduction du rayon des pores dû à un phénomène d'adsorption au niveau de la surface de la membrane et à l'intérieur même des pores.

III.3.2.2. Le lixiviat prétraité par Bio-boue

Avant de procéder à l'ultrafiltration du lixiviat prétraité par Bio-boue, nous avons effectué un nettoyage de notre membrane par une solution d'hydroxyde de sodium NaOH 1% à température ambiante pendant 20 min. Nous avons ensuite effectué un rinçage à l'eau distillée durant 10 min, puis un autre lavage à l'acide nitrique 2% de 20 min et enfin un dernier rinçage à l'eau distillée.

Après le procédé de lavage, il est nécessaire de déterminer la perméabilité à l'eau afin d'établir le taux de restauration de la membrane après lavage chimique. Nous suivrons les mêmes étapes que celles sus citées ; le résultat est repris dans la Figure III.9.

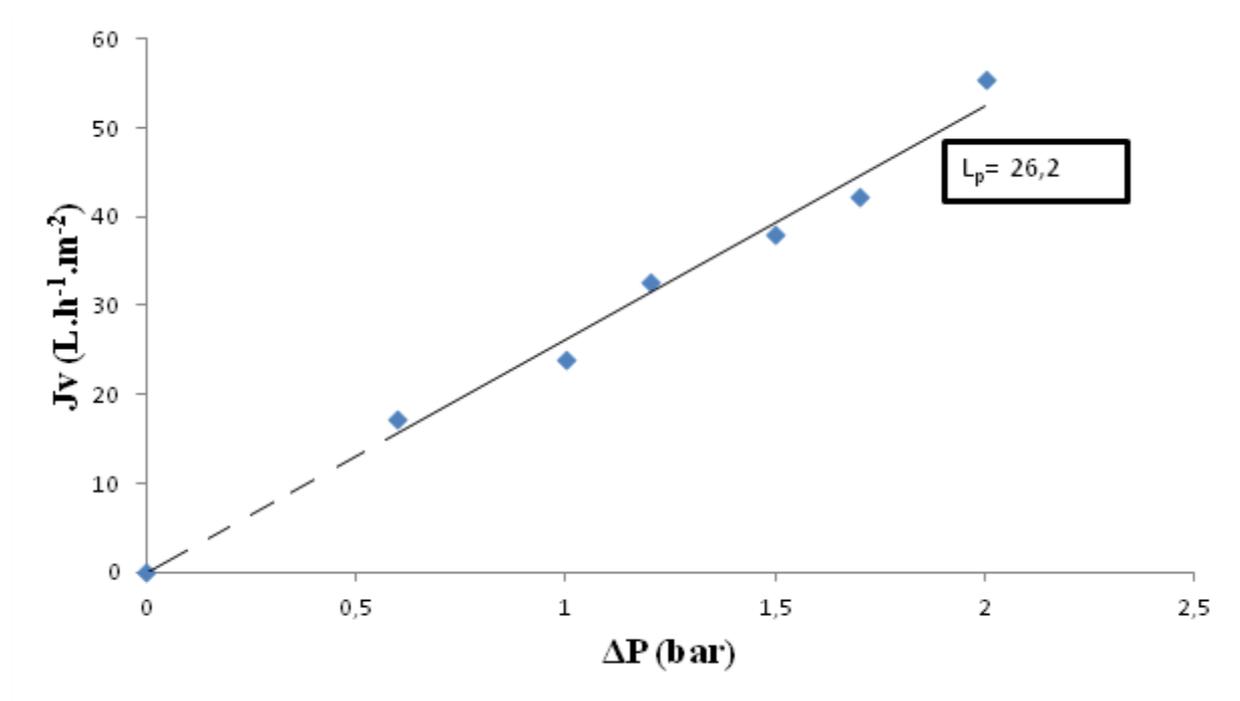


FIGURE III.9: Perméabilité à l'eau de la membrane avant la deuxième ultrafiltration

La perméabilité qui représente la pente de la droite est de $26,2 \text{ L.h}^{-1}.\text{m}^{-2}.\text{bar}^{-1}$, ce qui nous amène à conclure que le lavage chimique nous a permis une restauration de 90% de la membrane.

Les résultats obtenus pour l'ultrafiltration du lixiviat prétraité par ultrafiltration sont reportés sur la Figure III.10.

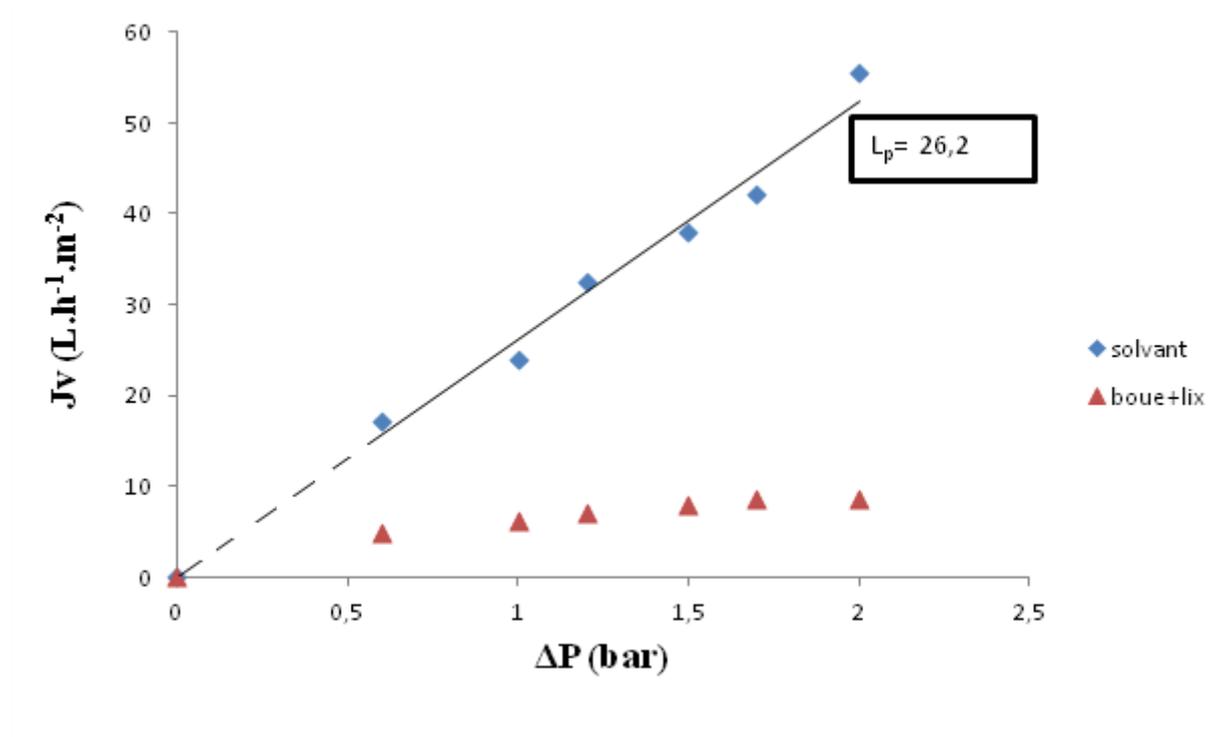


FIGURE III.10: Influence de la pression transmembranaire sur l'ultrafiltration du lixiviat prétraité par Bio-boue

Nos résultats indiquent que la variation du flux JV est proportionnelle à celle de la pression, jusqu'à une valeur de ΔP de 1,2 bar. Au-delà de cette valeur la proportionnalité n'est plus respectée, ceci nous amène à dire que le $\Delta P = 1,2$ bar est la différence de pression optimale pour le traitement par ultrafiltration de cet effluent.

Après rinçage à l'eau distillée, nous avons déterminé la nouvelle perméabilité de la membrane après ultrafiltration. Les résultats sont repris dans la figure III.11.

Les résultats montrent également qu'il y a réellement un abattement important de la perméabilité qui s'explique par la réduction du rayon de pores et donc présence de colmatage de la membrane. Ceci serait la conséquence du phénomène d'adsorption à la surface de la membrane.

Selon les relations (5) et (6) le rayon des pores déterminé est de 16° . Ce résultat confirme qu'il y'a réellement réduction de la taille des pores de la membrane durant l'ultrafiltration de l'effluent issu du bioréacteur Bio-boue.

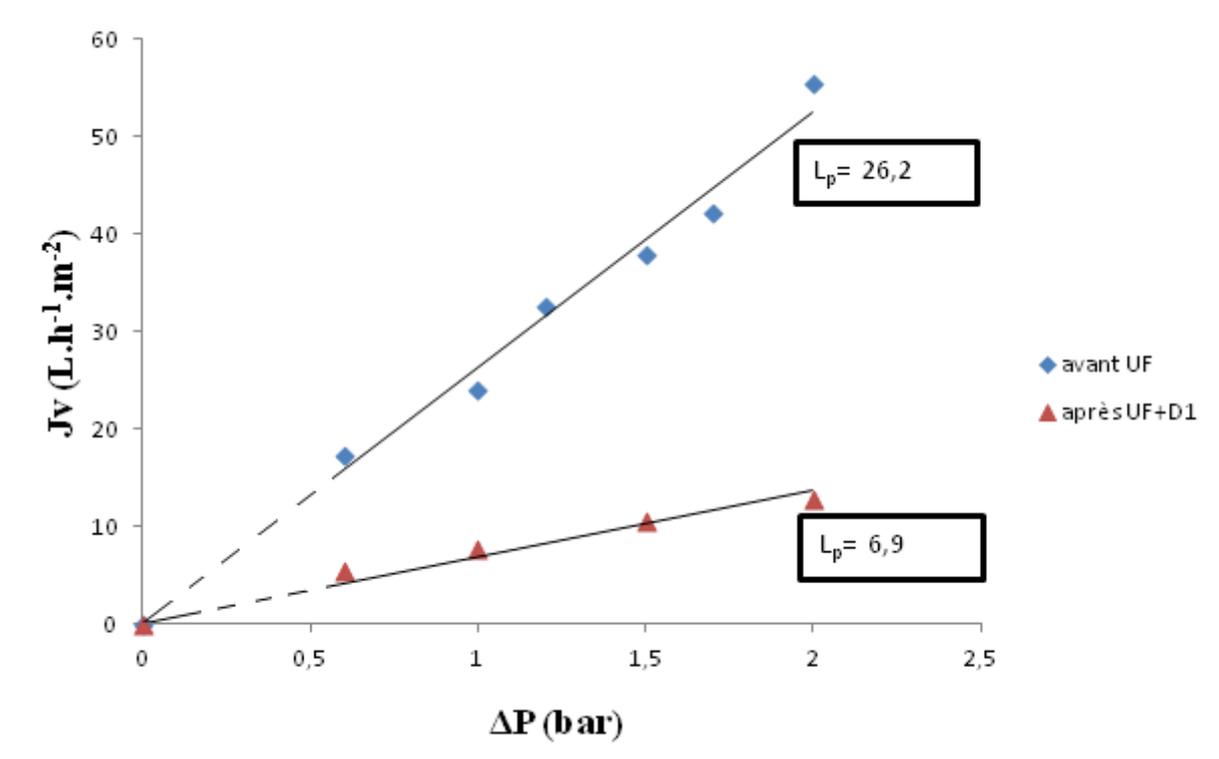


FIGURE III.11: Perméabilité à l'eau avant et après ultrafiltration du lixiviat prétraité par Bio-boue

III.3.3 Impact du traitement par ultrafiltration sur l'abatement de la DCO des lixiviats prétraités par bioréacteurs

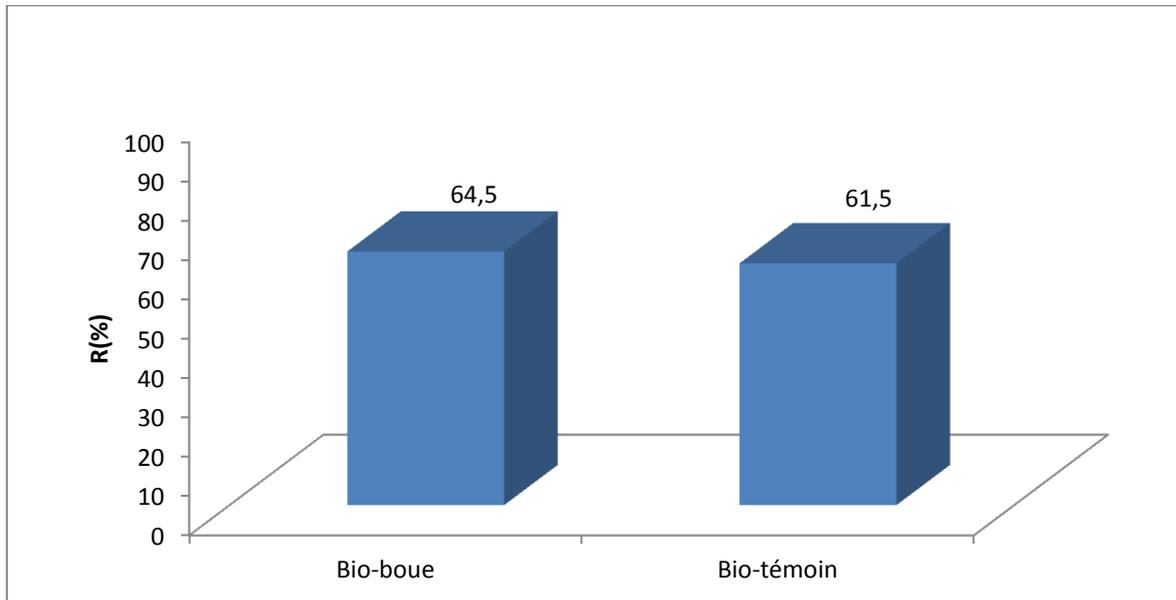


FIGURE III.12: Impact du traitement par ultrafiltration sur l'abatement de la DCO des lixiviats prétraités par bioréacteurs

Après ultrafiltration, les taux de rejets de la DCO du même ordre de grandeur. En effet, nous avons obtenu des taux de 64,5% et 61,5% (Figure III.12) pour les lixiviat prétraités par Bio-boue et Bio-témoin, respectivement. Ces résultats seraient expliqués par la rétention de macromolécules et de colloïdes [18] par la membrane à ultrafiltration ; ces dernières entrent en jeu pour la détermination de la teneur en matière en suspension de l'effluent ainsi que celle de la DCO.

III.3.4 Impact du traitement par ultrafiltration sur l'élimination des métaux lourds

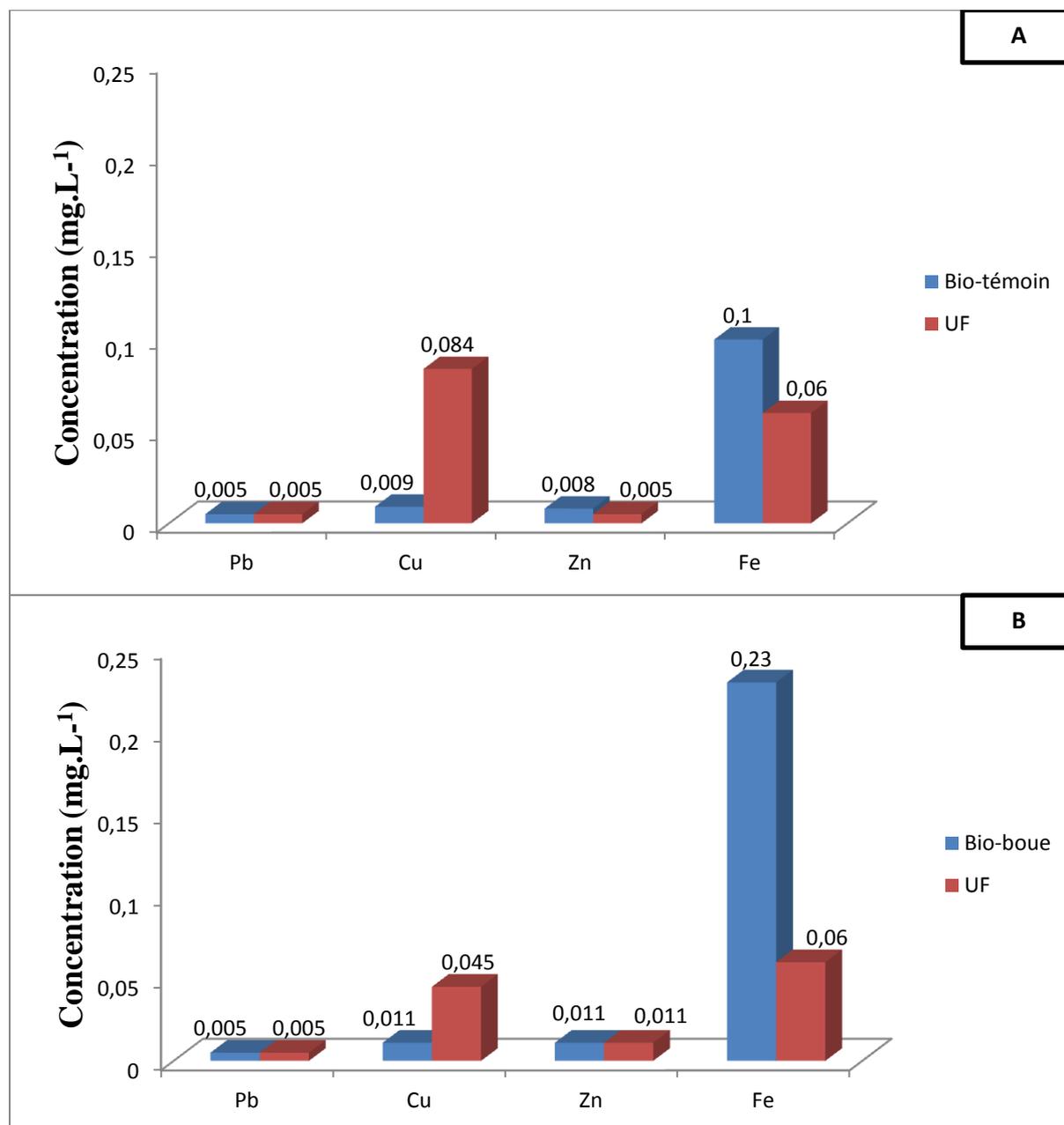


FIGURE III.13 : Impact du traitement par ultrafiltration sur l'élimination des métaux lourds (A) Bio-témoin, (B) Bio-boue

En observant la Figure III.13, on remarque que la concentration du plomb ne varie pas, par conséquent la membrane a été efficace pour extraire le plomb du bioréacteur tout en retenant la biomasse microbienne.

Les teneurs en cuivre augmentent pour les deux lixiviats prétraités par bioréacteurs après UF, ce qui peut s'expliquer par des dépôts de cuivre, au cours d'utilisations antérieures du dispositif d'ultrafiltration, qui n'ont pas été éliminés par les différents lavages appliqués.

La concentration du zinc ne varie pas ou très peu pour le lixiviat prétraité par Bio-témoin.

En revanche, nous remarquons un réel changement des concentrations du fer avec des rendements d'élimination de : 74 % et 40% respectivement pour les lixiviats prétraités par Bio-boue et Bio-témoin. Ce résultat confirme que qu'au niveau de la couche de polarisation, le fer est consommé comme oligoélément.

III.3.5 Impact de l'ultrafiltration sur l'élimination des matières en suspension

Après avoir déterminé la teneur des MES après traitement par ultrafiltration, qui étaient à l'état de traces, nous concluons que l'élimination des matières en suspension s'est faite à 100% pour les deux échantillons.

III.4 . Bilan du procédé proposé

Afin de simplifier l'interprétation des résultats qui suivent, Bio-boue couplé à l'UF sera nommé BRM1 et Bio-témoin couplé à l'UF, BRM2.

III.4.1 . Rendement de l'élimination de la DCO

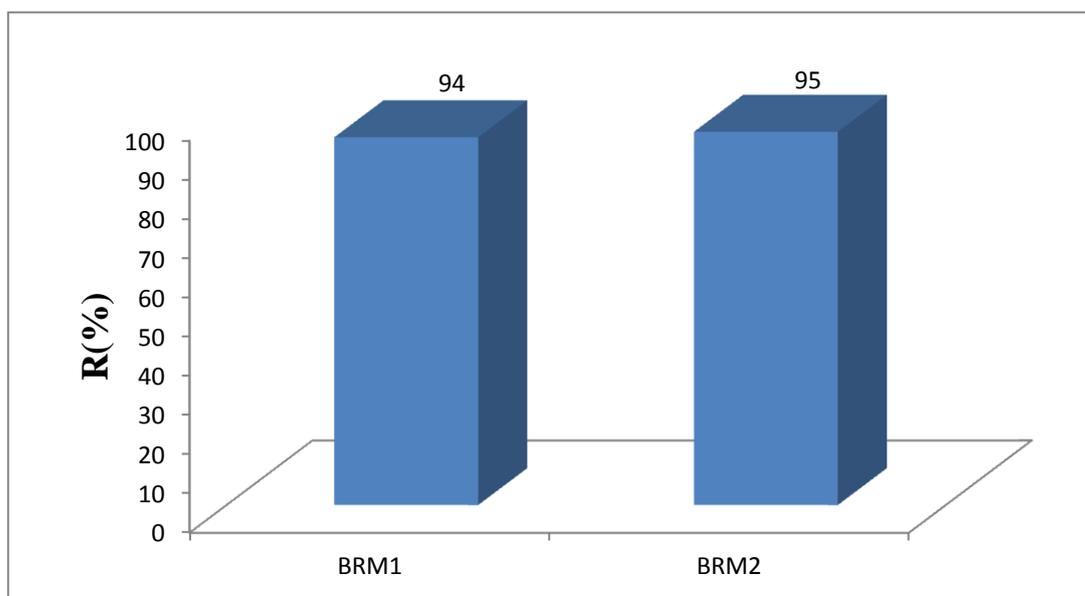


Figure III.14 : Rendement de l'abattement de la DCO par traitement avec le bioréacteur à membrane

Les rendements obtenus sont représentés sur la Figure III.14,. De rendement de 94 et 95%, respectivement pour le BRM1 et BRM2.

III.4.2 . Rendement de l'élimination des métaux lourds

La teneur en plomb ne varie pas tout au long du traitement mais toute fois elle reste conforme aux normes et peut être extraite par ultrafiltration.

Une consommation du fer et du zinc est estimée à 35,3% et 77,8% pour le BRM1 et 70,6% et 74% pour le bio-témoin. Nous avons donc une meilleure élimination dans le cas du BRM2.

III.4.3 . Rendement de l'élimination des matières en suspension

L'élimination des matières en suspension est de 100% dans le cas des deux bioréacteurs, résultat dû principalement au traitement par ultrafiltration.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Au cours de notre étude, nous avons procédé en premier lieu à une caractérisation physico-chimique du lixiviat, recueilli au C.E.T de Staouali. L'évaluation des différents paramètres : pH, DCO, DBO₅, NH₄⁺, NO₂⁻, NO₃⁻ nous a renseignés sur le taux d'avancement de la biodégradation du lixiviat. Ce processus qui se situe entre les phases d'hydrolyse et d'acidogénèse nous a permis de classer le lixiviat comme fortement biodégradable.

La suite de notre expérimentation a porté sur la capacité de notre lixiviat à être traité par bioréacteur à membrane. Notre démarche a consisté à coupler un bioréacteur, en batch process parfaitement agité dans des conditions non limitantes d'aération, à un traitement par filtration membranaire. Dans le cadre de nos expériences, nous avons utilisé l'ultrafiltration.

Nous avons comparé le taux d'abattement de la DCO, l'évolution du pH ainsi que celle de la croissance microbienne pour deux types d'inoculum. Le premier est traité par boue activée. Le deuxième consistait à mettre du lixiviat brut dans les mêmes conditions opératoires que le premier, afin de revivifier les microorganismes déjà présents dans le lixiviat.

Les performances obtenues pour le lixiviat brut sont similaires pour les lixiviats traités par à boues activées. En effet les concentrations de la DCO obtenus sont de 500 et 600mgO₂.L⁻¹ respectivement pour BRM2 et BRM1. L'élimination des métaux lourds est elle plus efficace au niveau du BRM 2.

Au vu des résultats obtenus, il est important d'essayer de parfaire le travail en fixant quelques objectifs futurs et perspectives :

- Effectuer des travaux en continu pour une application future au niveau de la décharge.
- Intégrer des aérateurs à fines bulles *in situ*, c'est-à-dire, dans des bassins de stockage des lixiviats afin de revivifier les microorganismes déjà présents, sans apport de boues activées,
- Un possible fonctionnement en boucle interne (bioréacteur à membrane type fibre cathodique immergée), afin de pallier à une surconsommation en énergie, due au fonctionnement de la pompe, ainsi qu'à d'éventuels problèmes liés à la pression et un gain de surface certain au niveau d'une installation à grande échelle.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] Kjeldsen P., Christophersen M., 2001. Composition of leachate from old landfills in Denmark. *Waste Managment Research*, vol. 19, pp. 249-256.
- [2] Smith C., Di Gregio D., Talcott RM., 1969. The use of ultrafiltration membranes for activated sludge separation. *Proceeding Purdue IWC*. 1300-1310.
- [3] Chassagnac T., 2005. Réhabilitation des décharges de remédiation. *Technique de l'ingénieur*. g 2683.
- [4] Kalka J., Oslislok A., Surmacz-Gorska J., Krajewska K., Marciochaand D., Rszka A., 2010. A laboratory study on toxicity removal from landfill leachate in combined treatment with municipal wastwter. *Environmental engineering III*. 185-189.
- [5] Billard H., 2001. Centres de stockage des déchets-exploitation. *Technique de l'ingénieur*. g 2102.
- [6] Rena S., 2007. Couplage de procédés pour le traitement des lixiviats. *Thèse de l'Université Paul Césanne*.
- [7] Huchon R., 2006. Activité photocatalytique de catalyseurs déposés sur support, application à la conception d'un photoréacteur pilote. *Thèse de Doctorat, Université Claude Bernard – Lyon* .
- [8] Delporte C., 2007 Traitements biologiques aérobies des effluents industriels. *Technique de l'ingénieur*. g 1300 .
- [9] Moletta R., 2008. Méthanisation de la biomasse. *Technique de l'ingénieur*. Bio 5100.
- [10] Bayard R., Gardan R., 2010. Traitement biologique des déchets. *Technique de l'ingénieur*. g 2060.
- [11] Poulain S., Rena S., Givaudan JGG., 2008. Procédé des traitements des lixiviats. Brevet FR 2904622 A1. *Commissariat à l'énergie atomique*
- [12] Keck G., Vernius E., 2000. Déchets et risques pour la santé. *Technique de l'ingénieur*. g 2450..
- [13] Berthe C., 2006. Etude de la matière organique contenue dans les lixiviats issus de différentes filières de traitement des déchets ménagers assimilés . *Thèse de Doctorat, Université de Limoges*.

- [14] Wang F., 2004. Advanced oxidation treatment of aged raw and biologically treated landfill leachate. *Thèse de Doctorat Université Edmonton, ALBERTA.*
- [15] Aina MP., 2006. Expertises des centres d'enfouissement de déchets urbains dans les PED : contribution à l'élaboration d'un guide méthodologique et à sa validation expérimentale sur sites. *Thèse de Doctorat, Université de Limoges.*
- [16] Barres MM., Barlaz MA., Hamr K., Shaefer DM., 1990. Méthane production des lixiviats de décharge. *TSM / AG. HTM, N°6.*
- [17] Belkacemei M., 1993. Contribution à l'étude des interactions dans le système déchets – sol – eau : Cas de la décharge de Oued Smar. *Thèse Magister, ENP.*
- [18] Aimar P., Bacchin P., Maurel A., 2010. Filtration membranaire (OI, NF, UF, MFT) – Aspects théoriques : perméabilité et sélectivité. *Technique de l'ingénieur J 2790.*
- [19] Higy C., 2007. Introduction à l'ultrafiltration et présentation du projet de Gonelles. *Service intercommunal de gestion.*
- [20] Le Clech P., Chen V., Fane TAG., 2006. Fouling in membrane bioreactors used in wastewater treatment. *Journal of membrane Science, 284, 17-53.*
- [21] Grasmick A., Cabassud C., Sperandio M., Wisniewski C., 2007. Bioréacteurs à membranes et traitement des eaux usées. *Technique de l'ingénieur W 4140.*
- [22] Le Clech P., Jefferson B., Judd S., 2005. A comparison of submerged and sidestream tubular membrane bioreactor configurations. *Desalination, 173 (2), 113-122.*
- [23] Yamamoto K., Aiasa M., Mahmood T., Matsuo T., 1989. Direct solid-liquid separation using hollow fiber membrane in an activated sludge aeration tank. *Wat. Sci. Tech., 43-53.*
- [24] Aimar P., 2006. Filtration membranaire (OI, NF, UF) – Mise en oeuvre et performances. *Technique de l'ingénieur. W 4110.*
- [25] Gaid A, 2008. Traitements des eaux résiduaires. *Technique de l'ingénieur. C 5220.*
- [26] Scriban R., 1999. Biotechnologie. *Edition TEC & DOC. 5ème édition.*
- [27] Legier , 2000. Etude des macromolécules de lixiviat : caractérisation et comportement vis à vis des métaux. *Thèse de Doctorat. Université de Limoges.*

- [28] Yahiat S., 2010. Traitement des perturbateurs endocriniens par un procédé intégré. *Thèse de Doctorat. Université de Rennes.*
- [29] Rejsk F., 2002. Analyse des eaux : aspects réglementaires et techniques. *Séries Sciences et techniques de l'environnement ISBN : 2-86617-420-8.*
- [30] Rodier J., Legube B., Merlet N., 2009. Analyse de l'eau 9ème .édition *DUNOD. ISBN 978-2-10-054179-9*
- [31] C E A E Q: Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec, 2006.
- [32] Journal Officiel de la République Algérienne, 2006. Les valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels. *Décret executive n°06-141.*
- [33] Journal Officiel de la République Algérienne, 2009. Les modalités d'octroi de l'autorisation de déversement des eaux usées autres que domestiques dans un réseau public d'assainissement dans une station d'épuration. *Décret executive n°09-209.*
- [34] Christensen TH., Kjeldsen P., 1989. Basis biochemical process in landfills. Sanitary lanfilling : Process, Technology, and Enviromental Impact. *Academic press.*
- [35] Gerard MH., 2002. Nitrification and denitrification in the activated sludge process. *ISBN 0-471-06508-0. John Wiley and Sons, Inc.*
- [36] Lawrence K., Wany VI., Joo HWa., Tay Yung-Tse Hung., 2010. Hand book of environment engineering. *Environmental Biotechnology. ISBN : 978-1-58829-166-0.7*
- [37] Payen S., Mameri N., Portier M et Barion B., 1987. Les different modélisations pour la caractérisation des membranes d'ultrafiltration. *Laboratoire G.P.S.A-ENSER (Rennes).*
- [38] A D E M E, 2006. Techniques membranaire à gradient de pression. 13p

ANNEXES

ANNEXE A

Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO) (Standard methods)

Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec

A.1 Principe

Oxydation chimique des matières réductrices par un excès de $K_2Cr_2O_7$. Cette oxydation se réalise en milieu acide (H_2SO_4), en présence de sulfate de mercure comme catalyseur ($HgSO_4$), à ébullition à reflux pendant 2 heures dans un ballon ou un tube muni d'un réfrigérateur.

A.2 Appareil

- Appareil à reflux
- Bloc chauffant
- -Spectrophotomètre UV-Visible

A.3 Réactifs

A.3.1 Réactif de digestion

Dans 500 ml d'eau distillée ajouter dans l'ordre :

- $K_2Cr_2O_7$10,216 g, préalablement séché à l'étuve pendant 2h à 105°C ;
- $HgSO_4$ 33,3 g ;
- H_2SO_4167 ml.

A.3.2 Réactif d'acide sulfurique

Ajouter du Ag_2SO_4 dans du H_2SO_4 concentré à raison de 5,5 g de Ag_2SO_4 /kg de H_2SO_4

A.4 Mode opératoire

- Introduire dans un tube à fond plat de DCO 2,5 ml de l'échantillon à analyser.

999- Ajouter 1,5 ml de dichromate de potassium $K_2Cr_2O_7$.

- Ajouter lentement et avec précaution 3,5 ml d'acide sulfurique-sulfate d'argent en agitant soigneusement le tube et en refroidissant sous un courant d'eau froide de façon à éviter toute perte de substances organiques volatils.
- Porter à ébullition dans un bloc chauffant pendant 2 h.
- Effectuer la lecture sur le spectrophotomètre à $\lambda = 600$ nm.
- La teneur en DCO est déduite du graphe d'étalonnage.

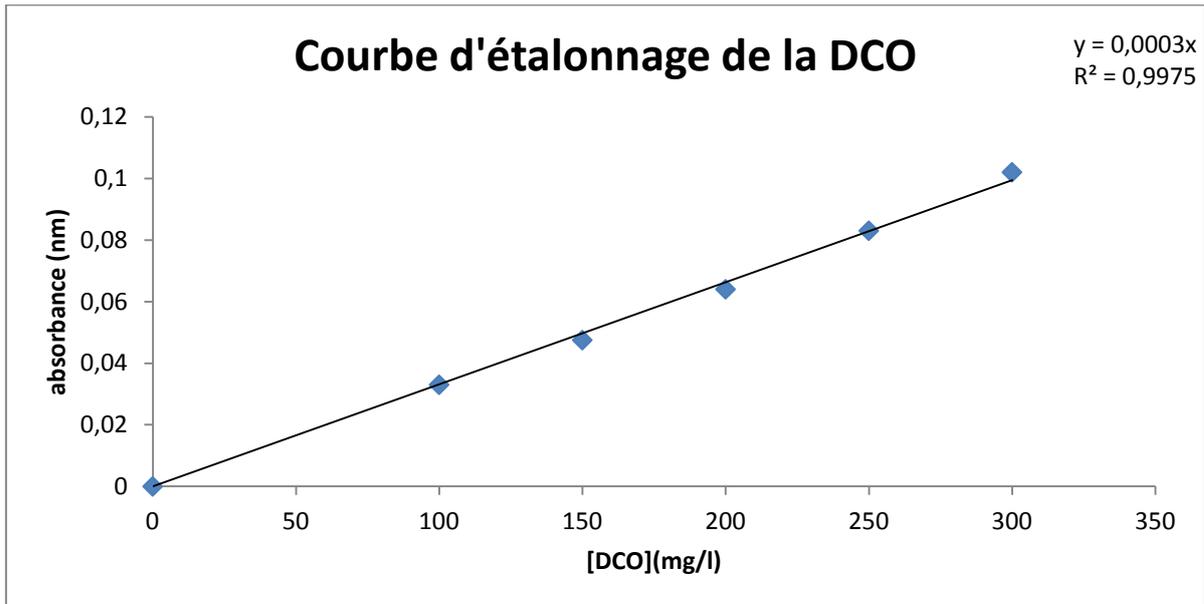


Figure 1 : Courbe d'étalonnage de la DCO

ANNEXE B

Dosage Des Nitrates (NO_3^-)

Méthode au réactif Sulfophénique

(Norme AFNOR NF T 90 102)

B.1 Principe

Transformation des nitrates en dérivé nitro-phenol-sulfonique coloré au moyen d'acide sulfophénique.

B.2 Appareil

- Spectrophotomètre UV-Visible.

B.3 Réactifs

B.3.1 Réactif sulfophénique

Dissoudre 12 g de phénol dans 144 ml d'acide sulfurique, H_2SO_4 ($d=1,84$) et mettre le mélange au bain marie pendant 2 heures pour que la réaction soit totale.

B.3.2. Ammoniac

B.4 Mode opératoire

- Prendre 5 ml de l'échantillon à analyser, le faire évaporer à sec.

-Laisser refroidir et ajouter 2 ml de réactif sulfophénique. -Attendre 10 minutes, puis ajouter 15 ml d'eau déminéralisée et 10 à 15 ml d'ammoniaque qui développe la couleur jaune. -Compléter à 50 ml avec de l'eau déminéralisée. -Effectuer la lecture sur le spectrophotomètre à $\lambda = 440 \text{ nm}$. -La teneur en nitrates est déduite du graphe d'étalonnage.

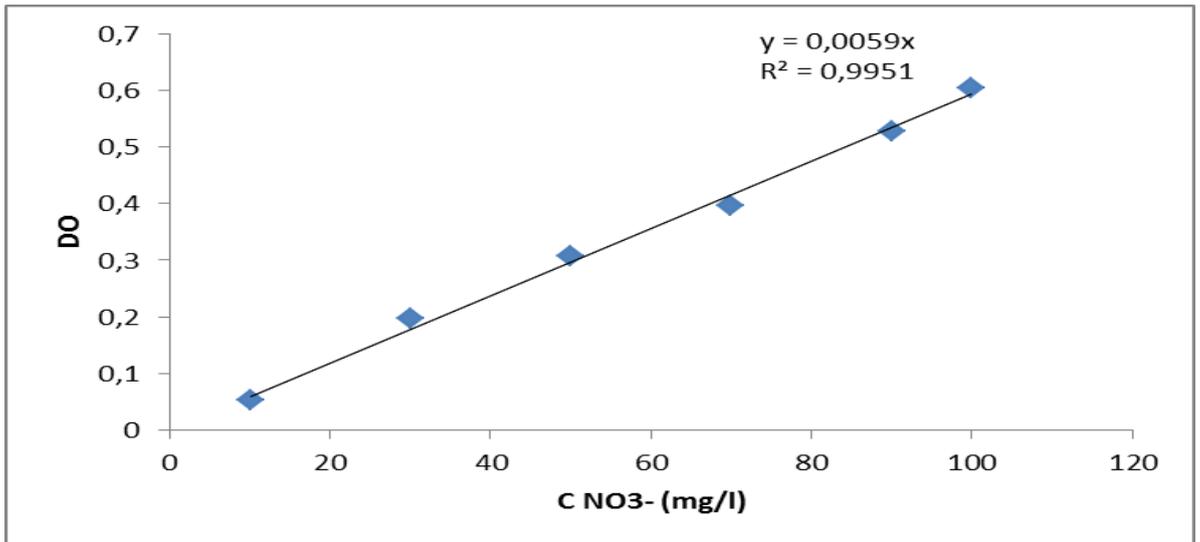


Figure 3 : Courbe d'étalonnage des nitrates

ANNEXE C

Détermination des phosphates (PO_4^{3-}) (ISO N° 6878)

C.1 Principe

Formation en milieu acide d'un complexe avec le molybdate d'ammonium et le tartrate double d'antimoine et de potassium. Réduction par l'acide ascorbique en un complexe coloré en bleu qui présente deux valeurs maximales d'absorption l'une vers 700 nm, l'autre plus importante à 880 nm.

C.2 Appareil

Spectrophotomètre UV- Visible

C.3 Réactifs

C.3.1. Réactif Mixte

Heptamolybdate d'ammonium 13 g.

Eau distillée 100 ml.

Tartrate d'antimoine 0.35 g.

Eau distillée 100 ml.

Acide sulfurique pur 150 ml

Eau distillée 150 ml.

Melanger les trois solution, conserver le reactif dans un flacon brun.

C.3.2. Acide ascorbique à 10 %

Acide ascorbique.....10 g.

Eau distillée100 ml.

C.4 Mode opératoire

- Prendre 40 ml d'eau à analyser ;
- Ajouter 1 ml acide ascorbique ;
- Ajouter 2 ml du réactif mixte ;
- Attendre 10 mn le développement de la couleur bleue ;
- Effectuer la lecture à une longueur d'onde de 880 nm ;

-La teneur en phosphates est déduite du graphe d'étalonnage.

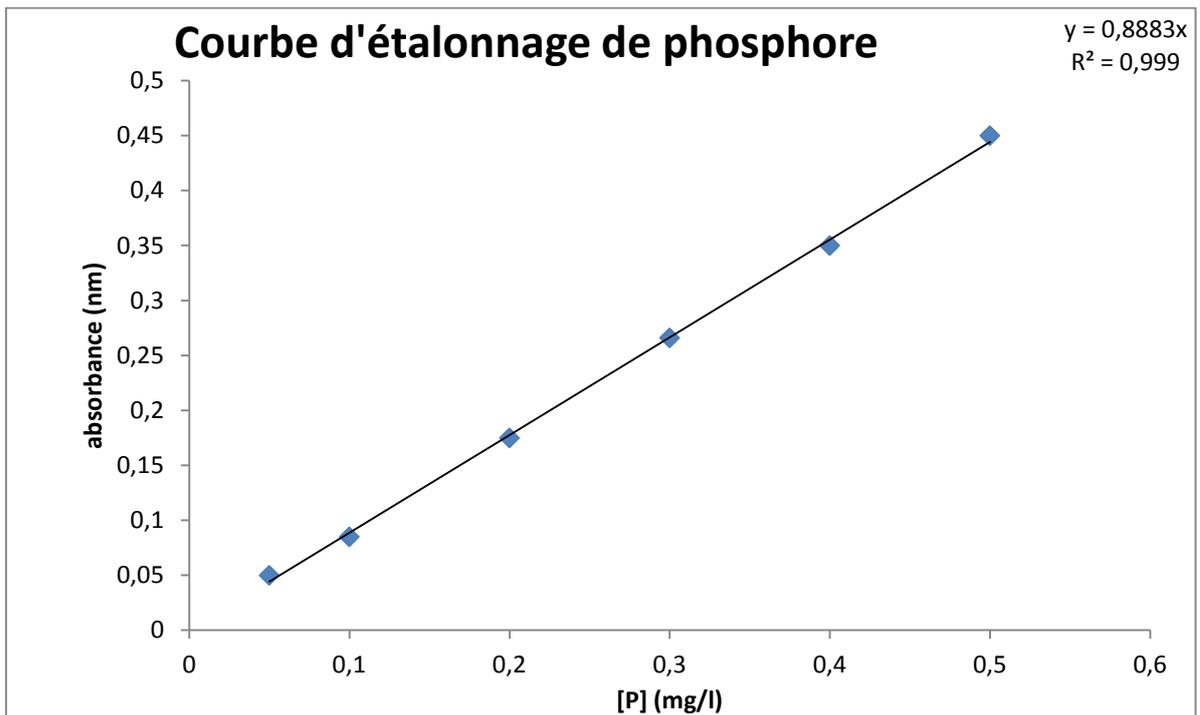


Figure 2 : Courbe d'étalonnage de phosphore

ANNEXE D

Dosage des nitrites

Méthode au réactif de diazotation

(Norme AFNOR NF T 90 013)

D.1 Principe

Les nitrites réagissent avec le Sulfanilamide pour former un composé diazoïque qui, après copulation avec le N1 Naphtyléthylènediamine dichlorure donne naissance à une coloration rose mesurée à 543nm.

D.2 Réactifs

D.2.1. Réactif de diazotation

Dans une fiole de 250 ml, contenant 150 ml d'eau distillée, ajouter dans l'ordre :

- H_3PO_425 ml.

-Sulfanilamide ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2\text{S}$)10g.

-dichlorure de N-(1-naphtyl) éthylène diamine 0,5 g.

Une fois le mélange totalement dissous, compléter à 250 ml avec de l'eau distillée

Mettre le réactif dans un flacon brun et le conserver à 4°C à l'abri de la lumière.

D.3 Mode opératoire

- Prélever 20 ml d'échantillon et l'introduire dans un tube à essai.

- Ajouter 0,4 ml du réactif de diazotation.

- Attendre 10 minutes et effectuer les mesures à la longueur d'onde $\lambda=537$ nm -La teneur en nitrites est déduite du graphe d'étalonnage

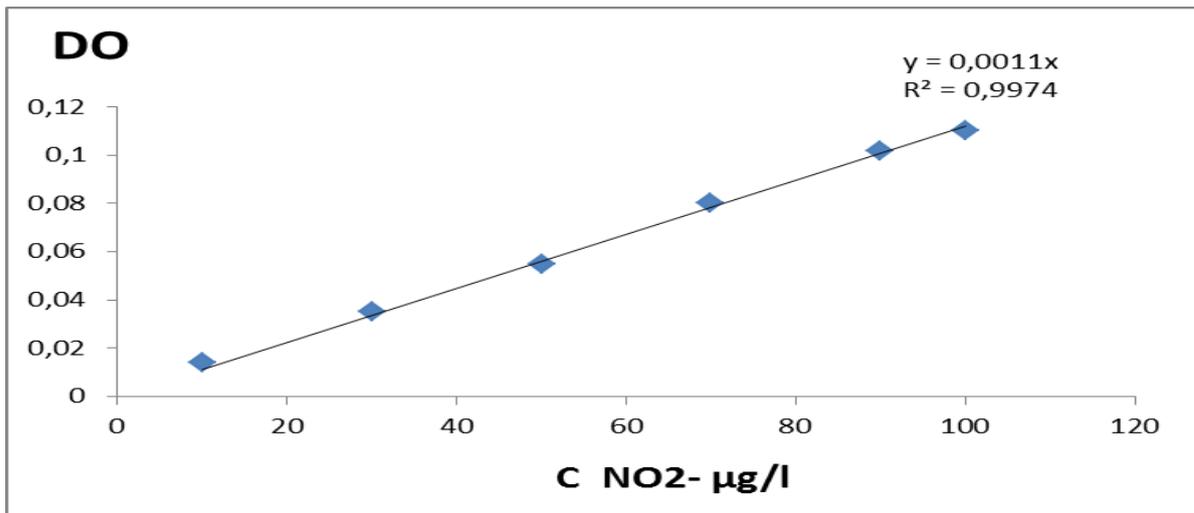


Figure 4 : Courbe d'étalonnage des nitrites

ANNEXE (E)

E1 .Champs d'application :

			Procédé			
Secteur	Produit	But de la séparation	MF	UF	NF	OI
Agriculture						
Irrigation	Eau	production			X	
Agro-alimentaire						
Lait et dérivés	Lactosérum	extraction		X	X	
		extraction		X		
		concentration				X
	Lait	extraction		X		
		stabilisation	X			
		concentration				X
Saumure	recyclage	X				
Boissons	Sans alcool	production				X
	Eau	recyclage		X		
	Jus de fruits	clarification	X			
		concentration				X
Boisson alcoolisée	Moût de raisin	production				X
	Eaux de vie	production				X
	Bière	clarification	X			
	Vin	clarification	X			
		stabilisation	X			
Sucrerie	Impuretés	extraction			X	
Vinaigre		clarification	X			
Alimentation animale	Plasma	extraction	X	X		
Produits spéciaux	Amidon	clarification		X		
	Gélifiant	extraction		X		
Divers	NEP	recyclage			X	
	Condensat	extraction				X
Automobile						
	Peinture	recyclage		X		X
Biotechnologies						
	Extrait végétal	concentration			X	
Bois						
Menuiseries	Fongicide	recyclage		X		
Agglomérés	Résine	recyclage				X
Caoutchouc						
	Latex	concentration		X		X
Chimie						
	Catalyseur	extraction	X	X		
	Colorant	extraction		X		
	Effluents	dépollution			X	
	Solvants	recyclage			X	X
Cosmétique						
	Extrait végétal	concentration			X	
Eau potable						

Mer	Sel	extraction				X
Surface	Nitrate	extraction			X	
	Trihalométhane	extraction			X	
Eaux usées						
	Bioréacteur à membrane	dépollution	X	X		
Electronique						
	Eau ultrapure	production	X			X
	Cuivre	recyclage			X	
Energie						
Chaufferie	Silice	extraction		X		
	Fer	extraction			X	
Hôpital						
hémodialyse	Eau	production			X	X
Imprimerie						
	Encre	recyclage		X		
Laverie						
	Effluent	recyclage	X		X	
Mécanique						
	Bains de dégraissage	recyclage		X		
	Eau de trempe	recyclage		X		
	Effluents	dépollution		X		
		dépollution				
	Ressuage	recyclage			X	
Mines						
	Effluents	dépollution			X	
		recyclage			X	
Papeterie						
	Eaux de désencrage	concentration	X			X
	Produits de couchage	recyclage		X		
Pharmacie						
	Antibiotique	extraction		X		
	Enzyme	extraction		X		
	Eau de procédé	production		X		X
	Eau ultrapure	production	X			X
	Extrait végétal	concentration			X	
Raffinerie						
Effluents	Eau-huile	dépollution		X		
Tertiaire						
Eaux	Hôtel	production			X	
	Piscine	recyclage		X		
Textile						
	Laine	recyclage		X		
	Colorants	dépollution			X	
Produits d'encollage		recyclage		X		
Traitement de Surface						
Effluent	Métaux lourds	dépollution			X	

Tableau I : Les champs d'application des technique membranaire [38]

