

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieure et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ DE BLIDA I

FACULTÉ DE TECHNOLOGIE

DÉPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES



Mémoire

Présenté par :

Melle **MAAZA** Imane

En vue de l'obtention du diplôme de :

MASTER EN GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

Option :

Eau, Environnement et Développement Durable

**Gestion Environnementale des Effluents Liquides de Fonds des
Bacs de Stockage des Hydrocarbures**

Encadreur :

Dr. ELHADI Djamel, Université de Blida I.

Mr L. MELIANI , Chef de service, Entrepôt carburant terre de Chiffa.

Septembre 2015

Remerciements

Je tiens à rendre hommage à tous nos enseignants et en particulier à Mr O. BOURAS pour nous avoir honorées en président le jury de ce mémoire. Toute ma gratitude envers la précieuse formation qu'il nous a transmise durant le parcours du master.

Mes sincères remerciements à Mr D. ELHADI pour la confiance qu'il m'a accordé en acceptant le thème proposé par Mr. L. MELIANI.

Mes vifs remerciements vont vers Mr A. ELHOUARI pour m'avoir accueillie au sein de sa direction (District Carburant Terre).

Je remercie vivement Mr L. MELIANI Pour ces précieux échanges instructifs, ainsi que toute l'équipe de la branche carburant, NAFTAL, Blida à leur tête Mr. HALILOU, Mr M. MERIEM et Mr. YOUGHURTA pour leur aide et leurs encouragements.

Mes cordiaux remerciements vont vers Mr K. TOUATI pour m'avoir accueillie et dirigée vers la direction assistance aux unités industrielles (AUI) au CRD de Boumerdes.

Je remercie également Mr RABIA pour sa disponibilité et sa précieuse générosité.

Mes vifs remerciements vont vers Mr D. ZERIRI pour m'avoir accueillie au sein de son département et d'avoir accepter de me recevoir au sein de son laboratoire évaluation et contrôle de la pollution industrielle au CRD de Boumerdes ainsi que pour sa précieuse disposition.

Tous mes remerciements vont vers l'équipe du département environnement du CRD de Boumerdes : Mr L. ELMOUSSAOUI, Mr K. OURABAH, Mr D. FEDOUL, Mr S. MEHIREL, Mr R. MENAA, Mme KHAROUNI, Mme KHENE et M^{elle} I. KENDEL.

Ainsi qu'à l'équipe du département traitement des eaux : Mme B. SAADI, Mme R. BOUBEKRI, Mr M. MALKI, Mr S. HAMITOCHE et Mr H. MEDAH sans oublier l'équipe du département métaux lourds à leur tête Mr BOUDIS.

Je remercie particulièrement Mr TOUNSI et Mr A. RAHALI du CRD de Boumerdes pour leur précieuse aide dans l'aboutissement de ma recherche.

J'adresse mes vifs remerciements à tout le personnel de la NAFTAL et à toute personne ayant contribué de près ou de loin à l'élaboration de mon mémoire, qu'elle trouve ici l'expression de mes très vifs remerciements.

Dédicaces

Je dédie spécialement ce travail à mes chers parents. À la plus belle créature que Dieu a créée sur terre, À cette source de tendresse, de patience et de générosité. À ma mère !

A mon adorable père pour son grand amour, son sacrifice, sa compréhension et son soutien moral et que sans lui je ne serai pas arrivée jusqu'ici.

Je dédie également ce modeste travail à :

- Mes chers Papys et Mamies qui ont toujours été à mes cotés.

- Mes frères bien aimés ISLAM et RYADH.

- Toutes mes tantes et oncles

- Mes cousines et cousins.

- Tous mes amis.

- Fazia , Karim , Adel et Zahir.

A tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, j'espère qu'ils trouveront dans ce mémoire toute ma gratitude.

« L'homme aurait toujours assez de moyens, s'il avait assez de volonté».

ملخص

الهدف الرئيسي من هذه الدراسة هو المساهمة في تحسين تسيير المياه الصناعية المعكرة • و بالتحديد تلك الناجمة من قاع خزانات الوقود لمؤسسة ناפטال

تبعاً للقانون الجزائري لمعالجة المياه الصناعية بصفة خاصة قمنا بإجراء تحاليل فيزيوكيميائية نتائجها وضحت ان هذه المياه تتميز بتركيز عالي من الحديد الذي يمنحها درجة تعكر تبلغ 475NTU

حيث تواجدتها في الوسط الخارجي دون معالجة يهدد سلامة البيئة و صحة الانسان. و منه من اجل الحد الكمي للمواد الملوثة التي تفسد شفافيتها • و بالتالي تحسين نوعيتها قبل ارسالها و امتزاجها مع الوسط الخارجي . قمنا بتطهيرها عن طريق عملية coagulation- flocculation-décantation من اجل تصليب المادة الغروية المتواجدة على سطح المياه المدروسة ثم تجميعها على شكل رقائق و اخيراً ترسيبها و بذلك ضمان نقاوة المياه بمعدل يتناسب و المجال الموافق عليه من طرف المرسوم الجزائري الخاص بمعالجة المياه الصناعية قبل القائها خارج المؤسسة.

نلاحظ من خلال هذه الدراسة ان نسبة نجاح عملية التطهير قدرت بمعدل جد معتبر و هو 97,8%

و في الأخيرتين ان وجود الرصاص, الكاديوم والزنك في المياه الصناعية، مع كميات صغيرة جداً لا يمثل خطر على البيئة

الكلمات المفتاحية

المياه الصناعية. المحروقات ؛ الجزيئات الغروية. الرصاص • التطهير •

Résumé

Cette étude est une contribution à la gestion des rejets pétroliers plus précisément les effluents liquides en provenance des bacs de stockage de carburant de la NAFTAL.

On constate que les effluents liquides ont un aspect agressif, ils se caractérisent par un pH neutre égal à 7,8 et par une teneur élevée en Hydrocarbures (224 mg/L), mais les procédés de décantation et de déshuilage permettent de réduire cette teneur avec un rendement égale à 98%.

Ces rejets se caractérisent aussi par des concentrations importantes en hydroxyde de fer sous forme de suspension qui donne une turbidité plus ou moins élevée (475 NTU). Pour résoudre techniquement et de façon économique ce problème, on a proposé un traitement physico-chimique qui permet la neutralisation des macromolécules colloïdes présentes dans l'eau.

Le raffinement des techniques de laboratoires nous a permis de mesurer avec précision des concentrations de différentes substances contenues dans cette eau de rejet avant et après traitement. Alors que les essais de la clarification (coagulation, floculation et décantation) nous permettent d'obtenir une turbidité résiduelle plus basse avec un rendement égale à 97,08%.

La présence de plomb, cadmium et de mercure dans les effluents liquides, avec de très faibles quantités ne présente pas de danger pour l'environnement.

Mots clés :

Effluent liquide ; Hydrocarbures ; Plomb ; Macromolécules colloïdes ; Clarification.

Abstract

This study is a contribution to the management of oily industrial wastes, more precisely on the liquid effluent from storage containers of NAFTAL.

It is noted that the liquid effluents have an aggressive aspect, they are characterized by a neutral pH equal to 7,8 and a high content of Hydrocarbons (224 mg / L), but the methods of settling and oiling reduce this content with a yield equal to 98%.

These discharges are also characterized by high concentrations of iron hydroxide in slurry form which gives a more or less high turbidity (475 NTU). To resolve technically and economically this problem, we proposed a physico-chemical treatment which allows the neutralization of the colloids macromolecules present in the water.

The refinement of laboratory techniques allows us to accurately measure concentrations of different substances contained in the waste water before and after treatment. The test of clarification allows us to obtain a lower residual turbidity with equal performance to 97,08%.

The presence of lead, cadmium and mercury in liquid effluents, with very small amounts do not present a hazard to the environment.

Keywords

Liquid effluent; Hydrocarbons; lead; Macromolecules colloids; Clarification.

Glossaire

- **ACGIH** : Conférence Américaine des Hygiénistes Industriels Gouvernementaux.
- **AFNOR** : Association Française de Normalisation.
- **CIRC** : Collectif d'Information et de Recherche Cannabique (alias IARC en anglais).
- **EPA** : Environmental Protection Agency .
- **API** : American Petroleum Institute.
- **Echantillon** : Quantité de matière sur laquelle les observations faites peuvent fournir des données sur l'ensemble dans lequel l'échantillon a été prélevé.
- **Echantillon instantané** : Il est caractéristique de l'instant t ou la mesure est effectuée.
- **Echantillon moyen** : Il est représentatif d'une période plus longue. On utilise un préleveur automatique.
- **Essence** : Fraction issue de distillation du pétrole.
- **Indice d'octane** : Mesure la résistance d'un carburant utiliser dans un moteur à l'allumage ou commandé à l'auto-allumage (allumage sans intervention de la bougie). Ce carburant est très généralement l'essence. On parle assez souvent improprement de capacité antidétonante du carburant pour un carburant d'indice d'octane élevé, un carburant ayant tendance à l'auto-allumage pouvant dans certains cas transiter à la détonation.
- **In situ** : Mesure ou traitement en place, dans l'environnement naturel (terme latin).
- **JORA** : Journal Officiel de la République Algérienne.
- **Lubrifiants** : Le mot latin «lubricus», est une huile onctueuse, généralement d'origine pétrolière, utilisée pour lubrifier le mouvement d'une machine, en refroidissant la surface métallique en contact.
- **Numéro CAS** : Est le numéro d'enregistrement unique auprès de la banque de données de Chemical Abstracts Service (CAS), d'un produit chimique, polymère, séquence biologique et alliage.
- **Numéro EINECS** : numéro d'identification d'une substance chimique répertoriée dans l'Inventaire Européen des Substances Chimiques Commerciales Existantes (EINECS).
- **Log P** : Log kow, il est égal au logarithme du rapport des concentrations de la substance étudiée dans l'octanol et dans l'eau. $\text{LogP} = \text{Log} (C_{\text{oct}}/C_{\text{eau}})$.
- **Norme (standard)** : Spécification technique approuvée par un organisme connu à l'activité normative, pour application rationnelle, répétée ou continue, sur la base des techniques opérationnelles du moment, mais dont l'observation n'est pas obligatoire.

Glossaire

- **NTP** : Le protocole d'Heure Réseau (Network Time Protocol ou NTP) est un protocole qui permet de synchroniser, via un réseau informatique, l'horloge locale d'ordinateurs sur une référence d'heure.
- **Développement durable** : Un concept qui vise la conciliation entre le développement socio-économique permanent et la protection de l'environnement, c'est à dire l'intégration de la dimension environnementale dans un développement qui vise à satisfaire les besoins des générations présentes et futures.
- **Environnement** : Les ressources naturelles abiotiques et biotiques telles que l'air, l'atmosphère, l'eau, le sol et le sous-sol, la faune et la flore y compris le patrimoine génétique, les interactions entre lesdites ressources ainsi que les sites, les paysages et les monuments naturels.
- **Ecosystème** : Le complexe dynamique formé de communautés de plantes, d'animaux, de micro-organismes et de leur environnement non vivant, qui par leurs interactions forment une unité fonctionnelle.
- **Polluant** : Produit, substance ou composé chimique responsable d'une pollution. On distingue les polluants primaires, rejetés directement dans le milieu naturel, les polluants secondaires qui proviennent des réactions sur les premiers, ou entre eux.
- **Pollution** : Modification défavorable du milieu naturel qui apparaît comme un sous-produit de l'action humaine altérant les critères de répartition des flux d'énergie, des niveaux de radiation, de la constitution physico-chimique du milieu naturel et de l'abondance des espèces vivantes.
- **Valeur limite** : Niveau de concentration d'un polluant déterminé sur la base de connaissances scientifiques du moment dans le but d'éviter, de prévenir ou de réduire les effets nocifs sur la santé humaine et/ou l'environnement dans sa globalité, imposé par la réglementation à une installation et qui ne doit pas être dépassé.

Abréviations

Hc : Hydrocarbure.

C : Carbone.

% : Pourcentage.

μ : Micro.

As : Arsenic.

°C : Degré Celsius.

Cd : Cadmium.

Ca⁺² : Calcium.

Mg⁺² : Magnésium.

C₂H₅Cl : Chlorure d'éthyle.

Cr : Chrome.

Cu : Cuivre.

DBO₅ : Demande Biologique en Oxygène.

DCO : Demande Chimique en Oxygène.

COT : Carbone Organique Total.

MES : Matières En Suspension.

T : Température.

pH : Potentiel Hydrogène.

g : Gramme.

mV : Milli Volt.

ppm : Partie par million.

h : Heure.

H : Hydrogène.

HCl : Acide Chlorhydrique.

Hg : Mercure.

Na : Sodium.

Ni : Nickel.

Pb : Plomb.

Table des matières

INTRODUCTION GENERALE.....	01
CHAPITRE I : GENERALITES	
Introduction.....	03
I.1. DEFINITION.....	03
I.2.GENERALITES SUR LES HYDROCARBURES.....	03
I.2.1 LES HYDROCARBURES	03
I.2.2 PROPRIETES PHYSIQUES DES HYDROCARBURES.....	04
I.2.3 PROPRIETES CHIMIQUES.....	05
I.3. Le stockage des produits pétroliers	05
I.3.1 Description du bac de stockage	05
I.3.2. Effluents liquides provenant des bacs du stockage.....	06
I.3.2.1 Nature des polluants.....	07
I.3.2.2 Origine des polluants.....	07
I.3.2.3 Définition des effluents liquides.....	07
I.3.2.4 Composition des effluents liquides	08
I.4. Caractérisation des effluents liquides.....	08
I.4.1. Paramètres organoleptiques.....	08
I.4.2. Paramètres physiques	08
I.4.3. Paramètres chimiques.....	09
I.5. Généralité des métaux lourds	11
I.5.1 Le plomb	11
I.5.2 Le plomb tétraéthyle	11
I.6. Impacts	13
I.6.1.Toxicologie des hydrocarbures	13
I.6.2. Toxicologie du plomb	13
I.6.3. Toxicologie du plomb tétra-éthyle	14
I.7. Réglementation	15
Conclusion	18

Table des matières

Chapitre II : Procédés de Traitement des Effluents Liquides

Introduction	19
II.1. Choix des procédés de traitement des effluents liquides	19
II.2. Elimination des contaminants non biodégradables	20
II.3. La clarification	21
II.3.1. Traitement physique	21
II.3.1.1. Déshuilage	21
II.3.2. Traitement physico-chimique	24
II.3.2.1. Coagulation-floculation	24
II.4. La coagulation	25
II.4.1. Choix du coagulant	30
II.4.2. Les coagulants	31
II.5. Les facteurs influençant la coagulation	35
II.6. la floculation	36
II.7. la décantation	37
II.8. La filtration	38
II.9. La précipitation.....	38
II.9.1. Facteurs influant sur le processus de précipitation	40
Conclusion.....	40

Partie pratique

1. Introduction	41
2. Dispositif expérimental	41
3. Caractérisation des effluents liquides	42
3.1. Paramètres physiques	42
3.2. Paramètres chimiques	42
3.3. Paramètres de toxicité	42
4. Traitement par coagulation-floculation.....	44
4.1. Procédé de traitement (Jat-test).....	44
4.2. Préparation des solutions	44

Chapitre III : Résultats et Discussions

III.1 Les résultats	45
III.1.1 Caractérisation	45
III.1.2 Traitement:.....	51

Table des matières

III.1.2.1 Coagulation-Floculation.....	51
III.1.2.2 Détermination de la dose optimale de coagulant	51
III.1.2.3 Effet du temps de contact.....	53
III.1.2.4 Effet du pH	58
III.1.2.5.Effet de la température	60
Conclusion	62
CONCLUSION GENERALE.....	63
Recommandation	
Bibliographie	
Annexes	

Liste des Tableaux

Tableau I.1 : Propriété du plomb tétraéthyle.....	12
Tableau I.2 : Les valeurs limites maximales des paramètres de rejet des installations des déversements industriels en Algérie.....	17
Tableau II.1 : Temps nécessaire de décantation de certains organismes dans 1 mètre d'eau.....	26
Tableau II.2 : Dérivés des sels d'aluminium et de fer.	31
Tableau .1 : Paramètres analysés, matériels et normes utilisés.....	43
Tableau III.1 : Valeurs de température dans les eaux de rejets.....	45
Tableau III.2 : Valeurs du pH dans les eaux de rejets.....	45
Tableau III.3 : Valeurs de la conductivité dans les effluents liquides.....	46
Tableau III.4 : Valeurs de l'Oxygène dissous dans les effluents liquides.....	46
Tableau III.5 : Valeurs de la turbidité dans les effluents liquides.....	46
Tableau III.6 : Valeurs de la DCO dans les effluents liquides.....	47
Tableau III.7 : Valeurs de la DBO ₅ dans les effluents liquides.....	47
Tableau III.8 : Valeurs de la teneur des effluents liquides en matière en suspension.....	48
Tableau III.9 : Valeurs de la teneur des effluents liquides en hydrocarbure.....	48
Tableau III.10 : Valeurs de la teneur des effluents liquides en COT.....	48
Tableau III.11 : Valeurs des teneurs en plomb dans les effluents analysés.....	49
Tableau III.12 : Concentration en cadmium dans les effluents liquides.....	49
Tableau III.13 : Concentration en mercure dans les effluents liquides.....	50
Tableau III.14 : Valeurs de la teneur des effluents liquides en chlorure.....	50
Tableau III.15 : la variation de pourcentage d'élimination de la turbidité, MES, COT, Hc, Ca ²⁺ et Mg ²⁺ en fonction de la dose des coagulants (Al ₂ (SO ₄) ₃ , 18 H ₂ O ; FeCl ₃ , 6H ₂ O ; pH=7,8 ; T=22,6°C).....	51
Tableau III.16 : la variation de pourcentage d'élimination de la turbidité, MES,COT, Hc, Ca ²⁺ et Mg ²⁺ en fonction du temps de contact (C _{Al2(SO4)3, 18H2O} = 150mg/L; C _{FeCl3, 6H2O} =100mg/L; pH=7,8 ; T=22,6°C).....	54
Tableau III.17 la variation de pourcentage d'élimination de turbidité, MES, COT, Hc, Ca ⁺² et Mg ⁺² en fonction du pH (C _{coag AL2(SO4)3, 18H2O} =150mg/L, C _{coag FeCl3,6H2O} = 100 mg/L, T=22,6°C).....	59

Liste des Tableaux

Tableau III.18 : la variation de pourcentage d'élimination de turbidité, MES, COT, Hc, Ca^{+2} , Mg^{+2} en fonction de la température ($\text{C}_{\text{coag}} \text{AL}_2(\text{SO}_4)_3, 18\text{H}_2\text{O}=150\text{mg/L}$, $\text{C}_{\text{coag}} \text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}=100 \text{ mg/L}$, $\text{pH}=7,8$).....60

Liste des Figures

Figure I.1 : Schéma d'un bac à toit fixe.....	06
Figure I.2 : Structure moléculaire du plomb tétraéthyle	12
Figure II.1 : Schéma d'un réseau séparatif.....	20
Figure II.2 : Courbe de séparation d'un HC dans l'eau.....	22
Figure II.3 : Distance d'ascension d'une goutte d'HC en fonction du temps et de sa taille.	23
Figure II.4 : Le principe de la coagulation, Flocculation.....	25
Figure II.5 : La double couche d'une particule colloïdale.....	27
Figure II.6 : Théorie de la Double Couche, potentiel zêta.....	29
Figure II.7 : Emprisonnement des particules dans les floccs pendant la décantation.....	30
Figure II.8 : Adsorption et pontage à l'aide de polymères	30
Figure II.9 : Mécanisme de la coagulation.....	33
Figure II.10 : Diagramme de distribution pour Al-H ₂ O.....	34
Figure II.11 : Diagramme de solubilité de l'hydroxyde d'aluminium Al(OH) ₃ (s) à 25°C...	35
Figure II.12 : Procédé de récupération des floccs par un décanteur cylindrique.....	37
Figure II.13 : Procédé de récupération des floccs par flottation.....	38
Figure II.14 : Zone optimal de pH de précipitation.....	39
Figure III.1 : Effet de la variation de pourcentage d'élimination de la turbidité, MES, COT, Hc, Ca ²⁺ et Mg ²⁺ en fonction de la dose des coagulants (pH=7,9 ; T=22,6°C)...	52
Figure III.2 : Influence du temps de contact de la coagulation flocculation sur l'élimination de la turbidité (C _{Al₂(so₄)₃, 6H₂O} = 150mg/L, C _{FeCl₃, 6H₂O} = 100 mg/L, pH= 7,8, T= 22,6).....	54
Figure III.3 : Influence du temps de contact de la coagulation flocculation sur l'élimination des MES (C _{Al₂(so₄)₃, 6H₂O} = 150mg/L, C _{FeCl₃, 6H₂O} = 100 mg/L, pH= 7,8 T= 22,6).....	55
Figure III.4 : Influence du temps de contact de la coagulation flocculation sur l'atténuation du COT (C _{Al₂(so₄)₃, 6H₂O} = 150mg/L, C _{FeCl₃, 6H₂O} = 100 mg/L, pH= 7,8, T= 22,6).....	55
Figure III.5 : Influence du temps de contact de la coagulation flocculation l'élimination des Hc (C _{Al₂(so₄)₃, 6H₂O} = 150mg/L, C _{FeCl₃, 6H₂O} = 100 mg/L, pH= 7,8, 22,6).....	56

Liste des Figures

Figure III.6: Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur l'élimination des ions Ca^{+2} ($\text{C}_{\text{Al}_2(\text{so}_4)_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 150\text{mg/L}$, $\text{C}_{\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 100\text{ mg/L}$, $\text{pH} = 7,8$, $\text{T} = 22,6$).....	56
Figure III.7: Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur l'élimination des ions Mg^{+2} ($\text{C}_{\text{Al}_2(\text{so}_4)_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 150\text{mg/L}$, $\text{C}_{\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 100\text{ mg/L}$, $\text{pH} = 7,8$, $\text{T} = 22,6$).....	57
Figure III.8: Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur le traitement des effluents liquides ($\text{C}_{\text{Al}_2(\text{so}_4)_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 150\text{mg/L}$, $\text{pH} = 7,8$, $\text{T} = 22,6$).....	57
Figure III.9: Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur le traitement des effluents liquides ($\text{C}_{\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 100\text{ mg/L}$, $\text{pH} = 7,8$, $\text{T} = 22,6$).....	58
Figure III.10: Effet de la variation de pourcentage d'élimination de turbidité, COT, Hc, MES, Ca^{+2} et Mg^{+2} en fonction du pH ($\text{C}_{\text{coag Al}_2(\text{SO}_4)_3, 18\text{H}_2\text{O}} = 150\text{mg/L}$, $\text{C}_{\text{coag FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 100\text{ mg/L}$, $\text{T} = 22,6^\circ\text{C}$).....	59
Figure III.11: Effet de la variation de pourcentage d'élimination de turbidité, MES, COT, Hc, Ca^{+2} et Mg^{+2} en fonction de la température ($\text{C}_{\text{coag Al}_2(\text{SO}_4)_3, 18\text{H}_2\text{O}} = 150\text{mg/L}$, $\text{C}_{\text{coag FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 100\text{ mg/L}$, $\text{pH} = 7,8$).....	61

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION

Depuis le début du siècle, l'environnement a été soumis à la pression croissante des activités industrielles productrices de plusieurs polluants expulsés dans le milieu naturel. Des effets se sont faits rapidement sentir, en effet l'homme s'est retrouvé face à une situation inédite car la pollution a provoqué la dégradation du milieu naturel, de la biodiversité et de la santé humaine.

Aujourd'hui, la protection de l'environnement naturel est devenue l'une des principales préoccupations de la population dans la plupart des pays industrialisés, et même dans les pays en voie de développement et constitue actuellement une composante essentielle de la stratégie des entreprises.

En Algérie, Les ressources pétrolières constituent la base de l'économie de notre pays mais aussi la principale source d'énergie, leur exploitation nécessite beaucoup de moyens notamment pour l'extraction, le raffinage, le traitement, le stockage et la distribution. Tous ces processus génèrent de grandes quantités de rejets de différents types (liquides, solides et gazeux) qui causent des problèmes de pollution divers, dont les conséquences sont aussi nombreuses que variées.

Un exemple concret dans le cas du stockage est celui des risques de contamination des eaux souterraines par les rejets d'effluents liquides provenant du fond des bacs de stockage. Ces effluents se divisent en deux catégories, les effluents non plombés issus du stockage des produits ne contenant pas du plomb (essence sans plomb, kérosène, fuel, gasoil) et les effluents plombés issus du stockage des produits contenant du plomb (essence normal, super), et de par leurs importantes quantités et impacts sur l'environnement ils ne peuvent pas être rejetés directement dans la nature.

En effet leurs propriétés intrinsèques et leurs compositions dégradent notre écosystème, en nuisant à ses différents constituants (faune, flore et homme).

Face à des contraintes réglementaires de plus en plus sévères, la lutte contre la pollution industrielle s'est intensifiée et l'utilisation des procédés appropriés devient impérative. Pour cette raison, les aires de stockage de produits pétroliers sont les endroits principaux où l'on utilise le décanteur ou séparateur Hydrocarbures /Eau. Ce dispositif consiste en une séparation des éléments liquides et des éléments solides sous l'effet de la pesanteur, il est destiné au traitement des différents effluents provenant des réservoirs d'essence. Ces eaux après traitement, elles sont rejetées vers l'extérieur (réseau d'égout). Mais la question qui se

pose : le rendement de la décantation est-il suffisant pour satisfaire les exigences épuratoires de la réglementation actuelle ?

Notre travail porte sur la gestion des effluents liquides de l'entreprise Naftal, branche carburant. Et ce dans le but d'une contribution à la lutte contre la pollution et la protection de l'environnement. La gestion de ces effluents passe par des traitements, divers procédés physico-chimiques permettent de minimiser ou d'éliminer totalement la turbidité, les MES, les hydrocarbures et le plomb contenus dans ce type de rejet avant leurs déversement au milieu naturel.

La présente étude se subdivise en trois chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à l'étude théorique comprenant respectivement des généralités sur les hydrocarbures, le plomb, les effluents liquides du fond des bacs de stockage et leurs caractéristiques ainsi que l'impact et la réglementation.
- Dans le deuxième chapitre, nous allons proposer quelques techniques de traitement afin de lutter contre les nuisances engendrées par ces effluents liquides.
- Le troisième chapitre, est dédié à l'étude expérimentale dans laquelle les résultats obtenus au cours de la caractérisation et du traitement des effluents liquides sont discutés.

-Et enfin nous achevons cette étude par une conclusion.

CHAPITRE I: GENERALITES

CHAPITRE I: GENERALITES**Introduction**

L'industrie pétrolière génère des quantités considérables de rejets sous différentes formes : liquide, solide et gazeuse. Les effluents liquides retirés des réservoirs d'essence contiennent des éléments polluants hautement toxiques tels que les hydrocarbures, le plomb et les matières en suspension, Leurs déversement dans un réseau public sans traitement est complètement nocif et dangereux pour l'homme et son environnement. Attachée aux principes de développement durable, La protection de l'environnement est une préoccupation primordiale de la société au sens de la loi n°03-10 du 19 juillet 2003. En effet, les sociétés industrielles doivent mettre l'accent sur la manière de gestion des polluants.

Dans ce qui suit nous allons donner des généralités sur la pollution des eaux, les hydrocarbures et aborder le stockage qui est à l'origine de ces effluents.

I.1.Définition**❖ Pollution des eaux**

L'introduction dans le milieu aquatique de toute substance susceptible de modifier les caractéristiques physiques, chimiques et/ou biologiques de l'eau et de créer des risques pour la santé de l'homme, de nuire à la faune et à la flore terrestres et aquatiques, de porter atteinte à l'agrément des sites ou de gêner toute autre utilisation normale des eaux [1] .

❖ Effluents liquides

Rejet d'effluents liquides industriels : tout déversement, écoulement, jet et dépôt d'un liquide direct ou indirect qui provient d'une activité industrielle [2] .

I.2.Généralités sur les hydrocarbures**I.2.1 Les hydrocarbures :**

Ce sont des composés organiques, constitués de carbone et d'hydrogène ($C_x H_y$). La pollution par les hydrocarbures résulte de plusieurs activités liées à l'extraction du pétrole donc ils se rencontrent essentiellement dans le pétrole et les fractions pétrolières qui sont des mélanges complexes des hydrocarbures et de quelques produits oxygénés, azotés et soufrés. Ces composés chimiques sont des substances peu solubles dans l'eau et difficilement biodégradables.

On distingue quatre grandes catégories d'hydrocarbures [3]

- Les hydrocarbures saturés.
- Les hydrocarbures insaturés.
- Les hydrocarbures aromatiques.
- Les hydrocarbures asphaltiques.

I.2.2 Propriétés physiques des hydrocarbures

❖ **La température d'ébullition** : renseigne sur la volatilité d'un composé par rapport à d'autres, elle augmente avec le nombre de carbone et la classe et elle est comprise entre 36,2 – 344.0 ° C [4].

❖ **La densité** : en générale, les hydrocarbures ont une densité inférieure à l'unité et par conséquent flottent sur l'eau.

❖ **La viscosité** : varie en fonction du composé considéré, elle décroît avec l'augmentation de la température, et augmente avec le nombre de carbone [4].

❖ **La solubilité** : est la tendance du composé à se dissoudre. Celle des hydrocarbures dans l'eau est liée au caractère polaire de celui-ci, elle détermine l'extension du panache de la pollution dissoute.

❖ **La volatilité** : définit l'équilibre entre phase liquide et la phase vapeur d'un produit donné.

❖ **La masse moléculaire** : est importante lors de calculs d'équipement de raffinerie. Elle est fonction de la température d'ébullition, la formule empirique la plus utilisée pour sa détermination est la relation de VOINOV [5] :

$$M_m = a + b T_m + c T_m^2$$

a, b et c : Constantes qui dépendent de la classe des hydrocarbures.

T_m : Température moyenne d'ébullition du produit concerné.

❖ **Le point d'écoulement** : température limite entre la phase liquide et semi solide.

❖ **Le point éclair** : qui définit le caractère explosif et combustible du produit.

❖ **Teneur en aromatique** : toxicité du produit.

La toxicité qui est le facteur intégrant tous les autres paramètres et qui permet de déterminer les éventuelles précautions à prendre sur le plan de l'hygiène et de la sécurité.

I.2.3 Propriétés chimiques

En général, les **hydrocarbures saturés** : sont très peu réactifs et donc très stables, l'uniformité de leur structure exclut toute perturbation de la densité électronique [4] .

❖ Les alcènes

Possèdent un véritable groupe fonctionnel, la liaison double, la réactivité de ce dernier est due à la forte densité électronique due à la mobilité de ces électrons. La double liaison constitue un point d'insaturation rendant possible les réactions d'addition entre autre avec le chlore.

❖ Les triples liaisons des alcynes

Présentent une réactivité assez homologue à celle de la double liaison, elles offrent des possibilités de réactions d'addition notamment.

❖ Le cycle benzénique

Est particulièrement stable du fait de la délocalisation des trois doublets d'électrons « π ».

I.3. Le stockage des produits pétroliers

L'approvisionnement en produits pétroliers s'effectue par pipeline. Il s'agit d'un transfert de produits carburants depuis la raffinerie vers les bacs de stockage à travers les canalisations qui sont complètement enterrées jusqu'aux réservoirs de stockage.

I.3.1 Description du bac de stockage

Les produits pétroliers sont repartis en quatre classes suivant leurs volatilités. A chaque classe correspond des types particuliers de réservoirs qui se différencient par leur pression de service. Chaque réservoir supporte d'une part la pression hydrostatique créée par le liquide contenu, et d'autre part, la pression de la phase gazeuse surmontant le liquide [6].

Les quantités nécessaires prévues pour le stockage sont déterminés à tous les stades des besoins par des considérations techniques, économiques et politiques.

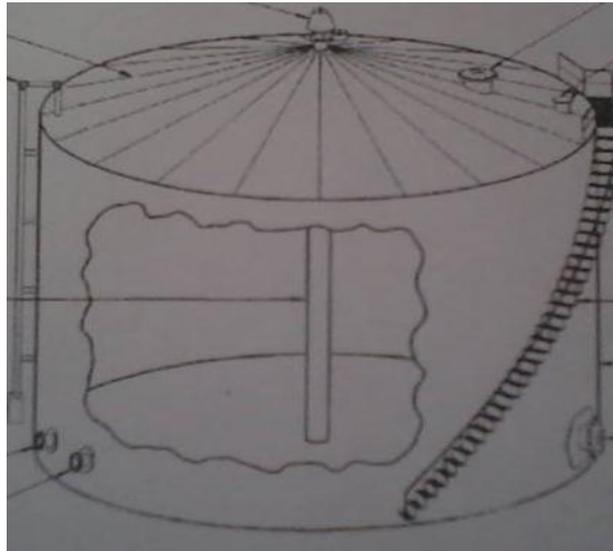


Figure I.1 : Schéma d'un bac à toit fixe [7]

Les bacs de stockage du pétrole sont des réservoirs généralement cylindriques constitués par :

- Un fond généralement bombé et purgé.
- Une robe ou une virole.
- Un toit fixe ou flottant.
- Différents accessoires : échelle d'accès, trappes de visite etc.

I.3.2. Effluents liquides provenant des bacs du stockage

Ce type d'effluent est un rejet pétrolier qui regroupe une eau contaminée par les hydrocarbures obtenus lors de l'extraction et de la transformation des matières premières, Donc on parle d'une eau résiduaire des différentes étapes du raffinage jusqu'à l'arrivée au bassin de stockage ou l'eau se sépare du pétrole pour occuper le fonds des bacs qui sont régulièrement purgées.

✓ Opération de nettoyage

Les travaux de curage indispensables des bacs sont effectués périodiquement tous **les dix ans**, se sont des opérations dangereuses en raison de la présence des vapeurs inflammables et toxiques. Ces travaux nécessitent une vidange complète, un temps de séchage, un **lavage au jet d'eau** à fort débit pour empêcher l'explosion. Une quantité

d'hydrocarbures collés à la paroi sera récupérée à la fin du processus et ceci donne aussi une naissance d'un effluent liquide [8].

I.3.2.1 Nature des polluants

Les produits stockés dans les bacs représentent les différentes fractions issues du raffinage du pétrole.

Les métaux lourds principalement, le fer et le nickel sont obtenus par la corrosion des bacs ainsi que du raclage des parois lors du nettoyage de ces derniers. Le plomb est obtenu par l'addition du plomb tétra éthyle utilisé pour l'amélioration des qualités du carburant destiné aux moteurs à explosion interne par l'augmentation du pouvoir antidétonant tout en réduisant le dépôt de la calamine sur les bougies ainsi que le phénomène de la corrosion.

Lorsqu'une matière liquide renfermant des particules en suspension et entreposées dans un réservoir, les impuretés en suspension les plus lourdes se séparent du pétrole et se déposent au fond, ce qui donne une eau fortement polluée appelée **effluent liquide**. Ce dernier occupe le fond du bac de stockage des hydrocarbures et qui s'est séparé du liquide, et cela à la suite d'un séjour prolongé.

I.3.2.2 Origine des polluants

En phase de stockage des produits raffinés, les particules lourdes de paraffines, l'eau, les substances inorganiques et les sables s'accumulent au fond des bacs. Elles constituent les effluents liquides de stockage des produits raffinés dont l'accumulation réduit considérablement la capacité initiale des bacs.

I.3.2.3 Définition des effluents liquides

Les effluents liquides sont issus de certaines activités industrielles à usage d'hydrocarbure tel que : l'industrie pétrolière. Ils se composent également d'eau, d'hydrocarbures, des huiles, des solvants et de métaux lourds qui peuvent être récupérés. Ceci permet de les purifier avant leur déversement dans un réseau public.

Remarque : les effluents liquides contiennent de l'eau ou d'autres rejets liquides, mais aussi des poussières et des suspensions.

I.3.2.4 Composition des effluents liquides

Les effluents liquides récupérés des bacs de stockage, sont formés principalement par la rouille du réservoir en acier, ils consistent en un mélange d'oxydes de fer, d'essence, de composés organiques et non organiques.

I.4. Caractérisation des effluents liquides

L'estimation de la pollution industrielle est un problème complexe et délicat qui fait appel à des dosages et des tests de différents paramètres servant à caractériser de manière globale et pertinente le niveau de la pollution présente dans les effluents. Pour ce fait il est nécessaire de les connaître et/ ou de les modifier pour une meilleure application du traitement :

I.4.1 Paramètres organoleptiques

a. Couleur

La couleur des effluents liquides est en général grise, signe de présence de matières organiques dissoutes, de MES, du fer ferrique précipité à l'état d'hydroxyde colloïdale, du fer ferreux lié à des complexes organiques et de divers colloïdes [9].

b. Odeur

Les effluents liquides se caractérisent par une odeur de moisi. Toute odeur est signe de pollution qui est due à la présence de matières organiques en décomposition [9].

I.4.2 Paramètres physiques

❖ Température

Elle joue un rôle important dans la solubilité des sels et surtout des gaz (en particulier O₂) dans l'eau ainsi que, la détermination du pH et la vitesse des réactions chimiques. La température agit aussi comme facteur physiologique sur le métabolisme de croissance des microorganismes vivants dans l'eau [9].

❖ La conductivité électrique

Elle traduit le degré de minéralisation globale, nous renseigne sur le taux de salinité et sur la mobilité des ions .c'est une expression numérique de la capacité de l'eau à conduire un courant électrique, courant produit par les ions inorganiques présents à l'état dissous. Elle est mesurée en milli Siemens par centimètre [11].

❖ Turbidité

Elle caractérise le degré de non transparence de l'eau, elle traduit la présence des MES, elle donne une première indication sur la teneur en matière colloïdale, d'origine minérale ou organique, qui troublent l'eau (c'est donc une notion opposée à celle de limpidité).

Elle est mesurée, soit par la mesure de la limite de visibilité d'un objet défini (fil de platine, disque de Secchi), soit plus scientifiquement par la mesure de la lumière diffusée à 90°C par rapport à la lumière incidente dans des appareils nommés turbidimètres, eux-mêmes étalonnés par des substances témoins opalescentes (formazine) dont les résultats sont exprimés en NTU ou NFU ou FAU suivant les conditions opératoires [12].

- ✓ NTU<5 =>eau claire.
- ✓ NTU<30=>eau légèrement trouble.
- ✓ NTU>50=>eau trouble [13].

❖ Matières en suspension

Désigne l'ensemble des matières solides (petites particules de polluants solides qui résistent à la séparation par des méthodes conventionnelles) contenues dans une eau usée et pouvant être retenues par filtration ou centrifugation [10].

On distingue :

- D'une part les matières en suspension décantables en 2 h,
- Les matières en suspension non décantables (fraction colloïdale) ;
- Et, d'autre part, les matières en suspension organiques et minérales (calcination à 550 °C).

❖ Résidus secs = Matières sèches (MS)

La teneur en matières sèches à 105°C inclut à la fois les matières en suspensions et les sels dissous. La détermination de la teneur des effluents liquides en matières sèches est exprimée en mg/L [12].

I.4.3 Paramètres chimiques**❖ Le potentiel d'Hydrogène (PH)**

Indice permettant de mesurer l'activité de l'ion hydrogène dans une solution. Le PH joue un rôle important dans l'élimination du plomb dans les sols en changeant sa solubilité et

sa mobilité. La biodégradation des hydrocarbures dans un milieu liquide fait baisser le pH, ce qui augmente la solubilité des métaux lourds et leurs concentrations dans les effluents. La formation des sulfates de plomb à des PH acides, phosphates et hydroxyde de plomb à des PH neutres, et les carbonates de plomb à des PH basiques, limite la solubilité du plomb dans le sol [10].

❖ Demande chimique en oxygène (DCO)

C'est la mesure de la quantité d'oxygène nécessaire qui correspond à la quantité des matières oxydables par oxygène renfermé dans un effluent. Elles représentent la plus part des composés organiques (détergents, matières fécales) ainsi que des sels minéraux oxydables. Elle est mesurée par la consommation d'oxygène par une solution de dichromate de potassium en milieu sulfurique en présence de sulfate d'argent et de sulfate de mercure II (complexant des chlorures), à chaud pendant 2h [12].

❖ Demande biologique en oxygène (DBO)

C'est la quantité d'O₂ consommée à 20°C et à l'obscurité pendant un temps donné pour assurer par voie biologique l'oxydation des matières organiques présentes dans l'eau. On utilise conventionnellement la DBO₅, c'est-à-dire la quantité d'oxygène consommée après 5 jours d'incubation, la DBO₅ n'est représentative que de la pollution organique carbonée biodégradable si l'on prend le soin de bloquer les réactions de nitrification lors de la mesure [12].

❖ Carbone total organique COT

Détermine des propriétés variables du carbone organique dissous et particulaire, du carbone organique provenant de substances volatils et du carbone minéral dissous. Sa mesure est réalisée par un analyseur de CO₂ à infrarouge après combustion catalytique à haute température de l'échantillon. D'autre part, dans la majorité des cas l'élimination des matières en suspension est nécessaire avant sa détermination [9], [12].

❖ **Hydrocarbures totaux** : Ils représentent la quantité totale de toutes les substances dont les molécules sont formées de carbone et d'hydrogène, ils sont peu biodégradable et peuvent être toxique à partir d'un certain seuil [14].

❖ Les chlorures

Le chlorure est un générique des sels ou esters de l'acide chlorhydrique et de certains dérivés renfermant du chlore Cl (les ions chlorures). Le taux élevé des chlorures peut engendrer certains désagréments, en outre le phénomène de corrosion des bacs [15].

I.5. Généralité des métaux lourds

La toxicité des métaux lourds n'est plus à démontrer. La toxicité du mercure est par exemple connue depuis l'Antiquité. La plupart de temps, les effets toxiques des métaux lourds concernent le système nerveux, le sang ou la moelle osseuse. Ils sont présents le plus souvent dans l'environnement sous forme de traces :

- **mercure, plomb, cadmium, cuivre, arsenic, nickel, zinc, cobalt, manganèse.**

Les plus toxiques d'entre eux sont **le plomb, le cadmium et le mercure** [16].

Les Pb, Cd, Hg : sont classés parmi les métaux lourds toxiques et ces derniers sont des micros polluants de nature à entraîner les nuisances même quand ils sont rejetés en quantités très faibles (leur toxicité se développe par bioaccumulation).

I.5.1 Le plomb: élément chimique métallique de la famille des cristallogènes, de symbole Pb et de numéro atomique 82. Le mot et le symbole viennent de latin plumbum. Élément de grande toxicité pour l'homme et l'environnement, Le plomb se distingue par une série de propriétés originales qui déterminent des emplois spécifiques [17].

I.5.2 Le plomb tétraéthyle : Le **tétraéthyl-plomb**, ou **plomb tétraéthyle**, est un liquide incolore, huileux, d'odeur caractéristique de formule brute **Pb(C₂H₅)₄**. Il s'agit d'un produit persistant (sa dégradation est très lente dans l'environnement) et toxique pour l'homme (il provoque le saturnisme). C'est pourquoi les carburants contenant du plomb tétraéthyle (0.1 à 0.4 g/litre d'essence) tendent à disparaître depuis les années 1980 et sont interdits à la vente par l'Union Européenne depuis l'an 2000. Le **plomb tétraméthyle** constituait l'un des principaux composants des produits antidétonants pour carburants [18].

Les dérivés du plomb avaient d'autres fonctions puisqu'ils protégeaient les soupapes en évitant la récession de leurs sièges et ils permettaient d'augmenter l'**Indice d'octane** du carburant (très proche des propriétés antidétonantes).

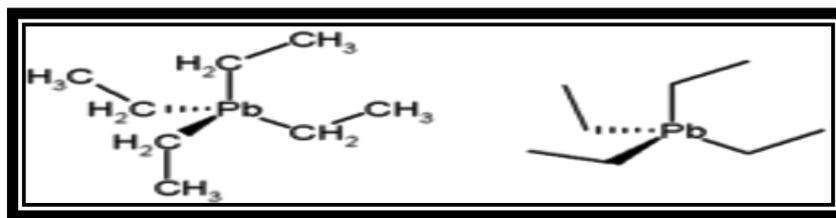


Figure I.2 : Structure moléculaire du plomb tétraéthyle[18].

Synthèse : Le plomb tétraéthyle est obtenu par la réaction du **chlorure d'éthyle** et du **plomb** (sous forme d'un **alliage de sodium** et de **plomb**).



Tableau I.1 : Propriété du plomb tétraéthyle.

Tétra-éthylplomb	
Synonymes	Plomb tétraéthyle.
Apparence	Liquide visqueux, incolore, d'odeur caractéristique.
N° CAS	78-00-2.
N° EINECS	201-075-4.
Propriétés chimiques	
Formule brute	$\text{C}_8\text{H}_{20}\text{Pb}$ [isomères].
Masse molaire	$323,4 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$.
Propriétés physiques	
T° fusion	$-136,8^\circ\text{C}$.
T° ébullition	Se décompose au-dessous du point d'ébullition à 200°C .
Solubilité	Dans l'eau : très faible.
Masse volumique	$1,7 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$.
T° d'auto inflammation	Supérieure à 110°C .
Point d'éclair	93°C .
Limites d'explosivité dans l'air	En volume % dans l'air : 1,8.
Pression de vapeur saturante	à 20°C : 0,027 KPa.
Log p	4,15.
Unités du SI et CNTP, sauf indication contraire.	

I.6. Impacts : Le rejet des effluents issus des fonds de bacs de stockage sans traitement constitue un risque environnemental. Cela induit différentes nuisances dont principalement la contamination chimique du milieu.

✓ **Effets de la pollution sur les milieux naturels**

La **pollution de l'eau d'une réserve superficielle ou profonde, entraîne la modification de ses caractéristiques (physico-chimiques et biologiques)**. Le rejet de certaines substances, dans ces réserves, sous forme insoluble (matières en suspension), ou soit à l'état dissous provoquent [19]:

- une perturbation, à plus ou moins brève échéance, l'équilibre biologique du milieu en rendant toute vie animale et végétale aléatoire ;
- de rendre l'eau impropre à toute réutilisation ultérieure (production d'eau destinée à la consommation humaine, à l'usage industriel...).

I.6.1. Toxicologie des hydrocarbures

Contamination du sol

La présence des polluants dans le sol modifie la composition floristique de ce dernier, ils ne permettent l'installation que d'un nombre limité d'espèces supportant la toxicité du sol. Cette contamination représente un danger pour l'écosystème par la transmission des substances toxiques dans la chaîne alimentaire [19].

Contamination des ressources hydriques

Les éléments polluants contenus dans les effluents retirés des fonds de bacs de stockage peuvent par ruissèlement ou par percolation être entraînés dans les cours d'eau et la nappe phréatique. La consommation de cette eau ainsi polluée peut engendrer des problèmes de santé[19].

I.6.2. Toxicologie du plomb

L'individu compte une présence courante de 50 µg de plomb par gramme de créatinine dans l'urine et dans le sang [20].

- Les premiers effets de la toxicité du plomb commenceraient à partir de 100 µg de plomb par litre de sang chez l'enfant et 150 µg de plomb par litre de sang chez l'adulte.

▪ La dose hebdomadaire tolérable a été fixée à 25 ug de plomb par kilo de poids corporel. Cette dose correspond à un apport alimentaire de 250 mg/jour et une plombémie de 10 ug/litre.

Les principaux organes cibles sont : le système nerveux, les reins et le sang:

a) Les effets de l'intoxication chez l'adulte

**Effets sur le système nerveux :* Le plomb est responsable d'atteintes neurologiques. En cas d'intoxications massives, l'effet neurotoxique du plomb peut se traduire par une encéphalopathie convulsivante pouvant aller jusqu'au décès. En cas d'intoxication moins sévère, des troubles neuro-comportementaux et une détérioration intellectuelle apparaissent.

**Effets sur la moelle osseuse et le sang :* Le plomb bloque plusieurs enzymes nécessaires à la synthèse de l'hémoglobine. Ces effets sanguins aboutissent à une diminution du nombre des globules rouges et à une anémie.

b) Les effets de l'intoxication chez l'enfant

Le risque d'intoxication est plus élevé chez les jeunes enfants, plus particulièrement de 1 à 3 ans :

**L'absorption digestive des dérivés du plomb est plus importante que chez l'adulte :* l'organisme de l'enfant absorbe 50 % du plomb ingéré, tandis que la proportion chez l'adulte est seulement de 5 à 7 %.

Les effets toxiques sur le système nerveux central, sont plus importants :

**Le système nerveux central des enfants est particulièrement sensible à l'action toxique du plomb. Une encéphalopathie aiguë convulsivante apparaît généralement lorsque la plombémie est de l'ordre de 1.000 ug/l.*

**Chez les enfants dont la plombémie est comprise entre 500 et 700 ug/l, des troubles neurologiques moins sévères sont souvent observés : diminution de l'activité motrice, irritabilité, troubles du sommeil, modifications du comportement, stagnation du développement intellectuel. Une baisse du quotient intellectuel.*

I.6.3. Toxicologie du plomb tétra-éthyle

Ce produit est très toxique car il:

▪ Est absorbé par les voies respiratoires, la peau et les voies digestives.

- Peut causer l'irritation de la peau, des yeux, des muqueuses du nez et de la gorge.
- Provoque aussi des nausées, vomissements, gout métallique, perte de poids et d'appétit ; bradycardie, hypotension, encéphalopathie, frisson, pâleur, lassitude, insomnie, cauchemars, irritabilité, nervosité, maux de tête, tremblements, hyper réflexie, convulsions, désorientation, délire, hallucinations, psychose, manies, coma, hypothermie entraînant parfois la mort [18].

A cause de ses effets cancérigènes, il est [21] :

- **Évalué par C.I.R.C** : quelque soit le mélange ou les circonstances d'exposition à l'agent, ce dernier ne peut pas être classé quant à sa cancérigénicité pour l'homme (groupe 3).
- **Évalué par l'ACGIH** : Substance non classifiable comme cancérigène pour l'homme (groupe A₄).
- **Évalué par N.T.P** : La substance est raisonnablement anticipée cancérigène (R).

I.7. Réglementation

❖ Obligation générale pour tous les déchets [22]

• Conformément à l'article L.541-2 du code de l'environnement, le producteur et/ou le détenteur de déchets à l'obligation de les éliminer dans des conditions qui ne soient pas nocives pour l'environnement ou la santé publique. L'activité d'élimination au sens stricte du terme étant soumise à la réglementation sur les installations classées en application de la loi du 13 juillet 1976, l'obligation du producteur s'est transformée en une obligation d'assurer que ses déchets seront éliminés de façon conforme.

• L'article L.541-9 prévoit que les producteurs (import ou export) doivent justifier que les déchets générés à quelque stade que ce soit, pour le produit qu'ils fabriquent soit de nature à être éliminés de façon conforme.

• L'article L.541-10 du code prévoit que la fabrication, la détention, la mise en vente, la vente et la mise à la disposition de l'utilisateur, sous quelque forme que ce soit, de produit générateur de déchet, pourraient être réglementées en vue de limiter l'élimination des dits déchets.

Cette obligation d'élimination conforme peut être assortie d'une obligation de remise des déchets à certains services désignés par l'administration.

❖ **Obligation d'information**

En droit interne, c'est le **décret n°2005-635** du 30 mai 2005 relatif au contrôle des circuits de traitement des déchets (JO.30 mai 2005) qui s'applique.

Le dispositif s'applique aux déchets dangereux- notion qui remplace celle de déchets générateurs de nuisances- et aux déchets radioactifs provenant d'installations classées ou installations nucléaires, de rejet de soin à risques infectieux ou de pièces anatomiques qui relèvent exclusivement des articles R1335-1 et suivant le code de la santé publique [22].

L'Algérie soucieuse du respect de l'environnement, et signataire de plusieurs conventions internationales, et à l'instar de certains pays, a mis en place un dispositif législatif national auquel sont soumises les entreprises des différents secteurs d'activités relatif aux normes concernant les rejets des eaux industrielles et en particulier des huiles dont certaines sont citées ci-dessous :

- Loi n° 83-03 du 5 février 1983 relative à la protection de l'environnement.
- La loi n° 01-19 du 12 décembre 2001 relative à la gestion, au contrôle et à l'élimination des déchets.
- Loi n°03-10 du 19 juillet 2003 relative à la protection de l'environnement dans le cadre du développement durable.
- Loi n°05-12 du 04 août 2005 relative à l'eau.
- Loi n°08-03 du 23 janvier 2008 modifiant et complétant la loi n°05-12 du 04 août 2005 relative à l'eau.

❖ **Décrets et Arrêtées**

- Décret 06-198 du 31 mai 2006, définissant la réglementation applicable aux établissements classés pour la protection de l'environnement.
- Décret exécutif n° 07-300 du 15 Ramadhan 1428 correspondant au 27 septembre 2007 fixant les modalités d'application de la taxe complémentaire sur les eaux usées industrielles.
- Décret exécutif n° 07-399 du 14 Dhou El Hidja 1428 correspondant au 23 décembre 2007 relatif aux périmètres de protection qualitative des ressources en eau.
- Décret exécutif n° 93-161 du 10 juillet 1993 réglementant le déversement des huiles et lubrifiants dans le milieu naturel.

- Arrêté du 6 janvier 2013 fixant les valeurs limites maximales et les données particulières relatives aux rejets d'effluents, de déversement ou de dépôts de matières de toute nature ne présentant pas de risques de toxicité ou de nuisance dans le domaine public hydraulique.

- Décret exécutif n°09-209 du 17 Joumada Ethania 1430 correspondant au 11 juin 2009 fixant les modalités d'octroi de l'autorisation de déversement des eaux usées autres que domestiques dans un réseau public d'assainissement ou dans une station d'épuration.

- Décret exécutif n°06-141 du 20 Rabiee El Aoual 1427 correspondant au 19 avril 2006 définissant les valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels.

Conformément à cette réglementation, des valeurs limites de rejets ont été instaurées pour différents paramètres, L'Algérie comme les autres pays, obéit à cette législation avec les valeurs de rejets suivantes données dans le Tableau ci-dessous (JORA 2006).

Tableau I.2 : Les valeurs limites maximales des paramètres de rejet des installations des déversements industriels en Algérie [2].

Paramètre	Valeurs limites	Tolérance aux valeurs limites anciennes installations
Température (°C)	30	30
PH (-)	6.5-8.5	6.5-8.5
MES (mg/L)	35	40
Phosphore total (mg/L)	10	15
DCO (mg/L)	120	130
DBO (mg/L)	35	40
Aluminium (mg/L)	3	5
Substances toxiques bioaccumulables (mg/L)	0.005	0.01
Cyanures (mg/L)	0.1	0.15
Fluor et composés (mg/L)	15	20
Hydrocarbures totaux (mg/L)	10	15
Huiles et graisses (mg/L)	20	30
Cd (mg/L)	0.2	0.25
Cu total (mg/L)	0.5	1
Hg total (mg/L)	0.01	0.05
Pb total (mg/L)	0.5	0.75
Cr total (mg/L)	0.5	0.75
Etain total (mg/L)	2	2.5
Mg (mg/L)	1	1.5
Ni total (mg/L)	0.5	0.75
Zn total (mg/L)	3	5
Fe (mg/L)	3	5
Composés organiques chlorés (mg/L)	5	7

Il est noté que, les valeurs mesurées des différents paramètres de rejet doivent être situées dans le domaine autorisé par la réglementation algérienne.

Conclusion :

L'industrie pétrolière génère des quantités importantes d'effluents pollués, notamment les **effluents liquides** des réservoirs issus des différents bacs de stockage. La recherche bibliographique effectuée dans ce chapitre a permis de mettre en évidence l'origine et les caractéristiques de cette **pollution**.

D'après les propriétés des constituants de ces eaux polluées, Il apparaît qu'un quelconque rejet de ces effluents constitue un réel danger pour l'**environnement**.

Dans le cadre du développement durable, la législation Algérienne intègre le principe de **pollueur-payeur**, ainsi, chaque entreprise génératrice est tenue de gérer et d'éliminer ses déchets.

CHAPITRE II

PROCEDES DE TRAITEMENT DES EFFLUENTS LIQUIDES

Chapitre II : Procédés de Traitement des Effluents Liquides.**Introduction**

Pour les traitements des effluents provenant des bacs de stockage des hydrocarbures, il faut généralement combiner plusieurs traitements élémentaires dont les bases peuvent être physiques, chimiques ou biologique, et dont l'effet est d'éliminer tout d'abord les matières en suspension, ensuite les substances colloïdales, puis les substances dissoutes (minérales ou organiques).

Il faut enfin corriger certaines caractéristiques avant de les rejeter dans le milieu naturel.

II.1. Choix des procédés de traitement des effluents liquides

Le choix d'une filière de traitement des effluents nécessite une connaissance précise de leur nature et leurs caractéristiques physico-chimiques.

Une solution est un mélange physique homogène d'un soluté et d'un solvant.

Les mélanges sont :

Hétérogènes : plusieurs phases (huile-eau ; sable-eau...).

Homogènes : une seule phase (essence ; alliage...).

-Les suspensions peuvent être des mélanges homogènes avec des particules de 1 mm ou plus, visibles à l'œil nu. Et peuvent être aussi opaques à la lumière se séparent lentement (sédimentent), les suspensions sont donc hétérogènes et peuvent être filtrées [23].

-Les colloïdes sont des mélanges contenant des agrégats de molécules (1 à 1000 nanomètres) qui sont homogènes à l'œil nu, ils sont opalescents (diffuse la lumière) , ils ne sédimentent pas et leurs particules ne peuvent pas être séparées par filtration. On parle de suspensions colloïdales. Ce sont également des entités assez petites pour ne pas sédimenter en l'absence d'agrégation pendant un laps de temps assez long [23].

-Les matières dissoutes sont dissous par le solvant, sont des molécules (dimensions de 0,1 à 1 nanomètres). Les molécules ne se séparent pas par sédimentation ou filtration et forment un mélange homogène [23].

La première étape de traitement des effluents liquides est la séparation des solides en suspension et des liquides non miscibles (dans l'eau) du flux d'effluent liquide principal.

Les effluents liquides peuvent être séparés en un flux d'effluents liquides biodégradables et un flux d'effluents liquides non biodégradables.

I.2. Elimination des contaminants non biodégradables

Les principales étapes du traitement des effluents liquides sont les suivantes [23] :

▪ Traitement physique

➤ Déshuilage

▪ Traitement physico-chimique

Clarification

➤ Coagulation- floculation

➤ Décantation

➤ Filtration

▪ Précipitation

En réalité les **réservoirs d'essence** sont reliés à un dispositif de traitement appelé **décanteur** (déshuileur, séparateur **Hydrocarbure /eau**) par des **réseaux de collecte** car les multiples déversements des effluents sans traitement peuvent être potentiellement **dangereux** pour l'**environnement**, compte tenu du caractère très **toxique** de certains **contaminants**.

-Réseaux de collecte des effluents liquides

Dans une société industrielle, l'idéal est de disposer d'un réseau **d'assainissement de type séparatif**, c'est-à-dire les eaux usées sanitaires et les effluents liquides sont collectés séparément. Les effluents provenant des réservoirs d'essence sont collectés par un **réseau de drains fermés** conçus de façon à faire obstacle au retour éventuel de gaz et à la propagation du feu, il les dirige vers un séparateur **Hydrocarbure / eau**.

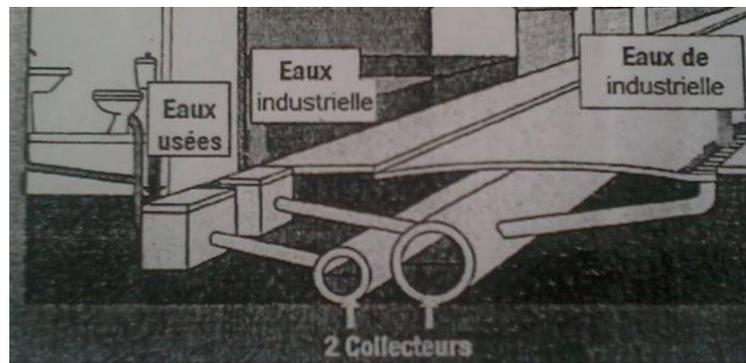


Figure II.1 : Schéma d'un réseau séparatif [7].

Le schéma montre que chaque rejet est évacué séparément suivant sa nature, les eaux usées sanitaires sont directement rejetées dans le milieu naturel.

II.3. La clarification

La clarification est l'élimination des matières en suspension, des matières colloïdales et des macromolécules susceptibles de communiquer à l'eau une turbidité ou une couleur indésirable. Il s'agit de matières organiques aussi bien que minérales, et les organismes vivants (algues). On peut distinguer deux catégories de procédés.

II.3.1. Traitement physique

Il est appliqué lorsqu'il s'agit d'une simple séparation mécanique, sans introduction de réactifs :

II.3.1.1. Déshuilage

Dans le **séparateur Hydrocarbure / Eau**, le principe de cette séparation est basé sur le déplacement d'une gouttelette d'huile dans un milieu aqueux suit la loi de **STOCKES** qui établit, dans le cadre d'un flux laminaire, la vitesse de décantation de particules solides dans une phase liquide, et la vitesse **ascensionnelle** des gouttelettes d'une phase légère se séparant d'une phase lourde, à partir de leur **taille**, de leur **densité** et de leur **viscosité**. Cette loi est formulée de la manière suivante [19], [26]:

$$V = [(g \times D^2 \times (\rho_e - \rho_h)) / 18 \mu]$$

V : vitesse ascensionnelle d'une goutte d'huile en cm/s.

ρ_e : masse volumique de l'eau en g/cm³.

ρ_h : masse volumique de l'huile en g/cm³.

g : accélération de la pesanteur 981 cm/s².

D : diamètre de la particule d'huile en cm.

μ : viscosité absolue de la phase aqueuse en poise.

En effet le séparateur est un dispositif de décantation de type (**API**) destiné au traitement des différents effluents provenant des réservoirs d'essence à l'exception des eaux pluviales et sanitaires avant leur déversement à l'extérieur. Le **séparateur Hydrocarbure / Eau** est constitué de bassins **rectangulaires** à circulation longitudinale, il est construit en béton et couvert et est composé de trois compartiments :

- Le premier compartiment a un volume de 8 m^3 .
- Le deuxième compartiment a un volume total de 20 m^3 .
- Le troisième compartiment a un volume de 5 m^3 .

Ce séparateur est dit aussi « séparateur gravitaire » élimine les afflux massifs et irréguliers d'huiles, puis les gouttelettes les plus volumineuses (de plus de **150 micron** de diamètre) en se basant sur la différence de densité entre l'huile et l'eau avec un **temps de séjour** de **2h**. Il assure l'obtention d'une teneur en hydrocarbures totaux inférieure à 10ppm. La phase huileuse n'est pas rejetée, elle est stockée dans une cuve équipée d'une pompe qui renvoie dans les réservoirs ces produits après analyse, tandis que les eaux purifiées seront envoyées vers le réseau d'égouts extérieur.

La conception de cet appareil met à profit le fait que le rendement de séparation des matières en suspension ne dépend, en réalité, que de la surface du décanteur. Sa profondeur a peu d'influence sur ces capacités de décantation. La figure II.3 illustre le sens d'ascension des **HC** dans un décanteur de type **API**. La figure II.2 illustre la séparation d'un Hc dans l'eau.

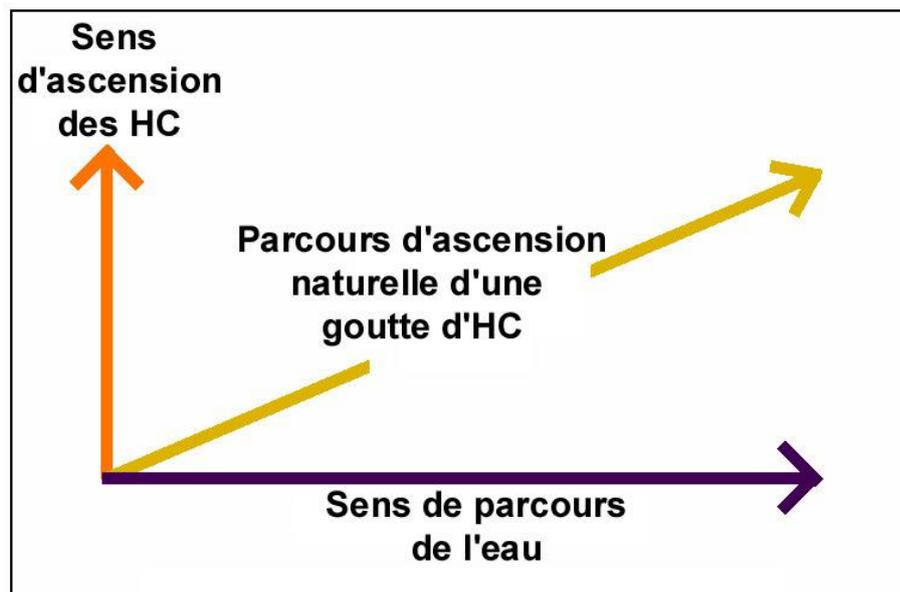


Figure II.2 : Courbe de séparation d'un HC dans l'eau [27].

Le but du procédé de déshuilage sera d'accroître « V », pour obtenir une bonne séparation dans le temps le plus réduit possible.

La Figure II.3 illustre la distance de montée d'une gouttelette d'huile en fonction du temps pour différentes tailles de gouttelettes.

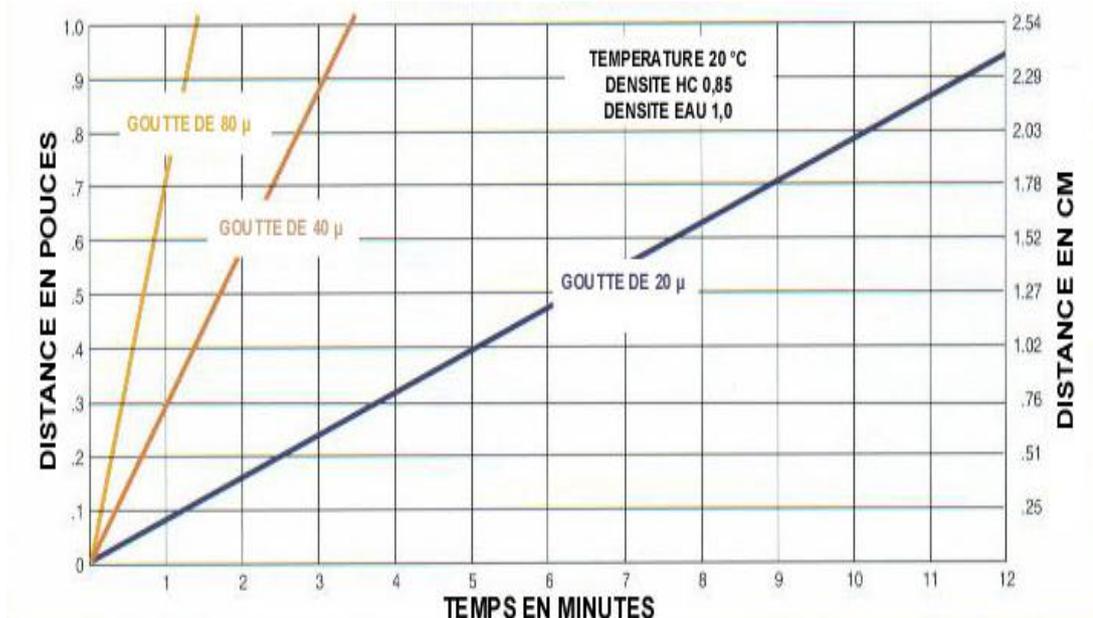


Figure II.3 : Distance d'ascension d'une goutte d'HC en fonction du temps et de sa taille [27].

Un hydrocarbure est présent dans l'eau sous différentes formes :

- Sous forme **LIBRE** (Taille des gouttes 100 µ approx).
- Sous forme **d'ÉMULSION MÉCANIQUE** (Taille des gouttes entre 20 et 50 µ approx).
- Sous forme **d'ÉMULSION CHIMIQUE** (Taille des gouttes < 5 µ approx).
- Sous forme **de SOLUTION**.

Cette figure illustre la distance de montée d'une gouttelette d'huile en fonction du temps pour différentes tailles de gouttelettes. De ce chiffre, il voit que les plus grosses gouttelettes augmentent beaucoup plus rapidement que les petites. Une gouttelette de 60 microns passera neuf fois plus vite qu'une gouttelette de 20 microns.

Ce graphique est utilisé pour démontrer la différence de taux de montée pour les 60, 40 et 20 microns des différentes gouttelettes d'huile. Si nous regardons à une distance de montée de 0,25 pouces, qui est l'espacement quart de pouce que nous avons, alors le temps de montée en minutes des gouttelettes de : 20 microns est à environs 3 et / 2 minutes; 40 microns, il est un peu moins de 1 minute; et 60 microns, il est juste en dessous de ½ minutes.

Il est clair que lorsque vous essayez de capturer les gouttelettes d'huile de 20 microns,

vous devez avoir le temps de séjour. Ceci est un facteur important pour obtenir une eau qui répond aux exigences les plus strictes (réglementations internationales, EPA, ..) Entre 5 à 15 ppm.

II.3.2. Traitements physico-chimiques

Ils sont nécessaires pour clarifier les eaux contenant des colloïdes, dans ce cas La clarification se subdivisera en trois étapes :

- Coagulation.
- Flocculation.
- Décantation.
- Filtration.

II.3.2.1. Coagulation-flocculation

De nos jours, on a réalisé d'importants progrès en matière de traitement des eaux. En effet, les méthodes classiques de décantation s'avèrent inefficace pour éliminer les polluants présents dans l'eau. Dans le cas des particules colloïdales cette inefficacité est due d'une part à la faible taille de particules, une densité proche de l'eau et d'autre part aux répulsions inter-particulaires dues à l'existence de charges électriques portées par la surface de la phase solide à son contact avec le milieu aqueux. Aujourd'hui, Certains développements dans les domaines de la décantation entraînent la réduction de la taille des équipements, par ailleurs le raffinement des techniques de laboratoires permet de mesurer avec précision des concentrations de différentes substances contenues dans une eau. On peut ainsi déterminer si une eau est nettement purifiée, grâce à la technologie.

Actuellement, on peut rendre propre n'importe qu'elle eau et quelque soit son degré de pollution.

Alors, La tache actuelle du spécialiste en traitement des eaux ne nécessite pas uniquement à appliquer des principes connus étant donné que l'industrialisation a augmenté la quantité et la diversité des déchets rejetés dans le milieu naturel ce qui donne naissance à des nouveaux problèmes comme la présence des macromolécules colloïdes, des virus, de métaux lourds et des micropolluants associés aux MES.

De toute sorte, les spécialistes doivent résoudre techniquement et de façon économique ces problèmes.

Dans le domaine de traitement des eaux, la **coagulation** est par définition le phénomène de déstabilisation des particules colloïdales, qui peut notamment être obtenu par neutralisation de leurs charges électriques. Le produit utilisé pour cette neutralisation est appelé **coagulant**.

L'agrégation des particules déchargées par transport et mise en contact les unes avec les autres constitue la **floculation**. Elle conduit à la formation de flocons, ou floc, capable d'être retenus dans une phase ultérieure du traitement de l'eau. Certains produits peuvent favoriser la formation du floc, se sont les **floculants** [28].

La coagulation et la floculation permettent la neutralisation des colloïdes de l'eau en les agglomérant en flocons afin de les rendre plus décantables. Elles s'appliquent sur des matières en suspension de faibles tailles (non aisément décantables). Le schéma qui illustre ce phénomène est présenté sur la figure II.4. Les flocons ainsi formés seront décantés et filtrés par la suite [29].

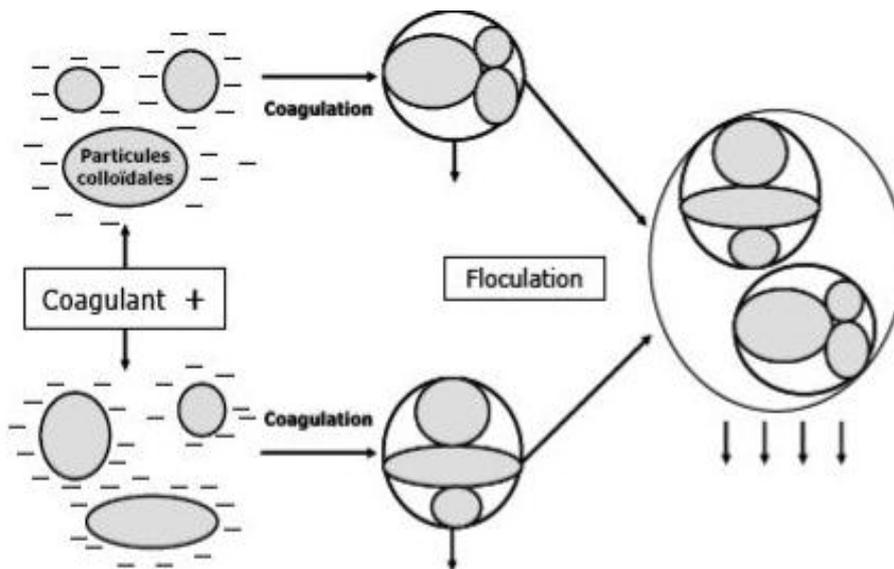


Figure II.4 : Le principe de la coagulation, Floculation [29].

II .4.La coagulation

La couleur et la turbidité d'une eau sont dues à la présence de particules de très faible diamètre: les colloïdes. L'élimination de ces derniers ne peut se baser sur la simple décantation, en effet, leur vitesse de sédimentation est extrêmement faible. Ces particules peuvent rester en suspension dans l'eau durant de très longues périodes et peuvent ainsi traverser un filtre très fin. Dans le **tableau II.1** ci-dessous sont répertoriés certains organismes avec leurs dimensions moyennes et l'ordre de grandeur du temps nécessaire pour

que, sous la seule influence de leur poids les particules parcourent verticalement 1 mètre d'eau [28] :

Tableau II.1 : Temps nécessaire de décantation de certains organismes dans 1 mètre d'eau.

Diamètre de la particule en (mm)	Organismes	Temps de décantation pour 1m (ordre de grandeur)
0,001	Bactérie	8 jours
0,0001	Particule colloïdale	2 ans
0,00001	Particule colloïdale	20 ans

Pour les particules colloïdale ces durées étant bien évidemment beaucoup trop grandes.

Les colloïdes portent une charge électrique négative qui empêche les particules de s'agglomérer pour former des particules plus volumineuses (flocs) et faciliter leur élimination par sédimentation et filtration [30]. En effet la coagulation est un traitement physique qui permet d'éliminer tous ou une partie de polluants, les fractions floculables des matières organiques et de certains métaux lourds, les micropolluants associés aux MES et les macromolécules colloïdales.

On distingue deux catégories de particules colloïdales suivant leur comportement vis-à-vis de l'eau :

A / Les particules hydrophiles

Elles présentent une grande affinité avec l'eau. Ces particules sont entourées par une enveloppe de molécules d'eau fixées par des liaisons physico-chimiques à certains groupements de la matière tels que $-\text{COOH}$, $-\text{NH}_2$ ou OH .

Les particules hydrophiles sont le plus souvent de nature organique, elles sont plus difficiles à déstabiliser que les solutions hydrophobes, car il faut agir d'abord sur l'eau qui les entoure c'est-à-dire les dissolvater pour permettre leur agglomération [24].

B / Les particules hydrophobes

Elles n'ont aucune affinité pour l'eau. Leur stabilité est due à la charge électrique que portent ces particules qui engendre une répulsion mutuelle empêchant toute agglomération.

Ce sont en général des particules minérales telle que la silice, les argiles, qui sont la principale source de la turbidité des eaux brutes [25].

Théorie de la double couche

La déstabilisation des entités en suspension passe par des phénomènes d'adsorption, expliqués par la théorie de la double couche. La difficulté de séparation des colloïdes présents dans une eau par simple décantation ou filtration provient du fait que ces particules, se trouvent dans l'eau à l'état de particules chargées électriquement [24]. Les anions étant en général moins hydratés que les cations, ils s'approchent davantage de la surface des particules et leur confèrent une charge négative [25]. Afin de neutraliser cette charge négative de surface, des ions positifs présents dans l'eau brute ou ajoutés sont attirés et forment une couche autour du colloïde.

Dans une eau de surface, les particules colloïdales possèdent habituellement une charge électrique négative située à leur surface. Ces charges, dites primaires, attirent les ions positifs en solution dans l'eau, lesquels adhèrent fortement à la particule et attirent à leur tour des ions négatifs accompagnés d'une faible quantité d'ions positifs (figure II.5). Les ions qui adhèrent fortement à la particule et se déplacent avec elles forment la couche liée (théorie d'Helmholtz), alors que les ions qui adhèrent faiblement constituent la couche diffuse (théorie de Gouy-Chapman).

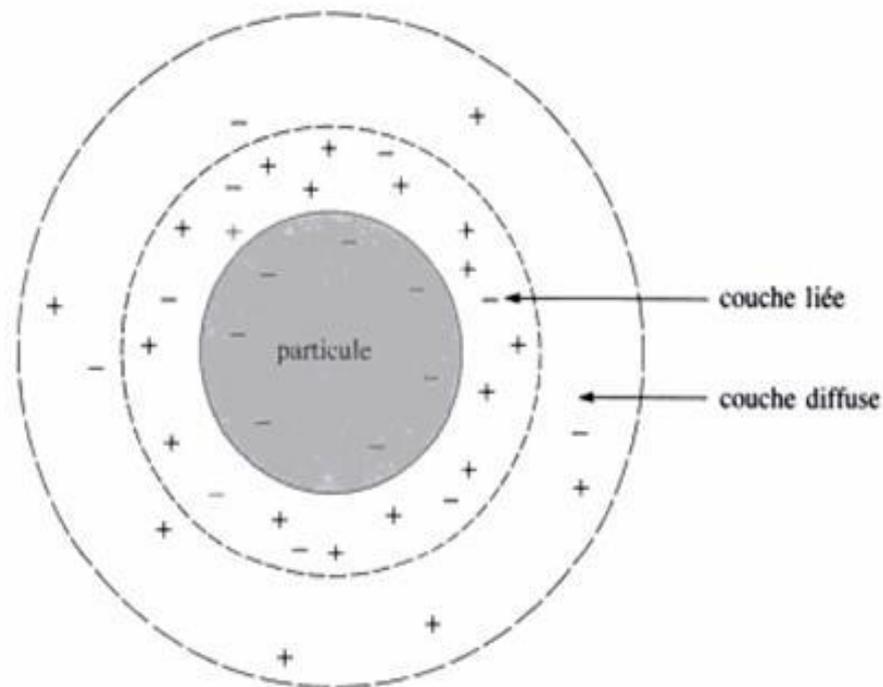


Figure II.5: la double couche d'une particule colloïdale

Potentiel Zêta

Le potentiel Zêta se situe à la limite extérieure de la couche liée. C'est ce potentiel qui persiste lorsque la particule se déplace. Le potentiel Zêta est important car il définit le comportement électrocinétique des particules du à la charge effective de l'ensemble particule-double couche et par voie de conséquence leur stabilité dans la solution. Quand la charge effective diminue le potentiel Zêta et la stabilité diminue [25].

Dans ce qui suit, le potentiel qui existe entre la surface délimitant l'entité mobile et la surface extérieure de la couche diffuse, s'appelle potentiel Zêta [25].

Ce dernier est défini par l'équation [24]

$$\eta = 4 \times \pi \times \mu \times U / D.$$

η : Viscosité dynamique du liquide ($\text{kg.m}^{-1}.\delta^{-1}$);

U : Mobilité de la particule ($\text{m}.\delta^{-1}$);

D : Constante diélectrique du milieu.

Remarque : le potentiel Zêta est souvent influencé par la force ionique I de l'eau.

$$I = 1/2 \sum C_i \times Z_i^2.$$

I : Force ionique ;

C_i : Concentration de l'ion i (mole/L).

Z_i : Valence de l'ion i .

Une augmentation de la force comprime la couche diffuse vers la particule ce qui réduit le potentiel Zêta des particules hydrophobes qui varie généralement entre 50 et 100 mV [40]. Pour les particules hydrophiles il faut plus agir sur la couche d'eau liée lorsqu'on veut favoriser leur agglomération.

Par conséquent, l'annulation du potentiel Zêta est l'objectif de la coagulation. Cela permet de déstabiliser les particules et de favoriser leurs agglomérations. C'est-à-dire que l'élimination des colloïdes passe par l'annulation du potentiel zêta afin d'annuler les forces de répulsion (Figure II.6) [37].

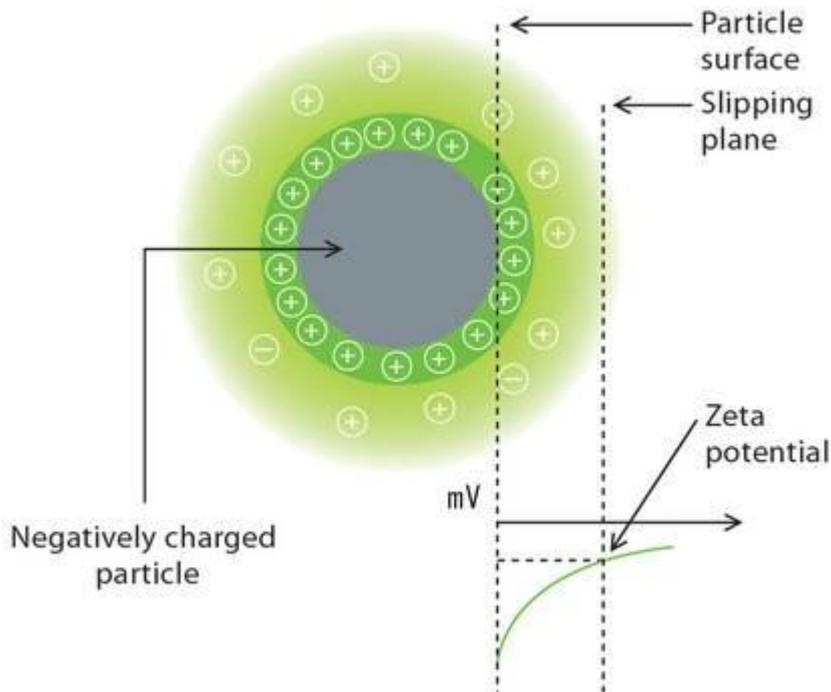


Figure II.6 : Théorie de la Double Couche, potentiel zêta [38].

Le procédé consiste à introduire dans un effluent à traiter un produit capable de décharger les colloïdes (généralement électronégatifs) et de déstabiliser l'équilibre électrocinétique des particules en suspension.

En effet, le principe de la coagulation est de neutraliser les charges des particules afin de favoriser la formation d'un agglomérat, on introduit dans l'eau à traiter un coagulant, le plus souvent des sels d'aluminium ou de fer. L'ajout de coagulant permet de réduire la turbidité et la couleur [31]. Le procédé consiste alors à introduire dans un effluent à traiter un produit capable de décharger les colloïdes (généralement électronégatifs) et de déstabiliser l'équilibre électrocinétique des particules en suspension.

La coagulation demande une dispersion immédiate du coagulant dans l'eau afin que les charges électriques des colloïdes soient déchargés uniformément, cela permet aux particules de s'agglomérer et de décanter plus rapidement. Quatre mécanismes sont proposés pour expliquer la déstabilisation des particules et leur agglomération[7] :

- Compression de la double couche: coagulation non spécifique ou électrostatique par diminution des forces de répulsion électrostatique, provoquée par des électrolytes quelconques, qui compriment le nuage ionique autour des particules.

- Adsorption et neutralisation des charges: coagulation par adsorption d'ions de signe contraire fortement chargés, qui diminuent le potentiel à la limite de la couche de STREN.

- Emprisonnement des particules dans un précipité, présenté sur la figure II.7

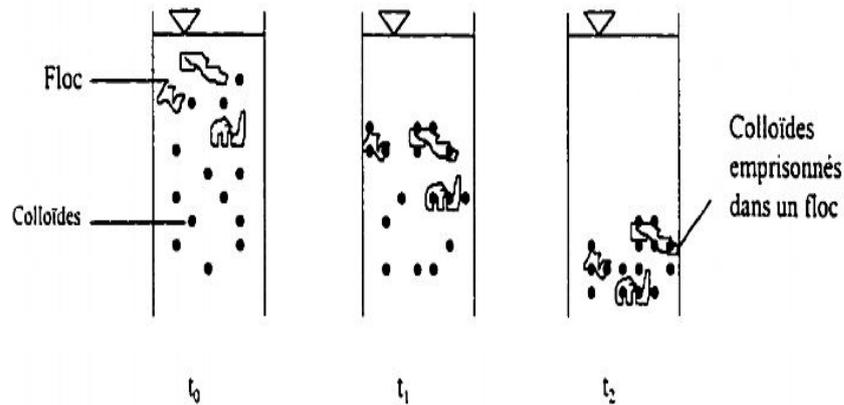


Figure II.7 : Emprisonnement des particules dans les floes pendant la décantation [7].

- Adsorption: Adsorption et pontage entre les particules schématisé sur la figure II.8: floculation ou adsorption de macromolécules ou de poly électrolytes, susceptibles de former des ponts inter particulaires.

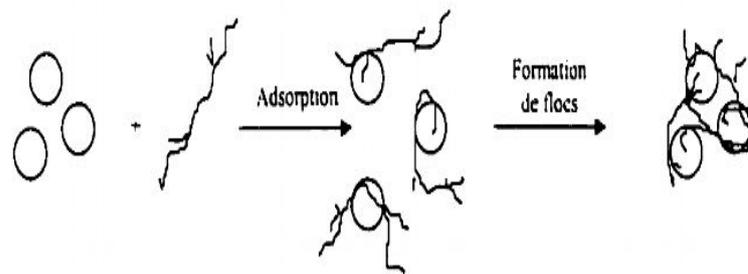


Figure II.8: Adsorption et pontage à l'aide de polymères [7].

II.4.1. Choix du coagulant

Un certain nombre de paramètres doivent être pris en compte lors du choix d'un coagulant:

- Température de l'eau,
- Turbidité et/ou Matières Organiques,
- Coût du coagulant,

II.4.2. Les coagulants

L'efficacité de la clarification dépend d'abord du coagulant utilisé. Les coagulants les plus utilisés sont des sels de métaux, à bases d'**aluminium** ou de **fer**.

Ils sont cités dans le tableau suivant[23] :

Tableau II.2: Dérivés des sels d'aluminium et de fer.

Sels d'aluminium	Formule chimique	Sels de fer	Formule chimique
Sulfate d'aluminium	$Al_2(SO_4)_3$	Sulfate ferrique	$Fe_2(SO_4)_3$
Chlorure d'aluminium	$AlCl_3$	Chlorure ferrique	Fe_2Cl_3
Aluminate de sodium	$NaAlO_2$	Sulfate ferreux	$FeSO_4$

Ils sont disponibles commercialement en solutions concentrées, nécessitant une dilution avant addition aux eaux polluées ou en poudre, qui doivent être dissoutes avant usage [32].

Les coagulants les plus utilisés dans le traitement des eaux sont le sulfate d'Aluminium et le chlorure ferrique. Néanmoins, ces dernières années, des polymères d'Aluminium susceptibles d'être utilisés comme coagulants et ayant une plus grande efficacité, ont été développés tels que les polychlorures d'Aluminium (PCBA).

a) Le sulfate d'aluminium

Le sulfate d'aluminium est un sel basique, hydraté, commercialisé sous la forme solide $Al_2(SO_4)_3, 18H_2O$. Ce sel se dissocie dans l'eau en ions aluminium et sulfate, conduisant à des réactions chimiques avec les ions hydroxydes de l'eau. En effet, l'ion Aluminium réagit sur l'eau pour former l'hydroxyde d'Aluminium qui précipite sous la forme d'un floc volumineux [24] .

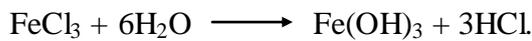


b) **Le chlorure ferrique**

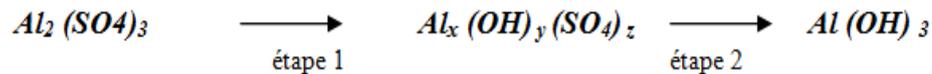
Le chlorure ferrique est généralement hexahydraté, obtenu en dissolvant du fer avec de l'acide chlorhydrique et en oxydant la solution avec du chlore [24]

Ce coagulant est aussi employé comme agent de précipitation du phosphate et comme agent de conditionnement de la boue.

Ce sel se trouve sous forme $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, il se dissocie au contact de l'eau pour donner l'hydroxyde de fer.



En effet, la mise en solution d'un coagulant se déroule en deux étapes: Dans le cas du sulfate d'aluminium [33]. Les réactions peuvent être représentées de la façon suivante:



La première étape est une phase d'hydrolyse. Des intermédiaires poly chargés positifs se forment. Ces composés présentent un atome d'aluminium dont le nombre d'oxydation est très grand. Les formes Al^{+4} , Al^{+5} et Al^{+7} sont rencontrées.

Cette étape dépend de la température et nécessite un pH compatible avec l'existence des intermédiaires poly chargés. Le temps de formation de ces intermédiaires est de l'ordre de 0,5s.

La seconde étape permet la formation du précipité $\text{Al}(\text{OH})_3$. Elle dépend de l'agitation du milieu. Ce précipité est l'élément qui assure le pontage et la coalescence entre les colloïdes déstabilisés: c'est la forme floculante. Tout coagulant présente successivement les deux formes actives coagulantes et floculantes. Le maintien de cette dernière dépend du pH du milieu. Ce dernier permet de définir les zones optimales de coagulation-floculation.

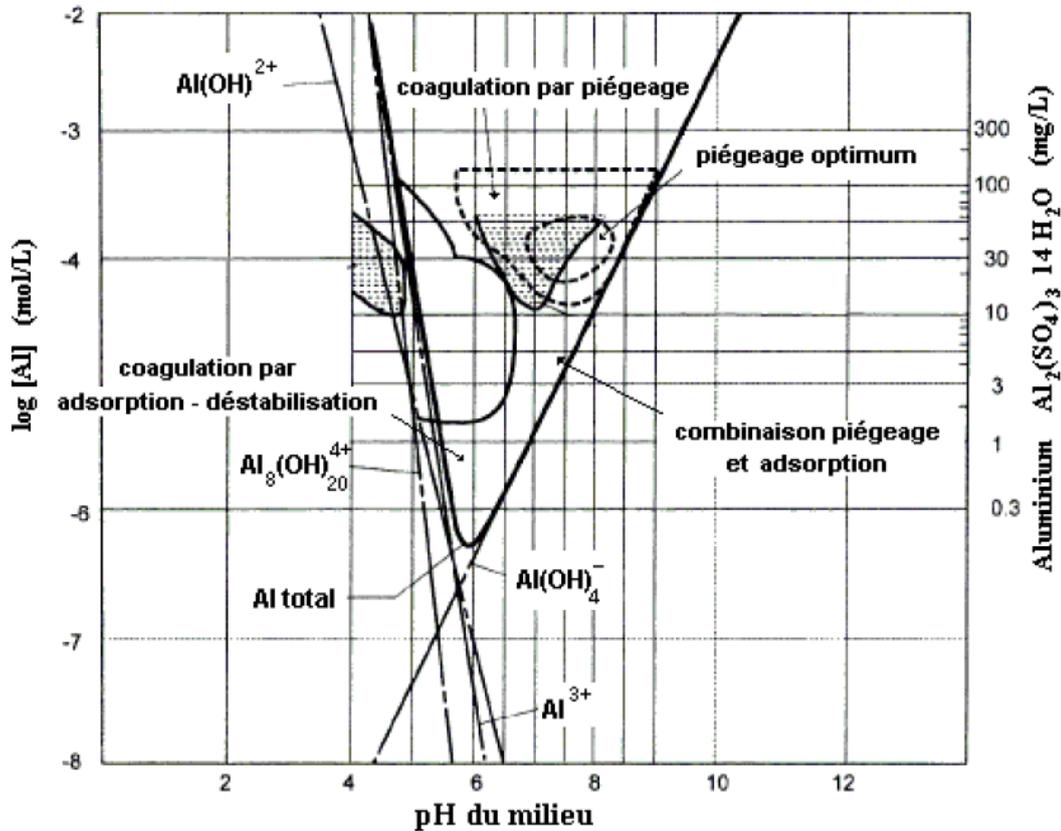


Figure II.9 : Mécanisme de la coagulation en fonction du dosage en Aluminium et du pH de la solution aqueuse (Labanowski., 2004).

Le choix du coagulant peut varier avec la température saisonnière. Le sulfate d'aluminium est un coagulant généralement utilisé pour une température d'eau supérieure à 12°C [34].

Considérant seulement la spéciation mononucléaire, la concentration totale d'aluminium dans en solution (a) en un pH donné peut être calculé (figure II.9), en utilisant des données de Bertch et Parker, 1996. Ce diagramme de distribution montre l'ampleur de l'hydrolyse, qui dépend de la concentration totale en métal et le pH.

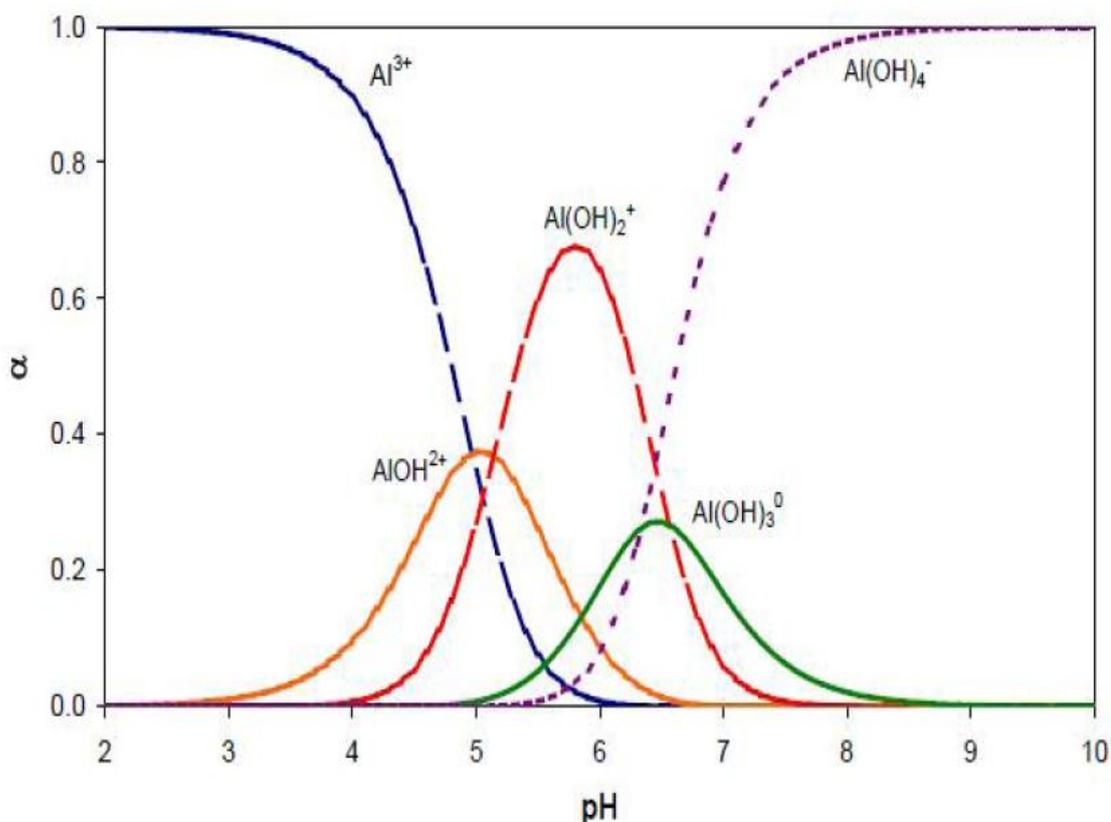


Figure II.10 : Diagramme de distribution pour Al-H₂O considérant seulement l'espèce mononucléaire (Bensadok et al.), 2007.

Afin de pouvoir visualiser les variations de ces hydroxydes d'Aluminium en fonction du pH, un diagramme de solubilité du précipité $Al(OH)_3(s)$ est présenté à la figure II.11. Il est présumé que les espèces solubles d'hydroxydes d'Aluminium sont en équilibre avec le précipité solide d'hydroxyde d'Aluminium $Al(OH)_3(s)$.

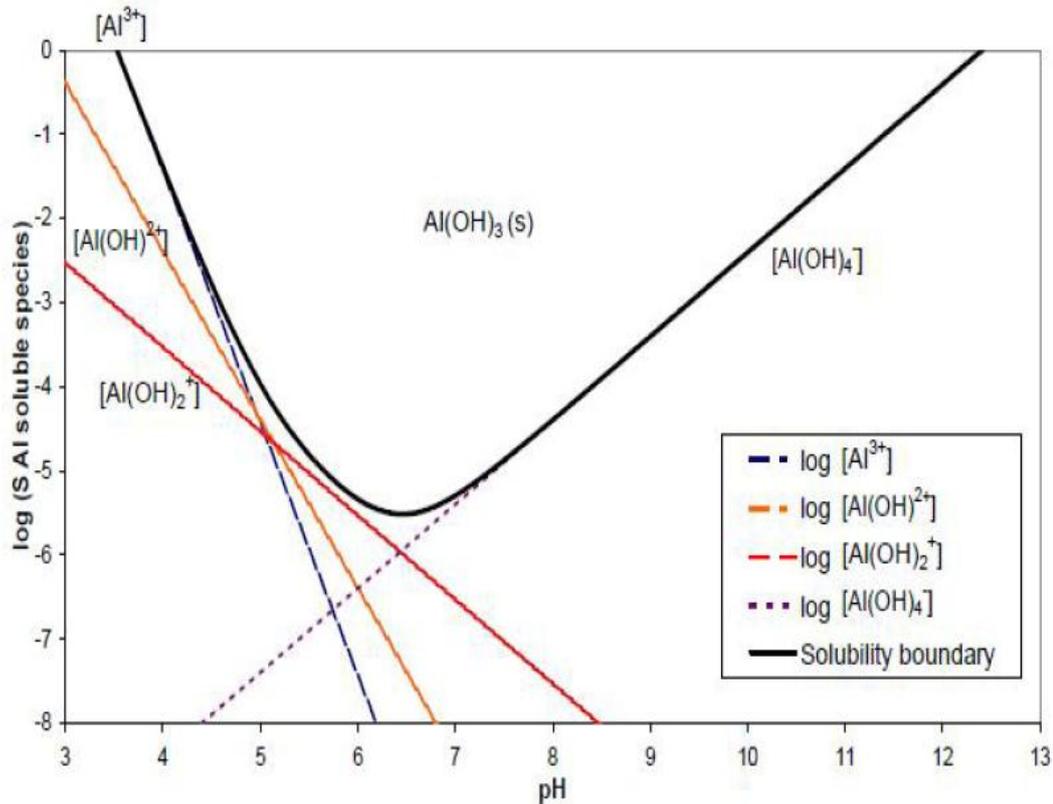


Figure II.11 : Diagramme de solubilité de l'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3 (s)$ à $25^\circ C$ (Bensadok et al.), 2007.

II.5. Les facteurs influençant la coagulation

Afin d'optimiser la coagulation, il faut tenir compte de plusieurs variables : le PH, la température de l'eau, le coagulant utilisé, la turbidité...etc.

Influence du pH

Le PH est un paramètre important à prendre en considération au moment de la coagulation. L'ajout d'un coagulant modifie souvent le pH de l'eau. Pour chaque eau, il existe une plage de pH pour laquelle la coagulation a lieu rapidement, qui est fonction du coagulant utilisé, de sa concentration et de sa composition. En effet, une coagulation réalisée à un pH non optimal peut entraîner une augmentation significative du temps de coagulation.

Pour les sels d'aluminium et de fer, le pH optimal s'étend de 5.5 à 7.8.

Influence de la température de l'eau

Une température basse, entraînant une augmentation de la viscosité de l'eau, créant ainsi une série de difficultés dans le déroulement du processus: la coagulation et la décantation du floc sont ralenties et la plage du pH optimal diminue [35].

Influence de la turbidité

La turbidité est aussi, un paramètre influant sur le bon fonctionnement du procédé de coagulation. Dans une certaine plage de turbidité, l'augmentation de la concentration en particules doit être suivie d'une augmentation de la dose du coagulant.

Quand la turbidité de l'eau est trop faible, on peut augmenter la concentration en particules par addition d'argiles. Pour grossir et alourdir le floc, on ajoute un adjuvant de floculation.

Influence de la valence des colloïdes

Selon la nature des particules colloïdales et leur facilité d'échange des cations périphériques, elle favorise plus ou moins le processus de coagulation.

Influence de la dose du coagulant

Le coagulant qui est fortement acide a tendance à abaisser le pH de l'eau. Pour se placer au pH optimal, il est possible d'ajouter un acide ou une base. Une dose du coagulant excessive entraîne une augmentation du coût d'exploitation, tandis qu'un dosage insuffisant conduit à une qualité de l'eau traitée insuffisante. La quantité de réactifs ne peut pas se déterminer facilement. Des théories ont été élaborées sur les charges électriques nécessaires pour déstabiliser les colloïdes et on a mesuré un potentiel, appelé potentiel Zeta, à partir duquel apparaît un floc [36].

II.6. La floculation

La floculation est le processus physico-chimique au cours duquel des matières en suspension dans un liquide s'agglomèrent pour former des particules plus grosses, généralement très poreuses, nommées flocs. Les flocs sédimentent plus rapidement que les particules primaires dont ils sont formés. La floculation peut avoir lieu naturellement ou peut être accélérée par l'ajout d'un flocculant. Le taux d'agglomération des particules dépend de la probabilité des contacts et de l'efficacité de ces derniers.

En pratique, La floculation a pour objectif de favoriser, à l'aide d'un mélange lent, les contacts entre les particules déstabilisées. Ces particules s'agglutinent pour former un floc qu'on peut éliminer facilement par les procédés de décantation et de filtration.

II.7. La décantation

La décantation est un procédé utilisé dans la majorité des stations d'épuration et de traitement des eaux, et a pour but d'éliminer les particules en suspension dont la densité est supérieure à celle de l'eau. Les particules du floc s'accumulent au fond du bassin de décantation, ces derniers sont extraits périodiquement [39].

Récupération des floccs après coagulation et floculation par Décanteur cylindrique [23]:

Ce procédé de moins en moins utilisé utilisait la chaux ou le carbonate de calcium pour densifier le floc et le récupérer en fond de bassin. Il est à noter que le coagulant et le floculant peuvent être introduits directement dans le cylindre central du décanteur ce qui évite le bassin d'injection. La figure II.9 illustre le procédé de récupération des floccs par un décanteur cylindrique.

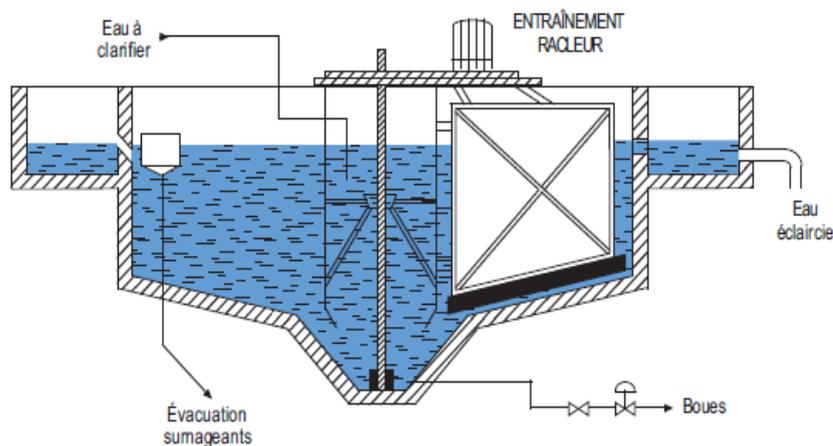


Figure II.12 : Procédé de récupération des floccs par un décanteur cylindrique [23].

Flottation à air dissous [23]

C'est aujourd'hui le procédé de récupération des floccs le plus largement répandu pour le traitement des eaux huileuses d'usines pétrochimiques. Il consiste à injecter de l'air dissous sous pression dans un mélange eau-floc pour diminuer la densité apparente du floc qui va remonter à la surface où il est recueilli par raclage. Les floccs plus lourds se déposent au fond de l'appareil sous forme de boues qu'il faut évacuer. La figure II.10 illustre le procédé de récupération des floccs par flottation.



Figure II.13 : Procédé de récupération des floccs par flottation [23].

II.8. La filtration

La filtration est un procédé physique destiné à clarifier un liquide qui contient des matières solides en suspension en le faisant passer à travers un milieu poreux constitué d'un matériau granulaire. La rétention de ces particules se déroule à la surface des grains grâce à des forces physiques. La plus ou moins grande facilité de fixation dépend étroitement des conditions d'exploitation du filtre et du type de matériau utilisé. L'espace intergranulaire définit la capacité de rétention du filtre.

Il faut toujours filtrer l'eau pour que l'élimination des matières insolubles soit aussi complète que possible et la turbidité soit ramenée au voisinage de zéro.

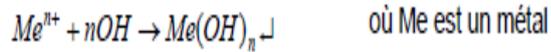
II.9. La précipitation [23]

Pour assurer un meilleur rendement de la réduction de la dureté des eaux résiduaire avant leur déversement dans l'environnement, la coagulation-floculation doit être souvent suivie par le procédé de précipitation afin de rendre les floccs plus denses et peuvent se sédimenter facilement.

On entend par précipitation la formation par action des réactifs appropriés, des composés insolubles des éléments indésirables contenus dans une eau.

Les procédés les plus courants en traitement des eaux sont, dans le premier cas, celui de la précipitation cristalline des ions Ca^{+2} et Mg^{+2} , dans le second cas, la précipitation d'hydroxydes métalliques.

L'insolubilisation est la plupart du temps réalisée à l'aide d'ajout de composés alcalins de type soude (NaOH) ou chaux $[\text{Ca}(\text{OH})_2]$, ce qui a pour effet d'augmenter le pH et de causer la précipitation des cations métalliques selon la réaction suivante :



La chaux est moins onéreuse que la soude mais produit un volume de boues plus important.

L'ajout de carbonate de soude ou carbonate de sodium (Na₂CO₃) et de phosphates (PO₄³⁻) est moins couramment utilisé.

D'une manière générale, le choix d'une valeur de pH dans la fourchette de 6,5 à 9 (hormis quelques cas) permet une bonne élimination des métaux dans les eaux usées.

Le pH de précipitation optimal de tous les métaux ne coïncide pas ; c'est pourquoi, il faut trouver une zone optimale de pH réactionnel.

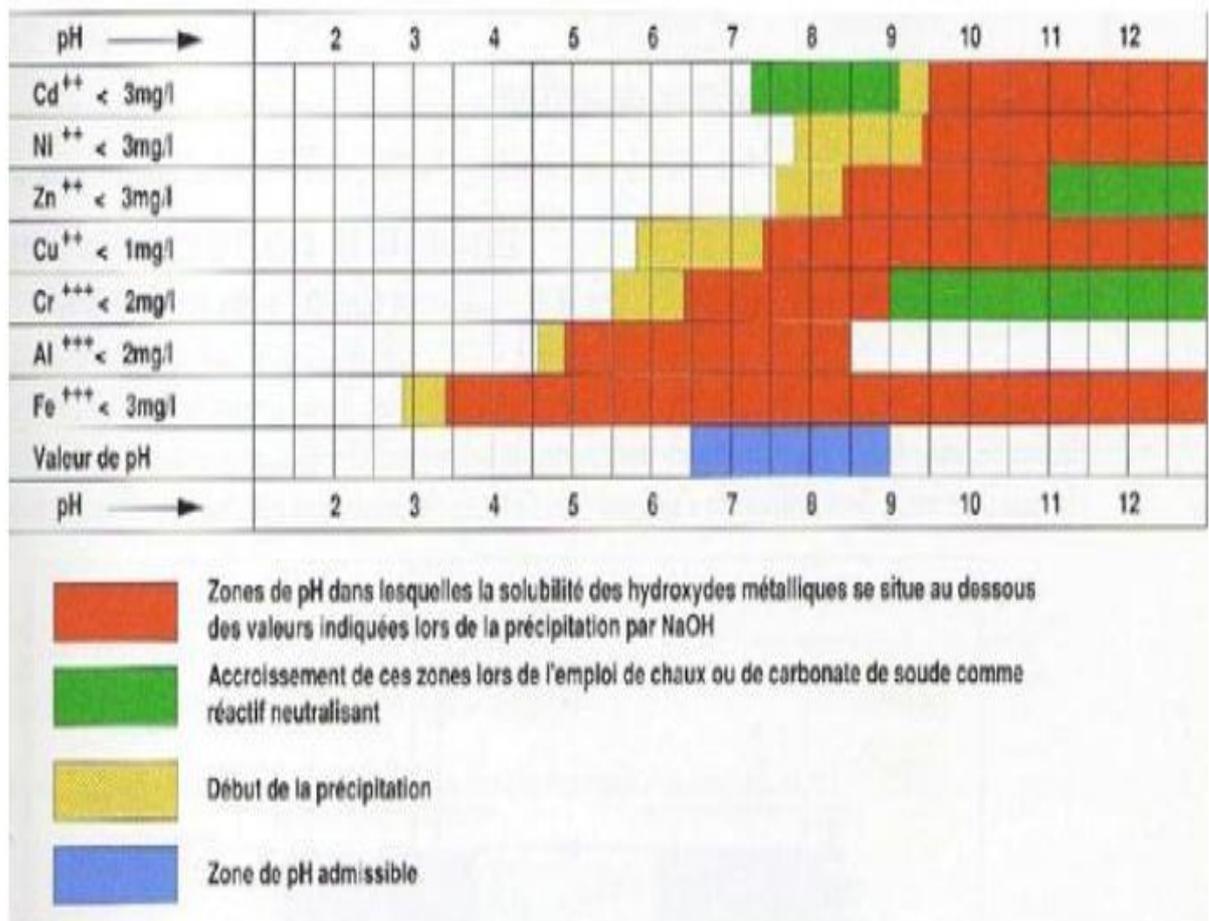


Figure II.14 : Zone optimal de pH de précipitation [23].

II.9.1. Facteurs influant sur le processus de précipitation

- Le choix du réactif (La chaux, la soude...) [23],
- Le pH et la température. Le produit de solubilité dépend en effet de la température qui influe aussi sur la cinétique de la réaction,
- Le degré de valence du métal dans l'eau,
- Le potentiel Zeta du précipité colloïdal initial du métal lourd,
- La formation possible d'ions complexes,

Conclusion

Jusqu'à présent il n'y a eu en Algérie que le déshuilage des effluents de fond des bacs de stockage des hydrocarbures.

La coagulation-floculation et la précipitation sont encore au stade de projet pilotes car un certain nombre de paramètres conditionne leur faisabilité.

PARTIE PRATIQUE

PARTIE PRATIQUE

1. Introduction

Les effluents étudiés dans cette partie sont issus des fonds de bacs de stockage des différents carburants commercialisés par la NAFTA.

En premier, l'étude portera sur la caractérisation des effluents selon leurs caractéristiques physico-chimiques, cette étude portera sur les paramètres les plus fréquents dans l'analyse des eaux résiduaires.

En seconde, il sera présenté des essais de décontamination des effluents liquides par différents traitements physique et chimique au but d'une diminution de leurs toxicité et d'une meilleure gestion.

En tierce, des propositions sont émises dans le but d'améliorer la gestion actuelle et avenir de ces effluents.

2. Dispositif expérimental

Les effluents liquides recueillis sont échantillonnés selon la norme **NF T 90-201** et ce pour la constitution d'échantillons moyens utiliser dans toutes les procédures qui suivront. Ils sont troubles.

Les échantillons moyens sont identifiés selon leur source, cette identification se présente comme suit :

- **E_{avd}**: pour les effluents du fond des réservoirs avant leur décantation.
- **E_{apd}**: pour les effluents du fond des réservoirs après décantation.
- **E_(US)**: pour les eaux usées sanitaires.
- **E_[apd +US]**: pour les effluents des réservoirs après décantation et les eaux usées sanitaires (eau de rejet).

Remarque : les eaux usées sanitaires ont été prises en considération car elles représentent un facteur de dilution important pour les effluents de fonds de bacs après leurs traitement par la décantation et cela dans le but de rejeter une eau conforme aux seuils réglementaires.

3. Caractérisation des effluents liquides

Afin de déterminer les caractéristiques des effluents liquides, différentes analyses ont été effectuées, selon des méthodes préconisées pour les eaux résiduaires.

En effet, il faut connaître les paramètres suivants :

- Paramètres physiques.
- Paramètres chimiques.
- Paramètres de toxicité.

3.1 Paramètres physiques

- La température.
- Les matières en suspension : MES.
- La turbidité.
- La conductivité.

3.2 Paramètres chimiques

- Le pH.
- L'Oxygène dissous.
- La DCO.
- La DBO₅.
- Le COT.

3.3 Paramètres de toxicité

- Les « micropolluants » organiques et inorganiques (métaux lourds).

Afin de déterminer les caractéristiques, différentes analyses ont été effectuées, selon des méthodes préconisées pour les eaux souterraines, de surface et résiduaires

L'objectif de l'objectif de cette partie consiste à caractériser les effluents liquides issus des bassins de stockage dans le but de :

- Contrôler si les valeurs mesurées des différents paramètres de rejet sont situées dans le domaine autorisé par la réglementation Algérienne.

-Proposer un traitement pour réduire quantitativement et qualitativement les substances polluantes qui troublent l'eau.

Echantillonnage

L'échantillonnage des effluents s'est effectué de manière directe à différentes profondeurs et à l'aide d'une bonbonne en bronze pour des raisons sécuritaires.

Les échantillons ont été prélevés du site de la NAFTAL sis à Chiffa .

Méthodes d'analyse physico-chimiques

Les paramètres analysés avec les méthodes appliquées (Annexe IV), les matériels correspondants et la référence des normes utilisées sont résumés dans le tableau I ci-dessous :

Tableau 1 : Paramètres analysés, matériels et normes utilisés

Analyses	Matériels utilisés	Normes
pH	pH mètre	NF T 90008
Conductivité	Conductimètre	Méthode HACH
Résidus secs	Etuve à 105°C	NF T 90 029
Oxygène dissous	Ampoule Accu Vac Oxygène dissous HRDO.	Méthode HACH
Chlorures	--	NF T 90-014
Matières en suspension	Dispositif de filtration sous pression	NF T 90 105
DBO ₅	Armoire thermostatée à 20°C.	Méthode HACH
DCO	Spectrophotomètre HACH type DR/2000.	Méthode HACH adaptée par Jirka AM. Carter MJ Analyticalchemistry.
Plomb	Spéctromètre Jobin-Yvon ICP	NF X 31-147
Cadmium	Spéctromètre Jobin-Yvon ICP	NF X 31-147
Mercuré	Spéctrométrie d'absorption atomique	NF EN 1483 juin 2007
Hydrocarbures totaux	Chromatographie gazeuse utilisation du logiciel TOTALCHROM	-Norme ISO 9377-2 -Manuel, Analyse de l'eau, par J. Rodier
COT	Détecteur NDIR	NF T 90-102

4. Traitement par coagulation-floculation

Les essais de traitement physiques et chimiques (Annexe IV) ont été proposés dans le but de l'évaluation du degré de clarification qu'il est possible d'atteindre avec les eaux troubles en utilisant du sulfate d'aluminium et du chlorure ferrique.

Pour les traitements, ils consistent en des essais de coagulation-floculation

4.1 Procédé de traitement (Jar-test)

Les essais de Jar-test ont été réalisés sur un flocculateur à 6 agitateurs de marque (VELP SCIENTIFICA JLT6) avec une vitesse de rotation individuelle entre 0 et 300tr/min. cet appareil permet d'agiter simultanément dans une série de béciers remplis chacun 500ml d'eau résiduaire. Au cours de notre étude, l'eau et le coagulant sont soumis pendant 2min à une agitation rapide de 150 tr/min. la vitesse est par la suite réduite à 60tr/min (vitesse de formation des flocons et leur taux de grossissement) pour une durée de 30min. Après une décantation de 15min à 2h (une phase durant laquelle le floc déstabilisé est entraîné vers le fond des béciers). Le prélèvement du surnageant a été effectué à l'aide d'une seringue pour déterminer les paramètres physico-chimiques.

Le pourcentage d'abattement des MES , COT, Hc, Ca^{2+} , Mg^{2+} et la turbidité lors des essais. Ces paramètres sont évalués en fonction du rendement qui s'exprime par :

$$R(\%) = 100 \times (C_0 - C_f / C_0).$$

C_0 et C_f représentent respectivement les concentrations initiales et finales des MES, COT, Hc, Ca^{+2} , Mg^{+2} et la turbidité en mg/L.

4.2 Préparation des solutions

❖ Sulfate d'alumine

Une solution mère de 10 g/L est préparée périodiquement par dissolution du sulfate d'alumine [$Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ / 17% Al, 18% O_2] dans de l'eau distillée. Cette solution permet un ajout de faibles quantités pour les doses voulues de coagulant.

❖ Chlorure Ferrique

Une solution mère de 10 g/L est préparée périodiquement par dissolution du chlorure ferrique [$FeCl_3 \cdot 6 H_2O$] dans de l'eau bidistillée. Cette solution permet un ajout de faibles quantités pour les doses voulues de coagulant.

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSIONS

CHAPITRE III RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1 Les résultats

III.1.1 Caractérisation

Les résultats des paramètres de caractérisation des différents effluents liquides étudiés sont présentés si dessous :

Température : Les résultats de la température des effluents sont présentés dans le tableau III.1 suivant :

Tableau III.1 : Valeurs de température dans les eaux de rejets

Echantillons des effluents liquides	Température (°C)
$E_{(P)avd}$	25,8
$E_{(P)apd}$	24,7
$E_{(US)}$	23,5
$E_{[(P)apd +US]}$	23,2

La température de sortie des effluents est égale à la température ambiante, celle-ci est variable selon les conditions climatiques. Par conséquent la température d'une façon générale, ne dépasse pas les 30°C norme de rejet [2].

pH : Le pH, consiste en la mesure de la concentration des ions H^+ dans le rejet, c'est un indicateur de l'acidité ou de la basicité du rejet.

Les résultats sont présentés dans le tableau III.2 suivant :

Tableau III.2 : Valeurs du pH dans les eaux de rejets

Echantillons des effluents liquides	pH
$E_{(P)avd}$	7,8
$E_{(P)apd}$	7,38
$E_{(US)}$	7,32
$E_{[(P)apd +US]}$	7,26

D'après les valeurs trouvées, les pH des effluents liquides sont qualifiés de neutre, car ils entrent aisément dans le domaine autorisé par la réglementation Algérienne qui est entre [6,5 ; 8,5][2].

Conductivité : La conductivité électrique mesure le pouvoir conducteur d'une eau et nous renseigne donc sur la mobilité des ions présents à l'état dissous et le courant qu'ils produisent, les résultats trouvés sont portés dans le tableau III.3 :

Tableau III.3 : Valeurs de la conductivité dans les effluents liquides

Echantillons des effluents liquides	Conductivité ($\mu\text{s}/\text{cm}$)
$E_{(P)avd}$	447
$E_{(P)apd}$	591
$E_{(US)}$	766
$E_{[(P)apd + US]}$	730

Les résultats trouvés sont nettement inférieurs à la valeur limite de rejet direct dans le milieu récepteur estimé à $2700\mu\text{s}/\text{cm}$ [40].

Oxygène dissous : L'oxygène dissous est un paramètre utile dans le diagnostic biologique du milieu eau. Les résultats trouvés sont portés dans le tableau III.4 :

Tableau III.4 : Valeurs de l'Oxygène dissous dans les effluents liquides

Echantillons des effluents liquides	Oxygène dissous-en (mg/L)
$E_{(P)avd}$	2,7
$E_{(P)apd}$	9
$E_{(US)}$	8,4
$E_{[(P)apd + US]}$	13,7

Pour une température d'effluent liquide se situant entre 20 et 25°C , on remarque que la dissolution du gaz O_2 est limitée.

Turbidité : C'est un phénomène où une partie d'un faisceau de lumière passant à travers un milieu liquide est déviée à partir de particules non dissoutes. Les valeurs trouvées sont présentées dans le tableau III.5 ci-dessous :

Tableau III.5 : Valeurs de la turbidité dans les effluents liquides

Echantillons des effluents liquides	Turbidité (NTU)
$E_{(P)avd}$	475
$E_{(P)apd}$	92
$E_{(US)}$	252
$E_{[(P)apd + US]}$	396

L'augmentation de la turbidité de l'eau est sous l'effet de la présence des matières organiques et des matières en suspension qui trouble l'eau.

DCO : La demande chimique en oxygène (DCO) est la quantité d'oxygène consommée par les matières existantes dans l'eau. La mesure de la DCO est une estimation des matières oxydables quelque soit leur origine organique ou minérale.

Les valeurs trouvées sont présentées dans le tableau III.6 ci-dessous :

Tableau III.6 : Valeurs de la DCO dans les effluents liquides

Echantillons des effluents liquides	DCO (mg/L)
$E_{(P)avd}$	1650
$E_{(P)apd}$	321
$E_{(US)}$	160
$E_{[(P)apd +US]}$	285

La valeur de la DCO mesurée est de 285 mg/L, elle dépasse largement la norme de rejet, qui est de 120 mg/L [2].

Une valeur de la DCO très élevée entrainera une consommation excessive en oxygène pour l'oxydation des matières oxydables, cela aura pour effet l'anoxie du milieu favorisant les fermentations toxiques.

DBO₅ : La demande biochimique en oxygène (DBO₅) est définie comme la quantité d'oxygène consommée pour assurer la dégradation des matières organiques présentes dans l'eau par voie biologique. Elle est mesurée en 5 jours à 20°C.

Les valeurs trouvées sont présentées dans le tableau III.7 ci-dessous :

Tableau III.7 : Valeurs de la DBO₅ dans les effluents liquides

Echantillons des effluents liquides	DBO ₅ (mg/L)
$E_{(P)avd}$	56,5
$E_{(P)apd}$	42,2
$E_{(US)}$	15,5
$E_{[(P)apd +US]}$	95

La valeur de la DBO₅ mesurée dans l'ensemble des effluents liquides $E_{[(P)apd +US]}$, qui est de 95mg/L , elle dépasse le domaine autorisé par la réglementation Algérienne, qui est de 35mg/L [2].

MES : Les matières en suspension (MES) sont des matières organiques ou minérales, qui ne sont pas solubilisées dans l'eau usée. Elle caractérise la turbidité de l'effluent.

Les valeurs trouvées sont présentées dans le tableau III.8 ci-dessous :

Tableau III.8 : Valeurs de la teneur des effluents liquides en matière en suspension

Echantillons des effluents liquides	MES (mg/L)
$E_{(P)avd}$	535
$E_{(P)apd}$	109
$E_{(US)}$	288
$E_{[(P)apd +US]}$	432

La valeur de la teneur des effluents liquides en matière en suspension qui est de 432mg/L est très élevée et dépasse largement la norme de rejet, qui est de 35 mg/L[2].

Hydrocarbures totaux : La teneur en hydrocarbure est l'indicateur de pollution de l'effluent dans ce type d'activité. Les purges des réservoirs étant des rejets de carburants, donc il est important de connaître leurs teneurs en hydrocarbures totaux. Les résultats expérimentaux trouvés sont présentés dans le tableau III.9 suivant :

Tableau III.9 : Valeurs de la teneur des effluents liquides en hydrocarbure

Echantillons des effluents liquides	Hydrocarbures totaux (mg/L)
$E_{(P)apd}$	224
$E_{(P)apd}$	12
$E_{(US)}$	0,1
$E_{[(P)apd +US]}$	4,3

La valeur mesurée de ce paramètre est de 4,3 mg/L ne dépasse pas la norme de rejet qui est de 5 mg/L [2]. La valeur de la teneur en Hydrocarbures diminue avec la dilution, ce qui pourrait être expliqué par l'absence des Hc dans les eaux usées sanitaires (0,024 mg/l).

COT : Il représente la teneur en carbone, et repose sur une mesure de CO₂ après oxydation complète. Cette mesure ne nécessitant qu'un volume réduit d'échantillon et en revanche difficilement corrélable avec les mesures précédentes. Les résultats expérimentaux trouvés sont présentés dans le tableau III.10 suivant :

Tableau III.10 : Valeurs de la teneur des effluents liquides en COT.

Echantillons des effluents liquides	COT(mg/L)
$E_{(P)avd}$	232
$E_{(P)apd}$	15,4
$E_{(US)}$	10,6
$E_{[(P)apd +US]}$	8,1

Nous remarquons que la teneur des effluents liquides en carbone organique avant et après décantation est due à la présence des hydrocarbures beaucoup plus. Une fois les effluents sont rencontrés les eaux usées sanitaires cette teneur ne devient pas linéaire.

Plomb : Les effluents liquides analysés proviennent des sites divers, ce qui influe considérablement sur leurs teneurs en plomb. Les résultats expérimentaux sont présentés dans le tableau III.11 suivant :

Tableau III.11 : Valeurs des teneurs en plomb dans les effluents analysés

Echantillons des effluents liquides	Plomb (mg/L)
$E_{(P)avd}$	0,092
$E_{(P)apd}$	0,090
$E_{(US)}$	0,029
$E_{[(P)apd +US]}$	0,048

Les concentrations en plomb trouvées dans les échantillons $E_{[(P)apd +US]}$ sont situées dans le domaine autorisé par la réglementation Algérienne, qui est de 0,5mg/L [2].

Cadmium : C'est un élément très important dans la détermination du devenir des effluents liquides dans le milieu naturel. Sa toxicité est telle que le moindre rejet pourrait engendrer des conséquences catastrophiques pour l'environnement. Les résultats d'analyse sont présentés dans le tableau III.12 comme suit :

Tableau III.12 : Concentration en cadmium dans les effluents liquides.

Echantillons des effluents liquides	Cadmium (mg/L)
$E_{(P)avd}$	0,0012
$E_{(P)apd}$	0,0010
$E_{(US)}$	0,000
$E_{[(P)apd +US]}$	0,000

Les résultats indiquent une absence totale du cadmium dans les échantillons $E_{[(P)apd +US]}$, par contre pour les échantillons $E_{(P)avd}$ et $E_{(P)apd}$, ils indiquent une concentration très faible, et très inférieure à la limite de rejet 0,2 mg/l [2].

Mercuré : Connue pour sa toxicité très élevée, sa détermination dans les effluents liquides peut nous renseigner sur les précautions de traitement. Les résultats obtenus sont résumés dans le tableau III.13 :

Tableau III.13 : Concentration en mercure dans les effluents liquides.

Echantillons des effluents liquides	Mercure(mg/L)
$E_{(P)avd}$	0,009
$E_{(P)apd}$	0,006
$E_{(US)}$	0,000
$E_{[(P)apd +US]}$	0,008

Les valeurs trouvées indiquent des teneurs proches de la valeur limite de rejets estimée à 0,01 mg/l [2], à l'exception de l'échantillon $E_{(US)}$.

Chlorures : Le chlorure est un générique des sels ou esters de l'acide chlorhydrique et de certains dérivés renfermant du chlore Cl (les ions chlorures).

Les résultats expérimentaux trouvés sont présentés dans le tableau III.14 suivant :

Tableau III.14 : Valeurs de la teneur des effluents liquides en chlorure

Echantillons des effluents liquides	Chlorures (mg/L)
$E_{(P)avd}$	722,35
$E_{(P)apd}$	719,77
$E_{(US)}$	764,09
$E_{[(P)apd +US]}$	808,42

Les concentrations en chlorures sont importantes dans nos échantillons $E_{[(P)apd +US]}$, elles sont d'ailleurs supérieures à la limite de rejets des composés organiques chlorés qui est de 7 mg/L [2].

Conclusion

La caractérisation des effluents liquides était dans le but de choisir le traitement convenable à appliquer.

III.1.2 Traitement

III.1.2.1 Coagulation-Floculation

III.1.2.2 Détermination de la dose optimale de coagulant

Cette série d'essais permet de connaître la dose de sulfate d'aluminium ou chlorure ferrique à ajouter pour obtenir la déstabilisation nécessaire des colloïdes et des matières qui troublent l'eau brute. Les essais ont été réalisés à différentes concentrations (100, 150, 200, 250 mg/L) pour un pH de 7,8 et à une température égale à 22,6°C. 90 mL d'eau ont été prélevées et analysées pour déterminer la turbidité, les MES, COT, Hc, Ca²⁺ et Mg²⁺.

Temps d'agitation : 30 min.

Temps de décantation : 30 min.

Les résultats expérimentaux trouvés sont résumés dans le tableau III.15 et illustrés par la figure III.1 :

Tableau III.15 : La variation de pourcentage d'élimination de la turbidité, MES, COT, Hc, Ca²⁺ et Mg²⁺ en fonction de la dose des coagulants (Al₂(SO₄)₃, 18 H₂O ; FeCl₃, 6H₂O ; pH=7,8, T=22,6°C).

Dose (mg/L)	Al ₂ (SO ₄) ₃ , 18 H ₂ O						FeCl ₃ , 6H ₂ O					
	Turbidité (%)	MES (%)	COT (%)	Hc (%)	Ca ⁺² (%)	Mg ⁺² (%)	Turbidité (%)	MES (%)	COT (%)	Hc (%)	Ca ⁺² (%)	Mg ⁺² (%)
100	82,84	91,58	37,02	37,47	22,40	9,02	82,63	91,02	33,70	37,5	17,56	8,57
150	83,30	94,39	37,37	38,21	30,10	9,24	82,40	90,28	27,37	27,54	7,88	5,27
200	76,90	93,45	22,62	24,73	7,16	4,61	75,07	89,15	18,49	24,59	5,55	2,85
250	73,55	84,11	3,40	4,91	12,00	1,97	72,80	83,73	2,37	4,56	10,75	0,86

Les résultats sont représentés dans les graphes suivants :

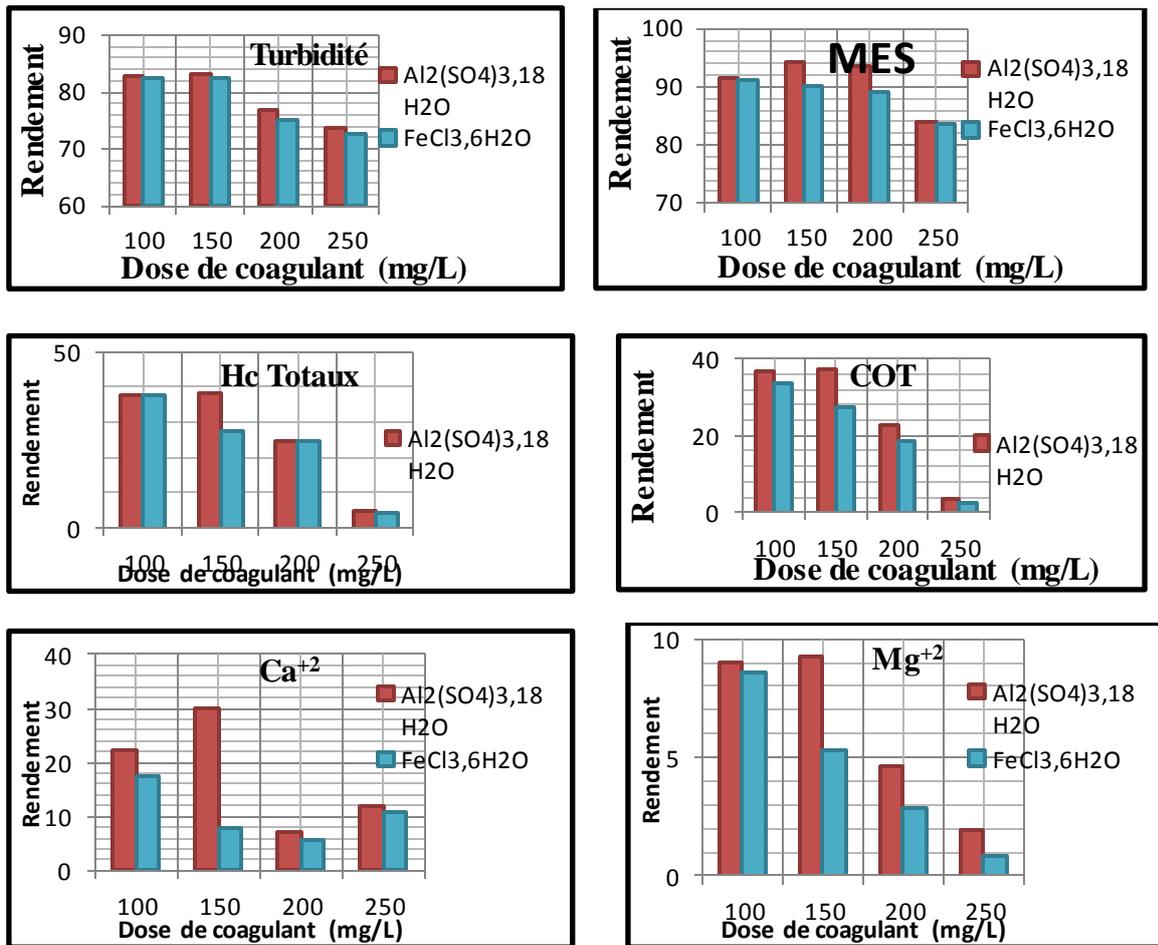


Figure III.1: Effet de la variation de pourcentage d'élimination de la turbidité, MES, COT, Hc, Ca^{2+} et Mg^{2+} en fonction de la dose des coagulants (pH=7,9, T=22,6°C).

La figure III.1, représente l'efficacité d'élimination de la turbidité, MES, COT, Hc, Ca^{2+} et Mg^{2+} en fonction de la dose des coagulant ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$; $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$).

Nous remarquons que pour une dose de 150 mg/L d' $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$:

Le maximum du rendement d'élimination de la turbidité est de 83,3%.

Le pourcentage d'élimination des MES est (94,39%) au delà de cette concentration nous constatons une diminution de rendement d'élimination.

En analysant l'évolution du COT et des Hc nous remarquons que le maximum du rendement d'élimination du COT est de 37,37 % et celui des Hc est de 38,21%.

D'après la figure qui illustre aussi l'élimination des Ca^{2+} et Mg^{2+} , nous remarquons que le rendement d'élimination des Ca^{2+} est de 30,1% au delà de cette concentration nous

constatons une diminution de rendement d'élimination et pour les Mg^{2+} , nous observons que le taux d'abattement ne dépasse pas les 9,24%.

Dans les mêmes conditions, nous remarquons que pour une dose de 100 mg/L de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, le maximum du rendement d'élimination des MES, COT, Hc, Ca^{+2} , Mg^{+2} et de la turbidité est (91,32%, 36,07%, 37,47%, 17,56%, 8,57% et 78,52%). Cela nous a permis de dégager la concentration de 150 mg/L de $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ et 100 mg/L de $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ comme concentrations optimales.

III.1.2.3 Effet du temps de contact

Nous avons procédé à une étude paramétrique pour déterminer les conditions opératoires optimales. L'évolution du rendement d'élimination des MES, du COT, des Hc, des Ca^{+2} , des Mg^{2+} ainsi que la réduction de la turbidité en fonction du temps de contact est examinée à une température égale à 22,6 °C, à un pH de 7,8 et une concentration de 150 mg/L de coagulant $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ et 100mg/L de coagulant $FeCl_3 \cdot 6H_2O$. Les prélèvements ont été effectués à un intervalle de temps pendant 4 heures. Ce temps correspond bien au temps de rétention dans le décanteur. En effet, ce temps a été choisi pour se rapprocher des conditions réelles de fonctionnement de décanteur car le temps de décantation de 30 min donné dans la technique peut être changé.

Les résultats expérimentaux trouvés sont résumés dans le tableau III.16 et illustrés par les figures ci-dessous

Tableau III.16 : la variation de pourcentage d'élimination de la turbidité, MES, COT, Hc, Ca²⁺ et Mg²⁺ en fonction du temps de contact ($C_{Al_2(SO_4)_3, 18H_2O} = 150\text{mg/L}$; $C_{FeCl_3, 6H_2O} = 100\text{mg/L}$; pH=7,8, T=22,6°C).

Temps (min)	Al ₂ (SO ₄) ₃ , 18 H ₂ O						FeCl ₃ , 6H ₂ O					
	Turbidité (%)	MES (%)	COT (%)	Hc (%)	Ca ⁺² (%)	Mg ⁺² (%)	Turbidité (%)	MES (%)	COT (%)	Hc (%)	Ca ⁺² (%)	Mg ⁺² (%)
0	3,51	7,47	5,60	1,94	0,35	1,08	3,47	6,54	3,44	1,90	0,35	1,08
15	33,55	8,41	8,62	6,02	23,65	1,75	32,58	7,47	2,58	24,78	22,22	1,75
30	33,05	23,36	20,64	41,00	22,58	1,75	32,21	22,42	19,69	38,21	22,04	1,75
40	42,02	41,12	33,66	64,50	17,02	3,51	40,98	40,18	33,14	63,65	15,77	2,19
45	66,50	49,53	62,93	71,90	22,93	2,85	65,42	48,59	60,99	70,25	22,22	1,97
60	80,52	58,87	67,15	69,55	20,78	3,51	80,10	57,50	64,52	69,49	22,93	2,41
75	86,88	85,98	80,38	86,35	33,51	3,51	85,89	95,81	75,77	85,71	32,79	2,41
90	96,58	61,68	90,12	94,28	23,65	3,51	96,12	60,74	87,88	92,70	22,75	2,40
105	96,71	65,42	95,98	97,94	30,64	3,51	96,18	62,68	94,61	94,37	29,92	8,55
120	97,08	95,32	98,44	98,65	30,10	9,24	97,05	93,45	97,45	98,61	28,75	8,57
150	97,08	95,29	98,38	98,62	30,09	9,24	97,03	93,42	97,50	98,62	28,58	8,57
180	97,09	95,30	98,42	98,64	30,06	9,24	97,03	93,45	97,47	98,62	28,75	8,57
210	97,08	95,30	98,40	98,62	30,08	9,24	97,05	93,45	97,45	98,61	28,75	8,57
240	97,08	95,32	98,44	98,65	30,10	9,24	97,05	93,45	97,45	98,61	28,75	8,57

Les résultats sont représentés dans les graphes suivants :

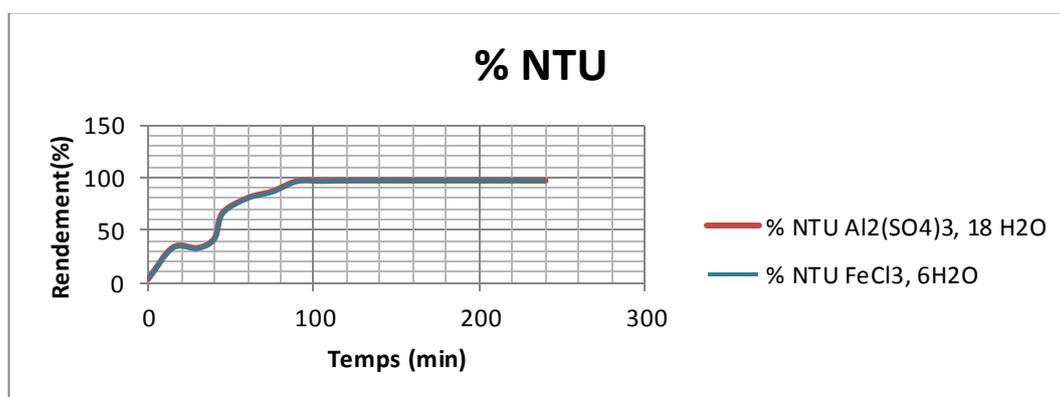


Figure III.2 : Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur l'élimination de la turbidité ($C_{Al_2(SO_4)_3, 6H_2O} = 150\text{mg/L}$, $C_{FeCl_3, 6H_2O} = 100\text{mg/L}$, pH= 7,8, T= 22,6).

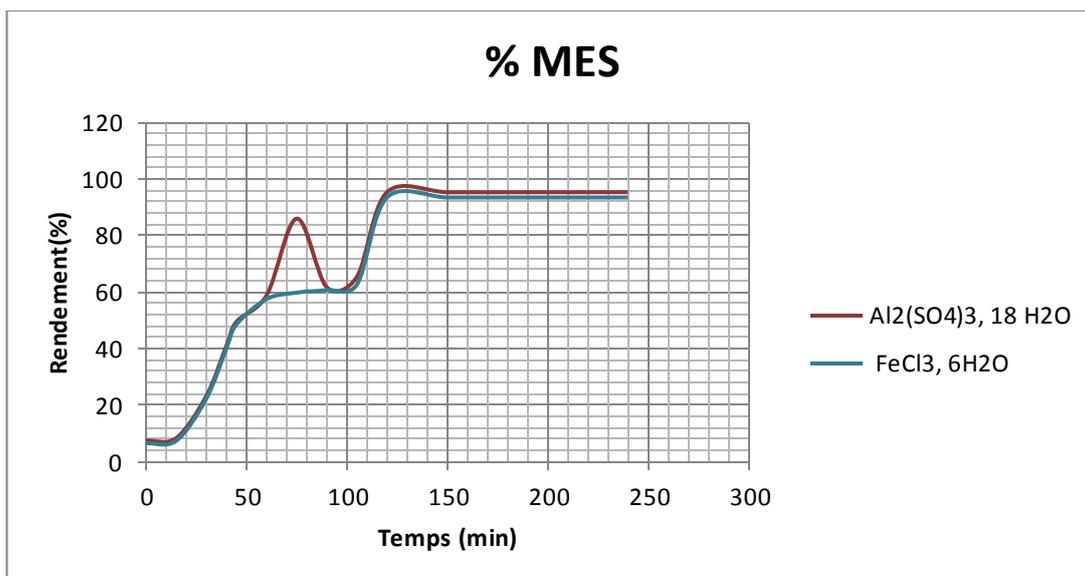


Figure III.3 : Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur l'élimination des MES ($C_{\text{Al}_2(\text{so}_4)_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 150\text{mg/L}$, $C_{\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 100\text{ mg/L}$, $\text{pH} = 7,8$, $T = 22,6$).

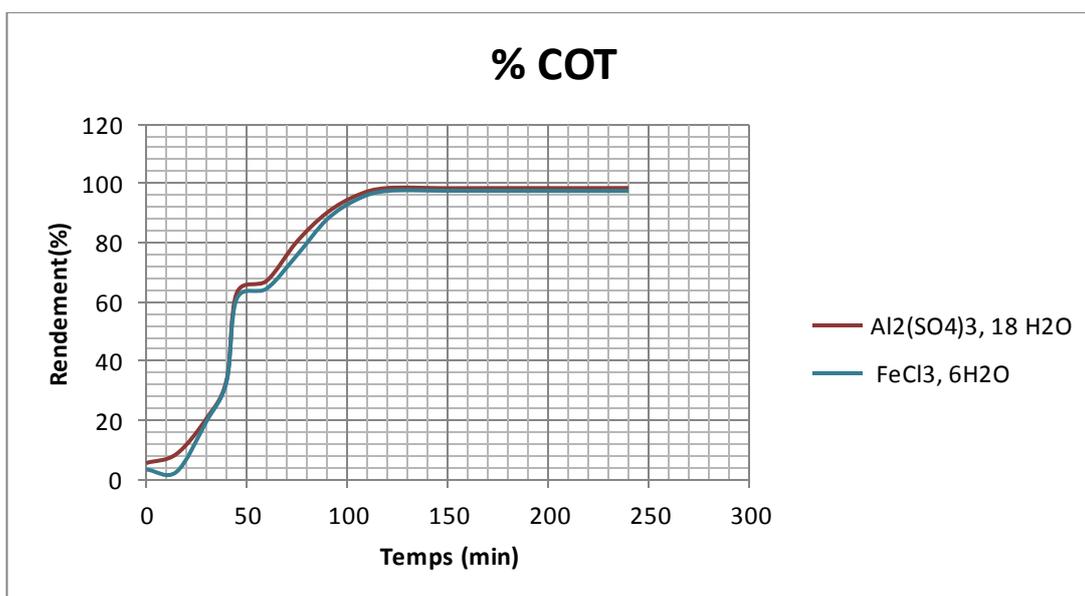


Figure III.4 : Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur l'aténuation du COT ($C_{\text{Al}_2(\text{so}_4)_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 150\text{mg/L}$, $C_{\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 100\text{ mg/L}$, $\text{pH} = 7,8$, $T = 22,6$).

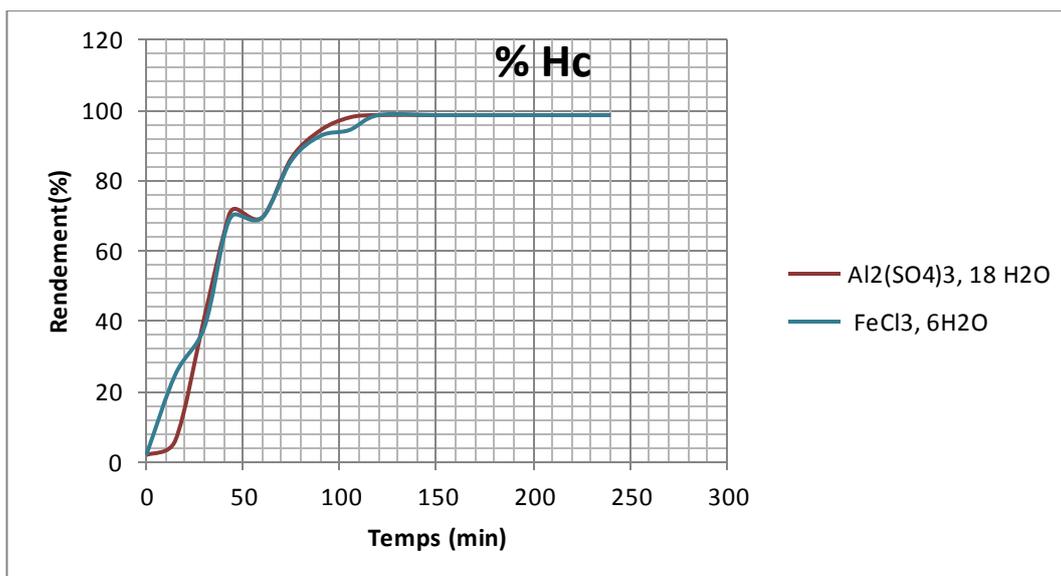


Figure III.5 : Influence du temps de contact de la coagulation-floculation sur l'élimination des Hc ($C_{\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 150 \text{mg/L}$, $C_{\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 100 \text{mg/L}$, $\text{pH} = 7,8$, $T = 22,6$).

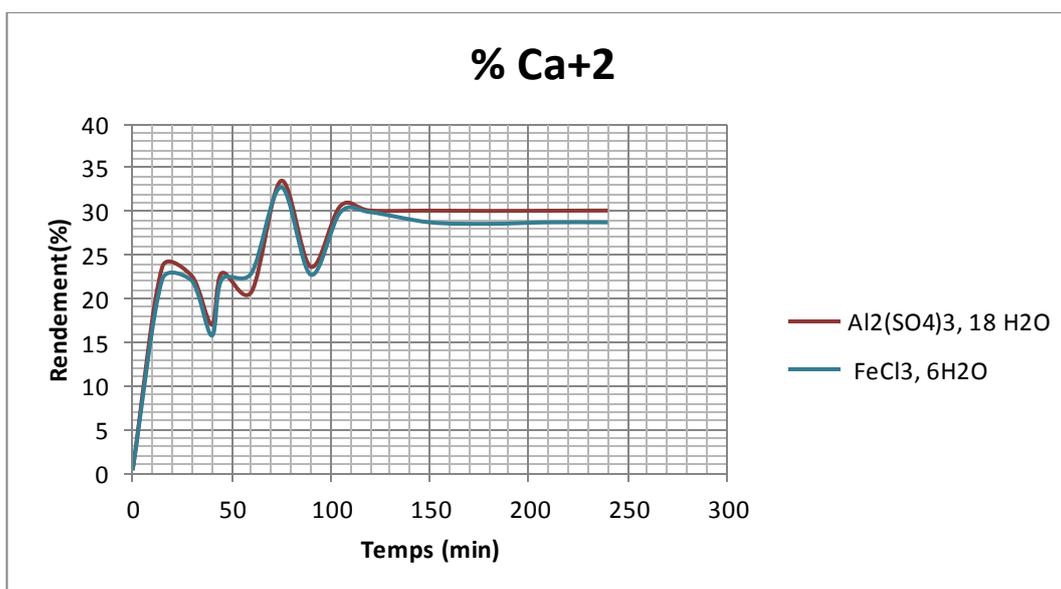


Figure III.6 : Influence du temps de contact de la coagulation-floculation sur l'élimination des ions Ca^{+2} ($C_{\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 150 \text{mg/L}$, $C_{\text{FeCl}_3, 6\text{H}_2\text{O}} = 100 \text{mg/L}$, $\text{pH} = 7,8$, $T = 22,6$).

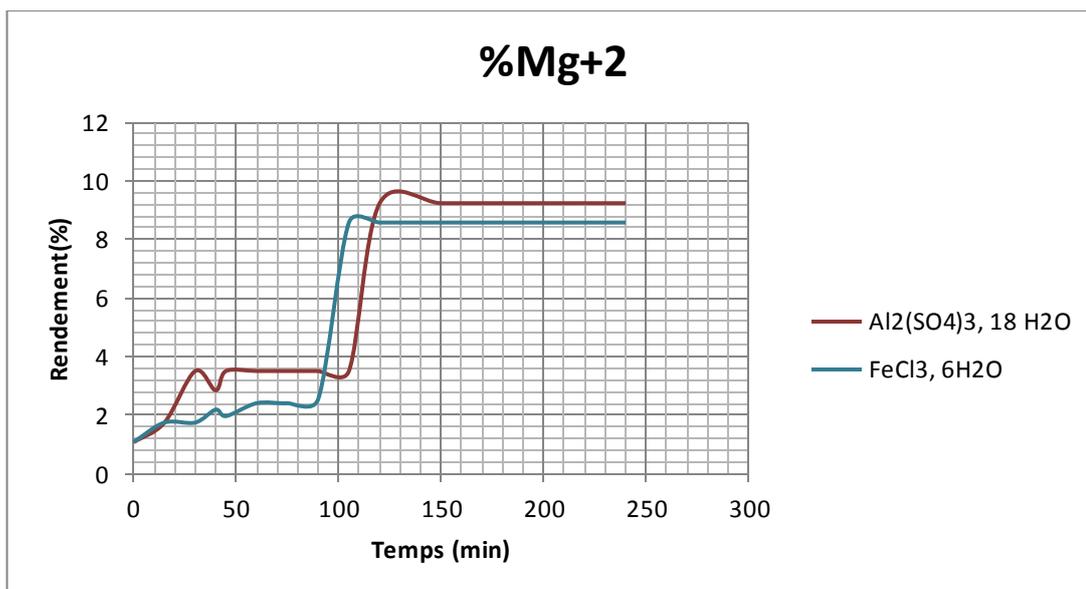


Figure III.7 : Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur l'élimination des ions Mg^{+2} ($C_{Al_2(sO_4)_3, 6H_2O} = 150mg/L$, $C_{FeCl_3, 6H_2O} = 100 mg/L$, $pH = 7,8$, $T = 22,6$).

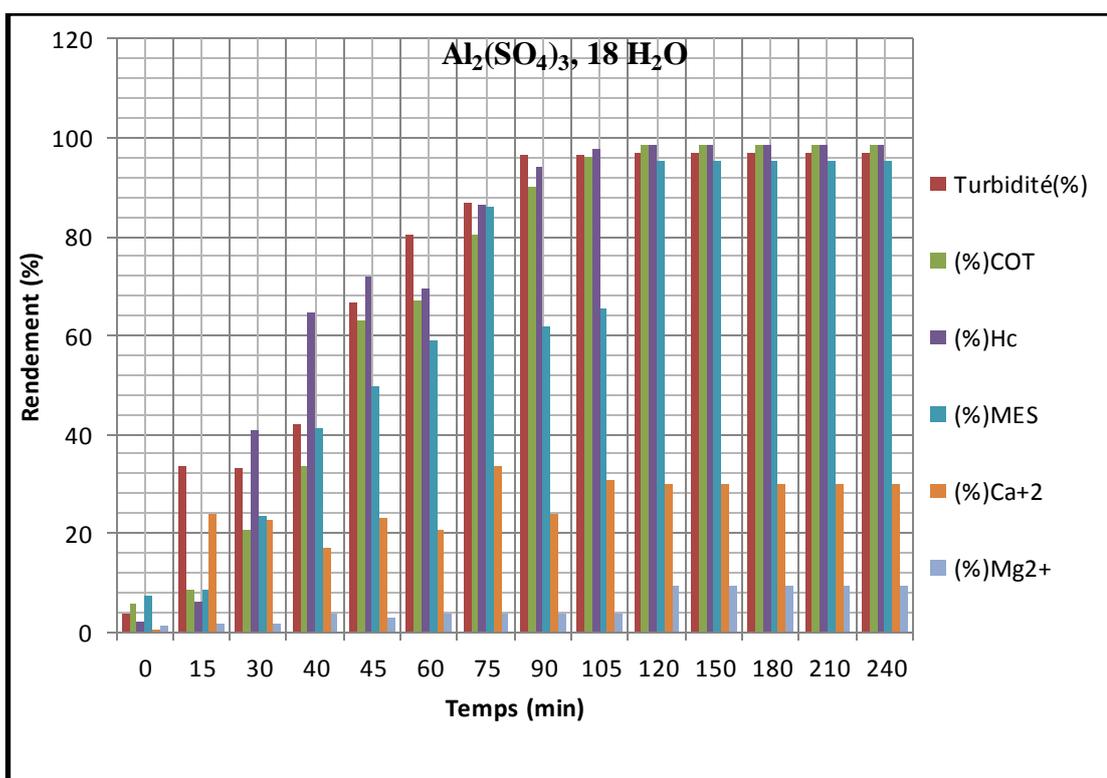


Figure III.8 : Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur le traitement des effluents liquides ($C_{Al_2(sO_4)_3, 6H_2O} = 150mg/L$, $pH = 7,8$, $T = 22,6$).

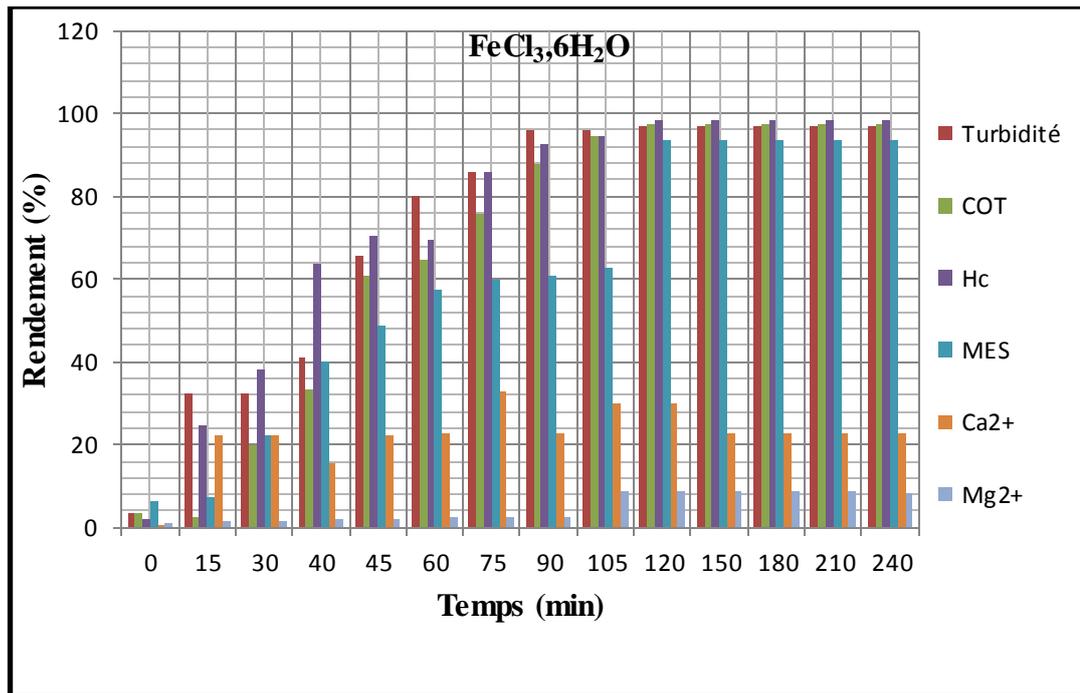


Figure III.9 : Influence du temps de contact de la coagulation floculation sur le traitement des effluents liquides ($C_{FeCl_3, 6H_2O} = 100 \text{ mg/L}$, $pH = 7,8$, $T = 22,6$).

Les figures nous montrent que le rendement d'élimination des MES, COT, Hc, Ca^{+2} , Mg^{+2} , et la turbidité par la coagulation, floculation augmente avec le temps de contact, le maximum du rendement est obtenu pour un temps de contact de 120 min, au-delà de cette durée le rendement demeure constant: (%NTU=97,08%, %MES=95,32%, COT=98,44%, Hc=98,65%, % Ca^{+2} =30,10%, % Mg^{+2} =9,24%) avec $Al_2(SO_4)_3, 18 H_2O$ et (%NTU=97,05%, %MES=97,45%, COT=98,44%, Hc=98,61%, Ca^{+2} =22,75%, % Mg^{+2} =8,57%) avec $FeCl_3, 6H_2O$.

III.1.2.4 Effet du pH

Lorsque le dosage optimal des réactifs a été trouvé, il est nécessaire de déterminer le pH convenable pour la floculation. Ce procédé a été réalisé à des pH égaux à 3,1 ; 5,3 ; 6,4 ; 7,8 ; 8,3 et 9. Pour la variation de ce pH la solution de NaOH est utilisée pour son augmentation et le HCl pour sa diminution. Et ce dans les conditions suivantes : un volume de 500ml d'eau de rejet, une concentration en coagulant de 150mg/L de $Al_2(SO_4)_3, 18H_2O$ et 100 mg/L de $FeCl_3.6H_2O$, avec un temps de contact de 2 heures.

Les résultats expérimentaux trouvés sont résumés dans le tableau III.17 et illustrés par la figure III.10 :

Tableau III.17 la variation de pourcentage d'élimination de turbidité, MES, COT, Hc, Ca⁺² et Mg⁺² en fonction du pH (Ccoag AL₂(SO₄)₃, 18H₂O=150mg/L, Ccoag FeCl₃,6H₂O= 100 mg/L, T=22,6°C).

pH	Al ₂ (SO ₄) ₃ , 18 H ₂ O						FeCl ₃ , 6H ₂ O					
	Turbidité (%)	MES (%)	COT (%)	Hc (%)	Ca ⁺² (%)	Mg ⁺² (%)	Turbidité (%)	MES (%)	COT (%)	Hc (%)	Ca ⁺² (%)	Mg ⁺² (%)
3,1	60,00	69,15	38,01	45,31	10,03	2,41	58,73	53,27	37,41	39,60	8,24	2,19
5,6	76,42	76,63	53,44	63,08	12,00	5,71	76,23	71,96	51,68	60,22	9,67	4,39
6,4	78,10	77,57	59,61	64,66	18,63	4,61	77,89	73,83	55,77	62,15	16,30	1,97
7,8	82,42	85,98	71,76	85,93	22,04	9,24	79,81	83,92	69,18	84,39	20,07	6,81
8,5	78,23	72,89	68,01	71,09	15,05	3,51	78,06	71,58	64,11	69,81	11,29	3,73
9	25,05	28,03	19,87	28,78	9,67	1,97	20,65	27,10	12,88	27,06	7,16	0,86

Les résultats sont représentés dans les graphes suivants :

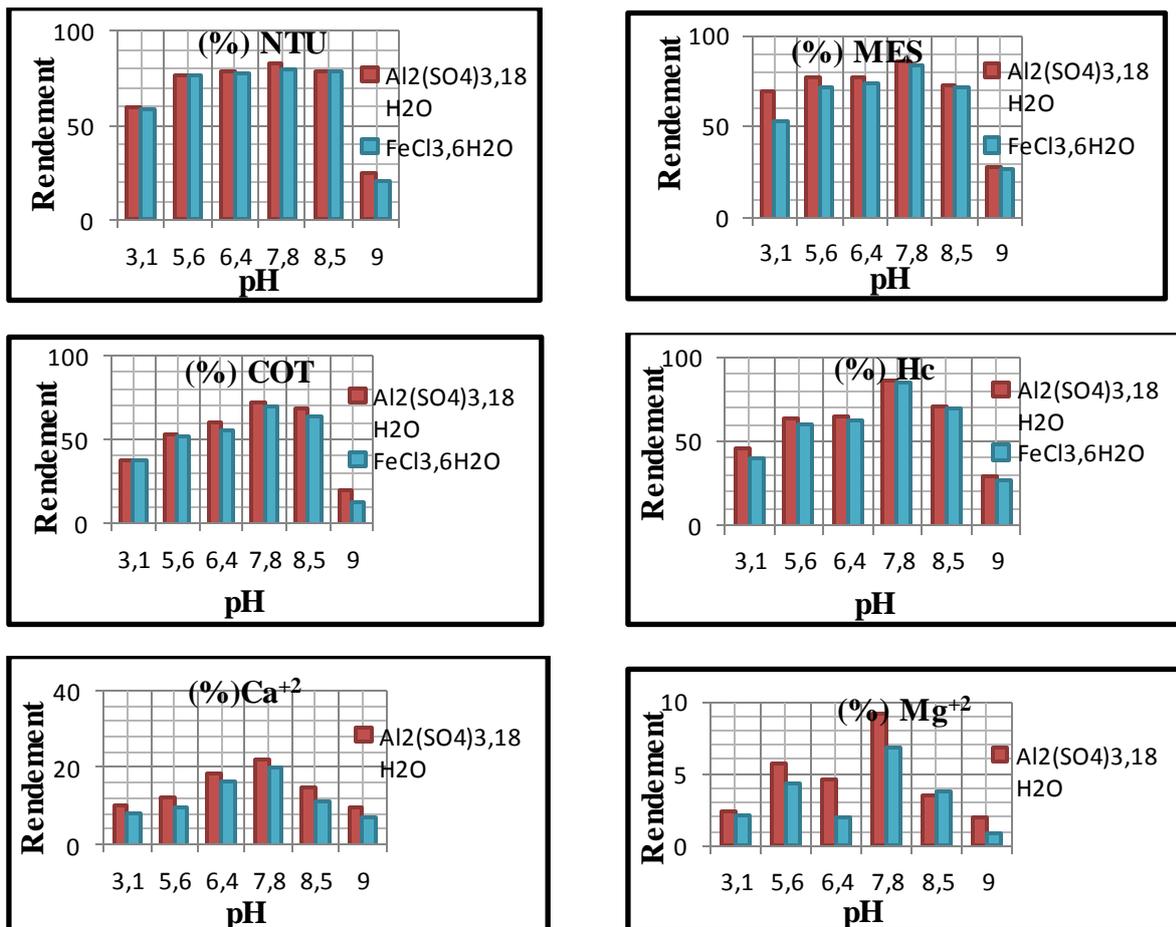


Figure III.10: Effet de la variation de pourcentage d'élimination de turbidité, MES, COT, Hc, Ca⁺² et Mg⁺² en fonction du pH (Ccoag AL₂(SO₄)₃, 18H₂O=150mg/L, Ccoag FeCl₃,6H₂O= 100 mg/L, T=22,6°C).

L'analyse des résultats obtenus sur le graphe de la figure III.10 montre que pour une dose de 150 mg/L de $Al_2(SO_4)_3, 18H_2O$:

La correction du pH (de 3,1 et de 9) apporte une diminution du rendement d'élimination de la turbidité. Ceci peut être attribué au changement du mécanisme de la coagulation. À un pH 7,8 on a obtenu le meilleur rendement d'élimination de la turbidité (82,42%) en raison de l'espèce $Al(OH)_3$ qui prédomine dans ce domaine du pH.

Pour un pH égale à 7,8, le maximum du rendement d'élimination des MES, COT, Hc est (85,98% ; 71,76% ; 85,93).

Le rendement d'élimination du Ca^{+2} en fonction du pH montre que pour un pH acide (3,1) et basique (9) seulement 9,85% de Ca^{+2} sont éliminés. A pH égale à 7,8 le rendement passe à 22,04%.

Dans les mêmes conditions pour une dose de 100 mg/L de $FeCl_3, 6H_2O$ le pH convenable est aussi de 7,8 pour obtenir une turbidité de 79,81%, 83,92% (MES), 69,18% (COT), 84,39% (Hc), 20,07% (Ca^{+2}).

L'allure de la figure III.4 montre que l'élimination des Mg^{+2} par le procédé coagulation, floculation n'est pas efficace dans l'intervalle de pH étudié puisque seulement 9,24% de Mg^{+2} sont éliminés avec le coagulant $Al_2(SO_4)_3, 18H_2O$ et 6,81% avec $FeCl_3, 6H_2O$.

III.1.2.5. Effet de la température

Une fois la dose du coagulant et le pH sont optimisés ($[Al_2(SO_4)_3]=150\text{mg/L}$, $[FeCl_3]=100\text{mg/L}$, $\text{pH}=7,8$), les essais ont été réalisés pour différentes températures égales à 15,5 ; 22,6 et 40°C. Les résultats expérimentaux trouvés sont résumés dans le tableau III.18 et illustrés par la figure III.5 :

Tableau III.18 : la variation de pourcentage d'élimination de turbidité, MES, COT, Hc, Ca^{+2} , Mg^{+2} en fonction de la température ($C_{\text{coag}Al_2(SO_4)_3, 18H_2O}=150\text{mg/L}$, $C_{\text{coag}FeCl_3, 6H_2O}=100\text{mg/L}$, $\text{pH}=7,8$).

T (°C)	$Al_2(SO_4)_3, 18 H_2O$						$FeCl_3, 6H_2O$					
	Turbidité (%)	MES (%)	COT (%)	Hc (%)	Ca^{+2} (%)	Mg^{+2} (%)	Turbidité (%)	MES (%)	COT (%)	Hc (%)	Ca^{+2} (%)	Mg^{+2} (%)
15,5	76,42	0,6	1,72	4,01	12,00	2,41	76,23	0,3	0,60	0,89	9,67	2,19
22,6	96,58	85,98	68,96	76,02	22,04	9,24	86,88	83,92	67,88	72,00	20,07	6,81
40	42,02	28,03	31,46	43,30	9,67	3,29	40,98	27,10	12,88	36,60	7,16	2,63

Les résultats obtenus sont présentés sur les graphes suivants:

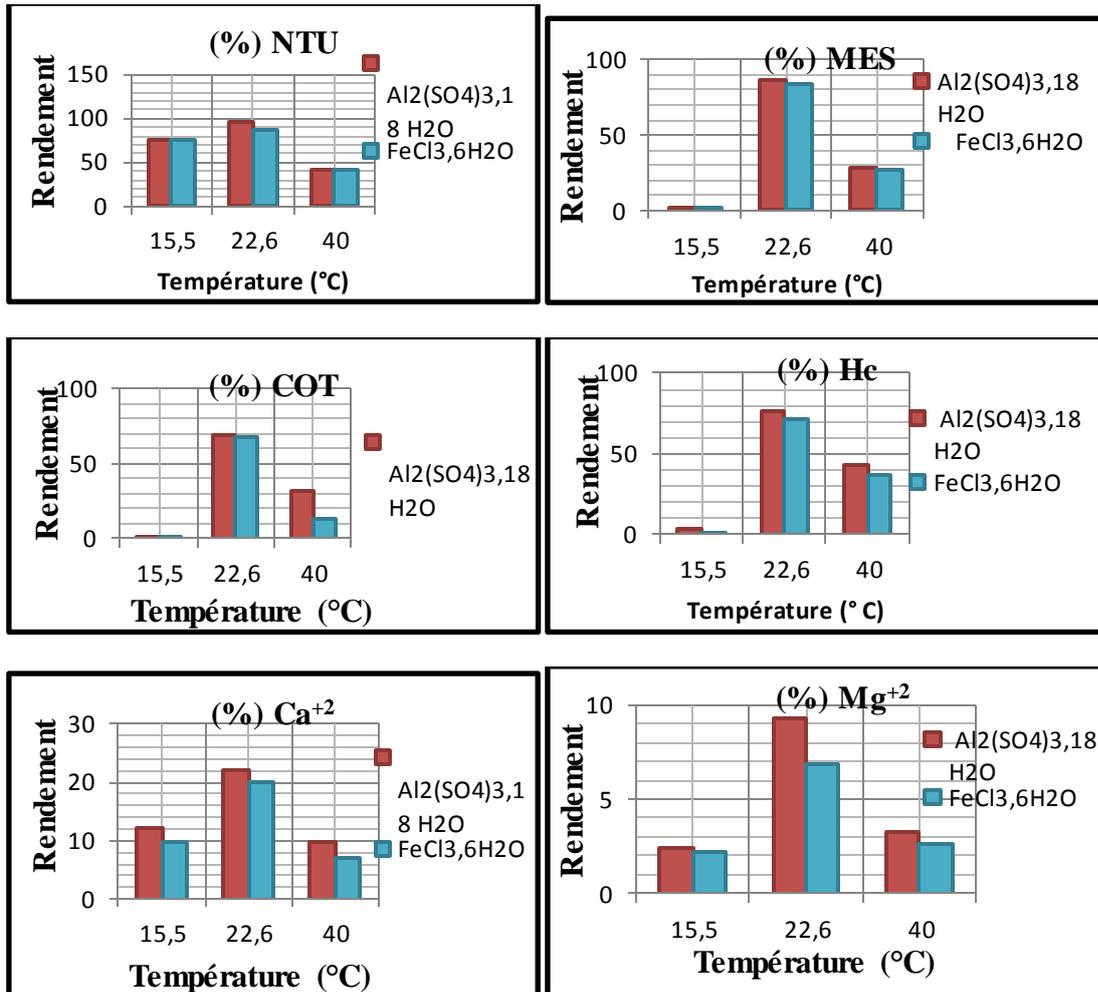


Figure III.11: Effet de la variation de pourcentage d'élimination de turbidité, MES, COT, Hc, Ca²⁺ et Mg²⁺ en fonction de la température (Ccoag Al₂(SO₄)₃·18H₂O=150mg/L, Ccoag FeCl₃·6H₂O= 100 mg/L, pH= 7,8).

Nous constatons que l'élimination de la turbidité augmente jusqu'à 22,6 °C, où le rendement atteint 96,58% avec le sel d'aluminium et 86,88 % avec le sel ferrique.

Le graphe illustre le pourcentage d'élimination des MES, des Hc et du COT en fonction de la température, on constate qu'à une température égale à 22,6°C le taux d'abattement est maximal (85,98% ; 76,02% et 68,96%) avec le coagulant Al₂(SO₄)₃·18H₂O et (83,92% ; 72,00 et 67,88) avec FeCl₃·6H₂O.

La figure montre qu'à une température égale à 22,6, on a 22,04% des Ca²⁺ sont éliminés avec le sel d'aluminium et 20,07% avec le sel ferrique au delà de 22,6 °C nous constatons une diminution de rendement d'élimination .

Le meilleur rendement d'élimination des Mg^{2+} est (9,24%) pour le coagulant $Al_2(SO_4)_3, 18H_2O$ et (6,81%) pour $FeCl_3, 6H_2O$, ils sont obtenus à une température égale à 22,6°C.

Traitement auxiliaires des rejets

Lors du traitement appliqué dans notre projet, les matières présentes dans l'effluent liquide peuvent être des suspensions hétérogènes, homogènes ou sous forme de matières dissoutes. Dans tous les cas la teneur des rejets en ces éléments doit être réduite ou éliminée totalement. Pour ce fait quelques propositions vous sont proposées :

- Adsorption des polluants (MES, Hc...) sur charbon actif.
- Précipitation par électrolyse.
- Récupération directe des précipités après traitement.

Conclusion

Les essais de traitement physique et chimique ont été proposés dans le but de réduire la teneur des effluents liquides en substances indésirables qui troublent l'eau pour une meilleure gestion de ces rejets.

Le traitement a donné des résultats satisfaisants avec un rendement moyen de 71,47% pour le sel d'aluminium et 69,64% pour le sel ferrique.

Néanmoins ces traitements nécessitent un traitement complémentaire des rejets engendrés et sont très coûteux.

CONCLUSION GENERALE



Conclusion Générale

Le travail présenté dans cette thèse s'intègre dans le cadre de la préservation de l'environnement, et à pour objectif la caractérisation des effluents liquides issus des bacs de stockage et leurs traitement dans le but d'une gestion efficace pour ce type de rejet.

La caractérisation est une étape déterminante dans le choix du traitement à appliquer, les résultats montrent :

Un pH neutre : 7,8 qui ne présente pas de danger lors du déversement dans le milieu naturel.

Les effluents se caractérisent par la teneur élevée en hydroxyde de fer sous forme de suspension qui donne une turbidité plus ou moins élevée (475 NTU).

Des concentrations importantes d'hydrocarbures ont été trouvées dans les effluents avant leur décantation (224 mg/L), indiquant une forte pollution. Mais le déshuilage et leur dilution avec les eaux usées sanitaire nous a permis d'obtenir des faibles quantités (4,3 mg/L).

La présence de plomb, cadmium et de mercure dans les effluents liquides, avec de très faibles quantités ne présente pas de danger pour l'environnement.

Les caractéristiques de ces effluents liquides les classent dans la catégorie des rejets industriels dangereux et nécessitent donc un traitement.

Les technologies et les méthodes de traitements sont nombreuses et le choix de l'une d'entre elles est un problème à priori délicat, le choix est basé sur la satisfaction des principaux paramètres suivants :

- L'efficacité dans le traitement.
- Facilité de mise en œuvre.
- Cout abordable.

Les traitements effectués montrent qu'une augmentation de la turbidité nécessite une augmentation du taux de flocculant bien que cette augmentation ne soit pas linéaire.

Le pH est la variable la plus importante dans le processus de floculation et le type de réactifs utilisés.

Dans ce cas, pour une bonne élimination de la turbidité, le pH optimal se situe entre 5,6 et 8,5 avec le sel d'aluminium et entre 5,6 et 7,8 avec le sel ferrique

Conclusion Générale

La gamme de pH optimal pour le sel d'aluminium est beaucoup plus étroite que pour le sel ferrique.

Le degré de clarification de l'eau est lié au temps de séjour de l'eau à étudier dans le décanteur. Plus le temps de décantation est long, plus la clarification sera meilleure et la turbidité résiduelle sera plus basse.

Dans notre cas, le temps de décantation convenable est de 120 minutes, temps suffisant pour permettre la sédimentation des floes formés, au-delà, le temps n'a pas vraiment d'importance sur le processus de décantation.

Pendant le traitement, la vitesse d'agitation intervient au début de la réaction sur la rapidité de mélange de réactif chimique de l'eau. Elle doit être de 100 à 150 tours par minutes ensuite sa diminution est nécessaire pour la formation des floes car l'agitation violente a un effet défavorable sur la déstabilisation des particules colloïdales et la destruction des floes.

La température joue aussi un rôle favorable dans le processus de floculation, plus la température augmente, plus l'élimination de trouble de l'eau est bonne. Sous l'effet thermique, la force de répulsion entre deux particules chargées diminue ainsi que la distance entre les floes formés, à condition la valeur de la température ne doit pas dépasser 30°C car le rendement deviendra faible.

Enfin les traitements proposés ou l'étude d'autres possibilités de traitement devraient être prospectés pour permettre un choix de traitement adéquat mais bien sur après l'étude technico-économique.

La perspective d'avenir, qui nous paraît la plus évidente, reste la mise en place d'une nouvelle unité de traitement de ces effluents, qui permettrait d'éviter les risques encourus lors du déversement de ces rejets dans l'environnement. Une chose est sûre, ces effluents doivent être pris en charge, notre travail constitue une contribution à ce projet qui pourrait avoir pour finalité la meilleure gestion qui soit pour ces rejets.

Pour conclure, quelque soit la politique de gestion des effluents industriels de notre pays, l'amélioration de notre cadre de vie et la préservation de notre environnement en dépend.

RECOMMANDATIONS

Actuellement au centre NAFTAL de Chiffa, le décanteur génère des quantités importantes de boues, ces dernières sont entreposées dans des sacs, entassées dans une assiette bétonnée située dans la zone de stockage des hydrocarbures.

I.1. Inconvénients :

- Stockées à l'air libre, elles sont ainsi exposées aux différentes conditions et phénomènes climatiques, ce qui n'est pas sans danger.
- Les différentes boues sont stockées ensemble, sans tenir compte de leurs compositions (plombées ou non), ce qui pourra présenter des difficultés lors leur valorisation.

I.2. Propositions :

Pour ce fait, certaines recommandations sont conseillées pour améliorer leur gestion actuelle :

- ✓ Séparer les différentes boues, les boues plombées d'un côté et les non plombées de l'autre pour une meilleure identification, notamment lors du traitement (une valorisation).
- ✓ Munir l'assiette d'un toit surélevé pour permettre la protection- des conditions climatiques en même temps que l'aération.

II. La pratique

La place du séparateur-déshuileur dans la chaîne de traitement

Le dimensionnement des installations de séparation d'hydrocarbures doit être basé sur la nature et le débit des effluents à traiter. Les éléments à prendre en compte sont donc les suivants :

- le débit maximum des eaux de pluie ;
- le débit maximum des eaux usées de production ;
- la présence de substances pouvant entraîner des dispersions comme les détergents.
- la masse volumique des hydrocarbures ;

La taille nominale (TN) du séparateur doit être calculée à l'aide de la formule suivante :

$$TN = (QR + f_x \cdot QS) \cdot f_d$$

Avec :

TN : Taille nominale du séparateur calculée

RECOMMANDATIONS

QR : Débit maximum des eaux de pluie en entrée du séparateur, en litres par seconde

QS : Débit maximum des eaux usées de production en entrée du séparateur, en litres par seconde

fx : Facteur relatif à l'entrave selon la nature du déversement (présence de surfactants)

fd : Facteur relatif à la masse volumique des hydrocarbures concernés

Dimensionnement assisté par ordinateur

Principales informations nécessaires au calcul

- Type d'application (Eau de ruissellement, purge, ...)
- Type d'eau à dépolluer (eau industrielle, eau de mer ...), densité
- Débit
- Plage des températures de service
- Type d'huile, masse volumique
- Quantité d'huile en ppm (normal & max) à traiter dans le fluide d'entrée
- Degré de séparation, quantité d'huile en ppm demandée en sortie
- Encombrement maximum à respecter
- Présence de surfactants ou de polluants chimiques
- Nature des contaminants solides, quantité en entrée
- Alimentation gravitaire ou par pompe, dans ce cas préciser le type de pompe (volumétrique, déplacement positif ...), son débit et sa pression de refoulement

En effet, l'Ouvrage de déshuilage des hydrocarbures non miscibles : Le **séparateur à hydrocarbures doit être équipé d'un régulateur de débit, by-pass, déversoir d'orage, dégrilleur, silo à boues, collecteurs de boues, télésurveillance...**

Enfin, pour les sites sensibles, un **ouvrage de finition** peut être installé affiner la séparation ou éliminer les métaux lourds.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] Journal officiel de la république Algérienne, N°43, Relative à la protection de l'environnement dans le cadre du développement durable, 2003.
- [2] Journal officiel de la république Algérienne, N°26, définissant les valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels, 2006.
- [3] Bordinave, « Applied petroleum geochemistry », Edition technique, Paris,1993.
- [4] P. Arnaud, « Cours de chimie organique », 15^{ème} édition technique, Paris, 1980.
- [5] P.Wuithier, « Raffinage et génie chimique » vol 1 et 2, Edition 1972.
- [6] E. Hammaoutene, « Caractérisation électrochimique d'échantillons de zinc traités thermiquement. Application à la protection cathodique par anode ». Projet de fin d'étude, département génie des procédés, F.H.L Université Boumerdes, 1999.
- [7] B. Abdelali, «Description et diagnostic des infrastructures et des installations de Naftal ». Audit environnemental, Bureau d'étude Macro Consulting Invest, Alger, 2014.
- [8] Anonyme, »Procédures de nettoyage des bacs par la méthode OCTEL », document de la Naftal, 2004.
- [9] F. Mekhafi, « Réutilisation des eaux résiduaires industrielles épurées comme eau d'appoint dans un circuit de refroidissement ». Projet de fin d'étude, département des sciences fondamentales, Université Skikda, 2009.
- [10] internet www.dictionnaire-environnement.com, 2010.
- [11] J. Rodier, « L'analyse de l'eau », 8^e Edition, 2005.
- [12] Degremont, Mémento technique de l'eau, Lavoisier SAS –Lexique technique de l'eau, dixième édition, Paris. 2005.
- [13] V . RONALAD. « Eau, Environnement et Santé Publique, 2ème édition », Ed TEC & DOC, PARIS. 2003.
- [14] J. Pointard, « Mise au point d'un protocole pour l'analyse des hydrocarbures totaux dans l'eau ». Projet de fin d'étude, Sciences de l'univers, Environnement et Ecologie, Université Pierre et Marie Curie, 2008.
- [15] internet : www.record-net.org,2004.
- [16] G. Miquel, « RAPPORT 261 », Office Parlementaire d'Evaluation des choix scient. tech. , 2000-2001.
-

BIBLIOGRAPHIE

- [17] J. L. Kitman, « Histoire secrète du plomb », Edition Allia, 2005.
- [18] Y. Durier, « Caractéristiques des carburants et combustibles et leurs influences sur le fonctionnement des moteurs », Institut Français du Pétrole, Edition Technique, Paris, 1971.
- [19] Anonyme, « Gestion du séparateur Hydrocarbures/ Eau », documentation da la Naftal.
- [20] M. Astruc, « L'archivage des échantillons de l'environnement : le projet QRQUE », Office Parlementaire d'Evaluation, rapport n°261,2001.
- [21] internet : www.reptox.csst.qc.ca, 2008.
- [22] C. London, « cadre réglementaire européen des déchets », Technique de l'ingénieur, référence G2021, 1991.
- [23] B. Belhaouari, « Traitement des eaux usées industrielles », Institut Algérien de pétrole, Edition document, 2015.
- [24] D.Moise Desire, « Mécanismes de coagulation et de floculation de suspensions d'argiles diluées rencontrées en traitement des eaux ». Mémoire de doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse III, 2007.
- [25] R. Desjardins, « Le traitement des eaux », 2^e édition revue et enrichie : Ecole Polytechnique, p 29-31, Canada, 2007.
- [26] Anonyme, « Les séparateurs- déshuileurs », document de la Naftal, 2011.
- [27] internet : www.pecofacet.com, 2011 Ou internet : France@pecofacet.net, 2011.
- [28] Degremont : Memento Technique de l'eau- Edition degrement- Paris, 1978.
- [29] F. VALIRON, « Gestion des Eaux : alimentation en eau – assainissement », Presses de l'école Nationale des ponts et chaussées, Paris. 1989.
- [30] A. Mounia, N. Ouazzani, A. Yaacoubi et L. Mandi, « Caractérisation des margines issues d'une huilerie moderne et essais de leur traitement par coagulation-floculation par la chaux et le sulfate d'aluminium », Revue des sciences de l'eau : Journal of Water Science, vol. 21, n° 1, p. 53-67. 2008.
- [31] G. Crini et P-M. Badot, « Traitement et épuration des eaux industrielles polluées, procédés membranaires, bioadsorption et oxydation chimique », Presse universitaire de Franche-Comté. 2007.
-
-

BIBLIOGRAPHIE

- [32] J.W. Klein Wolterink, M. Hess, L.A.A. Schoof, J.W. Wijnen, « installations de réception portuaires pour la collecte et le traitement des ordures de navire, des eaux de cale et des résidus d'hydrocarbures ». Projet med.b4.4100.97.0415.8 , Les Pays Bas, 2004.
- [33] C. CARDOT, « Génie de l'environnement: les traitements de l'eau», éd Ellipses , p. 247 , Paris. 1999.
- [34] R.P. Lipmann, L. Kukolich, et D. Shahian, « Predicting of complications in coronary artery bypass operating using neural networks, In G». Tesauro et al. (Eds), advances in neural information processing systems 7, Menlo park, CA: MIT press, 1055-1062, 1995.
- [35] R. Desjardins, « Le traitement des eaux, 2eme édition ». Ed de l'Ecole Polytechnique de Montréal , p 28-72, 1990.
- [36] H, R. Hernández De León, « Supervision et diagnostic des procédés de production d'eau potable ». Automatic, INSA de Toulouse, France. 2006.
- [37] L. Citeau, «Etude des colloïdes naturels présents dans les eaux gravitaires des sols contaminés », Unité de science du sol, Versailles et INA-PG, 2004 .
- [38] P. Mouchet, « Traitement des eaux avant utilisation : Matières particulaires», Technique d'ingénieur.
- [39] N. Yahiaoui, «Etude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif ». Mémoire de Magister, département de Chimie, Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou, 2012.
- [40] Ministère de l'environnement du Maroc, «Normes marocaines, Bulletin officiel du Maroc », N°5062 du 30 ramadan1423 . Rabat, 2002 .
-

ANNEXES



ANNEXE I : PRESENTATION DE L'ENTREPRISE NAFTAL.

NAFTAL est une société publique Algérienne chargée du stockage et de la distribution des produits et dérivés pétroliers à l'échelle nationale.

Elle a été créée par le décret N° 80/101 du 06 avril 1981. Elle est entrée en activité le 1^{er} janvier 1982, chargée du raffinage et de la distribution des produits pétroliers.

En 1987, l'activité raffinage est séparée de l'activité distribution. L'**ERDP** est alors scindée en deux entités **NAFTEC** et **NAFTAL**. La première est chargée du raffinage et le second est chargée uniquement de la commercialisation et de la distribution des produits pétroliers et dérivés.

En 1998, **NAFTAL** change de statut et devient Société par actions filiales à 100% de la **SONATRACH**.

La **NAFTAL** est constitué de cinq (03) branches essentielles :

- ✓ Branche Commercialisation.
- ✓ Branche Carburants.
- ✓ Branche GPL.

NAFTAL a pour mission principale, la distribution et la commercialisation des produits pétroliers sur le marché nationale :

- ❖ Les essences : Normal, Super, Sans plomb, GPL,... etc.
- ❖ Les carburéacteurs : Jet A1, A Vegas, Metmix,...etc.
- ❖ Les huiles, Lubrifiants.
- ❖ Fioul, Gasoil,...etc.

Elle intervient également dans les domaines de :

- ✚ L'enfutage des GPL.
 - ✚ La formulation de bitumes.
 - ✚ La distribution, Stockage et commercialisation des carburants, GPL , Lubrifiants, Bitumes, pneumatiques, GPL/ Carburant, Produits spéciaux.
 - ✚ Le transport des produits pétroliers.
-

ANNEXE II : RAFFINAGE.

1. Définition :

Le terme raffinage, du mot raffiné, veut dire rendre plus fin, plus pur. Le raffinage dans l'industrie du pétrole consiste en une suite d'opérations permettant de transformer ce dernier en carburant, combustibles, solvants, lubrifiants, bitumes, paraffines (environ 500 produits) livrés directement à la consommation par l'intermédiaire des réseaux de distribution. Ces produits font l'objet d'un conditionnement spécial et constituent des matières de base pour la pétrochimie.

2. Principaux procédés de raffinage :

❖ La séparation est obtenue par :

- Distillation par condensation des vapeurs du pétrole brut (les composants ayant un point d'ébullition différent sont séparés par chauffage progressif).
- Extraction par solvant.
- Absorption sur tamis moléculaires.

❖ L'épuration est obtenue par :

- Désulfuration.
 - Dégazolinage
 - Craquage : casse les molécules lourdes en molécules plus légères.
 - Hydrocracking : un flux dihydrogène à haute température et à haute pression (en présence d'un catalyseur chimique qui active les réactions) découpe les molécules du fuel lourd.
 - Hydrogénation, isomérisation, reformage catalytique (Reforming : transforme la structure moléculaire des essences issus de la distillation).
 - Alkylation et polymérisation qui créent des hydrocarbures nouveaux.
-
-

ANNEXE III : ECHANTILLONNAGE.

1. Prélèvement :

Avant les effluents liquides étaient libéré d'une manière incontrôlée transportant de grandes quantités de substances dans les cours d'eau. Par après les études qui ont été faites, ont montré que cette technique pollue les cours d'eau, les eaux souterraines et même le sol.

La notion de développement durable apparue dans les années 1970 précise que le développement de l'humanité ne saurait être durable que s'il parvient à concilier les trois piliers du développement : l'économie, le social et l'environnement. De ce fait, une réflexion sur une réforme de la gestion des eaux résiduaires industrielles s'est engagée dans le but de réduire ou d'éliminer l'impact de cette activité sur l'environnement.

En effet, la législation a interdit tout déversement des rejets susceptibles de nuire à l'environnement. Obéissant à cette nouvelle réglementation les effluents liquides industriels ont été évacués vers un dispositif de décantation avant leur déversement au milieu naturel.

Les échantillons ont été prélevés du site de la NAFTAL sis à Chiffa directement du décanteur.

2. Méthode :

Les effluents liquides ont un caractère hétérogène et fréquemment instable en raison de leur forte teneur en matières en suspension ou en matières flottantes, ils requièrent beaucoup de soin dans leur échantillonnage de façon à obtenir des échantillons aussi représentatifs que possible de tout le volume des effluents.

L'objectif de l'échantillonnage est d'extraire un volume d'effluent liquide réduit mais reflétant les caractéristiques physiques, chimiques et biologiques du système entier au moment de l'opération.

Il faut prendre en considération les paramètres caractérisant l'état de l'effluent (origine, température, volume des effluents,...) afin d'élaborer un programme d'échantillonnage.

Les opérations d'échantillonnage doivent être exécutées rapidement à partir d'un réservoir de décantation des effluents liquides, tout le contenu doit d'abord être

mélangé. L'agitation de cette eau peut changer inévitablement certaines caractéristiques physiques en endommageant la structure du floc et

Lorsque la mesure de telles propriétés est importantes, l'intensité et la durée du mélange ne doivent pas être excessives.

ANNEXE III : ECHANTILLONNAGE.

Le lieu de prélèvement doit être choisi au niveau de l'effluent total en un point où la turbulence de l'écoulement est assurée donc un certain nombre d'échantillon devra être pris et réunis pour obtenir l'échantillon définitif.

-immédiatement avant de prendre les sous- échantillons destinés aux essais, la totalité de l'échantillon doit être homogénéisée d'une façon appropriée aux mesures à faire. Pour la mesure de caractéristiques nécessitant le minimum de perturbation du floc des effluents, telles que celles relatives à la décantation, une agitation douce est essentielle et devrait être préférablement réalisée en transvasant l'échantillon entre deux béciers.



ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

I-Analyse chimique par spectroscopie atomique couplée à un plasma ICP :

Référence normative de l'essai- Manuel utilisateur spectromètre Jobin-Yvon ICP version 2.0 référence : 31088485- logiciel ICP V5.

I.1. Principe :

La méthode consiste à ioniser l'échantillon en l'injectant dans un plasma d'argon, (ioniser par une sorte de flamme extrêmement chaude).

La puissance utiliser ne permet pas de traiter les particules de taille supérieure au micromètre.

I.2 Mode opératoire :

I.2.1. Gamme de vérification des dispositifs de surveillance et de mesure :

- Identification : Spéctroanalyseur combiné (ICP).
- But : vérification fonctionnelle.
- Tolérance à respecté : pour les fortes teneurs ± 0.5 ppm, pour les faibles teneurs ± 5 ppm.
- Méthode de vérification : élaboration d'une courbe d'étalonnage entre 0 et 5 ppm, pour une méthode d'analyse de 30 éléments avec des étalons certifiés, pour vérifier le bon fonctionnement du spectromètre les mêmes étalons sont analysés comme échantillons, les valeurs trouvées doivent se situer dans un intervalle de ± 0.5 ppm.

I.2.2. Analyse chimique par spectroscopie d'émission atomique couplée à un plasma :

- Qualification des ressources humaines : ingénieur chimiste- formation sur le spectromètre ICP.
- Conditions ambiantes : Température = 22 ± 1 °C.
- Equipement et matériels requis : spectromètre d'émission atomique couplé à un plasma induit par haute fréquence (ICP) Jobien Y von contrôlé par logiciel ICP V5 totalement développé sous Windows, ce logiciel nécessite un ordinateur de configuration minimale.
- Méthode d'échantillonnage au besoin : cette opération est effectuée par les techniciens du service ou par client demandeur de la prestation.
- Méthode d'essai :
- ✓ **Spectroscopie d'émission atomique induite par haute fréquence :**

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

Cette méthode consiste à réaliser l'analyse élémentaire de solution aqueuse, organique ou encore de solide mis en solution pour des concentrations allant des traces aux pourcentages.

Le principe de l'analyse par ICP est le suivant :

L'échantillon est prélevé, nébulisé puis transmis vers le plasma, il subit là les différentes étapes de décomposition, d'atomisation, d'ionisation, les atomes et les ions générés sont alors excités.

L'intensité des raies émises par ces espèces lors de leurs retours vers les niveaux d'énergie fondamentaux est ensuite mesurée.

Le plasma est un gaz partiellement ionisé et macroscopiquement neutre.

La haute température (6000 à 10000 °C).

✓ Optimisation du spectromètre :

La mise en fonctionnement passe par les deux étapes suivantes :

*Vérification :

Avant d'allumer ou de programmer l'allumage du plasma, des vérifications sont à effectuer :

- Vérifier que le circuit solution-pompe – nébulisateur n'a pas de fuite et que les connexions tiennent.
- Vérifier le fonctionnement de l'aspiration pour l'évaporation des gaz chauds.
- Vérifier les connexions de l'alimentation des gaz argon, azote.
- Vérifier que le circuit de refroidissement d'eau fonctionne.

*Allumage du plasma :

L'allumage du plasma est automatique, vérifier que toutes les sécurités sont vertes.

II. Analyse chimique par chromatographie en phase gazeuse (GC) et détection par ionisation de flamme (FID) :

Référence normative de l'essai :

ISO 5667-3 : 2004 : Qualité de l'eau – Échantillonnage – Partie 3 : Lignes directrices pour la conservation et la manipulation des échantillons d'eaux.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

ISO 9377-2 : 2000 : Qualité de l'eau – Détermination de l'indice hydrocarbure- partie 2 : Méthode par extraction au solvant et chromatographie en phase gazeuse.

II.1.Objet et domaine d'application :

Cette procédure a pour objet de décrire une méthode de détermination de l'indice hydrocarbure C10-C40 par chromatographie en phase gazeuse (GC) et détection par ionisation de flamme (FID) dans les eaux.

Considéré comme pratiquement universel pour les composés organiques, c'est le détecteur par excellence de la CPG actuelle. Le courant gazeux issu de la colonne pénètre dans la flamme d'un petit brûleur alimentée par un mélange d'hydrogène et d'air.

La méthode est applicable à tous les types d'eaux et permet la détermination de l'indice hydrocarbure pour des concentrations supérieures à 0.05 mg/l.

II.1.1 Principe

Extraction des hydrocarbures de l'échantillon par de l'hexane.

Purification sur colonne de Florisil.

Analyse par GC-FID. Mesurage de l'aire totale de pics entre le n-décane (C10) et le n-tétracontane (C40).

Quantification de la concentration en huiles minérales par rapport à un étalon externe composé de diesel et d'huile moteur. Calcul de l'indice hydrocarbure.

II.1.2.Appareillages et matériels utilisés :

-Chromatographe en phase gazeuse et détecteur à ionisation de flamme.

-Colonne capillaire avec une phase apolaire (95 % diméthyl, 5 % diphénylpolysiloxane de 5 à 25 m de long avec un diamètre interne de 0,10 à 0,32 mm et une épaisseur de film de 0,1 à 0,25 µm).

-Agitateur magnétique et barreaux magnétiques.

-Concentrateur sous azote .

-Balance analytique de précision 1 mg.

-Erlenmeyer de 100 ml.

-Fioles jaugées de 5 ml, 10 ml et 20 ml.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

- Ampoules à décanter de 2 l munies d'un robinet en Téflon.
- Pipettes Pasteur.
- Entonnoirs en verre.
- Pipettes automatiques.
- Colonnes de purification de 20 cm de long et de 1.5 cm de diamètre et robinet en Téflon.
- Filtres en papier \varnothing 110 mm.

II.1.3.Mode opératoire :

Avant utilisation, rincer la verrerie à l'hexane.

✓ **Extraction :**

Peser un erlenmeyer de 2l au trébuchet. Verser environ 1l d'échantillon dans l'erlenmeyer et repeser celui-ci. Acidifier à pH 2 avec de l'acide chlorhydrique 2N . Verser 80g de sulfate de magnésium heptahydraté pour éviter les émulsions.

Ajouter 50 ml de la solution fille du solvant d'extraction. Ajouter un barreau magnétique, un bouchon et agiter sur plaque magnétique pendant 1 heure.

Transvaser la solution dans une ampoule à décanter préalablement rincée avec la solution fille du solvant d'extraction.

Rincer l'erlenmeyer et l'entonnoir avec la solution fille du solvant d'extraction. Evacuer la phase aqueuse.

Filtrer la phase organique sur le sulfate de sodium anhydre et récupérer dans un erlenmeyer de 100 ml. Rincer l'ampoule et le sulfate avec la solution fille du solvant d'extraction.

***Solvant d'extraction avec composés de référence**

Solution mère du solvant d'extraction :

Peser 20mg de n-tétracontane . Ajouter du n-hexane Pour dissoudre le n-tétracontane , passer la solution quelques instants au bain à ultrasons.

Ajouter 20 μ l de n-décane . Ajuster au trait de jauge de 1000 ml avec du n-hexane . La solution doit être hermétiquement fermée et conservée au frigo.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

La solution est stable 6 mois au maximum.

***Solution fille du solvant d'extraction**

Diluer la solution mère du solvant d'extraction 10x avec du n-hexane dans un jaugé.

✓ Purification

-Utiliser au moins 3 g de Florisil . Remplir la colonne de purification avec un morceau de laine de verre, du florisil sur une hauteur d'environ 5cm en tapotant légèrement et avec environ 1cm de sulfate de sodium anhydre

Conditionner la colonne avec un volume au moins égal à la hauteur du florisil de solution fille du solvant d'extraction.

-Eluer l'échantillon.

Rincer l'échantillon avec la solution fille du solvant d'extraction

Concentration

Concentrer l'extrait purifié sous flux d'azote jusqu'à 0.5 ml.

Transvaser l'extrait à la pipette pasteur dans une fiole préalablement pesée.

Rincer les parois du tube avec la solution fille du solvant d'extraction .

Peser la fiole contenant l'extrait avec la balance analytique de précision 1mg.

Déterminer le volume exact grâce à la pesée (volume final : 1 à 2 ml).

Cette concentration doit se faire en douceur pour éviter la perte des volatils éventuels.

✓ Réglage du chromatographe en phase gazeuse

Un exemple de conditions GC est donné ci-dessous :

Colonne : VF-5ht 15m x 0.25mm x 0.10µm

Technique d'injection : « splitless » (30 sec)

Température d'injection : 300 °C

Volume d'injection : 2 µl

Gaz vecteur : hélium

Programme de température du four : 40 °C pendant 5 min, 20 °C/min jusqu'à 320°C, 320 °C pendant 3 min

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

Détecteur : détecteur à ionisation de flamme

Température du détecteur : 330 °C

✓ **Intégration**

Si nécessaire, corriger chaque chromatogramme en soustrayant le « bleeding » de la colonne enregistré. Intégrer le chromatogramme entre le n-décane et le

n-tétracontane. Démarrer l'intégration juste après le pic du n-décane au niveau du signal pris avant le pic du solvant ou juste après le pic du n-décane au niveau du signal de ce pic suivant l'efficacité de la soustraction du « bleeding ». Mettre un terme à l'intégration juste avant le début du pic du n-tétracontane sur le même niveau de signal. Vérifier tous les chromatogrammes visuellement pour garantir une interprétation correcte.

III. Détermination des résidus secs dans les effluents liquides :

III.1. Principe :

Détermination par pesée des effluents dans une capsule antigrimpante après séchage à l'étuve à 105°C pendant 2 heures.

III.2 .Matériels :

- Capsule antigrimpante.
- Balance de précision 0,1 prés.
- Etuve à 105 °C.
- Dessicateur.

III.3 Réactifs :

- Fluorure de sodium.

III.4. Mode opératoire :

- Tarer la capsule (P1 g).
- Introduire une pincée de fluorure de sodium NAF dans la capsule antigrimpante.
- Introduire la capsule dans l'étuve et sécher entre 100 et 105°C pendant 2 heures.
- Refroidir la capsule au dessiccateur et peser, soit P2 le poids de la capsule + NAF.
- Prélever une prise d'essai de 10 mL d'effluent à analyser et l'introduire dans la capsule. Agiter avec précaution pour faire dissoudre le fluorure.

- Faire sécher à l'étuve jusqu'à complète évaporation d'effluent. Maintenir à l'étuve pendant 20 à 30 min après constat d'évaporation totale.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

- Refroidir au dessiccateur, puis peser soit P3 le poids de la capsule+ résidus sec.

III.5. Expression des résultats :

Résidu sec, exprimé en mg/L est donné par la formule :

$$R. \text{ sec (mg/L)} = (P3-(P2-P1)) \cdot 10^3 / PE.$$

PE : la prise d'essai d'effluent à analyser (10mL).

P1, P2, P3 sont exprimés en mg.

IV. Dosage des chlorures par volumétrie :

IV.1. Référence :

- API recommended practice for analyse of oil-field water.

IV.2. Mode opératoire:

• Prélever une prise d'essai de 20 ml d'effluent liquide et l'introduire dans un erlenmayer.

• Le pH doit être compris entre 6 et 8,5 sinon l'ajuster avec bicarbonate de sodium ou de l'acide nitrique.

- Ajouter 5 gouttes (1ml) d'indicateur.
- Titrer la solution avec AgNO_3 jusqu'à obtention d'une coloration rouge brune.
- Noter le volume d' AgNO_3 utilisé.
- La concentration des chlorures est calculée comme suit :

$$[\text{Cl}] = [V \times N \times 35,475 \times 10^3] / V_{PE} \quad (\text{mg/l}).$$

Avec :

- V : le volume de AgNO_3 en ml nécessaire à la titrations.
- N : normalité de AgNO_3 .
- V_{PE} : volume de la prise d'essai en ml.
- $35.475 \cdot 10^3$: masse atomique du chlore en mg.

IV* . Dosage de Calcium- Magnésium par complexométrie :

IV* .1. Dosage de Calcium :

IV* .1. Référence :

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

- API recommended practice for analyse of oil-field water.

IV* .2. Objet et domaine d'application:

Ce document à pour objet la description d'une méthode titrimétrique de dosage des ions calcium dans l'eau.

IV* .3. Principe :

Il consiste en la complexation des ions Ca^{+2} par l'acide éthylènediamine tétraacétique (EDTA) en présence d'un indicateur coloré et dans une zone de pH comprise entre 12 et 13.

IV* .4. Réactifs :

- Solution de NaOH préparée par dissolution de 200 g de NaOH dans 1000 ml d'eau distillée.
- Solution d'EDTA à 0,1 N : préparée par dissolution de 37,22 g d'EDTA dans 1 l d'eau distillée.
- Indicateur coloré (CALCON) : consiste en un mélange de 0,2 g d'acide calcione carboxylique avec 100 g de chlorure de sodium. Ce mélange est broyé dans un mortier en porcelaine.
- TEA : solution de triéthanolamine préparée en diluant un volume de TEA dans deux volumes d'eau distillée.

IV* .5. Appareillage :

- Dosimètre.
- Pipette de 20 ml.
- Agitateur.

IV* .6. Mode opératoire :

- Prélever 20 ml d'eau à analyser et les introduire dans un bécher.
- Ajouter dans le bécher 5 ml de solution de NaOH, et quelques gouttes de triéthanolamine pour masquer l'effet de fer.
- Introduire une pincée de calcon.
- Mettre sous agitation et titrer avec la solution d'EDTA jusqu'au virage de la coloration du rose au bleu (violet).
- Noter le volume V_1 affiché sur le dosimètre.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

Expression des résultats :

La concentration en ions calcium est exprimé par :

$$[\text{Ca}^{2+}] \text{ en mg/l} = \frac{V_1 \cdot N \cdot 40,08 \cdot 10^3}{PE}$$

V_1 : volume d'EDTA versé en ml.

N : Normalité de la solution d'EDTA.

$40,08 \cdot 10^3$: masse atomique du calcium en mg.

PE : prise d'essai en ml.

IV*. Dosage de Magnésium :

IV*.1. Référence :

- API recommended practice for analyse of oil-field water.

IV*.2.Principe :

Il consiste en la complexation du calcium et du magnésium à pH=10 et en présence d'un indicateur coloré le noir d'Eriochrome.

IV*.3. Réactifs :

- Solution tampon à pH 10 : préparée par dissolution de 67,5 g de chlorure d'ammonium (NH_4Cl) dans 570 ml de solution ammoniacale (NH_3). Ce mélange est agité jusqu'à homogénéisation puis ajusté à un litre avec de l'eau distillée. Lorsque la solution est prête, il est procédé à la vérification de son pH

- Solution EDTA : Idem que pour le dosage du calcium.

- Indicateur coloré Noir Eriochrome : peser 0,5 g de sel de sodium de l'acide [(Hydroxy-1 Naphtylazo-2) Nitro-6 Naphtol-2 Sulfonique-4] ($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{O}_7\text{SNa}$) et les dissoudre dans une solution composée de 75 ml de triéthanolamine et 25 ml d'éthanol.

- Solution de TEA : solution de triéthanolamine préparée en prélevant un volume V de triéthanol amine que l'on dilue dans $2 V$ d'eau distillée.

IV*.4. Appareillage :

- Dosimètre.
- Pipette de 20 ml.
- Agitateur.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

IV*.5. Mode opératoire :

- Prélever 20 ml d'eau à analyser et les introduire dans un bécher.
- Ajouter dans le bécher quelques gouttes de TEA pour masquer le fer.
- Verser dans le bécher 5 ml de la solution tampon.
- Ajouter 4 à 5 gouttes de l'indicateur coloré et mettre sous agitation.
- Titrer avec la solution d'EDTA jusqu'au virage de la couleur rouge Brunâtre au bleu.

Noter le volume V_2 d'EDTA versé.

Expression des résultats :

La teneur en ion magnésium est déduite de l'expression :

$$[\text{Mg}^{2+}] \text{ en mg/l} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 24,32 \cdot 10^3 \cdot N}{PE}$$

V_2 : volume en ml nécessaire au titrage de la somme Ca+ Mg.

V_1 : volume en ml nécessaire au titrage du calcium Ca.

N : normalité de la solution d'EDTA.

PE : prise d'essai de l'effluent à analyser.

$24,32 \cdot 10^3$: masse atomique de magnésium en milligramme.

VII. Mesure de la conductivité :

VII.1 Référence :

- Adapté par la méthode HACH.

VII.2. Objet et domaine d'application :

Ce document a pour objet la description d'une méthode pour la détermination de la conductivité électrique de l'eau.

VII.3. Principe :

La conductivité électrique mesure le pouvoir conducteur d'une eau. Le courant est produit par les ions inorganiques présents à l'état dissous. La détermination de la conductivité s'effectue par la mesure de la résistance d'une colonne d'eau délimitée par deux électrodes, une différence de potentiel est appliquée entre les électrodes immergées dans la solution et la chute de potentiel engendrée par la résistance de la solution est inversement proportionnelle à la conductivité de l'eau.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

VII.3. Réactifs :

-Eau bi- distillée.

VII.4. Appareillage :

Conductimètre de type HACH model 44600 muni de l'élément de mesure qui consiste en une sonde constituée de deux électrodes recouvertes de noir de platine.

VII.5. Mode opératoire :

- Rincer abondamment la sonde à l'eau bi- distillée avant usage.
- Peser la touche power, puis COND commande à la mesure de la conductivité.
- Sélectionner la gamme de mesure appropriée, si elle est inconnue commencer par la plus forte gamme.

IX. Mesure du pH par méthode électrométrique :

IX.1 Références : adaptée à la norme NF T 90 008.

IX.2. Objet et domaine d'application :

Le mode opératoire décrit la méthode de détermination du pH par électrométrie, elle s'applique au moyen d'une électrode en verre à tout type d'eau ou de solution dont le pH est compris entre 1 et 11 et la température entre 0 et 60°C.

IX.3. Principe :

La différence de potentiel existe entre électrode en verre et électrode de référence (calomel- KCl saturé) plongeant dans une même solution est une fonction linéaire du pH de cette solution, la détermination consiste en la mesure d'une différence de potentiel, elle s'effectue à l'aide d'un dispositif potentiométrique.

I.X.4. Réactifs :

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

Aucun réactif n'est requis.

I.X.5. Equipement et matériaux :

* **électrode de verre** : à l'intérieur de laquelle se trouve l'électrode de référence formant le relai (calomel-KCl) , la partie utile de l'électrode de verre est formée par une ampoule sphérique de 1 cm de diamètre.

* **Dispositif potentiométrique** : spécialement conçu pour la mesure du PH, *alimenté en courant continu constant.

*Pipette de précision de 50 ml de volume.

* Agitateur magnétique.

I.X.6. Mode opératoire :

* Prélever à l'aide d'une pipette une prise d'essai de 50 ml et l'introduire dans un bécher propre.

* Rincer abondamment l'électrode avec l'eau distillée .

* Placer le bécher sous agitation magnétique.

* Introduire l'électrode dans la solution à analyser.

* Lire la valeur affichée par le potentiometre après stabilisation.

X. Mesure de la Turbidité :

X.1. Référence :

Adapté par la méthode HACH.

X.2. Objet et domaine d'application :

Ce document décrit une méthode par absorption pour la détermination de la turbidité mesurée en unité NTU.

X.3. Principe :

La détermination de la turbidité mesure une propriété optique de l'échantillon d'eau qui résulte de la dispersion et de l'absorption de la lumière par les particules de matières en suspension présentes dans l'échantillon. La quantité de turbidité mesurée dépend de variables telles que la taille, la forme et les propriétés de réfractions des particules. Il n'existe pas une relation directe entre la turbidité d'une eau et sa teneur en matières en suspension.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

X.4.Réactifs :

Néant.

X.5.Appareillages :

- Cellule en verre de 20 ml de capacité.
- Spectrophotomètre de type DR/ 2001.

X.6. Mode opératoire :

- Mettre en marche le DR/2001 en appuyant sur la touche power.
- Remplir la cellule avec 20 ml d'effluent à analyser et placer la dans les puits de mesure. Fermer le capot.
- Puis le résultat en unité NTU s'affiche.

XI. Dosage des matières en suspension :

XI.1. Référence :

Adaptée à la norme NF T 90 105.

XI.2. Objet et domaine d'application :

Ce document décrit une méthode de détermination des matières en suspension par filtration.

XI.3. Principe :

L'effluent est filtré et le poids des matières retenues est déterminé par différence de pesée.

XI.4. Réactifs :

- Chloroforme.
- Eau distillée.

XI.5. Appareillage :

- Dispositif de filtration sous pression.
- Disques filtrants en fibre de verre type AP 20.

XI.6. Mode opératoire :

- Avant la pesée du filtre à vide, le laver à l'eau distillée puis le sécher à 100-105 °C, ce filtre est refroidi dans un dessiccateur puis pesé.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

- Mettre en marche le dispositif de filtration sous pression.
- Verser la prise d'essai 100 ml sur le filtre.
- Laver le récipient avant contenu la prise d'essai avec l'eau distillée.
- Si l'eau à analyser est huileuse laver le récipient et le filtre avec un solvant organique (chloroforme).
- Sécher le filtre à l'étuve à 105 °C pendant 30 min.
- Refroidir le filtre au dessiccateur, puis peser.

Expression des résultats :

Le taux de matières en suspension est exprimé en mg/l est donné par la formule suivante :

$$\text{MES (mg/l)} = (m_2 - m_1) * 1000 / \text{PE.}$$

m₁ : La masse du filtre vide en mg.

m₂ : La masse du filtre plein en mg.

PE : Le volume de la prise d'essai d'effluent à analyser en ml.

XII. Détermination de la demande chimique en oxygène DCO:

XII.1. Référence :

Adaptée par la méthode HACH.

XII.2. Objet et domaine d'application :

Ce mode opératoire décrit une méthode de détermination de la demande chimique en oxygène par digestion à 150°C en réacteur, et lecture colorimétrique.

XII.3. Principe :

Le test de la DCO consiste en la mesure de l'oxygène équivalent à la quantité de matières organiques oxydables par le dichromate de potassium $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, dans une solution d'acide sulfurique à 50%. Un composé mercurique est ajouté pour réduire les interférences dues à l'oxydation des ions chlorures par le dichromate.

- L'oxydation s'effectue à une température de 150°C pendant deux heures, la lecture se fait par colorimétrie.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

Pour la gamme de DCO de 0 à 150 mg/l (à $\lambda = 420$ nm), la méthode consiste en la mesure de la concentration en chrome hexavalent restant qui est caractérisé par une coloration jaune.

Pour la gamme de 0 à 1500 mg/l (à $\lambda = 620$ nm), la coloration obtenue est verte, elle correspond à la quantité de chrome trivalent produite.

Réaction :

Mo (matière organique) + y $K_2Cr_2O_7$ + Z H_2SO_4 \longrightarrow CO_2 + V H_2O + n $Cr_2(SO_4)_3$ + m K_2SO_4 .

XII.4. Réactifs :

- Tube DCO (0 à 150 mg/l) pour les faibles concentrations.
- Tube DCO (0 à 1500 mg/l) pour les fortes concentrations.
- Eau déminéralisée.

XII.5. Appareillage :

- Pipette jaugée à 2 ml.
- Adaptateur de tube DCO sur DR/2000.
- Portoir pour tube DCO.
- Réacteur à 150 °C (DCO 120/240 v).
- Spectrophotomètre HACH type DR/2000.

XII.6. Mode opératoire :

- Homogénéiser l'eau à analyser en agitant pendant 2 minutes
- Allumer le réacteur à DCO et préchauffer à 150°C.
- Retirer le bouchon d'un tube.
- Tenir le tube incliné à 45 degré, prélever 2 ml d'eau à analyser et les introduire dans le tube.
- Fermer hermétiquement le bouchon du tube.
- En tenant le tube par le bouchon au dessus d'un évier, le retourner plusieurs fois pour mélanger le contenu, placer le tube dans le réacteur.
- Préparer un blanc en répétant les étapes 3 à 6 en remplaçant l'échantillon par de l'eau désionisée.
- Chauffer les tubes pendant deux heures.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

▪ Eteindre le réacteur. Attendre environ 20 minutes le refroidissement des tubes à 120 °C ou au dessous.

▪ Retourner chaque tube plusieurs fois pendant qu'il est encore chaud, placer les tubes sur un portoir.

Attendre que les tubes soient refroidis.

Lecture par colorimétrie :

Pour la gamme de 0-1500 :

- Entrer le numéro de programme mémorisé pour la demande chimique en oxygène (DCO), presser : 435 Read/ enter.

L'affichage indique : régler à 620 nm.

- Tourner le bouton de réglage de longueur d'onde jusqu'à ce que l'affichage indique 620 nm.

- Presser Read/ enter. L'affichage indique : mg/l DCO H.

- Placer l'adaptateur de tube DCO dans le puits de mesure avec la marque vers la droite.

- Essuyer l'extérieur du tube d'essai à blanc avec un tissu propre.

- Placer le blanc dans l'adaptateur avec le logo HACH dirigé vers l'opérateur.

Placer le couvercle de l'adaptateur.

- Presser à ZERO. L'affichage indique : ATTENDRE, puis 0 mg/l DCO H.

- Essuyer l'extérieur d'un tube échantillon avec un tissu propre.

- Placer le tube dans l'adaptateur avec le logo HACH dirigé vers l'opérateur.

Placer le couvercle sur l'adaptateur.

- Presser : Read/ enter. L'affichage indique : ATTENDRE puis le résultat en mg/l de DCO s'affiche.

XIII. Détermination de la demande biochimique en oxygène (DBO₅):

XIII.1. Référence :

Adaptée par la méthode HACH.

XIII.2. Objet et domaine d'application :

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

Ce document décrit une méthode manométrique d'évaluation de la demande biochimique en oxygène mesurée pendant cinq jours. Elle est appliquée aux eaux usées industrielles et domestiques ainsi qu'aux eaux de consommation.

XIII.3. Principe :

En fonction de la valeur de la DCO mesurée et de la valeur de DBO suspectée, il est introduit une quantité connue d'effluent dans un flacon de mesure qui est relié au système manométrique.

L'oxygène qui est absorbé par les microorganismes pour dégrader la matière organique est remplacé par l'air au dessus de l'échantillon dans le flacon.

Le dioxyde de carbone (CO₂) produit est absorbé par la soude. La différence de pression est directement affichée à l'échelle manométrique en mg/l de DBO.

XIII.4. Réactifs :

- Pastilles de soude caustiques.
- Mercure liquide.

XIII.5. Appareillage :

- Flacons d'échantillons bruns en verre de 500 ml de capacité.
- Barreau magnétique d'agitation.
- Flacon avec pastille de soude.
- Dispositif d'agitation.

XIII.6. Mode opératoire :

La valeur de la prise d'essai est déterminée en fonction des résultats attendus et en fonction de la valeur de DCO.

Marge de DBO	Volume d'eau en ml	Coefficient de conversion
0 - 40	432	1
0 - 80	365	2
0 - 200	250	5
0 - 400	164	10
0 - 800	97	20
0 - 2000	43,5	50
0 - 4000	22,7	100

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

- Mesure la prise d'essai et l'introduire dans le flacon brun.
- Introduire un barreau aimanté dans le flacon.
- Placer dans le col de la bouteille le support en caoutchouc qui contiendra une à deux pastilles de NaOH.
- Mettre le bouchon sans le serrer.
- Enclencher l'agitation et pour équilibrer la température (à 20°C). Agiter pendant une heure.
- Fermer les bouchons du flacon et du réservoir (à mercure).
- Ajuster l'échelle au niveau du mercure dans le capillaire.
- Noter la date et l'heure de la mise en marche.
- Lire quotidiennement les valeurs indiquées sur l'échelle.

Après le cinquième jour, lire le résultat sur l'échelle. Le multiplier par le coefficient de conversion, le résultat correspond à la consommation d'oxygène en mg/l.

XIII* . Détermination du carbone organique total (COT) :

XIII* .1. Référence :

XIII* .2.Principe :

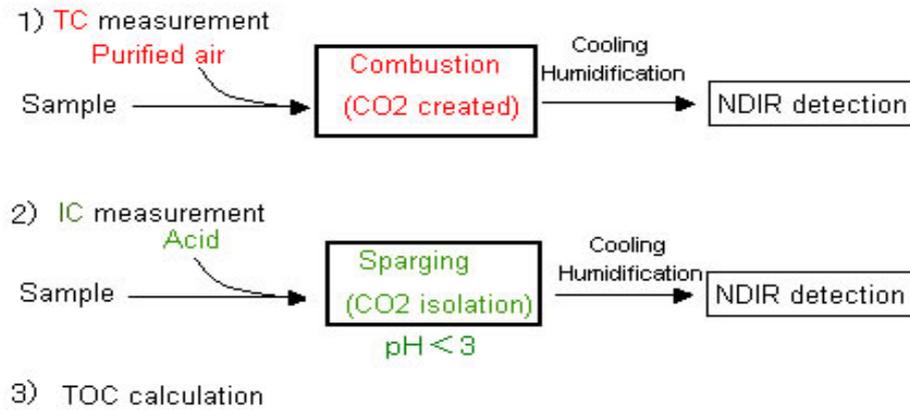
Le COT c'est la quantité de carbone contenue dans l'eau, dans les matières organiques dissoutes ou en suspension dans l'eau. La méthode d'oxydation par combustion catalytique à 680°C est maintenant utilisée dans le monde entier. Un des avantages principaux est la capacité d'oxyder les composés les plus difficiles à dégrader, en incluant les composés non solubles. L'oxydation du carbone organique de l'eau le transforme en dioxyde de carbone (CO₂). Le CO₂ formé est ensuite dosé par spectrométrie infrarouge.

Principe de la mesure du TOC (Carbone Organique Total) :

La combustion catalytique à 680°C permet la combustion complète de l'échantillon par le chauffage à haute température dans un environnement riche en oxygène. Cela est facilité par l'emploi d'un tube à combustion rempli de catalyseur à base de platine. Comme le principe simple d'oxydation à travers le chauffage et la combustion est utilisé, le prétraitement ou post traitement en utilisant des agents oxydants n'est pas nécessaire ce qui simplifie beaucoup le système. Le dioxyde de Carbone produit est ensuite détecté par un Infra Rouge Non Dispersif NDIR. Redessiné et encore plus sensible que les versions précédentes,

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

le détecteur de la gamme TOC permet d'atteindre facilement le seuil de détection très bas de 4 µg/l, Le schéma ci-dessous montre le principe de la mesure.



$$\text{TOC} = \text{TC} - \text{IC}$$

L'échantillon est prélevé et introduit dans la chambre de combustion par une seringue. En présence d'air, du catalyseur platine et de la température à 680°C, la fraction carbonée est convertie complètement en CO₂. Après refroidissement, séchage, et purification, le CO₂ est mesuré par le détecteur NDIR sous forme de pic. La concentration en TC (Carbone Total) est obtenue par comparaison avec un étalonnage réalisé dans les strictes mêmes conditions.

D'autre part, une nouvelle prise d'essai est soumise à l'attaque acide et une purge pour déterminer la fraction inorganique IC (Carbone inorganique) de l'échantillon. Le CO₂ ainsi produit est envoyé au détecteur NDIR par le même chemin et quantifié par rapport à un étalonnage spécifique.

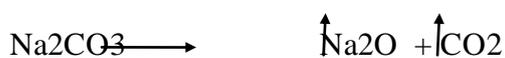
Le TOC est obtenu par soustraction de la valeur de TC et d'IC de l'échantillon.

TC-réactions :

Composé Organique : Ethanol par exemple



Inorganique : par exemple carbonate de sodium

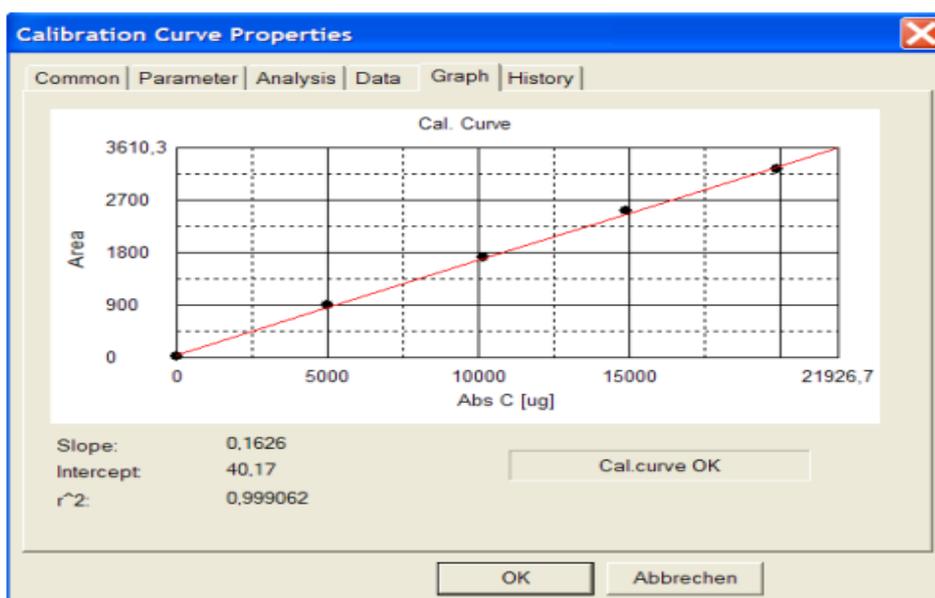


HCl + Bullage

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE



Appareil de mesure du COT



Exemple d'étalonnage TC

XIII. Dosage de l'oxygène dissous :

XIII.1. Référence :

Méthode HACH.

XIII.2. Objet et domaine d'application :

Ce document a pour objet la description d'une méthode de détermination de l'oxygène dissous.

ANNEXE IV : MODE OPERATOIRE

XIII.3. Principe :

L'ampoule Accu Vac oxygène dissous HRDO contient un réactif scellé sous vide dans une ampoule de 12 ml. Lorsque la pointe de l'ampoule Accu Vac est cassée dans un échantillon contenant de l'oxygène dissous, il se forme une coloration jaune qui vire au violet. L'intensité de la coloration est proportionnelle à la concentration de l'eau en oxygène dissous.

XIII.4. Appareillage :

- Spectrophotomètre type DR/2000.

XIII.5. Mode opératoire :

- Mettre en marche le DR/2000 en appuyant sur la touche power.
- Introduire le code de programme mémorisé pour l'oxygène, presser 445 Read/ enter. L'affichage indique régler à 535 nm.
- Tourner le bouton de réglage de longueur d'onde jusqu'à ce que l'affichage indique 535 nm.
- Presser : Read/ enter. L'affichage indique mg/l O₂.
- Remplir une cuvette pour essai à blanc avec au moins 10 ml d'échantillon (le blanc).
- Remplir une ampoule Accu Vac Oxygène dissous HRDO avec l'échantillon.
- Sans retourner l'ampoule, placer immédiatement le bouchon bleu qui a été rempli d'eau fermement sur la pointe de l'ampoule. Agiter l'ampoule pendant environ 30 secondes.
- Presser : Shift Timer , une période de réaction de deux minutes permet à l'oxygène qui a été dégazé par l'aspiration de se redissoudre et de réagir.
- Placer l'adaptateur de la cuve Accu Vac dans le puits de mesure.
- Lorsque le minuteur sonne, l'affichage indique : mg/l O₂ HRDO, agiter l'ampoule pendant 30 secondes.
- Placer le blanc dans le puits de mesure puis fermer le capot.
- Presser : ZERRO, l'affichage indique : ATTENDRE puis 0,0 mg/l.
- Placer l'ampoule Accu Vac dans le puits de mesure, fermer le capot et attendre approximativement 30 secondes pour laisser les bulles d'air se disperser du faisceau lumineux. Presser : Read/ enter, l'affichage indique : ATTENDRE, puis le résultat en mg/l d'oxygène dissous s'affiche.