

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur
et de la Recherche Scientifique
Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -
X•⊙V•EX •KII E C•A:IA :II•X - X:⊙EO:t -



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
جامعة أكلي محمد أولحاج
- البويرة -

Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées

كلية العلوم والعلوم التطبيقية

Département de chimie

Option : chimie durable et environnement

Mémoire de master

THEME

Déphosphatation des eaux usées par le procédé d'électrocoagulation

Réalisé par :

Mr AMMOUCHE Ahmed

Mr SLIMANI Yahia

Proposé par :

M^{elle} ANNANE O.

Soutenu le : 20 / 7 / 2017. devant le jury composé de :

Mme SEID.L

Mlle ANNANE.O

Mme HAMRI.N

Mme SIFOUN.N

Maitre de conférences B, UAMOB

Maitre-Assistant (A), UAMOB

Maitre-Assistant (A), UAMOB

Maitre-Assistant (A), ITUB

Présidente de jury

Promotrice

Examinatrice

Examinatrice

Promotion : (2016/2017)

Résumé

L'étude présentée dans ce mémoire est en premier lieu, une tentative d'amélioration du traitement des eaux dont les teneurs en orthophosphates sont relativement élevées, par un procédé électrochimique (électrocoagulation monopolaire) et ce, en optimisant quelques paramètres fondamentaux qui influencent considérablement son efficacité tels que : le courant électrique, le pH, la conductivité du milieu...

La deuxième partie est une application de l'électrocoagulation sur un échantillon d'un rejet d'eaux usées urbaines issu de la STEP de la ville de Bouïra. La caractérisation de cette eau après traitement a révélé une efficacité très remarquable de cette technique confirmant ainsi, l'immense intérêt réservé aux traitements électrochimiques par les spécialistes du domaine.

Mots clés : *Traitement des eaux, Phosphore, Electrochimie Electrocoagulation, Application, Caractérisation.*

Summary

The study presented in this memory is initially, an attempt at improvement of the water treatment whose contents orthophosphates are relatively high, by an electrochemical process (monopolar electrocoagulation) and this, by optimizing some fundamental parameters, which influence considerably its effectiveness such as the electrical current, pH, and the conductivity of the medium...

The second part is an application of electrocoagulation on a sample of an urban worn water discharge resulting from the STEP of the town of Bouïra. The characterization of this water after treatment revealed a very remarkable effectiveness of this technique thus confirming, the immense interest reserved for the electrochemical treatments by the specialists in the field.

Key words: *Phosphorus, water treatment, Electrochemistry Electrocoagulation, Application, Characterization.*

Remerciements

Tout d'abord nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné la force et la patience pour accomplir ce travail.

Ce travail a été réalisé parallèlement au laboratoire de chimie de la faculté des sciences de l'université Akli Mohand Oulhadj de BOUIRA et au laboratoire d'analyses physico-chimiques de l'ADE de la ville de BOUIRA sous la direction de Melle ANNANE.O Maitre-assistant à l'université de BOUIRA, à qui, nous adressons l'expression de notre parfaite gratitude d'avoir dirigé ce travail.

Nos chaleureux remerciements vont particulièrement à Mme SEID.L, d'avoir accepté d'être la présidente du jury de notre soutenance.

Nos profonds remerciements s'adressent également à Mme SIFOUNE.N et Mme HAMRI.N pour l'honneur qu'elles nous font de les compter parmi les membres du jury.

Nous ne pouvons omettre de témoigner notre reconnaissance :

A Monsieur MADI.DJ vice doyen de la FSSA de l'université de Bouira

Au personnel de l'ADE de l'unité de BOUIRA, à leur tête Monsieur SAIKI

A Monsieur ABDELWAHAB.S de CETIM de la ville de BOUMERDES.

A Monsieur NOUAL. A et le personnel du laboratoire de la STEP de BOUIRA.

Enfin, nous tenons à saluer toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à achever ce travail.

Dédicaces

Je dédie ce travail à

Ma mère

Ma chère épouse

Ma petite fille ANAIS

Mes frères et sœurs et leurs familles

Ma belle famille

Mon camarade YAHIA et toute sa famille

Mes camarades de la promotion

Mes collègues de travail et tous mes amis.

Ahmed AMMOUCHE

Dédicaces

Je dédie ce travail à

La mémoire de mon défunt père dont le souvenir est gravé à jamais dans mon cœur.

Ma mère.

Mes frères et sœurs et leurs familles.

Mon camarade AHMED et toute sa famille.

Mes camarades de la promotion.

Mes ami(e)s.

Yahia SLIMANI.

Table des matières

Liste des abréviations
Liste des figures
Liste des tableaux
Introduction générale	1
I. Chapitre I : Le Phosphore : Généralités et traitements.	3
Introduction	3
I.1 Généralités sur le phosphore	3
I.1.1 Historique	4
I.1.2 Propriétés	4
I.1.3 Le cycle du phosphore	4
I.1.4 Les différentes formes du phosphore	5
I.2 Origine du phosphore dans les eaux résiduaires.....	7
I.3 Le phosphore élément indispensable mais néfaste lorsqu'il est en excès	8
I.4 Limite et réglementation des rejets en phosphates	8
I.5 Traitement du phosphore	9
I.5.1 Traitement physico-chimique.....	9
I.5.2 Traitements biologiques du phosphore	11
I.5.3 Procédés physiques de séparation.....	11
II. Chapitre IIÉlectrocoagulation	12
Introduction	12
II.1 Définition de l'électrocoagulation	12
II.1.1 Théorie de l'électrocoagulation	13
II.1.2 Principe de l'électrocoagulation	14
II.2 Principales lois de l'électrolyse.....	16
II.2.1 Loi de FARADAY	16
II.2.2 Rendement faradique et rendement énergétique.....	18
II.2.3 Tension appliquée aux bornes d'une cellule d'électrolyse	19
II.3 Mécanisme de la coagulation	21
II.3.1 Coagulation par des cations métalliques	21
II.3.2 Les espèces en solution	21
II.3.3 Diagramme E-pH.....	23
II.3.4 Actions des hydroxydes d'aluminium.....	24

II.3.5	Neutralisation des charges et adsorption	25
II.3.6	Emprisonnement et piégeage des particules dans un précipité.....	26
II.4	Conception d'une unité d'électrocoagulation.....	26
II.4.1	Température d'opération	26
II.4.2	Techniques d'agitation	26
II.4.3	Source d'alimentation	27
II.4.4	Configurations des électrodes.....	27
II.4.5	Géométrie des électrodes	30
II.4.6	Techniques de séparation des particules solides.....	30
II.5	Avantages et inconvénients de l'électrocoagulation.....	31
II.5.1	Avantages	31
II.5.2	Inconvénients.....	32
II.5.3	Exemples d'effluents traités par EC.....	32
III.	Matériels et méthodes.....	34
	Introduction :	34
III.1	Dispositif expérimental :.....	34
III.2	Protocole expérimental	37
III.3	Méthodes d'analyses.....	38
III.3.1	Mesure du pH	39
III.3.2	Mesure de la turbidité	39
III.3.3	Mesure de la conductivité	39
III.3.4	Dosages des phosphates	39
III.3.5	Les électrodes	39
IV.	Chapitre IV : Résultats et discussions	40
IV.1	Application du procédé d'EC à une eau dopée en PO_4^{3-}	40
IV.1.1	Effet de l'intensité du courant	40
IV.1.2	Effet du PH.....	43
IV.1.3	Effet de la concentration initiale en (PO_4^{3-})	44
IV.1.4	Effet de la conductivité du milieu	46
IV.1.5	Effet du nombre d'électrodes	50
IV.1.6	Effet de la distance inter-électrodes	52
IV.2	Application de l'EC à une eau usée de la STEP de Bouira.....	53
	Conclusion	57
	Références bibliographiques	58
	Annexes	64

Liste des abréviations

- d** : Distance inter-électrodes (cm)
E(%) : Pourcentage d'élimination
E⁰ : Potentiel standard (volt)
EC : Electrocoagulation
ECB : Electrocoagulation bipolaire
ECM : Electrocoagulation mono-polaire
E_{eq} : Potentiel d'équilibre (Volt)
i : Densité de courant
I : Intensité du courant imposé (A)
K : Conductivité de la solution (S.cm⁻¹)
M : Molarité (mole.litre⁻¹)
M : Poids moléculaire de l'élément considéré (g.mol⁻¹)
n : Nombre d'électrons mis en jeu dans la réaction considérée
R_{cathodique} : Rendement cathodique
RE : Rendement énergétique
RF : Rendement faradique
RT : Rendement des tensions
S : Siemens
T : Température en Kelvin
TDS : Taux de solides dissous
V : Volt
STEP : station de traitement des eaux polluées

Liste des figures

Figure 1: Cycle du phosphore.....5

Figure 2: Répartition des différentes formes du phosphore entre les présentes dans l'environnement ..7

Figure 3 : Représentation schématique d'une installation typique de traitement des eaux, et les procédés complexes qui peuvent être remplacés par l'électrocoagulation..... 14

Figure 4 : Schéma d'un procédé conventionnel d'électrocoagulation 15

Figure 5: Mécanisme de corrosion par les ions chlorures et hydroxydes par piqure sur un alliage d'aluminium 17

Figure 6 : Les différentes composantes de la tension aux bornes d'une cellule électrochimique19

Figure 7 : Formes d'aluminium pouvant exister lors de la dissolution d'une anode d'aluminium22

Figure 8 : Diagramme de prédominance des espèces d'aluminium et effet du pH.23

Figure 9 : Diagramme de Pourbaix du système Al-H₂O à 25 °C24

Figure 10: Mécanismes de la coagulation en fonction du dosage en aluminium et du pH de la solution aqueuse25

Figure 11: Adsorption et pontage à l'aide de polymères.26

Figure 12 : Schéma de la cellule électrolytique à deux électrodes27

Figure 13 : Configuration des électrodes28

Figure 14 : Dispositif expérimental37

Figure 15 : Taux d'abattement des phosphates en fonction de l'intensité du courant : pH=6.5, [NaCl]= 0.5g/L, [PO₄³⁻]=10 mg/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm41

Figure 16 : Temps nécessaire à l'abattement de 100% des phosphates par EC en fonction de l'intensité de courant : pH=6.5, [NaCl]= 0.5g/L, [PO₄³⁻]=10 mg/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm.....42

Figure 17 : Taux d'abattement des phosphates en fonction du pH du milieu I=1(A), [NaCl]= 0.5g/L, [PO₄³⁻]=10 mg/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm43

Figure 18 : Temps nécessaire à l'abattement de 60% des phosphates par EC en fonction du pH I= 1(A), [NaCl]= 0.5g/L, [PO₄³⁻]=10 mg/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm44

Figure 19 : Taux d'abattement des phosphates en fonction de la concentration initiale des phosphates pH=6.5, [NaCl]= 0.5g/L, I=1 (A), V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm45

Figure 20 : Temps nécessaire à l'abattement de 100% des phosphates par EC en fonction de l'intensité de courant : I = 1A, pH=6.5, [NaCl]= 0.5g/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm.....46

Figure 21: Evolution de la conductivité en fonction de [NaCl]47

Figure 22 : Taux d'abattement des phosphates en fonction de la conductivité du milieu : I=1(A), pH=6.5, [PO₄³⁻]=10 mg/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm.....48

Figure 23 : Taux d'abattement des phosphates en fonction du nombre d'électrodes : I=1(A), pH=6.5, [PO₄³⁻]=10 mg/L, [NaCl]= 0.5g/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm.....51

Figure 24 : Taux d'abattement des phosphates en fonction de la distance inter-électrodes : I=1(A), pH=6.5, [PO₄³⁻]=10 mg/L, [NaCl]= 0.5g/L, V = 1.5L, T=25°C ;52

Figure 25 : Cinétique de taux d'abattement des phosphates présentes dans l'eau usée de la STEP de BOUIRA : pH de l'eau usée =7.53, I=1(A), [PO₄³⁻]=3.6 mg/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm.....54

Figure 26 : Taux d'abattement des différents paramètres de pollution.....55

Figure 28 : Courbe d'étalonnage 65

Liste des tableaux

Tableau 1 : Potentiel de réduction standard des demi-réactions impliquées dans le processus d'électrocoagulation	20
Tableau 2 : Quelques exemples d'applications de l'EC	32
Tableau 3 : matériels utilisés	34
Tableau 4 : Densités de courant correspondantes aux intensités de courant utilisées	40
Tableau 5 : Conditions opératoires	41
Tableau 6 : Conditions opératoires	43
Tableau 7 : Conditions opératoires	45
Tableau 8 : Conditions opératoires	46
Tableau 9 : Evolution de la conductivité en fonction de [NaCl]	47
Tableau 10 : Conditions opératoires	50
Tableau 11 : Conditions opératoires	52
Tableau 12 : Conditions opératoires	53
Tableau 13 : Résultat de la caractérisation de l'effluent STEP avant et après traitement	54
Tableau 14 : Les absorbances relatives à la courbe d'étalonnage	65



Introduction générale



Introduction générale

Les pressions exercées par l'homme sur son milieu naturel sont de plus en plus importantes, ce qui entraîne un risque de dégradation accru, d'année en année, de la qualité de son environnement.

Le domaine de l'eau est un milieu particulièrement sensible aux pressions anthropiques puisque, c'est principalement par l'eau que s'effectue la collecte et le transfert des substances ou composés polluants dans l'environnement.

Depuis quelques années, les lacs, les étangs et les marais, où se concentrent les masses d'eau voient leur qualité se dégrader continuellement.

Les phénomènes engendrés par les pollutions affectant le domaine de l'eau sont souvent spectaculaires. Ils peuvent se manifester par exemple par une prolifération de végétaux, ou encore par l'envasement rapide des fonds lacustres.

On parle alors d'eutrophisation ou encore de « vieillissement accéléré » du plan d'eau. Ce phénomène se traduit par l'enrichissement prononcé en éléments nutritifs dans le milieu conduisant à un développement excessif d'algues qui déséquilibre l'écosystème. Les principaux nutriments à l'origine de l'eutrophisation sont le phosphore et l'azote [1].

Le phosphore est le facteur limitant sur lequel il est possible de jouer pour réduire efficacement l'eutrophisation continentale [2].

La réduction à la source des flux de phosphore véhiculés par les eaux usées ne peut conduire à une diminution suffisante des quantités rejetées dans le milieu naturel. En effet, le métabolisme humain ne peut être réduit ; un traitement approprié des eaux usées par une filière correctement dimensionnée et exploitée s'impose pour réduire les flux rejetés dans le milieu naturel [3].

Une des méthodes physico-chimiques les plus utilisées en guise de remède pour les problèmes engendrés par l'enrichissement des eaux usées urbaines en nutriments est la coagulation. C'est un processus qui permet l'élimination des particules colloïdales grâce à leur déstabilisation chimique, par addition d'électrolytes. Elle est suivie de leur agrégation en particules plus grosses ou floccs... (Floculation), puis de leur précipitation sous forme d'hydroxydes.

La coagulation peut, d'autres parts, être induite par l'action d'un champ électrique, dans une cellule électrochimique donnant lieu à l'électrocoagulation. Le courant électrique engendre une

dissolution d'anodes solubles entraînant la coagulation et la floculation des particules, facilitant ainsi leur élimination par des processus physiques tels que la filtration, la décantation ou la sédimentation.

Ainsi l'EC s'avère comme étant l'alternative idéale pour minimiser les inconvénients engendrés par les traitements physico-chimiques de l'eutrophisation.

Ce présent travail vise l'amélioration de la technique de déphosphatation par le procédé d'électrocoagulation monopolaire. L'optimisation des paramètres influençant cette méthode est réalisée en premier lieu sur des solutions synthétiques (eau distillée dopée en ions phosphates), puis suit une application dudit procédé sur un rejet d'eau usée urbaine prélevé de la station de traitement des eaux polluées (STEP) de la ville de Bouira.

Cette étude comporte ce qui suit :

- Chapitre 1 : qui est une étude bibliographique portant sur le phosphore et les techniques de traitements des eaux riches en nutriments.
- Chapitre 2 : est une synthèse sur le procédé d'électrocoagulation, ces applications, les différentes lois qui le régissent ainsi que les travaux reportés dans la littérature sur son utilisation.
- Chapitre 3 : est consacré aux méthodes d'analyses et le mode opératoire utilisé pour le traitement
- Chapitre 4 : destiné à l'optimisation des différents paramètres opératoires (densité du courant, pH, concentration initiale, salinité, distance inter-électrodes, nombre d'électrodes, surface spécifique) pour l'élimination des phosphates en utilisant des électrodes d'aluminium ainsi que les résultats obtenus lors de l'application de ce procédé sur une eau polluée issue de la STEP de la ville de Bouira. Ce chapitre comporte également les différentes techniques analytiques de caractérisations des déchets (boues) engendrés par le traitement
- Une conclusion : qui est une synthèse de cette étude.



Chapitre I

Le Phosphore : Généralités et traitements.



I. Chapitre I : Le Phosphore : Généralités et traitements.**Introduction**

La présence du phosphore dans les eaux engendre une eutrophisation des lacs et des rivières, causant ainsi une détérioration de leur aspect esthétique et caractéristiques organoleptiques [4]. De ce fait, les eaux polluées par le phosphore nécessitent un traitement particulier.

La plupart des scientifiques croient que le phosphore est le nutriment limitant principal et clé dans les systèmes d'eau douce qui est un stimulant pour les algues, les plantes aquatiques et la croissance des micro-organismes photosynthétiques et il devrait être éliminé pour empêcher le phénomène d'eutrophisation [5].

Les problèmes causés par l'eutrophisation dont la diminution des niveaux d'eau, de l'oxygène, la mort des espèces aquatiques mènent à des dommages tels que la destruction des écosystèmes, la réduction de la biodiversité et enfin des répercussions d'ordre économique [6].

Trouver des solutions aux enjeux soulevés par l'élimination du phosphore des eaux est devenue une préoccupation majeure, plusieurs recherches ont été entamées visant à trouver des procédés de déphosphatation qui doivent répondre, non seulement aux exigences technologiques et économiques, mais également environnementales.

I.1 Généralités sur le phosphore

Le phosphore (P) est un élément chimique non métallique, abondant dans la nature, il est le onzième constituant de la croûte terrestre (0,12 %) [7].

C'est un élément rare dans l'environnement naturel mais de grande importance écologique [8].

Il est indispensable pour les organismes vivants : êtres humains, animaux, plantes et microorganismes. Tous dépendent entièrement du phosphore pour vivre [9].

Le matériel génétique des organismes vivants est constitué par les acides nucléiques (ADN et ARN) qui contiennent du phosphore. Cet élément entre également dans la composition des protéines [10].

En ce qui concerne les plantes, le phosphore intervient comme élément nutritif indispensable à un grand nombre de processus biochimiques tels que la respiration ou la production d'énergie (photosynthèse).

Dans le règne animal, le phosphore est également impliqué dans le processus énergétique (formation et dégradation du glycogène des muscles, synthèse des protéines). Les dents et les os en contiennent beaucoup sous forme de phosphate de calcium.

Ainsi le phosphore est un élément plastique, énergétique et génétique de la matière vivante [11].

I.1.1 Historique

C'est en 1669 et par un alchimiste allemand nommé Brandt que le phosphore a été découvert, il tire son nom du grec : phos (lumière) et phoron (transporteur) en raison de la luminescence de sa variété blanche [12].

I.1.2 Propriétés

Son symbole est P, il fait partie de la 5^{ème} colonne de la classification périodique, il présente la structure électronique suivante : $1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^3$, faisant apparaître un doublet non apparié et trois électrons libres ce qui conduit à degré d'oxydation III, (PCl_3 et PH_3 par exemple), l'arrangement est pyramidal, son hybridation étant sp^3 .

Le doublet non lié de P peut conduire à des composés de degré d'oxydation V : exemples : $POCl_3$, PO_4^{3-} (tétraédrique), PCl_5 (bipyramidal) [13].

I.1.3 Le cycle du phosphore

Le cycle du phosphore est unique parmi les cycles biogéochimiques majeurs, il ne possède pas de composante gazeuse, du moins en quantité significative, et par conséquent n'affecte pratiquement pas l'atmosphère. Il se distingue aussi des autres cycles par le fait que le transfert du phosphore (P) d'un réservoir à un autre n'est pas contrôlé par des réactions microbiennes, comme c'est le cas pour l'azote.

Pratiquement tout le phosphore sur terre résulte de l'altération des phosphates de calcium des roches de surface, principalement de l'apatite.

Bien que les sols contiennent un grand volume de phosphore, une petite partie seulement est accessible aux organismes vivants. Ce phosphore est absorbé par les plantes et transféré aux animaux par leur alimentation.

Une partie est retournée au sol à partir des excréments des animaux et de la matière organique morte. Une autre partie est transportée vers les océans où une fraction est utilisée par les organismes benthiques et ceux du plancton pour sécréter leur squelette ; l'autre fraction se

dépose au fond de l'océan sous forme d'organismes morts ou de particules et est intégrée aux sédiments.

Ces derniers sont transformés progressivement en roches sédimentaires par l'enfouissement ; beaucoup plus tard, les roches sont ramenées à la surface par les mouvements tectoniques et le cycle recommence.

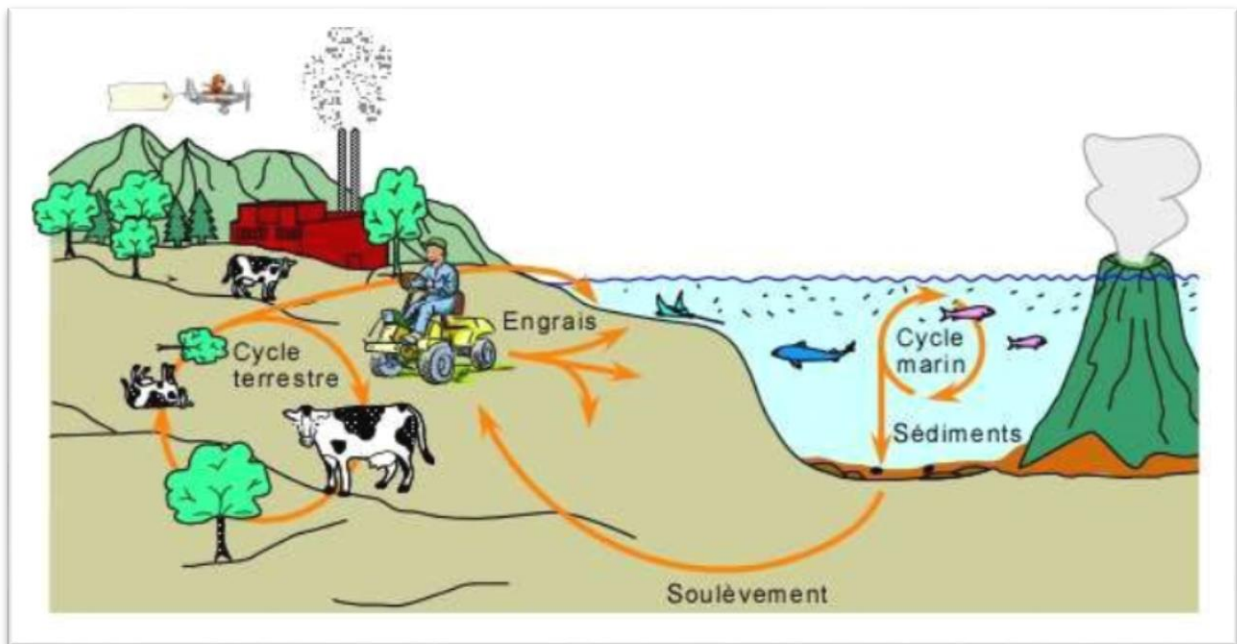


Figure 1: Cycle du phosphore

I.1.4 Les différentes formes du phosphore

I.1.4.1 Forme allotropique

Le phosphore se présente sous une dizaine de formes allotropiques, regroupées elles même en trois principales catégories :

- **Le phosphore noir** : poudre ou cristaux, il s'enflamme à l'air à des températures voisines de 400 C °, c'est la forme la plus stable qui puisse exister [14].
- **Le phosphore blanc** : brule spontanément à l'air, en dégageant une fumée très toxique et une lumière bleuâtre. (phosphorescence), forme très dangereuse, l'exposition à cette substance est fatale, pouvant provoquer des brulures de la peau menant à des endommagements du foie, du cœur et des reins.

A noter que : l'engloutissement de cette substance est mortelle, avant de mourir, on souffre de nausées, de crampes d'estomac et de la somnolence [15].

Que ce soit dans l'eau ou dans le sol, les réactions sont très lentes, il en résulte une accumulation dans le corps des organismes aquatiques et sa transformation en substance moins dangereuse peut prendre des années [15].

Dans l'air, il se transforme lentement sous l'influence de la lumière et de la chaleur en phosphore rouge ; le phosphore blanc brûle à 40 C ° [3].

- **Le phosphore rouge** : beaucoup moins toxique que le blanc, il sert à fabriquer des allumettes, pesticides et bombes incendiaires [9].

Il se présente sous forme de poudre ou des cristaux rouge-brun, inflammable à l'air à des températures voisines de 250 C°.

I.1.4.2 Les formes chimiques

Le phosphore est présent dans l'environnement sous différentes formes, on distingue : les formes dissoutes et les formes particulières [8].

- **Phosphore dissous** : il peut être minéral ou organique
 - ✓ **Minéral** : représenté par les ions PO_4^{3-} , libre ou associé à la matière organique ou inorganique sous forme de colloïdes ; les différents anions de l'acide phosphorique et les poly phosphates.
 - ✓ **Organique** : comprend les trioses phosphates, acide nucléique, phospholipides, acides phosphoriques des sucres et leurs formes dégradées.
- **Phosphore particulaire** : Englobe toutes les formes du phosphore liées aux minéraux, à des débris divers ou incorporés dans les organismes ; peut être également minéral ou organique.
 - ✓ **Minéral** : dans ce cas, le phosphore est lié à des substances inorganiques donnant l'apatite avec le calcium, le strengite avec le fer et la variscite avec l'aluminium comme il peut être associé aux argiles et à un grand nombre de minéraux.

A part le phosphate tricalcique (apatite), les autres formes (associations) sont de minéralogie très complexe et peu connues.

- ✓ **Organique** : Les phytines ou phytate constituent la principale forme du phosphore organique particulaire dans le sol.

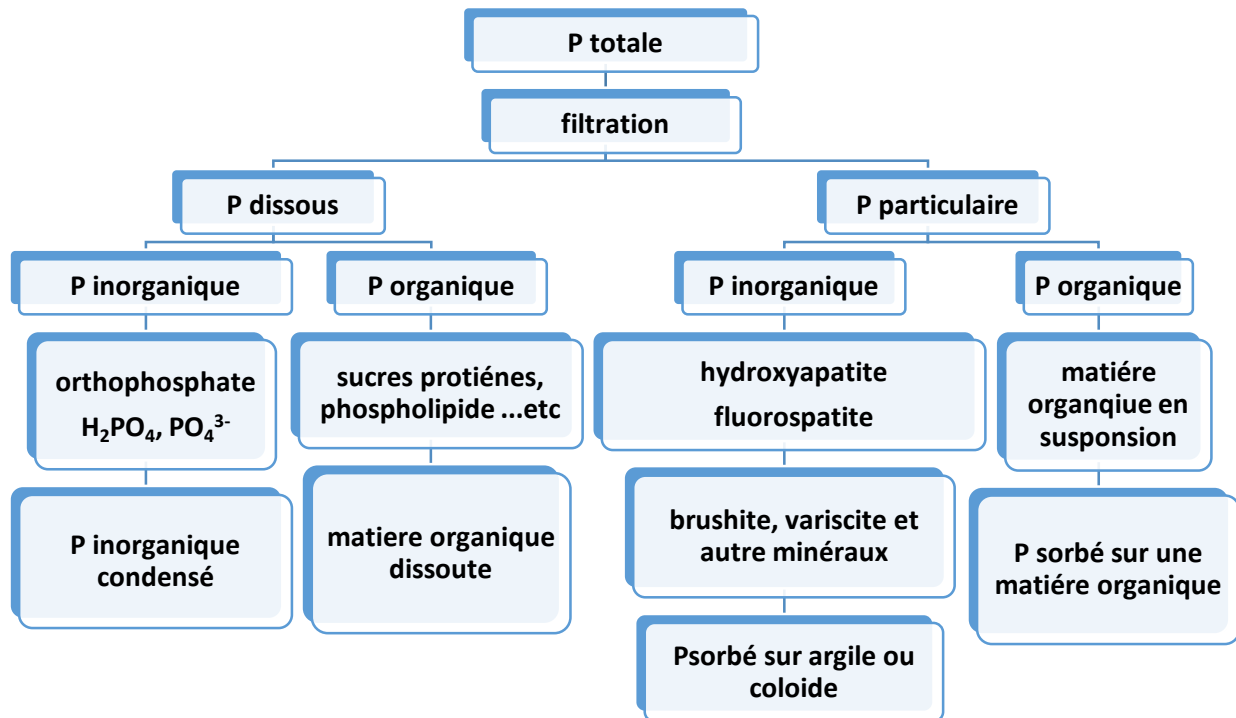


Figure 2: Répartition des différentes formes du phosphore entre les présentes dans L'environnement
[16]

I.2 Origine du phosphore dans les eaux résiduaires

L'origine du phosphore dans les eaux résiduaires est déduite de la connaissance des sources du phosphore naturel et de son utilisation. Elle est multiple [17].

Il peut provenir :

- Du métabolisme humain : un homme excrète entre 1 et 2 gramme de P par jour. Il s'agit de l'apport principal en phosphore dans les cours d'eau [18].
- Des produits de nettoyage : 1 à 2 grammes de P par jour et par équivalent habitant.
- Des rejets industriels : les effluents d'industries agro-alimentaires, d'abattoirs, de laverie industrielles, d'industries de traitement de surfaces et d'industries chimiques spécialisées.
- Les rejets agricoles ou d'origine naturelle sont retenus dans les sols et ne se retrouvent pas dans les eaux usées. Les eaux de surface peuvent éventuellement en contenir en raison de l'érosion et du ruissèlement entraînant des particules de sol dans les cours d'eau.

I.3 Le phosphore élément indispensable mais néfaste lorsqu'il est en excès

Le phosphore n'est pas toxique intrinsèquement pour la faune et la flore terrestre et aquatique. Par contre, l'eutrophisation est la conséquence directe majeure d'un excès de phosphore dans le milieu et ses effets sont très préoccupants à de nombreux niveaux.

Une concentration en phosphore supérieure à 0,1mg/L est suffisante pour y déclencher une marée verte [19].

Ce phénomène se traduit par le développement excessif d'algues qui agissent par plusieurs mécanismes sur l'équilibre biologique du milieu, en limitant le passage de la lumière et en consommant de grandes quantités d'oxygène.

Ces algues ont une durée de vie assez courte et se décomposent rapidement, une décomposition organique qui se traduit par une forte demande en oxygène du milieu. Leur dégradation augmente la teneur en matière organique de l'eau, favorisant ainsi le développement de microorganismes produisant des toxiques tels que les cyanobactéries, capables de détruire entièrement l'écosystème du plan d'eau contaminé [1].

Le déficit en oxygène crée des conditions anaérobies dont les premières conséquences sont :

- Dégagement d'odeurs nauséabondes.
- Colmatage progressif du milieu récepteur qui conduit à son asphyxie.
- La mort des poissons [20].

I.4 Limite et réglementation des rejets en phosphates

Tout effluent traité, doit respecter les normes de rejets pour pouvoir l'être dans un milieu récepteur. (Cours d'eau, lacs, étangs et mers).

Le niveau de rejet du phosphore dans les eaux naturelles est fixé selon la sensibilité du milieu receveur. La température des effluents rejetés doit être inférieure à 30 °C, un écart de 5 °C est toléré et leur pH doit être compris entre 5,5 et 9,5. Le débit maximal journalier autorisé dépasse le 1/10ème du débit nominal de cour d'eau ou s'il est supérieur à 100 m³/jour.

Un arrêté d'autorisation fixe une limite au débit journalier ainsi qu'une valeur limite instantanée.

La valeur limite à ne pas dépasser est de 2 mg/L selon les normes Algérienne, [21] comparées aux normes françaises, c'est 1 mg/L, si le flux journalier maximum est supérieur à 15Kg/jour [22].

C'est pourquoi la nécessité d'éviter des rejets incontrôlés de phosphore dans les effluents est maintenant intégrée dans la démarche de la plupart des utilisateurs du phosphore : industriels, industriels spécialisés dans le traitement des eaux, agriculteurs et même particuliers.

I.5 Traitement du phosphore

Trois grands types de procédés sont développés pour concentrer le phosphore dans la fraction solide [23].

- Les procédés physico-chimiques qui consistent à précipiter le phosphore par modifications des conditions du milieu (pH) et par ajout de réactifs.
- Les procédés biologiques qui consistent à créer des conditions favorables à la croissance de micro-organismes capables d'accumuler le phosphore au-delà de leurs stricts besoins de croissance.
- Les procédés mécaniques de séparation.

La combinaison de deux ou trois de ces possibilités permet d'atteindre des objectifs de qualité des rejets élevés [13].

I.5.1 Traitement physico-chimique

C'est une méthode qui consiste à piéger le phosphore dissous sous forme particulaire, un changement de phase qui a lieu au contact de cations (ions calcium, magnésium, ferriques.....etc.), apportés soit par les eaux usées (précipitation naturelle), soit par ajout de réactifs à base de fer, d'aluminium ou de chaux. (Précipitation forcée).

Les principaux mécanismes intervenant sont au nombre de trois [23].

1. Précipitation chimique de complexes hydroxo-métalliques.
2. Adsorption sélective d'espèces phosphorées dissoutes sur la surface des complexes déjà précipités.
3. Flocculation et co-précipitation de matières colloïdales finement dispersées.

Ces trois mécanismes ont normalement lieu simultanément et leur action combinée est responsable des hautes performances de déphosphatation généralement atteinte dans les stations de traitement chimique.

La séparation du phosphore particulaire de l'eau a ensuite lieu lors de la décantation, soit avec des équipements spécifiques comme la filtration ou la flocculation.

I.5.1.1 Précipitation par les sels de fer

Sels de fer ferriques (Fe III ou Fe³⁺) et sels de fer ferreux (Fe II ou Fe²⁺)

Les réactions mises en jeu dans ce cas ont besoin de beaucoup d'oxygène, ces sels aboutissent à une bonne efficacité d'élimination à différents pH (acide pour le fer ferrique et alcalin pour le fer ferreux).

Dans tous les cas, une bonne élimination est obtenue à pH=7 (pH des eaux usées) [24].

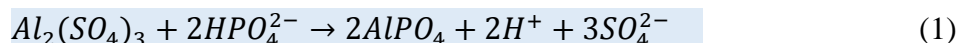
Les ions Fe sont ajoutés en excès en solution à cause d'autres réactions compétitives et cela en fonction de la composition de l'eau [17].

I.5.1.2 Précipitation par les sels d'aluminium

Dans ce cas, l'ion aluminium utilisé est combiné avec les ions sulfates, chlorures ou hydroxydes au sein des réactifs [13].

La plupart du temps, l'aluminium est ajouté dans la solution sous forme de sulfate d'aluminium.

La réaction de base décrivant ce phénomène s'écrit : [25]



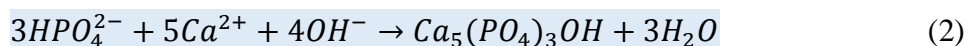
Dans les conditions stœchiométriques, l'ion aluminium (Al³⁺) réagit avec un ion phosphate (PO₄³⁻), mais en réalité c'est un dosage réalisé avec un excès d'aluminium pour les mêmes raisons que celles avec le fer.

Le pH de l'effluent à traiter est d'une importance particulière pour la précipitation de l'aluminium. L'efficacité maximale pour le sulfate d'aluminium par exemple se situe aux alentours de pH=5,5 à 6,5 cependant, pour une élimination plus efficace, le pH de la solution doit être légèrement supérieur pour anticiper sa baisse due à un excès du sel d'aluminium [23].

I.5.1.3 Précipitation par les sels de calcium

La chaux (CaO) seule est utilisée dans ce cas comme réactif de précipitation du phosphore.

L'addition de la chaux dans une eau résiduaire précipite les ortho phosphates sous forme d'hydroxyapatite Ca₅(PO₄)₃OH suivant :



La solubilité de l'hydroxyapatite diminue avec l'augmentation du pH, par conséquent l'élimination du phosphore croît avec le pH.

NB : Les doses de fer employées sont généralement comprises entre 10 à 120 g de Fe/m³ d'eau brute, légèrement inférieures pour l'aluminium, et jusqu'à 10% de la masse brute pour le calcium [26].

I.5.2 Traitements biologiques du phosphore

L'élimination biologique du phosphore est basée sur la capacité de certains micro-organismes à accumuler le phosphore au-delà de leur besoin métabolique. Celui-ci est connu sous le nom d'EBPR « Enhanced Biological Phosphate Removal » [18].

L'alternance de phases aérobies et anaérobies strictes est nécessaire au développement des micro-organismes déphosphatants, appelés « phosphorus accumulating » (PAO).

En conditions anaérobies, les bactéries déphosphatantes sont capables de stocker les substrats biodégradables des eaux usées en tant que réserve de carbone organique (les poly hydroxy alcoanoates PHA). L'énergie nécessaire à cette transformation est fournie par l'hydrolyse des poly phosphates intracellulaires et du glycogène, le phosphate ainsi libéré étant excrété dans le milieu.

Pendant la phase aérobie, les PHA sont utilisés par le métabolisme est oxydés permettant le restockage du glycogène et de P sous forme de poly phosphates, d'une quantité de phosphate supérieure à celle excrétée en anaérobie.

Deux conditions principales sont nécessaires pour assurer ce processus : [17]

- L'exposition de la biomasse à une alternance anaérobie/aérobie ou anaérobie/anoxie pour créer un stress bactérien.
- La présence de substrats organiques simples, particulièrement les acides gras volatils (AVG), pendant la phase anaérobie.

I.5.3 Procédés physiques de séparation

Ces procédés permettent d'extraire le phosphore particulaire de l'effluent soit par décantation, soit à l'aide d'une filtration sous vide.

Ils contribuent de façon marginale au traitement du phosphore des eaux usées urbaines du fait de la forte proportion de phosphore dissous dans ce type d'effluents, en revanche, ils sont efficaces pour les effluents dans lesquels le phosphore est majoritairement particulaire [18].



Chapitre II

Electrocoagulation



II. Chapitre II Electrocoagulation**Introduction**

L'aspect non polluant et les facilités d'automatisation que l'électricité apporte, devraient permettre un développement significatif des techniques électrochimiques de traitement dans l'avenir [27].

De nombreuses techniques utilisant directement ou indirectement, l'énergie électrique se sont déjà développées. Les effets directs de l'électricité ne sont en général, sensibles, que sur les impuretés de faibles dimensions : ions ou petites molécules, produits chimiques ou colloïdaux en solution, les pollutions biologiques.... Par effet indirect, c'est-à-dire par génération électrolytique d'un produit traitant, il est possible d'agir sur les grosses particules, les matières en suspension et les bactéries [27].

II.1 Définition de l'électrocoagulation

L'électrocoagulation est une technique dérivée de la coagulation classique. Elle permet d'éliminer les particules colloïdales et la pollution dissoute grâce à la production in situ de floccs d'hydroxydes obtenus par dissolution anodique d'électrodes solubles (Fe, Al). [27]. Les floccs d'hydroxydes générés par voie électrochimique sont plus compacts que ceux obtenus par la méthode chimique [28]. En outre, l'électrocoagulation requiert moins de réactifs et permet de réduire le volume de boues générées comparativement à la coagulation chimique qui nécessite des concentrations élevées de réactifs, entraînant ainsi une augmentation considérable du volume des boues [27].

Durant le phénomène de la coagulation chimique, le coagulant est en général ajouté sous forme de substances chimiques adéquates, tandis que lors du procédé d'électrocoagulation, le coagulant est généré in situ par oxydation électrolytique d'une anode solide appropriée [29].

L'électrocoagulation (EC) est une technologie qui résulte de l'interaction de trois(3) technologies fondamentales qui sont : l'électrochimie, la coagulation et la flottation [30]. Elle est basée sur le fait que la stabilité des colloïdes, suspensions et émulsions est influencée par les charges électriques [31]. Elle se réfère à la production électrochimique d'agents déstabilisants qui provoquent la neutralisation de la charge en vue de la réduction des polluants [32].

La déstabilisation des colloïdes se fait sous l'action d'un champ électrique induit entre les électrodes et par l'action des composés coagulants produits lors de l'oxydation de l'anode. Ces composés sont chargés électriquement, ils déstabilisent le système colloïdal dans lequel des

particules solides sont initialement présentes et forment des floccs de particules qui peuvent être facilement séparables par flottation qui est améliorée par la formation de bulles de gaz durant l'électrolyse du solvant qui est l'eau [33].

II.1.1 Théorie de l'électrocoagulation

L'EC est un procédé complexe impliquant plusieurs phénomènes physiques et chimiques qui utilisent des électrodes consommables (sacrificielles) pour fournir des ions dans l'effluent d'eau. Trois étapes successives principales y sont impliquées :

- ✓ Formation de coagulant par oxydation électrolytique de l'anode sacrificielle.
- ✓ Déstabilisation des contaminants, suspensions particulaires et rupture des émulsions.
- ✓ Agrégation des phases déstabilisées formant des floccs.

Les mécanismes des étapes précédentes se font comme suit :

- ✓ Compression de la couche diffuse autour des espèces chargées par les interactions avec les ions générés par l'oxydation de l'anode sacrificielle.
- ✓ Neutralisation de la charge des espèces présentes dans le rejet aqueux au contact des ions produits par dissolution électrochimique de l'anode sacrificielle. Ces derniers réduisent la répulsion électrostatique entre les particules jusqu'à ce que les forces d'attraction de Van Der Waals prédominent causant leur coagulation.
- ✓ Formation de floccs suite à la coagulation qui créent des boues qui piègent et relient les particules colloïdales restantes dans le milieu aqueux [30].

L'EC se distingue de la coagulation chimique par, sa versatilité épuratoire, son faible cout, sa facilité d'automatisation et sa compatibilité environnementale [34]. Plein d'autres avantages sont à retenir tels que : la rapidité de réaction, la compacité des équipements, la simplicité d'opération et d'entretien d'une cellule d'EC et une siccité plus grande de boues produites [35], [36]. En plus avec l'EC, on peut se passer de plusieurs étapes dans une installation de traitement des eaux [35].

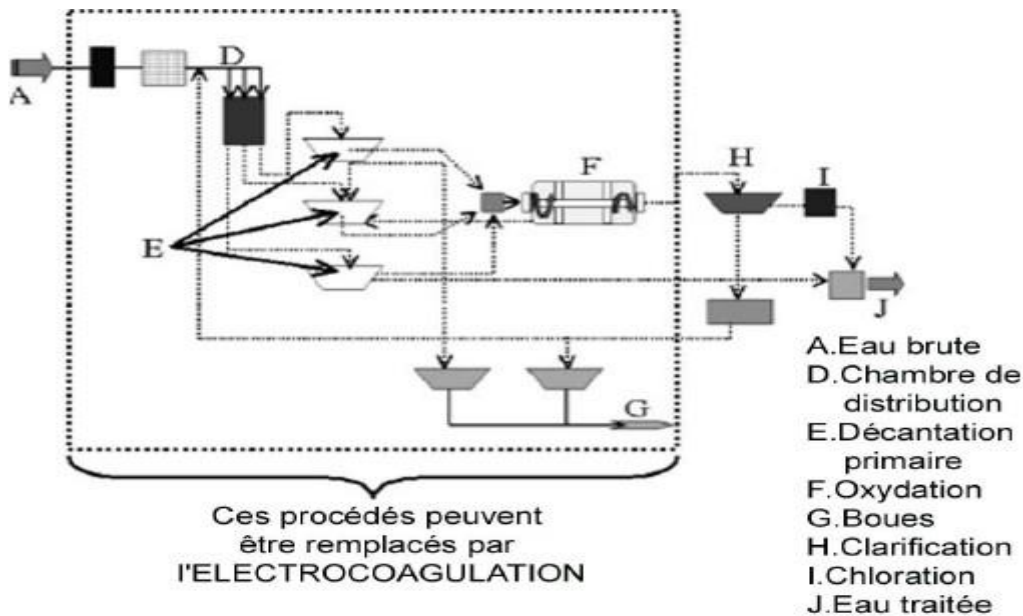


Figure 3 : Représentation schématique d'une installation typique de traitement des eaux, et les procédés complexes qui peuvent être remplacés par l'électrocoagulation[35].

L'importance de l'EC s'est accrue du fait de son efficacité généralement supérieure aux autres techniques, pour éliminer les différentes formes de pollution, répertoriées par les indicateurs suivants :

- DCO : Demande chimique en oxygène,
- DBO₅ : Demande biochimique en oxygène,
- COT : Carbone organique total,
- MES : Matières en suspensions,
- TDS : Taux de solides dissous,
- TAC : Taux alcalimétrique complet,
- ABS : Coloration liée à l'absorbance de l'effluent,
- Les métaux lourds.

II.1.2 Principe de l'électrocoagulation

Le principe de l'électrocoagulation consiste à générer in situ dans la cellule d'électrolyse des ions susceptibles de provoquer la coagulation des particules colloïdales par dissolution d'anodes solubles sous l'action d'un courant afin d'éliminer la pollution.

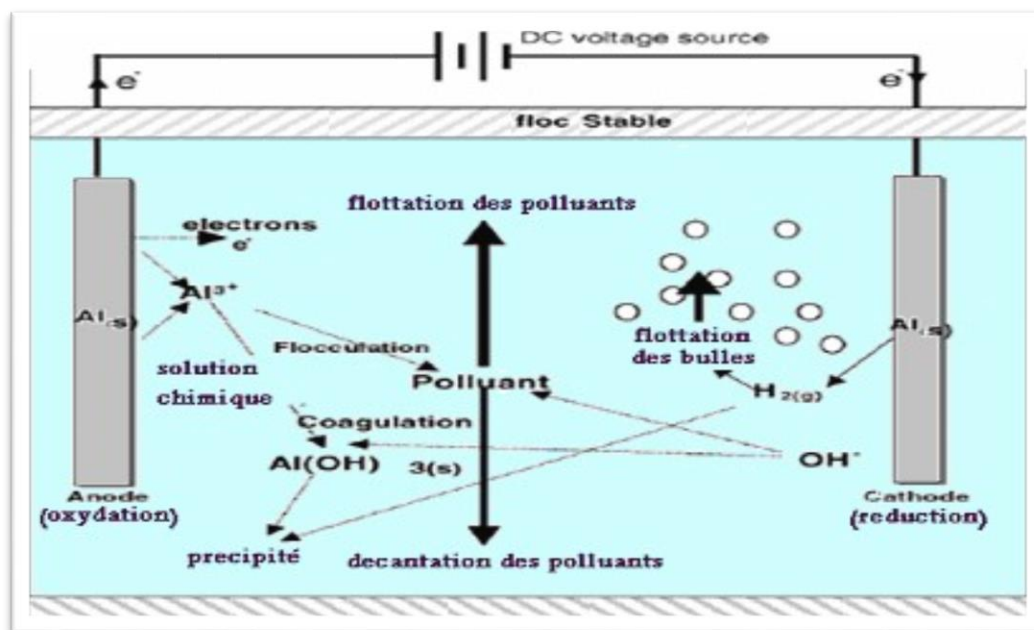
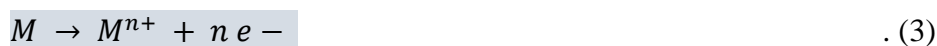


Figure 4 : Schéma d'un procédé conventionnel d'électrocoagulation [35]

Réactions aux électrodes

Les principales réactions mises en jeu pour des électrodes en métal soumises à un courant continu sont les suivantes : [37]

- A l'anode : le métal est oxydé suivant la réaction :



M : Matériel de l'anode

n : Nombre d'électrons mis en jeu

- A la cathode : l'eau est réduite suivant la réaction :



Les ions métalliques libérés à l'anode, se complexent aux ions hydroxydes libérés par l'électrolyse de l'eau et génèrent des hydroxydes de métal, selon la réaction suivante :



Ces hydroxydes de métal sont insolubles et jouent le rôle de coagulant et réagissent avec les matières en suspension et/ou les colloïdes, d'où élimination des polluants.

Généralement, pour la dépollution des eaux usées, on utilise des électrodes en aluminium ou en fer.

Cas d'électrodes en aluminium

L'oxydation de l'aluminium à l'anode donne tout d'abord des ions Al^{3+} lesquels ensuite forment des hydroxydes d'aluminium $Al(OH)_3$

La formation du coagulant $Al(OH)_3$ passe par la formation et la transformation de diverses espèces monomériques, telles que $Al(OH)^{2+}$, $Al(OH)_2^+$, $Al(OH)_4^-$ et polymériques, tel que $Al_2(OH)_2^+$, $Al_6(OH)_{15}^{3+}$, $Al_7(OH)_{17}^{4+}$, $Al_8(OH)_{20}^+$, $Al_{13}O_4(OH)_{24}^+$, $Al_{13}(OH)_{34}^+$ [38], [35]. Les cations issus de l'anode réagissent systématiquement avec l'eau pour donner des complexes hydroxylés polymérisés solubles suivant le pH du milieu ces espèces jouent le rôle de coagulant permettant tout d'abord la déstabilisation des particules colloïdales à éliminer par compression de la double couche électrochimique, puis la floculation ou l'agrégation de celles-ci en floccs, on parle dans ce cas d'électrocoagulation. Les floccs formés pourront être ainsi transportés par le gaz lors de l'électrolyse par électro flottation. Si l'électrolyse se poursuit vers des pH basiques, les floccs pourront s'absorber sur les hydroxydes formés par précipitation des polymères hydroxylés solubles, on parlera alors d'électro précipitation.

II.2 Principales lois de l'électrolyse

II.2.1 Loi de FARADAY

Si l'on considère que les seules réactions chimiques qui se déroulent dans le réacteur d'électrocoagulation sont :

- **à l'anode** : oxydation du métal.
- **à la cathode** : réduction de l'eau.

Il sera donc possible de déterminer la masse du métal m dissoute et l'hydrogène formé pendant une durée t de l'électrolyse à un courant i , en utilisant la loi de Faraday.

$$m = \frac{I.t.M}{n.F} \quad (6)$$

Avec :

m : masse du métal dissous ou du gaz formé

I : intensité du courant imposé(A).

t : durée de l'électrolyse (s).

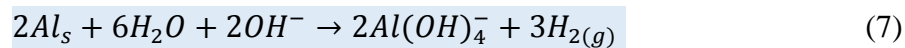
M : poids moléculaire de l'espèce considérée (g/mol).

F : constante de Faraday ($96487 \text{ C}\cdot\text{mol}^{-1}$).

n : nombre d'électrons mis en jeu dans la réaction considérée.

Toutefois, lorsqu'il s'agit d'utiliser des électrodes d'aluminium, la quantité d'aluminium mise en solution par électro-dissolution semble supérieure à celle estimée à l'aide de la loi de Faraday [39]. Ces rendements sont de 10 à 20 % supérieurs aux calculs théoriques [40], [39]. Certains chercheurs ont établi que les électrodes d'aluminium sont attaquées par les ions hydroxydes produits par réduction, ce qui contribue à leur piquuration de l'aluminium et sa mise en solution dans le milieu aqueux [41].

Cette corrosion chimique prend la forme suivante :



Le mécanisme de corrosion par piqure d'un alliage d'aluminium est parfaitement illustré dans la figure qui suit :

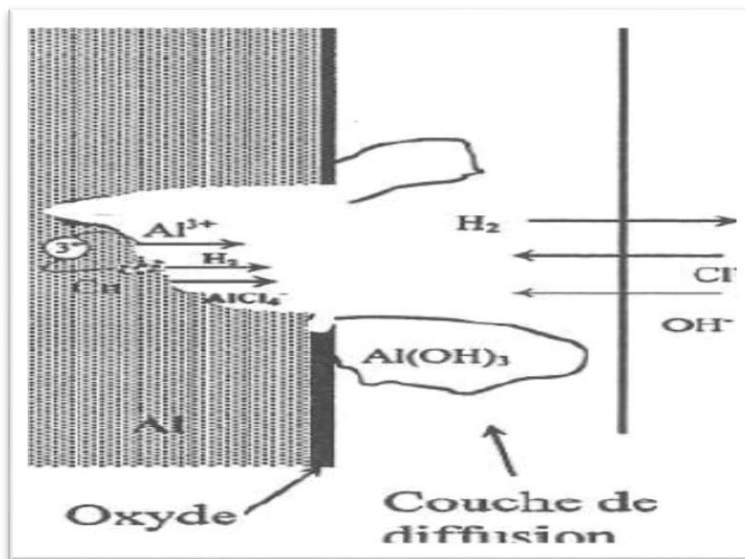


Figure 5: Mécanisme de corrosion par les ions chlorures et hydroxydes par piqure sur un alliage d'aluminium [42].

II.2.2 Rendement faradique et rendement énergétique

A partir de la loi de Faraday, il est donc possible d'estimer la masse d'électrode théorique consommée par électrolyse et d'en déduire un rendement anodique :

$$R(\text{anode}) = \frac{\text{masse expérimentale dissoute (g)}}{\text{masse théorique donnée par la loi de Faraday (g)}} * 100\% \quad (8)$$

A la cathode, et sans autres réactions de réduction, la production d'hydrogène par électrolyse de l'eau suit également la seconde loi de Faraday, de même le rendement cathodique peut être exprimé par :

$$R(\text{cathode}) = \frac{\text{masse expérimentale formée (g)}}{\text{masse théorique donnée par la loi de Faraday (g)}} * 100\% \quad (9)$$

Toutefois, la quantité dissoute dépend également du nombre d'électrodes et par conséquent du mode de connexion monopolaire ou bipolaire. Dans le mode bipolaire, pour p électrodes, le système sous tension est constitué de $(p-1)$ anodes [40] et la masse dissoute s'exprime alors de la façon suivante :

$$m = \left(I * t * \frac{M}{nF} \right) * (p - 1) \quad (10)$$

Chaque réaction sera donc accompagnée d'un rendement Faradique (**RF**) anodique ou cathodique tel que la somme de tous ces rendements soit égale à **1** [43].

Ce rendement RF s'exprime simplement comme :

$$RF = \frac{\text{quantité d'électricité nécessaire pour produire } nP \text{ moles de produit } P}{(\text{quantité d'électricité réellement consommée pendant l'électrolyse})} = \frac{I(\text{théorique}) * t}{I(\text{consommée}) * t} \quad (11)$$

Le rendement peut également s'exprimer en termes d'énergie comme suit :

$$RF = \frac{\text{énergie minimale nécessaire pour produire } nP \text{ moles de produit } P}{(\text{énergie réellement consommée pendant l'électrolyse})} = \frac{I(\text{théorique}) * E_{eq}}{I(\text{consommée}) * E_{app}} \quad (12)$$

E_{Eq} : potentiel d'équilibre

$$E_{Eq} = E_{O(\text{anode})} - E_{O(\text{cathode})}$$

E_O : les potentiels d'abandon des électrodes ($i=0$).

E_{app} : tension mesurée aux bornes de l'électrolyseur.

Le rapport (E_{Eq}/E_{app}) représentant le rendement des tensions (RT), on peut aussi écrire le rendement énergétique comme

$$RE = RF * RT$$

(13) [42].

Pour un rendement faradique donné, le rendement énergétique dépendra exclusivement de la chute du potentiel et plus particulièrement de la chute ohmique.

II.2.3 Tension appliquée aux bornes d'une cellule d'électrolyse

Lors d'une électrolyse, la tension électrique E_{App} appliquée extérieurement à la cellule doit être divisée en trois parties : [44]

$$E(app) = E(eq) + X(\eta) + IR \quad (14)$$

Avec :

E_{eq} ; tension mesurée au bornes de l'électrolyseur (V)

X_{η} : Somme des surtensions anodiques et cathodiques (V).

IR : chute ohmique (V)

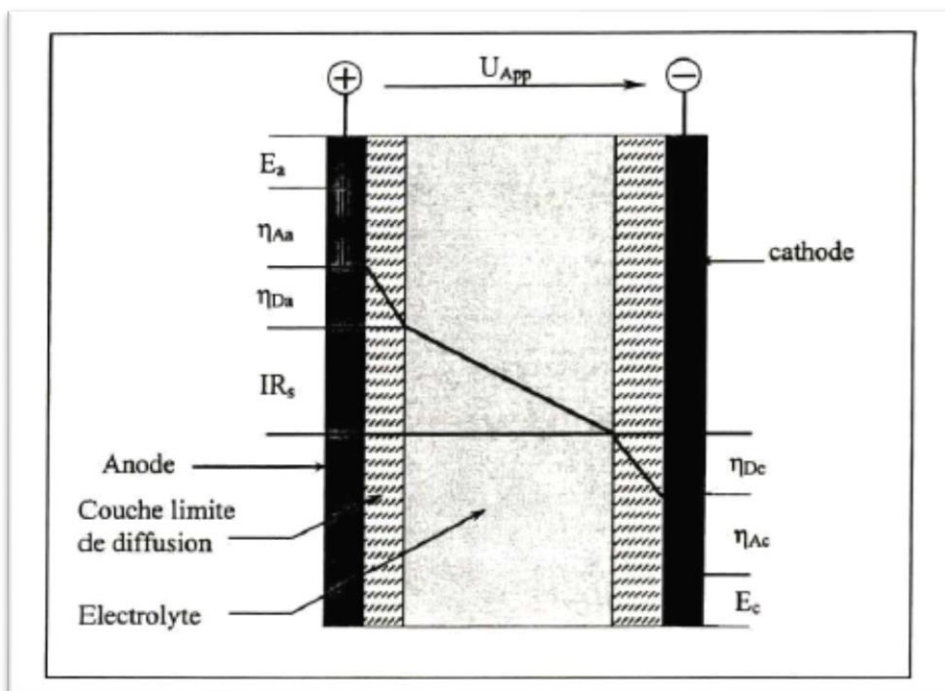


Figure 6 : Les différentes composantes de la tension aux bornes d'une cellule électrochimique [45].

Le terme $E_{equilibre}$ représente le potentiel de réduction des demi-réactions à l'équilibre et le terme η représente la surtension en (volt), il exprime les contraintes cinétiques des réactions aux électrodes. Ce potentiel peut être évalué à partir de l'équation de Nernst qui emploie les potentiels de réduction standard E^0 de chacune des demi-réactions, la température de la solution et les concentrations des espèces chimiques présentes dans le système [46].

Tableau 1 : Potentiel de réduction standard des demi-réactions impliquées dans le processus d'électrocoagulation

Réactions d'oxydo-réductions	$E_0(\text{v})$
$Al_s \rightarrow Al^{3+}aq + 3e^- \dots\dots (15)$	1.66
$4OH_{aq}^- \rightarrow O_2 + 2H_2O + 4e^- \dots\dots (16)$	-0.4
$2H_2O \rightarrow 4H_{eq}^+ + O_2 + 4e^- \dots\dots (17)$	-1.23
$2H_2O + 2e^- \rightarrow 2OH_{eq}^- + H_{2(g)} \dots\dots (18)$	-0.83
$2H_{eq}^+ + 2e^- \rightarrow H_{2(g)} \dots\dots (19)$	0

$$E = E^0 + \frac{RT}{nF} * \ln\left(\frac{C_0}{C_R}\right) \quad (20)$$

Avec :

E : potentiel de réduction à l'équilibre (volt).

E^0 : potentiel standard (volt).

R : constante des gaz (8,31 J/K.mol).

T : température en Kelvin.

F : constante de Faraday (96500 C/mol).

n : nombre d'électrons transférés par les demi-réactions.

C_0 et C_R concentrations (mol.l^{-1}) des formes oxydées et réduites du couple redox.

Le potentiel de réduction standard de chacune des demi-réactions impliquées dans le processus d'électrocoagulation est présenté dans le tableau 1.

La chute ohmique IR, quant à elle, est caractéristique de la composition de la solution et de sa conductivité. Elle peut s'exprimer comme suit :

$$IR = \frac{I*d}{A*k} \quad (21)$$

Avec :

I : intensité imposée (A).

d : distance entre les électrodes (cm).

A : surface active de l'électrode (cm^2).

k : conductivité de la solution (S.cm^{-1}).

On peut réduire la chute ohmique soit en utilisant une surface plus importante des électrodes, soit on les rapprochant, ou bien en augmentant la conductivité de la solution [47].

II.3 Mécanisme de la coagulation

Il est présumé que les mécanismes de la coagulation qui surviennent lors de l'électrocoagulation sont similaires à ceux observés lors de l'ajout de sels métalliques [48]. Ceux-ci s'articulent autour de trois étapes distinctes. Par introduction d'ions métalliques dans le milieu aqueux,

il y a :

- * Formation d'hydroxydes d'aluminium, communément appelés agents coagulants,
- * Déstabilisation des espèces polluantes, particules en suspension et émulsions.
- * Extirpation de ces dernières sous forme de floccs et agrégats.

II.3.1 Coagulation par des cations métalliques

L'aluminium est l'anode sacrificielle la plus fréquemment utilisée dans un réacteur d'électrocoagulation. Le comportement de l'aluminium en solution dépend de plusieurs paramètres (propriétés du polluant, le pH de la solution et sa concentration), l'aluminium peut soit :

- Agir directement sur le polluant.
- S'hydrolyser pour former des complexes hydro-aluminiums.
- Se précipiter.

II.3.2 Les espèces en solution

L'aluminium en solution peut prendre plusieurs formes qui sont en équilibre entre elles. Ces formes issues de la dissolution de l'anode sont illustrées sur la figure :

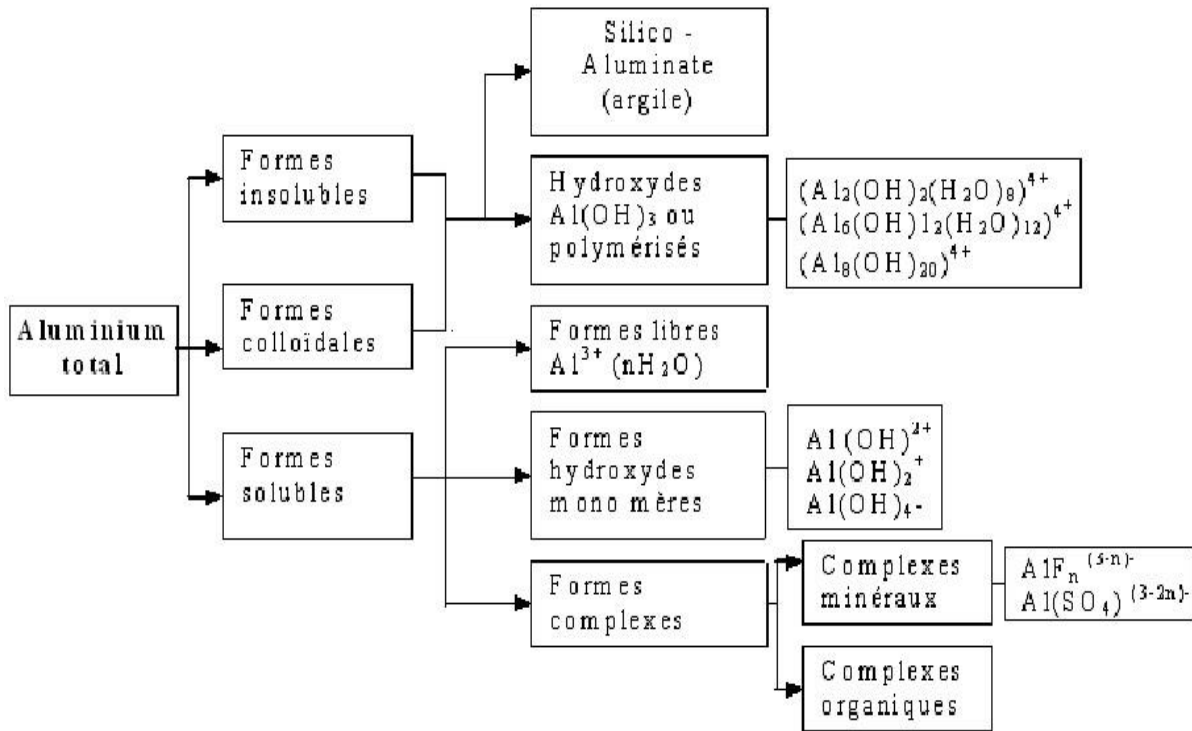
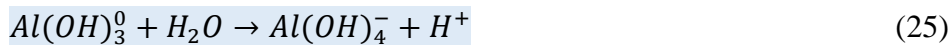
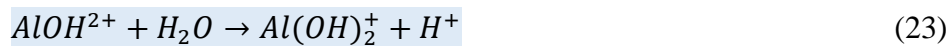


Figure 7 : Formes d'aluminium pouvant exister lors de la dissolution d'une anode d'aluminium [45].

Ainsi la spéciation des cations d'aluminium est essentielle à la compréhension de processus d'électrocoagulation. L'utilisation de l'aluminium comme dans notre cas conduit à la formation des complexes mononucléaires qui sont décrits par les équations ci-dessous.



Ce diagramme de distribution montre l'ampleur de l'hydrolyse, qui dépend de la concentration totale en métal et le pH.

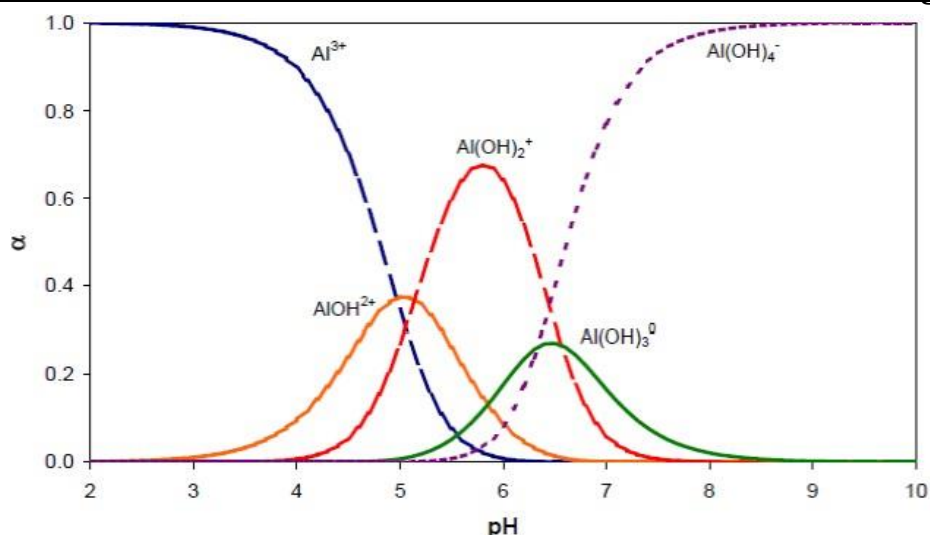


Figure 8 : Diagramme de prédominance des espèces d'aluminium et effet du pH [49].

D'après la *Figure 8*, on peut remarquer que :

- A $\text{pH} < 3$, l'aluminium est principalement à la forme trivalente Al^{3+} , cette forme de monomère devient négligeable en milieu moins acide ($\text{pH} > 6$).
- La forme ionique $\text{Al}(\text{OH})^{2+}$ apparaît vers des pH de l'ordre de 3 pour atteindre un maximum de concentration (20% de l'aluminium présent) vers un $\text{pH} = 5$.
- Dans la zone de pH comprise entre 5 et 8, l'espèce la plus répandue en solution est l'hydroxyde d'aluminium ($\text{Al}(\text{OH})_3$) avec un maximum de 95 % vers $\text{pH} = 6,5$. La solubilité de l'aluminium trivalent est quasiment nulle dans une gamme de pH entre 5 et 8, cependant sa réaction avec les OH^- en solution, permet la formation de composés solubles tel que les cations $[\text{Al}(\text{OH})_2]^+$ et $[\text{Al}(\text{OH})]^{2+}$.
- L'ion $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ commence à se former vers un $\text{pH} = 6$ et atteint son maximum de 90 % de l'aluminium présent dans la solution vers un pH de 9.5, le reste de l'aluminium étant sous la forme d'hydroxyde d'aluminium $\text{Al}(\text{OH})_3$ et de $\text{Al}(\text{OH})_5^{2-}$. En milieu alcalin ($\text{pH} > 11$), on trouve deux complexes anioniques $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ et $\text{Al}(\text{OH})_5^{2-}$ qui deviennent majoritaires à $\text{pH} > 12$.

II.3.3 Diagramme E-pH

A un degré d'oxydation 0 de l'aluminium et en l'absence d'espèces chimiques pouvant former des complexes solubles ou de sels insolubles avec l'aluminium, le diagramme de Pourbaix présente les domaines de stabilité de Al , Al^{3+} (cation aluminium), Al_2O_3 (alumine) et AlO_2^- (ion aluminate).

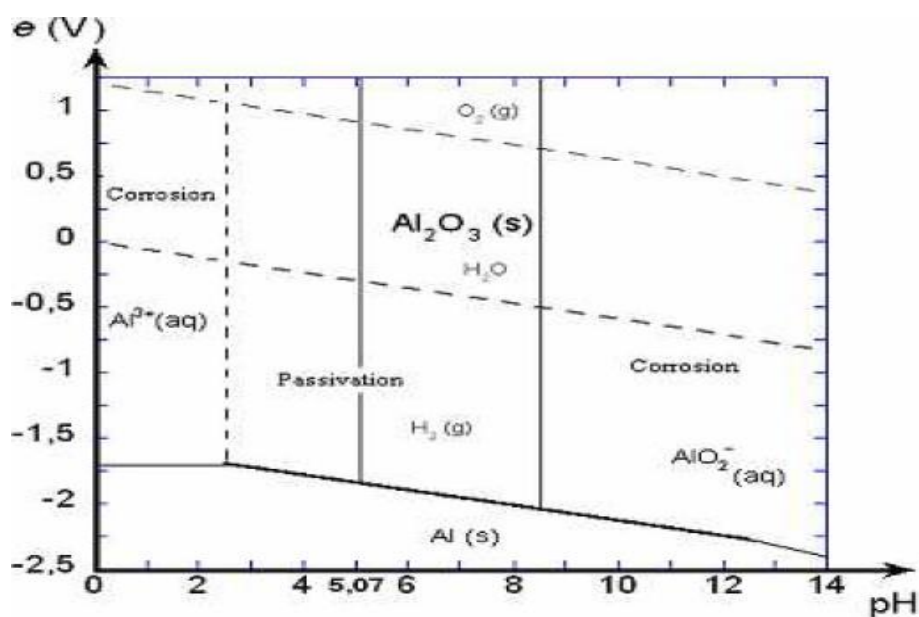


Figure 9 : Diagramme de Pourbaix du système Al-H₂O à 25 °C

La solubilité de l'alumine, oxyde amphotère, est minimale pour un pH entre 6 et 8. Elle est plus importante en milieu acide et en milieu basique. A des pH compris entre 3 et 9, on note l'existence du phénomène de passivation ; l'alumine forme une couche protégeant les électrodes contre l'oxydation. Les domaines "Al³⁺" et "AlO₂⁻" correspondent à l'oxydation du métal sous forme d'espèces solubles. Le domaine "Al" correspond à l'immunité du métal.

Porter l'aluminium à un potentiel compris dans ce domaine empêche son oxydation.

II.3.4 Actions des hydroxydes d'aluminium

Tel que mentionné précédemment, les actions ou mécanismes de la coagulation, provoqués par la présence d'hydroxydes de métal en solution, s'articulent autour de la déstabilisation des substances polluantes (solubles, colloïdales et particulaires) et de leur extirpation subséquente des eaux usées. Deux principaux mécanismes ont pu être définis :

1. Neutralisation des charges et adsorption.
2. Précipitation/emprisonnement.

Ces mécanismes peuvent être identifiés sur la Figure 10 qui met en évidence les principaux mécanismes de la coagulation en fonction du dosage en aluminium et du pH de la solution aqueuse.

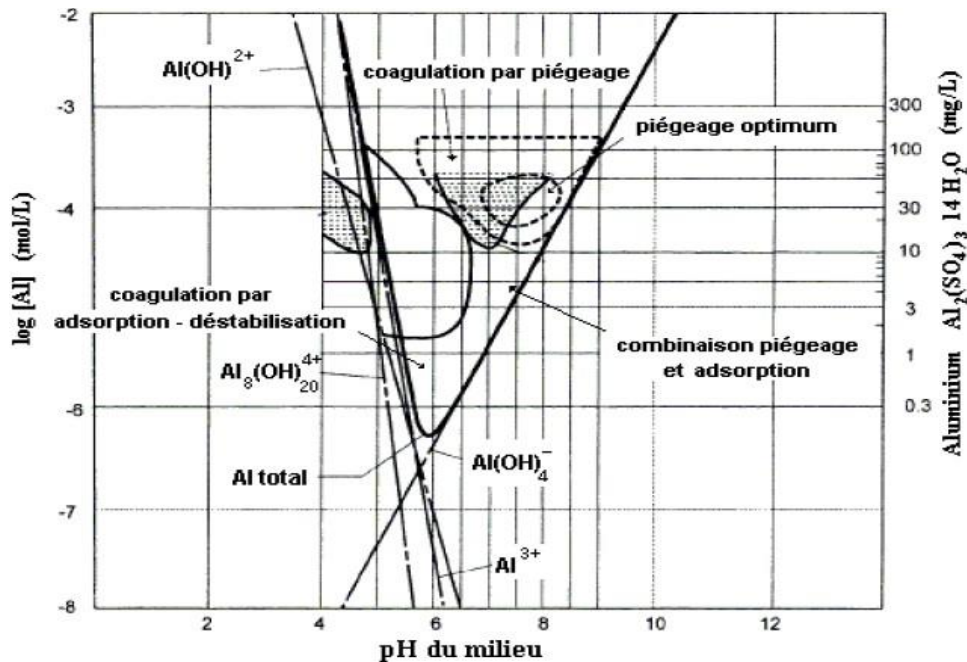


Figure 10: Mécanismes de la coagulation en fonction du dosage en aluminium et du pH de la solution aqueuse [43].

II.3.5 Neutralisation des charges et adsorption

Au contact des agents coagulants produits lors de l'oxydation électrochimique des anodes, il y a compression de la double couche électrique de chaque espèce polluante. Cette double couche diffuse, qui assure la stabilité de la particule en constituant une barrière à son agglomération, est grandement amenuisée. Il s'ensuit alors la neutralisation des charges des espèces polluantes par les contre-ions (hydroxydes d'aluminium) introduits dans le milieu aqueux. Ces contre-ions réduisent considérablement les forces de répulsion électrostatique entre deux particules de même charge à tel point que les forces d'attraction intermoléculaire de Van der Waals prévalent, provoquant de ce fait l'agglomération des particules solubles par adsorption directe sur des sites spécifiques ou interactions diverses.

L'agglomération des particules et colloïdes polluants les uns aux autres, entraîne la formation d'agrégats qui peuvent être facilement retirés des eaux usées [50]. L'électrocoagulation se distingue ici du procédé classique de coagulation/floculation par l'induction d'un champ électrique qui amplifie le mouvement des particules de plus petites tailles, ce qui accroît davantage leurs chances d'être coagulées [47].

II.3.6 Emprisonnement et piégeage des particules dans un précipité

Lorsqu'une certaine quantité d'aluminium est introduite en solution et que le maximum de solubilité de l'hydroxyde d'aluminium $\text{Al}(\text{OH})_3$ (s) est alors atteint, il y a formation de précipités insolubles. Ces particules interagissent avec les polluants par adsorption. De plus, la formation non négligeable de précipités d'hydroxydes d'aluminium entraîne la formation de gros floccs, communément appelés "sweep floccs" (Figure Ceux-ci créent un voile de boue qui emprisonne les particules polluantes particulaires et colloïdales dans les floccs de précipités à l'image d'un filet de pêche qui capture des poissons.

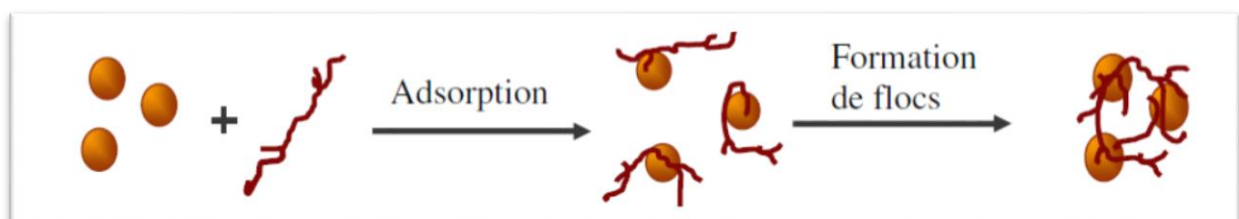


Figure 11: Adsorption et pontage à l'aide de polymères [52].

II.4 Conception d'une unité d'électrocoagulation

II.4.1 Température d'opération

Il est reconnu que la température du milieu aqueux peut avoir une influence sur les mécanismes de la coagulation classique. De plus, la température de l'effluent peut entraîner la variation du potentiel de réduction du processus électrolytique ainsi que la variation des constantes de solubilité des précipités d'aluminium. Généralement, les valeurs des potentiels standards de réduction et les valeurs des constantes de solubilité sont établies à 25 °C. La plupart des chercheurs préfèrent maintenir la température de leur unité d'électrocoagulation à température ambiante, oscillant de 20 à 25 °C [53, 54].

II.4.2 Techniques d'agitation

Une bonne agitation à l'intérieur de la cellule d'EC est importante pour un temps de contact suffisant entre les particules polluantes et l'agent coagulant [30]. Les techniques de mélange sont intimement liées aux régimes d'opération sélectionnés. Un procédé d'électrocoagulation par cuvée (discontinu) nécessite l'installation d'un agitateur externe pour assurer l'homogénéité soutenue de l'effluent. Il est évident que les bulles de gaz électrolytique produites durant le processus peuvent aussi aider à favoriser le contact entre les différentes particules de l'effluent [53].

II.4.3 Source d'alimentation

Pour entraîner le fonctionnement du montage d'électrocoagulation, il est possible d'utiliser une source d'alimentation en courant continu ou encore en courant alternatif. Certains auteurs considèrent l'utilisation d'une source d'alimentation en courant alternatif préférable. En effet, la formation d'une couche imperméable à la cathode et la passivation de l'anode surviennent inévitablement lorsqu'une source d'alimentation en courant direct est utilisée [36]. De par l'inversion cyclique de la direction du flux électrique (anode-cathode) en courant alternatif, ces désagréments sont retardés.

Pour pallier aux difficultés encourues lors de l'usage d'une source d'alimentation en courant direct, l'utilisation additionnelle d'électrodes sacrificielles placées en parallèle dans la configuration du bloc d'électrodes peut retarder les effets négatifs [35].

Pour des raisons de coût et de variété d'équipements, l'ensemble des scientifiques préfère utiliser une source d'alimentation stabilisée en courant continu munie d'un inverseur de polarité plutôt que d'utiliser une source en courant alternatif.

II.4.4 Configurations des électrodes

Pour la plus simple de ses formes, une cellule d'EC est constituée d'une anode et d'une cathode reliées toutes deux à une source d'alimentation électrique. figure 12.

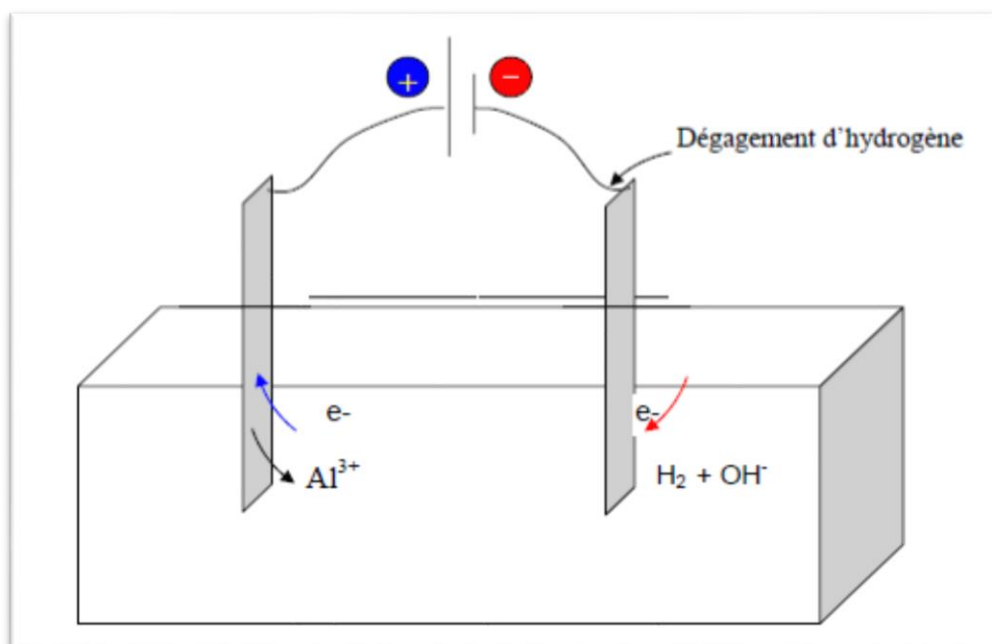


Figure 12 : Schéma de la cellule électrolytique à deux électrodes

Cet arrangement n'est guère approprié au traitement des eaux usées et s'avère peu efficace à long terme que la vitesse de dissolution du métal n'est pas exploitable c'est pour cela qu'il est préférable d'utiliser des électrodes présentant de grandes surfaces [36].

Comme il est remarquable sur la figure 13, plusieurs électrodes sacrificielles peuvent être insérées entre la cathode et l'anode ce qui offre une plus grande surface réactive en plus l'usage de ces électrodes sacrificielles diminue le potentiel de dissolution de l'anode et limite les réactions indésirables de réduction ou de déposition de substances élémentaires à la cathode [35].

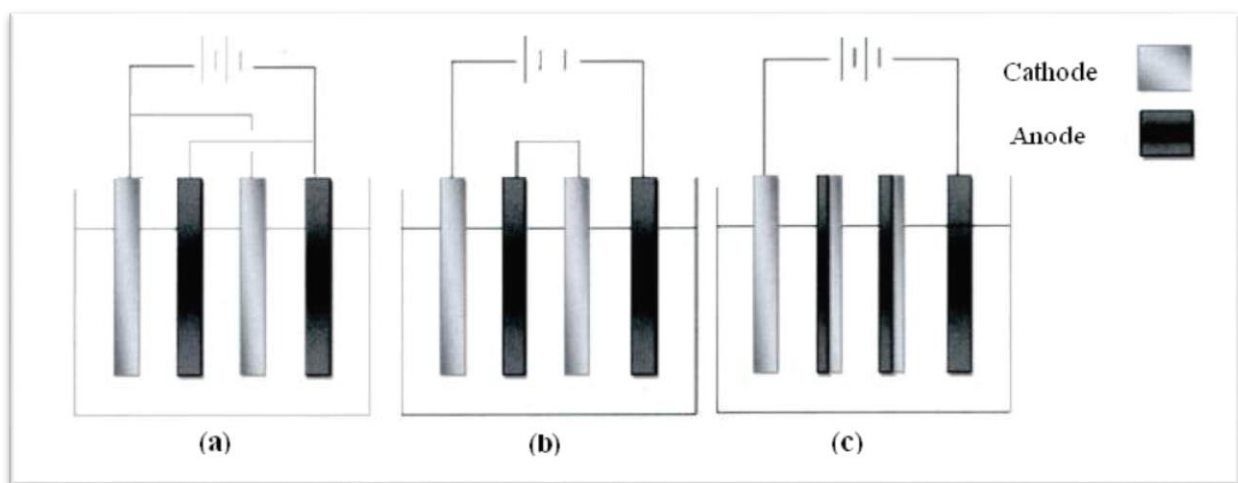


Figure 13 : Configuration des électrodes

Où :

(a) : Electrodes monopolaires placées en parallèle

(b) : Electrodes monopolaires placées en série

(c) : Electrodes bipolaires

- **Electrodes monopolaires**

Les électrodes monopolaires peuvent être connectées soit en parallèles, soit en série

✓ Connexion en parallèles

Cette configuration nécessite invariablement une connexion des anodes entre elles ainsi qu'une connexion entre les cathodes disposées parallèlement. figure 13 (a)

✓ Connexion en série

Une configuration d'électrodes monopolaires placées en série, quant à elle, emploie des électrodes sacrificielles non pas connectées avec anode et cathode externes, mais plutôt connectées entre elles, sous la forme de pair (l'une anode et l'autre cathode). figure 13 (b)

Dans un montage en série, pour une intensité de courant, on a besoin d'une différence de potentiel plus élevée car les cellules connectées en série ont une résistance plus élevée. Cependant, une même intensité de courant traverse toutes les électrodes [35].

- **Electrodes bipolaires**

Dans ce cas, les électrodes sacrificielles sont placées entre deux électrodes parallèles sans aucune connexion électrique, comme le montre la figure 13(c). Seules les deux électrodes monopolaires sont connectées à la source de courant sans aucune interconnexion entre les électrodes sacrificielles. Quand le courant électrique traverse les deux électrodes, les faces non chargées des plaques conductrices seront transformées en faces chargées, qui auront alors une charge opposée par rapport au côté parallèle qui lui est adjacent ; les électrodes sacrificielles sont alors dites électrodes bipolaires.

Cette configuration procure de nombreux avantages dont la simplicité de l'installation donc la facilite de maintenance lors de l'utilisation, le remplacement des électrodes ainsi que l'ajustement aisé de l'espacement entre les électrodes.

II.4.4.1 Différents modes de circulation

- Le système BATCH : consiste en un réacteur fonctionnant en système discontinu c'est-à-dire dans lequel l'effluent traité est évacué à la fin de l'opération. Il est utilisé dans les unités industrielles, dans lesquelles le volume à traiter est faible et à charge polluante élevée. L'inconvénient rencontré dans ce cas est d'après Catonne [55], la passivation des électrodes induite par précipitation des hydroxydes sur les anodes si la convection est mal assurée.
- Le système continu : ou l'effluent traité circule dans le réacteur, qui peut être ou non constant.
- Le système continu avec recirculation : ou l'effluent traité est réintroduit dans le réacteur. Ayant été déjà flocculé, il favorise la formation des floccs dans le réacteur.

Ce mode est utilisé lorsque les volumes à traiter sont importants.

II.4.5 Géométrie des électrodes

D'habitude, les électrodes sont plates et de forme rectangulaire [48], [54]. Placées parallèlement les unes aux autres et branchées selon la configuration souhaitée (monopolaire ou bipolaire). Plusieurs arguments peuvent être avancés pour le choix prisé pour cette géométrie dont leur fabrication aisée et peu coûteuse, l'entretien et le remplacement relativement faciles pour les utilisateurs ainsi que l'excellent rendement épuratoire dont elle a fait preuve.

Bien d'autres types de géométries d'électrodes peuvent être conçus tels que :

- Plaques horizontales courtes ou longues.
- Plaques perforées (écoulement serpentin).
- Tubes pleins.
- Tubes perforésetc.

II.4.6 Techniques de séparation des particules solides

Parmi les techniques de séparation des particules solides engendrées par le phénomène d'EC on peut citer :

- **La flottation** : ou électro flottation : relative à tout processus électrolytique qui à l'aide du dégagement de gaz (hydrogène ou oxygène) sur les électrodes entraîne l'extraction des particules polluantes par un mouvement ascendant.

Ce processus est influencé par la densité du courant [56] car, plus le courant est important, plus le phénomène d'oxydo-réduction est favorisé et plus la production des petites bulles d'hydrogène est imposante. Celles-ci contribuent à accroître le mélange du milieu et favorisent ainsi le contact avec les particules polluantes et agrégats, cependant, une trop grande production de bulles d'hydrogène peut accroître fortement le mélange du milieu et par conséquent briser les floes et les agrégats de boues. Il est alors possible de retirer les impuretés solides emprisonnées dans l'écume à l'aide de dispositifs de raclage mécanique ou par débordement.

- **La décantation** : phénomène physique durant lequel les particules solides plus denses que l'eau sont entraînées au bas de la cellule d'EC. A signaler que les floes produits lors de l'EC sont différents de ceux produits par coagulation chimique. En effet, les boues produites par EC sont moins hydratées ce qui engendre une siccité plus grande impliquant non

seulement une vitesse de sédimentation des particules mais favorise également la compacité des boues dans le fond de la cuve de décantation.

II.5 Avantages et inconvénients de l'électrocoagulation

Selon certains auteurs [34], [36], [42], le procédé d'EC présente aussi bien des avantages que des inconvénients comparativement aux procédés physico-chimiques.

II.5.1 Avantages

- ✓ L'électrocoagulation ne nécessite qu'un équipement simple avec un mode opératoire très maniable.
- ✓ l'électrocoagulation évite l'utilisation de réactifs chimiques, de telle sorte qu'il n'y a aucun problème de neutralisation des réactifs en excès et aucune possibilité de pollution secondaire par les substances chimiques ajoutées comme dans le cas des traitements chimiques des eaux usées. Cette absence de réactif chimique rajouté permet d'assurer avec succès un traitement biologique réalisé en aval.
- ✓ Une production minimale des boues plus denses et moins hydrophiles rend leur séparation (décantation, flottation ou filtration) plus aisée et permet de réduire le temps et les coûts de traitement de ces boues.
- ✓ L'efficacité des procédés d'électrocoagulation à déstabiliser les polluants colloïdaux très fins grâce au champ électrique qui les met en mouvement, comparé aux procédés chimiques qui nécessitent des étapes de traitement plus lentes et des quantités de coagulant plus élevées.
- ✓ Les bulles d'air produites peuvent entraîner les polluants à la surface de la solution à traiter ou ils peuvent être facilement concentrés, rassemblés et éliminés.
- ✓ L'électrocoagulation offre la possibilité de réduire remarquablement de nombreuses pollutions et composés dissous tels que la DCO, MES, les métaux lourds, les nitrites, les sulfures, les cyanures, les sulfites, les chromates et les ions fluorures.
- ✓ L'utilisation de l'électrocoagulation permet de réduire le temps de traitement ; ce procédé permet aussi un grand gain en compacité des installations et une possibilité d'automatisation.
- ✓ La technique de l'électrocoagulation peut être utilisée en association avec d'autres techniques de traitement.

II.5.2 Inconvénients

- ✓ Les électrodes "sacrificielles" sont dissoutes dans l'eau usée par effet d'oxydation, ce qui nécessite le remplacement régulier de ces électrodes.
- ✓ Un film imperméable d'oxyde sur la cathode peut être formé, ce qui conduit à une perte d'efficacité de l'unité d'électrocoagulation.
- ✓ La technique EC nécessite que la suspension d'eau usée traitée ait une conductivité élevée.
- ✓ L'utilisation de l'électricité peut revenir chère voir difficile dans certaines régions.

II.5.3 Exemples d'effluents traités par EC

L'EC a largement été appliquée avec succès par différents auteurs chercheurs et ce pour le traitement d'effluents de nature diverse. Quelques exemples d'applications de ce procédé sont illustrés sur le tableau qui suit.

Tableau 2 : Quelques exemples d'applications de l'EC

Technologie de l'unité utilisée	Effluents Traités	Efficacité	Références
Pilote de laboratoire, mode mono polaire, électrodes en aluminium, 121.h-1, 1 à 5A, 6 à 12V.	Eaux riches en substances humiques.	Décoloration de l'ordre de 95%.	Vik et coll, 1984
Unité semi- industrielle, couplage électrocoagulation flottation, mode bipolaire, 15 électrodes en aluminium, 70L, 0-40V, 2 à 5A.	Eaux résiduaires urbaines.	Abattement de 89%, de la turbidité, de 69% de DCO et de 60% de MES.	Pouet et coll., 1992
Pilote de laboratoire mode mono polaire, 4 électrodes en aluminium, 0,3 – 1,8 m3h-1, 1à5A, 6 à 12V.	Suspension de kaolinite et bentonite.	Abattement de la turbidité entre 20 et 60%.	Szynkarczuk et coll., 1994

Unité industrielle mode mono polaire, électrodes en aluminium et en fer, batch, 1,7m ³ , 0-10V, 1600A	Eaux de lavages d'encre et de colles. Huiles minérales Lixiviats	99% d'élimination de MES, DCO et DBO > 90% Abattement de DCO >80% Abattement de DCO >80%	E.D.F, 1993
Unité industrielle, mode bipolaire 8 électrodes en aluminium, 0.16m ³ .h, 0, 70V, 2 à 10A.	Eaux encrées Bain Photographique Eaux phénolées Effluents cosmétiques Effluents pharmaceutiques	Décoloration de l'ordre de 40% Abattement de DCO > 80%, coloration 30% Abattement de DCO et COT > 30% Abattement de DCO >40% Abattement de DCO, COT, MES>40%.	Tanguy et coll., 2001
Pilote de laboratoire, mode mono polaire, électrodes en aluminium à 95-97%, 14 l.h-1, 0,70V, 0-30A.	Eau colorée et eau de rivière	Efficacité de l'ordre de 90% en DCO et 95% pour la décoloration.	Jiang et coll, 2002
Pilote industriel mono polaire, électrodes en Al, 5-15V, 100 à 300 A/m ²	Emulsion huiles de coupe	Efficacité de l'ordre de 95% en DCO et 97% pour la turbidité.	Khemis et coll 2005
Pilote industriel monopolaire électrodes en Al, 10-25V, 3A. 8-12 l/min	Effluents de Textile	Efficacité de décoloration et d'abattement de DCO de l'ordre de 80 à 90%	Essadki et coll 2007



Chapitre III

Matériels et méthodes



III. Matériels et méthodes

Introduction

Nous allons présenter dans ce chapitre le matériel et les méthodes utilisées pour la réalisation de notre étude qui porte sur la déphosphatation des eaux par le procédé d'électrocoagulation.

Les expériences ont été réalisées d'abord sur des solutions synthétiques dopées en phosphates par dissolution dans l'eau distillée du KH_2PO_4 séché au préalable pendant une heure à 105°C , en tenant comptes des facteurs influençant le procédé d'EC.



Après des essais sur une eau synthétique chargée en phosphates, nous avons comparé l'efficacité du procédé d'électrocoagulation sur eau usée urbaine chargée d'orthophosphates prélevée de la STEP de la ville de Bouira.


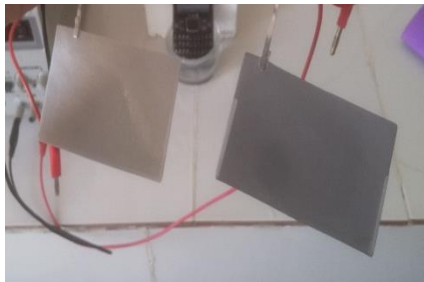


Les méthodes d'analyses et les outils utilisés pour l'évaluation des performances du procédé sont également décrits dans ce présent chapitre.



III.1 Dispositif expérimental

Les caractéristiques du réacteur d'électrocoagulation et le matériel utilisé dans la présente étude sont portés sur le tableau ci-dessous.

Tableau 3 : matériels utilisés

Matériels	Caractéristiques	Photo
1) Réacteur pour EC	Largeur 10 cm Longueur 20 cm Hauteur 11.5 cm Volume 2.24 litre	 <i>Reacteur d'EC</i>
2) Pompe pour agitation	Model NS F260 Q.max 300 L/H Power 4 W H.max 0.8 m	 <i>Pompe pour agitation</i>

<p>3) Générateur du courant</p>	<p>GIEINSTEK GPS-30300 0-30 v 0-3 A</p>	 <p><i>Générateur d'électricité</i></p>
<p>4) Electrode en aluminium</p>	<p>Largeur 60 mm Langueur 97 mm Surface 58.2 cm²</p>	 <p><i>Electrodes de travail (en aluminium)</i></p>
<p>5) PH mètre</p>	<p>AD 1030 PH/mv & Temperature metor</p>	 <p><i>PH mètre</i></p>
<p>6) Conductimètre</p>	<p>HACH COMPANY sensION7</p>	 <p><i>Conductimètre</i></p>

7) Turbidimètre	HACH COMPANY 2100N Turbidimeter	 <p style="text-align: center;"><i>Turbidimètre</i></p>
8) Spectrophotomètre	HACH COMPANY DR/2500 SPECTROPHOTOMETER P/N 59000-60 S/N 021100004134	 <p style="text-align: center;"><i>Spectrophotomètre</i></p>

Nos expériences ont été réalisées dans un réacteur d'électrocoagulation mode batch que nous avons conçu au laboratoire. Nous avons opté pour un réacteur rectangulaire en plexiglas. L'alimentation électrique stabilisée est assurée par un générateur de courant de marque (GIEINSTEK GPS-30300). Les électrodes utilisées sont en forme rectangulaire d'une dimension de 60 mm de largeur, 97 mm de longueur et de 1 mm d'épaisseur. Cela correspond à une surface d'électrode de travail $S = 58.2 \text{ cm}^2$. L'agitation de la solution est assurée par une pompe de recirculation de marque (Model NS F260). La figure 14, présente le dispositif expérimental.



Figure 14 : Dispositif expérimental

III.2 Protocole expérimental

Le réacteur utilisé dans notre étude possède un volume réactionnel de 1.5L. La distance inter-électrodes est maintenue à 12 mm

Les électrodes sont prétraitées par une solution d'acide chlorhydrique afin de les nettoyer et d'éviter leur passivation. La gamme des valeurs de l'intensité du courant varie de 0.05 à 1 A, correspondant à des densités de courant appliquées ($i = I/S$) de 8.59 à 171.82 A/m².

L'électrocoagulation est réalisée en mode galvanostatique, le générateur du courant peut atteindre une intensité maximale de 3A et une tension de 30V.

Pour le montage à électrodes monopolaires, les deux plaques d'aluminium sont placées parallèlement. On rappelle qu'en mode discontinu, on assure à chaque fois une légère agitation à l'aide d'une pompe de recirculation.

En général, l'étude de l'influence d'un paramètre est effectuée en fixant les autres paramètres et en variant le paramètre étudié. Pour chaque valeur de ce dernier, nous suivons l'évolution du taux d'abattement des ions phosphates en fonction du temps et on arrête la manipulation une fois les phosphates sont éliminées totalement.

Les paramètres étudiés sont :

- L'intensité de courant : Cinq valeurs de l'intensité ont été étudiées allant de 0.05 à 1 (A).
- Le pH du milieu : cinq valeurs du pH ont été testées 3, 5, 6, 8 et 9. L'ajustement des solutions a été réalisé avec de la soude 0.1 N et de l'acide chlorhydrique à 0.1 N.
- La concentration de NaCl varie de 0.25 à 2g/l. La conductivité de la solution est ajustée avec du NaCl
- La concentration initiale en orthophosphates : les concentrations en ions orthophosphate testées varient de 10 à 50 mg /l.
- Le nombre d'électrodes : le nombre d'électrode testé varie de 2 à 5 électrodes
- La distance interélectrodes : 4 distances entre les électrodes ont été étudiées variant de 0.5 à 2 cm

Des prélèvements de 5 ml d'échantillons à analyser se font chaque 30 secondes pendant les 3 premières minutes puis chaque minute pendant les 2 minutes qui suivent, ensuite après 5 minutes, enfin après 10 mn. La manipulation est arrêtée après 20 mn de traitement. Les échantillons prélevés ont été filtrés puis analysés par spectrophotomètre UV-visible.

III.3 Méthodes d'analyses

La déphosphatation par EC a été appliquée sur des solutions synthétiques dont la concentration initiale en phosphates $[\text{PO}_4^{-3}]$ varie entre 10 et 50 mg/l.

Ces concentrations sont obtenues par la dissolution du di-hydrogénophosphate de Potassium (KH_2PO_4) à 99% de pureté dans l'eau distillée.

Puis le procédé est appliqué sur un rejet d'eau usée urbaine prélevé de la STEP de la ville de BOUIRA dont les caractéristiques sont mentionnées dans la partie résultats et discussions.

L'efficacité de déphosphatation (E) a été calculée en pourcentage (%) selon la relation suivante :

$$E(\%) = \left(\frac{C_0 - C}{C_0} \right) * 100 \quad (26)$$

Avec :

C_0 : concentration initiale des phosphates

C : concentration finale des phosphates

III.3.1 Mesure du pH

Le pH des solutions a été mesuré sous agitation magnétique à l'aide d'un pH mètre marque ADWA. Le pH initial a été ajusté entre 3 et 9 avec une solution de HCl 0.1N ou NaOH 0.1N.

III.3.2 Mesure de la turbidité

La turbidité a été mesurée par un turbidimètre type HACH COMPANY2100N Turbidimeter instruments.

III.3.3 Mesure de la conductivité

La conductivité a été mesurée par un conductimètre marque HACH COMPANY sens ION7instruments.

III.3.4 Dosages des phosphates

Le dosage des phosphates a été réalisé par colorimétrie suivant la méthode de l'acide ascorbique. En milieu acide et en présence d'heptamolybdate d'ammonium, les orthophosphates donnent un complexe phosphomolybdique qui, réduit par l'acide ascorbique, développe une coloration bleue pouvant être dosée colorimétriquement à une longueur d'onde de 880 nm, selon la norme ISO N° 6878.

Une courbe d'étalonnage a été établie afin d'estimer la concentration des phosphates en solution (Annexe1), celle-ci est réalisée à partir d'une série de solutions standards de KH_2PO_4 dont les concentrations sont portées sur le tableau 14.

III.3.5 Les électrodes

Les électrodes utilisées sont en aluminium d'une pureté d'environ 99% et pouvant être récupéré des déchets, ce métal est accessible pour un procédé de dépollution car son cout est très supportable.

Traitées préalablement par un papier abrasif au niveau de leurs surfaces, les deux plaques utilisées comme électrodes sont extraites du réacteur après chaque manipulation d'EC, et nettoyées avec une solution d'acide chlorhydrique 0.1N, permettant ainsi d'éliminer les dépôts des polluants pouvant former une couche résistante sur la surface.



Chapitre IV

Résultats et discussions



IV. Chapitre IV : Résultats et discussions**Introduction**

L'objectif de l'application de l'électrocoagulation dans cette étude consiste à éliminer les phosphates (PO_4^{3-}) de l'eau et d'évaluer la performance de ce procédé dans le traitement des phosphates. Les influences respectives des conditions opératoires, contrôlant l'EC, (densité de courant i , temps d'électrolyse t , concentration initiale en phosphates, la distance inter électrodes d) ainsi que les effets des propriétés physico-chimiques de l'eau avant traitement (tel que le pH initial et la conductivité), sont également étudiés afin d'optimiser le procédé de déphosphatation.

Le phénomène de la déphosphatation par électrocoagulation est décrit par deux mécanismes :

- Adsorption des phosphates sur l'hydroxyde d'aluminium insoluble $\text{Al}(\text{OH})_3$,
- Précipitation des ions phosphates avec les cations d'aluminium (Al^{3+})



Ceci est en accord avec les travaux d'Elazzouzi et al (2016) et Kobya et al (2010) [57, 58].

IV.1 Application du procédé d'EC à une eau dopée en PO_4^{3-}

La déphosphatation d'une eau synthétique dopée en ions phosphate a pour objectif de mieux comprendre le phénomène d'électrolyse, de maîtriser le procédé et de déterminer les paramètres qui régissent d'une manière certaine l'élimination des phosphates.

IV.1.1 Effet de l'intensité du courant

L'influence de l'intensité du courant sur l'efficacité du traitement est le premier paramètre à étudier lors de la déphosphatation par EC.

L'intensité de courant est un paramètre critique en électrocoagulation, il est le seul à pouvoir être contrôlé directement [30].

Pour cela, nous avons effectué une série d'essais en appliquant des intensités de courant allant de 0.05 à 1A correspondant aux densités de courant allant de 8.59 à 171.82 A/m^2 , tout en gardant les autres paramètres constants, comme mentionné sur le tableau 4.

Tableau 4 : Densités de courant correspondantes aux intensités de courant utilisées

I(A)	0.05	0.2	0.5	0.6	0.8	1
i(A/m²)	8.59	34.36	85.91	103.09	137.46	171.82

Tableau 5 : Conditions opératoires

PH	6.5
Distance Inter-électro	12 mm
Intensité du courant	Variable
[NaCl]	0.5 g/l
Surface électrode	58.2 cm ²
nombre d'électrode	(02)
[PO ₄ ³⁻] ₀	10 mg/l

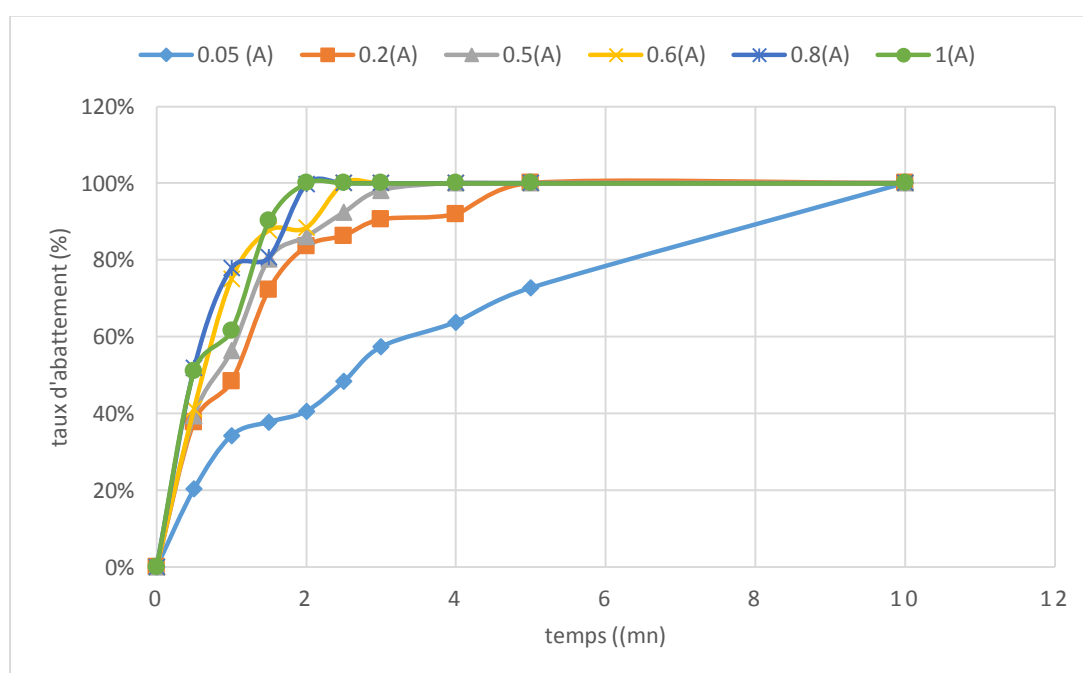


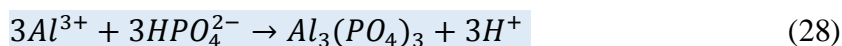
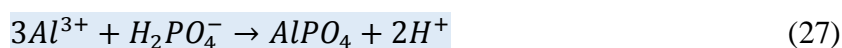
Figure 15 : Taux d'abattement des phosphates en fonction de l'intensité du courant : pH=6.5, [NaCl]= 0.5g/L, [PO₄³⁻]=10 mg/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm

En suivant l'évolution des taux d'abattement des phosphates en fonction du temps sur la figure 15, nous constatons que l'allure des courbes présente un comportement similaire, abattement rapide suivi d'un palier.

Nous remarquons que le taux d'abattement des phosphates est plus important avec une cinétique plus rapide pour une intensité de courant de 1A correspondant à une densité de 171.82 A/m², en effet au bout de 2 mn l'élimination des phosphates est quasi totale, alors que pour les autres intensités, il fallait mettre plus de temps pour atteindre un taux d'élimination de 100%.

L'optima d'abattement est affecté pour la densité de courant la plus grande, c'est à dire, l'abattement est d'autant plus élevé que l'intensité du courant est élevée. Ceci peut être expliqué par la loi de Faraday qui décrit le rapport entre l'intensité du courant, le temps de réaction dans la cellule d'EC et la quantité d'aluminium mise en solution servant de coagulant dans le processus de déphosphatation. Cependant une faible libération de ces ions sous l'effet d'une faible intensité de courant aboutit à un faible taux d'abattement des ions phosphates [59].

Les orthophosphates sont initialement sous la forme $H_2PO_4^-$ ou HPO_4^{2-} , elles sont probablement éliminées par précipitation avec les ions aluminium selon les réactions suivantes : [60]



Sur la figure N° 16, ou nous avons porté l'évolution du temps t_{100} , au bout duquel 100% des phosphates initiales sont traitées en fonction de l'intensité du courant, l'optima d'abattement est affecté pour l'intensité du courant la plus grande, c'est-à-dire, l'abattement est d'autant plus important que l'intensité de courant est élevée.

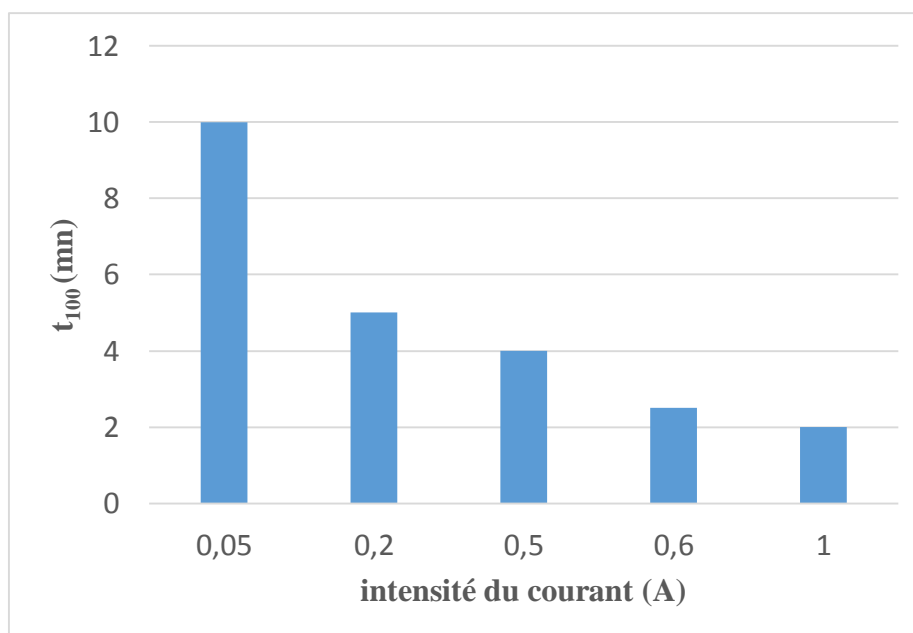


Figure 16 : Temps nécessaire à l'abattement de 100% des phosphates par EC en fonction de l'intensité de courant : $pH=6.5$, $[NaCl]= 0.5g/L$, $[PO_4^{3-}]=10 mg/L$, $V = 1.5L$, $T=25^\circ C$; $d= 12mm$

IV.1.2 Effet du PH

Pour étudier l'effet du pH sur la cinétique de déphosphatation, nous avons effectué une série d'essais avec cinq valeurs du pH : 3, 5, 6, 8 et 9. Ces valeurs sont ajustées avec des solutions de NaOH et HCl de concentrations identiques (0.1N). Les résultats obtenus sont mentionnés sur la figure 17

Tableau 6 : Conditions opératoires

PH	variable
Distance Inter-électro	12 mm
Intensité du courant	1 (A)
[NaCl]	0.5 g/l
Surface électrode	58.2 cm ²
nombre d'électrode	(02)
[PO ₄ ³⁻] ₀	10 mg/l

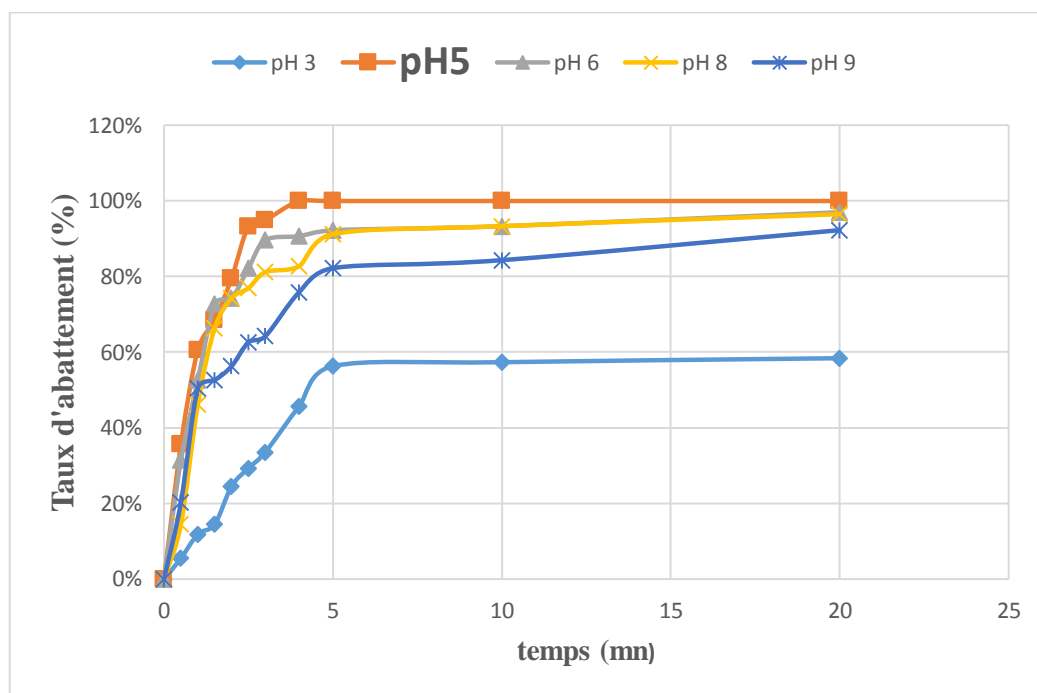


Figure 17 : Taux d'abattement des phosphates en variant le pH du milieu $I=1(A)$, $[NaCl]=0.5g/L$, $[PO_4^{3-}]=10\text{ mg/L}$, $V = 1.5L$, $T=25^\circ C$; $d = 12mm$

D'après les résultats obtenus, on peut constater que le pH a une grande importance sur l'abattement des phosphates qui est plus significatif pour les valeurs 5, 6 et 8 (valeurs proches de la neutralité), mais la valeur optimale de pH qui a donné le meilleur rendement d'élimination des phosphates (100%) est le pH 5. Comparativement à pH = 3 (acide), le rendement est relativement faible, estimé à 46% uniquement. Ce résultat est en accord avec les travaux de Kobya et al, (2010) [58].

Nous pouvons expliquer cela par la présence de certaines espèces monomériques et polymériques à ces valeurs de pH ($Al(OH)^{2+}$, $Al_2(OH)_2^{4+}$, $Al_{13}(OH)_{32}^{7+}$) qui sont très favorables à la formation de l'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$, élément actif de l'électrocoagulation [61].

Pour une meilleure visibilité des résultats, nous nous sommes intéressés à porter le temps nécessaire pour l'abattement de 60% des phosphates initiales en fonction du pH initial de la solution sur la figure 18. L'histogramme obtenu confirme nettement les observations émises ci-dessus.

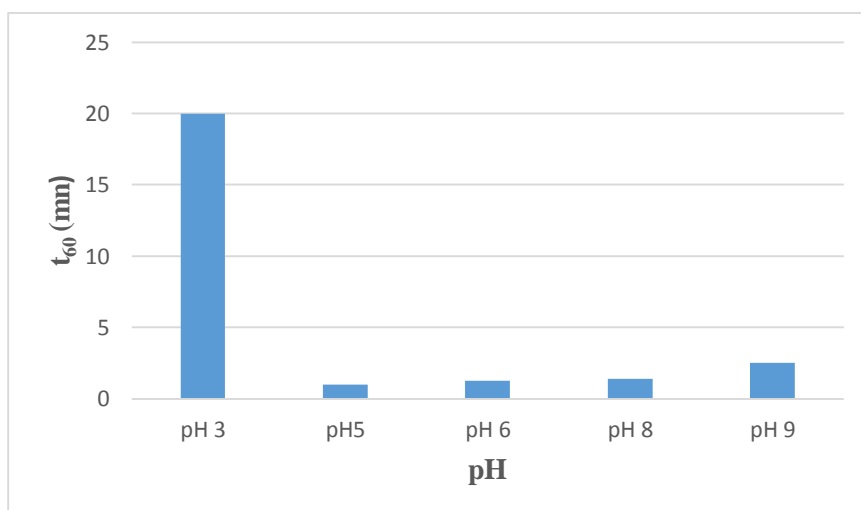


Figure 18 : Temps nécessaire à l'abattement de 60% des phosphates par EC en fonction du pH

$I = 1(A)$, $[NaCl] = 0.5g/L$, $[PO_4^{3-}] = 10 mg/L$, $V = 1.5L$, $T = 25^\circ C$; $d = 12mm$

IV.1.3 Effet de la concentration initiale en (PO_4^{3-})

Ce paramètre teste le pouvoir du procédé à éliminer des fortes teneurs en ions phosphates. Pour cela nous avons préparé différentes solutions dopées en phosphates dont les concentrations en ions phosphates sont respectivement : 10, 15, 20, 30 et 50 mg/l

Tableau 7 : Conditions opératoires

PH	6.5
Distance Inter-électro	12 mm
Intensité du courant	1 (A)
[NaCl]	0.5 g/l
Surface électrode	58.2 cm ²
Nombre d'électrodes	2
[PO ₄ ⁻³] ₀	variable

Le suivi de l'évolution de la concentration des phosphates en fonction du temps d'EC pour les différentes concentrations initiales est illustré sur la figure 19

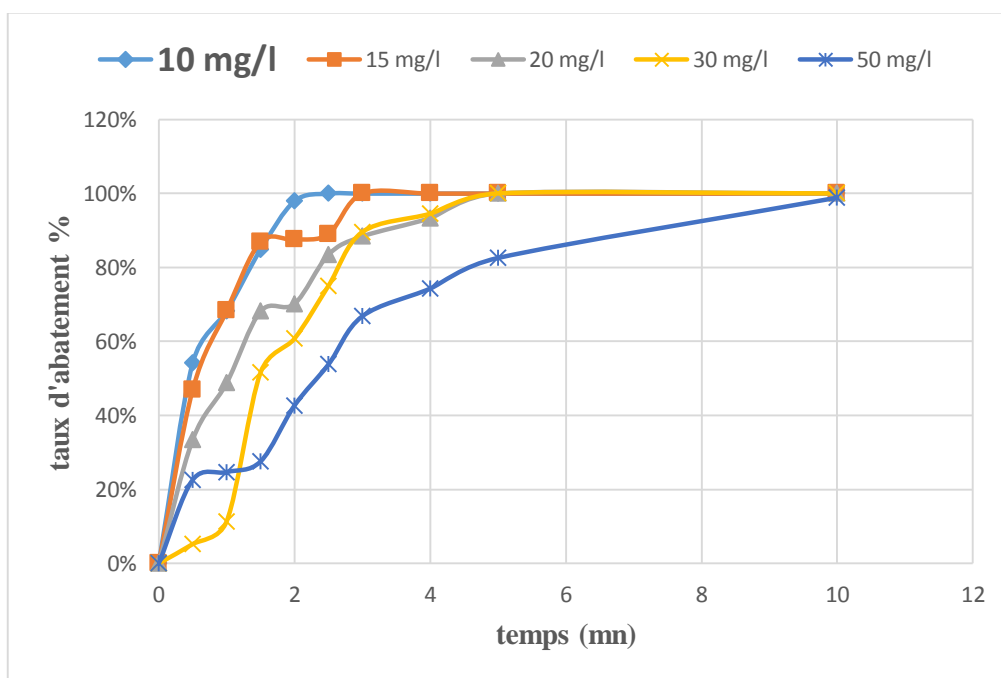


Figure 19 : Taux d'abattement des phosphates en variant leur concentration initiale

$$pH=6.5, [NaCl]=0.5g/L, I=1(A), V=1.5L, T=25^{\circ}C; d=12mm$$

La cinétique d'abattement est d'autant plus rapide que la concentration initiale est faible. Le traitement de solutions de plus en plus chargées nécessite un temps réactionnel plus long pour aboutir à l'élimination totale des phosphates [48].

Quoique le traitement de solutions de plus en plus chargées nécessite plus de temps réactionnel pour éliminer totalement les phosphates, des taux d'abattement de 100 % sont obtenues quel que soit la teneur initiale expérimentée.

En portant sur la figure 20, le temps t_{100} nécessaire à l'abattement de 100% de la charge en phosphates en fonction de la teneur initiale en phosphates, nous constatons que la concentration voisine de 10 mg/l est la charge optimale lors du traitement de cette eau par ce procédé électrochimique.

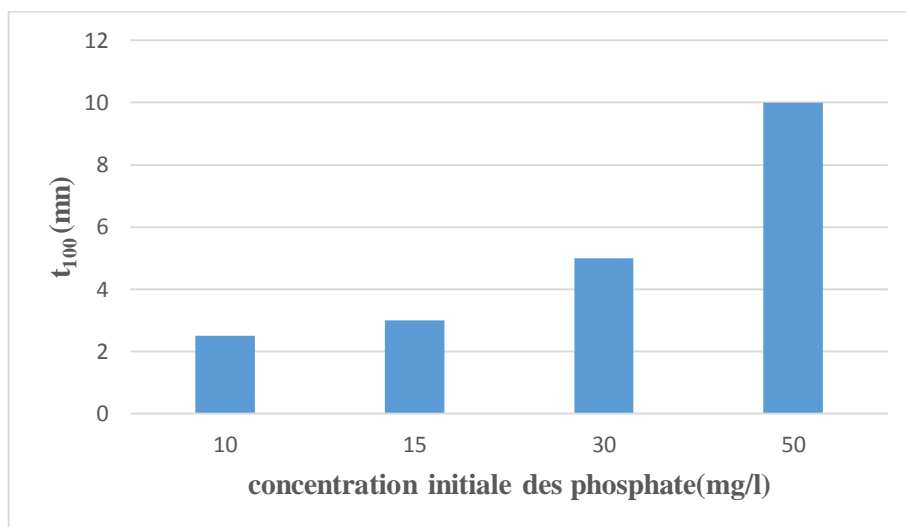


Figure 20 : Temps nécessaire à l'abattement de 100% des phosphates par EC en fonction de la concentration initiale en phosphate : $I = 1A$, $pH=6.5$, $[NaCl]= 0.5g/L$, $V = 1.5L$, $T=25^{\circ}C$; $d= 12mm$

IV.1.4 Effet de la conductivité du milieu

La conductivité du milieu réactionnel est l'un des principaux paramètres influençant le traitement des eaux par EC et qui peut être modifié par l'ajout d'un sel [30], [40],[54].

Tableau 8 : Conditions opératoires

PH	6.5
Distance Inter-électro	12 mm
Intensité du courant	1 (A)
[NaCl]	Variable
Surface électrode	58.2 cm ²
nombre d'électrode	(02)
$[PO_4^{3-}]_0$	10 mg/l

Pour établir le lien entre la salinité d'une solution et sa conductivité, nous avons ajouté de différentes quantités de sel (NaCl) aux solutions traitées puis nous avons mesuré les conductivités correspondantes à l'aide d'un conductimètre, les valeurs sont portées sur le tableau 9

Tableau 9: Evolution de la conductivité en fonction de [NaCl]

C (g/l)	0	0.25	0.5	1	1.5	2
σ ($\mu\text{s/cm}$)	29.6	500.51	958	1872	2740	3610

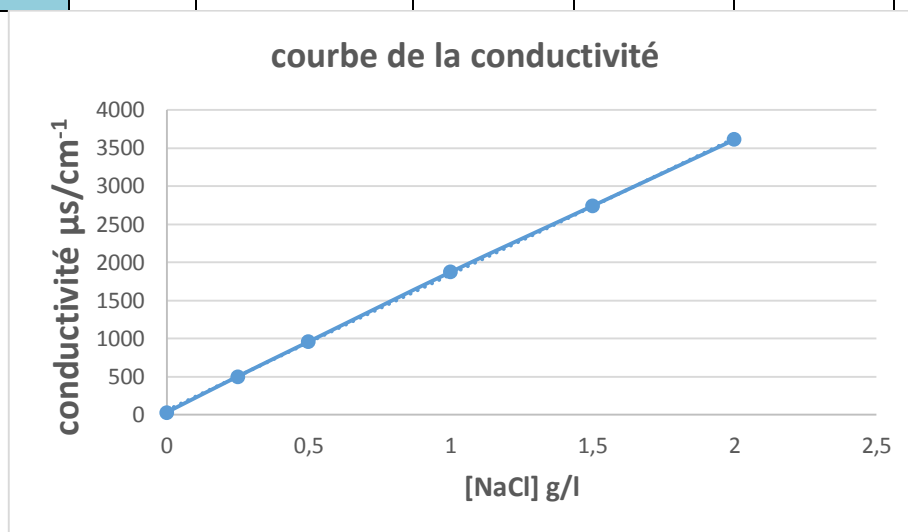


Figure 21: Evolution de la conductivité en fonction de [NaCl]

L'effet de la conductivité du milieu sur la cinétique de déphosphatation par EC est représenté sur la figure 22

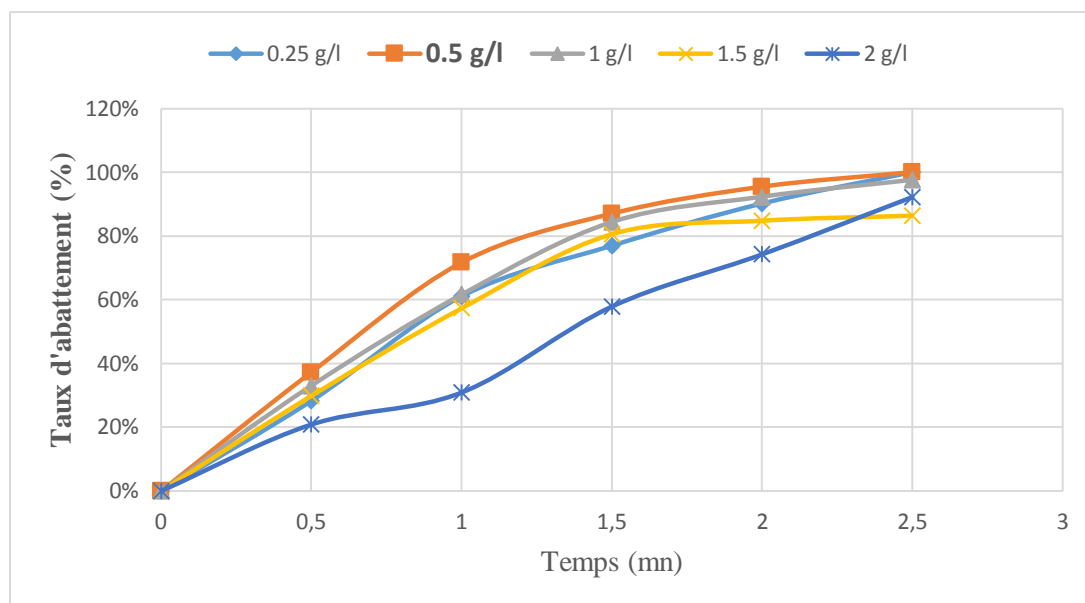


Figure 22 : Taux d'abattement des phosphates en fonction de la conductivité du milieu : $I=1(A)$, $pH=6.5$, $[PO_4^{3-}]=10\text{ mg/L}$, $V = 1.5L$, $T=25^\circ C$; $d= 12mm$

Cette figure montre que l'efficacité d'enlèvement des phosphates augmente au début avec l'augmentation de la concentration en NaCl en passant de 0.25 à 0.5 g/l. En effet l'ajout de NaCl est bénéfique pour le passage du courant à travers la cellule d'EC et par conséquent de l'électro-dissolution des électrodes d'aluminium par voie électrochimique et chimique par les chlorures [35].

Au-delà de 0.5 g/l le taux d'abattement des phosphates diminue, cela pourrait s'expliquer par le fait que l'excès en ions chlorures interfère dans le processus de coagulation en se liant aux ions Al^{3+} produits à l'anode pour former les espèces suivantes : $Al(OH)_2Cl$, $Al(OH)Cl_2$ et $AlCl_3$ [62].

Cette remarque est mise en évidence d'après la figure 23 qui représente le temps nécessaire à l'abattement de 60% des phosphates en fonction de la salinité en NaCl

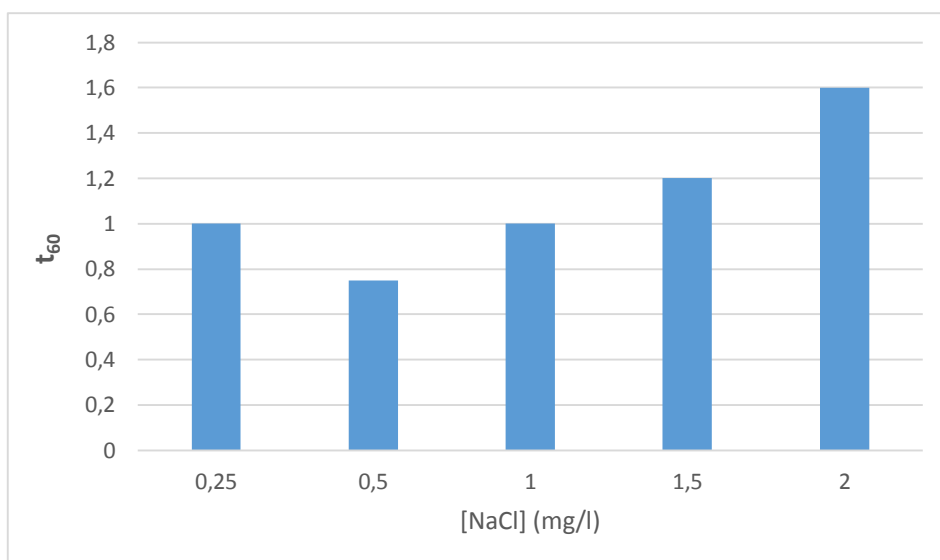


Figure 23 : Temps nécessaire à l'abattement de 60% des phosphates par EC en fonction de la quantité de sel : $I=1$ (A), $pH=6.5$, $[PO_4^{3-}]=10$ mg/L, $V = 1.5L$, $T=25^\circ C$; $d= 12mm$

Selon Daneshvar (2007) [47], Mouedhen et al (2008) [63] et Wang et al (2009) [62], plus la conductivité de la solution augmente, plus la tension appliquée à la cellule d'EC diminue, cela s'explique par la chute ohmique. En effet, cette dernière est inversement proportionnelle à la conductivité de la solution (voire l'équation 21).

L'évolution de la tension de la cellule électrochimique en fonction de la quantité de sel ajoutée est portée sur la figure 24.

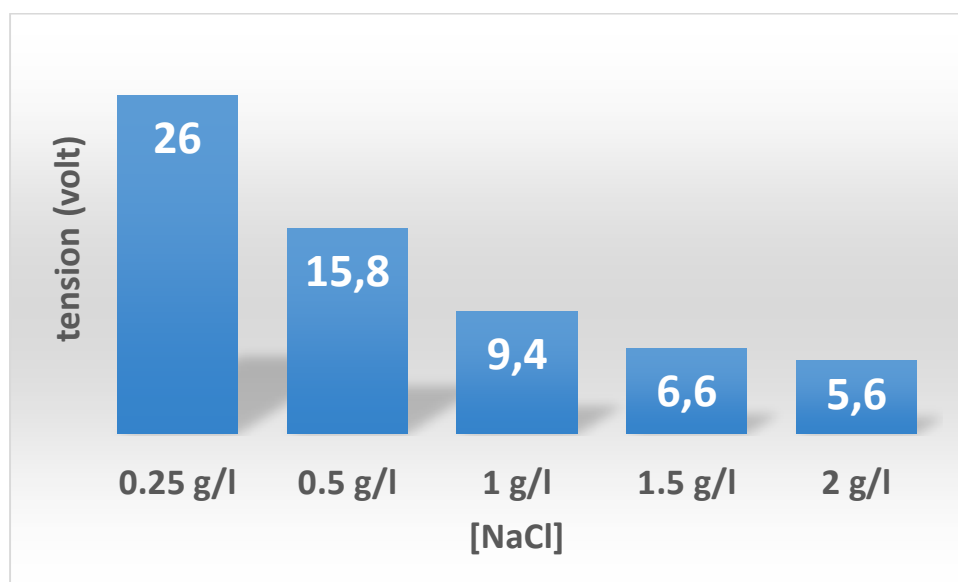


Figure 24 : variation de la tension de la cellule en fonction de [NaCl]

Il faut noter que la tension aux bornes de la cellule est proportionnelle à l'intensité du courant, c'est-à-dire que plus le courant augmente plus la tension dans la cellule électrochimique augmente. Cette dernière dépend du potentiel d'équilibre des espèces d'aluminium, des surtensions (anodique et cathodique) et de la chute ohmique selon l'équation (21). En travaillant avec une intensité de courant fixe et en ajoutant des quantités croissantes de sel (NaCl), la conductivité de la solution augmente ce qui provoque la diminution de la tension et par conséquent l'abaissement du taux d'élimination des ions phosphates.

Dans notre cas, nous nous contentons de 0.5g/l comme quantité de NaCl ajoutée à la solution et qui est largement suffisante pour obtenir une élimination des phosphates rapide et quasi totale sans autant consommer beaucoup d'énergie.

IV.1.5 Effet du nombre d'électrodes

Pour étudier l'influence de la surface spécifique (nombre d'électrodes) sur le procédé de déphosphatation par EC, nous avons opté par l'ajout d'électrodes sacrificielles (EC bipolaire), en utilisant respectivement 3 puis 4 et enfin 5 électrodes. Les résultats sont représentés sur la figure 23.

Tableau 10 : Conditions opératoires

PH	6.5
Distance Inter-électro	12 mm
Intensité du courant	1 (A)
[NaCl]	1 g/l
Surface électrode	Variable
nombre d'électrodes	Variable
$[\text{PO}_4^{3-}]_0$	10 mg/l

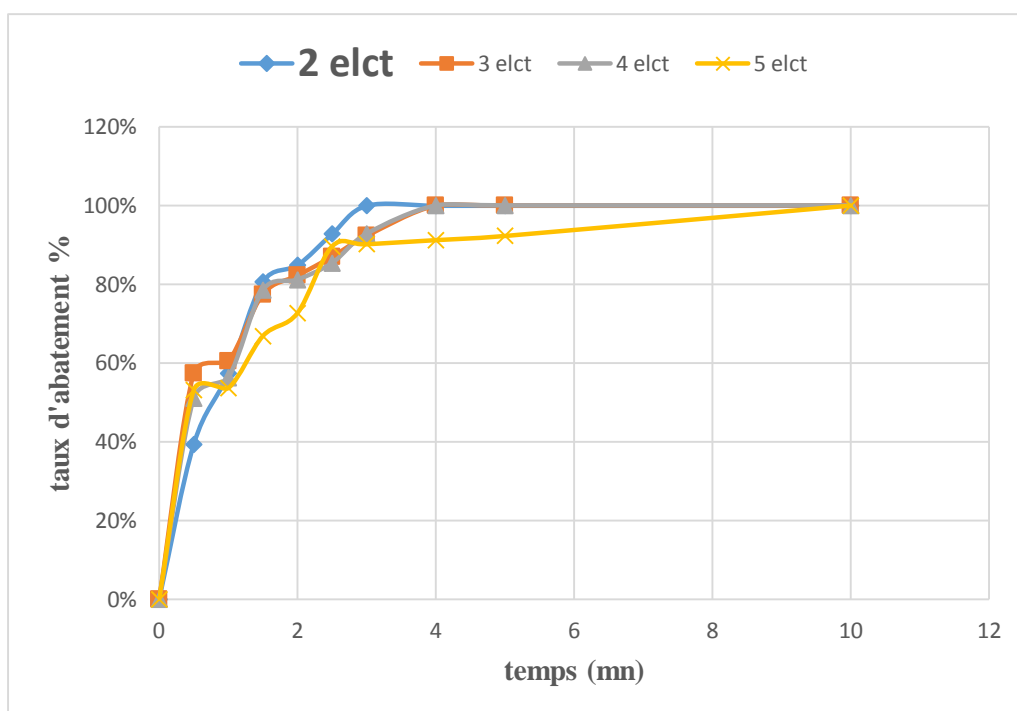


Figure 23 : Taux d'abattement des phosphates en fonction du nombre d'électrodes : $I=1(A)$, $pH=6.5$, $[PO_4^{3-}]=10\text{ mg/L}$, $[NaCl]=0.5\text{g/L}$, $V=1.5L$, $T=25^\circ C$; $d=12\text{mm}$

A la fin du traitement et d'après l'allure des courbes, nous constatons ce qui suit :

L'allure des courbes pour toutes les surfaces spécifiques suit un abattement rapide suivi d'un palier, mais la cinétique est d'autant plus importante que le nombre d'électrodes est faible.

En effet, un rendement de 100% des phosphates est obtenu avec cinq électrodes au bout de 10 mn alors qu'avec deux électrodes ce rendement est obtenu en un temps relativement court (3mn)

Nous pouvons interpréter ce résultat par la diminution de la tension de la cellule quand on augmente le nombre d'électrodes, car la tension de la cellule est inversement proportionnelle à la surface active des électrodes (nombre d'électrodes) (voir l'équation 14). Les électrodes utilisées sont connectées en série ce qui signifie que la tension appliquée au bornes de la cellule d'EC es la somme des tensions appliquées entre chaque paire d'électrodes ce qui réduit d'une façon progressive le rendement du traitement lorsqu'on augmente le nombre d'électrodes.

Ce résultat est en accord avec l'étude faite par WANG et al (2009) [62], qui ont fait une étude comparative entre l'EC monopolaire (2 électrodes) et l'EC bipolaire (6 électrodes) et ont obtenu des rendements d'élimination de DCO de 51.3% et 7% respectivement.

IV.1.6 Effet de la distance inter-électrodes

Dans tout procédé électrochimique, y compris l'EC, la distance inter électrodes est l'un des paramètres les plus déterminants, en effet, pour vérifier l'influence de ce paramètre, nous l'avons varié en optant pour les quatre valeurs suivantes : 0.5, 1.2, 1.7 et 2.2 cm.

Tableau 11 : Conditions opératoires

PH	6.5
Distance Inter-électro	Variable
Intensité du courant	1 (A)
[NaCl]	1 g/l
Surface électrode	58.2 cm ²
nombre d'électrodes	(02)
[PO ₄ ³⁻] ₀	10 mg/l

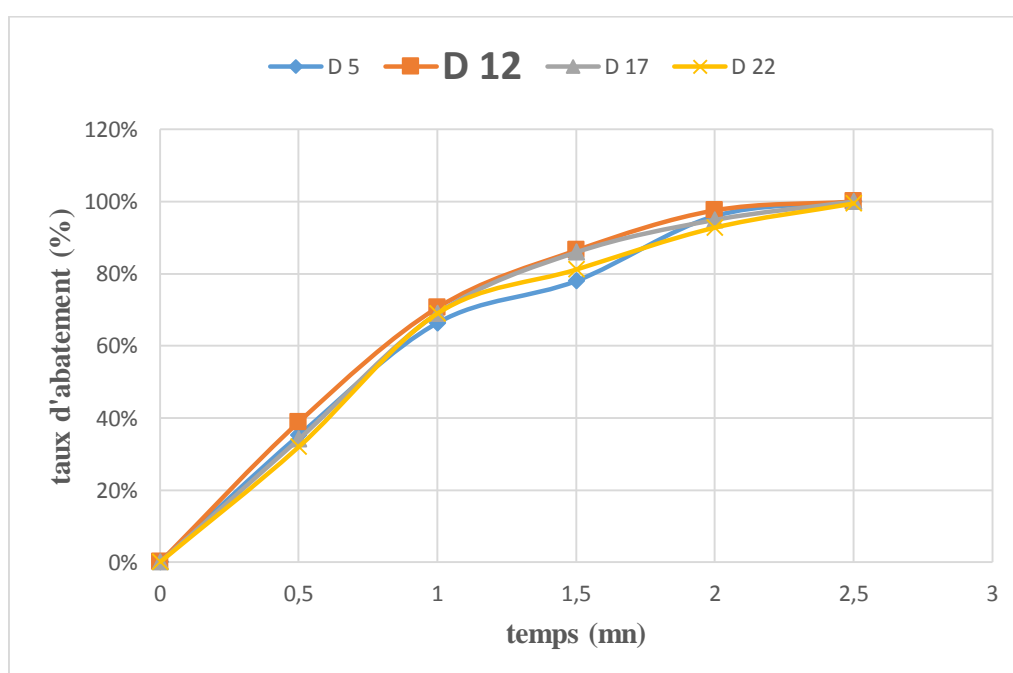


Figure 24 : Taux d'abattement des phosphates en fonction de la distance inter-électrodes : $I=1(A)$, $pH=6.5$, $[PO_4^{3-}]=10 \text{ mg/L}$, $[NaCl]=0.5 \text{ g/L}$, $V=1.5L$, $T=25^\circ C$;

A la lecture des courbes obtenues après traitement, nous déduisons ce qui suit :

Plus la distance inter-électrodes est grande, plus le temps nécessaire pour atteindre un taux d'abattement des phosphates de 100% devient important. Daneshvar et al. (2003) [51] avancent

l'hypothèse qu'avec l'augmentation de la distance inter-électrodes, il y aurait peu d'interactions possibles des ions avec les polymères hydroxydes.

Notons qu'après 1 minute de traitement seulement avec une distance de 1.2 cm, le taux d'abattement est beaucoup plus supérieur aux taux obtenus avec les autres valeurs.

Une distance inter-électrodes trop petite est à éviter à cause des problèmes de courts circuits qui peuvent survenir.

IV.2 Application de l'EC à une eau usée de la STEP de Bouira

4-2-1 Caractéristiques de l'eau usée de la STEP

Après l'étude menée sur des solutions synthétiques, l'élimination des phosphates par le procédé d'EC optimisé, est appliquée sur un rejet d'eau usée urbaine prélevé au niveau de la STEP de la ville de BOUIRA.

Les caractéristiques physico-chimiques du rejet avant et après traitement figurent sur le tableau (12)

4-2-2 Influence de l'EC sur les caractéristiques de l'eau usée

La teneur en orthophosphates de ce rejet est de 3,69 mg/l. La figure 25 illustre l'évolution de l'élimination des orthophosphates en fonction du temps.

Tableau 12 Conditions opératoires

PH	7.53
Distance Inter-électro	12 mm
Intensité du courant	1 (A)
Conductivité	1149 $\mu\text{s}/\text{cm}$
Surface électrode	58.2 cm^2
nombre d'électrodes	(02)
$[\text{PO}_4^{3-}]_0$	3.69 mg/l

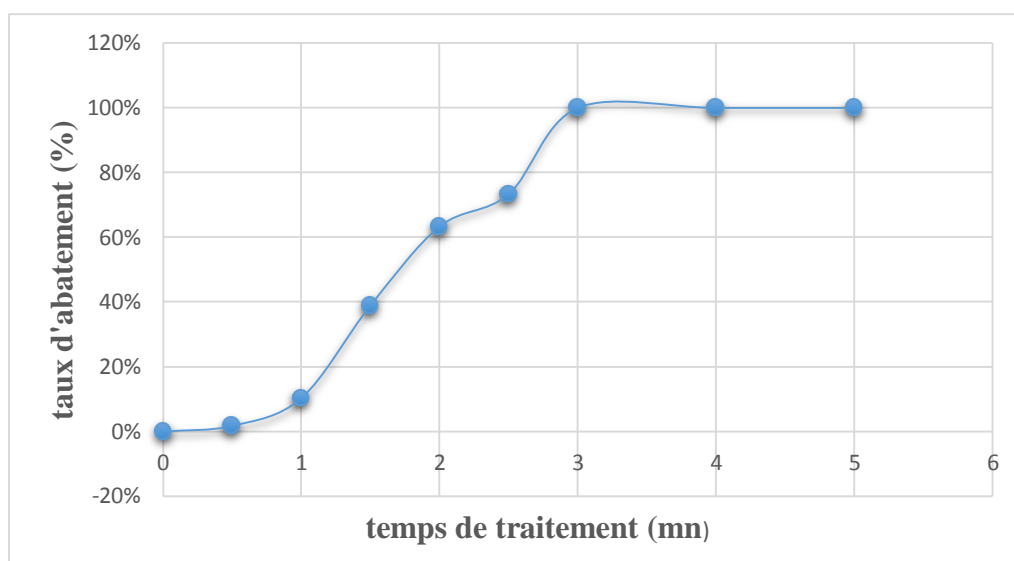


Figure 25 : Cinétique de taux d'abattement des phosphates présentes dans l'eau usée de la STEP de BOUIRA : pH de l'eau usée =7.53, I=1(A), $[PO_4^{3-}] = 3.6$ mg/L, V = 1.5L, T=25°C ; d= 12mm

D'après ces résultats, nous remarquons que l'élimination des phosphates est totale, en effet un taux d'abattement de 100% est obtenu en seulement 3 mn de traitement. Il faut noter que ce temps est supérieur à celui obtenu avec des solutions synthétiques. Cela est dû à la présence de beaucoup d'autres anions dans le rejet tels que les SO_4^{2-} et HCO_3^- qui imposent une farouche compétition aux ions phosphates réduisant en conséquence le rendement d'élimination de celles-ci.

Tableau 13 : Résultats de la caractérisation de l'effluent STEP avant et après traitement

Paramètre	Eau brute	Eau traitée par E C	Taux d'élimination
Aluminium (mg/l)	0.17	0.5	/
Azote Total (mg/l)	0.24	0	100%
Conductivité (μ s/cm)	1028	1027	/
DBO ₅ (mg/l)	100	65	35%
DCO (mg/l)	159.53	76.46	52.07%
MES (mg/l)	51	18	64.71%
Nitrate (mg/l)	1.0632	0	100%
Nitrite (mg/l)	0	0	/
Orthophosphates (mg/l)	3.69	0	100%

pH	7.53	8.5	/
Salinité	0.6	0.6	/
TDS (mg/l)	566	587	/
Turbidité NTU:	28.5	7.18	74.81%

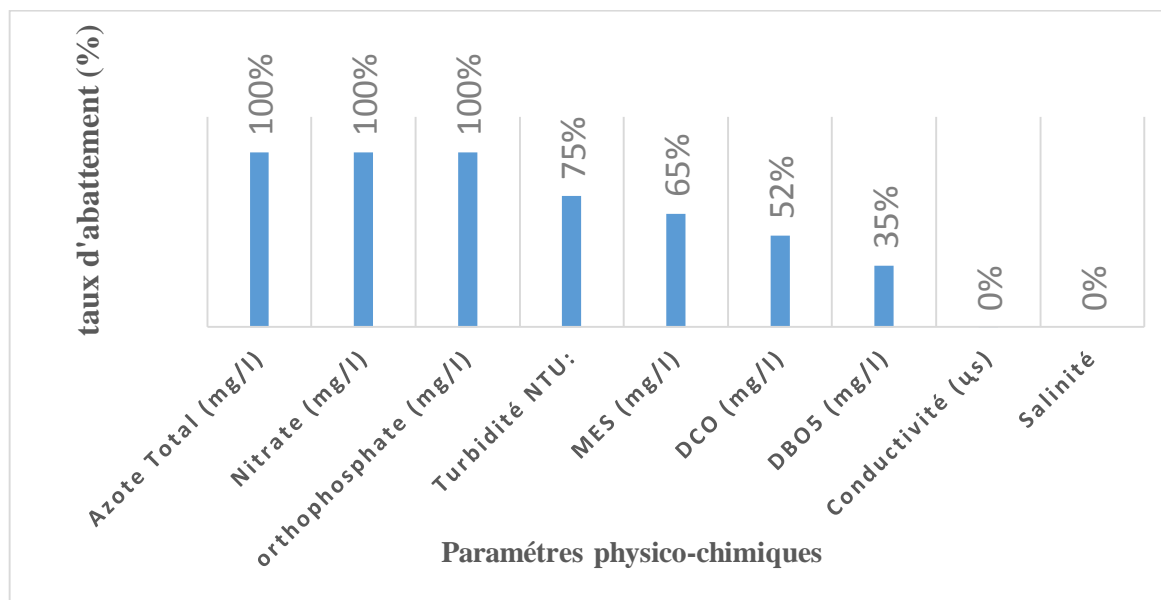


Figure 26 : Taux d'abattement des différents paramètres de pollution

En comparant les caractéristiques de l'eau usée de la STEP avant et après traitement on a :

- Une insignifiante variation de la conductivité qui reste au voisinage de 1028µs/cm.
- L'azote total présent initialement dans l'eau usée est complètement éliminé sous l'impact des hydroxydes d'aluminium et des ions Al^{+3} .
- La quantité d'aluminium dissoute résiduelle a augmenté d'un cran après traitement. Cela peut s'expliquer par le phénomène de la dissolution anodique du métal ainsi que la piquration par les hydroxydes et les ions chlorure par exemple.
- Pour le pH, la légère augmentation après traitement ne peut être causée que par la libération des ions OH^- dans le milieu réactionnel lors de la réduction cathodique de l'eau.
- Pour la DCO et la DBO_5 , à la fin du traitement par EC, nous avons obtenu des taux d'abattement assez importants de ces deux indices de pollution, 52% et 35% respectivement.

Cela peut amplement s'expliquer par l'adsorption et le piégeage de la matière organique contenue dans le rejet sur les hydroxydes d'aluminium ($Al(OH)_3$) formés en quantités assez

importantes dans cette gamme de pH (au voisinage de la neutralité) et qui est justifié par le diagramme de solubilité et celui de la prédominance des espèces de l'aluminium dans l'eau.

- Concernant la turbidité et les MES, les taux d'abattement sont assez significatifs 74.81% et 64.71% respectivement, ce qui s'explique par l'élimination des MES et la matière dissoute responsables de cette turbidité, par adsorption puis précipitation sur les hydroxydes d'aluminium formés en quantités importantes dans cette gamme de pH (au voisinage de la neutralité).
- Pour le TDS : l'augmentation du taux des sels dissous n'est que la conséquence des différentes réactions parallèles entre les cations trivalents d'aluminium et les différents anions présents dans le rejet.



Conclusion et perspectives



Conclusion

Au cours de ce travail, nous nous sommes intéressés à trouver une solution aux problèmes causés par l'eutrophisation des eaux qui se traduit par son enrichissement en éléments nutritifs qui sont le phosphore et l'azote.

D'après la littérature, le phosphore est l'élément clé sur lequel on peut jouer pour faire face à ce phénomène qui ne cesse de s'accroître avec le temps.

Cette présente étude a pour objectif l'amélioration du procédé d'électrocoagulation comme technique de traitement des eaux polluées par les orthophosphates.

Tout d'abord, nous avons appliqué le procédé d'électrocoagulation monopolaire sur des solutions dopées en ions phosphates préparées par dissolution du KH_2PO_4 dans l'eau distillée.

Dans le but d'obtenir un rendement maximal de ce procédé de traitement, nous avons testé plusieurs paramètres qui ont une grande influence sur son efficacité tels que, l'intensité du courant électrique, le pH du milieu, la conductivité de la solution, la concentration initiale en phosphates ainsi que la surface spécifique et la distance inter-électrodes.

Une fois les valeurs optimales de ces paramètres sont déterminées, nous les avons appliquées simultanément sur un échantillon d'eau usée prélevé de la STEP de la ville de Bouira.

Une comparaison entre les caractéristiques de cette eau avant et après traitement confirme que le choix de l'électrocoagulation comme procédé de traitement des eaux polluées est amplement justifié et très prometteur du fait que tous les paramètres de pollution qui caractérisaient l'eau traitée ont été réduits d'une façon très significative.

Perspectives

Afin de compléter ce travail réalisé sur la déphosphatation des eaux usées par électrocoagulation, nous suggérons d'étudier ultérieurement quelques aspects en plus tels que :

- 1) La caractérisation des boues générées lors de l'application de ce procédé et ce pour connaître leur structure et leur composition susceptibles de nous fournir plus d'informations sur les mécanismes fondamentaux de l'élimination du phosphore des eaux usées par électrocoagulation en procédant par diverses analyses telles que, la diffraction aux rayons X (DRX) et la fluorescence X ainsi que l'analyse infrarouge.
- 2) Etude des paramètres économiques du procédé et ce pour estimer la consommation énergétique et celle des électrodes utilisées.

Références Bibliographiques

Références bibliographiques

-
- [1] M.L. Daumer, (2007) : Analyse des transformations du phosphore lors du traitement biologique et physico-chimique des lisiers de porc en vue d'un recyclage, thèse de doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, p 2- 22-25.
-
- [2] J-C. Lacaze (1996) : l'eutrophisation des eaux marines et continentales. Ellipses Editions. p 191-193.
-
- [3] G. Deronzier, J-M. Choubert (2004) : Traitement du phosphore dans les petites stations d'épuration à boues activées. Antony Cemagref Edition, p 30-40
-
- [4] G. Martin, (1979) : le problème de l'azote dans l'eau : technique et documentation.
-
- [5] G. Olli, A. Darracq, G. Destouni, (2009): Field study of phosphorous transport and retention in drainage reaches. Journal of hydrology 365 (1) : 46-55
-
- [6] T. Yamada, A. Suitt, D. Beraldo, C. Botta, P. Fadini, M. Nascimento, B. Faria, A. Mozeto, (2012) : Calcium nitrate addition to control the internal load of phosphorus from sediments of a tropical eutrophic reservoir : Microcosm experiments Water research 46 (19) : 6463-6475
-
- [7] I. Beaudin : la mobilité du phosphore, rapport du centre de références en agriculture et agroalimentaire du Québec.
-
- [8] J. Nemery, (2003) : Origine et devenir du phosphore dans le continuum aquatique de la seine, des petits bassins amont à l'estuaire : Rôle du phosphore échangeable sur l'eutrophisation, thèse de doctorat de l'université PARIS VI, p 6-10.
-
- [9] J. Laurent : Réduction de l'azote et du phosphore contenus dans les eaux usées urbaines : document réalisé par les agences de l'eau et le Ministère de l'environnement, p 10-12.
-
- [10] Guide des analyses en pédologie.
-
- [11] B. Lemerrier, (2003) : la pollution par les matières phosphorées en Bretagne : sources, transfert et moyens de lutte, rapport de la direction régionale de l'environnement, p 4-6.
-
- [12] V. Porres : Fédération nationale de l'industrie des engrais.
-
- [13] G. Martin, (1987) : point sur l'épuration et le traitement des effluents (eau, air), volume 3, p : 245-249, technique et documentation (Lavoisier) France.

Références bibliographiques

-
- [14] N. Bonnard, M.T. Brondeau, M. Falcy, D. Jargot, O. Schneider, P. Serre (2007) : Fiche toxicologique FT 100, Institut National de Recherche et de Sécurité pour la prévention des accidents de travail et des maladies professionnelles.
-
- [15] Lenntech Purification et traitement de l'eau Holding B.V : (1998,2009) : Lenntech Purification et traitement de l'eau Holding B.V : (1998,2009) « Phosphore P : propriétés chimiques – impact du phosphore sur la santé – impact du phosphore sur l'environnement ». Site internet consulté en ligne en 2011 à l'adresse : <http://www.lenntech.com/fran%C3%A7ais/data-perio/P.htm>
-
- [16] S. Sauve, C. Donisa, A.G. Roy, F.Courchesne, C.Boyer, M. Claude (2007) : Turmel, Matthieu François, Caractérisation de la dynamique du phosphore dans une pisciculture de salmonidés en étangs, Rapport final préparé pour la pisciculture Pierre Vézina et la SORDAC.
-
- [17] J.F Villebrun (1989) : la déphosphatation biologique appliquée à la station d'épuration de Craon, Rapport de la DDAF de la Mayenne.
-
- [18] M. Dernat, P. Elmerich, M. Pouillot (1994) : Vers une optimisation de la déphosphatation physico-chimique, L'eau, L'industrie, Les nuisances 182.
-
- [19] A.E. Durrant, M.D. Scrimshaw, I. Stratful, J.N. Lester (1999) : Review of the feasibility of Recovering Phosphate from Wastewater for use as a raw material by the phosphate industry, Journal of Environment Technology, 20, p 749-758.
-
- [20] J. Duchemin, J. Dufis, M. Paris (1988) : Nitrates et eaux d'alimentation, TSM, N° 4, p 181-191
-
- [21] Journal Officiel Algérien, (1993)
-
- [22] Journal Officiel Français, (1997)
-
- [23] M. Maurer, M. Boller (1998) : Modelling of phosphorus precipitation in wastewater treatment plant with enhanced biological phosphorus removal. 4th Kollokollo seminar on activated sludge modelling, Danemark, p 16-18.
-
- [24] Frédéric Cabanes (2006) : Déphosphatation des effluents : précipitation et valorisation du phosphore, thèse de doctorat l'Institut National Poly technique de Toulouse, p 25-30-31.
-
- [25] V. Pambrun (2005) : Analyse et modélisation de la nitrification partielle et de la précipitation concomitante du phosphore dans un réacteur à alimentation séquentielle, thèse de doctorat de l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse, p 50-55.

Références bibliographiques

-
- [26] A. Guivarch (2001) : Valeur fertilisante à court terme du phosphore des boues de stations d'épuration urbaines, thèse de doctorat de l'Institut National de la Recherche Agronomique de BORDEAUX, p 29-30.
-
- [27] F. Persin et M. Rumeau (1989) : le traitement électrochimique des eaux et des effluents.
-
- [28] M F. Pouet, A. Grasmick (1995) : Urban wastewater treatment by electrocoagulation and flotation. *Waster Sci. Technol* 31(3-4) 275-283.
-
- [29] M.Y.A. Mollah, R. Schennach, G R. Parga; D L. Coke (2001) : Electrocoagulation (EC) Science and Application. *Journal of Hazardous Materials*. 29-41.
-
- [30] P K. Holt, G W. Barton, C A. Mitchell (2005) : The future of electrocoagulation as a localized water treatment technology. *Chemosphere*. 355-367.
-
- [31] A. Savas Koparal, U.B. Ogutveren (2002) : removal of nitrate from water by electro reduction and electrocoagulation. *Journal of Hazardous Materials*. 83-94.
-
- [32] E. Zawlotzki Guivarch, Septembre (2004) : Traitement des polluants organiques en milieu aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée " Electro-Fenton", application à la minéralisation des colorants synthétiques. Thèse de Doctorat. Université MARNE LA VALLEE, France
-
- [33] L. Szpyrkowicz, (2005) : Hydrodynamic effects on the performance of electrocoagulation/electro flotation for the removal of dyes from textile wastewater. *Industrial and engineering chemistry research*, 7844-7853.
-
- [34] K. Rajeshwar, J.G. Ibanez, and G.M. Swain (1994) : Reviews of electrochemistry and the environment. *Journal of Applied Electrochemistry*, 24(11), , 1077-1091
-
- [35] M.Y.A Mollah., P. Morkovsky, J.A.G Gomes, M. Kesmez, J. Parga, D.L. Cocke (2004) : Fundamentals, present and future perspectives of electrocoagulation. *Journal of Hazardous Materials*, B114 199 - 210.
-
- [36] M.Y.A Mollah., R. Schennach, J.R. Parga, D.L. Cocke (2001) : Electrocoagulation (EC) - science and applications. *Journal of Hazardous Materials*, B84 29 - 41.
-
- [37] T.H Kim., C.Park, E.B. Shin, S. Kim (2002) : Decolorization of disperse and reactive dyes by continuous electrocoagulation process. *Desalination* 150 165 - 175.

Références bibliographiques

-
- [38] M. Bayramoglu, M. Kobya, O.T Can, and M. Sozbir (2004) : Operating cost analysis of electro-coagulation of textile dye wastewater. Separation and purification Technology, 117-125.
-
- [39] N. Mameri, A R. Yeddou, H. Lounici, D.Belhocin, H. Ghrib, H. Bariou (1998): Defluoruration of septentrional Sahara water or North Africa by electrocoagulation process using bipolar aluminum electrodes. Wat. Res. 32, N^o.5, 1604 – 1612
-
- [40] J.Q. Jiang, N. Graham, C. André, J.H. Kelsall, N. Brandon (2002) : Laboratory study of electro-coagulation-flotation for water treatment. Water Research, 36(16), 40644078.
-
- [41] T. Picard, G. Cathalifaud-Feuillade, M. Mazet, C.Vandesteendam (2000) : Cathodic dissolution in the electrocoagulation process using aluminium electrodes Journal of Environmental Monitoring, 2, 77 – 80
-
- [42] M. Bennajah (2007) : Traitement des rejets industriels liquides par électrocoagulation/électro-flottation en réacteur air lift. Thèse d'Etat. Institut national polytechnique de Toulouse
-
- [43] J. Labanowski (2004) : Matière organique naturelle et anthropique : vers une meilleure compréhension de sa réactivité et de sa caractérisation. Thèse d'Etat. Université de Limoge.
-
- [44] X. Chen, G. Chen, P.L. Yue (2002) : Investigation on the electrolysis voltage of electrocoagulation. Chem. Eng. Sci., 57, 2449 - 2455.
-
- [45] M. Khemis (2005) : Etude théorique et expérimentale du procédé d'électrocoagulation : Application au traitement des effluents liquides hautement charges en impuretés organiques et minérales, Thèse de doctorat INPL, Nancy.
-
- [46] P.K. Holt, G.W. Barton, M. Wark, C.A. Mitchell (2002): A quantitative comparaison between chemical dosing and electrocoagulation, Colloids and Surfaces A: Physicochemical Engineering Aspects 211 233-248.
-
- [47] N. Daneshvar, A.R. Khataee, A.R. Amani Ghadim, M.H. Rasoulifard (2007): Decolorization of C.I. Acid Yellow 23 solution by electrocoagulation process: Investigation of operational parameters and evaluation of specific electrical energy consumption (SEEC). J. Hazard Mater., in press march.
-
- [48] S. Irdemez, Y.S. Yildiz, V. Tosunoglu (2006) : Optimization of phosphate removal from wastewater by electrocoagulation with aluminum plate electrodes. S'séparation and Purification Technology, 52(2), 394 - 401.

Références bibliographiques

-
- [49] A.E. Yilmaz, R. Boncukcuoglu, M.M. Kokakerim (2007): a quantitative comparison between electrocoagulation and chemical coagulation for boron removal from boron containing solution, *J. Hazard. Mater* in press.
-
- [50] M.I. Aguilar, J. Saez, M. Llorens, A. Solar, J.F. Ortuno (2002): Nutrient removal and sludge production in the coagulation-flocculation process. *Water Research*, 36(11), 2910 - 2919.
-
- [51] N. Daneshvar, H. Ashassi-Sorkhabi, A. Tizpar (2003): Decolorization of orange II by electrocoagulation method. *Separation and Purification Technology* 31 153 - 162.
-
- [52] H. Zemmouri (2008) : Utilisation du chitosane comme agent flocculant dans le traitement des eaux. *Memoire de Magistère. Ecole Nationale Polytechnique d'Alger*,
-
- [53] P.K. Holt (2002): *Electrocoagulation: unraveling and synthesizing the mechanisms behind a water treatment process. Theses in Chemical Engineering. University of Sydney, Sydney, Australia*
-
- [54] N. Mameri, H. Lounici, D. Belhocine, H. Grib, D.L. Piron, Y. Yahiat (2001): Defluoridation of Sahara water by small plant electrocoagulation using bipolar aluminum electrodes. *Separation and Purification Technology*, 24(1-2). 113 – 119
-
- [55] J.C. Catone, (1996) : *Traitement de surface par voie humide. Introduction. Techniques de l'ingénieur M 1428, 1-16 pp.*
-
- [56] R.M. Albert (2006) : *Traitement du lisier de porc par électro-épuration. Mémoire de maîtrise en sciences appliquées. Ecole Polytechnique de Montréal, Canada.*
-
- [57] M. El Azzouzi, KH. Haboubi, M.S El Youbi : *Electrocoagulation-flocculation as a low cost process for pollutants removal from urban wastewater. Chemical Engineering Research and Design.*
-
- [58] M. Kobya, E. Demirbas, A. Dedeli, M.T. Sensoy (2010): Treatment of rinse water from zinc phosphate coating by batch and continuous electrocoagulation processes. *J. Hazardous Materials* 173326-334
-
- [59] Emamjomeh et Sivakumar (2009): Review of pollutants by electrocoagulation/flotation processes. *Journal of Environment Management* 90 (2009) 1663-1679.
-
- [60] N. Bektas, H. Akbuluth, H. Inanh et Dimoglo : *Remouvel of phosphate from aqueous solutions by électro-coagulation. J. Hazard Mater*, 106, 101- 105

Références bibliographiques

- [61] J. Ge, J. Qu, P. Lei, H. Liu (2004): New bipolar electrocoagulation electroflotation process for the treatment of laundry wastewater. *Separation and Purification Technology*, 36 (1), 33-39
-
- [62] C.T. Wang, W.L. Chou, Y.M. Kuo: Removal of COD laundry wastewater by electrocoagulation/electroflotation. *Journal of Hazardous Materials*
-
- [63] G. Mouedhen, M. Feki, M. De Petris Wery, H.F. Ayedi (2008): Behavior of aluminium electrodes in electrocoagulation process. *Journal of Hazardous Materials* 150 (124-135)
-



Annexes



Annexes

Annexe 1 : Dosages des phosphates

Réactifs

Réactif mixte

- Dissoudre 13 g d'heptamolybdate d'ammonium dans 100 ml d'eau distillée (Solution A).
- Dissoudre 0,35 g de tartrate d'antimoine dans 100 ml d'eau distillée (Solution B).
- Mélanger 150 ml d'acide sulfurique pur dans 150 ml d'eau distillée (Solution B).
- Mélanger les solutions A et B, puis C. Compléter à 500 ml avec de l'eau distillée.

Réactif d'acide ascorbique à 10 %

- Dissoudre 10 g d'acide ascorbique dans 100 ml d'eau distillée.

Protocole

- Mélanger respectivement :
 - 40 ml d'échantillon à analyser
 - 1 ml d'acide ascorbique.
 - 2 ml du réactif mixte (Heptamolybdate d'ammonium, tartrate double d'antimoine, acide sulfurique)
- Attendre 10 minutes, le temps du développement de la couleur bleue - Effectuer la lecture à une longueur d'onde de 880 nm.
- Déduire de la courbe d'étalonnage, dont la gamme des concentrations est de 0 à 1mg/l, la teneur en phosphate.

Annexe 2 : Courbe d'étalonnage

Tableau 14 Les absorbances relatives à la courbe d'étalonnage

N°	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
[C] mg/l	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5	0.6	0.7	0.8	0.9	1
Absorbanc	0	0.05	0.089	0.123	0.165	0.228	0.274	0.312	0.358	0.393	0.444

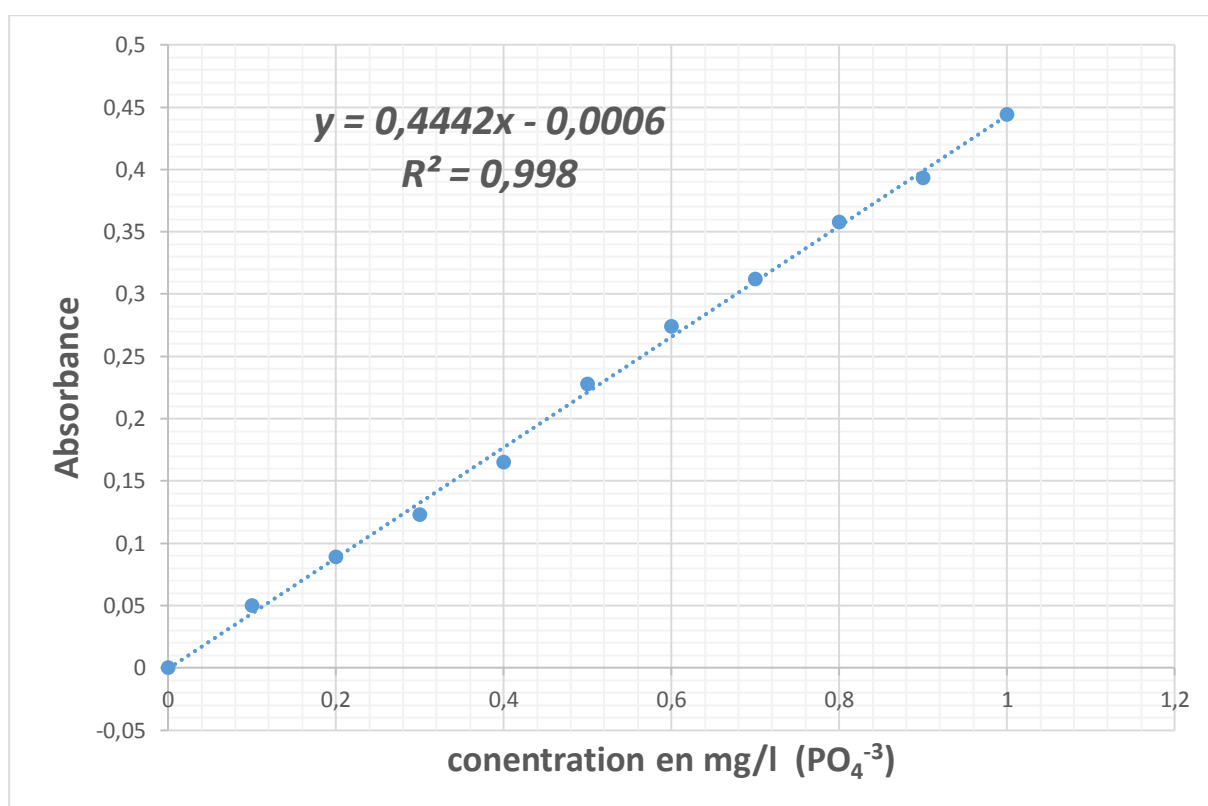


Figure 27 : Courbe d'étalonnage

Annexe 3 : Dosage de l'azote par Kjeldahl**2.1. Protocole**

- Prélever à l'aide d'une pipette 5 mL de l'échantillon et les introduire dans le matras.
- Ajouter 7,5 g du catalyseur ($\text{CuSO}_4 + \text{K}_2\text{SO}_4$).
- Ajouter 10 mL de H_2SO_4 .
- Ajouter 10 mL d'eau oxygénée 30% (H_2O_2); utilisé comme anti-moussant.
- Ajouter quelques billes de verres (anti-choc).
- Disposer le tube sur le bloc de minéralisation.
- Mettre la coiffe et ouvrir le robinet d'eau.
- Chauffer avec modération pour éviter que la mousse monte dans le tube.
- Continuer à chauffer doucement jusqu'à disparition de la mousse et carbonisation de la masse.
- Chauffer plus fort jusqu'à ébullition régulière du liquide (420°C) et obtention d'un liquide clair et limpide.
- Poursuivre le chauffage encore 30 minutes.
- Laisser refroidir.
- Régler sur l'appareil de distillation automatique le volume de soude 35% (50 ml), le volume d'eau distillée (50 ml) et le temps nécessaire pour la distillation (5 min).
- Brancher le tube sur l'appareil.
- Le distillat est récupéré dans une fiole d'erlenmeyer contenant environ 25 ml de la solution d'acide borique 4% et quelques gouttes de l'indicateur coloré Tashiro (2 V de rouge de méthyle 0,2 % + 1 V bleu de méthylène 0,2 %).
- Titrer rapidement l'ammoniac recueilli dans la solution d'acide borique par la solution d'acide sulfurique (0,1N) jusqu'à changement de la coloration (virage au violet). L'azote est exprimé par :

$$\% \text{N}_2(\text{g}) = (V_1 \times 0.014 \times 100 \times N) / V_0$$

Où

N : Normalité de la solution d'acide chlorhydrique utilisée pour l'échantillon = 0,1N.

V_0 : Le volume en ml, de l'échantillon = 5 ml.

V_1 : Le volume en ml, de la solution d'acide

Chlorhydrique utilisée pour l'échantillon.

Annexe 4 : Détermination de la demande chimique en oxygène (DCO)**1)- Méthode par titrage****➤ Préparation des réactifs (DCO)****• Solution standard de dichromate de potassium ($K_2 Cr_2 O_7$) 0,250 N**

Sécher à 150 °C 15-20 g de dichromate de potassium RPE-ACS ($K_2 Cr_2 O_7$) pendant deux heures. Refroidir dans le séchoir. Peser 12,259 g et dissoudre dans 400-500 ml d'eau distillée. Porter au volume de 1000 ml avec de l'eau distillée.

• Réactif à l'acide sulfurique (Sulfate d'argent+ Acide sulfurique)

Ajouter 5,4 g de sulfate d'argent RPE ($Ag_2 SO_4$) dans 1 kg d'acide sulfurique concentré 96% ($H_2 SO_4$ $d=1,835$) correspondant à 545 ml. Pour la solution complète du sulfate d'argent, il faut attendre deux jours. Le réactif, en bouteille de couleur foncée et bien bouchée, se conserve indéfiniment.

• Solution standard de sulfate de fer ferreux et ammonium (Sel de Mohr)**0,125 N**

Peser 49,02 g de sulfate hexahydrate de fer/ferreux et ammonium RPE-ACS ($Fe(NH_4)_2 (SO_4)_2 * 6 H_2O$). Dissoudre dans 0,5 l environ d'eau distillée.

Verser lentement dans la solution de sulfate de fer et ammonium, 20 ml d'acide sulfurique concentré RPE 96% et agiter.

(Ne pas ajouter cette solution à l'acide sulfurique concentré pour éviter des éclaboussures dangereuses). Porter le volume à 1000 ml avec de l'eau distillée. Garder en bouteille foncée. Le titre se réduit avec le temps et par conséquent il doit être contrôlé chaque fois que l'on réalise l'analyse par rapport à la solution standard de dichromate de potassium

• Solution d'indicateur féroïen

Peser 1,48 g de 0-phénanthroline RPE-ACS (1,60 g de phénanthroline monohydraté) et 0,695 g de sulfate ferreux heptahydraté RPE-ACS ($FeSO_4 * 7 H_2O$). Dissoudre les deux réactifs avec 50 ml environ d'eau distillée et porter à 100ml.

• Sulfate de mercure

Cristaux fins de sulfate mercurique RPE ($Hg SO_4$).

• Solution standard de phtalate acide de potassium

En utilisant du phtalate acide de potassium RPE ($H_5 C_8 O_4 K$) séché à 120 °C jusqu'à poids constant, on peut préparer une solution contenant 425 mg en 1000 ml. Cette solution a une DCO de 500 mg O_2 par ml. Gardée en réfrigérateur à + 4 °C elle se conserve pendant 3-4 mois

➤ **Procédé**

• **Digestion de l'échantillon**

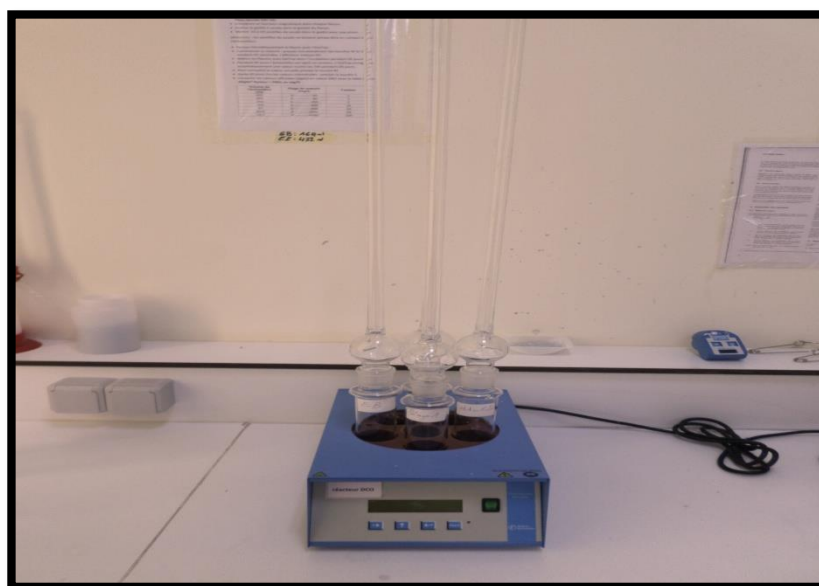
Introduire les réactifs et l'échantillon à analyser au moyen de pipettes graduées dans les éprouvettes de digestion propres, en suivant l'ordre et la quantité définis dans la table suivante.

Réacteur	Sulfate de mercure (mg)	Dichromate de potassium à 0,25 N (ml)	Sulfate d'argent+ Acide sulfurique (ml)	Echantillon (ml)
ECO6	400	10	30	20

Mettre les réfrigérants sur les éprouvettes

Introduire les éprouvettes dans le réacteur ; **“voir instructions d'emploi”**

Après un temps de chauffage de 120 min. à 150 °C, enlever les éprouvettes et laisser refroidir (dans un porte éprouvettes métallique approprié).



Digesteur DCO

• **Titrage de l'échantillon**

Transvaser le contenu de chaque éprouvette en matras à goulot large, rincer avec de l'eau distillée 3 ou 4 fois.

Ajouter 5 ou 6 gouttes d'indicateur féroïen. Après le refroidissement, titrer avec une solution jusqu'au moment où la couleur de la solution change de vert bleu à orangé. Les millilitres de

solution de sulfate de fer ferreux et ammonium servent à calculer la DCO de la solution examinée.

- **Evaluation du blanc**

Par le même procédé décrit au point 4.3, on détermine la quantité de solution de sulfate de fer ferreux et ammonium nécessaire pour obtenir le changement de couleur dans un volume d'eau distillée.

- **Calcul du DCO**

La valeur du DCO de l'échantillon examiné est calculée par la formule suivante :

$$8000. N$$

$$DCO \text{ mg/l} = (b-a). \text{-----}.FC$$

$$X$$

Où :

b= ml de solution de sulfate de fer ferreux et ammonium (Sel de Mohr) utilisés pour le titrage du blanc.

a = ml de solution de sulfate de fer ferreux et ammonium (Sel de Mohr) utilisés pour le titrage de l'échantillon examiné.

N = Normalité de la solution de sulfate de fer ferreux et ammonium (Sel de Mohr)

X = ml de l'échantillon examiné

FC = Facteur de correction obtenu lors de la vérification de la normalité de la solution de sulfate de fer ferreux et ammonium (Sel de Mohr)

➤ **Contrôle du titre de la solution standard de sulfate de fer ferreux et ammonium (Sel de Mohr)**

Le titre de la solution de fer ferreux et ammonium doit être contrôlé chaque jour de l'analyse puisqu'il change avec le temps. Dans le calcul du DCO, il faut tenir compte de cette modification. Pour cela, introduire dans un matras de capacité appropriée, les quantités exactes de réactifs indiqués dans la table suivante :

Normalité Sel de Mohr	Dichromate de potassium à 0,25 N (ml)	Eau distillée (ml)	Acide sulfurique Concentré (ml)
0.125	10	100	30

Après le refroidissement, ajouter 05 à 06 gouttes de féroïen et titrer avec une solution de sulfate de fer ferreux et ammonium (Sel de Mohr) jusqu'au moment où la couleur de la solution change de vert bleu à l'orangé.

Le volume en ml utilisé sert pour le calcul du facteur de correction.

Si le titre de la solution de Sel de Mohr est exact il en faut 20 ml pour titrer la quantité de dichromate introduite ; dans le cas où le titre de cette solution aurait baissé, il faut utiliser un volume supérieur. Par conséquent le facteur de correction sera donné par la formule

$$F = 20/n$$

Où "n" est le nombre de ml effectivement utilisés.

2)- Méthode par spectrophotomètre

➤ Matériels utilisés

- Spectrophotomètre
- Pipette volumétrique de 2 ml
- Thermo réacteur 148°C
- Chronomètre
- Kit de DCO 21258_51
- Lunette de protection
- Gants.

➤ Mode opératoire

- Porter les lunettes et les masques de protection, les blouses et les gants avant la manipulation
- Homogénéiser 100 ml de l'échantillon pendant 30 secondes (pour les échantillons contenant de grandes quantités de matière solide 2min)
- Activer le thermo réacteur et le préchauffer à 150°C
- Retirer les bouchons des deux tubes de réactif (blanc, échantillon)
- Maintenir les tubes positionnés à 45° et pipeter 2ml de l'eau distillée (blanc) et 2 ml de l'échantillon
- Fermer hermétiquement les tubes
- Mélanger le contenu des tubes en les tenant par bouchon (réaction exothermique)
- Chauffer les tubes pendant 2 heures à 150 °C dans le thermo réacteur préchauffé
- Laisser les tubes refroidir pendant 20 min
- Retirer les tubes du thermo réacteur, agiter les tubes encore chauds ensuite les placer dans un support afin qu'ils refroidissent jusqu'à température ambiante.
- Introduire le blanc dans le spectrophotomètre ensuite l'échantillon pour faire la lecture



Spectrophotomètre

Annexe 5 : Détermination de la demande biologique en oxygène (DBO₅)

- mettre en marche l'incubateur DBO tout en réglant le thermostat à 20°C ±1°C.
- rincer le flacon de DBO avec l'échantillon et remplir minutieusement à l'aide des fioles jaugées appropriées (dans notre cas l'eau brute 164 ml et l'eau épurée 432 ml).
- Introduire un barreau magnétique dans chaque flacon.
- Insérer le godet à soude dans le goulot du flacon.
- Mettre 02 à 03 pastilles de soude dans le godet avec une pince.
- (Attention : les pastilles de soude ne doivent jamais être en contact avec l'échantillon).
- Fermer hermétiquement le flacon avec l'OxiTop.
- Commencer la mesure : presser simultanément les touches M et S pendant 02 secondes, l'afficheur indique 00.
- Mettre les flacons avec OxiTop dans l'incubateur pendant 05 jours.
- Pendant 05 jours l'échantillon est agité en continu. L'OxiTop enregistre automatiquement une valeur toutes les 24h pendant 05 jours.
- Pour connaître la valeur actuelle presser la touche M.
- Après 05 jours lire les valeurs mémorisées : presser la touche S.
- Convertir les valeurs affichées (digits) en valeur DBO avec la table suivante (**Digits* facteur = DBO₅ en mg/l**)

Volume de l'échantillon (ml)	Plage de mesure (mg/l)	Facteur
432	0-----40	1
365	0-----80	2
250	0-----200	5

164	0-----400	10
97	0-----800	20
43.5	0-----2000	50
22.7	0-----4000	100



Incubateur DBO + Oxitop