

UNIVERSITE KASDI MERBAH – OUARGLA
FACULTÉ DES SCIENCES APPLIQUEES
DEPARTEMENT DE GENIE CIVIL ET HYDRAULIQUE



Mémoire de Master Professionnel

Domaine : Hydraulique
Spécialité : Traitement Des Eaux

THEME

Optimisation du procédé de la coagulation floculation de la station de déshuilage de Haoud BERKAOUI par les plans d'expériences

Présenté par

Mr. Moussaoui Haroun
Mr.Elalaoui Moulay Cherif

Soutenu publiquement le

Devant le jury :

Présidente :	Mme. BELMAABDI AMEL	M. A. A Univ.Ouargla
Promotrice :	Mme. BOUZIANE LAMYA	M. C. B Univ. Ouargla
Examinatrice :	Mme. GHERAIRI YAMINA	M. A. A Univ. Ouargla

Année Universitaire : 2018/2019

SOMMAIRE

Liste Des Tableaux

Liste Des Figures

CHAPITRE I

I. Introduction :	3
II.1. Origine de la pollution des eaux :	3
II.1.1. La pollution domestique :	3
II.1.2. La pollution agricole :	3
II.1.3. La pollution industrielle :	3
II.2. Les eaux résiduaires industrielles :	3
II.2.1. Volume et composition :	3
II.2.2 Classification des eaux résiduaires industrielles :	4
Les eaux résiduaires à caractère minéral dominant :	4
b. Les eaux résiduaires caractère organique dominant :	4
c. Les eaux résiduaires à caractère mixte :	5
II.3. Définition des eaux huileuses :	5
II.3.1. Eau normalement huileuse :	5
II.3.2. Eau accidentellement huileuse :	6
I.4 Présence des hydrocarbures dans l'eau :	6
II.4.1. L'huile Insoluble décantable :	6
II.4.2. Insoluble non décantable (émulsion)	6
II.4.3. Soluble, oléfine et paraffine légère	7
II.5 Paramètres de mesure de la pollution des eaux huileuses :	7
II.5.1. Paramètres organoleptiques :	7
a. La couleur	7
b. L'odeur	7
II.5.2. Paramètres physiques	7
a. Température	8
b. Turbidité	8
c. Matière en suspension (MES) :	8
d. Hydrocarbures (HC) :	8
e. Demande chimique en oxygène (DCO)	8
f. Demande biochimique en oxygène (DBO5) :	8
II.6 Traitement des eaux huileuses	9

II.6.1 Coagulation-Floculation	9
a. coagulation	9
b- Floculation.....	11
Conclusion :	13

CHAPITRE II

I. Introduction.....	14
II.1 Présentation générale de la région de HBK.....	14
A ce jour elle a exploité 159 puits répartis sur l'ensemble des champs dont	14
Les activités principales de la région (HBK) se résument essentiellement en.....	14
II.2 Présentation de la station de déshuilage du champ de Haoud Berkaoui :.....	14
II.2.1 Station de déshuilage du champ Haoud Berkaoui	14
II.2.2 Protection de l'environnement à Haoud Berkaoui	15
II.2.3 Schéma du procédé de traitement	15
II.2.4 Définition et fonctionnement des Equipements	18
<u>a</u> Ballon de flash	18
<u>b</u> Bac tampon	18
<u>c</u> Cuve de floculation	19
<u>d</u> Cuve de flottation	20
<u>e</u> Cuve d'eau traitée	21
<u>f</u> Cuve à boues	22
<u>j</u> Cuve d'huile	22
<u>h</u> Cuve d'épaississement de boues	22
<u>i</u> Centrifugeuse	23
<u>k</u> Station de préparation et de dosage de la silice activée	23
Conclusion :	24

CHAPITRE III

I- Introduction	25
II-Plan d'expériences	25
a. Réponses.....	25
b. Facteurs	25
c. Traitements de combinaison	26
d. Domaine expérimental et domaine d'étude.....	26
e. Niveaux codés des facteurs	27

f. Effet d'un facteur	27
g. Notion de l'effet significatif [20].....	28
h. Blocage	28
Régression linéaire multiple.....	29
II.3 Différents types de plans d'expériences	30
II.3.2 Plans fractionnaires à deux niveaux.....	31
II.3.3 Les plans pour la surface de réponse	32
Conclusion.....	32

CHAPITRE VI

I-Introduction	33
II.1 Appareillage et Matériels	33
II.1.1 Jar test	33
II.1.2 Spectrophotomètre type DR/2000.....	33
II.1.3 Unité d'extraction.....	34
II.1.4 pH-mètre type HANNA	35
II.2 Produits chimiques.....	35
II.2.1 Détermination de la teneur des hydrocarbures.....	36
II.2.2 Technique de coagulation, floculation et décantation	37
Préparation de silice activée	37
II.3 Planification des expériences de la coagulation—floculation.....	38
Conclusion.....	40

CHAPITRE V

I-Introduction	41
II.1 Caractérisation de l'eau brute	41
II.2 Optimisation des expériences de la coagulation-floculation :	42
II.2.1 Résultats observés :.....	42
II.2.2 Traitement statistique des données.....	44
Conclusion.....	60
Conclusion generale.....	61



Remerciement

Tout d'abord, nous tenons à remercier Allah, tout puissant de nos avoir donné la force et le courage pour terminer ce modeste travail.

Nous remercions vivement l'enseignante « BOUZIANE LAMYA », notre encadreur, pour son aide, ses conseils précieux et critiques pertinentes qu'elle nous a apportés durant la réalisation de ce mémoire.

Nous remercions « Mme BELMAABDI » pour avoir présider ce travail, et aussi « Mme GHERAÏRI » pour avoir examiner ce travail

Nous remercions également toutes les personnes qui nous ont aidés de près ou de loin pour la réalisation de ce travail, en particulier « Mme Rokia », ainsi que tous les personnels du SONATRACH DP en particulier « Mme. Ben Kara » et « mr. MOFID ».

Nous adressons aussi nos remerciements à tous nos enseignants et à tous nos collègues de notre promotion.

*Elalaoui moulay cherif
Moussaoui haroun*





Dédicace.

Je dédie mon travail à mes chers parents qui ils m'ont éduqué et qui ils sont toujours présents dans mon chemin d'apprentissage et à toute ma famille :

Moussaoui

Et mon frère brahim

À tous les personnes qui m'ont enseigné et qui m'ont orienté durant mon processus de recherche

À mes partenaires dans ce travail.

À mes chers amis : Ikbal, hamza, elhadi , adel , fathi ,datte,bajoor ,nacer , moussa ,hako

À tous les enseignants et les étudiants de traitement des eaux 2019

Moussaoui Haron





Dédicace.

*Je dédie mon travail à mes chers parents qui ils m'ont
éduqué et qui ils sont toujours présents dans mon chemin
d'apprentissage a toute ma famille :*

elalaoui et haibaoui

A Mon Frère omar et abd elkader

*A toutes les personnes qui m'ont enseigné et qui m'ont
orienté durant mon processus de recherche A
mes partenaires dans ce travail*

*A mes chers amis : abd Rahman , mohammed ,
A tous les enseignants et les étudiants de traitement des
eaux 2019*

Elalaoui moulay cherif



Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1: Valeurs limites maximales des paramètres de rejet des installations de déversement industriel ...5

Chapitre II

Tableau II.1 : Caractéristiques de la station de déshuilage17

Tableau II.2 : Valeurs limites maximales des paramètres de rejet des installations de déversement industrielles selon les normes algériennes en vigueur.....17

Chapitre IV

Tableau IV.1: Listes des produits chimiques.....36

Tableau IV.2: Effet de 3 paramètres opératoires sur le rendement de la coagulation floculation en 15 essais.....39

Chapitre V

Tableau V.1: Caractéristiques des eaux usées au niveau de la station H.B.K à l'entrée41

Tableau V.2 : des résultats obtenus.....42

Liste des figures

Chapitre I

- Figure I.1** : Schématisation des deux phases d'une émulsion (huiles/eau).....7
- Figure I.3** : Schématisation du double couche d'une particule colloïdale10

Chapitre II

- Figure II.1** : Station de déshuilage du champ de Haoud Berkaoui.....15
- Figure II.2** : Schéma représentatif d'une station de déshuilage16
- Figure II.3** : Ballons de flach.....18
- Figure II.4**: Bac tampon.....19
- Figure II.5** : Cuve de floculation.....20
- Figure II.6** : Cuve de flottation.....21
- Figure II.7** : Cuve d'eau traitée.....22

Chapitre III

- Figure II.1** Schéma représentant les facteurs et les réponses.....26
- Figure II.2** : Définition du domaine d'étude26
- Figure II.3** : Effets d'un facteur.....27

Chapitre IV

Figure IV.1 : Jar Test	33
Figure IV.2: Spectrophotomètre DR 2000	34
Figure IV.3 : Extraction liquide-liquide	35
Figure IV.4 : pH-mètre type HANNA	35
Figure IV.5 : Extraction des HC	37
Figure IV.6 : Préparation de silice activée	37
Figure IV.7 : Silice activé et Kurifix	38

Chapitre V

Figure V.1 : Les béchers:(1.2.3.4.5.6)	43
Figure V.2: Bécher (7)	44
Figure V.3 : Bécher (8)	44
Figure V.4 Bécher (9)	44
Figure V.5 Bécher(10)	44
Figure V.6 Bécher(11)	44
Figure V.7 : Bécher(12)	44
Figure V.8 Bécher(13)	44
Figure V.9 Bécher(14)	44
Figure V.10 Bécher(15)	44
Figure V.11: Régression de la DCO en fonction de tous les termes	46
Figure V 12: Régression de la DCO en fonction des termes importants	47
Figure V 13 : Régression de la MES en fonction des termes importants	49
Figure V 14 : Régression de la turbidité en fonction de tous les termes	50
Figure V 15 : Régression de la turbidité en fonction des termes importants	51

Figure V 16 : Régression du pH f en fonction de tous les termes	52
Figure V 17 : Régression du pH f en fonction des termes importants.....	53
Figure V 18 : Régression de la conductivité en fonction de tous les termes.....	54
Figure V 19 : Régression de la conductivité en fonction des termes importants.....	55

L'environnement est défini comme étant l'ensemble des aspects physiques, chimiques, biologiques et des facteurs sociaux et économiques susceptibles d'avoir un effet direct ou indirect, immédiat ou à terme, sur les êtres vivants et les activités humaines. Cependant, les problèmes de l'environnement ne sont pas seulement que des pollutions, nuisances, érosion des sols, etc...., mais aussi les eaux de rejets industriels qui constituent un réel défi existentiel pour toutes les sociétés.

Pour répondre à la norme mondiale des rejets des eaux industriels, le traitement de ces eaux, de divers ses stations ont été réalisées sur l'ensemble des complexes hydrocarbures SONATRACH.

Dans le but de cerner les problèmes des rejets liquides de la station de déshuilage de Haoud Berkaoui et de développer des solutions curatives de leur traitement, notre travail au sein de la station consiste à modéliser mathématiquement et optimiser les paramètres opératoires du procédé par la nouvelle méthodologie expérimentale des plans d'expériences.

A cet effet, notre étude comporte essentiellement 5 chapitres :

- Le 1er chapitre : traitement des eaux industrielles par Coagulation floculation
- Le 2eme chapitre : Station de déshuilage champ Haoud Berkaoui
- Le 3eme chapitre : Les plans d'expériences
- Le 4eme chapitre : Matériel et méthodes
- Le 5eme chapitre : résultats et discussion

CHAPITRE I :

**TRAITEMENT DES EAUX HUILEUSES PAR COAGULATION-
FLOCCULATION**

I. Introduction :

De toutes les composantes de notre environnement, l'eau est sans doute l'élément fondamental de la vie quotidienne. L'eau s'apprête aujourd'hui aux usages les plus divers : domestiques, industriels, agricoles, énergétiques ou encore à certains moyens de transport.

Mais elle semble avoir été le premier milieu à montrer des signes visibles de pollution. Ainsi, le problème de la pollution des eaux est devenu un des aspects les plus inquiétants de la dégradation du milieu naturel et pourrait constituer à long terme un réel danger pour l'avenir de l'humanité.

II.1. Origine de la pollution des eaux :

Suivant l'origine des substances polluantes, on distingue :

II.1.1. La pollution domestique :

Provenant des habitations, elle est en général véhiculée par le réseau d'assainissement jusqu'à la station d'épuration. La pollution domestique se caractérise par :

- Des germes fécaux
- De fortes teneurs en matières organiques
- Des sels minéraux (azote, phosphore, etc.)
- Des détergents. [1]

II.1.2. La pollution agricole :

Provenant des activités agricole , elle se caractérise par de fortes teneurs en sels minéraux (Azote, Phosphore, Potassium), provenant des engrais, des pesticides et des insecticides qui altèrent la qualité des nappes souterraines vers lesquelles ils sont entraînés après infiltration.

II.1.3. La pollution industrielle :

Les eaux résiduaires industrielles sont les déchets liquides résultant, selon les activités exercées, de l'extraction ou de la transformation de matières premières en produits industriels (Produits primaires), de la transformation éventuelle de ces produits primaires (produits dérivés), ainsi que de l'utilisation des produits primaires ou dérivés pour la fabrication de biens de consommation. [1]

II.2. Les eaux résiduaires industrielles :

II.2.1. Volume et composition :

Les caractéristiques des eaux résiduaires industrielles sont variables pour chaque branche industrielle. La composition des eaux résiduaires industrielles s'apprécie au travers de paramètres physico-chimiques ou biologiques, soient globaux (matières en suspension, demande biochimique en

oxygène, demande chimique en oxygène, azote global, phosphore total, turbidité, carbone organique total, etc.), soient spécifiques, tels que par exemple, la température, le pH, ou bien la teneur en certains éléments chimiques dont la connaissance présente un intérêt particulier (ce qui est souvent le cas lorsque des substances toxiques sont en jeu). [2]

II.2.2 Classification des eaux résiduaires industrielles :

a. Les eaux résiduaires à caractère minéral dominant :

- Les eaux de lavage de gravières et des activités d'extraction des minéraux ;
- Les eaux des industries sidérurgiques ;
- Les eaux de l'industrie chimique minérale ;
- Les eaux de traitement de surface des métaux

Ces eaux sont caractérisées par :

- Une charge importante en matières en suspension et/ou en sels dissous ;
- Une demande chimique en oxygène d'origine minérale variable en fonction de la nature des composés minéraux en solution ;
- La présence possible de toxiques ou d'inhibiteurs de la croissance bactérienne;
- Une très faible valeur de la demande biologique en oxygène après 5 jours (DBO₅).

Les traitements les mieux appropriés à ce type d'effluents sont :

- Les traitements physiques de clarification : floculation, décantation et filtration;
- Les traitements chimiques d'élimination des toxiques et/ou de neutralisation du pH.[3]

b. Les eaux résiduaires caractère organique dominant :

Ce sont surtout les effluents des industries agro-alimentaires comme :

- Les abattoirs ;
- Les conserveries ;
- Les laiteries et fromageries.

Leur composition, bien que très variable, comprend presque toujours :

- Les matières minérales et des débris végétaux en suspension ;
- Des graisses ;
- Des protéines.

Elles sont caractérisées par une biodégradabilité importante.

CHAPITRE I : TRAITEMENT DES EAUX HUILEUSES PAR COAGULATION-FLOCCULATION

c. Les eaux résiduaires à caractère mixte :

Ce sont des effluents qui ne sont pas directement biodégradables à cause de l'absence d'éléments de croissance ou de la présence d'inhibiteurs de croissance.

Dans ce groupe, nous trouverons par exemple les effluents :

- Des industries textiles ;
- Des papeteries et des industries du bois ;
- Des raffineries et des usines pétrochimiques ;
- Des industries pharmaceutiques.
- Dans ces effluents, on peut trouver :
- Des matières en suspension diverses (sables, fibres de cellulose, etc.) ;
- Des hydrocarbures dissous, émulsionnés ou en film superficiel ;
- Des tensioactifs, des colorants, des phénols, etc. [4]

Tableau I.1: Valeurs limites maximales des paramètres de rejet des installations de déversement industriel

Paramètres	Unités	Valeurs Maximales
Température	°C	30
PH	/	5.5 à 8.5
MES	mg/l	30
DBO5	mg/l	40
DCO	mg/l	120
Hydrocarbures	mg/l	20
Huiles et Graisses	mg/l	20

II.3. Définition des eaux huileuses :

Dans le cas des industries pétrolières, toute eau contenant une quantité importante ou des traces d'hydrocarbure est considérée comme une eau huileuse. Elle représente la pollution la plus importante rencontrée dans ce type d'industries. Les eaux huileuses peuvent être subdivisées en deux groupes :

II.3.1. Eau normalement huileuse :

Ce type de contamination des eaux par les hydrocarbures est inévitable.

L'apport de plusieurs grammes en litre d'hydrocarbure peut découler de :

- Drainage des bacs de stockage de brut ;
- Champ pétrolier ;
- Lavage des équipements utilisés lors de la production et de traitement d'huile.

II.3.2. Eau accidentellement huileuse :

Cette catégorie d'eau huileuse est présente généralement en faible quantité. Elle provient des fuites et des eaux pluviales tombées à l'extérieur de l'unité de production.

I.4 Présence des hydrocarbures dans l'eau :

L'hydrocarbure est présent dans l'eau sous trois formes différentes :

- Insoluble décantable: huile libre ;
- Insoluble non décantable : émulsion ;
- Soluble : oléfine et paraffine légère

II.4.1. L'huile Insoluble décantable :

C'est une huile libre qui surnage rapidement à la surface de l'effluent sous l'effet de la densité.

II.4.2. Insoluble non décantable (émulsion)

Une émulsion est un mélange entre deux liquides non miscibles, ce qui donne une dispersion d'un de ces liquides en fines gouttelettes dans l'autre. L'émulsion est caractérisée par la présence de deux phases :

- Une phase dispersée ou discontinue (liquide sous forme de gouttelettes) ;
- Une phase dispersante ou continue (le deuxième liquide). [7]

Les émulsions peuvent se former à plusieurs étapes de la production du pétrole :

- Au fond du puits, au niveau du gisement ;
- Dans les installations de surface (le manifold, les pompe,...etc.) ;
- A la tête de puits.

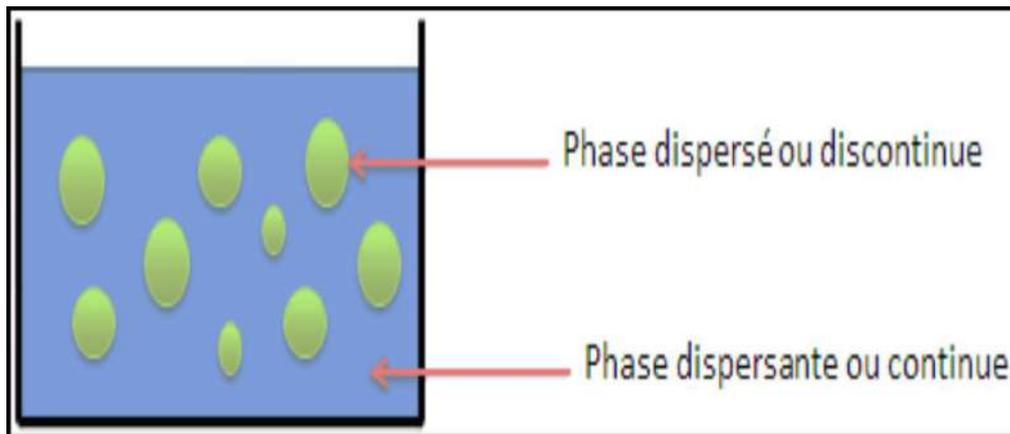


Figure I.1 : Schématisation des deux phases d'une émulsion (huiles/eau)

II.4.3. Soluble, oléfine et paraffine légère :

Ce sont des sous-produits de la distillation du pétrole qui s'évaporent à des températures élevées. Ces vapeurs peuvent avoir des effets très nocifs car elles sont facilement absorbées par les tissus humains.[7]

II.5 Paramètres de mesure de la pollution des eaux huileuses :

L'estimation du taux de pollution est un problème complexe et délicat. Elle nécessite des tests, dosages et appareils servant à caractériser de manière globale le niveau de pollution présent dans l'eau.

II.5.1. Paramètres organoleptiques :

a. La couleur :

La couleur des eaux de production est généralement marron sombre qui tend vers le noir, signe de présence des hydrocarbures libres et en émulsion ainsi que des matières colloïdale en suspension.

b. L'odeur :

Toute odeur est signe de pollution due à la présence de matières organiques en décomposition.

II.5.2. Paramètres physiques :

Les paramètres physiques sont les plus importants et on distingue :

a. Température : La température joue un rôle très important dans les réactions chimiques et influe remarquablement sur la viscosité de l'effluent

b. Turbidité :

La turbidité est le non transparence de l'eau qui traduit la présence des matières en suspension, soit la teneur de l'eau en matières insolubles (particules solides, colloïdes, microalgues). La turbidité influe sur la température de l'eau, du fait qu'un liquide foncé absorbe la chaleur mieux qu'un liquide claire, et diminue la pénétration des ultra-violetts qui jouent un rôle important au tant que limiteur de développement de la flore.

c. Matière en suspension (MES) :

La présence de MES dans l'eau pose une série de problèmes importants. Ce sont les particules stables dans l'eau, exprimées en mg/l, qui provoquent des colmatages (le cas des pompes et des crépines) par dépôt et sédimentation à long terme et empêche même les huiles libres à remonter jusqu'à la surface libre de l'effluent. [4]

d. Hydrocarbures (HC) :

Ces composés C_x H_y ont pour propriétés d'être apolaires ou peu apolaires, d'avoir une solubilité variable dans l'eau, et d'être plus au moins réactifs vis-à-vis de l'acide sulfurique. L'hydrocarbure peut être présent dans l'eau sous plusieurs formes, il exige des traitements différents et son élimination est très complexe.

e. Demande chimique en oxygène (DCO) :

C'est la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder les matières organiques y compris les matières biodégradables et non biodégradables par voie chimique. Vu la simplicité de mesure de la DCO et sa précision, il s'est avéré nécessaire des corrélations entre la DBO₅ et la DCO ainsi le rapport DCO /DBO₅ des eaux usées urbaines est proche de 2 le rapport DCO/DBO₅ des effluents domestiques est de 1,9 à 2,5.

f. Demande biochimique en oxygène (DBO₅) :

La dégradation des charges organiques polluantes sous l'action des micro-organismes exige une quantité d'oxygène appelée DBO que l'on exprime en mg/L d'O₂ en 5 jours, à 20°C. Il faut remarquer que dans un milieu fortement pollué par une faible valeur de la DBO₅ peut être liée à la présence d'éléments toxiques inhibiteurs des micro-organismes. [3]

II.6 Traitement des eaux huileuses

II.6.1 Coagulation-Floculation

Les particules colloïdales, à dimension inférieure au µm, connaissent dans les eaux naturelles une grande stabilité. Elles ne peuvent pas sédimenter à cause de leur faible vitesse de chute.

CHAPITRE I : TRAITEMENT DES EAUX HUILEUSES PAR COAGULATION-FLOCCULATION

Cette stabilité peut s'expliquer par la théorie de la double couche ionique. En effet, la particule colloïdale acquiert dans les eaux, sa charge primaire avant que les ions voisins, de signe opposé, la rejoignent pour y adhérer de sorte que, ceux qui sont les plus proches forment autour d'elle une gaine ou une sorte d'écran protecteur. La concentration de ces ions diminue rapidement en s'éloignant de la particule. Il en résulte ainsi la formation d'une couche fixe adhérente à la surface et d'une couche diffuse formant un nuage d'ions.

Cet ensemble stable (particule + double couche ionique) crée le potentiel Zêta lequel est d'une grande importance dans le domaine du traitement des eaux. Il détermine la mobilité électrophorétique de la particule et théoriquement, l'annulation du potentiel Zêta correspond à l'optimale de la coagulation – floculation.

La coagulation- floculation brise la stabilité attribuée aux colloïdes par introduction d'un réactif chimique appelé coagulant et apprête les particules déstabilisées à la floculation.

Cette dernière facilite l'agglomération des particules et est réalisée par l'intermédiaire du mouvement Brownien (floculation péricinétique) puis de l'agitation mécanique extérieure (floculation orthocinétique).

Du point de vue de la mise en œuvre de la coagulation- floculation, deux paramètres nécessitent une attention particulière lors du dimensionnement d'un traitement de coagulation-floculation : les quantités de réactifs à ajouter et les conditions d'agitation du milieu réactionnel.

Ces valeurs sont déterminées en fonction de l'eau à traiter. Et dans ce domaine, il n'exi Les mécanismes intervenant dans un tel processus sont d'une grande complexité. Ils nécessitent pour leur compréhension une connaissance approfondie de la structure des composés à éliminer ainsi que les propriétés et le mode d'action du coagulant utilisé. [8]

a. coagulation

La coagulation représente la première étape du processus physico-chimique. Elle consiste essentiellement en la favorisation du rapprochement des particules dans le but de leur agglomération. Ce processus se fait en déstabilisant la dispersion colloïdale et en formant des floccs pouvant se décanter ou se filtrer. Les colloïdes possèdent une charge de surface caractérisée par le potentiel zêta majoritairement négatif, et par conséquent les répulsions électrostatiques favorisent la stabilité du système colloïdale. Le colloïde est entouré d'une double couche :

- Une couche fixe (couche de Stern) où seuls les ions adsorbés peuvent pénétrer ;
- Une couche diffuse (couche de Gouy-Chapman) influencée par la force ionique de la solution.

La stabilité de la suspension colloïdale est influencée par deux types de forces. Les forces de répulsions liées aux charges superficielles des colloïdes et les forces d'attractions liées à la surface

spécifique et à la masse des colloïdes. Le rapprochement et l'agglomération des particules sont favorisés ou non suivant la résultante de ces forces.

Un système colloïdal est stable si la force de répulsion des colloïdes est supérieure à la force d'attraction. Le coagulant a donc pour rôle la déstabilisation de la suspension colloïdale en pénétrant la double couche pour s'adsorber dans la couche fixe.

La coagulation se fait donc par l'ajout de produits chimiques (sels minéraux) qui ont pour effet l'augmentation du potentiel zêta des particules (initialement négatif), ainsi que la force ionique du milieu, favorisant la compression de la double couche. Par conséquent, la force de répulsion s'abaisse, ce qui donne la chance aux particules colloïdales de s'agréger.[6]

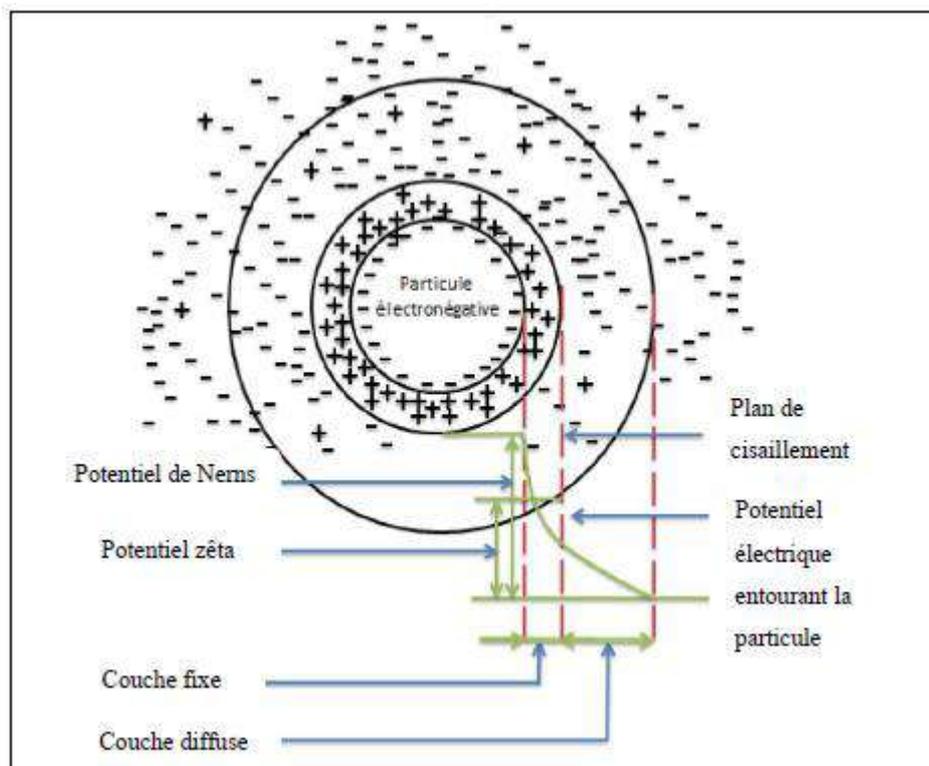


Figure I. 2: Schématisation de la double couche d'une particule colloïdale

➤ **Facteurs influençant la coagulation**

Plusieurs facteurs influent sur la coagulation. Certains sont liés à la nature de l'eau (pH, température, MES...), d'autres au traitement (dose du coagulant, mode d'injection...).

• **pH**

Le pH est la variable la plus importante à prendre en compte dans le processus de coagulation. Pour avoir donc une bonne coagulation, il faut choisir un pH tel qu'il soit inclus dans la plage

du pH optimal. Cette dernière est fonction de la composition de l'eau à traiter, le coagulant utilisé...etc.

- **La température :**

La température est un paramètre, qui en changeant, peut faire varier la viscosité du fluide, et par conséquent il peut y avoir des difficultés de décantation des floccs en diminuant la taille de ces dernier. Elle peut aussi changer la plage du pH optimal.

- **Le choix du coagulant :**

Les caractéristiques de la coagulation sont influencées par le choix du coagulant utilisé, ce choix dépend des caractéristiques de l'eau à traiter. Le choix du coagulant et la détermination de la dose optimale ne peuvent avoir lieu qu'après essais au laboratoire vu la complexité du phénomène.

- **L'agitation :**

Le processus de coagulation flocculation se fait généralement en deux étapes :

- Une agitation forte qui permet la mise en contact du coagulant et de l'eau à traiter;
- Une agitation lente qui permet la croissance des floccs.

L'énergie d'agitation influe sur la coagulation et la flocculation, il faut choisir donc des vitesses d'agitation convenables pour le bon déroulement du processus, et éviter la désagrégation des floccs. [7]

b- Flocculation :

La flocculation vient en second lieu pour l'agrégation des particules déjà déstabilisées et la formation des floccs de tailles plus importantes engendrant une diminution des particules en suspension. La flocculation est provoquée par deux mécanismes qui sont :

- **Flocculation péricinitique (le mouvement Brownien)**

Cette flocculation intervient sur les colloïdes, elle est liée au mouvement Brownien qui correspond au déplacement désordonné des colloïdes.

L'effet du mouvement Brownien sur le mouvement des particules diminue avec l'augmentation progressive de la taille des particules.

- **Flocculation ortho-cinétique**

Elle permet d'obtenir des floccs volumineux, l'écoulement du fluide donne un gradient de vitesse qui permet de mettre en contact des particules se déplaçant à des différentes vitesses. [9]

c. Cas particulier des émulsions

Les conditions de floculation des émulsions d'hydrocarbures ou d'huiles dépendent de la nature de celles-ci :

- **émulsions mécaniques**

Relativement instables et caractérisées, après pré-décantation statique d'une heure, par une taille des colloïdes d'une dizaine à une centaine de microns;

- **émulsions chimiques**

Relativement stables en raison soit de la nature des hydrocarbures (asphaltées, naphènes), soit de la coprésence d'agents dispersants (sels alcalins, détergents...). Elles sont caractérisables, après pré-décantation statique d'une heure, par une taille des colloïdes de 0,1 micron (microémulsions) à une dizaine de microns et une concentration en hydrocarbures très variable, entre 100 mg/L (effluents de complexes pétrochimiques) et 50 g/L (fluides aqueux de coupe).

Le processus de coagulation de ces émulsions comporte, comme pour les colloïdes, une neutralisation du potentiel zêta, mais ensuite les mécanismes de coalescence des gouttelettes peuvent être prédominants.

Dans le cas d'émulsions mécaniques, leur traitement peut comporter une déstabilisation ou coagulation partielle par coagulant organique directement suivie d'une filtration ou d'une flottation.

Le traitement des émulsions chimiques doit comporter une coagulation complète suivie d'une floculation et d'une séparation par flottation à l'air dissous.

Conclusion :

La coagulation- floculation par des sels d'aluminium ou de fer permet l'élimination de nombreux composés minéraux et organiques, à l'état dissous ou dispersé.

De nombreuses recherches ont été entreprises en vue d'éliminer cette charge organique au cours des opérations de traitement. Parmi ces travaux, certains ont trait à la recherche de l'optimisation de la coagulation- floculation de la matière organique. Cette optimisation est basée sur l'étude de l'influence de paramètres réactionnels tels que le pH, la dose et le type de coagulant.

ste pas de règle ou de formule de dimensionnement, ces valeurs ne peuvent être déterminées que de façon empirique, par tâtonnements et par des essais sur échantillons en laboratoire. La détermination de ces grandeurs en laboratoire est réalisée par ce qu'on appelle le Jar -Test.

Le choix des coagulants et/ou flocculant est très large et son influence est grande sur les procédés envisagés pour effectuer la séparation (sédimentation, flottation, filtration) et pour limiter la quantité des boues produites. Des coagulants flocculant minéraux et organiques sont disponibles. La connaissance de leur chimie, leur structure et des mécanismes d'interaction avec les minéraux sont nécessaires afin d'optimiser les procédés.

CHAPITRE II :

STATION DE DESHUILAGE CHAMP HAUD BERKAOUI

II. Introduction

La Direction Régionale de Haoud Berkaoui représente l'une des principales zones de production d'hydrocarbures du Sahara algérien ; elle se situe à une trentaine de kilomètres au sud-ouest de la wilaya d'Ouargla. Le développement important de l'activité industrielle a conduit à un accroissement démographique, qui génère une production importante d'eaux usées [10].

II.1 Présentation générale de la région de HBK

Les études géologiques réalisées à Ouargla ont permis de connaître l'existence de trois importantes structures appelées Haoud Berkaoui(HBK), Benkahla(BKH) et Guellala (GLA).

En mars 1965, un gisement d'huile fut localisé dans la série inférieure, Trias Argilo Graiseux (TAG), plus exactement à Haoud Berkaoui, par la compagnie CFP (compagnie française de Pétrole). Le champ de GLA a été découvert et mis en production par SONATRACH en 1971.

En 1967 le champ de Haoud Berkaoui commence à produire, ayant atteint en septembre de la même année une production de 3684 m³ /jour.

La région de Haoud Berkaoui d'une superficie de 1600 km² avec une production cumulée depuis l'origine(1967) est de 97 million m³ pour des réserves globales en place de 472 million m³, est parmi l'une des principales zones de production du bassin de Oued Maya qui se situe au Nord du Sahara Algérien.

La région de Haoud Berkaoui est située à 772 Km environ au sud-est d'Alger, à 100 Km Ouest de Hassi Messaoud et à 30 Km sud-ouest d'Ouargla.

A ce jour elle a exploité 159 puits répartis sur l'ensemble des champs dont

- 04 puits producteurs d'huile(PPH) dont : 73 puits en gas- lift et 31 éruptif.
- 27 puits production d'eau(PPE).
- 28 puits réinjection d'eau, pour le maintien de pression.

Les activités principales de la région (HBK) se résument essentiellement en

- Centres de production et traitement du brut.
- Unité de récupération des gaz torchés avec production de : Gaz -lift, GPL, condensat et gaz de vente.
- Stations de réinjection d'eau [11]

II.2 Présentation de la station de déshuilage du champ de Haoud Berkaoui :

II.2.1 Station de déshuilage du champ Haoud Berkaoui

La station de déshuilages du champ de Haoud Berkaoui (Figure II.1) garantis la récupération des hydrocarbures et la production d'eau de réinjection,

CHAPITRE II : STATION DE DESHUILAGE CHAMP HAOD BERKAOUI

dont les seuils des valeurs des caractéristiques doivent être en dessous de 5 mg/L pour la teneur en hydrocarbures, de 30 mg/L pour les matières en suspension (MES) et un pH variant entre 6.9 et 7.5[12].

II.2.2 Protection de l'environnement à Haoud Berkaoui

Dans le cadre des objectifs fixés par le groupe SONATRACH en matière de protection de l'environnement, la Direction de Haoud-Berkaoui a réalisé trois (3) stations de déshuilage pour les principaux champs de Haoud-Berkaoui(HBK), Guellala(GLA) et Benkahla(BKH).

Les trois stations d'une capacité de traitement (4800 m³/j) sont en service depuis septembre 2000. Le projet consiste à récupérer toutes les eaux huileuses de rejets industriels des champs précités et de les traiter de manière à ramener le taux d'hydrocarbures à un niveau inférieur à 5 g/t et les MES inférieures à 25g/t -La capacité de traitement de la station de Haoud Berkaoui est de 100 m³/h.



Figure II.1 : Station de déshuilage du champ de Haoud Berkaoui.

II.2.3 Schéma du procédé de traitement

Le schéma de traitement employé au niveau de la station présentée sur la figure (II.2) montre que l'élimination des hydrocarbures et des matières en suspension (MES) est effectuée par des méthodes purement physicochimique au niveau de la cuve CPI. Les particules fines sont séparées par coagulation et floculation.

L'huile surnageant est récupérée par le déshuileur à disques rotatifs MS-126 à 5m³/h et 4 bars puis envoyée vers la cuve d'huile S-108 par les pompes p-104 A/B à raison de 100 m³ /h. Les matières

CHAPITRE II : STATION DE DESHUILAGE CHAMP HAUD BERKAOUI

solides régénérées sous forme de boues sont déshydratées puis enterrées dans des tranchées de décharge de boues imperméables [11].

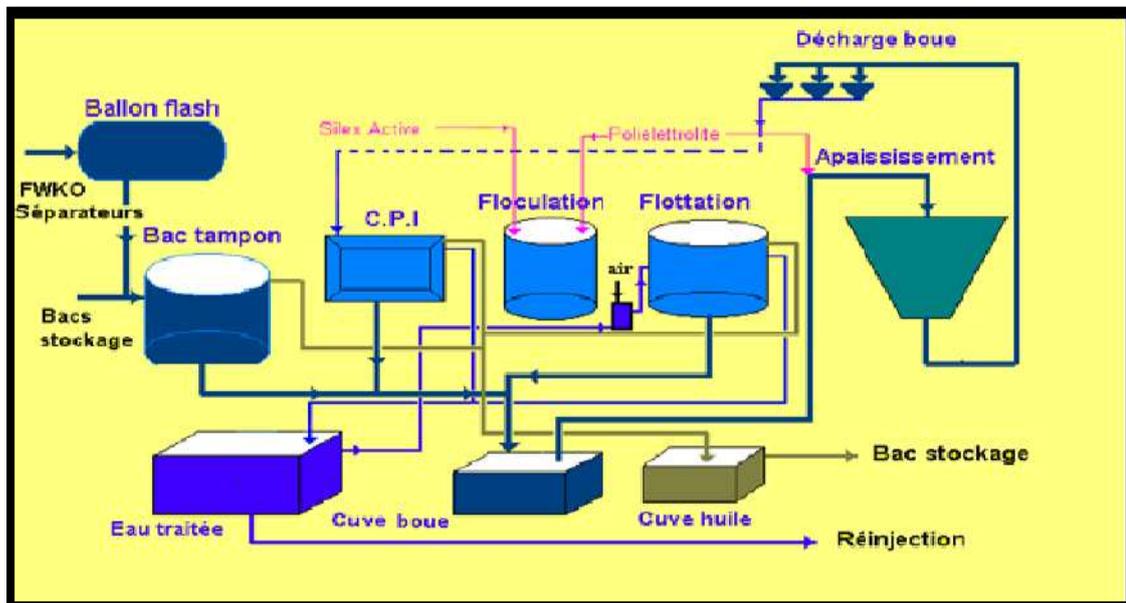


Figure (II.2) : Schéma représentatif d'une station de déshuilage.

CHAPITRE II : STATION DE DESHUILAGE CHAMP HAUD BERKAOUI

Tableau II.1 : Caractéristiques de la station de déshuilage

	Actuel	Design	Observation
Capacité nominale de traitement	20 m3/h	60 m3/h	
Teneur en hydrocarbures	1,5 % vol	5 'Vo vol.	
Quantité d'huile récupérée	8 m3/l	3 m3/h	
Densité de l'huile récupérée	0,81 g/cm3	0,81 g/cm3	
Quantité d'eau réinjectée	0 m3/11	57 m3/ h	prévue dans la 2 ème phase
Teneur résiduelle en hydrocarbures	/	< 10 mg/1	
Teneur en MES	/	< 30 mg/1	
Salinité	200 g/l	/	
PH	5,5	/	
Quantité de boues produites	/	0,6 m3/j	

Tableau II.2 : Valeurs limites maximales des paramètres de rejet des installations de déversement industrielles selon les normes algériennes en vigueur :

Paramètres	Unités	Valeurs maximales
Température	°C	30
PH	/	5.5 à 8.5
MES	mg/l	30
DBO5	mg/l	40
DCO	mg/l	120
Hydrocarbures	mg/l	20
Huiles et Graisses	mg/l	20

II.2.4 Définition et fonctionnement des Equipements

a. Ballon de flash

Ce séparateur horizontal d'une capacité de 40 m³/h recevra les eaux de purge du séparateur FWKO (Free Water Knock Out) de GLA-02 et des séparateurs d'huile HP-MP-BP. Les eaux huileuses dégazées à la pression d'un bar seront dirigées par gravité vers le bac tampon S-201 et (ou) le CPI S-202. Le gaz dégagé sera brûlé à la torche MS-217 distante d'environ 200 m des installations.

Les purges des ballons séparateurs Del 'usine UTG (V-401, V-402, V-404 et V-303) sont réorientées vers les séparateurs d'huile HP ou MP. La purge du ballon vide vite V-751 est fermée vers le ballon Flash



Figure II.3 : Ballons de flache

b. Bac tampon

Le bac tampon d'une capacité de 200 m³/11 et d'un diamètre de 7,5 m reçoit les effluents du ballon de flash R-201 et de la cuve de relevage S-209. Un racleur de boues MS-201 collecte les boues à envoyer vers la cuve à boues S-207 à travers la vanne automatique XV-201 réglée à s'ouvrir chaque huit heures pendant huit secondes. L'huile surnageante est récupérée par le déshuileur à disques rotatifs (Discoil-1) MS-208 à 5 m³/h et 4 bars puis envoyée vers la cuve d'huile S-208. En cas d'indisponibilité du Discoil, une conduite 2" a été réalisée pour récupérer l'huile en gravitaire comme le montrent les photos ci-dessous.



Figure II.4: Bac tampon

c. Cuve de floculation

La cuve de floculation S-203 d'une capacité de 15 m³ reçoit l'effluent du CPI S-202 auquel sont additionnés deux agents chimiques de floculation, la silice activée et un polyélectrolite (Kure fix), le premier à l'entrée S-203 (ou sortie CPI) et le deuxième à la sortie du flocculateur. Ces deux agents chimiques sont fournis par les skids de préparation et de dosage chimique MS-212 et MS-213 pour augmenter le pouvoir de traitement du flottateur S-204.

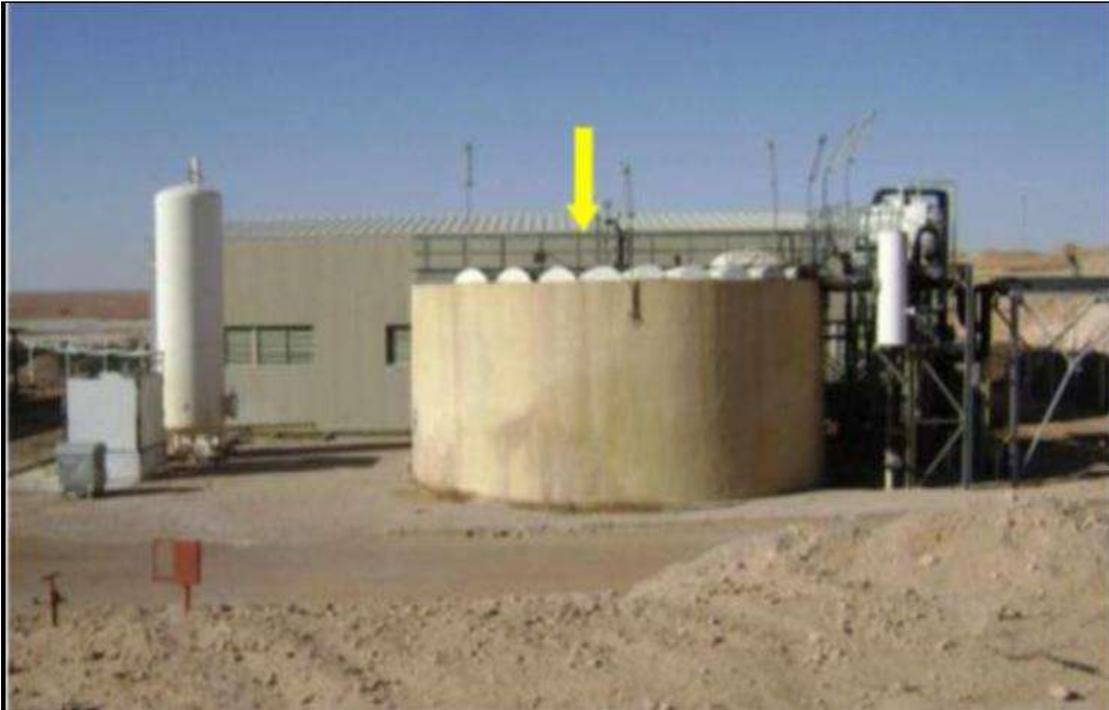


Figure II.5 : Cuve de floculation

d. Cuve de flottation

Cuve d'une capacité de 75 m³/h et de 5 m de diamètre. Le fluide arrivé du flocculateur subit un traitement physique avec saturation par air comprimé (une partie d'eau traitée est recyclée à travers un saturateur d'air). Cette eau libère les bulles d'air qui en remontant en surface entraînent les Matières légères agglomérées sous formes de mousses, ensuite raclées en surface et déversées dans une cuve à boue à travers la vanne automatique XV-103. Les floccs décantés sont raclés Et dirigés vers la cuve à boues. L'eau traitée est envoyée vers la cuve d'eau traitée



Figure II.6 : Cuve de flottation

e. Cuve d'eau traitée

La cuve S-206 a une capacité de 34 m³ et elle est de dimensions 2,5 x 5,5 x 2,5 in. Elle se compose de deux compartiments, chaque compartiment est muni de deux pompes. Les P- 201A/B refoulent l'eau traitée à 60 m³/h et 15 bars vers la station d'injection d'eau (2^{ème} phase) ou vers le borbier provisoire dans le cas où l'écoulement par le trop plein ne le permet pas. Les P-202A/B recyclent une partie de l'eau traitée vers le ballon de saturation à air R-203 à 30 m³/h et 5 bars, pour être mélangée au fluide sortant de la cuve de floculation S-203, ceci favorise la montée en surface des petits flocons et colloïdes.

Par suite de saturation des borbiers provisoire et imperméable, une conduite 3"1/2 Vam a été réalisée pour évacuer l'eau traitée vers le nouveau borbier. Cette ligne est piquée sur la conduite 6" de refoulement des pompes P-201A/B. Les vannes 6" vers la station d'injection d'eau et vers le borbier provisoire étant fermées et la vanne 3" ouverte comme le montrent les photos suivantes :



Figure II.7 : Cuve d'eau traitée

f. Cuve à boues

D'une capacité de 8 m³ et de dimensions 2 x 2,75 x 1,5 m. Elle est alimentée à partir des vannes automatiques XV-201, XV-202 et XV-203 respectivement des fonds des S-201, S-202 et S-204. Ces boues hydratées sont pompées par les P-203A/B à 10 m³/h et 1,5 bars vers l'épaississeur de boues S-205.

g. Cuve d'huile

D'une capacité de 11 m³ et de dimensions 2 x 2,75 x 2 m, cette cuve est alimentée par les Discoils MS-208 et MS-209 respectivement du bac tampon S-201 et du CPI S-202. L'huile récupérée est recyclée par les pompes P-204A/B à 10 m³/h et à la pression de 2 bars à l'entrée des séparateurs BP sous l'action automatique des interrupteurs de niveau LSHL-209/210.

h. Cuve d'épaississement de boues

Les boues issues des différentes cuves sont rassemblées dans la cuve S-207 puis pompées par les P-203A/B à 10 m³/h et 1,5 bar vers l'épaississeur de boue S-205 dans lequel le racleur MS-205 assure l'homogénéité de la concentration des boues à envoyer vers la centrifugeuse MS-210 par les pompes Monix P-205A/B à 6 m³/h et 2,5 bars pour être déshydratées.

i. Centrifugeuse

Les boues auxquelles est mélangé le polyélectrolite (kurifix) au refoulement des pompes à vis P-205A/B, sont déshydratées à la centrifugeuse puis récupérées par la pelleuse à 4 m³/h et envoyées à l'extérieur du hangar H-201 pour être ensuite enlevées par une pelle mécanique et enterrées dans des tranchées imperméables S-21 1 A/B/C spécialement construites à cet effet

j. Station de préparation et de dosage de la silice activée

Elle assure la dilution, le mélange, la préparation et le dosage pour une autonomie de deux heures. L'automate est actionné par l'alarme bas niveau de la cuve tampon pour reprendre une nouvelle préparation automatique. L'acide sulfurique et le silicate de sodium sont dilués séparément dans les cuves S-212/1 et S-212/2. Ensuite les deux produits sont dirigés vers la cuve S-212/3 qui se compose de trois compartiments reliés entre eux par des siphons :

- Cuve de réaction
- Cuve de maturation
- Cuve tampon

Trois agitateurs MS-218, 219, 220 assurent le mélange et la circulation du compartiment de réaction vers celui de maturation puis de tampon. La silice activée dosée (SAC) est pompée à un débit maxi de 360 l/h vers la cuve de floculation S-203 (sortie CPI).

k. Station de préparation et de dosage du polyélectrolyte :

Le polyélectrolyte Kurifix est fourni en poudre dans des sacs de 15 kg, il est versé dans une trémie de 50 l de capacité, puis à l'aide d'une pelleuse de dosage il est envoyé dans une cruche de dilution, ensuite dans le premier compartiment de réaction, il passe dans le compartiment de maturation et enfin dans la cuve tampon au moyen d'agitateurs MS- 221/222/223. Deux pompes P-212/213 assurent le dosage du polyélectrolyte préparé, à un débit de 271 l/h maxi vers la sortie du floculateur S-203 et le mélangeur de boues en amont de la centrifugeuse MS-210 lorsque celle-ci est en service [12]

Conclusion :

Le fonctionnement des stations d'épuration nécessite une optimisation périodique afin de gérer les fortes consommations des réactifs (coagulant, flocculant) utilisés au cours du traitement chimique des effluents. Cette optimisation a pour but de satisfaire les normes de rejet et de minimiser les quantités des réactifs consommés. C'est pour cela, on va utiliser la méthodologie des plans d'expériences définie dans le chapitre suivant afin d'optimiser les conditions opératoires de la station de déshuilage de Haoued Berkaoui.

Chapitre III :

GENERALTE SUR LES PLANS D'EXPERIENCES

I- Introduction

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries. Dans ce chapitre, on va présenter une généralité sur ces plans.

II-Plan d'expériences

Un plan d'expériences est une méthode pour planifier ou organiser les expériences scientifiques et industrielles dans le but de retirer l'information correspondant à l'objectif fixé préalablement.

Les plans d'expériences permettent une diminution considérable du nombre d'essais et une interprétation rapide et sans équivoque. Ils fournissent des résultats faciles à présenter à des non spécialistes. En plus, ces plans permettent de :

- étudier un grand nombre des variables.
- détecter les interactions entre ces variables.
- détecter les zones optimales du domaine d'étude.
- obtenir un modèle expérimental du phénomène.
- obtenir une meilleure précision.

II.1 Vocabulaire des plans d'expériences

a. Réponses

Une réponse expérimentale est une manifestation mesurable que l'on observe lorsque l'on fait varier les variables étudiés. Un phénomène peut éventuellement se décrire par plusieurs réponses expérimentales.

b. Facteurs

Les causes, supposées ou certaines, qui provoquent le phénomène sont les facteurs. Un facteur peut être une variable qualitative ou quantitative, continue ou discontinue, contrôlable et non contrôlable.

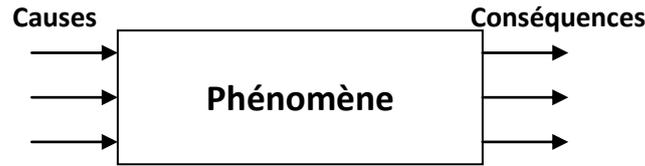


Figure III.1 Schéma représentant les facteurs et les réponses

c. Traitements de combinaison

Le traitement de combinaison est la combinaison des paramètres de plusieurs facteurs dans un essai expérimental [16]. Chaque variable est fixée à une valeur appelée *modalité* pour les facteurs qualitatifs et les facteurs quantitatifs. Parfois, on utilise le terme *variante* pour les facteurs qualitatifs et *niveau* pour les facteurs quantitatifs [17].

d. Domaine expérimental et domaine d'étude [19]

Une interprétation géométrique nous permettra de mieux comprendre la construction des plans d'expériences et de mieux interpréter les résultats. Lorsqu'il y a n facteurs, il faut raisonner dans des espaces à n dimensions. Pour fixer les idées, on prend l'exemple de deux facteurs x et y à deux niveaux (+) et (-). Le domaine expérimental est le plan $x.y$ dans lequel toutes les x et toutes les y sont possibles. Mais, en général, un expérimentateur limite les variations des facteurs étudiés. On appelle domaine d'étude tous les points de la surface délimitée par les niveaux bas et haut de chaque facteur (surface en tramé bleu de la figure II.2).

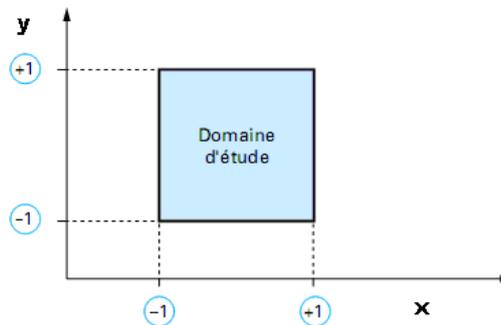


Figure III.2 : Définition du domaine d'étude

CHAPITRE III : GENERALTE SUR LES PLANS D'EXPERIENCES

e. Niveaux codés des facteurs [16]

En transformant l'échelle de mesure pour un facteur, donc la valeur haute devient +1 et la valeur devient -1. Le codage est une transformation linéaire et simple de l'origine de l'échelle de mesure. Si la valeur haute dans l'échelle originale est X_h et la valeur basse est X_b , alors la transformation de l'échelle prend une valeur originale quelconque X et la convertie en $(X-a)/b$, où $a = (X_h + X_b)/2$ et $b = (X_h - X_b)/2$.

Pour faire le retour à l'échelle de mesure originale, seulement on prend la valeur codée et on la multiplie par b et on ajoute ou $X = b(\text{valeur codée}) + a$

f. Effet d'un facteur [15]

L'effet d'un facteur x correspond à la variation de la réponse y lorsque x passe d'un niveau à autre. Graphiquement, plus l'inclinaison est forte, plus l'effet est important.

L'effet global d'un facteur à deux niveaux représente l'influence du facteur sur la réponse quand il passe du niveau -1 au niveau +1.

L'effet moyen d'un facteur représente l'influence du facteur sur la réponse quand il passe du niveau moyen 0 au niveau +1 ou du niveau -1 au niveau 0.

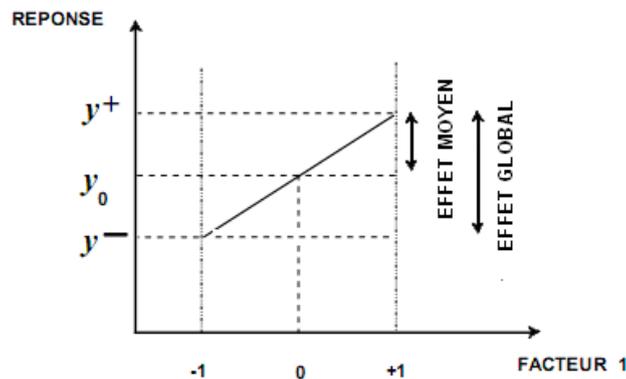


Figure III.3 : Effets d'un facteur.

g. Notion de l'effet significatif [20]

Nous utilisons ce terme dans le sens restreint de signification statistique. En d'autres mot, si un effet «significatif», il y a une forte probabilité (95%, 99%, 99,9%) que l'effet est

CHAPITRE III : GENERALTE SUR LES PLANS D'EXPERIENCES

«réelle» - qui est différente de zéro. Toutefois, il doit être prudent de ne pas confondre statistiquement "significatif" par "important". Un effet significatif peut être encore faible. On évalue le seuil de signification de ces résultats au moyen d'une analyse statistique.

i. Modèle mathématique

C'est une relation mathématique qui montre le changement dans une réponse produit par le changement d'un ou plusieurs facteurs. [16] Après modéliser la réponse par un modèle mathématique est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences.

Régression

Une analyse de régression génère une équation pour décrire la relation statistique entre un ou plusieurs prédicteurs et la variable de réponse, ainsi que pour prévoir de nouvelles observations. En règle générale, la régression linéaire utilise la méthode d'estimation par les moindres carrés, qui détermine l'équation en réduisant la somme des valeurs résiduelles mises au carré.

La régression linéaire simple

Elle examine la relation linéaire entre deux variables continues : une réponse (Y) et un prédicteur (X). Lorsqu'il existe une relation entre les deux variables, il est possible de prévoir une valeur de réponse à partir de la valeur du prédicteur avec une précision améliorée.

La régression fournit la droite qui s'ajuste le mieux aux données. Cette droite peut être utilisée pour :

- Examiner la façon dont la variable de réponse évolue lorsque la variable de prédiction varie.
- Prédire la valeur d'une variable de réponse (Y) pour n'importe quelle variable de prédiction (X).

Régression linéaire multiple

Elle examine les relations linéaires entre une réponse continue et deux prédicteurs ou plus.

Si le nombre des prédicteurs est important, avant d'ajuster un modèle de régression avec tous les prédicteurs, vous devez utiliser la régression pas à pas ou celle sur les meilleurs

CHAPITRE III : GENERALTE SUR LES PLANS D'EXPERIENCES

sous-ensembles pour sélectionner le modèle en éliminant les prédicteurs non associés aux réponses

Régression quadratique

La *régression quadratique* est l'équation quadratique d'une parabole formée à partir d'un nuage de points statistique.

Comme pour une régression linéaire, on forme une équation affine $y = a x + b$; ici on forme une equation quadratique de la forme:

$$y = a x^2 + b x + c.$$

Valeur de P

Dans la régression, une **valeur** limite de 0,05 est souvent utilisée. Autrement dit, si la **valeur de p** est inférieure à 0,05, on accepte le terme. **Minitab** affiche automatiquement les **valeurs de p** pour la plupart des tests d'hypothèses R^2

Toutes les données contiennent une part de variabilité naturelle inexplicable. Malheureusement, le R^2 ne prend pas en compte ce plafond naturel. Chercher à atteindre une valeur élevée de R^2 à tout prix peut pousser à inclure trop de prédicteurs pour tenter d'expliquer l'inexplicable.

Vous pouvez obtenir une valeur de R^2 , plus élevée mais au prix de résultats trompeurs, d'une précision et d'une capacité à prévoir détériorées.

Les R^2 ajusté et prévu fournissent des informations qui vous aident à sélectionner le nombre de prédicteurs dans votre modèle :

- Utilisez le R^2 ajusté pour comparer les modèles avec un nombre de prédicteurs différents.
- Utilisez le R^2 prévu pour déterminer quelle est la capacité du modèle à prédire de nouvelles observations d'une part ; et s'il est inutilement compliqué avec des termes non pertinents d'autre part.

II.2 Principe des plans d'expériences

Le plan d'expériences (DOE) est une procédure efficace pour la planification des expériences en établissant un plan détaillé avant de faire l'expérience [16]. D'après la norme

CHAPITRE III : GENERALTE SUR LES PLANS D'EXPERIENCES

internationale ISO de 1985 : « le plan d'expérience ou plan expérimental est l'ensemble des modalités selon lesquelles un programme expérimental doit être réalisé et choix des variantes (niveaux) d'un ou de plusieurs facteurs, ou des combinaisons de facteurs, à introduire dans l'expérience »[18].

La méthode utilise des matrices pour fixer les valeurs des différents variables étudiées au cours des expérimentations. L'élément x_{ij} de cette matrice correspond au niveau que prend la $j^{\text{ème}}$ variable à la $i^{\text{ème}}$ expérience.[17]

Plusieurs seuils des facteurs sont changés au même temps à chaque expérience afin d'observer l'effet des changements sur la réponse d'intérêt. [17]

Tous les facteurs susceptibles d'avoir de l'influence sur le phénomène doivent être pris en compte, sinon les résultats risquent d'être faussés et donc inutilisables. Les facteurs, susceptibles d'avoir de l'influence sur le phénomène et dont la variation n'est pas étudiée, doivent être fixés à une valeur constante durant la totalité de l'expérimentation [17].

II.3 Différents types de plans d'expériences

Il existe plusieurs types de plans d'expériences qui permettent de s'adapter à la plupart des situations, on peut citer :

- les plans factoriels complets.
- les plans factoriels fractionnaires.
- les plans pour surfaces de réponses.

II.3.1 Plans factoriels complets à 2 niveaux [23]

Les plans factoriels complets en tant que plans d'expériences sont issus des travaux R.A.Fischer. Chaque facteur a 2 niveaux. On aura donc 2^k essais au total. Un plan factoriel permet d'estimer, non seulement les effets des facteurs, mais également toutes leurs interactions deux à deux, trois à trois,..., jusqu'à $A.B.C.D.E...$, qui fait intervenir les k facteurs de l'étude.

Les avantages des plans factoriels complets sont nombreux et nous n'en citerons que les principaux :

CHAPITRE III : GENERALTE SUR LES PLANS D'EXPERIENCES

- Comme chaque facteur ne prend que deux niveaux les essais sont faciles à contrôler et les risques d'erreurs sont minimisés.
- En les employant l'expérimentateur est sûr d'avoir la procédure expérimentale optimale puisque ces plans sont basés sur des matrices qu'il a été démontré que l'on ne pouvait pas faire mieux.
- La modélisation mathématique est immédiate.
- Les résultats obtenus avec un premier plan peuvent être utilisés en partie ou en totalité soit, pour explorer une zone du domaine expérimental soit, pour établir un modèle mathématique de degré plus élevé.

Le seul inconvénient de ces plans est qu'ils obligent rapidement à faire beaucoup d'essais. Par exemple, pour étudier simplement sept facteurs il faut réaliser 128 expériences. En effet, de nombreuses interactions sont nulles et certains facteurs sont sans influence. C'est pourquoi les plans factoriels fractionnaires ont été développés.

II.3.2 Plans fractionnaires à deux niveaux [23]

Les plans fractionnaires permettent de réduire la charge expérimentale en focalisant l'attention sur les effets les plus intéressants puisque en physico-chimie et comme dans d'autres domaines les interactions d'ordre 2 (du type A.B.C) et au-delà sont bien souvent négligeable.

Lorsque le nombre de facteurs augmente encore, la solution proposée par les plans fractionnaires, consiste à utiliser pour l'étude de k facteurs les matrices des effets des plans complets 2^{k-1} , ou 2^{k-2} , ..., ou 2^{k-p} . Les plans fractionnaires sont appelés pour cette raison plans 2^{k-p} .

L'inconvénient remarquable concernant les plans fractionnaires est la faiblesse dans l'hypothèse de linéarité des variables (la variation de la réponse est linéaire lorsque le facteur passe de niveau -1 au niveau +1). La modélisation mathématique n'est qu'une première approximation du modèle physique réel. Il faut passer à des plans contenant un plus grand nombre de niveaux par facteurs pour obtenir des modèles du second degré.

II.3.3 Les plans pour la surface de réponse

Les méthodes de surface de réponse sont utilisées pour examiner les relations entre une réponse et un ensemble de variables expérimentales quantitatives ou de facteurs. Elles sont souvent employées, après identification de quelques facteurs contrôlables "vitaux", pour

CHAPITRE III : GENERALTE SUR LES PLANS D'EXPERIENCES

rechercher les valeurs de facteurs qui optimisent la réponse. Les plans de surface de réponse sont choisis en général lorsque la présence d'une courbure est soupçonnée dans la surface de réponse.

*** Plans de Box-Behnken**

Le plan de Box-Behnken ne contient ni un plan factoriel complet ni un plan fractionnaire [16]. Ce plan comporte 3 niveaux par facteur. Le plus connu des plans de Box-Behnken est celui qui permet d'étudier trois facteurs. Ce plan comporte douze essais auxquels on peut ajouter un ou plusieurs points centraux [22].

Conclusion

Il existe plusieurs types de plans d'expériences. Le plan utilisé dans la partie expérimentale pour optimiser les conditions opératoires de la station de déshuilage de Haoud Berkaoui est le plan de Box-Behnken 3 facteurs en 15 essais

CHAPITRE IV :

MATERIEL ET METHODES

I Introduction

Pour pouvoir juger de la qualité de l'eau brute de la station de déshuilage de haoud Berkaoui et son degré de pollution avant et après traitement de coagulation floculation et adsorption, on fait appel à une série d'expériences et analyses d'écrites dans ce chapitre.

II.1 Appareillage et Matériels

II.1.1 Jar test

- La démarche à suivre dans les six béciers avec des agitateurs plongés dans chacun
- On branche l'appareil et on règle le temps sur 15 minutes et on vérifie que tous les Échantillons sont agités (80T/mn).
- On ajoute la floculation à différentes doses dans l'un des compartiments du plateau D'agitation
- On règle le temps à 10 mn on plonge rapidement les agitateurs au fond des Béciers et on règle à 30tr/mn.
- A la fin du temps prévu, l'agitation s'arrête automatiquement.
- On retire immédiatement les barreaux d'agitation avec la baguette de récupération si non le floculant décanté serait perturbé lorsque les béciers seront manipulés [10]



Figure IV.1 : Jar Test

II.1.2 Spectrophotomètre type DR/2000

L'analyse par cet instrument s'appuie sur le fait que toute solution colorée traversée par un faisceau de lumière laisse passer une fraction de lumière incidente ; la quantité de lumière absorbée est proportionnelle à la concentration du composé coloré recherché [11]



Figure IV.2: Spectrophotomètre DR 2000.

II.1.3 Unité d'extraction

- **Principe**

L'extraction liquide-liquide est une méthode basée sur la différence de solubilité d'un soluté dans deux phases non miscibles, on utilise habituellement un solvant organique.

- **Matériels nécessaires**

- Ampoules à décanter de 250ml.
- Fioles de 500ml.
- Entonnoir.
- Pipette.
- Spectrophotomètre DR2000. UV- Visible

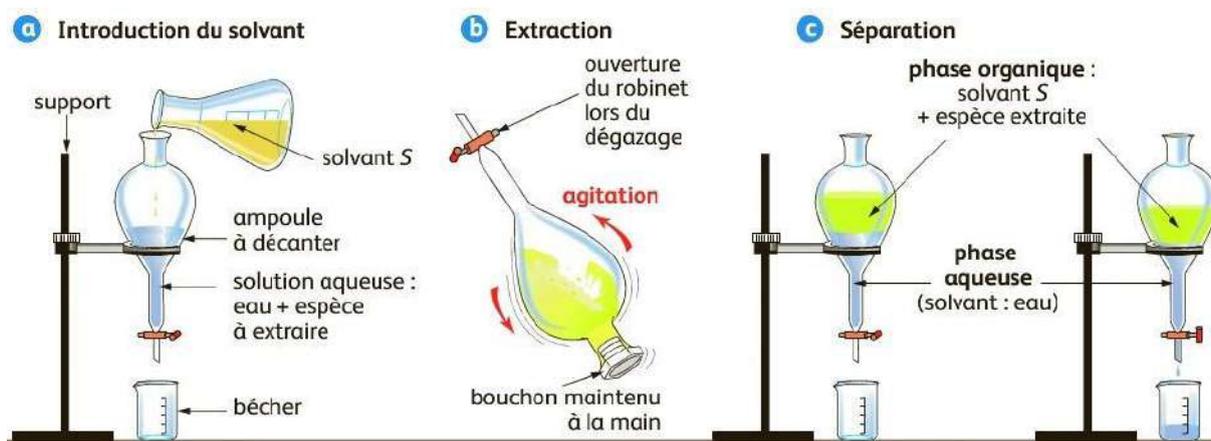


Figure IV.3 : Extraction liquide-liquide

II 1.4 pH-mètre type HANNA

Après avoir étalonné le pH-mètre, plonger l'électrode dans l'échantillon et attendre jusqu'à ce que la valeur du pH se stabilise.



Figure IV.4 : pH-mètre type HANNA

II.2 Produits chimiques

Les réactifs employés dans cette étude sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau IV.1: Listes des produits chimiques

Produits chimiques	Formules chimiques
Acide nitrique	HNO ₃
Hydroxyde de Sodium	NaOH
Silice activé	produit commercial
Kurifix	produit commercial
Solvant	n-Hexane

II.2.1 Détermination de la teneur des hydrocarbures

- La méthode consiste à extraire un volume d'échantillon dans 10% de son volume de n-Hexane, soit : 35ml de solvant pour 350 ml d'échantillon.
- - Prendre 100 ml d'échantillon, compléter avec l'eau distillée pour avoir 350 ml et ajouter 35ml de solvant n-Hexane dans une ampoule à décanter.
- Fermer et agiter l'ampoule pendant 2 minutes.
- Laisser le temps de séparation de 10 minutes.
- Placer un coton dans le robinet de décantation de l'ampoule et l'ouvrir doucement pour séparer la phase d extra dans un bécher
- Choisir la méthode 410 de DR2000 et régler la longueur d'onde à 450nm.
- Lire La valeur indiquée par le spectrophotomètre (* 3.5).

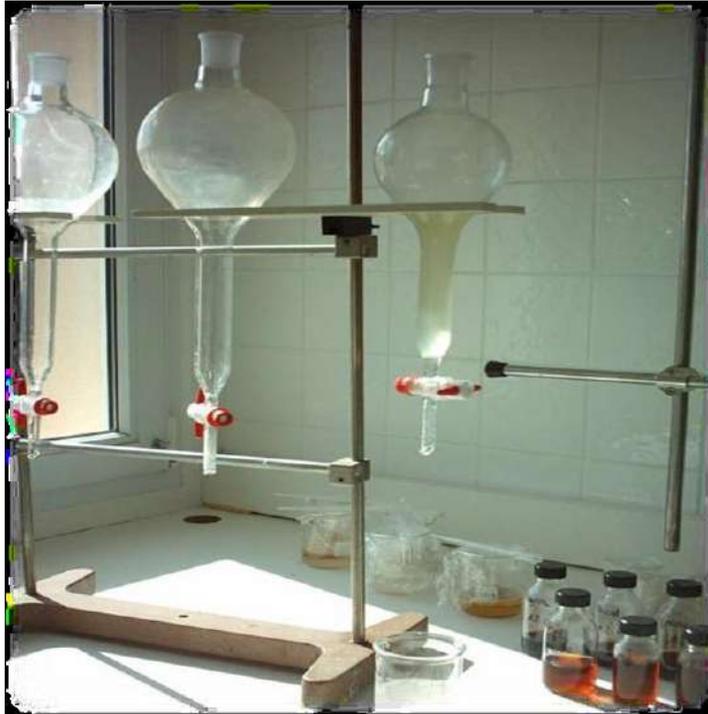


Figure IV.5 : Extraction des HC

II.2.2 Technique de coagulation, floculation et décantation

a. Préparation de silice activée

C'est la préparation avec une des deux solutions :

- Une solution de silicate de sodium (4%) pour un volume de 110 ml
- Une solution de l'acide sulfurique (1.2%) pour un volume de 43ml
- L'agitation doit entrer en continue pendant 30 mn pour obtenir une solution homogène de silice activé d'un $\text{pH} \geq 8$ (solution optimal).

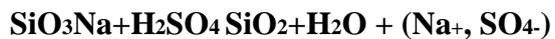


Figure IV.6 : Préparation de silice activée

b. Différentes concentrations de silice activée injectées

- Remplir 15 béchers de la floculation avec 500 ml d'eau prélevée de station HBK
- Régler la vitesse d'agitation à 80 tr/mn pendant 15minutes
- Ajouter des doses croissantes de silice activée
- Réduire la vitesse d'agitation à 30tr/mn pendant 10minutes,
- Ajouter de kurifix;
- Mésuser les paramètres suivants : pH, MES, turbidité et hydrocarbures



Figure IV.7 : Silice activé et Keryfix

II.3 Planification des expériences de la coagulation—floculation

La coagulation- floculation dépend généralement de plusieurs facteurs tels que : le temps de la coagulation, la vitesse du mélange, le temps de la floculation, le temps de sédimentation, le pH, la température, la turbidité des eaux brutes, etc...

Si on prend en considération seulement les facteurs les plus déterminants qui sont le pH des eaux brutes (pH init), le volume du coagulant (V_0 - coag) et le volume du floculan (V_0 - flocc) et en appliquant le plan d'expériences de Box- Behnken (3 facteurs/ 15 essais), la matrice expérimentale ainsi suivie pour étudier l'effet de ces trois paramètres sur le rendement de la station est donnée dans le tableau ci-après :

Tableau IV.2 : Effet de 3 paramètres opératoires sur le rendement de la coagulation floculation en 15 essais.

Ordre Essai	volume coagulant	volume floculant	pH init
1	-1	1	0
2	-1	0	1
3	0	1	1
4	1	0	-1
5	1	-1	0
6	0	-1	-1
7	0	-1	1
8	1	1	0
9	1	0	1
10	0	0	0
11	0	0	0
12	-1	0	-1
13	0	1	-1
14	-1	-1	0
15	0	0	0
-1	2 mL	1 mL	5
0	4 mL	2 mL	6.5
1	6 mL	3 mL	8
Unité	(%)	(%)	-

Les paramètres non étudiés sont mis constants durant toutes les expériences.

- V_i -coag : Vitesse coagulation = 80 tr/min.
- t – coag : temps coagulation = 15 min.
- V_i -floc : Vitesse floculation = 30 tr/min.
- t – floc : temps floculation = 10 min

Le rendement de la station est évalué à partir des paramètres suivants mesurés à la fin de chaque expérience : DCO, MES, Turbidité, hydrocarbures HC, pH, Conductivité.

II.4 Optimisation des paramètres opératoires de la coagulation—floculation

Après l'étape de la modélisation par les plans d'expériences, les paramètres opératoires de la coagulation-floculation seront optimisés à l'aide de l'outil Solveur. C'est un complément Microsoft Excel qu'on peut utiliser dans une feuille de calcul simple pour trouver une valeur optimale (maximale ou minimale) pour une formule mathématique (dans notre cas les modèle proposés par le plan d'expériences) en fonction de contraintes ou de limites appliquées sur les variables de la formule.(dans notre cas les niveaux ou les limites -1 et +1 des variables concernés dans chaque modèle)

Conclusion

Nous avons effectué les analyses physico-chimiques des eaux usées industrielles à l'entrée de la station de déshuilage HBK et après différents traitements proposés. Les résultats des expériences, la modélisation et l'optimisation des paramètres opératoires sont trouvés dans le chapitre expérimental suivant.

Chapitre v :

RESULTATS ET DISCUSSION

Introduction

La caractérisation des eaux brutes de la station de déshuilage et l'optimisation des expériences de jar test de la coagulation- floculation sont décrites dans cette partie expérimentale.

V.1 Caractérisation de l'eau brute

Les caractéristiques d'un échantillon d'eau usée prélevé à l'entrée de la station de déshuillage de Haoud Berkaoui sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau V.1: Caractérisation des eaux usées à l'entrée de la station de déshuilage de Haoud Berkaoui

Paramètres	Entrée station HBK
PH	6.65
Turbidité (NTU)	277
HC (ppm)	129,5
DCO (mg/l)	7100
MES (mg/l)	354

V.2 Expériences de la coagulation-floculation :

Afin d'optimiser le procédé de la coagulation floculation au niveau de la station, les expériences de la coagulation floculation planifiées par le plan d'expériences sont exécutées à l'aide du Jar-test. Ces expériences n'ont tenu compte que l'effet de trois paramètres opératoires (à savoir : volume du coagulant, du floculant et le pH initial) sur le rendement de la station.

D'autre coté, la DCO, MES, Turbidité, hydrocarbures HC, pH et la conductivité ont été les paramètres mesurés à la fin de chaque expérience.

Le logiciel utilisé dans la planification des expériences et la modélisation est le Minitab. Pour l'optimisation, l'outil utilisé est le complément « Solveur » dans la feuille de calcul de l'Excel.

V.2.1 Résultats observés :

Les conditions opératoires de la coagulation floculation des quinze expériences et leurs résultats sont regroupés dans le Tableau V.2.

Tableau V.2 Tableau des résultats obtenus

Ordes essai	Vo- coag (ml)	Vo - floc (ml)	pH init	DCO (mg/l)	MES (mg/l)	Turbidité (mg/l)	HC	pH final	Conductivité (μ s/cm)
1	2	3	6,5	2800	30	34	5,0	4,34	226000
2	2	2	8	7600	40	22	3,5	5,94	214000
3	4	3	8	3400	24	17	3,5	6,84	215600
4	6	2	5	3500	0	2	6,8	6,35	215000
5	6	1	6,5	5600	25	7	3,5	5,87	219000
6	4	1	5	2900	13	9	9,0	5,55	244000
7	4	1	8	10400	38	24	3,5	7,31	218500
8	6	3	6,5	3100	1	1	3,5	6,24	232000
9	6	2	8	5100	23	9	3,5	7,09	232000
10	4	2	6,5	3500	20	15	3,5	6,32	244000
11	4	2	6,5	3500	14	6	3,5	5,99	235000
12	2	2	6,5	3500	31	29	3,5	5,51	235000
13	4	2	5	3200	3	15	9,0	5,24	242000
14	2	1	6,5	7400	44	27	3,5	5,20	270000
15	4	2	6,5	3000	21	19	3,5	5,12	233000



Figure V 1 : Les béchers:(1.2.3.4.5.6)

Les figures de 1-10, représentent les résultats finaux des expériences effectuées.



Figure V 2 : Bécher (7)



Figure V 3 : Bécher (8)



Figure V 4 : Bécher (9)



*

Figure V 5 : Bécher(10)



Figure V 6 : Bécher(11)



Figure V 7 : Bécher(12)



Figure V 8 : Bécher(13)



Figure V 9 : Bécher(14)



Figure V 10 : Bécher(15)

- **Observation (01)** : Eau claire avec des floes nageas.
- **Observation (02)** : Une eau de couleur verte avec des précipités à fond.
- **Observation (03)** : Une eau de couleur verte avec des précipités à fond.
- **Observation (04)** : Eau proche avec des précipités marron.
- **Observation (05)** : Eau claire avec des précipités à le flond.
- **Observation (06)** : Eau moins turbide avec des floes nageant.
- **Observation (07)** : Une eau de couleur verte vers le sombre avec présence des sédiments.
- **Observation (08)** : Eau claire avec des précipités marron en petite quantité.
- **Observation (09)** : La couleur de l'eau a tendance à prendre une coloration verte avec des précipités de couleur vert foncé.
- **Observation (10)** : Eau proche de la clarté avec des précipités marron.
- **Observation (11)** : Eau claire avec des floes nageants.
- **Observation (12)** : Eau plus ou moins turbide avec des floes nageant.
- **Observation (13)** : Eau proche de la clarté avec quelques précipités et quelques floes nageants dans l'eau.
- **Observation (14)** : Une eau peu trouble et peu de sédiments avec présence des floes Qui nagent à la surface.
- **Observation (15)** : Une eau qui tent vers le claire et présence peu de sédiments et peu des floes qui nagent à la surface de l'eau.

V.2.2 Traitement statistique des données

Les paramètres utilisés dans le traitement statistique sont les coefficients de régression et la valeur de P. Si celle-ci (valeur de p) est supérieur à 0.05 ou (5% de risque), on enlève le terme du modèle.

En premier lieu, on établit une régression du paramètre de pollution (DCO, MES, Turbidité, pH f, Conductivité, HC) en fonction de tous les termes de cette régression (Constante, Vo-Coag, Vo-Floc, pH init, Vo-Coag*Vo-Coag, Vo-Floc*Vo-Floc, pH init*pH init, Vo-Coag*Vo-Floc, Vo-Coag*pH init, Vo-Floc*pH init).

Ensuite, on sélectionne les termes les plus influant ($P \leq 0,05$) et on refait la régression avec ces termes seulement.

a) DCO :

D'après les figures V 11 et V 12, on peut écrire le modèle suivant :

$$\begin{aligned} \text{DCO} = & -9579,93 + \text{Vo-Coag} * 2014,99 + \text{Vo-Floc} * 1065,09 + \text{pH init} * 1736,03 + \text{Vo-} \\ & \text{Floc} * \text{Vo-Floc} * 1017,06 + \text{pH init} * \text{pH init} * 279,148 + \text{Vo-Coag} * \text{Vo-Floc} * 262,500 + \text{Vo-} \\ & \text{Coag} * \text{pH init} * (-404,659) + \text{Vo-Floc} * \text{pH init} * (-1216,67) \end{aligned}$$

Avec : R-carré = 98,6% R-carré (ajus) = 96,7%

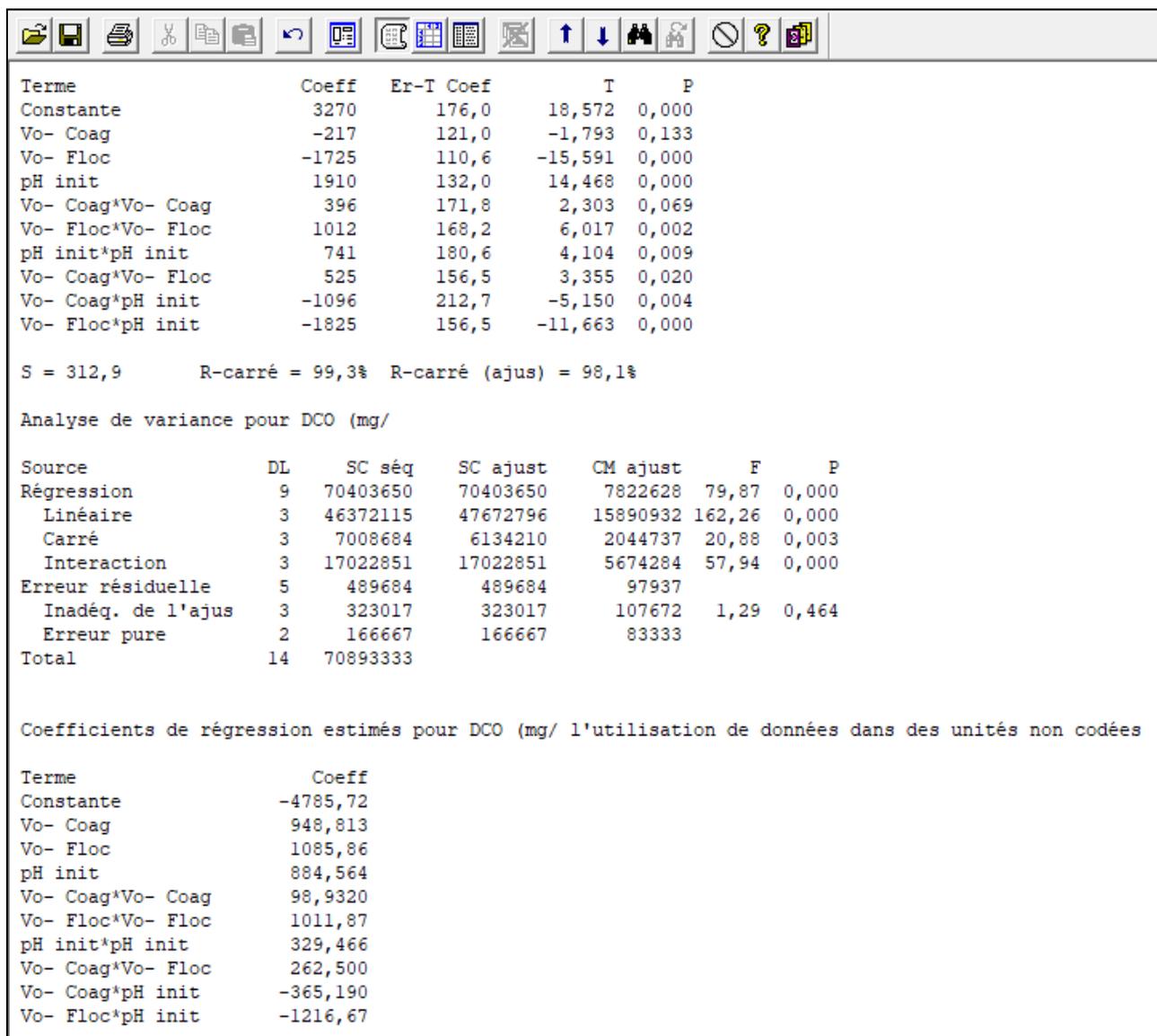


Figure V 11 : Régression de la DCO en fonction de tous les termes

Terme	Coeff	Er-T	Coef	T	P
Constante	3519	182,0		19,338	0,000
Vo- Coag	-181	157,2		-1,148	0,294
Vo- Floc	-1725	145,0		-11,896	0,000
pH init	1969	169,7		11,604	0,000
Vo- Floc*Vo- Floc	1017	220,4		4,615	0,004
pH init*pH init	628	227,8		2,758	0,033
Vo- Coag*Vo- Floc	525	205,1		2,560	0,043
Vo- Coag*pH init	-1214	270,5		-4,488	0,004
Vo- Floc*pH init	-1825	205,1		-8,900	0,000

S = 410,1 R-carré = 98,6% R-carré (ajus) = 96,7%

Analyse de variance pour DCO (mg/

Source	DL	SC séq	SC ajust	CM ajust	F	P
Régression	8	69884114	69884114	8735514	51,93	0,000
Linéaire	3	46372115	49362170	16454057	97,82	0,000
Carré	2	5699400	5614674	2807337	16,69	0,004
Interaction	3	17812598	17812598	5937533	35,30	0,000
Erreur résiduelle	6	1009219	1009219	168203		
Inadéq. de l'ajus	4	842552	842552	210638	2,53	0,303
Erreur pure	2	166667	166667	83333		
Total	14	70893333				

Observations aberrantes pour DCO (mg/

Observation	DCO (mg/	Ajust	Er-T ajust	Val résid	Val résid norm
9	5100,000	4721,916	368,748	378,084	2,11R

R indique une observation ayant un résidu normalisé important

Coefficients de régression estimés pour DCO (mg/ l'utilisation de données dans des unités non codées

Terme	Coeff
Constante	-9579,93
Vo- Coag	2014,99
Vo- Floc	1065,09
pH init	1736,03
Vo- Floc*Vo- Floc	1017,06
pH init*pH init	279,148
Vo- Coag*Vo- Floc	262,500
Vo- Coag*pH init	-404,659
Vo- Floc*pH init	-1216,67

Figure V 12: Régression de la DCO en fonction des termes importants

On peut simplifier le modèle de DCO en fonction des paramètres importants comme suit :

$$\text{DCO} = -15626,9 + \text{Vo- Floc} * 6183,33 + \text{pH init} * 3619,23 - \text{Vo- Floc} * \text{pH init} * 1216,67$$

Avec : R-carré = 83,3% R-carré (ajus) = 78,8% (Figure ...)

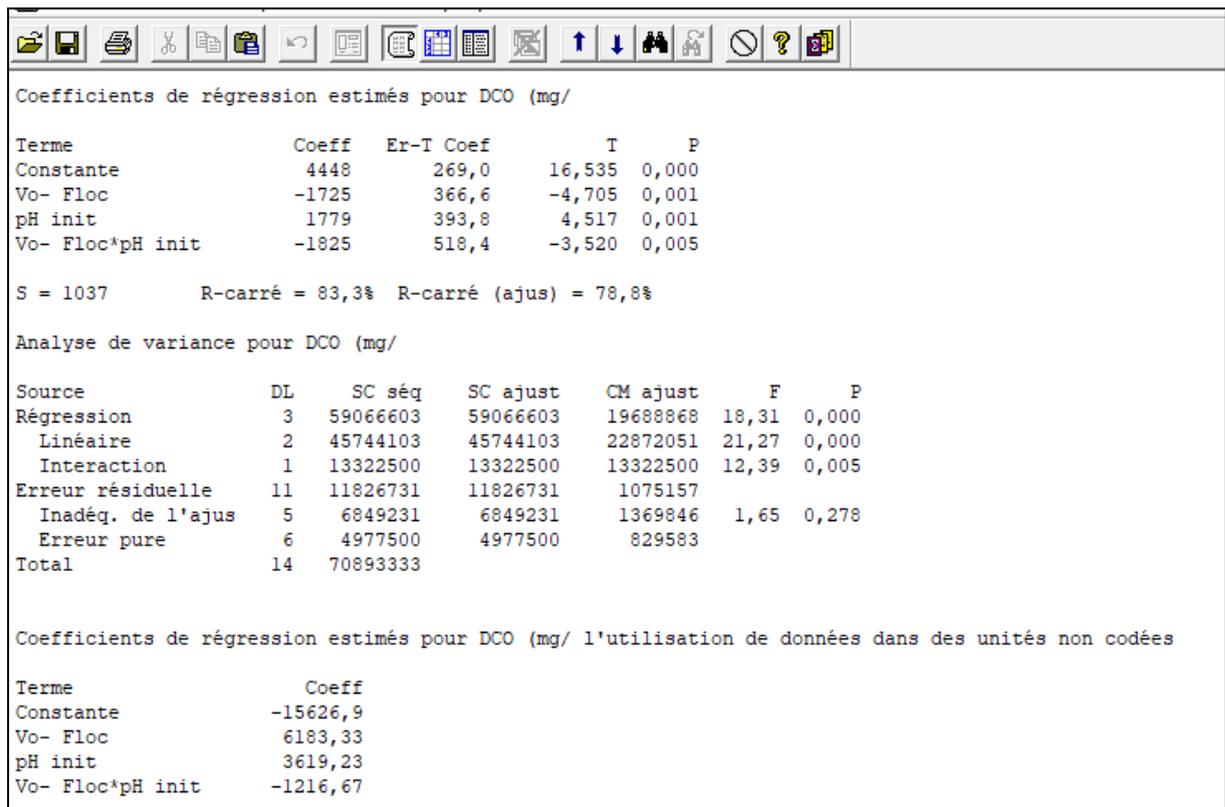


Figure V 13: Régression de la DCO en fonction des termes importants (modèle simplifié)

b) MES :

D'après les figures V 14 et V 15, on peut écrire le modèle suivant :

$$\text{MES} = 9,93941 + \text{Vo- Coag} * (-5,30967) + \text{Vo- Floc} * (-7,75000) + \text{pH init} * 7,36353$$

Avec : R-carré = 92,7% R-carré (ajus) = 90,7%

Terme	Coeff	Er-T	Coef	T	P
Constante	18,04		2,114	8,534	0,000
Vo- Coag	-10,68		1,453	-7,352	0,001
Vo- Floc	-7,75		1,328	-5,834	0,002
pH init	10,85		1,585	6,842	0,001
Vo- Coag*Vo- Coag	4,05		2,063	1,964	0,107
Vo- Floc*Vo- Floc	2,69		2,019	1,331	0,241
pH init*pH init	-1,00		2,168	-0,463	0,663
Vo- Coag*Vo- Floc	-2,50		1,879	-1,331	0,241
Vo- Coag*pH init	1,31		2,554	0,512	0,631
Vo- Floc*pH init	-1,00		1,879	-0,532	0,617

S = 3,757 R-carré = 97,3% R-carré (ajus) = 92,6%

Analyse de variance pour MES (mg/

Source	DL	SC séq	SC ajust	CM ajust	F	P
Régression	9	2587,81	2587,81	287,53	20,37	0,002
Linéaire	3	2463,11	2421,41	807,14	57,17	0,000
Carré	3	92,01	90,62	30,21	2,14	0,214
Interaction	3	32,70	32,70	10,90	0,77	0,557
Erreur résiduelle	5	70,59	70,59	14,12		
Inadéq. de l'ajus	3	41,92	41,92	13,97	0,97	0,542
Erreur pure	2	28,67	28,67	14,33		
Total	14	2658,40				

Coefficients de régression estimés pour MES (mg/ l'utilisation de données dans des unités non codées

Terme	Coeff
Constante	8,65577
Vo- Coag	-13,7772
Vo- Floc	-9,16983
pH init	12,6269
Vo- Coag*Vo- Coag	1,01305
Vo- Floc*Vo- Floc	2,68829
pH init*pH init	-0,446554
Vo- Coag*Vo- Floc	-1,25000
Vo- Coag*pH init	0,435654
Vo- Floc*pH init	-0,666667

Figure V 14: Régression des MES en fonction de tous les termes

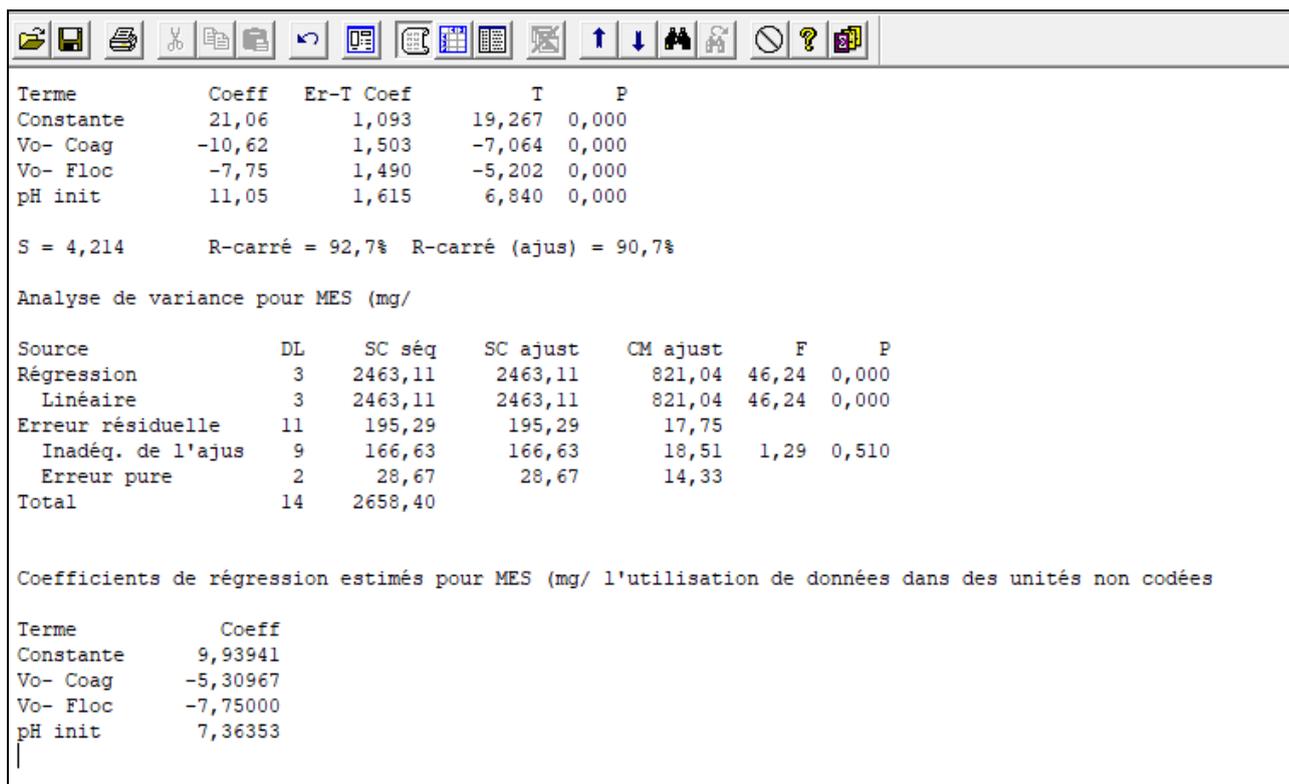


Figure V 15 : Régression de la MES en fonction des termes importants

c) Turbidité

La turbidité (Tur) peut être décrite par le modèle suivant :

$$\text{Turbidité} = 38,9833 + \text{Vo- Coag} * (-5,81250)$$

Avec : R-carré = 75,9% R-carré (ajus) = 74,0%

Terme	Coef	Er-T	Coef	T	P
Constante	13,63		3,089	4,414	0,007
Vo- Coag	-11,82		2,123	-5,569	0,003
Vo- Floc	-0,00		1,941	-0,000	1,000
pH init	2,15		2,317	0,928	0,396
Vo- Coag*Vo- Coag	1,75		3,014	0,579	0,588
Vo- Floc*Vo- Floc	2,10		2,950	0,711	0,509
pH init*pH init	0,30		3,169	0,093	0,929
Vo- Coag*Vo- Floc	-3,25		2,745	-1,184	0,290
Vo- Coag*pH init	3,45		3,732	0,924	0,398
Vo- Floc*pH init	-3,25		2,745	-1,184	0,290

S = 5,491 R-carré = 89,4% R-carré (ajus) = 70,4%

Analyse de variance pour Tur (mg/

Source	DL	SC séq	SC ajust	CM ajust	F	P
Régression	9	1274,20	1274,20	141,578	4,70	0,052
Linéaire	3	1132,17	1124,14	374,713	12,43	0,009
Carré	3	31,78	25,71	8,570	0,28	0,835
Interaction	3	110,25	110,25	36,751	1,22	0,394
Erreur résiduelle	5	150,73	150,73	30,147		
Inadéq. de l'ajus	3	62,07	62,07	20,689	0,47	0,736
Erreur pure	2	88,67	88,67	44,333		
Total	14	1424,93				

Coefficients de régression estimés pour Tur (mg/ l'utilisation de données dans des unités non codées

Terme	Coef
Constante	37,6146
Vo- Coag	-13,6263
Vo- Floc	12,1973
pH init	-0,541842
Vo- Coag*Vo- Coag	0,436313
Vo- Floc*Vo- Floc	2,09652
pH init*pH init	0,131505
Vo- Coag*Vo- Floc	-1,62500
Vo- Coag*pH init	1,14979
Vo- Floc*pH init	-2,16667

Figure V 16 : Régression de la turbidité en fonction de tous les termes

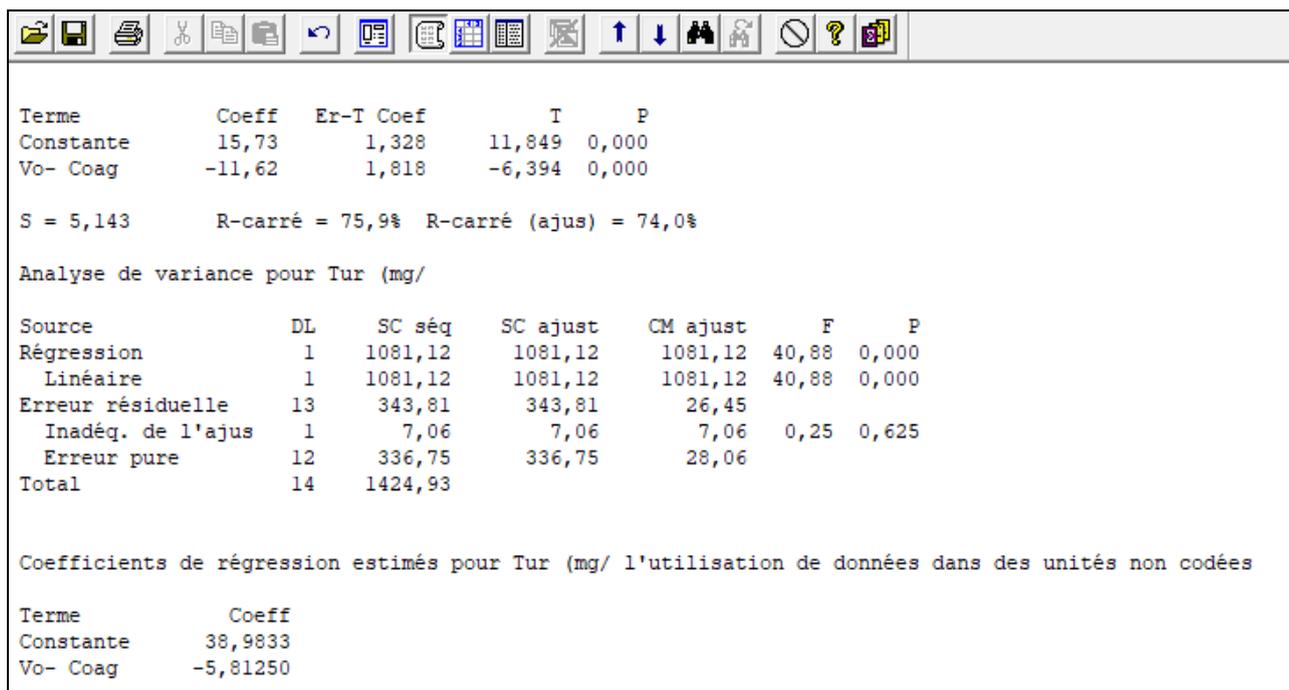


Figure V 17 : Régression de la turbidité en fonction des termes importants

d) HC

Le premier traitement statistique nous donne le modèle des HC en fonction de tous les termes :

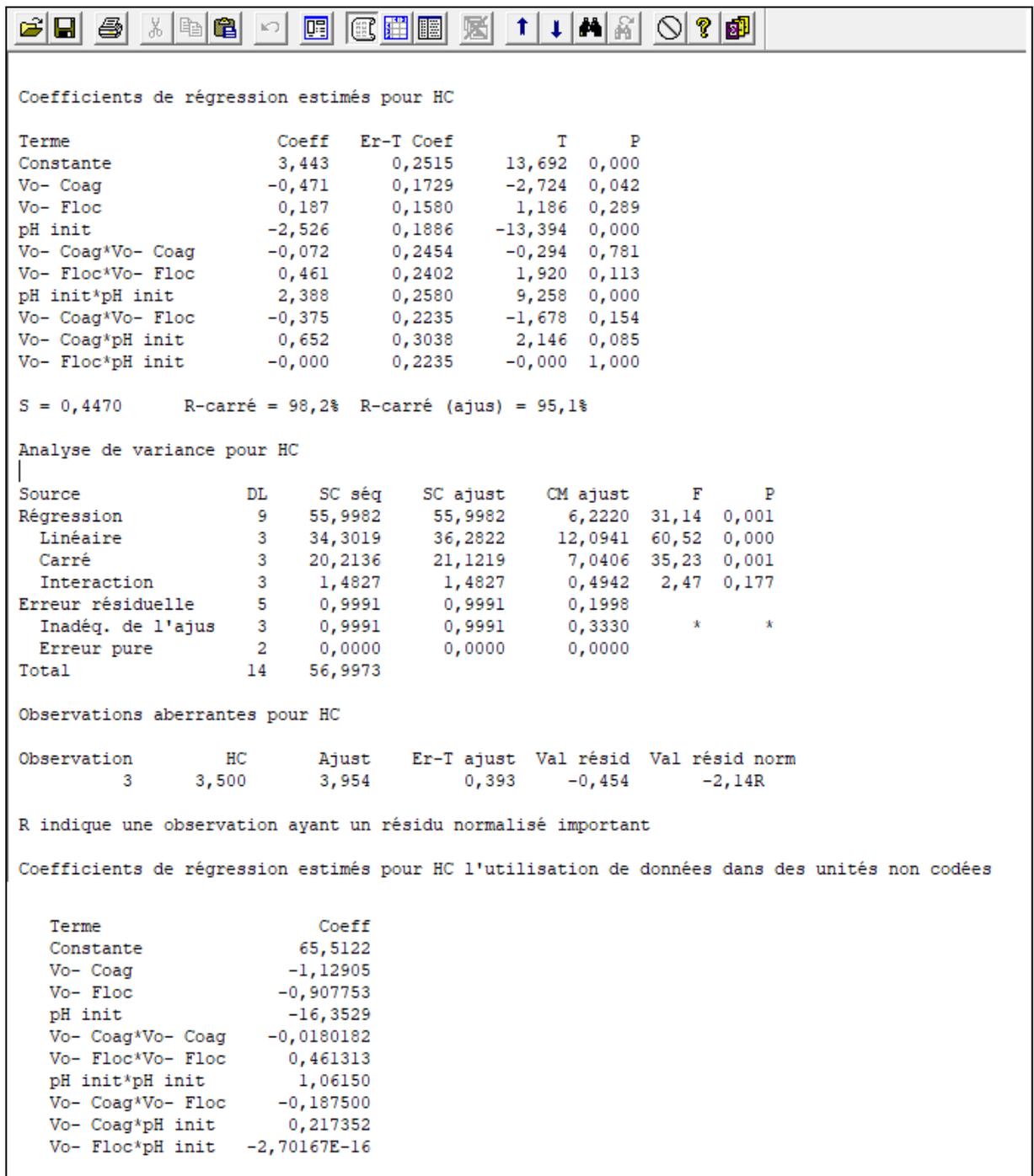


Figure V 18: Régression des HC en fonction de tous les termes

En gardant que les termes importants (FigureV 19), le modèle des HC devient :

$$\text{HC} = 69,4564 + \text{Vo- Coag} * (-2,00061) + \text{pH init} * (-17,1327) + \text{pH init} * \text{pH init} * (1,10182) + \text{Vo- Coag} * \text{pH init} * (0,268485)$$

Avec : R-carré = 95,4% R-carré (ajus) = 93,6%

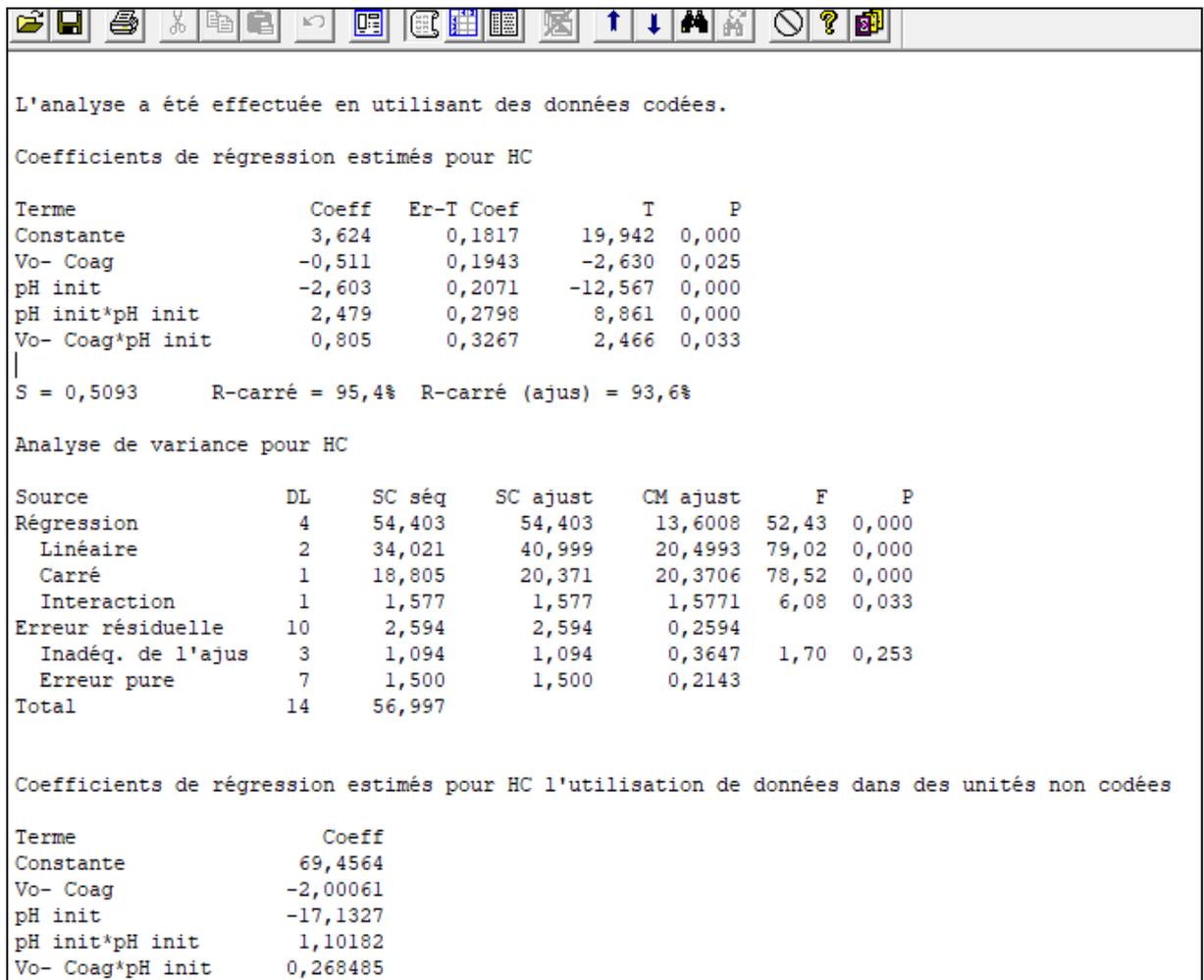


Figure V 19: Régression des HC en fonction des termes importants

e) pH f

Le pH final (pH f) est en fonction de deux termes selon le modèle suivant. A savoir, le pH init et le Vo- coag.

$$\text{pHf} = 1,58914 + \text{Vo- Coag} * 0,327987 + \text{pH init} * 0,458523$$

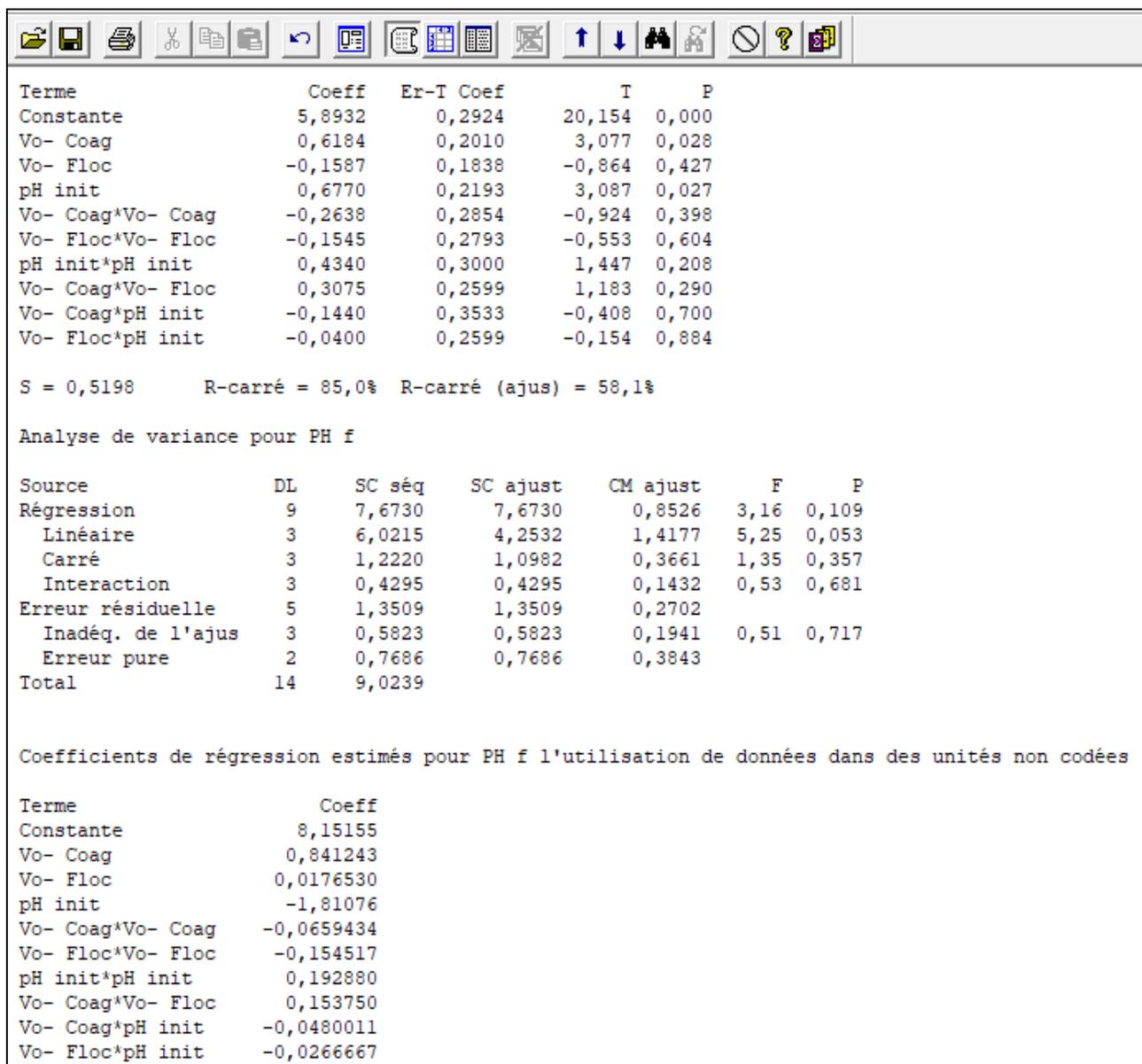


Figure V 20 : Régression du pH f en fonction de tous les termes

Terme	Coeff	Er-T Coef	T	P
Constante	5,8815	0,1341	43,869	0,000
Vo- Coag	0,6560	0,1844	3,558	0,004
pH init	0,6878	0,1980	3,473	0,005

S = 0,5167 R-carré = 64,5% R-carré (ajus) = 58,6%

Analyse de variance pour PH f

Source	DL	SC séq	SC ajust	CM ajust	F	P
Régression	2	5,820	5,820	2,9099	10,90	0,002
Linéaire	2	5,820	5,820	2,9099	10,90	0,002
Erreur résiduelle	12	3,204	3,204	0,2670		
Inadéq. de l'ajus	5	1,474	1,474	0,2947	1,19	0,401
Erreur pure	7	1,730	1,730	0,2472		
Total	14	9,024				

Coefficients de régression estimés pour PH f l'utilisation de données dans des unités non codées

Terme	Coeff
Constante	1,58914
Vo- Coag	0,327987
pH init	0,458523

Figure V 21 : Régression du pH f en fonction des termes importants

f) Conductivité

Enfin, la conductivité (cond) peut être donnée par le modèle suivant :

$$\text{Conductivité} = 540678 + \text{Vo- Coag} * (-61477,9) + \text{Vo- Floc} * (-32987,5) + \text{pH init} * (-34045,1) + \text{Vo-Coag} * \text{Vo-Floc} * 7125,00 + \text{Vo- Coag} * \text{pH init} * 6510,69$$

Avec : R-carré = 88,0% R-carré (ajus) = 81,3%

Terme	Coeff	Er-T	Coef	T	P
Constante	235686		4473	52,693	0,000
Vo- Coag	-9085		3075	-2,955	0,032
Vo- Floc	-4488		2811	-1,596	0,171
pH init	-11433		3355	-3,408	0,019
Vo- Coag*Vo- Coag	112		4365	0,026	0,981
Vo- Floc*Vo- Floc	-284		4273	-0,066	0,950
pH init*pH init	-4142		4589	-0,903	0,408
Vo- Coag*Vo- Floc	14250		3975	3,584	0,016
Vo- Coag*pH init	18392		5404	3,403	0,019
Vo- Floc*pH init	-225		3975	-0,057	0,957

S = 7951 R-carré = 89,9% R-carré (ajus) = 71,6%

Analyse de variance pour Cond

Source	DL	SC séq	SC ajust	CM ajust	F	P
Régression	9	2802518471	2802518471	311390941	4,93	0,047
Linéaire	3	938994818	1180371858	393457286	6,22	0,038
Carré	3	318965247	59260769	19753590	0,31	0,816
Interaction	3	1544558406	1544558406	514852802	8,14	0,023
Erreur résiduelle	5	316090862	316090862	63218172		
Inadéq. de l'ajus	3	247424196	247424196	82474732	2,40	0,307
Erreur pure	2	68666667	68666667	34333333		
Total	14	3118609333				

Coefficients de régression estimés pour Cond l'utilisation de données dans des unités non codées

Terme	Coeff
Constante	448356
Vo- Coag	-58865,4
Vo- Floc	-30878,0
pH init	-7912,75
Vo- Coag*Vo- Coag	28,0261
Vo- Floc*Vo- Floc	-283,623
pH init*pH init	-1840,89
Vo- Coag*Vo- Floc	7125,00
Vo- Coag*pH init	6130,54
Vo- Floc*pH init	-150,000

Figure V 18 : Régression de la conductivité en fonction de tous les termes

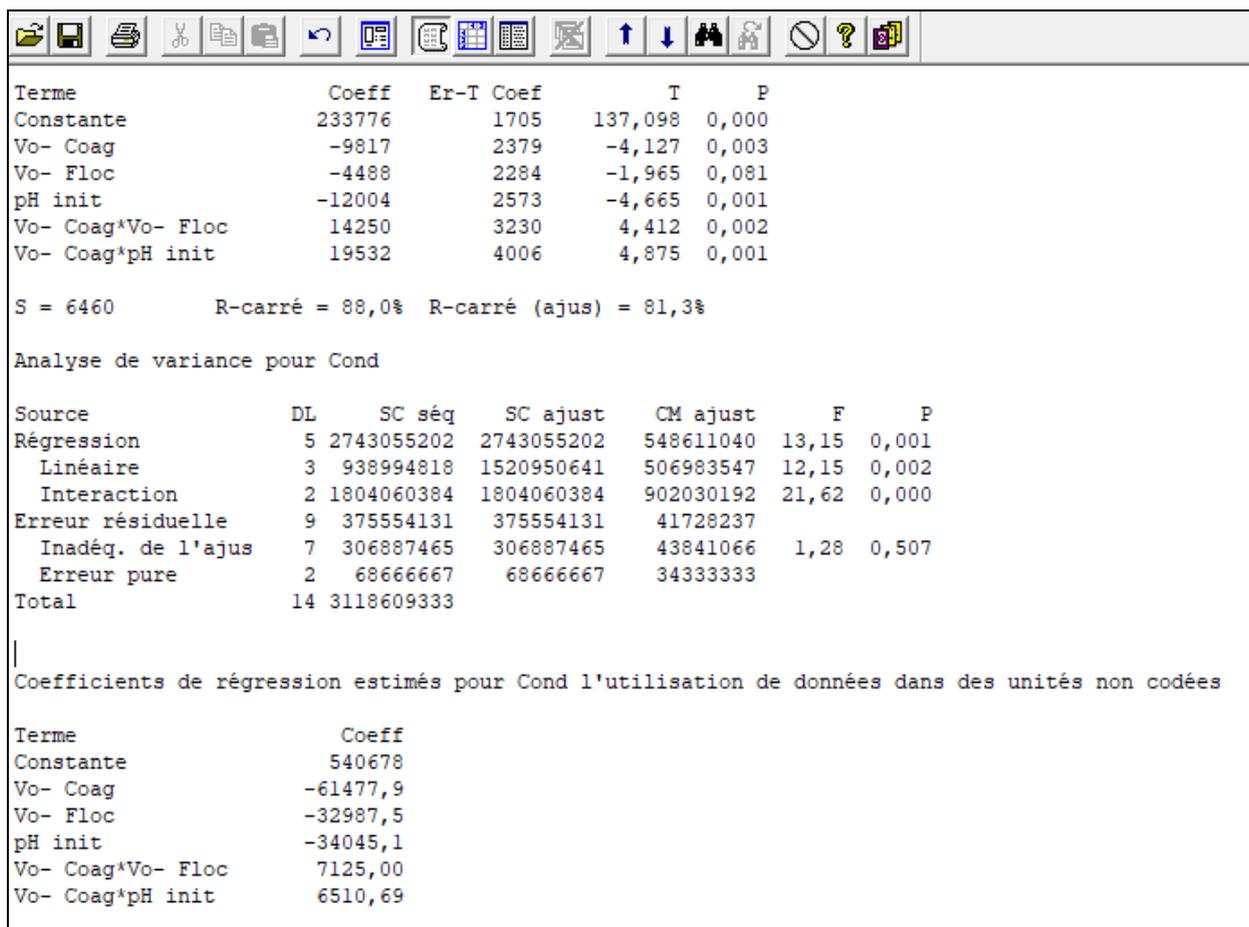


Figure V 21: Régression de la conductivité en fonction des termes importants

Pour simplifier le modèle, on fait appel à la figure V 22.

$$\text{Conductivité} = 474703 + \text{Vo- Coag} * (-47227,9) + \text{pH init} * (-34045,1) + \text{Vo- Coag} * \text{pH init} * 6510,69$$

Avec : R-carré = 56,7% R-carré (ajus) = 45,0%

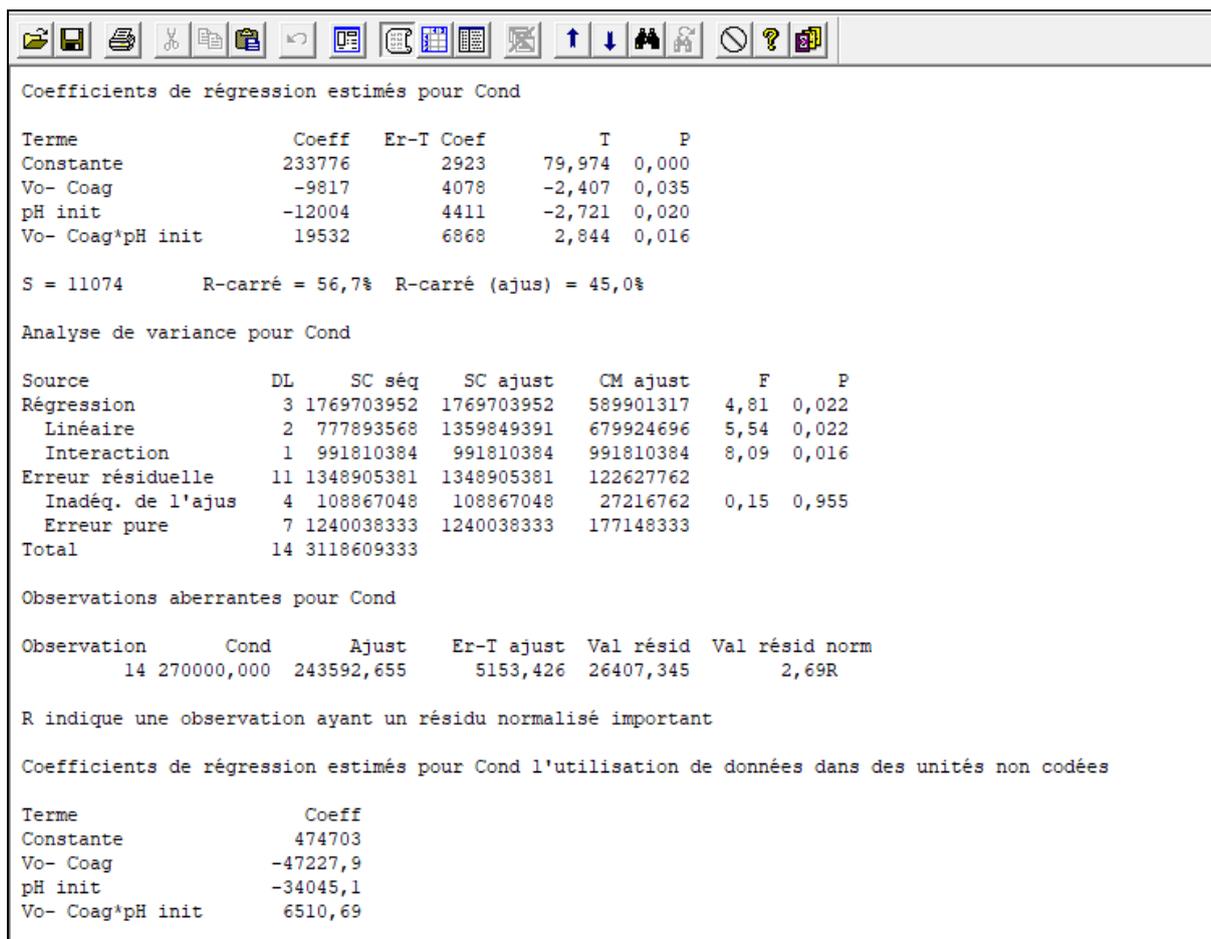


Figure V 22: Régression de la conductivité en fonction des termes importants (**modèle simplifié**)

V.2.3 L'optimisation avec Solveur

L'exécution de l'outil solveur a permis d'optimiser les paramètres opératoires qui minimisent la pollution des eaux traitées. Les conditions optimales trouvées sont :

Pour la DCO (1099,63mg/l) : Vo- Coag=2 ; Vo-Floc=2,21 ; pH init=5.

Pour les MES (0 g/l) : Vo- Coag=4,05 ; Vo-Floc=3 ; pH init=5.

Pour la conductivité (206668,3ms/cm) : Vo- Coag=6 ; Vo-Floc=1 ; pH init=5.

Pour HC (2,64) : Vo-coag =6 ; pH init= 7.05

Pour les turbidité (4,12 mg/l) : Vo- Coag=6 .

Conclusion

Visuellement, l'expérience N°4 de la coagulation floculation représente l'échantillon le plus clair. L'analyse statistique des résultats des différents effets et interactions entre facteurs intervenant dans la réaction coagulation – floculation nous permet d'étudier la modélisation des paramètres de pollution en fonction des paramètres opératoires, leurs carrés et leurs interaction. Ces modèles ont permis d'optimisation des conditions opératoires du procédé de coagulation-floculation.

Conclusion générale

Notre travail a été effectué au niveau de la station de deshuilage e Haoued Berkaoui. Le procédé appliqué est la coagulation floculation.

Afin d'augmenter le rendement d'élimination des polluant au niveau de la station, notre objectif a été d'optimiser les paramètres opératoires (volume coagulants, volume floculant, pH initial) qui abattent les niveaux de la pollution à partir de l'étude des paramètres de pollution (DCO, MES, Turbidité, Conductivité, HC, pH final).

la méthodologie expérimentale suivie a été la méthodologie des plans d'expériences qui a permis de planifier les expériences a réaliser, de traiter les résultats expérimentaux statiquement et de faire la modélisation des paramètres de pollution en fonction des paramètres opératoires.

Enfin, l'outil Solveur de l'Excel nous a permis de déterminer les conditions opératoires qui diminuent les paramètres de pollution.

Références Bibliographiques

- [1] :Joseph PRONOST , Rakha PRONOST ET all. Office internationale de l'eau Décembre 2002 .
- [2] : Exploration et production, le processus, les eaux de rejet, TOTAL. Edition 1994.
- [3] : C.CARDOT «Ces traitements de l'eau»,édit. Ellipses, Technosup,France(1999).
- [4] : Traitement physicochimique de la pollution soluble. Technique de l'ingénieur. Volume G1270.
- [5] :Energies Renouvelables et Environnement ,Bureau d'Etudes Industrielles .Réglementation concernant l'utilisation de l'eau et les dispositifs économiseurs d'eau.
- [6] : LENGU, K.M. Effets comparés de divers coagulants sur l'enlèvement de la matière organique des eaux à potabilité. Ecole polytechnique de Montréal 1994
- [7] : E. FOURNIER, MC GILL «Coagulation, Flocculation et Sédimentation, Filtration»,university and EPFL, Mars(2008).
- [8] Khelili H . , Achour S . , Rezeg A. Efficacité du sulfate D Aluminium Et du charbon actif face A des Polluants organiques.Larhyss journal, ISSN 1112-3680, n° c
- [9] : M.DESIRE DIHANG «Mécanisme de coagulation et de Flocculation de Suspension D'argiles Diluées Rencontrées En Traitement Des Eaux», Thèse de doctorat, université de paul sabatier(2007).
- [10]- Inauguration de la nouvelle station d'épuration des eaux usées de cités En cités de champagne. Octobre 2006. (Internet).
- [11] Sache Dalila .Choix d'une méthode de traitement des eaux usées de l'industrie pétrolière cas station de déshuilage HBK Ouargla . mémoire de master, Université M'hamed Bougara de Boumerdes (2016-2017) .
- [12]- Alaounia Nadjette. Dégradation photocatalytique de polluants organiques (Méthyle orange, Pentachlorophénol et Acide benzoïque) en présence du dioxyde de titane nanocristallin élaboré par la méthode sol-gel, mémoire de magister, Université Badji mokhtar-Annaba, (2009).
- [13]- Pierre Chagnon, les plans d'expériences partie 1 : Principes généraux, Revue: Contrôles-Essais- Mesures, avril 2005, pages 69,70,72.

- [14] Pierre Dagnelie, Le plan d'expérience évolue, Revue MODULAD, N° 38, 2008.
- [15] Fabien Picaud, Methodologie Experimentale : les plans d'expériences, Cours de plan d'expérience IUT CHIMIE 2^{ème} année, 2001.
- [16] Engineering statistics handbook, 2006, Chapter 5, Process Improvement.
<<http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri/pri.htm> >
- [17] Jean-Jacques Dreesbeke, Jeanne Fine, Gilbert Saporta, Plans d'expériences: applications à l'entreprise, Publié par Editions TECHNIP, 1997.
- [18] Pierre Dagnelie. La planification des expériences: choix des traitements et dispositif expérimental, Journal de la Société Française de Statistique 141 (1-2), pages 5-29, 2000.
- [19] Jacques Goupy, Plans d'expériences, Techniques de l'Ingénieur, traité Analyse et Caractérisation, Volume PE 230, 1998, pages 1-28.
- [20] Gareth A. Lewis, Didier Mathieu, Roger Phan-Tan-Luu, Roger Tan-Luu-Phan, Pharmaceutical experimental design, Publié par Informa Health Care, 1998.
- [21] Guide Statistique de Minitab, Minitab 2000.
- [22] Les Plans D'expériences, Tutoriel, Revue Modulad, N° 34, 2006.
- [23] Jacques Goupy, Etude comparative de divers plans d'expériences, Revue statistique appliquée, tome 38, N°4, 1990, pages 5-44
<http://www.numdam.org/item?id=RSA_38_4_5_0>.
- [24] Jiju Antony, Design of Experiments for Engineers and Scientists, Publié par Butterworth-Heinemann, 2003.

الملخص :

اسفرت دراسة معالجة المياه البترولية الصناعية عن طريق التخثر والتجمع في نتائج مثيرة للاهتمام ،
التخثر والتلبد هو تقنية سهلة التنفيذ. في هذا العمل، قمنا بالبحث عن الشروط المثلى التي من اجلها نحسن في كفاءة إزالة
النفط و الملوثات الاخرى من المياه البترولية الصناعية من أجل سلامة البيئة

الكلمات المفتاحية: التخثر ، التلبد ، البترول، الشروط المثلى

Résumé:

Dans le but de cerner les problèmes des rejets liquides de la station de déshuilage de Haoud Berkaoui et de développer des solutions curatives de leur traitement, notre travail au sein de la station consiste à modéliser mathématiquement et optimiser les paramètres opératoires du procédé par la nouvelle méthodologie expérimentale des plans d'expériences afin d'améliorer l'efficacité de l'élimination de l'huile et les autres polluants de l'eau de pétrole industrielle pour la protection de l'environnement.

Mots-clés: coagulation, floculation, huile, pétrole, plans d'expériences, modélisation, optimisation

Abstract:

To solve waste water problem at the oil removal station of Berkaoui, our work consist to create of mathematic models and optimize the operating parameters of coagulation floculation precess using experimental design methodology to improve the efficiency of removing oil and other pollutants from industrial petroleum water for the safety of the environment.

Keywords: coagulation, flocculation, oil, petroleum, design of experiments, optimization

HB : Haoud Berkaoui

.MES : Matière en suspension

.HC : Hydrocarbures

DCO : Demande chimique en oxygène

.DBO5 : Demande biochimique en oxygène