

UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA



**FACULTE DES SCIENCES APPLIQUEES
DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES**



Mémoire

MASTER ACADEMIQUE

**Spécialité : Génie des procédés
Option : Ingénierie du Gaz Naturel**

Présenté par :

DOUADI Mohammed

MEDAKENE Abderrahmane

Thème

**Etude de l'adsorption d'une eau polluée par des
hydrocarbures sur charbon actif**

Soutenu publiquement le : 06/06/2017

Devant le jury composé de :

| | | | |
|--|----------------------------|---------------------|---------------------|
| Mr. LATI Moukhtar | Maitre assistant- A | UKM, Ouargla | Président |
| M^{me}. BOUZIANE Khadidja | Maitre assistant- A | UKM, Ouargla | Examinatrice |
| M^{lle}. AKCHICHE Zineb | Maitre assistant- A | UKM, Ouargla | Examinatrice |
| M^{lle} MOKHBI Yasmina | Maitre assistant- A | UKM, Ouargla | Promotrice |

Année universitaire : 2016/2017



DEDICACES

JE DEDIE CE MODESTE TRAVAIL :

A ma très chère Mère et à mon cher Père, en témoignage et en gratitude de Leurs dévouements, de leurs soutiens permanent durant toutes mes années d'études, leurs sacrifices illimités, leurs réconforts moral, eux qui ont consenti tant d'effort pour mon éducation et mon instruction pour me voir atteindre ce but, pour tout cela et pour ce qui ne peut être dit, mes affectations sans limite.

Mes très chères sœurs

Mes très chers frères

A toutes ma grande famille.

A tous mes enseignants et camarades de promotion Génie des procédés.



Remerciements

Tout d'abord, nous remercions le Dieu, notre créateur de nous avoir donné les force, la volonté et le courage afin d'accomplir ce modeste travail.

*Nous adressons le grand remerciement à notre encadreur : **m^{elle}. Y. Mokhbi** qui a proposée le thème de ce mémoire, pour ses conseils.*

Nous tenons également à remercier les membres de jury pour l'honneur qu'ils nous ont fait en acceptant de siéger à notre soutenance, tout particulièrement :

***Mr. M. LATI** pour nous avoir fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire.*

*Nous souhaitons exprimer notre gratitude **m^{elle}. Z. AKCHICHE** et **m^{me}. K. BOUZIANE** pour avoir fait de lecture notre mémoire, allé l'examiner et ils peuvent évaluer cette mémoire.*

Nous vous remercions pour l'intérêt que vous avez porté à ce travail et pour vos précieux conseils et remarques.

Finalement, nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à nos familles qui nous ont toujours soutenues et à tout ce qui a participé à la réalisation mémoire. Ainsi que l'ensemble des enseignants qui ont contribué à notre formation.



Liste des abréviations :

| | |
|------------------|--|
| HBK | Haoud Berkaoui |
| CA | Charbon Actif |
| DBO ₅ | Demande Biochimique en Oxygène de cinq jours |
| DCO | Demande Chimique en Oxygène |
| HC | teneur des Hydrocarbure |
| MES | Matières En Suspension |
| NTK | Azote Kjeldahl |
| pH | Potentiel d'Hydrogène |
| ppm | partie par million |
| NTU | Nephelometric Turbidity Unit |
| Ce | Concentration a L'équilibre |
| BET | Brunauer-Emmett-Teller |
| HCP | hydrocarbure pétrolier |

Liste des tableaux

| N° | Intitulé | Page |
|----------------------|--|-----------|
| Tableau I-1 | Les normes des effluents rejetés en Algérie | 9 |
| Tableau II-1 | Les différences entre l'Adsorption physique et chimique | 12 |
| Tableau III-1 | Caractéristique de charbon active utilise | 23 |
| Tableau III-2 | Matériels et les réactifs utilisés pour mesuré la teneur des hydrocarbures | 25 |
| Tableau III-3 | Matériels et les réactifs utilisés pour mesuré la DBO ₅ | 26 |
| Tableau III-4 | Matériels et les réactifs utilisés pour mesuré la DCO | 27 |
| Tableau III-5 | Matériels et les réactifs utilisés pour mesuré les MES | 30 |
| Tableau IV-1 | Caractéristiques des eaux usées au niveau de la station H.B.K à l'entrée | 34 |
| Tableau IV-2 | Résultats d'analyses des eaux par charbon actif | 35 |
| Tableau IV-3 | Evolution de DCO en fonction de la quantité de charbon actif | 36 |
| Tableau IV-4 | Evolution de la DCO en fonction de pH | 38 |
| Tableau IV-5 | Evolution de la Re en fonction de vitesse d'agitation | 39 |
| Tableau IV-6 | Quelques analyses de l'échantillon traité | 40 |

Liste des Figures

| N° | Figures | Page |
|----------------------|--|-----------|
| Figure II.1 | Mécanisme d'adsorption en phase aqueuse sur charbon actif | 12 |
| Figure II.2 | Charbon actif en poudre | 17 |
| Figure II.3 | Charbon actif en grain | 17 |
| Figure II.4 | Charbon actif en extrudé | 18 |
| Figure III-1 | Station de déshuilage du champ de Haoud Berkaoui. | 20 |
| Figure III-2 | Schéma technologique de la station de déshuilage | 21 |
| Figure III.3 | Procédé de traitement de la station de déshuilage du champ de H.B.K. | 22 |
| Figure III.4 | Spectrophotomètre-DR2000 | 25 |
| Figure III.5 | DBO-mètre utilisé | 26 |
| Figure III.6 | Tube DCO | 27 |
| Figure III.7 | Réacteur (HACH-DRB 200) | 27 |
| Figure III.8 | photomètre HACH -DR 900 | 28 |
| Figure III.9 | Turbidité-mètre | 29 |
| Figure III.10 | Étuve | 30 |
| Figure III.11 | Dessiccateur | 31 |
| Figure III.12 | Equipement de filtration sous vide | 31 |
| Figure III.13 | pH-mètre utilisée. | 31 |
| Figure III.14 | Dispositif expérimentale | 32 |
| Figure IV.1 | Evolution de la DCO en fonction de temps en cas d'adsorption sur charbon actif | 35 |
| Figure IV.2 | Evolution de la Re en fonction de temps en cas d'adsorption sur charbon actif | 36 |
| Figure IV.3 | Evolution de la DCO en fonction de quantité de CA en cas d'adsorption sur charbon actif | 37 |

| | | |
|--------------------|--|-----------|
| Figure IV.4 | Evolution de la Re en fonction de quantité de CA en cas d'adsorption sur charbon actif | 37 |
| Figure IV.5 | Evolution de la DCO en fonction de pH en cas d'adsorption sur charbon actif | 38 |
| Figure IV.6 | Evolution de la Re en fonction de pH en cas d'adsorption sur charbon actif | 39 |
| Figure IV.7 | Evolution de la Re en fonction de vitesse d'agitation en cas d'adsorption sur charbon actif | 40 |

Sommaire

| N° | Titre | Page |
|--|---|----------|
| Introduction général | | |
| Chapitre I: Généralités sur la pollution des eaux usées | | |
| I-1 | Introduction | 1 |
| I-2 | Origine des eaux usées | 1 |
| I-2-1 | Origine agricole | 1 |
| I-2-2 | Origine domestique | 1 |
| I-2-3 | Origine industrielle | 1 |
| I-3 | Différents types de pollutions des eaux | 2 |
| I-3-1 | La pollution chimique | 2 |
| I-3-2 | La pollution organique | 2 |
| I-3-3 | La pollution microbienne | 2 |
| I-3-4 | La pollution thermique | 3 |
| I-3-5 | La pollution radioactive | 3 |
| I-3-6 | La pollution par hydrocarbures | 3 |
| I-4 | Hydrocarbures | 3 |
| I-4-1 | Les alcanes | 4 |
| I-4-2 | Les hydrocarbures aromatiques | 4 |
| I.4.3 | Les hydrocarbures aromatiques polycycliques | 5 |
| I-5 | Catégories des hydrocarbures | 5 |
| I-6 | Dangers des hydrocarbures | 6 |
| I-6-1 | Pollution de sol | 6 |
| I-6-2 | Pollution de l'air | 6 |
| I-6-3 | Pollution de l'eau | 6 |
| I-7 | Détermination des hydrocarbures dans l'eau | 7 |
| I-8 | Méthodes de traitement des eaux usées | 8 |
| I-8-1 | Traitements physique | 8 |
| I-8-2 | Traitements biologiques | 8 |
| I-8-3 | Traitements chimiques | 8 |
| I-8-4 | Traitement physico-chimique | 9 |
| I-9 | Normes des effluents rejetés en Algérie | 9 |

| | | |
|---|---|-----------|
| I-10 | Conclusion | 10 |
| Chapitre II : Généralités sur l'adsorption | | |
| II.1 | Introduction | 11 |
| II.2 | Type d'adsorption | 11 |
| II.2.1 | Adsorption physique | 11 |
| II.2.2 | Adsorption chimique | 11 |
| II.3 | Description du mécanisme d'adsorption | 11 |
| II.4 | Equilibre d'adsorption | 13 |
| II.4.1 | Isotherme d'adsorption de Langmuir | 13 |
| II.4.2 | Isotherme de Freundlich | 14 |
| II.4.3 | Isotherme de B.E.T | 14 |
| II.5 | Facture influençant l'adsorption | 15 |
| II.6 | Les adsorbants | 15 |
| II.7 | Généralité sur charbon actif | 15 |
| II.7.1 | Origine | 16 |
| II.7.2 | Propriété physiques du charbon actif | 16 |
| II.8 | Utilisation du charbon actif | 16 |
| II.9 | Utilisation de CAP et CAG | 17 |
| II.9.1 | Charbon actif en poudre (CAP) | 17 |
| II.9.2 | Charbon actif en grain (CAG) | 17 |
| II.9.3 | Charbon actif en extrudé | 18 |
| II-10 | Facteurs influençant l'adsorption | 18 |
| II-10 | Conclusion | 19 |
| Chapitre III : Matériels et méthodes. | | |
| III-1 | Introduction | 20 |
| III-2 | Présentation de la station de déshuilage du champ de Haoud Berkaoui | 20 |
| III-2-1 | Station de déshuilage du champ Haoud Berkaoui | 20 |
| III-2-2 | Schéma technologique de la station de déshuilage | 21 |
| III-3 | Eau usée utilisée | 23 |

| | | |
|--|---|-----------|
| III-4 | Charbon actif | 23 |
| III-5 | Caractérisation des eaux usées utilisée | 24 |
| III-5-1 | Détermination de la teneur des hydrocarbures dans l'eau | 24 |
| III-5-2 | Détermination de la Demande biochimique en oxygène (DBO ₅) | 25 |
| III-5-3 | Détermination de la Demande chimique en oxygène (DCO) | 26 |
| III-5-4 | Détermination de la turbidité | 28 |
| III-5-5 | Détermination de la quantité des matières en suspension dans l'eau | 29 |
| III-5-6 | Détermination du pH | 31 |
| III-6 | Procédure expérimentale | 32 |
| III-7 | Effets étudiés | 33 |
| III-7-1 | Effet de temps de contact | 33 |
| III-7-2 | Effet de la vitesse d'agitation | 33 |
| III-7-3 | Effet de quantité de charbon actif | 33 |
| III-7-4 | Effet du pH | 33 |
| Chapitre IV : Résultats et discussion | | |
| IV-1 | Caractérisation de l'eau usée utilisée | 34 |
| IV.2 | Traitement des eaux par charbon actif | 35 |
| IV-2-1 | Effet de temps | 35 |
| IV-2-2 | Effet de la quantité de charbon actif | 36 |
| IV-2-3 | Effet de pH | 38 |
| IV-2-4 | Effet de la vitesse d'agitation | 39 |
| IV-3 | Analyse d'échantillons d'eaux usées après traitement par adsorption sur charbon actif | 40 |
| Conclusion générale | | |
| Référence | | |
| Annexe | | |
| Résumé | | |

Introduction générale

Introduction générale

L'eau représente le constituant majeur de la matière vivante. Chez la plupart des êtres vivants, la teneur en eau est de l'ordre de 70% voire davantage [1]. L'eau est un élément vital dont l'importance au niveau planétaire est sans cesse rappelée. Sa pollution par les activités industrielles et agricoles constitue un sujet de préoccupation majeur de nos sociétés développées, de ce fait, un vaste sujet d'études pour réduire cette pollution à la source si possible ou dans les effluents si nécessaire avec des traitements curatifs appropriés. Le génie des procédés, très concerné par la réduction des effets de l'industrie sur l'environnement, s'est depuis longtemps saisi de cette problématique, à la fois au niveau amont en concevant des procédés intrinsèquement propres, et en aval, en mettant en œuvre des procédés de traitement d'effluents adaptés aux divers effluents industriels.

Les eaux rejetées par les usines d'industriel sont fortement concentrées en hydrocarbures parfois non dégradables ou peu dégradables, ce qui rend les traitements biologiques difficilement applicables. Donc il est nécessaire de trouver des techniques d'efficacité importante et avec un coût pas très élevé.

Le charbon actif grâce à son grand pouvoir adsorbant est un moyen très efficace en ce qui concerne le traitement des eaux usées, le seul problème est son coût de production. Le travail que nous avons effectué a pour but de traiter des eaux usées par l'adsorption sur charbon actif.

Notre étude est constituée de deux parties:

Dans la première partie de ce mémoire, nous avons donné une synthèse bibliographique qui rassemble des données essentielles sur:

- ✓ Généralités sur la pollution des eaux usées;
- ✓ Généralités sur l'adsorption ;

La deuxième partie porte sur

- ✓ Les matériels et méthodes utilisés ;
- ✓ L'étude expérimentale de l'adsorption des hydrocarbures sur charbon actif.

Et finalement une Conclusion générale.

Chapitre I

I-1-Introduction

Les eaux usées, sont des eaux chargées de polluants, solubles ou non, provenant essentiellement de l'activité humaine. Une eau usée est généralement un mélange de matières polluantes répondant à ces catégories, dispersées ou dissoutes dans l'eau qui a servi aux besoins domestiques ou industriels. Donc sous la terminologie d'eau résiduaire, on groupe des eaux d'origines très diverses qui ont perdu leurs puretés ; c'est-à-dire leurs propriétés naturelles par l'effet des polluants après avoir été utilisées dans des activités humaines (domestiques, industrielles ou agricoles).

I-2-Origine des eaux usées

Suivant l'origine des substances polluantes on distingue entre trois catégories d'eaux usées :

I-2-1-Origine agricole

Ce sont des eaux qui ont été polluées par des substances utilisées dans le domaine agricole. Dans le contexte d'une agriculture performante et intensive, l'agriculteur est conduit à utiliser divers produits d'origine industrielle ou agricole dont certains présentent ou peuvent présenter, des risques pour l'environnement et plus particulièrement pour la qualité des eaux. [1]

I-2-2-Origine domestique

Les effluents domestiques sont un mélange d'eaux contenant des déjections humaines : urines, fèces (eaux vannes) et eaux de toilette et de nettoyage des sols et des aliments (eaux ménagères). [1]

I-2-3-Origine industrielle

Les déchets et les effluents industriels définissent largement la qualité et le taux de pollution de ces eaux usées. Les établissements industriels utilisent une quantité importante d'eau qui tout en restant nécessaire à leur bonne marche, n'est réellement consommée qu'en très faible partie le reste est rejeté. On peu néanmoins, faire un classement des principaux rejets industriels suivant la nature des inconvénients qu'ils déversent :

- Pollution due aux matières en suspension minérales (Lavage de charbon, carrière, tamisage du sable et gravier, industries productrices d'engrais phosphatés....) ;
- Pollution due aux matières en solution minérales (usine de décapage, galvanisation...);
- Pollution due aux matières organiques et graisses (industries agroalimentaires, équarrissages, pâte à papier...);
- Pollution due aux rejets hydrocarbonés et chimiques divers (raffineries de pétrole, porcherie, produits pharmaceutiques.....) ;
- Pollution due aux rejets toxiques (déchets radioactifs non traités, effluents radioactifs des industries nucléaires....) [2].

I-3-Différents types de pollutions des eaux usées : on distingue :

I-3-1-La pollution chimique

Due à la présence de substances chimique dissoutes dans l'eau. Cette pollution est due essentiellement au déversement de polluants organiques et des sels de métaux lourd qui sont les plus menaçants rejetés souvent par les unités industrielles [2].

I-3-2-La pollution organique

Elle constitue souvent la fraction la plus importante d'autant plus que dans son acceptation la plus large, cette forme de pollution peut considérer comme résultats de diverses activités (urbain, industriels, artisanales et rurales). On distingue, pour les eaux usées urbaines, les matières organique banale "protides, glucides, lipides", Les détergents, les huiles et goudron [1].

I-3-3-La pollution microbienne

Les eaux d'égout contiennent une multitude d'organismes vivants apportés par les excréments d'origine humaine ou animale.

La nature de la population bactérienne par exemple est très variée et il n'est pas possible d'en faire ici un inventaire complet. L'eau peut contenir des microorganismes pathogènes (virus, bactéries, parasites). Ils sont dangereux pour la santé humaine, et limitent donc les usages que l'on peut faire de l'eau (industrie, utilisation domestique) [2].

I-3-4-La pollution thermique

Les eaux rejetées par les usines utilisant un circuit de refroidissement de certaines installations (centrales thermiques, nucléaires, raffineries, aciéries..); ont une température de l'ordre de (70 à 80°C.) Elle diminue jusqu'à (40 à 45°C) lorsqu'elle contacte les eaux des milieux aquatiques entraînant un réchauffement de l'eau, qui influe sur la solubilité de l'oxygène [3].

I-3-5-La pollution radioactive

C'est celle qui est occasionnée par une éventuelle radioactivité artificielle des rejets qui trouvent leur source dans l'utilisation de l'énergie nucléaire sous toutes ces formes (installations et centrales d'exploitation de mine d'uranium, traitement des déchets radioactifs). Les éléments radioactifs s'incorporent dans les molécules des organismes vivants. Plus on s'élève dans la chaîne alimentaire plus les organismes sont sensibles aux rayonnements [3].

I-3-6-La pollution par hydrocarbures

La pollution par les hydrocarbures résulte de plusieurs activités liées à l'extraction du pétrole, à son transport et en aval à l'utilisation de produits finis (carburants et lubrifiants), ainsi qu'aux rejets effectués par les navires (marées noires).

Les effets des hydrocarbures dans le milieu marin sont considérables. Ils dépendent largement de leur composition. En fait leurs activités peuvent s'exercer selon plusieurs modalités très différentes [4].

I-4-Hydrocarbures

Les hydrocarbures (pétrole brut et gaz naturels) sont des molécules composées uniquement d'atomes de carbone et d'hydrogène. Selon l'architecture de la liaison entre l'atome du carbone et d'hydrogène, on distingue trois séries:

- ✓ Les alcanes ;
- ✓ Les hydrocarbures aromatiques ;
- ✓ Les hydrocarbures aromatiques polycycliques.

Dans ce qui suit on va présenter les caractéristiques des différentes classes d'hydrocarbures ainsi que leurs abondances dans un brut pétrolier [5].

I.4.1 Les alcanes

Parmi lesquels, on distingue

- ✓ Les alcanes linéaires (*n*-alcanes, C_nH_{2n+2}), dont la longueur de chaîne varie de 7 à 40 atomes de carbone, constituent une des classes les plus abondantes car ils constituent 10 à 40 % des hydrocarbures totaux d'un brut pétrolier. Par contre le pétrole brut d'origine fossile ne contient en général pas d'alcènes ou d'alcyne. Ils sont obtenus par distillation destructive de substances naturelles complexes, telles que la houille, et sont formés en grande quantité par vapocraquage au cours du raffinage du pétrole.
- ✓ Les alcanes ramifiés: les plus abondants sont les *iso*-alcanes (groupement méthyle en position 2), les autres composés ramifiés antéiso (groupement méthyle en position 3) ou polyramifiés tels que les isoprénoides (exemple: pristane, phytane) sont beaucoup moins nombreux. Ces composés se trouvent dans le pétrole brut dans des proportions sensiblement égales à celles des *n*-alcanes.
- ✓ Les cycloalcanes: renferment des composés cycliques (à 5 ou 6 atomes de carbone) saturés et le plus souvent substitués. Quelques dérivés polycycliques sont aussi présents et certains d'entre eux tels les stéranes et les triterpanes sont caractéristiques d'un pétrole brut. Cette famille peut représenter entre 30 et 50 % des hydrocarbures totaux d'un pétrole brut [5].

I.4.2 Les hydrocarbures aromatiques

Les hydrocarbures aromatiques sont d'excellents solvants pour les laques et les peintures. Le benzène est de loin le plus utilisé des hydrocarbures benzéniques. Il est en effet à la base de la fabrication de nombreux composés tels que les matières plastiques, résines, colorants, explosifs, détergents, insecticides, textiles, etc [6].

Les hydrocarbures aromatiques se distinguent des autres par un rapport C/H très élevé. Ils sont constitués d'un cycle hexagonal de carbone, chacun étant lié à un unique atome d'hydrogène (cycle benzénique). Le plus simple d'entre eux est le benzène (C_6H_6). On peut aussi citer les TEX qui sont, en plus du benzène, les hydrocarbures aromatiques les plus rencontrés dans l'environnement. Le terme BTEX correspond donc aux quatre substances suivantes : le Benzène, le Toluène, l'Ethylbenzène et les Xylènes.

I.4.3 Les hydrocarbures aromatiques polycycliques

Plusieurs familles d'hydrocarbures aromatiques et polyaromatiques dont le nombre de noyaux varie de 2 à 6 sont présentes dans les pétroles bruts. Ces composés sont dominés par des composés mono-, di- et tri-aromatiques. En général, les hydrocarbures aromatiques sont moins abondants que les alcanes, et ne représentent que 10 à 30 % des hydrocarbures totaux d'un brut pétrolier [6].

Bien que les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) font partie des hydrocarbures aromatique ils constituent de par leur toxicité à très faible dose, un groupe différent des autres hydrocarbures aromatiques. Ces composés sont des substances organiques constituées d'au moins deux anneaux aromatiques condensés. Ils sont divisés en deux catégories : les composés à faible masse moléculaire formée de moins de quatre anneaux et les composés à masse moléculaire élevée, à quatre anneaux ou plus.

I-5-Catégories des hydrocarbures

Selon leur état physique, les hydrocarbures liquides ou liquéfiés sont classés en quatre catégories :

□ **Catégorie A :**

Hydrocarbures liquéfiés dont la pression à 15°C est inférieure à 01 bar. On se trouve deux sous catégories :

* **Sous catégorie A₁ :**

Hydrocarbures maintenus liquéfiés à une température inférieure à 0°C.

*Exemple : gaz naturel (méthane), éthylène.

* **Sous catégorie A₂ :**

Hydrocarbures liquéfiés dans d'autres conditions.

*Exemple : butane, propane, butadiène, isoprène

□ **Catégorie B :**

Hydrocarbures liquides dont le point d'éclair inférieur à 55°C.

*Exemple : brut, essence, kérosène.

□ **Catégorie C :**

Hydrocarbures liquides dont le point d'éclair supérieur ou égal à 55°C. Et inférieur à 100°C.

On trouve deux sous catégorie :

***sous catégorie C1 :**

Hydrocarbure à une température égale ou supérieure à leur point d'éclair.

***sous catégorie C2 :**

Hydrocarbure à une température inférieure à leur point éclair, les fuels, oils lourds.

□ Catégorie D :

Hydrocarbures liquides le point d'éclair est supérieur ou égal à 100°C. On en trouve deux sous catégories :

***Sous catégorie D₁ :**

Hydrocarbures à une température supérieure ou égale à leur point d'éclair.

***Sous catégorie D₂ :**

Hydrocarbures à une température inférieure à leur point d'éclair.

*Exemple : huile, graisse, bitumes [7].

I-6-Dangers des hydrocarbures**I-6-1- Pollution de sol**

Le degré de gravité de cette pollution dépend de la nature du sol et de son utilisation. Ainsi, le déversement accidentel d'hydrocarbures liquides sur un terrain agricole peut le rendre momentanément impropre à la culture, au pâturage, ..., jusqu'à disparition (évaporation, infiltration ou nettoyage) des hydrocarbures [2].

I-6-2-Pollution de l'air

Elle est due à la vaporisation des fractions légères des hydrocarbures laissés ou rejetée à l'air libre, les fractions lourdes n'étant pas volatiles. Cette vaporisation est d'autant plus forte que la température ambiante est élevée. Cette pollution présente deux types de dangers :

- Dangers physiologiques
- Dangers d'incendie et d'explosion

L'acuité de ces dangers dépend du milieu, de l'ampleur de la pollution et bien entendu, de la nature de l'hydrocarbure [5].

I-6-3- Pollution de l'eau

Elle peut apparaître soit :

- À la suite d'un déversement direct dans un cours d'eau
- Par ruissellement des eaux en contact avec des hydrocarbures

- Par infiltration directe des hydrocarbures ou d'eau polluée

Les deux premiers modes de pollution touchent les eaux de surface, l'infiltration atteint surtout les nappes souterraines.

Les hydrocarbures étant plus légers que l'eau et généralement non-miscibles, flottent à la surface. Ils ont un effet nuisible sur la faune et la flore et rendent les eaux impropres à la consommation humaine.

Ce problème est d'autant plus aigu qu'il suffit d'une infime quantité d'hydrocarbure pour polluer l'eau [5].

I-7-Détermination des hydrocarbures dans l'eau [8]

Les hydrocarbures sont déterminables selon diverses méthodes, qui sont :

- 1) Effluents aqueux des raffineries de pétrole - dosage des matières organiques en suspension dans l'eau extractibles à l'hexane : c'est une méthode de mesure par absorption et floculation des matières organiques (hydrocarbures compris) dans une colonne garnie d'hydroxyde d'aluminium, extraction du floculat à l'hexane, puis dosage gravimétrique après évaporation du solvant. Cette méthode permet de mesurer les hydrocarbures insolubles et reproduit sensiblement le processus de leur épuration par des procédés physico-chimiques. Dans ces conditions, elle peut être utilement employée pour la surveillance des performances de filières de ce type.
- 2) Effluents aqueux des raffineries de pétrole - dosage des hydrocarbures totaux: il s'agit d'une méthode de mesure faisant appel à une extraction des produits hydrocarbonés par le tétrachlorure de carbone (CCl_4) en milieu acide, à une séparation des hydrocarbures des autres composés organiques par chromatographie sur une colonne garnie d'un adsorbant, puis à une détermination spectrophotométrie dans le spectre infra-rouge à la longueur
- 3) d'onde de 3420 nm (qui correspond à la vibration de valence la plus intense des liaisons C-H₂ des hydrocarbures aliphatiques). En première approche,
- 4) cette méthode peut être utilisée lorsqu'on désire connaître la teneur en hydrocarbures aliphatiques dissous.
- 5) Dosage des hydrocarbures totaux - méthode par spectrophotométrie infra-rouge : cette méthode est identique à la précédente en ce qui concerne les modalités d'extraction. En revanche, la mesure est différente et consiste en une détermination des absorbances de la solution chromatographie non pas pour une longueur d'onde

- 6) donnée, mais dans tout le spectre compris entre 3290 et 3510 nm (se rapportant aux vibrations les plus intenses des liaisons C-H, C-H₂ et C-H₃ des hydrocarbures aromatiques et aliphatiques). Mesurant tous les pics d'hydrocarbures dissous dans la gamme spectrale considérée, il s'agit donc d'une méthode spectrophotométrie de portée plus large que la précédente.
- 7) Dosage de 6 hydrocarbures aromatiques polycycliques -méthode par chromatographie liquide haute pression : cette dernière méthode est relative à un essai visant plus particulièrement à doser les composés à pouvoir cancérigène. Les HAP sont extraits de l'échantillon à tester par action du cyclohexane, séparés des autres composés par chromatographie liquide haute pression, puis dosés par fluorimétrie.

I-8-Méthodes de traitement des eaux usées

Différentes méthodes de traitement des eaux polluées sont à ce jour disponible. Nous pouvons les regrouper en traitements physiques, biologiques, physico-chimiques ou chimiques [9] [10].

I-8-1 Traitements physiques

Les traitements physiques sont appliqués pour une simple séparation mécanique solide-liquide, sans introduction de réactif chimique. Il s'agit de la décantation et de la filtration.

I-8-2 Traitements biologiques

Les traitements biologiques des effluents aqueux utilisent des micro-organismes (microflore de bactéries, microfaune d'animaux, protozoaires, métazoaires ...) pour éliminer les polluants biodégradables dans l'eau.

I-8-3 Traitements chimiques

Dans le cas des polluants non –biodégradables, il est indispensable de trouver d'autres méthodes de traitement comme le traitement chimique qui consiste à extraire les polluants par exemple les métaux lourds par complexation ou par adsorption sur des matériaux minéraux. La recherche est donc ouverte dans le domaine des méthodes chimiques de traitement.

I-8-4 Traitement physico-chimique

Ces technologies d'oxydation sont regroupées sous le terme de procédés d'oxydation avancés (POA). L'activation catalytique et/ou photochimique du processus oxydatif est utilisée dans le but d'obtenir une oxydation totale et une minéralisation complète des polluants organiques.

I-9-Normes des effluents rejetés en Algérie

La législation algérienne précise les valeurs limite, pour les rejets industriels, et ne peut pas les dépasser pour un grand nombre de paramètres.

Tableau (I-5-3) : Les normes des effluents rejetés en Algérie [11].

| Paramètres | Unité | Valeurs maximales |
|------------------|-------|-------------------|
| Temperature | C° | 30 |
| pH | - | 5.5-8.5 |
| MES | mg/l | 30 |
| DBO ₅ | mg/l | 40 |
| DCO | mg/l | 120 |
| Azote kjeldahl | mg/l | 40 |
| Phosphates | mg/l | 2 |
| Cyanures | mg/l | 0.1 |
| Aluminiums | mg/l | 5 |
| Cadmium | mg/l | 0.2 |
| Chrome III | mg/l | 0.3 |
| Chrome VI | mg/l | 0.1 |
| Fer | mg/l | 5 |
| Manganese | mg/l | 1 |

| | | |
|-----------------------|------|------|
| Mercure | mg/l | 0.01 |
| Nickel | mg/l | 5 |
| Plomb | mg/l | 1 |
| Cuivre | mg/l | 3 |
| Zinc | mg/l | 5 |
| Huile et graisse | mg/l | 20 |
| Hydrocarbure | mg/l | 20 |
| Phénol | mg/l | 0.5 |
| Solvant organique | mg/l | 20 |
| Détergeant | mg/l | 2 |
| Tensioactif anionique | mg/l | 10 |

I-10-Conclusion

Dans notre mémoire nous sommes basés sur des eaux usées industrielles, mélangées avec des hydrocarbures. Le terme « hydrocarbure pétrolier » (HCP) est un terme générique qui désigne les mélanges de composés organiques présents dans des matières géologiques comme l'huile, le bitume et le charbon ou dérivés de ces matières.

Chapitre II

II.1 Introduction

L'adsorption est un phénomène d'interface, pouvant se manifester entre un solide et un gaz ou un liquide. Le phénomène est général pour toutes les surfaces mais on cherche à l'exploiter en employant des solides à porosité élevée.

Nous limiterons cette étude à l'adsorption solide/liquide, car elle concerne notre travail.

Le support solide est l'adsorbant, tandis que le composé fixé est appelé adsorbât. L'interaction entre l'adsorbât et l'adsorbant met en jeu des forces de natures différentes de type physique et/ou chimique.

II.2. Types d'adsorption

La nature des liens entre l'adsorbant et la substance adsorbée, et le grandeur de l'énergie mise en jeu ont permis de distinguer deux types d'adsorption. [12]

II.2.1. Adsorption physique

Dans la physio sorption, il n'y a pas de transfert d'électrons. Elle n'est pas spécifique et peut être multicouche. L'adsorption physique est généralement réversible car l'énergie mise en cause est faible, (de l'ordre de quelques kilocalories par mole). Les forces impliquées sont des forces d'attraction de type VAN DER WALLS [12].

II.2.2. Adsorption chimique

Elle correspond à la création de véritables liaisons chimiques par le transfert électronique entre les molécules de l'interface des deux phases. Ces liaisons sont de type covalent, mais elles peuvent être légèrement polarisées.

Les énergies mises en jeu sont plus grandes que dans le cas de physio sorption. Ce type d'adsorption spécifique n'apparaît le plus souvent qu'à des températures assez élevées et ne devient réversible qu'à des températures encore plus élevées. [12]

II.3. Description du mécanisme d'adsorption

Le mécanisme d'adsorption peut être décomposé en plusieurs étapes :

- ✓ 1 étape (la diffusion externe) : le transfert des molécules de soluté de la phase liquide externe vers la phase liquide liée à la particule solide (par diffusion et par convection)
- ✓ 2^{ème} étape (la diffusion interne) : le transfert du soluté à travers le film liquide vers la surface externe de l'adsorbant.
- ✓ 3^{ème} étape la diffusion de l'adsorbat à l'intérieur de la particule de l'adsorbant sous l'effet du gradient de concentration.
- ✓ 4^{ème} étape : l'adsorption dans un micropore. [12]

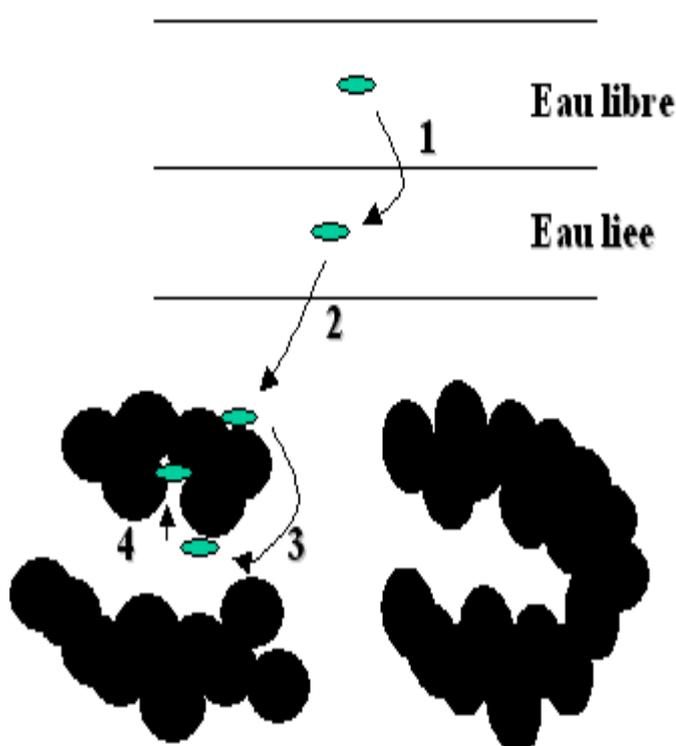


Figure II. 1. Mécanisme d'adsorption en phase aqueuse sur charbon actif

Tableau II. 1. Les différences entre l'Adsorption physique et chimique [13]

| Propriétés | Adsorption physique | Adsorption chimique |
|--------------------------|--|-------------------------|
| Température du processus | Relativement basse à la température d'ébullition de l'adsorbât | Plus élevée |
| Chaleur d'adsorption | 1 à 10 kcal/mol | Supérieur à 10 kcal/mol |
| Liaison | Physique de Van Der Waals | Chimique |

| | | |
|----------------------|---------------------------|-------------------------|
| Spécificité | Processus non spécifique | Processus spécifique |
| Désorption | Facile | Difficile |
| Cinétique | Rapide | Lente |
| Formation de couches | Formation de multicouches | Formation de monocouche |

II.4. Equilibre d'adsorption

Pour décrire les performances d'un système adsorbât/adsorbant, des modèles théoriques et empiriques ont été développés, décrivant la relation entre la masse d'adsorbât fixée à l'équilibre et la concentration sous laquelle elle a lieu, à température constante.

Il s'agit d'isotherme d'adsorption.

Une isotherme est donc une courbe qui représente la variation de la quantité de soluté adsorbée par unité de masse d'adsorbant en fonction de la concentration à l'équilibre C_e .

Les trois isothermes les plus connues sont celles de Langmuir, de Freundlich et de Brunauer-Emmett-Teller(BET).[12]

II.4.1. Isotherme d'adsorption de Langmuir

L'équation de Langmuir suppose que l'adsorption a lieu sur des sites de même énergie et qu'il n'y a pas d'interaction entre les molécules adsorbées.

Elle est applicable à l'adsorption mono moléculaire et s'exprime par :

$$q = \frac{x}{m} = q_m * \frac{b.C_e}{1+b.C_e} \quad (\text{II.1})$$

Où :

q : quantité de soluté adsorbée par unité de masse de l'adsorbant à l'équilibre (mg/g).

q_m : capacité d'adsorption ultime (mg/g).

C_e : concentration du soluté dans la phase liquide à l'équilibre (mg/l).

b : constante de Langmuir. [12]

La linéarisation de l'équation de Langmuir donnée permet de déduire la capacité ultime q_m et la constante de dissociation K_d égale à $1/b$.

II.4.2. Isotherme de Freundlich

L'isotherme d'adsorption de Freundlich, présentée en 1926, repose sur l'équation empirique suivante :

$$q = K \cdot C_e^{1/n} \quad (\text{II.2})$$

K, n : constantes expérimentales qui dépendent respectivement de la nature de l'adsorbât et de l'adsorbant.

Cette isotherme est une isotherme empirique qui, contrairement à celle de Langmuir, tient compte de l'inégalité d'énergie d'adsorption des différents sites. [13]

II.4.3 Isotherme de B.E.T

L'isotherme de B.E.T, proposée en 1938, repose sur les hypothèses ci-dessous

- a- Plusieurs couches successives de molécules peuvent être fixées sur l'adsorbant.
- b- Les sites d'adsorption sont distribués uniformément à la surface de l'adsorbant.
- c- Chaque site est indépendant des sites voisins
- d- L'énergie d'adsorption retient la première couche de molécule, alors que l'énergie de condensation retient les couches successives suivantes. [12]

L'équation de l'isotherme d'adsorption de B.E.T est la suivante :

$$q = \frac{A \cdot C_e \cdot Q_m}{(C_s - C_e) \cdot [1 + (A - 1) \cdot C_e / C_s]} \quad (\text{II.3})$$

Où :

Q_m : capacité ultime d'adsorption (mg/g).

C_e : concentration du soluté dans la phase liquide à l'équilibre (mg/l).

C_s : concentration de la matière dissoute à l'état de saturation (mg/l).

A : constante liée à l'énergie d'interaction avec la surface.

II.5. Facture influençant l'adsorption

L'efficacité d'un adsorbant vis-à-vis d'un adsorbât dépend d'un nombre important de paramètres dont les principaux sont:

- Les caractéristiques de l'adsorbant : polarité, volume poreux, surface spécifique, fonctions superficielles....
- Les caractéristiques de l'adsorbât : polarité, solubilité, poids et saturation moléculaire...
- Les paramètres physiques : tels que la température et le pH qui ont une influence considérable sur le phénomène d'adsorption.

Lors de l'adsorption, la valeur du pH joue souvent un rôle important, l'adsorption est maximale au point isoélectrique, car les liaisons avec l'eau y sont minimales. [13]

II.6. Les adsorbants

Plusieurs matériaux sont utilisés en traitement de l'eau : alumine (Al_2O_3), gel de silice, terre de Fuller, terre à diatomées, tamis moléculaire, résines à micropores, résines à micropores échangeuses d'ions, dioxyde de manganèse et même « floccs de sulfate d'aluminium » et silice activée. Cependant, plus que toutes ces matières, c'est le charbon actif qui est le plus adsorbant. [13]

II.7. Généralité sur charbon actif

Parmi les différentes formes de carbone il en existe seulement deux qui soient cristallines, le diamant et le graphite.

Les autres espèces : noir de carbone, charbon actif et cokes, sont moins bien cristallisées et possèdent des propriétés adsorbants .L'expression « charbon actif » désigne tout matériau carboné d'origine animale ou végétale ayant subi des traitements spéciaux (carbonisation, activation), sa surface interne peut atteindre 2000-4000 m^2/g [14].

II.7.1. Origine

D'origine organique ou minérale, il provient de diverses matières animales et végétales (coque de noix de coco, tourbe, houille...), les charbons actifs issus de ces derniers produits sont les plus souvent employés pour le traitement de l'eau naturelle ou résiduaire. Pour des recherches spécifiques, on peut avoir recours à des produits carbonisés comme le sucre qui donne du charbon actif chimiquement pur [14].

II.7.3. Propriétés physiques du charbon actif

La distribution poreuse ou porosité est liée à la répartition de la taille des pores. Ces pores sont caractérisés par leur volume poreux (cm^3/g), leur rayon (Å) et leur surface (cm^2) [14].

II.8. Utilisation du charbon actif

L'utilisation du charbon actif est répartie en différents domaines comme

- ✚ Traitement des eaux potables et résiduaires.
- ✚ Purification de produits industriels.

Le charbon actif élimine les couleurs et les impuretés de produits bruts, il est employé par exemple pour la décoloration du sucre de canne ou de betterave.

- ✚ Le charbon actif est employé dans l'équipement d'air conditionné ainsi que pour l'élimination des odeurs d'égouts et d'émanations chimiques.
- ✚ Les filtres à charbon actif contenus dans certaines voitures, fixent les émanations d'hydrocarbures imbrûlés qui s'échappent des véhicules à l'arrêt.
- ✚ Ces dernières années, l'utilisation du charbon actif s'est élargie au traitement des eaux usées en raison non seulement de ses qualités d'adsorbant mais aussi du rôle épurateur joué par les bactéries qui y sont fixées. [13]

II.9. Types des charbons actifs

II.9.1. Charbon actif en poudre (CAP)

Le charbon actif en poudre ou CAP prend la forme de grains de taille comprise entre 10 et 50 μm et il est généralement utilisé en combinaison avec un traitement clarificateur. Le PAC est ajoutée continuellement avec l'eau à traiter avec des agents flocculant. Il est recommandé d'utiliser des clarificateurs pour augmenter le temps de contact entre le charbon et l'eau. [15]



Figure (II-2) : charbon actif en poudre

II.9.2. Charbon actif en grain (CAG)

L'utilisation du charbon actif en grain à l'échelle industrielle est plus fréquente que celle du charbon actif en poudre, malgré la bonne performance de ce dernier du point de vue cinétique d'adsorption. Il est utilisé pour l'élimination d'une partie des micropolluants qui résistent aux traitements physico-chimiques classiques. [15]



Figure (II-3) : charbon actif en grain

II.9.3- charbon actif en extrudé

Le charbon extrudé est de forme cylindrique avec diamètres allant de 0.8 mm a 5mm. Il est principalement utilisé pour des application en phase gazeuse a cause de sa faible perte de charge , de sa grande résistance mécanique et de sa faible teneur en poussières . [15]



Figure (II-4): charbon actif en extrudé

II-10-Facteurs influençant l'adsorption

• **Température**

L'adsorption physique s'effectue à des basses températures (phénomène exothermique), alors que l'adsorption chimique demande des températures plus élevées (phénomène endothermique). Ce qui nécessite de fixer la température du processus dès le départ. [13]

• **pH**

Le pH est un facteur important dans toute étude d'adsorption du fait qu'il peut influencer à la fois la structure de l'adsorbant et de l'adsorbât ainsi que le mécanisme d'adsorption. Ce facteur dépend de l'origine des eaux à traiter et du procédé de leurs traitements (coagulation, floculation, oxydation...). Donc, il est judicieux de connaître l'efficacité de l'adsorption à différents pH.

• **Masse de l'adsorbant**

La capacité d'adsorption est d'autant plus grande que la masse de l'adsorbant dans la solution est importante. Du fait du coût élevé des adsorbants, le choix d'un rapport liquide – solide optimal est recommandé.

• Solubilité de l'adsorbat

La solubilité d'un adsorbat joue un rôle important lors de son adsorption. Plus la solubilité est grande, plus faible sera l'adsorption. Ils ont constaté que Les capacités d'adsorption suivent l'ordre inverse des solubilités.

• Structure moléculaire de l'adsorbat

Plus la structure moléculaire des particules à fixer est grande, plus le remplissage des pores s'effectue rapidement et la saturation est atteinte avec des rendements faibles. Ce qui fait diminuer le nombre des sites libres pour les autres molécules.

• Masse moléculaire de l'adsorbat

Les particules dont la masse moléculaire est faible sont légères et se déplacent plus rapidement que celles dont la masse moléculaire est élevée, donc leur chance d'être adsorbées est beaucoup plus grande.

II-11.Conclusion

L'adsorption peut aussi être définie comme étant une opération physique de séparation des mélanges, celle-ci permet une élimination d'une substance par une autre de la phase gazeuse ou liquide, dans laquelle elle se trouve.

Le solide est appelé adsorbant et la substance qui s'adsorbe qui est appelé plus couramment soluté afin d'éviter toute confusion avec l'adsorbant.

Chapitre III

III-1- Introduction

L'étude expérimentale de ce travail a été menée dans les laboratoires de contrôle qualité de Haoud Berkaoui (HBK) et Génie Chimique de l'Université Kasdi Merbah Ouargla. Dans ce chapitre, est décrit le matériel utilisé et les méthodes suivies lors des procédés expérimentaux.

III-2- Présentation de la station de déshuilage du champ de Haoud Berkaoui

III-2-1-Station de déshuilage du champ Haoud Berkaoui

La station de déshuilages du champ de Houad Berkaoui (Figure III-01) garantis la récupération des hydrocarbures et la production d'eau de réinjection 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 .[16]



Figure (III-01) : Station de déshuilage du champ de Haoud Berkaoui.

III-2-2-Schéma technologique de la station de déshuilage

Le schéma technologique du procédé de traitement des eaux au niveau de la station de déshuilage est présenté dans la figure (III-2) ci- après.

Un ballon de flash (40 m³/h de capacité) est placé en amont de la station de déshuilage en vue de séparer les huiles et les gaz.

Les gaz sont envoyés vers la torche tandis que les effluents collectés au fond du ballon de flash sont acheminés vers le bac tampon S-101 (500 m³/h de capacité).

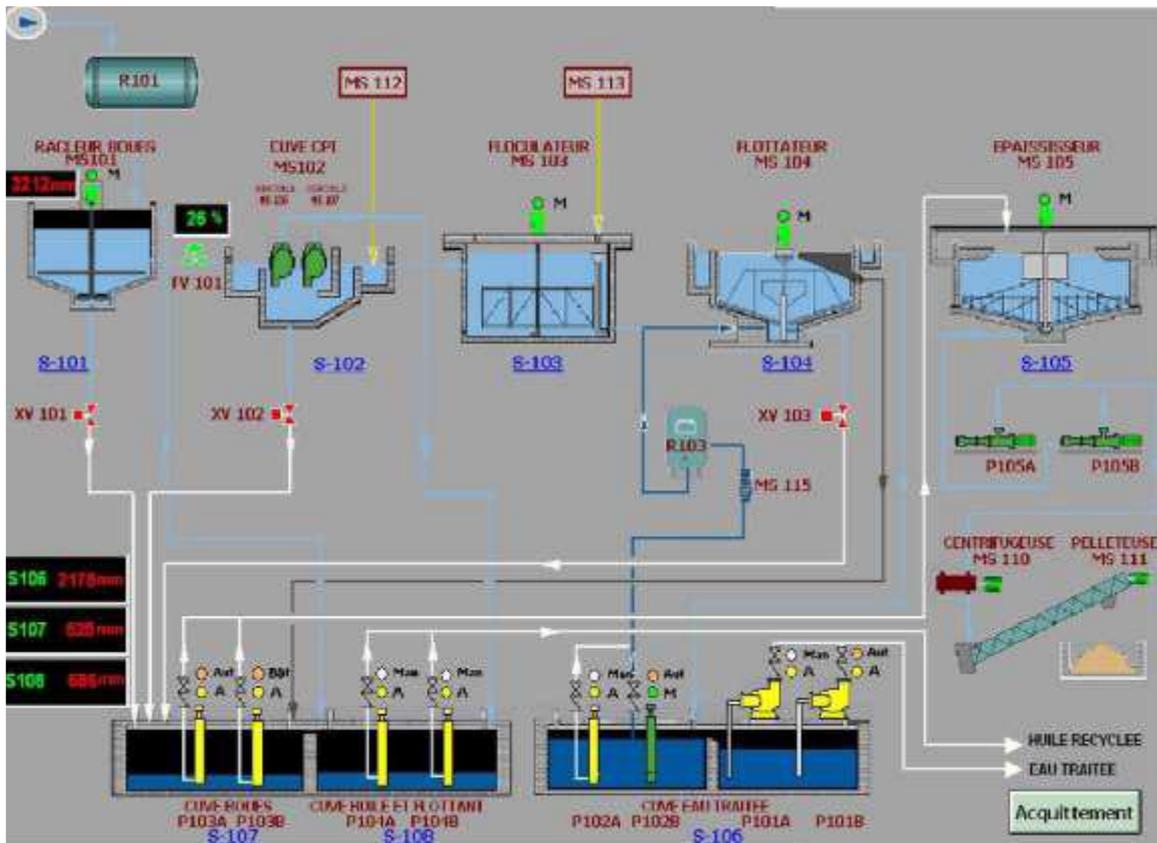


Figure (III-02) : Schéma technologique de la station de déshuilage

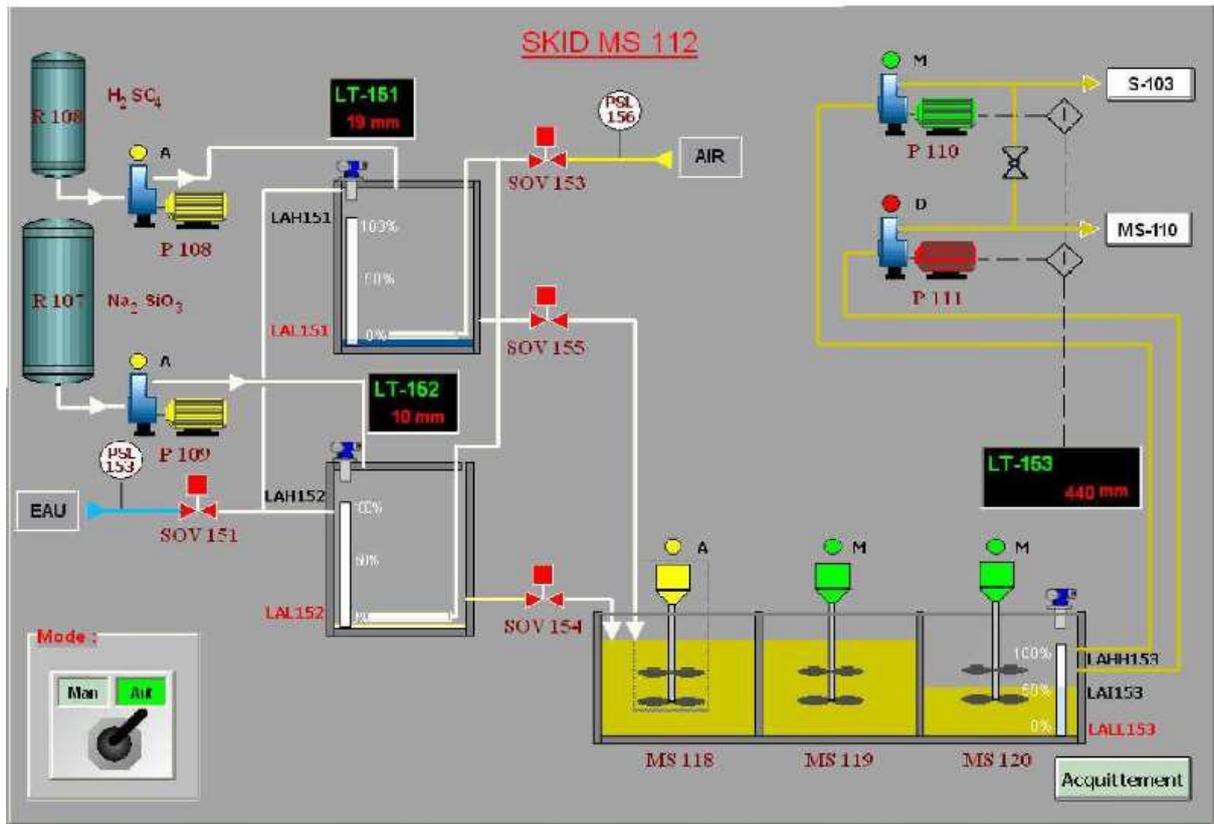


Figure (III-03) : Procédé de traitement de la station de déshuilage du champ de H.B.K.

Au niveau du bac tampon **S-101**, l'huile flottant est récupérée par un système écrème puis envoyée vers la cuve d'huile **S-108** alors que les matières en suspension sont rassemblées au fond du bassin comme couche de sédiments formant des boues. Ces dernières sont rassemblées par un racleur **MS-101** et envoyées vers une cuve à boues **S-107** à travers une vanne automatique **XV-101**.

Les effluents sortants du bac tampon sont canalisés vers la cuve **C.P.IMS-102** (30 m³/h de capacité) ou l'huile surnageant est envoyée par un déshuileur à disques rotatifs **MS-106** et **MS-107** vers la cuve d'huile **S-108**, la boue est évacuée à travers la vanne automatique **XV-102** vers la cuve à boues **S-107** et l'eau chargée en MES est canalisée vers la cuve de floculation **S-103** pour un éventuel traitement qui consiste en l'ajout d'un coagulant à l'entrée et d'un floculant à la sortie. Ces deux agents chimiques sont fournis par des unités de dosage chimique **MS-112** et **MS-113**.

L'eau qui arrive par gravité à la cuve de flottation **S-104** se mélange à l'eau saturée en air. Les floccs raclés à la surface de l'eau ainsi que la boue formée sont acheminés également vers la cuve à boues tandis que l'eau traitée est envoyée vers une cuve d'eau traitée **S-106**.

La cuve d'eau est constituée de deux compartiments, comportant chacun deux pompes. Les **P-101A/B** refoulant l'eau traitée vers l'extérieur à 60 m³/h et 15 bars alors que les **P-102A/B** recyclent une partie de l'eau traitée vers un ballon de saturation à air **R-103** pour un éventuelle mélange avec le fluide sortant de la cuve de floculation **S-103**.

Les boues rassemblées dans la cuve **S-107** sont pompées par les pompes **P-103A/B** à 10 m³/h et 1,5 bar vers un épaisseur de boue **S-105** dans laquelle le racleur **MS-105** assure l'homogénéité de la concentration des boues à envoyer par les pompes **P-105A/B** à 6 m³/h et 2,5 bars vers la centrifugeuse **MS-110** pour une déshydratation puis à l'extérieur du hangar **H-101** ou elles sont enlevées par une pelle mécanique et enterrées dans des tranchées imperméables **S-111 A/B/C**.

Les techniques de traitement des eaux au niveau de station sont :

- ✓ Coagulation
- ✓ Floculation
- ✓ Décantation

III-3-Eau usée utilisée

L'eau usée utilisé est constitué des hydrocarbures, nous avons pris une eau fraiche a l'entrée de la station de déshuilage Haoud Berkaoui.

III-4-Charbon actif

Le charbon actif utilisé comme support d'adsorption au cours de ce travail est un charbon actif en poudre provenant du commerce. Le tableau (III-1) représente les caractéristique de charbon active utilise

Tableau (III-1) Caractéristique de charbon active utilise

| Propriété | Charbon active |
|---------------------------|--------------------------|
| Masse volumique apparente | 940.5 kg/m ³ |
| Masse volumique réel | 376,63 kg/m ³ |
| Taille effective (TE) | 0.92 mm |
| La porosité (η) | 23.33% |
| Conductivité | 750 μs/cm |

III-5- Caractérisation des eaux usées utilisée**III-5-1-Détermination de la teneur des hydrocarbures dans l'eau**

La méthode consiste à extraire un volume d'échantillon dans 10% de son volume de solvant 38, soit : 35 ml de solvant pour 350 ml d'échantillon.

Selon la richesse de l'eau en hydrocarbures, on procède à une dilution de la prise d'échantillon

a- Dilution de la prise d'échantillon

- 1- Prendre 100 ml de l'échantillon d'eau à analyser dans une burette et le transvaser dans l'ampoule à décantation.
- 2- Rincer la burette par 250 ml d'eau distillée (par portions de 50 et 100 ml), et transvaser l'eau de rinçage dans l'ampoule de décantation.

b- Extraction et décantation

- 1- Ajouter 35 ml de Solvant 38 dans l'ampoule de décantation.
- 2- Fermer et agiter l'ampoule énergétiquement pendant 2 minutes.
- 3- Laisser un temps de séparation de 10minutes.
- 4- Placer un coton dans le robinet de décantation de l'ampoule et l'ouvrir doucement pour séparer la phase solvant dans un récipient

c- Mesure de la concentration des hydrocarbures extraits (par le spectrophotomètre DR2000)

- 1- Choisir la méthode 410 et régler la longueur d'ondes à 450 nm.
- 2- Utiliser des cellules de mesures lavées et sèches. Remplir une cellule de 25 ml de Solvant 38. Insérer la cellule dans le DR2000 et appuyer sur « Zéro ».
- 3- Remplir la cellule avec 25 ml du solvant extrait de l'ampoule et appuyer sur « Read »
- 4- La teneur de l'eau en hydrocarbures (en ppm) est égale à :

La valeur indiquée par le spectrophotomètre * 3.5

Tableau III.2 : Matériels et les réactifs utilisés pour mesuré la teneur des hydrocarbures

| Matériels utilisés | Réactifs |
|---|-----------------------------|
| Spectrophomètre DR2000. UV- Visible Flacons d'échantillonnage. Une ampoule à décanter de 500ml. Une éprouvette de 50 ml. Becher de 250 ml. Becher de 100 ml. | Solvant 38 Eau distillée |

**Figure (III-4)** : Spectrophotomètre-DR2000

III-5-2- Détermination de la Demande biochimique en oxygène (DBO₅)

Le dosage de la DBO₅ est effectué en incubant un échantillon d'eau dans le flacon de l'appareil manométrique (DBO mètre) à l'abri de la lumière et maintenu pendant 5 jours à 20°C. Lors de la biodégradation des matières organiques, les micro-organismes consomment l'oxygène de l'air contenu dans le flacon et libèrent le CO₂. Ce dernier est adsorbé par les pastilles de soude. La mesure est effectuée à l'aide d'un appareil manométrique de DBO mètre.

Tableau III.3 : Matériels et les réactifs utilisés pour mesuré la DBO₅

| Matériels utilisée | Réactifs |
|--|--|
| Incubateur Flacon d'échantillons bruns en verre de 500 ml de capacité Barreau magnétique d'agitation Dispositif d'agitation | Pastille de soude caustique (NaOH) Eau distillée |



Figure (III-5) : DBO-mètre utilisé

III-5-3- Détermination de la Demande chimique en oxygène (DCO)

La demande chimique en oxygène (DCO) est la mesure de la quantité de dioxygène O₂ provenant de la réduction du dichromate de potassium, nécessaire pour oxyder les matières oxydables. Ces dernières étant en très grande majorité des matières organiques biodégradables ou non.

La DCO est utilisée comme mesure de polluants. Elle est mesurée à la fois dans les influents et les effluents. L'efficacité du processus de traitement est généralement

exprimée en termes d'élimination de DCO, mesurée en pourcentage de la matière organique purifiée pendant le cycle.

Tableau III.4 : Matériels et les réactifs utilisés pour mesuré la DCO

| Matériel | Réactif |
|---|-----------------------|
| Réacteur (HACH-DRB 200) (HACH -DR 900) | Tube DCO (0-15000ppm) |

La détermination de la DCO est effectuée par la méthode suivante.

Les tubes à essai prédosés Hanna permettent de réaliser des mesures de DCO sans effort en seulement 3 étapes très simples:

- 1- Remplir le tube prédosé avec l'échantillon et replacer le bouchon.



Figure (III-6) : Tube DCO

- 2- Placer le tube dans le réacteur et programmer la minuterie.



Figure (III-7) : Réacteur (HACH-DRB 200)

- 3- Placer le tube dans le photomètre HACH -DR 900 et lire le résultat sur l'afficheur.



Figure (III-8) : photomètre HACH -DR 900

III-5-4- Détermination de la turbidité

Le turbidimètre que nous avons utilisé est de type (HACH 21000 AN IS TURBIDIMETER). Nous avons réalisé les mesures dans des cellules spéciales.

- ✓ On remplit la cellule à la ligne (environ 15 ml).
- ✓ On essuie la cellule avec le morceau de tissu pour enlever les traces d'eau et les empreintes.
- ✓ On presse le bouton I/O pour allumer le turbidimètre et placer la cellule.
- ✓ On presse le bouton « READ »
- ✓ La turbidité est exprimée en NTU, lire la valeur après l'extinction du symbole de la lampe



Figure (III-9) : Turbidité-mètre

III-5-5-Détermination de la quantité des matières en suspension dans l'eau

a- Principe

La méthode consiste la détermination de la quantité des matières en suspension solide contenant dans l'eau avant et après traitement.

b-Mode opératoire

- Sécher convenablement les filtres à l'aide d'une étuve à 105°C pendant 10 à 15 min.
- Peser les filtres à l'aide d'une balance analytique, éviter soigneusement de contaminer le filtre par des poussières, en utilisant un dessiccateur.
- Placer les filtres dans l'entonnoir du système de filtration et le connecter à un dispositif d'aspiration sous vide (sous pression)
- Agiter vigoureusement le flacon et transférer un volume déterminé de l'échantillon dans une éprouvette graduée (1 L).
- Filtrer l'échantillon.
- Rincer l'éprouvette avec l'eau distillé, on utilise cette portion pour laver le filtre et le système de filtration, si l'eau est très chargée.
- Libérer le dispositif sous vide lorsque le filtre est pratiquement sec et on le retire avec précaution de l'entonnoir à l'aide d'une pince.
- Placer le filtre sur un verre de montre et, sécher dans l'étuve pendant une heure de temps à 105 °C.
- Après le séchage, retirer le filtre de l'étuve et peser.

- Calculer la quantité des matières en suspension selon la formule suivante :

$$X = \frac{m - m_0}{v} \text{ (mg/l)}$$

X : la quantité des MES en mg/l.

m : masse de filtre après filtration en mg.

m₀ : masse de filtre avant filtration en mg.

V : volume de l'échantillon filtré.

Tableau III.5 : Matériels et les réactifs utilisés pour mesuré les MES

| Matériels utilisées | Réactifs |
|---|--|
| Equipement de filtration sous vide I Balance de précision. Etuve. Filtre en fibre de verre 74 mm (degré de filtration 25 µm). | Ce protocole de détermination n'utilise pas de réactifs. |



Figure (III-10) : Étuve

**Figure (III-11) : Dessiccateur****Figure (III-12) : Equipement de filtration sous vide**

III-5-6-Détermination du pH

Après étalonnage du pH-mètre de marque Hanna, l'électrode de mesure est plongée dans un bêcher contenant un volume de 20 à 30 ml d'eau utilisée et on note le pH.

**Figure (III-13) : pH-mètre utilisé.**

III-6- Procédure expérimentale

Les expériences sont réalisées dans des béchers de capacité 500 ml. Pour chaque essai, la solution constituée des eaux usées additionnées d'une certaine masse de charbon actif est agitée de manière permanente par une agitation magnétique (figure 13).

Des échantillons prélevés filtré et analysés (détermination de la DCO) à chaque 30 min jusqu'à deux heures et demie.

Les paramètres étudiés sont : temps de contact (min), masse de quantité de CA, la vitesse d'agitation et le pH. Le volume des eaux (500ml) ainsi que la température (température ambiante) sont des données constantes.



Figure (III-13) : Dispositif expérimentale

Les taux d'abattement de la DCO sont calculés à partir de la relation suivante:

$$\text{Re}\% = \frac{\text{DCO}_{\text{ini}} - \text{DCO}_{\text{fin}}}{\text{DCO}_{\text{ini}}}$$

IV

R(%): Rendement d'élimination de la DCO

DCO_{ini} (mg d'O₂/l): DCO initiale des eaux (avant adsorption)

DCO_{fin} (mg d'O₂ /l): DCO des eaux après adsorption

III-7- Effets étudiés

III-7-1-Effet de temps de contact

La détermination du temps d'équilibre permettra de fixer le temps minimum nécessaire au contact du charbon actif avec l'eau usée afin d'avoir l'abattement maximum par adsorption des polluants existants dans cette eau.

Les conditions fixées pour l'étude de ce paramètre sont: masse de CA = 0.5g, volume de eau usée = 500ml, vitesse d'agitation = 300 tr/mn, pH des eaux = 5.26 et température ambiante moyenne de 25°C. Puis des DCO sont déterminées dans le temps.

III-7-2-Effet de la vitesse d'agitation

Il s'avère utile de déterminer la vitesse optimale d'agitation. Pour ce faire, nous avons effectué l'adsorption pour des vitesses d'agitation allant de 100 à 500 tr/min, dans les conditions opératoires suivantes: temps du contact = 60min, masse de CA = 0.5g, volume de eau = 500ml, pH = 5.26 et température ambiante moyenne de 25°C.

III-7-3-Effet de quantité de charbon actif

Les conditions opératoires fixées pour l'étude de l'influence de la quantité de charbon actif sur l'adsorption des polluants des eaux usées sur CA sont: volume des eaux = 500ml, temps de contact = 60min, vitesse d'agitation = 300 tr/mn, pH des eaux usées = 5.26 et température ambiante moyenne de 25°C. Les masses en grammes de CA utilisées sont: 0,3 ; 0,5 ; 0,7 et 1,00 g

III-7-4-Effet du pH

Le pH est un paramètre essentiel à prendre en compte dans les processus de l'adsorption. Ce paramètre agit à la fois sur la solubilité et sur l'état d'ionisation de l'adsorbant. Trois valeurs de pH (2 ; 5.26 ; et 10) sont utilisées. Les paramètres maintenus constants sont : temps de contact = 60 min, vitesse d'agitation = 300 tr/mn et température ambiante. Les pH acide et basique sont obtenus, l'un par addition d'une solution d'acide chlorhydrique et l'autre par ajout d'une solution de soude caustique.

Chapitre IV

IV-1. Caractérisation de l'eau usée utilisée

Les caractéristiques d'un échantillon d'eau usée prélevé à l'entrée du bac tampon sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau (IV-1): Caractéristiques des eaux usées au niveau de la station H.B.K à l'entré

| PH | T(C°) | HC (ppm) | DCO | DBO ₅ | Turbidité | MES (mg/l) |
|------|-------|----------|------|------------------|-----------|------------|
| 5.26 | 28 | 285 | 1380 | 92 | 404 | 236 |

On remarque d'après le tableau (IV-1) que les résultats obtenues (pH, T, MES, HC, DBO₅, DCO et turbidité) sont dépendent des conditions d'exploitations des puits et des unités de traitements des hydrocarbures à s'avoir :

- ✓ pH : selon la maîtrise du procédé de traitement.
- ✓ T : selon le climat.
- ✓ Matières en suspensions (MES) : dépendent de la quantité et de la qualité des eaux huileuses à traiter (puits, séparateurs, bac de stockage, etc....).
- ✓ Hydrocarbures (HC) : dépendent de la fiabilité du processus.
- ✓ DCO : très élevée.
- ✓ DBO₅ : la station assure la quantité de DBO₅ nécessaire à la dégradation de matières organiques.
- ✓ Turbidité : A l'entrée de la station déshuilage, on constate que la teneur de turbidité dans les eaux huileuses a atteint de valeur de 404 NTU qui sont largement supérieures à la norme requise).

IV.2-Traitement des eaux par charbon actif

IV-2-1.Effet de temps

D'après le tableau (IV-2) et les figures (IV-1), (IV-2), on observe que la DCO en fonction de temps rédimue de façon très rapide et le rendement de l'adsorption des polluants sur CA augmente avec le temps de contact jusqu'à l'obtention d'un pallier. Le maximum du rendement d'adsorption est obtenu pour un temps de contact de 60 mn et quantité 0.5 g de charbon actif. Au-delà de cette durée, le rendement demeure constant (91%).

Tableau (IV-2) : Résultats d'analyses des eaux par charbon actif

| min | 0 | 30 | 60 | 90 | 120 | 150 |
|----------|------|-----|-----|------|------|------|
| DCO mg/l | 1380 | 410 | 124 | 130 | 127 | 129 |
| Re % | 1 | 70 | 91 | 90.5 | 90.7 | 90.6 |

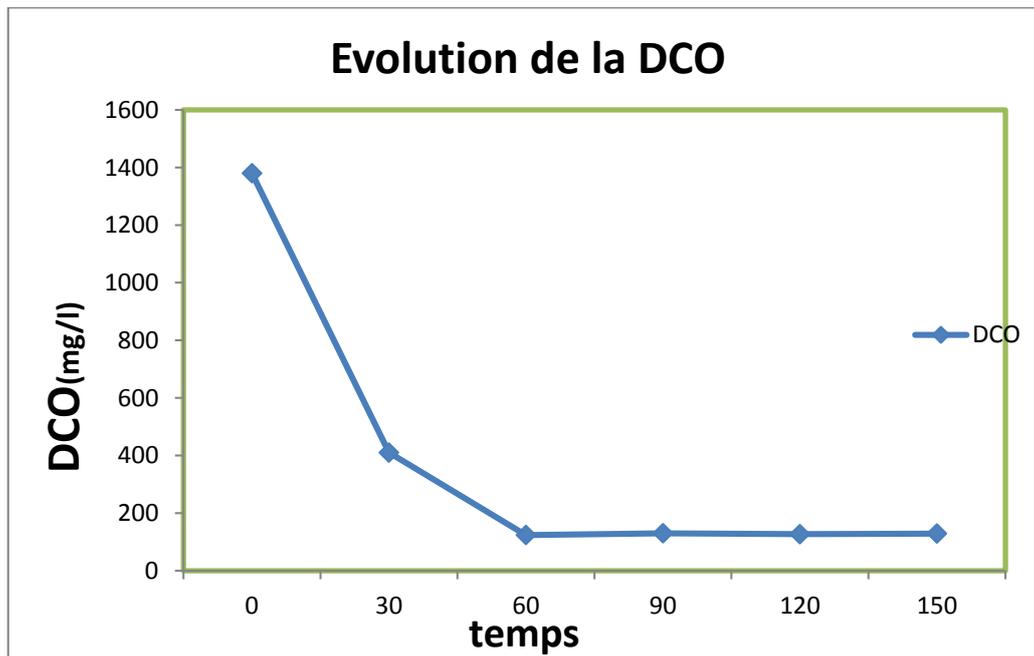


Figure (IV-1) : Evolution de la DCO en fonction de temps

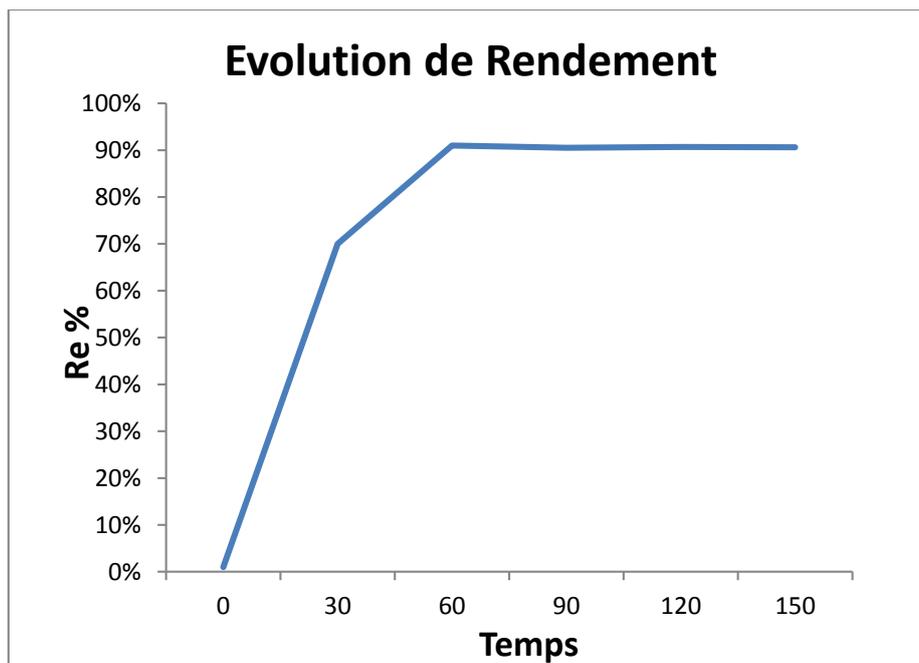


Figure (IV-2) : Evolution du rendement de l'adsorption des polluants en fonction de temps

IV.2.2.Effet de la quantité de charbon actif

Les résultats donnés dans le tableau (IV-3) et sur les figures (IV-3), (IV-4) montrent que le rendement de l'adsorption des polluants augmente de manière significative avec la masse de charbon actif. Comme le volume des eaux utilisé au cours de chaque expérience est constant, ce rendement augmente donc avec la masse de l'adsorbant utilisé.

| | | | | |
|-------------------|-----|-----|------|-----|
| Temps (min) | 60 | 60 | 60 | 60 |
| Charbon actif (g) | 0.3 | 0.5 | 0.7 | 1 |
| DCO (mg/l) | 229 | 124 | 115 | 226 |
| Re (%) | 83 | 91 | 91.6 | 84 |

Tableau (IV-3) : Evolution de DCO en fonction de la quantité de charbon actif

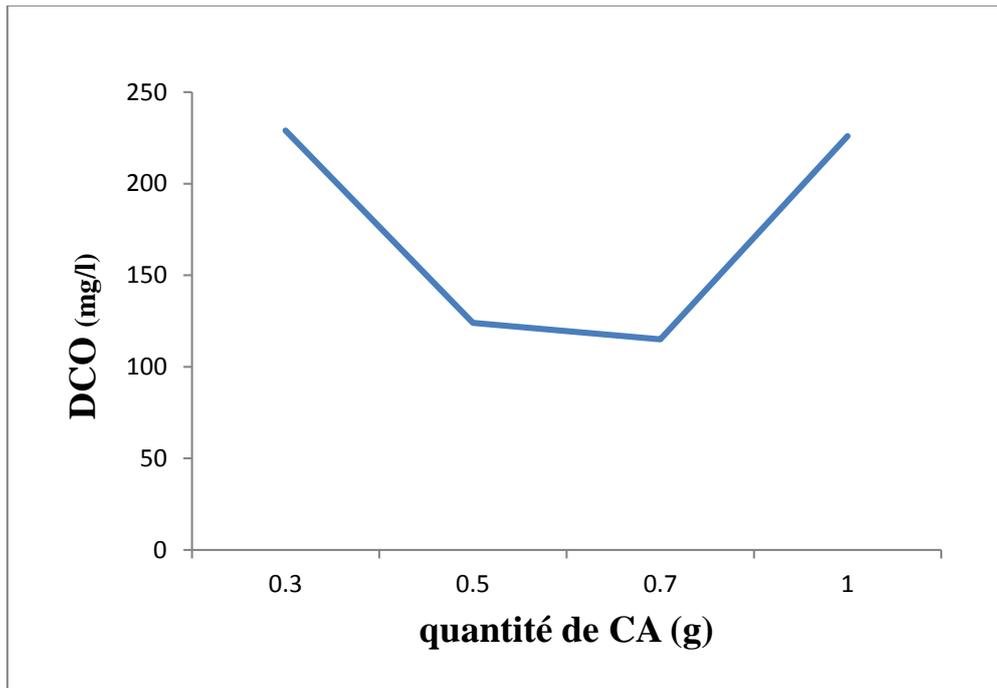


Figure (IV-3) : Evolution de la DCO en fonction de quantité de CA

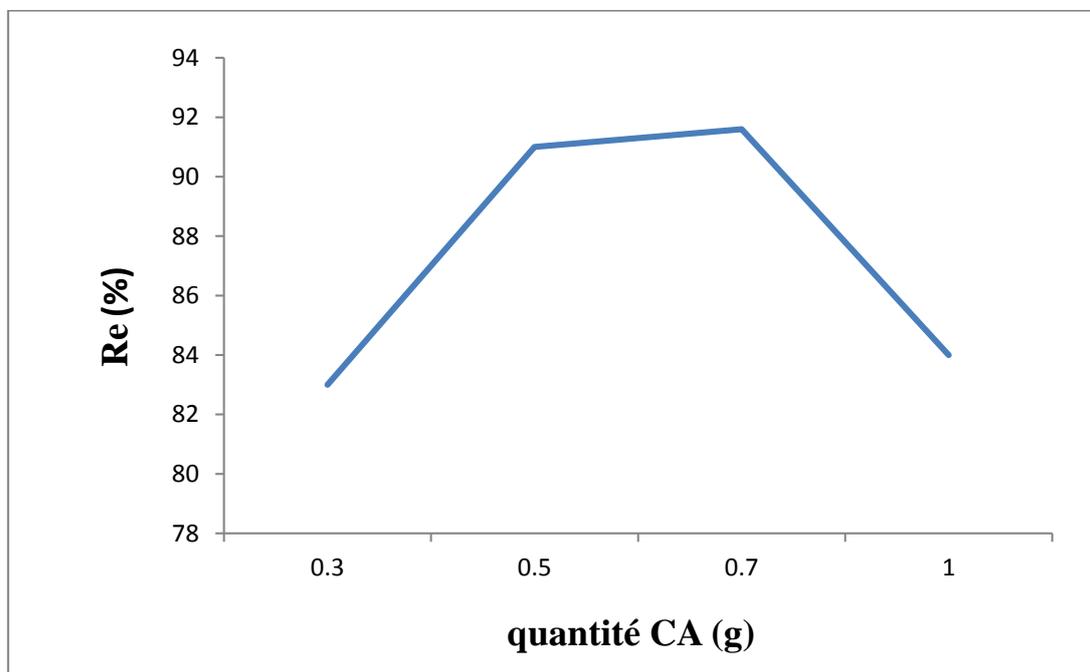


Figure (IV-4) : Evolution du rendement de l'adsorption des polluants en fonction de quantité de CA

IV.2-3. Effet de pH

D'après les résultats consignés dans le tableau (IV-4) et les figures (IV-5),(IV-6), nous constatons que le taux d'élimination des polluants sur CA est beaucoup plus important aux pH acides. Il augmente de manière notable avec la diminution du pH. Pour une masse de CA = 0,5 g/ml, le rendement de l'adsorption passe de 98 à 80% lorsque le pH chute d'une valeur 10 à une valeur 2. Cette variation de pH engendre une augmentation du rendement de 98 %. Les rendements les plus importants sont obtenus à pH = 2,0. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par la littérature.

Tableau (IV-4) : Evolution de la DCO et le rendement de l'adsorption des polluants en fonction de pH

| | | | |
|-------|----|------|-----|
| pH | 2 | 5.26 | 10 |
| DCO | 68 | 124 | 270 |
| Re %. | 98 | 91 | 80 |

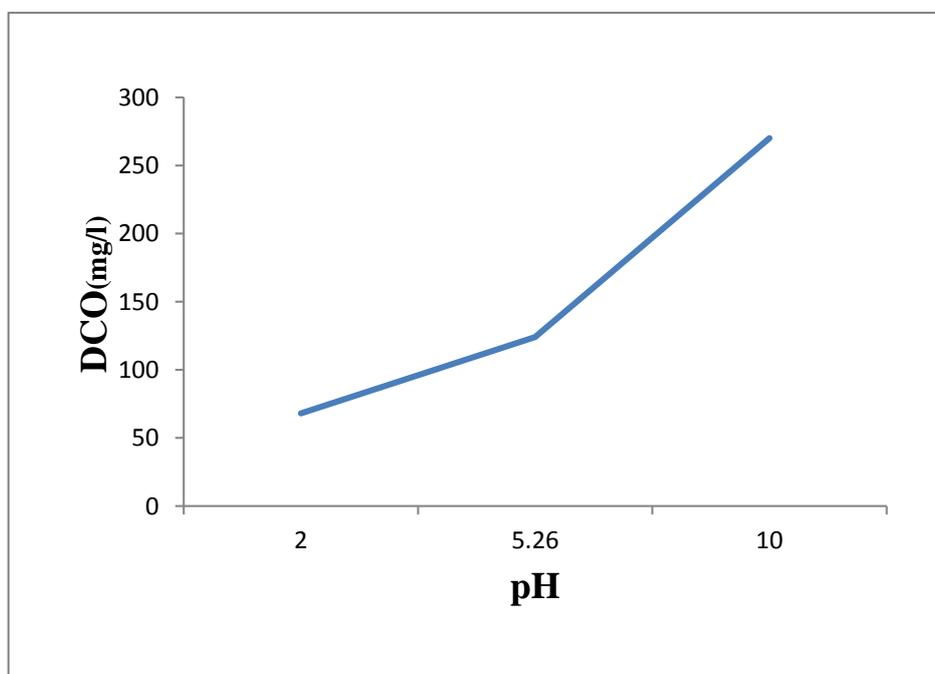


Figure (IV-5) : Evolution de la DCO en fonction de pH

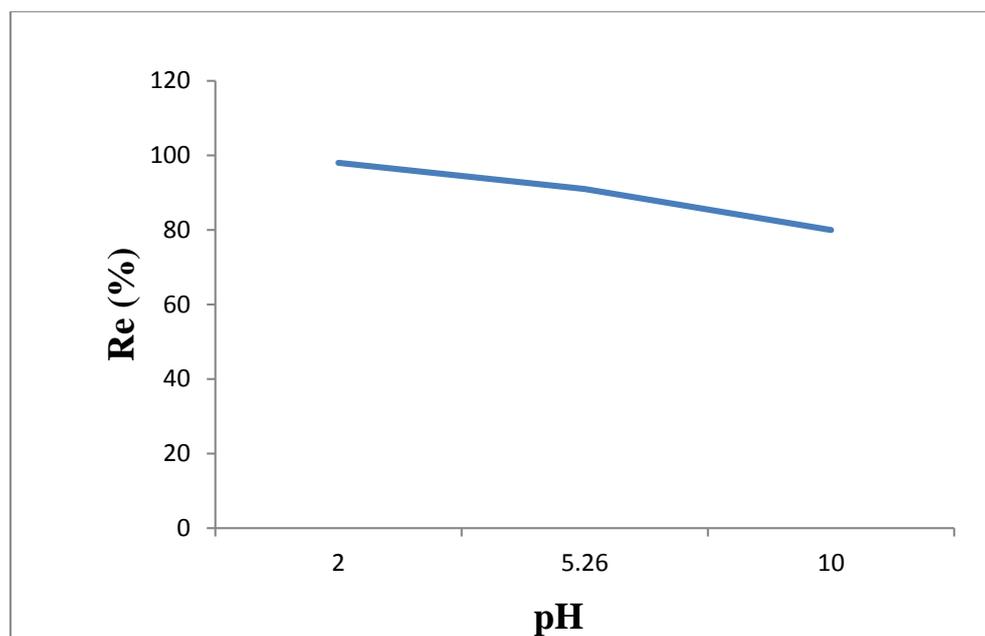


Figure (IV-6) : Evolution du rendement de l'adsorption des polluants en fonction de pH

IV.2-4.Effet de la vitesse d'agitation

D'après les résultats donnés par le tableau (IV-5) et les figures (IV-7), nous remarquons que le rendement de l'adsorption des polluants augmente avec la vitesse d'agitation jusqu'à 300 tr/mn. Au delà de 300 tr/mn, ce rendement reste constant.

La vitesse d'agitation optimale obtenue dans ce cas est 300 tr/mn. Cette vitesse facilite la répartition du CA dans le milieu et par conséquent favorise l'adsorption des polluants.

Tableau (IV-5) : Evolution du rendement de l'adsorption des polluants en fonction de vitesse d'agitation

| vitesse d'agitation | 100 tr/mn | 200 tr/mn | 300 tr/mn | 400 tr/mn | 500 tr/mn |
|---------------------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| DCO (mg/l) | 718 | 414 | 124 | 136 | 125 |
| Re %. | 48 | 70 | 91 | 90 | 91 |

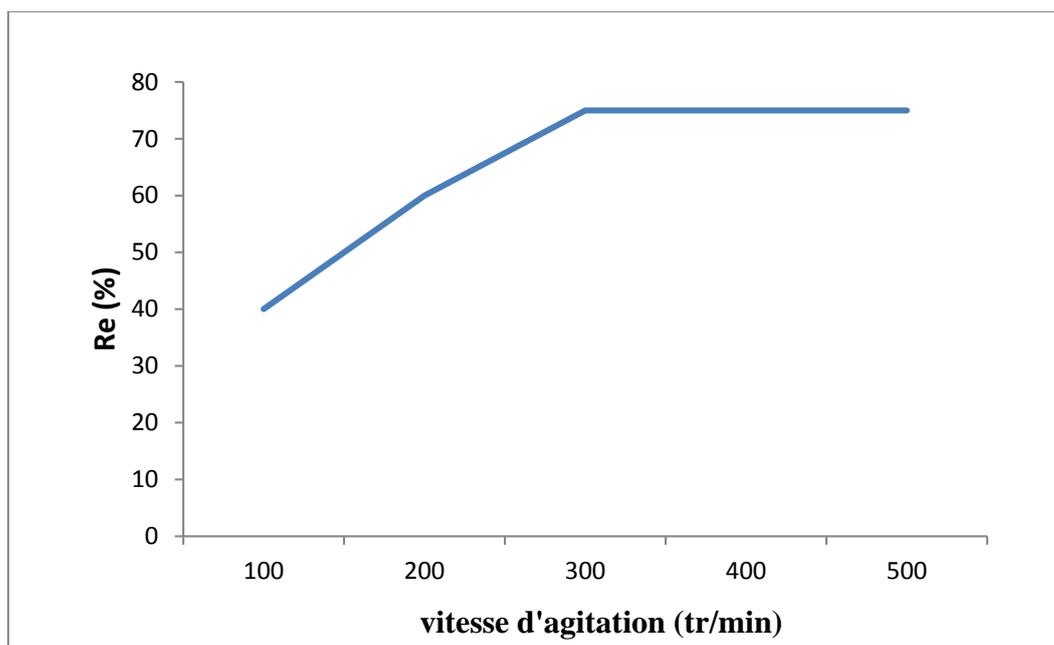


Figure (IV-7) : Evolution du rendement de l'adsorption des polluants en fonction de vitesse d'agitation

IV.3-Analyse d'échantillons d'eaux usées après traitement par adsorption sur charbon actif

Tableau (IV-6) : quelques analyses de l'échantillon traité

| Paramètres | DCO | PH | T | Turbidité |
|------------|-----|------|----|-----------|
| Valeur | 124 | 5.38 | 26 | 1.09 |

D'après les résultats analytiques résumées dans le tableau précédent, on peut remarquer que cette échantillon est un effluent caractérisé par:

- ✓ Une acidité,
- ✓ Une turbidité faible
- ✓ valeur DCO est parfait

Finalement on peut dire que les résultats des analyses obtenus après traitement par adsorption sur charbon actif donnent une eau pouvant être rejetée sans danger pour le milieu naturel, conformément aux normes de rejet (une faible teneur en hydrocarbures et concentration des particules en suspensions) ou bien être réutilisée à des fins industrielles.

Conclusion général

Conclusion général

Le travail réalisé au cours de ce mémoire s'inscrit dans le cadre général de la dépollution des eaux usées. Il a eu pour objectif d'étudier la possibilité d'utiliser le charbon actif pour l'adsorption des polluants organiques (hydrocarbures),

Dans ce travail on a essayé de purifier l'eau usées industrielles chargées en polluants organique, et on a obtenu des résultats très satisfaisants.

Le charbon actif du commerce est considéré comme matériau de référence pour l'adsorption des polluants organiques et cela grâce à sa capacité d'adsorption élevée. Dans notre étude, le rendement obtenu en utilisant ce matériau est 98 %, ce dernier est obtenu dans les conditions opératoires suivantes: temps de contact = 60 min, vitesse d'agitation = 300 tr/min, la quantité de charbon actif utilisé = 0.5 ml/g et pH= 2 à température ambiante moyenne (25°C).

Donc en conclusion on peut dire que le charbon actif en poudre est un bon adsorbant pour les polluants organiques. L'adsorption des polluants organiques sur le CA est favorisée en milieu acide.

Ce travail constitue une ébauche pour des études approfondies sur l'adsorption des polluants organiques et inorganique sur le charbon actif en poudre en vue de la dépollution des eaux usées industrielles

Cette étude n'est qu'une tentative qui avait comme objectif tester le charbon actif en poudre comme agent adsorbant en vue de la dépollution des eaux. Ce dernier n'a subi aucun traitement d'activation préalable.

Dans l'avenir on propose une étude expérimentale d'activation physique et chimique sur le charbon actif dans le but d'améliorer son efficacité et augmenter son rendement.

Références

- [1] CHEBLI Derradji, *Traitement des eaux usées industrielles: Dégradation des colorants azoïques par un procédé intégré couplant un procédé d'oxydation avancée et un traitement biologique*, Thèse de Doctorat, 2012.
- [2] MEKHALIF Faiza , *Réutilisation des eaux résiduaires industrielles épurées comme eau d'appoint dans un circuit de refroidissement*, Mémoire de Magister, 2009.
- [3] MIZI Abdelkader, *Traitement des eaux de rejet d'une raffinerie -région de Bejaia et valorisation de déchets oléicoles*, Thèse de Doctorat, 2006.
- [4] Zineb BOUTAMINE, *Elimination d'un polluant organique modèle par sonochimie et procédés d'oxydations avancées*, Mémoire de Magister, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2014.
- [5] BATTAZ Sarah, *Etude comparative de la dégradation d'une terre polluée par des hydrocarbures lourds*, Mémoire de Magister, 2009.
- [6] Vanina Flotron, *La réaction de Fenton comme procédé de réhabilitation dans le traitement des eaux: application à la dégradation des hydrocarbures aromatiques polycycliques dans les eaux et les boues résiduaires*, Thèse de Doctorat, 2004.
- [7] Boudershem Amel. *Utilisation des souches Bactériennes telluriques autochtones dans la biodetection et la bioremediation des sols pollués par les hydrocarbures ;* Mémoire de Magister, Université Kasdi Merbah-Ouargla, 2011.
- [8] GEOFFROY Lesage, *Etude de l'élimination de substances aromatiques dangereuses dans un procédé couplant adsorption et biodégradation*, thèse de doctorat, 2009.
- [9] MOKHBI Yasmina, *Réalisation d'un prototype expérimental d'un réacteur photocatalytique pour une éventuelle utilisation dans les procédés de dépollution*, Mémoire de Magister, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2011.
- [10] DJELLABI Ridha, *Contribution de la photocatalyse à l'élimination des polluants industriels ;* Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar – Annaba, 2015.
- [11] Journal officiel de la république Algérienne N° :26 .23/.4/2006
- [12] MOUMENINE Sarah, *Elimination de polluants des eaux d'usines par adsorption sur charbon de chêne en combinaison avec un désinfectant*, mémoire d'ingénieur d'état en chimie, Université Abou Bekr Belkaid – TLEMCEN, 2011.
- [13] LOURGHI Lamia, *Adsorption du furfural issue des rejets liquides de la raffinerie d'Arzew par charbon actif en poudre*, Mémoire de Master, 2014.
- [14] BAMBAMBA Drissa, *Elimination du DIURON des eaux par des techniques utilisant les ressources naturelles de la côte d'ivoire : photocatalyse solaire et charbon actif de coques de noix de coco*, thèse de doctorat, 2007
- [15] YAHIAOUI Nouara, *Etude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif*, Mémoire de Magister, 2012.
- [16] CHIHANI Imane, *Etudes des procédés de déshuilage des eaux huileuses issues des centres de production des hydrocarbures de SONATRACH (Régions Haoud Berkaoui et Oued Noumer) ;* Mémoire de Master, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2013.

ملخص

مياه الصرف الصناعي تحتوي على مركبات عضوية من أنواع مختلفة، وتركيزات متغيرة. رمي مثل هذه النفايات السائلة في البيئة غير مرغوب فيه ويسبب تلوث الكثير من المياه السطحية والمياه الجوفية. لذا تهدف البحوث الحالية للحد من تلوث المياه ذا الأصل الصناعي من خلال اقتراح تقنيات بسيطة وذات تكلفة قليلة.

الهدف من هذا العمل هو تتبع متوسط قيم محتوى المواد الهيدروكربونية و نوعية الخصائص الفيزيائية وكيميائية لمياه الصرف الصحي بعد معالجتها بالامتزاز مع الفحم النشط، من اجل تقييم أداء التنقية بهذه الطريقة.

الكلمات المفتاحية: التلوث - النفايات - الامتزاز - الفحم - مياه الصرف الصحي - المواد الهيدروكربونية.

Résumé

Les eaux usées industrielles contiennent des composés organiques de nature différente et de concentrations variables. Le rejet de tels effluents dans l'environnement est indésirable et est à l'origine de nombreuses contaminations des eaux de surface et souterraine. Les recherches actuelles visent donc à limiter cette contamination d'origine industrielle en proposant des technologies simples et moins coûteuses.

L'objectif de ce travail est le suivi des valeurs moyennes des teneurs en hydrocarbures et la qualité physico-chimique des eaux usées après traitement par adsorption sur charbon actif, afin d'évaluer les performances épuratoires par cette méthode.

Mot clés : Pollution - rejets - adsorption - charbon actif - eaux usées - hydrocarbures.

Abstract

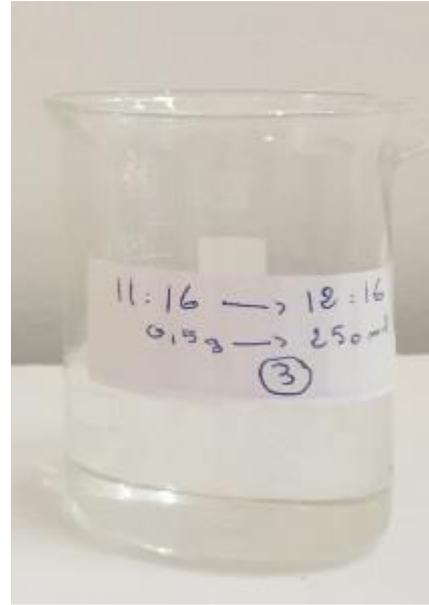
Industrial wastewater contains organic compounds of different nature and varying concentrations. The discharge of such effluents into the environment is undesirable and is the cause of many contaminations of surface and ground water. Current research is therefore aimed at limiting this industrial contamination by offering simple and less expensive technologies.

The objective of this work is to monitor the mean values of the hydrocarbon contents and the physico-chemical quality of the wastewater after treatment by adsorption on activated carbon, in order to evaluate the purification performances by this method.

Key words: Pollution - releases - adsorption - activated carbon - waste water - hydrocarbons.

Annexes

Annexe N°01: Eau huileuse : avant et après le traitement



Annexe N°02 : Eaux huileuses avant le traitement dans les bacs tampon

