

N° d'ordre :

République Algérienne Démocratique Et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Mouloud Mammeri- Tizi-Ouzou

Faculté des sciences

Département De chimie



## MÉMOIRE

Présentée pour obtenir le Grade de

**MASTER**

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie de l'Environnement

Par  
Mlle LACEB Nadia & Mlle MEZIANI Hassina

Thème

### Caractérisation des lixiviats de la décharge d'Ouled Fayet et leurs traitements par adsorption sur Hvdroxvanatite

Soutenu le 19/09/2013 devant le jury composé de :

Mr	DELLAH Mohamed	MAA	UMMTO	Président
Mr	KADOUCHE Slimane	MCB	UMMTO	Promoteur
Mr	MALKI Moussa		Ingénieur d'état. SONATRACH	Co- Promoteur
Melle	CHEIKH Assira	MAA.	UMMTO	Examinatrice
Melle	ALI Oumessaad	MAA.	UMMTO	Examinatrice
Melle	BAAZIZ Bahia	MAA.	UMMTO	Examinatrice

Promotion Septembre 2013

# Remerciements

*Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés au sein de laboratoire master de chimie de l'environnement de la faculté des sciences de l'université de Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, conjointement avec centre de recherche et développement de SONATRACH.*

*Ce mémoire qui est entre vos mains est le fruit d'un travail qui n'aurait pu voir le jour sans l'aide précieuse et le concours de plusieurs personnes qu'on tient à remercier :*

*En premier lieu, nous remercions d'abord le bon Dieu de nous avoir donné le courage et la patience pour bien mener ce travail jusqu'à la fin et d'avoir exaucé nos vœux.*

*Nous tenons particulièrement à remercier notre promoteur Mr S. KADOUCHE, maître de conférences classe B à l'UMMTO, et notre encadreur au CRD Mr M.MALKI pour leurs aides précieuses, leurs conseils et ses encouragements, aussi pour avoir dirigé ce travail et pour avoir investi en nous. Ils ont cru en ce travail et à son aboutissement depuis le début; qu'ils trouvent ici notre considération et notre reconnaissance.*

*Nos vives gratitude vont aussi à Mr M.DELLAH qui nous ont fait l'honneur, d'avoir accepté de présider le jury de ce mémoire.*

*Nous adressons également nos vives gratitude et nos sincères remerciements aux membres du jury qui ont accepté d'évaluer ce modeste travail. Nous citons Melle A.CHEIKH, Mlle B.BAAZIZ et Melle ALI OUMESSAAD en tant qu'examinatrices.*

*Nous tenons à remercier également l'équipe de laboratoire master de chimie de l'environnement, notamment Melle RABIAA, l'Ingénieur du laboratoire qui nous a soutenu depuis le début de notre travail et sans oublier Mr BOUAROUR SMAIL.*

*Nous tenons également à remercier tout le personnel du service TRH de SONATRACH, tous les chercheurs, étudiants et personnels du CRD.*

*Nos sincères remerciements vont aussi à tout le personnel du Centre d'Enfouissement Technique de Ouled Fayet en particulier Mr H. MOURAH président du centre qui nous a servi de guide au niveau de l'installation, pour leur accueil et leur réconfort inestimable tout au long de ce travail.*

*Que DIEU soit honoré à tous égards*



# *Dédicaces*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mes très chers parents qui je remercie énormément pour leurs soutiens et leur sacrifice et encouragement durant toute ces années. que dieu les garde pour moi.*

*A mes très chers frères et sœurs : MOULOUD, AREZEKI, LEILA, SIHEM et TERKIA sans Oublier son fiancé MOUMOUH et toute sa famille*

*A ma très chère tante et son fils ABAS qui j'aime beaucoup*

*A mon adorable neveu AYMENE*

*A ma belle sœur ZAKIA et à toute sa famille.*

*A ma sœur RACHIDA et son mari FODIL ainsi que leur petit YANI*

*A mes ONCLES, Tantes, COUSINS ET COUSINES*

*A mes très chères amis et mes copines et a tout que j'aime et qui m'aime*

*NADIA*



## Glossaires et Abréviations

CET :	Centre D'enfouissement Technique
CSD :	Centre de Stockage de Déchets
CRD :	Centre de Recherche et Développement
HA :	Hydroxyapatite
pH :	Potentiel Hydrogène
rpm :	Rotation par minute
ML :	Métaux lourds
DP :	Degré de pureté
IR :	Spectrophotomètre Infrarouge
DRX :	Diffraction des rayons X
[HA] :	Concentration en adsorbant (hydroxyapatite)
PEHD :	Polyéthylène haute densité
AGV :	Acide gras volatil
DCO :	Demande chimique en oxygène,
DBO :	Demande biologique en oxygène,
MES:	Matières en suspensions

## Liste des tableaux

<b>Tableau 1:</b> Classement des déchets du CET de Ouled Fayet.....	7
<b>Tableau 2:</b> Le déversement au niveau du centre d'ouled Fayet.....	7
<b>Tableau 3:</b> Production de lixiviat en pourcentage de la pluviométrie.....	14
<b>Tableau 4:</b> Nuisances pour l'environnement.....	15
<b>Tableau 5:</b> Les différents orthophosphates de calcium.....	22
<b>Tableau 6:</b> Différents analyses faites sur lixiviats avant le traitement .....	34
<b>Tableau 7:</b> Analyses physico-chimiques de lixiviat après traitement à différents pH et à une concentration de 3 g/l en adsorbant .....	42
<b>Tableau 8:</b> Analyses des métaux lourds par absorption atomique.....	42
<b>Tableau 9:</b> Analyses physico-chimiques de lixiviat après traitement à différents pH et à une concentration de 4 g/l en adsorbant.....	43
<b>Tableau 10:</b> Analyses des métaux lourds par absorption atomique.....	43
<b>Tableau 11:</b> Analyses physico-chimiques de lixiviat après traitement à différents pH et à une concentration de 5 g/l en adsorbant.....	44
<b>Tableau 12:</b> Analyses des métaux lourds par absorption atomique.....	44
<b>Tableau 13:</b> Représente-le taux d'élimination en fonction du pH à une concentration de 3g/l en adsorbant.....	46
<b>Tableau 14:</b> Représente-le taux d'élimination des métaux lourds en fonction du pH à une concentration de 3g/l en adsorbant.....	46
<b>Tableau 15:</b> Représente-le taux d'élimination en fonction du pH à une concentration de 4g/l en adsorbant.....	47
<b>Tableau 16:</b> Représente-le taux d'élimination des métaux lourds en fonction du pH à une concentration de 4g/l en adsorbant.....	47
<b>Tableau 17:</b> Représente-le taux d'élimination en fonction du pH à une concentration de 5g/l en adsorbant.....	48
<b>Tableau 18:</b> Représente-le taux d'élimination des métaux lourds en fonction du pH à une concentration de 5g/l en adsorbant.....	48

## Liste des figures

<b>Figure 01</b> : Vue aérienne du CET d'Ouled Fayet .....	05
<b>Figure 02</b> : Schéma Représentatif de Centre d'enfouissement Technique d'Ouled Fayet.....	06
<b>Figure 03</b> : la pose de la géo membrane en polyéthylène à haute densité (PEHD) .....	08
<b>Figure 04</b> : la pose du géotextile .....	09
<b>Figure 05</b> : les premiers déversements dans un casier neuf du CET d'Ouled Fayet.....	09
<b>Figure 06</b> : Buse d'évacuation du biogaz, Ouled Fayet .....	10
<b>Figure 07</b> : Bassin de décantation De site d'Ouled Fayet .....	11
<b>Figure 08</b> : Schéma représentant la Formation de lixiviat, Ouled Fayet.....	13
<b>Figure 09</b> : Photographies des étapes de préparation de $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ .....	28
<b>Figure 10</b> : Diagrammes de diffraction des rayons X de l'hydroxyapatite calcinée à $800^\circ\text{C}$ .....	29
<b>Figure 11</b> : Spectre infrarouge de l'hydroxyapatite .....	30
<b>Figure 12</b> : Point de prélèvement de lixiviat d'Ouled Fayet .....	32
<b>Figure 13</b> : Lixiviat Brut avant traitement.....	33
<b>Figure 14</b> : Schéma de dispositif expérimental. ....	40
<b>Figure 15</b> : Lixiviat après traitement .....	41
<b>Figure 16</b> : Effet du pH et de la concentration sur l'abattement de la DCO .....	50
<b>Figure 17</b> : Effet du pH et de la concentration sur l'abattement de $\text{Mg}^{++}$ .....	51
<b>Figure 18</b> : Effet du pH et de la concentration sur l'abattement de $(\text{NO}_2^-)$ .....	52
<b>Figure 19</b> : Effet du pH et de la concentration sur l'abattement du Fer (Fe) .....	53

## Liste des schémas

<b>Schéma 01</b> : Schéma suivi de l'exploitation de site d'Ouled Fayet .....	04
<b>Schéma 02</b> : Schéma représentant un casier d'enfouissement technique d'Ouled Fayet.....	10

# SOMMAIRE

<b>Introduction Générale</b> .....	1
------------------------------------	---

## **Partie I : synthèse bibliographique**

### **Chapitre 1 : Description du site d'étude d'Ouled Fayet**

I. Introduction.....	3
II. Présentation du centre d'enfouissement technique (CET) d'Ouled Fayet.....	5
III. La classification des déchets de CET d'Ouled Fayet et son état de déversement.....	7
IV. Caractéristiques techniques du CET d'Ouled Fayet.....	7
V. Les problématiques de centre.....	11
Conclusion.....	11

### **Chapitre 2 : Les lixiviats de la décharge**

I. Phénomène de lixiviation.....	12
II. Le Lixiviat.....	12
III. Les Types de Lixiviats des décharges et leur Composition.....	13
III.1. Composition des lixiviats .....	13
III .2. Types de lixiviats .....	14
III.2.1. Le Lixiviat Jeune.....	14
III.2.2. Le Lixiviat Intermédiaire.....	14
III.2.3. Le Lixiviat Stabilisé.....	14
IV. Les Risques Environnementaux et Sanitaires du Lixiviat.....	15

### **Chapitre 3 : Procédés de Traitement du Lixiviat**

I. Généralités.....	16
II. Différents Procédés de Traitement des lixiviats.....	16
II.1. Traitements biologiques .....	16
II.1.1. Lagunage naturel.....	16
II.1.2. Lagunage aéré.....	17

II.1.3. Les boues activées.....	17
II.1.4. Le lagunage anaérobie.....	17
II.1.5. La digestion anaérobie.....	17
II.2. Traitements physico-chimiques.....	17
II .2.1. Précipitation chimique .....	17
II.2.2.Coagulation-floculation.....	18
II.2.3. Evaporation –oxydation chimique .....	18
II.2.4. Ozonation.....	18
II.2.5. Traitement membranaire .....	19
a. Osmose inverse.....	19
b. Nanofiltration.....	19
c. Ultrafiltration et Microfiltration.....	19
II.2.6 .Peroxyde d’hydrogène (eau oxygénée H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> ) .....	19
II.2. 7.Adsorption sur charbon actif .....	20
<b>Chapitre 4 : Matériau utilisé pour le traitement de lixiviat d’Ouled Fayet</b>	
I. Généralités .....	21
II. Structure des apatites.....	21
III. Composition et structure des hydroxyapatites.....	22
IV. Propriétés des hydroxyapatites .....	23
a) La stabilité chimique.....	23
b) Adsorption et capacité d’échange de la surface .....	23
c) La charge de surface.....	24
V. Méthodes de synthèse et de caractérisation d ’hydroxyapatite.....	24

## **Partie II : Partie expérimentale**

### **Etape I: Synthèse et caractérisation de l'hydroxyapatite**

a. Synthèse de l’hydroxyapatite.....	26
 Protocole d’obtention de l’hydroxyapatite .....	26
- Mode opératoire .....	27
b. Caractérisation de l’apatite obtenue.....	28
c. Résultats et discussion.....	28

C.1. Caractérisation par diffraction des rayons X .....	29
C.2. Caractérisation par Spectroscopie Infra- Rouge.....	30

## **Etape II : Méthodes et moyens analytiques du lixiviat**

II.1. point de prélèvement.....	32
II.2. Caractérisation des Lixiviats avant traitements.....	33
 Quelques définitions.....	33
II.2.1. Analyse physico-chimiques des Lixiviats.....	34
II.2.2. Interprétation des résultats.....	35

## **Etape III : Traitement du lixiviat par Hydroxyapatite**

III.1. Optimisation de l'adsorption.....	39
III.1.1. Protocole de réalisation des expériences d'adsorption.....	39
III.1.2. Optimisation des paramètres d'adsorption.....	41
a) Effet du pH initial sur l'adsorption.....	41
b) Effet de la concentration initiale en adsorbant sur l'adsorption.....	41
III.2. Résultats et Interprétations.....	41
III.2.1. Caractérisation du lixiviat après traitements.....	41
III.2.2. Présentation des valeurs expérimentales des taux d'élimination par l'hydroxyapatite HA.....	45
Discussions et Conclusions .....	49
III. 2.3. Influence du pH et de la concentration sur le traitement des lixiviats après une durée de 2 h.....	49
A. Influence du pH et de la concentration sur l'abattement de la matière organique(DCO).....	50
Discussions et Conclusions.....	50
B. Influence du pH et de la concentration sur l'abattement de la matière minérale (Mg <sup>++</sup> ).....	51
Discussions et Conclusions .....	51

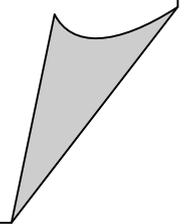
C. Influence du pH et de la concentration sur l'abattement de la matière azotée (NO <sub>2</sub> ).....	52
Discussions et Conclusions.....	52

D. Influence du pH et de la concentration sur l'abattement de la matière métallique (Fe).....	53
Discussions et Conclusions .....	53

Conclusion.....	54
-----------------	----

Conclusion Générale.....	55
--------------------------	----

# Introduction générale



### Introduction Générale

L'utilisation inconsidérée des ressources et l'élimination des déchets dans l'environnement contribuent à la dégradation du milieu. Cette dégradation a des implications sur la santé humaine, l'économie, la production alimentaire, le tourisme, la faune et la flore.

Nous nous verrons notre qualité de vie s'améliorer que si nous donnons à l'environnement, tous ceux que nous partageons, les soins qui lui sont dus, c'est-à-dire en exploitant les ressources de façon judicieuse et rationnelle en évitant le gaspillage inutile.

La protection de l'environnement est devenue un enjeu économique et politique majeur, les domaines de l'environnement et du développement durable d'une façon générale étant la conservation de la nature, la prévention, la réduction ou la suppression des risques qui menacent les ressources naturelles. De tout temps, l'eau et le sol constituent des éléments précieux pour l'homme et ont reçu une attention particulière dans leur utilisation. Les civilisations anciennes qui se sont succédées ont développé des techniques diverses de conservation des eaux et du sol. Celles qui ont donné leurs preuves, continuent jusqu'à présent à être utilisées. Il s'agit essentiellement des systèmes de collecte des eaux, de la protection du sol et de la gestion des déchets, notamment des décharges et le traitement des ordures. Pour cela le stockage en Centre de Stockage de Déchets (CSD) est devenu, sous l'impulsion des réglementations destinées à protéger l'environnement. C'est une technologie très sophistiquée et ces techniques de gestion ont beaucoup progressé. Ainsi, un effort de recherche important est en cours pour étudier l'évolution du comportement des déchets stockés.

L'enfouissement technique reste un mode important d'élimination des déchets susceptible de permettre non seulement une gestion efficace des déchets mais aussi le traitement après drainage et récupération des deux effluents (les biogaz et les lixiviats).

Devant cette situation l'Algérie a adopté en 2001 un programme spécial de gestion des déchets consistant à éradiquer les décharges sauvages et à mettre en place des Centres d'Enfouissement Techniques (CET) qui sont censés à garantir une mise en décharge saine des déchets et à minimiser les impacts négatifs sur l'environnement. A ce jour plus d'une centaine de CET ont été réalisés et équipés de moyens modernes de mise en décharge (bull, pied à mouton, etc.). Le premier des CET mis en œuvre est celui d'Ouled Fayet à Alger.

En effet, quelque soit son mode d'exploitation, une décharge peut être à l'origine de plusieurs sources de nuisance environnementale telles que : émission d'odeur, de bruit, de poussière, production de biogaz et surtout de lixiviats. Ce dernier représente la fraction

importante de sa pollution. Contrairement aux biogaz, qui aisément dispersé dans l'atmosphère. Les lixiviats, de part leur nature liquide, est une source concentrée de polluants. Cet état de fait, montre la nécessité de leur traitement avant leur rejet dans le reste de l'environnement.

Dans ce cadre précis, certains matériaux ont bénéficié d'un intérêt accru du fait de leur aptitude à adsorber et fixer les polluants. Parmi ces matériaux les phosphates de calcium apatitiques ont été identifiés comme étant des matériaux présentant une forte aptitude à piéger par adsorption et échange ionique les métaux lourds. Notre but étant l'utilisation future de ces matériaux pour le traitement d'effluents en continu. A fin d'atteindre notre objectif des expériences ont été réalisées pour optimiser l'efficacité de ces matériaux.

Les deux objectifs de notre travail étaient de caractériser les lixiviats du centre d'enfouissement techniques d'Ouled Fayet et de proposer un système de traitement par l'hydroxyapatite synthétisée à partir de carbonate de calcium et de l'acide phosphorique.

Ce mémoire est composé de deux grandes parties, la première est consacrée à une revue bibliographique qui se décompose en quatre chapitres.

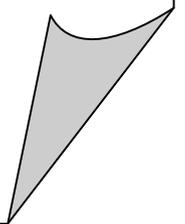
- ✓ Présentation du CET d'Ouled Fayet
- ✓ Les lixiviats produits en décharge
- ✓ Les procédés de Traitement des lixiviats
- ✓ Matériau utilisé pour le traitement de lixiviat d'Ouled Fayet

La seconde partie du travail est consisté dans un premier temps à décrire la méthode de synthèse d'hydroxyapatite mise en œuvre dans le cadre de notre étude, les réactifs utilisés dans la synthèse ainsi que les différentes méthodes de caractérisation exploitées (IR et DRX) pour cerner le comportement du l'hydroxyapatite synthétisée.

En deuxième lieu, on fait appel à l'analyse physico-chimique globale du lixiviat, suivi d'un traitement par l'hydroxyapatite synthétisée afin de réduire la charge polluante notamment les valeurs des éléments toxiques.

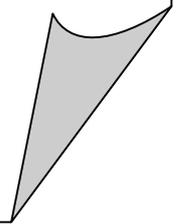
Enfin, en guise de conclusion, une évaluation globale du travail réalisé a été élaborée et certains des nombreux points en suspens ont été soulevés. A partir de cette constatation, quelques propositions et perspectives pour la poursuite de la recherche dans ce domaine ont été mis en relief.

# Synthèse bibliographique



# **Chapitre 1**

Description du site d'étude  
d'Ouled Fayet



## I. Introduction

" Tout un chacun a une idée de ce que représente une décharge", car toute société à toujours besoin, pour se défaire de ses déchets, d'un moyen, d'un lieu, faisant office de "dépotoir". Les plus initiés savent que les habitudes de nos aïeux de jeter leurs ordures, et plus généralement tous les déchets, sans aucune précaution, dans le premier trou venu, ont bien changé au cours des dernières décennies " (Billard, 2001a). [1]

Durant les dernières années, les priorités de la Commune Urbaine ont connu quelques modifications en matière de la mise en décharge. La notion de l'élimination des déchets englobe toutes les techniques de la collecte, du transport et du traitement.

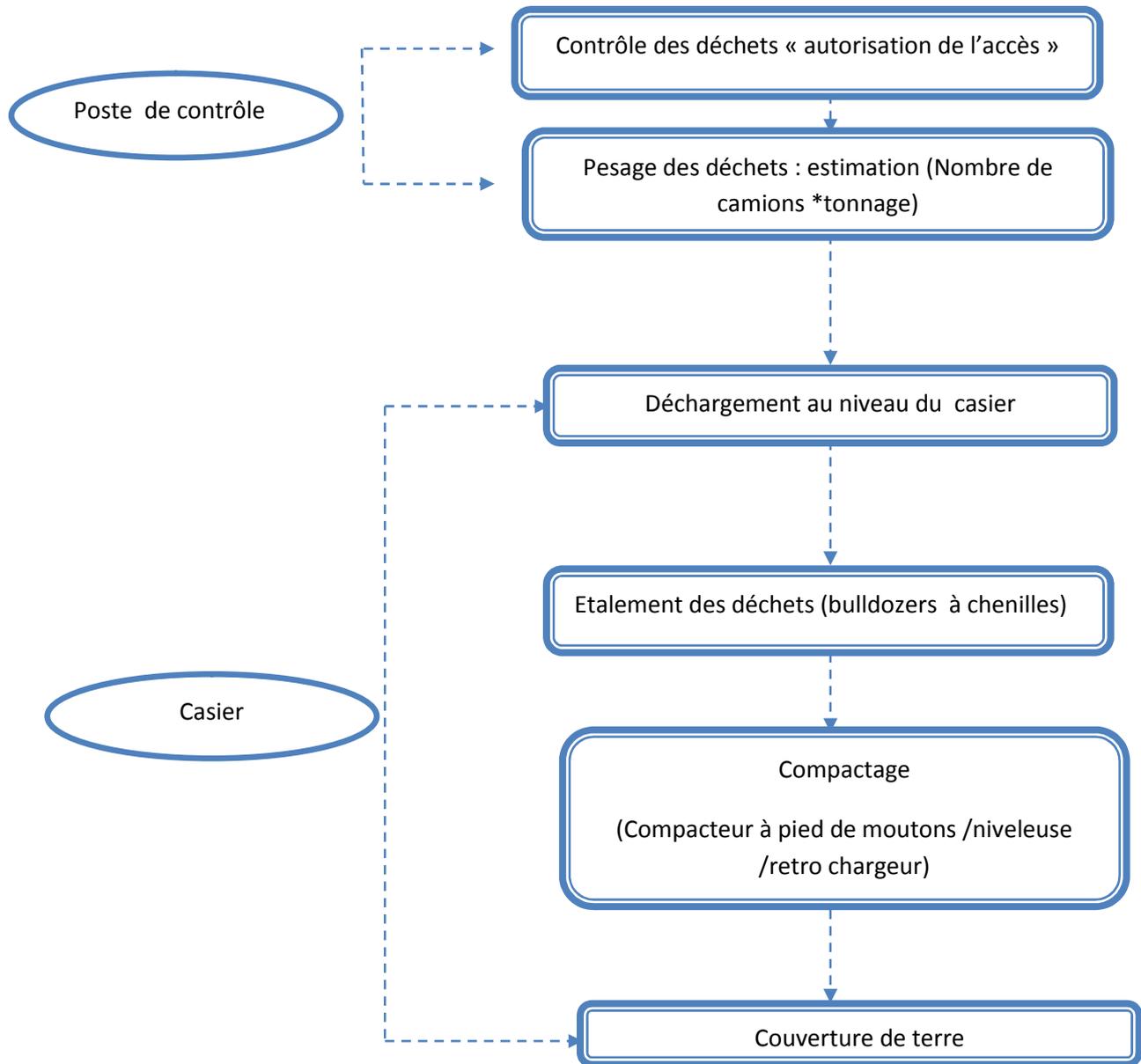
Le traitement des déchets ménagers algériens se fait en décharge contrôlée ou en centre d'enfouissement technique.

Un centre d'enfouissement technique ou une décharge contrôlée est une zone aménagée, clôturée dans laquelle seront stockées de façon définitive les déchets dans des casiers imperméabilisés.

La décharge contrôlée est la première des filières préconisées, mais elle présente des risques de contamination pour les eaux de surface et la nappe souterraine qui est susceptible d'être utilisée pour la récupération de l'eau potable. Progressivement, la décharge s'est transformée en Centre d'Enfouissement Technique ayant pour règles la récupération des effluents gazeux (biogaz) et aqueux (lixiviats), la sélection des déchets admis, le contrôle et la surveillance des exploitations. Pour plus de protection du sol et du sous sols des barrières de sécurité et de protection ont été aménagées jouant le rôle d'écran en minimisant les effets sur l'environnement.

A ce jour plus d'une centaine de CET ont été réalisés et équipés de moyens modernes de mise en décharge (bull, pied à mouton, etc.). Le premier des CET mis en œuvre est celui d'Ouled Fayet à Alger. Ce CET qui arrive à une certaine saturation a posé beaucoup de problèmes et en particulier celui concernant la gestion des lixiviats produits.

A cet effet, notre travail a été effectué dans sa globalité, au centre d'enfouissement technique d'Ouled Fayet dont les étapes d'exploitation sont schématisées ci dessous.



**Schéma 1** : schéma suivi de l'exploitation de site d'Ouled Fayet

## II. Présentation du centre d'enfouissement technique (CET) d'Ouled Fayet

Le centre technique d'Ouled Fayet est situé à 15 Km d'Alger, et à 3 Km de la localité d'Ouled Fayet entre les routes nationales RN 26 et la RN 142. La région bénéficie d'un climat local de type méditerranéen semi – humide. Les précipitations moyennes annuelles se situent entre 700 mm et 800 mm, les plus fortes s'étendent du mois d'octobre au mois de février et presque inexistante en juin, juillet et août.

Les températures se situent entre les valeurs extrêmes de  $-2$  à  $45$  °C, pouvant atteindre  $60$  °C au soleil. Les vents dominants sont de direction sud – ouest en automne et en hiver, et peuvent atteindre plus de 40 Km/h. Au printemps et en été, ils ont la même direction mais quelque fois orientée nord.

Selon les informations du personnel d'exploitation, le CET a été une décharge réhabilitée en 1999, pour être exploité en 2001.

La surface clôturée est de 42 ha, la surface de déchargement étant de 30 ha, disposant d'un portail, d'un poste d'accueil et de contrôle, des bâtiments administratifs, ainsi que des hangars de maintenances et de garage pour les machines.

Le Centre est en mis en exploitation 7 jours par semaine 24 heures par jour. 60 personnes y sont employées. La quantité de déchets journaliers est en moyenne de 800 t/j.

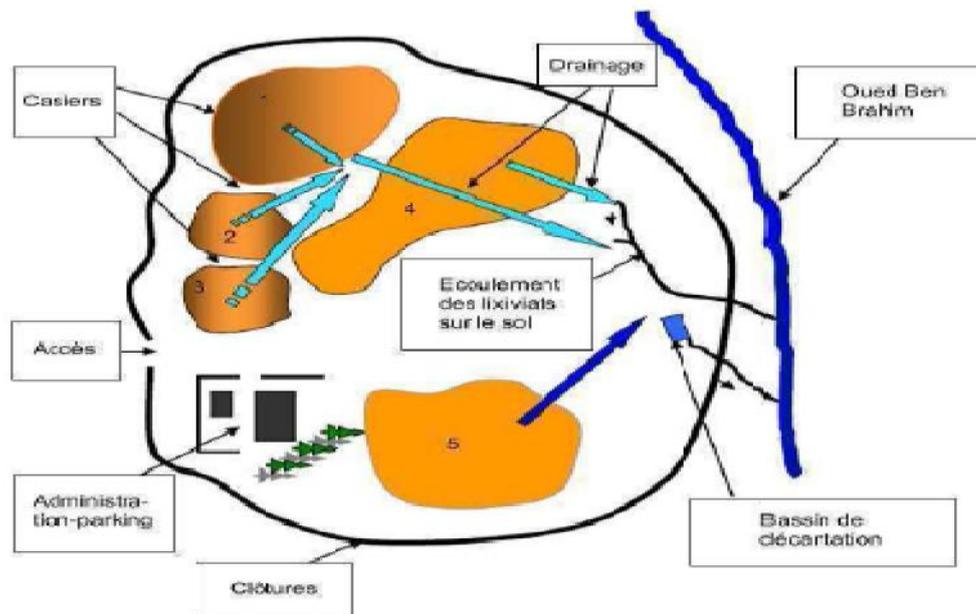


**Figure 01** : Vue aérienne du CET d'Ouled Fayet

Le site comporte cinq(05) casiers dont quatre (04) sont remplis et couverts (C1, C2, C3 et C5) et le cinquième casier (C4) reste toujours vide. Ces casiers sont étanchéifiés avec de l'argile, la géomembrane et géotextile (Fig3, 4 et 5),

La capacité Théorique de ces casiers est de :

- Casier N°1 130 000 m<sup>3</sup>, soit 65 000 Tonnes. (SATURE), de profondeur 12m.
- Casier N°2 80 000 m<sup>3</sup>, soit 40 000 Tonnes. (SATURE), de profondeur 10m.
- Casier N°3 960 000m<sup>3</sup>, soit 480 000 Tonnes. (SATURE), de profondeur 20m.
- Casier N°5 500 000 m<sup>3</sup>, soit 250 000 Tonnes. (En cours d'exploitation), de profondeur 16m.
- Casier N°4 1 100 000 m<sup>3</sup>, soit 550 000 Tones. (Réalisé et non exploité), de profondeur 22m.



**Figure 2 :** Schéma Représentatif de Centre d'enfouissement Technique d'Ouled Fayet.

### III. La classification des déchets de CET d'Ouled Fayet et son état de déversement

La classification de déchets au niveau de du CET d'Ouled Fayet enregistre deux types à savoir : les déchets interdits et les déchets admissibles. Ces derniers sont regroupés dans le tableau suivant :

**Tableau 01** : Classement des déchets du CET de Ouled Fayet

Les déchets admissibles	Les déchets interdits
Ordures ménagères.	Déchets dangereux et déchets industriels spéciaux.
Objets encombrants.	Déchets d'activités de soins et assimilés.
Déchets de voirie.	Déchets radioactifs.
Déchets industriels et commerciaux assimilables aux ordures ménagères.	Déchets contenant plus de 50mg/kg de PCB.
Déchets verts.	Déchets inflammables et explosifs.
Boues dont la siccité 30%.	Déchets liquides ou solides dont la siccité 30%.
Déchets fermentescible et fortement évolutifs de l'industrie et de l'agriculture.	Pneumatiques usagés.
Déchets de bois : papier, carton.	

Le déversement au niveau du centre est autorisé uniquement pour 4 groupes d'utilisateurs à savoir : la commune payante, la commune gratuite, la commune possédant un bon de « NETCOM » et enfin, le particulier. Le tableau 2 représente la quantité et la fréquence de déversement.

**Tableau 02** : Le déversement au niveau du centre d'ouled Fayet.

	NBR de Voyage	Tonnage(T)
Commune(entrée payante)	36 679	112 083
Commune (entrée gratuite)	3 338	7 429
Collecte NETCOM	57 211	155 928
Particulier	3 217	7 803
Terre de Couverture	2 750	28 200
<b>Total</b>	<b>103 195</b>	<b>3114</b>

### IV. Caractéristiques techniques du CET d'Ouled Fayet

Après l'étude du sol et des propriétés géologiques du site retenu pour l'implantation de la décharge, commence alors les travaux de terrassement, une excavation d'une dizaine de mètres de profondeur et d'une superficie de 10.000 m<sup>2</sup> est creusée donnant naissance à un

casier. Sur le fond de ce dernier, une couche d'argile ou de marne y est déposée. Intervient ensuite la pose de la géomembrane en polyéthylène haute densité (PEHD), Un matériau étanche, permet d'éviter toute infiltration dans le substratum, sur le fond et les talus ou parois du casier, la pose de cette géomembrane exige une maîtrise des techniques de soudures. Cette dernière est alors recouverte par une couche de géotextile (matériau souple absorbant les chocs) pour la protéger des contraintes de cisaillement.

Un caniveau de drainage perforé et entouré du grillage pour recueillir les lixiviats est aménagé dans l'axe du casier dans le sens de sa largeur. Le drain est lié au bassin de décantation situé à l'Est du site.

Enfin une dernière couche de 50 cm de gravier de dimensions différentes, (10% de calcaire) est déposée.



**Figure 03 :** La pose de la géomembrane en polyéthylène à haute densité (PEHD).

La géomembrane utilisée dans le CET d'Ouled Fayet est en PEHD, livrée en rouleaux de 130 m de longueur, 1,5 mm d'épaisseur et 975 m<sup>2</sup> de surface, présentant les caractéristiques suivante :

- Résistance à la rupture 30N/mm<sup>2</sup>
- Résistance à la déchirure 215 N
- Comportement dans l'eau perte 0,1%

La géomembrane en PEHD est résistante à la plupart des acides, aux produits pétroliers, aux bases et aux solutions du sel elle peut être en contact avec l'eau potable. Elle se dissout seulement dans quelque solution quand la température est plus élevée. Grâce à l'adjuvant de la suie, elle est résistante aux rayons U.V.



**Figure 04 :** la pose du géotextile



**Figure 05 :** les premiers déversements dans un casier neuf du CET d'Ouled Fayet

Des cheminées d'évacuation de biogaz provenant de la décomposition des déchets sont installées avant l'épandage de la couche du gravier. Ce système de captage, est réalisé à l'aide des buses verticales à parois perforées empilées au fur et à mesure de la progression de la hauteur des déchets dans le casier.



Figure 06 : Buse d'évacuation du biogaz, Ouled Fayet.

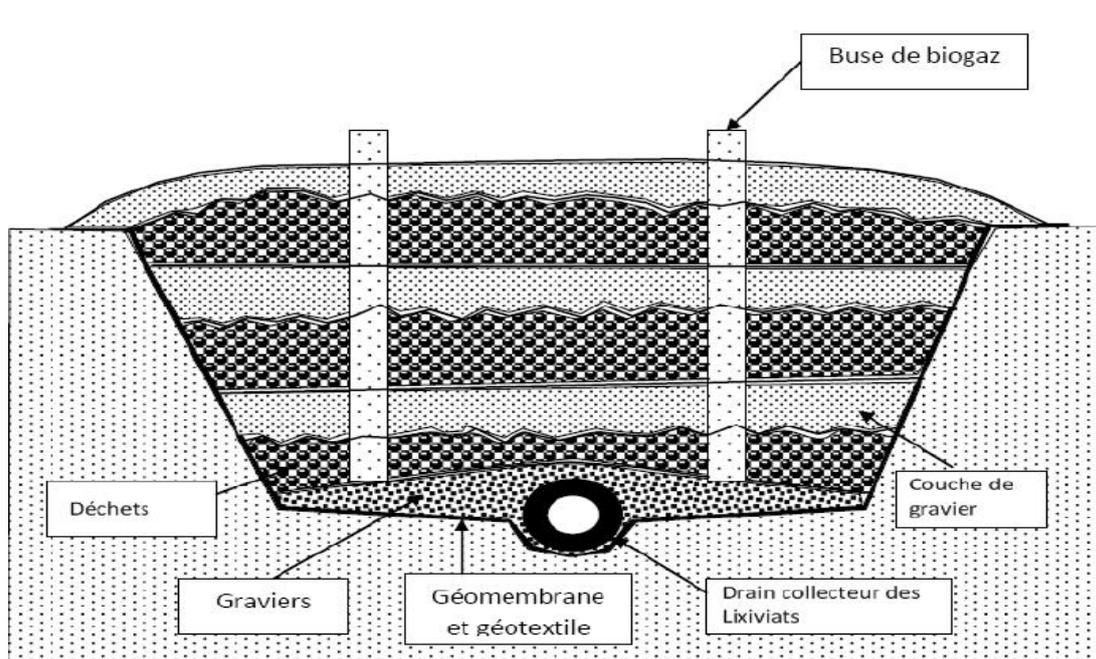


Schéma 02: Schéma représentant un casier d'enfouissement technique d'Ouled Fayet.

- **Bassin de décantation de lixiviats**

Les eaux de percolation des casiers sont récupérées par un canal de réception dont le débit est estimé à 1.85 l/s dans un bassin ayant un volume de 124 m<sup>3</sup>. Il y a lieu de signaler, que la nature est considérée comme le réceptacle final pour les lixiviats qui ne subissent aucun traitement au préalable. Actuellement, le bassin de décantation est saturé et le drainage se fait directement vers l'oued de Ben Brahem à travers le canal d'évacuation



**Figure 07 :** Bassin de décantation de site d'Ouled Fayet.

## V. Les problématiques de centre

Les lixiviats sont rejetés de manière incontrôlée dans le milieu naturel (lit d'oued partiellement sec). Il existe deux flux principaux. Le premier flux de lixiviats est emmené à travers les conduites de collecte vers le bassin de décantation puis évacué à ciel ouvert vers le milieu naturel. Le deuxième est directement envoyé vers l'oued.

Selon les informations du responsable sur site, le casier 1 a été exploité sans étanchéité de base et sans système de drainage des lixiviats.

Les déchets ont été enfouis en couches et recouverts de temps en temps avec une couche de terre avoisinante.

Les puits de dégazage sont ainsi élevés au fur et à mesure de remplissage.

À la fin, le cassier a été recouvert avec de la terre végétale d'une épaisseur d'environ 1m.

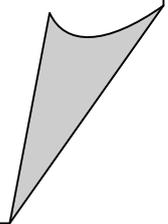
## Conclusion:

Comme il a été mentionné lors de ce chapitre, l'Oued Ben Brahem représente le réceptacle final des lixiviats issus du centre d'enfouissement technique d'Ouled Fayet.

Un traitement est-il nécessaire ? Quel genre de traitement leur conviendrait? Et quelles sont les conditions optimales du traitement ? Ces questions vont être soulevées lors des prochains chapitres, tout en argumentant à travers une série d'expériences.

# **Chapitre 2**

## **Les lixiviats de la décharge**



## I. Phénomène de lixiviation

La lixiviation est une technique d'extraction de produits solubles. Elle consiste à faire passer lentement un liquide à travers un solide en poudre. Le lixiviat, liquide que produit l'opération, peut ensuite être traité pour en extraire les substances dissoutes. [2]

Le café filtre est obtenu par lixiviation. L'eau passe à travers la poudre de café moulu.

Elle est aussi utilisée dans l'industrie minière.

Dans le domaine de l'altération des matériaux, la lixiviation est le phénomène de lessivage d'éléments solubles. Le verre est altéré par dissolution des sels alcalins et alcalinoterreux qui vont, une fois en contact avec les éléments atmosphériques, (carbone, soufre, hydrogène) se recristalliser.

En gestion environnementale, le phénomène de lixiviation est le processus au cours duquel l'eau s'infiltré dans un site de stockage et se charge de matières dangereuses comme les métaux lourds. L'eau finissant dans la nappe phréatique par ruissellement. Le phénomène est très présent dans toutes les anciennes décharges ménagères et industrielles où les déchets n'ont pas été stockés dans un environnement imperméable ou avec un processus de traitement du ruissellement.

## II. Le Lixiviat

Le lixiviat (ou percolât) vient de l'adjectif latin *lixivius*, qui signifie : « jus de lessive, eau qui sert à laver ». C'est le liquide résiduel qui provient de la percolation de l'eau à travers un matériau. Ce terme désigne notamment tous les « jus » issus de décharges, « de déchets, de composts » en se chargeant bactériologiquement et chimiquement en substances minérales et organiques dissoutes ou en suspension.

Cette définition est très proche de celle adoptée par la législation européenne qui définit le lixiviat comme « tout liquide percolant à travers un dépôt d'ordures et contenu dans la décharge ou émis par celle-ci » (Art 2(i) Directive Européenne sur les décharges, adoptée le 27 avril 1999). [3]

La genèse du lixiviat est donc la conséquence de l'infiltration dans la masse de déchets d'eaux de pluie, d'eaux de ruissellement, d'eaux souterraines (dans le cas où les déchets sont enfouis sous la nappe phréatique), mais elle est aussi due, en plus faible partie, à la présence

d'humidité dans les déchets au moment de leur enfouissement. Ce percolât est donc un effluent complexe caractéristique de la décharge dont il est issu.

Le fond et les parois du site d'enfouissement n'étant pas imperméabilisés, un système de pompage a été installé à 90 mètres de profondeur, là où l'ancienne carrière atteint son point le plus bas et où aboutissent naturellement les eaux de lixiviation. Celles-ci sont ramenées à la surface à raison de 2000 mètres cubes par jour. En cours de route, de l'air sous pression est injecté dans la conduite de refoulement, ce qui produit un effet d'oxydation qui en réduit la charge polluante, principalement en décomposant le soufre. Les eaux qui en résultent peuvent alors être acheminées à l'égout pour être traitées normalement à la Station d'épuration des eaux usées de Rivière-des-Prairies.



**Figure 8:** schéma représentant la Formation de lixiviat, Ouled Fayet.

### III. Les Types de Lixiviats des décharges et leur Composition

#### III.1 Composition des lixiviats

Les compositions chimiques et biochimiques des lixiviats sont non seulement très diverses mais aussi variables dans le temps et dans l'espace. Les principaux paramètres influençant la composition du lixiviat sont la composition des déchets enfouis, leur degré de décomposition, leur taux d'humidité, leur température, le taux d'infiltration de l'eau dans les déchets, les conditions climatiques et l'âge de la décharge. Malgré sa complexité, quatre groupes de polluants caractérisent le lixiviat :

- ❖ La matière organique dissoute,

- ❖ Les composés organiques anthropiques (hydrocarbures aromatiques, phénols, composés aliphatiques chlorés...) – concentration inférieure à 1 mg. L<sup>-1</sup>,
- ❖ Les composés minéraux majeurs : Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup>, NH<sup>4+</sup>, Fe<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> ...,
- ❖ Les métaux lourds (Zn, Cd, Cr, Cu, Ni, Pb...) – à l'état de traces.

### III.2. Types de lixiviats

Suivant le stade d'évolution biologique des déchets, trois types de lixiviats ont été distingués.

#### III.2.1. Le Lixiviat Jeune

Il est caractérisé par un pH acide de l'ordre de 6. Le rapport DBO<sub>5</sub>/DCO est important, du fait de la présence des microorganismes. La DCO dépasse souvent les 20 000 mg/l et peut même atteindre des valeurs extravagantes (jusqu'à 80 000 mg/l), les acides carboxyliques représentent environ 80% de la charge organique. Ainsi, un traitement biologique est fortement recommandé pour ce genre d'effluent.

#### III.2.2. Le Lixiviat Intermédiaire

C'est une phase de transition entre le lixiviat jeune et le lixiviat stabilisé. Le pH s'approche généralement de la neutralité et la charge organique est nettement plus faible que celle du jeune (entre 3 000 et 15 000 mg/l). Le rapport DBO<sub>5</sub>/DCO avoisine les 0,2. Le pourcentage en acides carboxyliques est faible (20 à 30%). Ce genre de lixiviat est faiblement biodégradable et c'est plutôt les procédés physico-chimiques qui sont préconisés pour son traitement. [4]

#### III.2.3. Le Lixiviat Stabilisé

Ou appelé aussi le lixiviat vieux. La DCO ne dépasse pas les 2 000 mg/l et le pH est légèrement basique (7,5 à 8,5), les acides carboxyliques et les métaux n'existent presque pas dans ces eaux, mais la teneur des composés à haut poids moléculaire est importante.

**Tableau 3 : Production de lixiviat en pourcentage de la pluviométrie**

Âge de la décharge	1,5 ans	10 ans	> 10 ans
Gestion de l'alvéole	En début d'exploitation (sans couverture)	En cours d'exploitation (avec, sans couverture et intermédiaire)	Fin d'exploitation (avec couverture)
Production de lixiviat (en pourcentage de la pluviométrie)	20 % (jusqu'à 30 %)	7 %	0,2 %

#### IV. Les Risques Environnementaux et Sanitaires du Lixiviat

Comme tout écosystème évolutif de point de vu chimique, biologique et physique, une décharge comporte :

- **Une phase solide** : les déchets en évolution
- **Une phase liquide** : les lixiviats
- **Une phase gazeuse** : les bio gaz

Chaqu' un de ces éléments présente des risques de contamination pour l'environnement [5].

Les lixiviats représentent une grande part de la pollution liée à une décharge. Contrairement au biogaz, qui aisément dispersé dans l'atmosphère, les lixiviats, de part leur nature liquide, sont une source concentrée de polluants.

Le plus grand risque lié à la production de lixiviats est la contamination de la nappe phréatique. Cela aurait pour conséquence de polluer les puits d'eau de consommation et donc de priver la population d'un élément vital à sa survie. Dans le même ordre d'idée, il est nécessaire de ne pas utiliser les lixiviats comme eau de consommation.

En cas de consommation d'eau polluée par les lixiviats, les risques encourus sont de graves intoxications pouvant entraîner des maladies irréversibles et la mort.

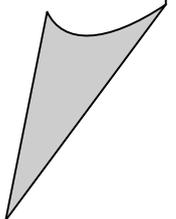
Au-delà de ces considérations, les lixiviats doivent être traité comme des substances extrêmement dangereuses. Il est nécessaire d'en organiser la collecte et le traitement afin de limiter au maximum les conséquences sur l'environnement et la santé. [6]

**Tableau 4: Nuisances pour l'environnement**

Nature des nuisances	Origines	Impacts
<b>Envois</b>	Papiers, plastiques et feuilles	Pollution du milieu naturel
<b>Odeurs</b>	Déchets, fermentation et biogaz	Désagréments pour le personnel et les riverains
<b>Poussières</b>	Circulation des véhicules	Désagréments pour le personnel
<b>Animaux</b>	Attrait nutritif des déchets	Transport de maladies, atteinte à la chaîne alimentaire
<b>Incendies et explosion</b>	Imprudences, Accumulation de biogaz	Danger pour le personnel
<b>Pollution des sols et des eaux</b>	Infiltration du lixiviat	Dégradation milieu naturel
<b>Risques sanitaires</b>	Toxicité des déchets organismes pathogènes	Maladies (cancers de l'estomac et des poumons)

# **Chapitre 3**

## **Procédés de Traitement du Lixiviat**



## I. Généralités

Les lixiviats de décharge sont souvent définis en tant que des eaux usées dangereuses et fortement polluées. Le lixiviat peut contenir de grandes quantités de matière organique biodégradable, mais également réfractaire à la biodégradation.

Des lixiviats de décharge ont été identifiés en tant que sources potentielles de contamination d'eaux de surface, ils peuvent aussi s'infiltrer à travers des sols et dessous-sols, causant la pollution des eaux souterraines.

Plusieurs processus, tirés de la technologie des eaux usées et des eaux potables, ont été appliqués pour le traitement des lixiviats de décharge, tels que la dégradation biologique anaérobie et/ou aérobie, de l'oxydation chimique, la coagulation-précipitation, l'adsorption par charbon actif, la photo-oxydation et des processus membranaires.

Par conséquent, une combinaison de procédé physico-chimique et biologique est souvent exigée pour le traitement efficace de ces eaux usées fortement polluées. [7]

## II. Différents Procédés de Traitement des lixiviats

Les lixiviats ne peuvent être rejetés en milieu naturel que s'ils respectent les normes de rejets admissibles, il faut faire traiter les lixiviats dans une station de traitement ou dans une station d'épuration collective, urbaine ou industrielle. Un traitement préalable peut dans le cas échéant être nécessaire.

Les procédés les plus courants dans le domaine du traitement des lixiviats sont :

- procédés biologiques.
- Procédés physico-chimiques,

### II.1. Traitements biologiques :

Ils sont sans doute les plus simples à mettre en œuvre et les plus économiques quand à leur coût d'exploitation. Ils peuvent être soit aérobies, soit anaérobies.

Les traitements biologiques aérobies sont de plusieurs types [8] :

**II.1.1. Lagunage naturel :** il s'agit d'un procédé rustique qui fait appel à une épuration naturelle des effluents. Elle se caractérise par une succession de lagunes de surfaces importantes et par une élimination de l'ammoniaque par nitrification (transformation de l'azote ammoniacal en nitrates en 60 à 70 jours) [9].

**II.1.2. Lagunage aéré :** il est composé de deux lagunes. D'une part, une lagune d'aération qui permet d'éliminer la charge biodégradable carbonée et azotée. L'insufflation d'air permet d'y apporter de l'oxygène dissous. La nitrification y est souvent le facteur limitant, d'où un temps de séjour de 30 à 50 jours. D'autre part, une seconde lagune permet la décantation des particules en suspension. Cette lagune favorise le développement des bactéries anaérobies, responsables de la dénitrification (transformation des nitrates en azote gazeux). Il est conseillé d'y injecter des nutriments car l'eau épurée ne possède plus assez de matière organique indispensable aux micro-organismes. Le lagunage aéré est le procédé le plus répandu [9].

**II.1.3. Les boues activées :** technique comportant en principe un ouvrage de séparation des boues. On prévoit des concentrations en boues de l'ordre de 3 à 4 g/l et des temps de séjours assez courts de 6 à 15 h. les boues séparées dans le clarificateur sont recyclés.

Les traitements biologiques anaérobies sont deux types :

**II.1.4. Le lagunage anaérobie :** caractérisé par des temps de séjours très longs (>50 jours)

**II.1.5. La digestion anaérobie :** généralement en digesteurs chauffés (autour de 35°C) remplis ou non de matériaux supports.

Les traitements biologiques permettent d'obtenir des rendements épuratoires importants sur les lixiviats jeunes contenant une majorité d'AGV (abattement de plus de 90 % sur la DCO ou la DBO<sub>5</sub>). Les rendements sont moins importants (40 à 60 %) sur les percolât plus stabilisés et très faibles (< 10 %) sur lixiviats complètement stabilisés.

## II.2. Traitements physico-chimiques :

### II .2.1. précipitation chimique :

Compte tenu de sa capacité, sa simplicité et son coût peu élevé, la précipitation chimique est un procédé très conseillé dans le traitement des eaux polluées telles que les lixiviats, car elle permet la réduction de la masse non biodégradable (DCO), de l'azote et des métaux lourds [14].

La précipitation chimique consiste à transformer les ions dissous dans l'eau en solides insolubles en utilisant des précipitant chimiques, généralement des hydroxydes, MAP (Mg / NH<sub>4</sub><sup>+</sup> / PO<sub>4</sub><sup>-3</sup> : Magnésium, Ammonium, Phosphate) ou de la chaux, en fonction de ce qu'on cherche à éliminer.

### II.2.2. Coagulation-floculation :

Son action est double. En effet, elle permet à la fois l'élimination des matières en suspension colloïdales et aussi d'une partie de la matière organique par adsorption sur le floc. Ce traitement se décompose en 3 étapes successives :

- La coagulation proprement dite qui consiste à déstabiliser les particules par actions de réactifs chimiques (sels de fer ou d'aluminium) sous une agitation vive.
- La floculation, sous agitation lente qui entraîne une agglomération des colloïdes «électriquement neutralisés » en floccs.
- Une décantation afin de séparer les floccs et le surnageant clair.

L'efficacité de la coagulation-floculation dépend de la nature du lixiviat à traiter ; elle sera assez faible de l'ordre de 10 à 20 % sur des lixiviats « jeunes » fortement biodégradables et de l'ordre de 70 % sur des percolât stabilisés. La coagulation-floculation entraîne parallèlement une décoloration du lixiviat et aussi une production de boues.

Ce traitement permet un abaissement maximal de la DCO de 40 à 50 %, mais augmente la concentration dans l'eau traitée en chlorures, fer, ou aluminium, selon le sel utilisé pour la coagulation. Il est par ailleurs producteur de boues (20 % de volume traité environ), et génère une coloration sensible (chlorure ferrique) [14].

### II.2.3. Evaporation –oxydation chimique :

Cette technique de traitement présente un avantage important : elle permet d'utiliser l'énergie fournie par le biogaz pour traiter les lixiviats. Le principe de cette technique est d'utiliser la chaleur dégagée lors de la combustion du biogaz pour évaporer les lixiviats. Les fumées chargées de substances polluantes dégagées par l'évaporation sont alors recueillies et oxydées dans la torchère. Le résidu obtenu peut atteindre un taux de matières sèches de 80% et est éliminé sur le site [10].

### II.2.4. Ozonation :

C'est un traitement chimique par oxydation. L'utilisation de réactifs chimiques oxydants pour le traitement des eaux a visé au départ la stérilisation de l'eau, ou, plus exactement, la destruction des germes pathogènes. L'ozone a l'avantage de permettre des actions complémentaires dans la destruction d'un grand nombre de micropolluants et dans l'amélioration des odeurs et dans la destruction des couleurs.

L'ozonation est généralement utilisée comme traitement d'appoint, car malgré son efficacité (jusqu'à un 90% de réduction pour la DCO), ce procédé encore récent reste très onéreux [11].

### II.2.5. Traitement membranaire :

Les procédés membranaires utilisés dans le traitement des eaux en général, et des lixiviats de décharges en particulier, sont :

- ✓ L'osmose inverse.
- ✓ La nanofiltration.
- ✓ L'ultrafiltration et la microfiltration.

#### a. Osmose inverse :

L'osmose inverse est un système de purification de l'eau contenant des matières en solution par un système de filtrage très fin qui ne laisse passer que les molécules d'eau.

L'osmose inverse utilise une membrane semi-perméable afin de séparer les solides dissous, la matière organique, les virus et bactéries de l'eau. Le procédé est dit "inverse" car il nécessite une pression suffisante (de l'ordre de 30 à 80 bars), selon la concentration en sels de l'effluent, pour forcer l'eau pure à passer à travers la membrane [12].

#### b. Nanofiltration :

Du fait de ses propriétés uniques entre l'ultrafiltration et l'osmose inverse, la nanofiltration a trouvé sa place dans la réduction des composés organiques récalcitrants et des métaux lourds présents dans les lixiviats de décharge. Ce procédé permet de déplacer des particules de poids moléculaires allant jusqu'à 300 g/mol grâce à des interactions électrostatiques entre les ions dissous et les membranes, elle a donc pour principe la séparation de composés dissous dans l'eau en fonction des ions mono ou bivalents.

Des études menées par T. Urase et coll. (1997), ont montré que le procédé de nanofiltration réduit la DCO de 89%, l'azote ammoniacal ( $\text{NH}_4^+$ ) de 72%.

Une autre étude réalisée par I. Ozturk et coll. (2003), montre une élimination de 99% en  $\text{Cr}^{3+}$  et  $\text{Cu}^{2+}$  pour des concentrations initiales respectives de 0,69 mg/l et 0,23 mg/l [13].

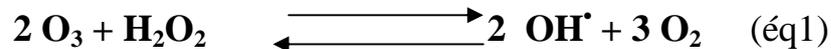
#### c. Ultrafiltration et Microfiltration :

L'ultrafiltration par membranes a pour effet d'éliminer les matières en suspensions et d'abaisser la charge biologique sans toutefois éliminer les micropolluants. Cette technique généralement est utilisée dans les bioréacteurs à membrane, car elle permet de clarifier l'eau en retenant la biomasse.

### II.2.6. Peroxyde d'hydrogène (eau oxygénée $\text{H}_2\text{O}_2$ ) :

L'eau oxygénée ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ) est un oxydant fort ( $\text{H}_2\text{O}_2 / \text{H}_2\text{O}$ ,  $E_0 = 1,76 \text{ V}$ ). Elle peut remplacer avantageusement les oxydants chlorés. Ses principaux inconvénients sont d'être

relativement instable (elle doit être conservée en cuve d'acier inoxydable) et chère, mais elle est beaucoup plus efficace et ne conduit pas à la formation de dérivés halogénés. Elle est également susceptible d'oxyder certains Complexes. L'eau oxygénée peut être utilisée en combinaison avec l'ozone pour former un radical  $\text{OH}^\bullet$  selon la réaction [14] :



L'eau oxygénée est un oxydant fort, il peut participer à de nombreuses réactions radicalaires s'il est associé à un catalyseur afin d'activer la production des radicaux libres par rupture de la liaison peroxydase. On utilise généralement à température ambiante pour traiter les eaux peu chargées en matières organiques cependant à plus haute température, l'efficacité du traitement augmente et peut conduire à l'oxydation totale en  $\text{H}_2\text{O}$  et  $\text{CO}_2$  de la charge organique par leur toxicité et leur résistance à la biodégradation.

### II.2. 7. Adsorption sur charbon actif :

Actuellement L'adsorption est reconnue comme une méthode efficace et économique pour le traitement des eaux usées chargées en ML. Le procédé d'adsorption offre une grande souplesse dans la conception et l'exploitation et dans de nombreux cas, produit des effluents de haute qualité .En outre, en raison d'adsorption est parfois réversible, les adsorbants peuvent être régénérés par le procédé de désorption pré approprié.

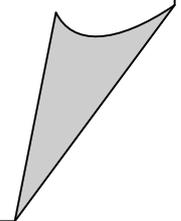
Ce procédé est basé sur l'adsorption par le charbon actif (en poudre ou en grain) de la pollution organique. Il est l'adsorbant le plus utilisé, car il est idéal pour ce qui est de réduire les odeurs, les levures et divers produits de fermentation, ainsi que les substances non polaires (non solubles dans l'eau). Toutefois, l'efficacité d'adsorption dépend du type d'adsorbants.

Le coût élevé de charbon actif limite son utilisation. Pour cela de nombreux composés de faible coût ont été développés et testés pour traiter les eaux usées, et une grande variété de matériaux naturels ou synthétiques sont utilisées comme adsorbants.

L'objectif principal de notre travail est justement d'aboutir à une élaboration d'un matériau apatitique (hydroxapatite) pour traiter lixiviat d'Ouled Fayet. Pour cela, nous présentons dans ce qui suit une revue bibliographique, portant la description détaillée de ce matériau.

# **Chapitre 4**

Matériau utilisé pour le  
traitement de lixiviat d'Ouled  
Fayet



## I. Généralités :

Selon la définition du consensus de Chester (1991), un biomatériau est un matériau destiné à être en contact avec les tissus vivants et/ou les fluides biologiques pour évaluer, traiter, modifier les formes ou remplacer tout tissu, organe ou fonction du corps.

Ces matériaux doivent, d'une part satisfaire à des caractéristiques physico- chimiques appropriées au site d'implantation et à la fonction à remplir, d'autre part être biocompatibles.

Notre but étant l'utilisation future de ces matériaux pour le traitement d'effluents en continu.

Depuis plusieurs années, le conditionnement dans les phosphates apatitiques est étudié comme méthode de décontamination des effluents liquides pollués.

Les apatites sont parmi les matériaux les plus exploités actuellement notamment l'hydroxapatite.

## II. Structure des apatites :

Le terme général « apatite » est donné à quatre types de composés : la fluoroapatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{F}$ ) qui est la plus répandue, la chloroapatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{Cl}$ ), l'hydroxyapatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{OH}$ ), et la bromoapatite ( $\text{Ca}_5(\text{PO}_4)_3\text{Br}$ ).

Les apatites constituent une famille de minéraux définie par la formule chimique  $\text{Me}_{10}(\text{XO}_4)_6(\text{Y})_2$  dans laquelle Me représente généralement un cation bivalent,  $\text{XO}_4$  un groupement anionique trivalent, et Y un anion monovalent. Le composé type est l'apatite phosphocalcique hydroxylée ou hydrox apatite  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  (CaHA).

Les apatites existent naturellement soit sous forme de roches phosphatées à base de fluoroapatite carbonatée (Chen et al., 1997) ; soit sous forme de tissu solide constituant l'édifice des os et de l'émail dentaire. La plupart des études menées sur les apatites ont porté leur plus grand intérêt aux phosphates de calcium qui présentent plusieurs compositions chimiques et des structures cristallines très variées. Suivant le rapport molaire Ca /P. On distingue différents types de phosphates de calcium regroupés dans le tableau 5 ci-dessous.

Tableau 05: Les différents orthophosphates de calcium

Orthophosphate de calcium	de	formule chimique	acronyme	Rapport Ca/P (atomique)
phosphate monocalcique anhydre <sup>1</sup>		$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$	MCPA	0,50
monohydraté <sup>1</sup>		$\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2, \text{H}_2\text{O}$	MCPM	0,50
phosphate dicalcique anhydre (monétite) <sup>1</sup>		$\text{CaHPO}_4$	DCPA	1
dihydraté (brushite) <sup>1</sup>		$\text{CaHPO}_4, 2\text{H}_2\text{O}$	DCPD	1
phosphate octocalcique triclinique <sup>1</sup>		$\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_4(\text{HPO}_4)_2, 5\text{H}_2\text{O}$	OCPt	1,33
apatitique <sup>1</sup> ,		$\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_3,5(\text{HPO}_4)_2,5(\text{OH})_{0,5}$	OCPa	1,33
amorphe <sup>1</sup>		$\text{Ca}_8(\text{PO}_4)_4(\text{HPO}_4)_2, n\text{H}_2\text{O}$	OCPam	1,33
phosphate tricalcique , ' ou 2		$\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$	- ( - ) TCP	1,50
apatitique <sup>1</sup>		$\text{Ca}_9(\text{PO}_4)_5(\text{HPO}_4)(\text{OH})$	TCPa	1,50
amorphe <sup>1</sup>		$\text{Ca}_9(\text{PO}_4)_6, n\text{H}_2\text{O}$	TCPam	1,50
Hydroxyapatite phosphocalcique <sup>1, 2</sup>		$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$	HA	1,67
oxyapatite <sup>2</sup>		$\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6\text{O}$	OXA	1,67
phosphate tétracalcique <sup>2</sup>		$\text{Ca}_4(\text{PO}_4)_2\text{O}$	TTCP	2

<sup>1</sup>: composé obtenu à température basse ou modérée

<sup>2</sup>: composé obtenu à haute température

### III. Composition et structure des hydroxyapatites :

C'est un sel très peu soluble, qui peut être synthétisé, par précipitation à partir de solutions de phosphates de calcium (Sheha, 2007). Sa formule générale typique est  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  avec une structure cristalline hexagonale, et un rapport Ca/P allant de 1,2 à 2 ; pour une hydroxyapatite stœchiométrique idéale, le rapport Ca/P est de 1,67 et la densité étant égale à 3.219. Cette composition est sujette à de nombreuses variations, ceci est dû à la

mobilité et aux possibilités de substitution que peuvent subir les ions constituant sa structure ; toutefois sans altération de la rigidité et la stabilité du cristal (Rey et al., 2007).

L'hydroxyapatite constitue la phase minérale majoritaire des os. Les apatites biologiques qui contiennent les phases minérales des tissus calcifiés (émail, dentine et os) diffèrent des hydroxyapatites synthétiques en composition, stœchiométrie, cristallinité et en propriétés physiques et mécaniques.

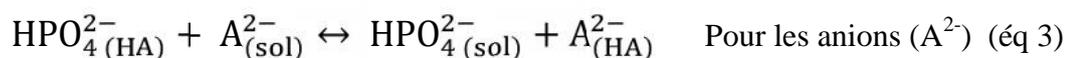
#### IV. Propriétés des hydroxyapatites :

Mis à part ses propriétés mécaniques, représentées essentiellement par sa rigidité qui est plus ou moins proche des tissus durs (osseux, dentaires) ; les autres propriétés sont :

- a) **La stabilité chimique** : l'hydroxyapatite est d'une très grande stabilité à divers pH, elle est soluble en solutions acides ; d'une solubilité très faible dans l'eau distillée, qui augmente avec l'augmentation de la concentration en électrolytes. La vitesse de solubilité de l'hydroxyapatite est fonction de nombreux paramètres comme la différence de forme, la porosité, la taille des cristaux, ... on rapporte que cette vitesse est, pour une hydroxyapatite bio stable, de l'ordre de 0,1 mg/an (Park, 2008).
- b) **Adsorption et capacité d'échange de la surface** : les ions qui se trouvent dans la couche hydratée de l'hydroxyapatite y sont maintenus avec des liaisons faibles ; ce ci rend possible l'échange de ces ions contre des ions du milieu aqueux environnant. Il a été démontré que l'équilibre d'échange ionique s'établit rapidement au bout de quelques minutes, et que chaque échange se fait entre un ion du solide contre un ion de la solution, sans altération de la composition de l'hydroxyapatite ni de son stœchiométrie (Rey et al., 2007). la capacité d'échange dépend à la fois de la nature de l'ion et de la composition du solide. Les mécanismes proposés pour ces échanges sont :

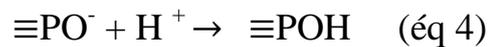


et



En plus de sa capacité d'échange d'ions, l'hydroxyapatite est connue par son pouvoir adsorbant vis-à-vis de solutés organiques et inorganiques.

- c) **La charge de surface :** l'hydroxyapatite porte à sa surface des groupements fonctionnels qui sont  $\equiv\text{POH}$  et  $\equiv\text{CaOH}$  qui peuvent tous deux recevoir ou perdre des protons :



Cette propriété de surface permet à l'hydroxyapatite de retenir à sa surface différents solutés, tels que les cations métalliques qui s'y adsorbent par complexation à la surface et Co-précipitation (Bradl, 2005).

Une autre propriété très importante de l'hydroxyapatite est son pH de point de charge nulle ( $\text{pH}_{\text{PCN}}$ ), qui est défini comme étant le pH de la solution aqueuse dans laquelle le solide existe sous un potentiel électrique neutre ; la valeur de ce  $\text{pH}_{\text{PCN}}$  diffère selon les caractéristiques de surface de l'hydroxyapatite, qui sont, elles même, fonction de la méthode d'obtention. Ainsi, au-dessous de ce pH, l'hydroxyapatite sera chargée positivement, et au-dessus, elle sera chargée négativement (Yang, 2003).

## V. Méthodes de synthèse et de caractérisation d'hydroxyapatite

De nombreuses méthodes de préparation des apatites sont proposées dans la littérature [JAR76; RAY01a; TAK95; TOR96; WEN97]. Toutefois, les différentes synthèses peuvent être classées en deux grandes catégories : la voie sèche et la voie humide. La voie sèche fait intervenir des réactions en phase solide [YOU82] et la voie humide des réactions de Précipitation en phase aqueuse [TRO72].

Parmi les techniques les plus couramment utilisées, on peut citer la :

- a) Méthode par voie sol-gel
- b) Méthode par pyrolyse-spray
- c) Méthode par précipitation

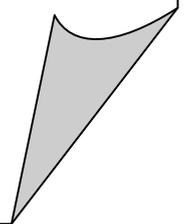
La méthode par précipitation est la seule ne faisant pas intervenir de hautes températures.

Elle permet par conséquent d'obtenir des apatites peu cristallisés présentant des surfaces spécifiques élevés. Cette méthode s'avère donc être la plus adaptée à notre étude, car elle fournit des poudres modulables du point de vue de leur réactivité. Le principe de cette méthode sera plus détaillée dans la partie expérimentale

La caractérisation physico-chimique et thermique des poudres synthétisées fait appel à plusieurs techniques notamment (Granulométrie, Microscopie Electronique à Balayage Environnemental, BET (Surface spécifique), Analyses thermiques et calorimétrique, Diffraction des Rayons X, Spectroscopie Infra Rouge). Dans notre étude la poudre synthétisée a été réalisée par deux techniques telle que, la diffraction des rayons X (DXR) et la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

Dans ce qui suit nous présentons les différents résultats d'analyses (spectres IR, spectre DRX) que nous avons effectués pour caractériser et suivre l'évolution de la synthèse de l'hydroxapatite à partir du carbonate de calcium et l'acide phosphorique.

# Partie expérimentale



Dans cette partie nous avons procédé tout d'abord à une prise de contact avec les deux secteurs concernés :

- ✚ Le CET d'Oued Fayet « pour le prélèvement des échantillons de lixiviat »
- ✚ Le CRD « pour analyses et procédés de traitement »

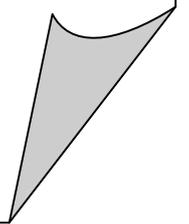
Par ailleurs, Le protocole du travail est basé sur trois étapes. Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à la synthèse de la poudre d'hydroxyapatite par voie humide en faisant réagir le carbonate de calcium [ $\text{CaCO}_3$ ] avec l'acide phosphorique [ $\text{H}_3\text{PO}_4$ ], suivie de sa caractérisation par deux techniques IR et DRX.

Dans un second temps, nous avons étudié les aspects quantitatifs et qualitatifs des lixiviats du centre d'enfouissement technique d'Ouled Fayet, indispensables pour caractériser la charge polluante et d'estimer les risques que présentent ces lixiviats sur la qualité des eaux de la nappe phréatique avoisinante (l'Oued Ben Brahem).

La dernière étape a été portée sur le traitement du lixiviat par adsorption sur l'hydroxyapatite synthétisée et l'optimisation de l'efficacité d'adsorption de ce dernier.

# **Etape I**

## **Synthèse et caractérisation de l'hydroxyapatite**



L'enjeu principal de notre travail dans cette étape concerne la compréhension de l'évolution du mélange réactif vers une poudre phosphocalcique au cours de sa synthèse.

Pour réaliser cette étude, nous avons effectué la caractérisation de la poudre synthétisée, par différentes techniques d'analyse.

### **a. Synthèse de l'hydroxyapatite :**

Dans ce travail, la synthèse de la poudre d'hydroxyapatite (notée HA) a été réalisée par voie humide selon la méthode de précipitation.

La préparation des phosphates de calcium par précipitation en solution aqueuse est une méthode fréquemment utilisée, car elle présente de nombreux avantages tels que la bonne reproductibilité, le rendement élevé, la simplicité d'exécution et l'absence de solvant autre que l'eau.

Cette méthode est réalisée en ajoutant de façon contrôlée une solution d'un sel de calcium dans une solution d'un sel soluble de l'anion  $\text{PO}_4^{3-}$ , jusqu'à l'obtention d'un précipité qui est ensuite lavé et séché.

#### **☀ Protocole d'obtention de l'hydroxyapatite**

Les synthèses les plus connues et les plus maîtrisées en voie humide sont celles réalisées à partir de nitrate de calcium, de chlorure de calcium ou encore d'hydroxyde de calcium.

La synthèse qui a fait l'objet de notre étude est celle faite avec les carbonates de calcium.

L'utilisation de ce dernier ( $\text{CaCO}_3$ ) à la place de  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  comme source de calcium a l'avantage de ne pas se transformer en oxydes d'azote nocifs pour l'environnement lors de la calcination, et d'être disponible à moindre coût.

#### ***Réactifs utilisés :***

- Carbonate de calcium  $\text{CaCO}_3$ , DP 98%.
- Solution d'acide phosphorique ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), DP 85%.
- Eau distillée.

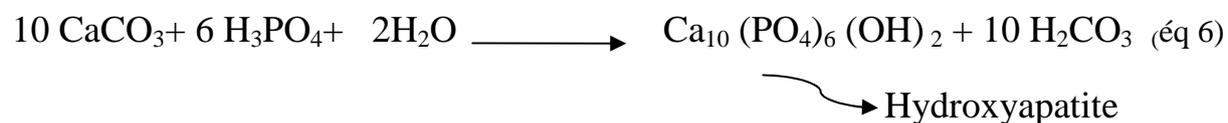
**Mode opératoire :**

100 ml d'un acide phosphorique sont introduits progressivement (pour éviter le débordement de la solution en raison du dégagement du CO<sub>2</sub>) dans un bécher contenant une suspension constituée de 250 g de carbonate de calcium dissouts dans 10 ml d'eau distillée.

Le mélange résultant est agité vigoureusement (de 420 à 510 rpm) pendant 5 heures à une température fixée à 60°C, jusqu'à la disparition des bulles d'air (CO<sub>2</sub>) dégagées lors de la réaction. Une fois l'agitation arrêtée, la suspension est laissée en décantation pendant la nuit. Au bout de ce temps le surnageant est aspiré puis séché à l'aire libre pendant 2 jours.

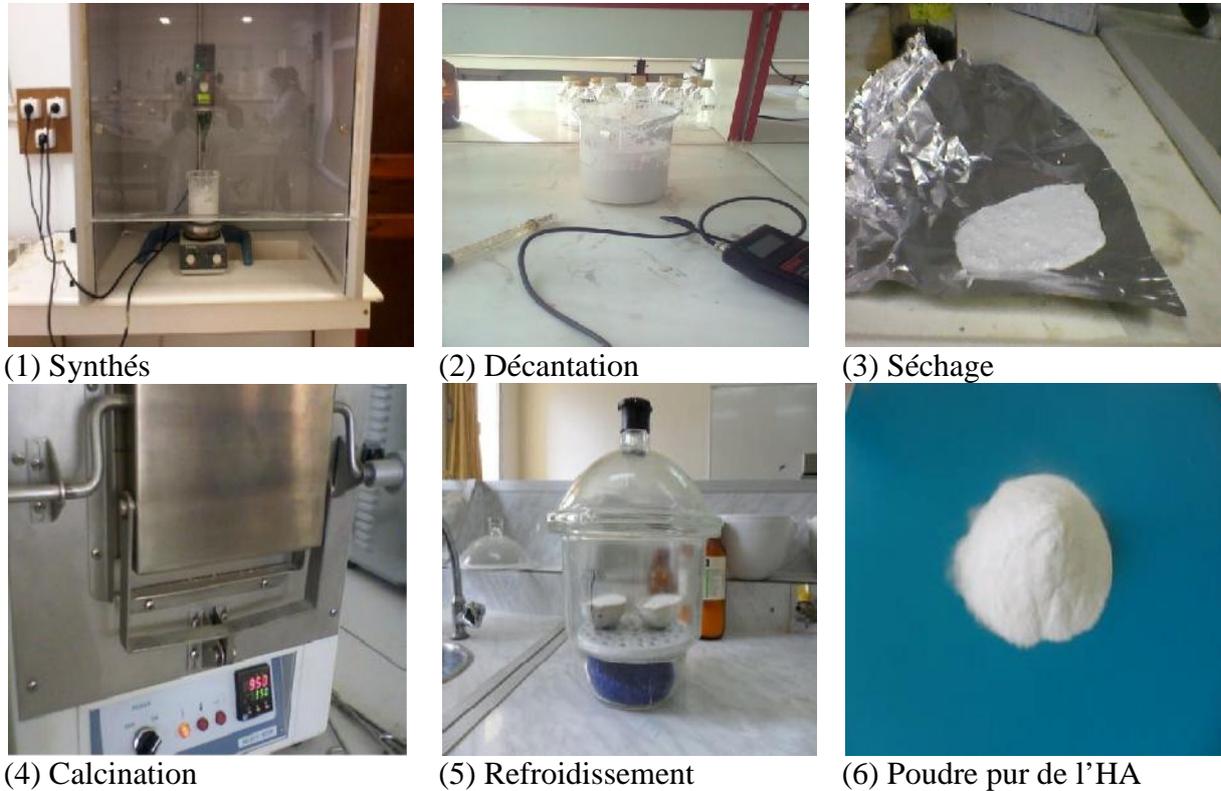
Le solide (filtrat) récupéré est séché à l'étuve à 60 °C pour obtenir ainsi une poudre blanchâtre qui subit une calcination à 600 et 850°C. Cette calcination permet de transformer les CaCO<sub>3</sub> non réagi en CaO (oxyde de calcium), ce dernier est éliminé de la poudre par lavage de celle-ci jusqu'à la stabilisation du Ph.[15]

La réaction qui a eu lieu dans la synthèse d' Hydroxyapatite est donnée par la formule suivante :



Comme H<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> se dissocie pour donner CO<sub>2</sub> et H<sub>2</sub>O selon la réaction suivante :





**Figure 9** : Photographies des étapes de préparation de  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$

### **b. Caractérisation de l'apatite obtenue**

Pour caractériser cette apatite, nous avons procédé à l'analyse par diffraction des rayons X et par spectroscopie d'absorption infrarouge (IR). Les résultats obtenus sont illustrés sur les figures (10,11).

## **c. RÉSULTATS ET DISCUSSION**

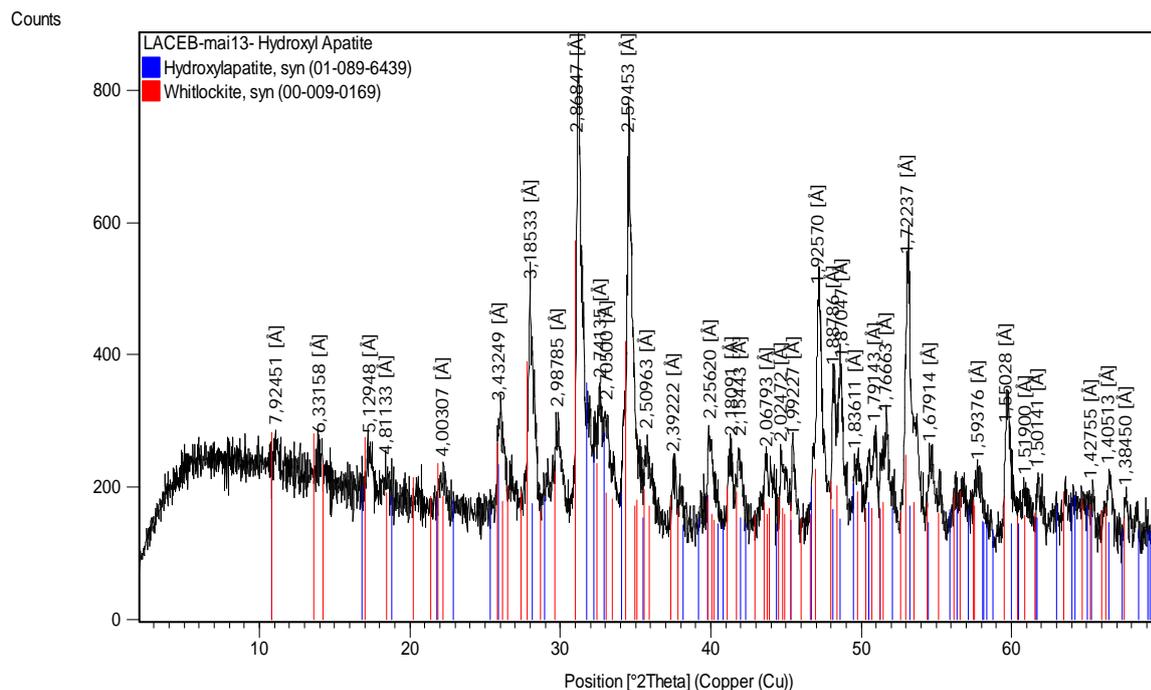
### **C.1. Caractérisation par diffraction des rayons X :**

Technique de base de la caractérisation des matériaux, la diffraction de rayons X permet la détermination des phases cristallines micro et poly-cristallines des matériaux.

La figure 10 présente le spectre de diffraction des rayons X de l'hydroxyapatite calcinée à 850°C.

Echantillon hydroxyle apatite

- Whitlockite  $\text{Ca}_3 (\text{P O}_4)_2$
- Hydroxylapatite  $\text{Ca}_{10.132} (\text{P O}_4)_{5.958} (\text{O H})_{3.258}$



**Figure 10** : Diagramme de diffraction des rayons X de l'Hydroxylapatite calcinée à 850°C.

L'échantillon solide finement broyé, est monté sur des portes échantillons adéquats, puis soumis à un faisceau des rayons X pour être diffracté par les plans réticulaires des phases cristallines présentes

Le diffractogramme ainsi obtenu, à l'aide d'un diffractomètre à rayons X, est interprété. Les positions et les intensités de pics observés sont comparés aux fichiers de référence **PDF-ICDD** (Powder Diffraction File - International Center for Diffraction Data)

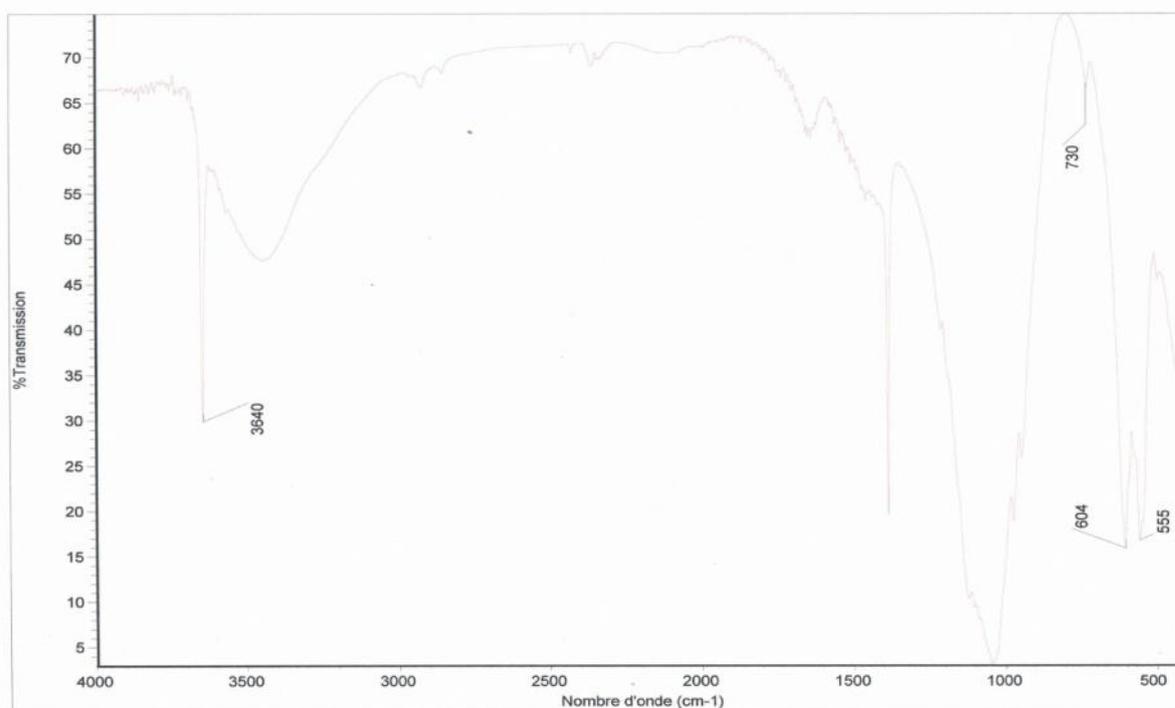
pour l'identification des phases minéralogiques présentes. Et éventuellement l'utilisation de **RIR** (Reference Intensity Ratio) inclus dans le logiciel **HighScore Plus** du fichier PDF-ICDD permet l'estimation semi quantitative des phases correspondantes détectées quand celle-ci est requise et/ou possible.

Comme le montre la figure 10 l'étude par diffraction de rayons X confirme la formation d'un précurseur amorphe de phosphate de calcium.

## C.2. Caractérisation par Spectroscopie Infra- Rouge

La spectrophotométrie infrarouge dans le domaine de l'infrarouge moyen ( $400\text{-}4000\text{cm}^{-1}$ ) est la plus utilisée car la plupart des fréquences caractéristiques des groupements fonctionnels y sont situées. Elle présente un intérêt considérable pour l'étude de la structure des apatites et l'identification des minéraux apatitiques.

L'ensemble des bandes d'adsorption, relatives à l'échantillon de l'hydroxyapatite étudiée, sont déterminées après préparation des pastilles d'apatite avec du KBr. le spectre infrarouge correspondant à notre échantillon est présenté dans la figure 11.



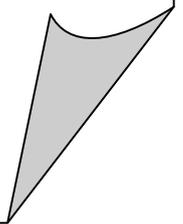
**Figure 11** : Spectre IR de l'hydroxyapatite synthétisée à partir de  $\text{CaCO}_3$ , calcinée à  $850^\circ\text{C}$ .

L'adsorption IR de l'hydroxyapatite est due aux vibrations des ions  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{OH}^-$  et aussi  $\text{CO}_3^{2-}$ . Le spectre IR de l'hydroxyapatite est caractérisé par des pic pour  $\text{OH}^-$  à  $3570,57 \text{ cm}^{-1}$  et  $630,02 \text{ cm}^{-1}$ , un groupe de pics pour  $\text{PO}_4^{3-}$  à  $566,97 \text{ cm}^{-1}$ ,  $602,64 \text{ cm}^{-1}$ ,  $961,34 \text{ cm}^{-1}$ ,  $1042,80 \text{ cm}^{-1}$  et à  $1091,61 \text{ cm}^{-1}$  et un groupe de pics pour  $\text{CO}_3^{2-}$  à  $1413,57 \text{ cm}^{-1}$  et à  $1455,03 \text{ cm}^{-1}$ .

Ces résultats prouvent qu'on a obtenu réellement de l'apatite pure. En effet, l'hydroxyapatite ainsi préparée et calcinée à une température égale à  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  est utilisée pour le traitement de notre rejet (lixiviats) afin de retenir les différentes charges polluantes. La capacité de la rétention dans ce cas est très importantes comme on le montre dans les étapes suivantes.

# **Etape II**

## **Méthodes et moyens analytiques du lixiviat**



## **II.1. point de prélèvement**

Durant notre étude, on s'est intéressé à un type de lixiviat provenant directement à la sortie de système de drainage du casier N°5 avant l'entrée des lixiviats dans le bassin de stockage.

Les eaux du dernier casier sont des eaux pluviales, ils ne font que diluer, voir même prétraiter les eaux provenant du casier 1, 2 et 3.

Les prélèvements ont été faits le 28/04/2013 à 11h35 dans des récipients de capacités 5litres. Au même jour ; les échantillons ont été conservés et transportés immédiatement au laboratoire où ils ont été placés dans un réfrigérateur, à 4°C et à l'obscurité afin de limiter toute activité biologique.

Les méthodes d'analyses utilisées sont résumées dans le tableau 6. Les détails de ces méthodes et les normes sont communiqués en annexe.



**Figure12** : Point de prélèvement de lixiviat d'Ouled Fayet.

## II.2. Caractérisation des Lixiviats avant le traitement

Elle a porté sur la détermination de paramètres globaux et la quantification d'éléments ou de composés particuliers.

Paramètres globaux	Paramètres physico-chimiques
Demande chimiques en oxygène DCO	PH, conductivité, nitrate, nitrite.
Demande biologiques en oxygène à 5 jours DBO <sub>5</sub>	Anions : chlorures, sulfates, calcium, magnésium, potassium, sodium, métaux lourds « Cd, Zn, Cu, Ni, Pb. »
Matières en suspension MES	

### 🌈 Quelques définitions :

**La demande chimique en oxygène, DCO**, quantifie l'état d'oxydation des substances présentes dans les lixiviats. Elle peut-être mesurée par une oxydation à chaud d'un échantillon avec du  $\text{KMnO}_4$ . Elle est exprimée en  $\text{mg d'O}_2$  consommé par litre de lixiviats. [6]

**La demande biologique en oxygène à 5 jours, DBO<sub>5</sub>** quantifie la biodégradabilité des lixiviats. Elle est déterminée en fonction de la quantité d'oxygène consommé par les micro-organismes présents dans les lixiviats. Elle est exprimée en  $\text{mg d'O}_2$  consommé par litre de lixiviats. [6]

**Les matières en suspension MES** : représentent la fraction non dissoute des lixiviats.

**Le rapport DBO<sub>5</sub>/DCO représente** : la biodégradabilité des lixiviats. Plus le rapport est élevé, plus les lixiviats sont biodégradables. (<0.1:Non biodégradable, >0.8 : totalement biodégradable)



**Figure1 3** : Lixiviat Brut avant traitement

### II.2.1. Analyse physico-chimiques des Lixiviats

Du point de vue quantitatif, la composition chimique des lixiviats est spécifique à chaque décharge. En effet, elle varie étroitement avec :

- \* la nature, l'âge de la décharge et du site d'enfouissement.
- \* le type de déchets et leur degré de décomposition.
- \* la méthode de mise en décharge.
- \* les conditions climatiques.

L'examen des valeurs des paramètres physico-chimiques, de lixiviat du centre d'enfouissement technique d'Ouled Fayet, sont rassemblées dans le Tableau 6.

**Tableau 6 :** différents analyses faites sur lixiviats avant le traitement

Paramètres	Unités	Résultats	Méthodes
Couleur	-	marron noirâtre	-
Odeur	-	nauséabonde	-
Température	°C	19,2	
pH	-	8,5	SB70P (symphony)
Conductivité	ms/cm	26,4	Cond 1970i
Turbidité	NTU	96	
MES	mg/l	898,4	Gravimétrie « différence du poids »
DCO	mg/l	7380	Spectrophotométrie de HACH
DBO <sub>5</sub>	mg/l	2173	
DBO <sub>5</sub> / DCO	-	0,29	-
Nitrates	mg/l	5200	Spectrophotométrie de HACH
Nitrites	mg/l	2640	Spectrophotométrie de HACH
Sulfates	mg/l	400	Spectrophotométrie de HACH
Chlorures	mg/l	4798,514	Volumétrie
Calcium	mg/l	176,352	Complexométrie
Magnésium	mg/l	156,376	Complexométrie
Sodium	mg/l	2063,5	Spectrophotomètre à flamme
Potassium	mg/l	1689,48	Spectrophotomètre à flamme
<b>Fe</b>	mg/l	8,73	Spectroscopie d'absorption atomique
<b>Pb</b>	mg/l	0,44	Spectroscopie d'absorption atomique
<b>Cd</b>	mg/l	0,0078	Spectroscopie d'absorption atomique
<b>Cu</b>	mg/l	0,25	Spectroscopie d'absorption atomique
<b>Zn</b>	mg/l	1,25	Spectroscopie d'absorption atomique
<b>Cr</b>	mg/l	1,05	Spectroscopie d'absorption atomique
<b>Ni</b>	mg/l	0,8032	Spectroscopie d'absorption atomique

### II.2.2. Interprétation des résultats

Les lixiviats du CET d'Ouled Fayet renferment de nombreux contaminants organique et minéraux.

Les valeurs observées dans le tableau ci dessus nous donnent une idée sur la composition et le type de notre lixiviat .En effet l'examen de ces résultats montre ceci :

#### ❖ *La couleur :*

La couleur constitue le premier indicateur de pollution, les lixiviats étudiés arboraient une couleur noir foncé, ceci est dû essentiellement aux MES et à la présence des ions de sulfure qui proviennent de la dégradation des matières organique et qui ont un pouvoir colorant élevé.

#### ❖ *L'odeur :*

Les odeurs dégagées par les lixiviats sont désagréables, nauséabondes et insupportables. Ces odeurs sont dues principalement :

- ✓ A la présence d'ammoniac et de soufre issue en partie des processus de biodégradation et contribuent à l'émanation du gaz H<sub>2</sub>S.
- ✓ A la décomposition de la matière organique présente dans l'effluent.
- ✓ Et aussi à la température du milieu.

#### ❖ *pH :*

Le potentiel d'hydrogène et l'un des paramètres qui détecte l'acidité ou l'alcalinité des lixiviats.

La valeur de pH observée dans notre analyse est de 8,5. Ceci montre, d'une part, l'appartenance de cette valeur à l'intervalle des normes de rejet en milieu naturel (6,5 et 8,5) et d'autre part, le caractère basique des lixiviats étudiés.

### ❖ *Matière en suspension (MES) :*

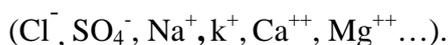
D'après notre analyse on constate que les lixiviats du CET d'Ouled Fayet sont très chargés en MES, la valeur obtenue est égale à **898,4 mg/l**, elle est très élevée par rapport à la norme de rejet qui est de 35 mg/l.

La richesse d'effluent en MES implique une mauvaise pénétration de la lumière ainsi qu'une mauvaise aération des lixiviats produits.

### ❖ *Conductivité électrique :*

La conductivité nous donne une information globale sur la quantité d'espèces chargées présentes dans les différents lixiviats, est un indicateur de la pollution.

La mesure de la conductivité permet donc d'apprécier la quantité de sels dissous dans lixiviats. En effet, la conductivité retrouvée au cours de notre analyse est de l'ordre de 26,4 mS/cm, indiquant la forte minéralisation des lixiviats du CET d'Ouled Fayet. Cette minéralisation est principalement attribuable aux paramètres suivants :



### ❖ *DCO :*

La matière organique relarguée dans les lixiviats est considérée comme un bon indicateur de l'état de dégradation des déchets car elle subit de multiples transformations au cours des différentes étapes de dégradation. La Demande Chimique en Oxygène fait partie des principaux paramètres dont la mesure est imposée par la réglementation.

Les résultats d'analyses obtenues indiquent que la valeur de la DCO est très forte d'ordre **7380 mg/l** et très élevée par rapport à la norme qui est de 120 mg/l pour le rejet dans le milieu naturel. Ceci dénote que les lixiviats du CET d'Ouled Fayet sont très riches en matière organique oxydable.

### ❖ *DBO<sub>5</sub>* :

Quantifie la biodégradabilité des lixiviats. Elle est déterminée en fonction de la quantité d'oxygène consommé par les micro-organismes présents dans les lixiviats. Pour notre cas la valeur obtenue est de **2173 mg O<sub>2</sub>/l**. Nous remarquons que cette teneur dépasse celle de la norme qui est de 35 mg/l pour le rejet dans un milieu naturel.

### ❖ *Le rapport DBO<sub>5</sub>/ DCO :*

L'étude du rapport DBO<sub>5</sub>/DCO est un bon indicateur de la biodégradabilité d'un effluent.

Un rapport DBO<sub>5</sub>/DCO inférieur à 0,1 indique une biodégradabilité faible et un rapport de DBO<sub>5</sub>/DCO supérieur à 0,3 indique une biodégradabilité importante.

Dans notre cas lixiviat présente un rapport DBO<sub>5</sub>/DCO égal à **0,29**. Ce genre de lixiviat est faiblement biodégradable et c'est plutôt les procédés physico-chimiques qui sont préconisés pour le traitement.

### ❖ *Nitrate et nitrite*

Le lixiviat de décharge est constitué de 5200 mg/l en NO<sub>3</sub><sup>-</sup> et 2640 mg/l en NO<sub>2</sub><sup>-</sup>. Ces substances sont généralement dues aux activités de l'homme tel que l'agriculture et les rejets domestiques.

### ❖ *Sulfate et chlorure*

En général les lixiviats véhiculent des concentrations élevées en sulfates et en chlorures, ces teneurs contribuent à la forte conductivité et salinité du lixiviat.

### ❖ *K<sup>+</sup>, Na<sup>+</sup> et Ca<sup>2+</sup> :*

Les teneurs très élevées en ions alcalins, en particulier le sodium, sont à mettre en relation avec les Cl<sup>-</sup> et donc avec la salinité du milieu.

### ❖ Métaux lourds :

Les lixiviats ne véhiculent généralement pas de fortes teneurs en métaux lourds, plus les lixiviats sont âgés et plus leur teneur métallique diminue. Cela est dû principalement à leur précipitation aux pH usuellement rencontrés dans les lixiviats intermédiaires ou stabilisés.

Les résultats obtenus dans nos analyses nous confirment que la teneur en métaux lourds n'est pas très importante dans notre effluent. En effet, il en ressort que le lixiviat étudié accuse des teneurs en métaux toxiques légèrement supérieures à la norme, avec 0,8032 mg/l pour le nickel, 1,05 mg/l pour le chrome.

En ce qui concerne le fer, la teneur mesurée est de 8,24 mg/l, elle est largement supérieure à la norme qui est de 3 mg/l. Il en ressort de cette valeur que le fer est le métal le plus abondant. Ceci est vraisemblablement dû au fait que la décharge reçoit des déchets renfermant du fer, surtout ceux provenant des déchets industriels.

### En conclusion

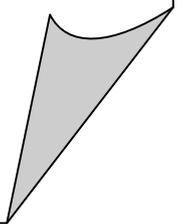
L'analyse de lixiviat a donné les résultats suivants:

- ✓ Un pH basique de l'ordre de 8,5.
- ✓ Une charge organique avec une DCO de valeur moyenne de 7380 mg O<sub>2</sub>/l.
- ✓ Une biodégradabilité de l'ordre  $DBO_5 / DCO = 0,29$ .
- ✓ Une forte charge minérale et une pollution azotée importante.

Donc nous sommes dans le cas de lixiviat intermédiaire stabilisé (pH au voisinage de 7,  $DBO_5/DCO$  entre 0,1 et 0,3 et la DCO est entre 3 et 15 g O<sub>2</sub>/l), pour cela nous avons proposé un procédé de traitement qui est **l'adsorption sur l'hydroxyapatite** qui sert à diminuer les valeurs des éléments toxiques et indésirables aux normes des rejets car l'Oued Ben Brahem représente le réceptacle final des lixiviats issus du CET d'Ouled Fayet.

# **Etape III**

**Traitement du lixiviat par  
Hydroxyapatite**



Cette étape porte sur le traitement du lixiviat intermédiaire d'Ouled Fayet par adsorption sur l'hydroxyapatite synthétisée qui est moins coûteux et qui respecte l'environnement.

Notre contribution va donc consister à un traitement physico-chimique par adsorption sur un matériau de la charge (organique, minérale et azotée), de la biodégradabilité ainsi que la recherche d'éléments toxiques. Ces charges polluantes seront exprimées en termes conductivité, résidu sec, MES, DCO, DBO<sub>5</sub>, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>.

Pour se faire, une série d'expériences et de manipulations ont été réalisées pour optimiser l'efficacité de traitement par procédé d'adsorption.

### III.1.Optimisation de l'adsorption

Tous les essais d'adsorption se sont déroulés en mode batch, à température ambiante (25°C) et avec des lixiviats bruts à pH 8,5. Dans ces essais nous avons procédé à l'optimisation de l'adsorption et des facteurs déterminants du processus d'adsorption, à savoir la masse d'adsorbant, le temps de contact et le pH du milieu.

#### III.1.1. Protocole de réalisation des expériences d'adsorption:

Dans une expérience d'adsorption en mode batch, une quantité de **250 ml** de lixiviat en stock est mise en contact avec une quantité déterminée d'adsorbant (0,75g ; 1,25 g et 1 g en Hydroxyapatite) dans un bécher de 500 ml placé sous Agitateur à hélice. Avant de procéder au traitement, le pH initial de l'effluent est ajusté à l'aide d'un pH-mètre à la valeur désirée par HCl, sous agitation de 250 rpm. On procède alors suivant 2 phases. [15]

- ✓ **Une première phase de réaction qui dure 2h**, où la vitesse d'agitation est maintenue à 250 rpm, et ceci afin de réaliser un réacteur parfaitement agité en batch.
- ✓ **Une deuxième phase de repos de 5h**, celle-ci permet la décantation des précipités notamment les sels formés lors du processus.

Après décantation, on prélève le surnageant à l'aide d'une seringue en plastique à partir d'un point situé à environ 1 cm au dessous de la surface du liquide.

Enfin, on procède à l'analyse du surnageant en vue de mesurer l'efficacité de ce traitement.

Au cours de ce traitement 12 échantillons (essais) sont effectués afin de calculer les rendements d'abattement des paramètres d'optimisation choisis en fonction du pH et de la concentration en adsorbant notée [HA]. Le mélange considéré dans chaque manipulation est maintenu à 250 ml du lixiviat brut et a subi le même protocole décrit précédemment (agitation, décantation, prélèvement et analyse des paramètres résiduels).

Le dispositif d'adsorption utilisé au cours de cette étude est illustré par la figure13 et les résultats d'analyses des lixiviats après le traitement sont résumés dans les tableaux ci-dessous.



1) Agitation



2) Décantation



3) Prélèvement



4) Filtration

**Figure 14:** Schéma de dispositif expérimental.

### III.1.2. Optimisation des paramètres d'adsorption

Les nombreux mécanismes impliqués dans le processus d'adsorption, sont régis par divers paramètres (condition opératoires), dont certains ont une influence majeure sur l'abattement de la matière organique (DCO), matière minérale ( $Cl^-$ ) et sur les métaux lourds par l'adsorption.

Deux ont été retenus pour cette étude :

- ✓ La masse d'adsorbant(m) : (0,75 ; 1,25 ; et 1 g).
- ✓ Le pH : (3 ; 5 ; 7 ; et 8).

#### a) Effet du pH initial sur l'adsorption

Afin d'évaluer l'effet du pH initial sur l'efficacité de l'adsorption et déterminer le pH optimal de celle-ci, l'adsorption sur l'hydroxyapatite a été réalisée à des pH acides à légèrement alcalins pour éviter l'hydrolyse et la précipitation des métaux ; pour cela nous avons mené une série d'essais à différents pH (3, 5, 7 et 8) ; et ce dans les conditions suivantes : des volumes de 1L en lixiviat, des masses en adsorbant varient de (3 à 5 g) et un temps de contact de 2 heures.

#### b) Effet de la concentration initiale en adsorbant sur l'adsorption

L'influence de la concentration en adsorbant sur le taux d'élimination des différents paramètres a été étudiée en mettant en contact à chaque fois un volume de 1 L en solution (lixiviat) avec des masses allant de (3 à 5 g) en adsorbant (hydroxyapatite). Le mélange obtenu est soumis à une agitation magnétique pendant 2 heures. Ensuite, la suspension est filtrée et les analyses des paramètres résiduelles sont effectuées.

## III.2. Résultats et Interprétations

### III.2.1. Caractérisation du lixiviat après traitements

:



**Figure 15** : Lixiviat après traitement

Les différents résultats d'analyses faites sur lixiviats après le traitement sont résumés dans les tableaux suivant :

**Tableau7 : Analyses physico-chimiques de lixiviat après traitement à différents pH et à une concentration de 3 g/l en adsorbant**

Paramètres	Unités	Après traitement				
		Avant traitement	3	5	7	8,15
pH	-	8,5	3	5	7	8,15
Couleur	-	-	Marron aunâtre	-	-	-
Odeur	-	-	Faible Odeur	-	-	-
Conductivité	ms /cm	26,4	20 ,8	20	25 ,2	23,1
Turbidité	NTU	96	441	82,6	101	91,1
MES	mg /l	898,4	136	47	144	140
DCO	mg /l	7380	4530	4370	5800	6680
DBO <sub>5</sub>	mg /l	2173	-	-	226	1339
Chlorures	mg /l	4798,514	-	-	-	4592,863
Calcium	mg /l	176,352	1070	499,66	400,8	208,416
Magnésium	mg /l	156,376	63,232	38,296	24,32	0
Nitrates	mg /l	5200	30	14	398	470
Nitrites	mg /l	2640	20	60	1300	2600
Sulfates	mg /l	400	350	250	375	400
Sodium	mg /l	2063 ,5	1475	1111,75	1436,75	1651,75
Potassium	mg /l	1689,48	1236,84	1281,12	1386,9	1689,48

**Tableau8 : Analyses des métaux lourds par absorption atomique**

[HA] = 3 g / l							
ML mg/l pH	Fe	Pb	Cd	Cu	Zn	Cr	Ni
8,5	Avant traitement						
	8,73	0,44	0,0078	0,25	1,25	1,05	0,8032
3	Après traitement						
	8,24	0,34	traces	0,22	1,20	0,78	0,6358
5	6,77	0,31	0	0,18	0,93	0,75	0,5636
7	5,09	0,14	0	0,16	0,80	0,51	0
8,15	5,60	0,01	0	0,17	0,81	0,70	0,6478

**Tableau 9 : Analyses physico-chimiques de lixiviat après traitement à différents pH et à une concentration de 4 g/l en adsorbant**

Paramètres	Unités	Avant traitement	Après traitement				
			pH	8,5	3	5	7
Couleur	-	-	Marron jaunâtre	-	-	-	-
Odeur	-	-	Faible Odeur	-	-	-	-
Conductivité	ms /cm	26,4	21,4	21,1	24,7	23	
Turbidité	NTU	96	418	263	80,2	121	
M E S	mg/l	898,4	468	895	140	295	
DCO	mg/l	7380	3590	3200	5810	6290	
DBO <sub>5</sub>	mg/l	2173	0	56,5	367	1411	
Chlorures	mg/l	4798,514	-	-	-	4375,4	
Calcium	mg/l	176,352	1020,7	614,56	400,8	240,48	
Magnésium	mg/l	156,376	116,736	82,688	38,912	0	
Nitrates	mg/l	5200	56	10	352	570	
Nitrites	mg/l	2640	40	80	1300	2300	
Sulfates	mg/l	400	350	250	375	400	
Sodium	mg/l	2063,5	1503,81	1567,75	1567,75	2063,5	
Potassium	mg/l	1689,48	1224,54	1052,34	1330,32	1389,36	

**Tableau10 : Analyses des métaux lourds par absorption atomique**

[HA] = 4 g/l							
ML mg/l pH	Fe	Pb	Cd	Cu	Zn	Cr	Ni
8,5	Avant traitement						
	8,73	0,44	0,0078	0,25	1,25	1,05	0,8032
3	Après traitement						
	8,01	0,44	0	0,25	1,07	1,05	0,8032
5	7,01	0,40	0	0,19	0,48	0,94	0,6264
7	4,07	0,25	0	0,17	0,33	0,40	0,6610
8,15	5,47	0,03	0	0,18	0,35	0,92	0,6770

**Tableau11 : Analyses physico-chimiques de lixiviat après traitement à différents pH et à une concentration de 5 g/l en adsorbant**

Paramètres	Unités	Avant traitement	Après traitement			
			pH	3	5	7
Couleur	-	-	Marron jaunâtre	-	-	-
Odeur	-	-	Faible Odeur	-	-	-
Conductivité	ms /cm	26,4	21 ,1	20 ,7	24 ,9	23,1
Turbidité	NTU	96	410	444	119	95,6
M E S	mg/l	898,4	640	90	335	325
DCO	mg/l	7380	4320	3570	6420	7060
DBO <sub>5</sub>	mg/l	2173	28,2	56,5	282	1750
Chlorures	mg/l	-	-	-	-	4676,78
Calcium	mg/l	176,352	1106,21	430,192	200 ,4	184,368
Magnésium	mg/l	156, 376	116,736	63,232	38,912	29,184
Nitrates	mg/l	5200	30	20	172	300
Nitrites	mg/l	2640	30	130	1300	1700
Sulfates	mg/l	400	350	250	375	400
Sodium	mg/l	2063 ,5	1580,6	1687,75	967,75	1207,8
Potassium	mg/l	1689,48	1426,26	1047,42	1335,24	1586,16

**Tableau12: Analyses des métaux lourds par absorption atomique**

[HA] = 5 g/l							
ML mg/l pH	Fe	Pb	Cd	Cu	Zn	Cr	Ni
8,5	Avant traitement						
	8,73	0,44	0,0078	0,25	1,25	1,05	0,8032
3	Après traitement						
	7,63	0,22	0	0,18	0,89	1,05	0,7087
5	7,11	0, 13	0	0,16	0,48	0,78	0,4857
7	1,84	0, 03	0	0,14	0,34	0,50	0,5970
8,15	5,47	0	0	0,15	0,39	0,71	0,6856

Compte tenu de valeurs obtenues dans le cadre du traitement par adsorption nous pouvons constater qu'il y a lieu, car il a montré ses limites dans l'élimination de la charge polluante.

### III.2.2. Présentation des valeurs expérimentales des taux d'élimination par l'hydroxyapatite HA.

L'évaluation de l'efficacité d'adsorption est réalisée par la détermination de la capacité d'adsorption du matériau adsorbant, notée  $q_e$  et exprimée en mg de métal/g d'adsorbant ; ou encore par la détermination du taux d'élimination du métal, noté E et exprimé en pourcentage.

$q_e$  est défini par la formule suivante :

$$q_e = \left( \frac{C_0 - C_e}{m} \right) V \quad (\text{éq 8})$$

Pour le taux d'élimination, il est défini par :

$$E = \left( \frac{C_0 - C_e}{C_0} \right) 100 \quad (\text{éq 9})$$

Avec :

$C_0$  : Concentration initiale avant le traitement (mg/l).

$C_e$  : Concentration résiduelle relevée à l'équilibre après le traitement (mg/l).

$m$  : masse d'adsorbant introduite en solution (g).

$V$  : volume de lixiviat à traiter(l).

Pour mieux interpréter l'efficacité d'adsorption des différents paramètres sur le support à différentes concentrations et à différents pH, il convient de prédire les valeurs des capacités d'adsorption à l'équilibre qui sont exprimées en termes de taux d'élimination (E en %) et qui sont citées et illustrées dans les tableaux et les figures ci-après.

**Tableau 13** : Représente-le taux d'élimination en fonction du pH à une concentration de 3g/l en adsorbant.

<b>[HA] = 3 g/l</b>				
paramètres \ pH	3	5	7	8,15
	<b>Taux d'élimination E (%)</b>			
Conductivité	21,21	24,24	4,54	12,5
Turbidité				
MES	84,86	94,76	83,97	84,41
DCO	38,6	40,78	21,41	9,48
DBO <sub>5</sub>	–	–	89,59	38,38
Nitrates	99,42	99,73	92,34	90,96
Nitrites	99,24	97,73	50,75	1,5
Chlorures	–	–	–	4,28
Sodium	28,5	46,12	30,37	19,99
Potassium	26,79	37,70	17,90	0
Magnésium	59,56	75,51	84,45	100
Sulfates	12,5	37,5	6,25	0

**Tableau 14** : Représente-le taux d'élimination des métaux lourds en fonction du pH à une concentration de 3g/l en adsorbant.

<b>[HA] = 3 g/l</b>							
ML \ pH	Fe	Pb	Cd	Cu	Zn	Cr	Ni
<b>Taux d'élimination E (%)</b>							
3	5,6	22,72	100	12	4	25,71	20,84
5	22,45	29,54	100	28	25,6	28,57	29,83
7	41,69	68,18	100	36	36	51,42	28,73
8,15	35,85	97,72	100	32	35,2	33,33	19,34

**Tableau 15** : Représente-le taux d'élimination en fonction du pH à une concentration de 4g/l en adsorbant.

<b>[HA] = 4 g/l</b>				
<b>pH</b>	3	5	7	8,15
	<b>Taux d'élimination E (%)</b>			
<b>paramètres</b>				
Conductivité	18,93	20,07	6,44	12,87
Turbidité				
M E S	47,90	0,38	84,42	67,16
DCO	51,35	56,64	21,27	14,77
DBO <sub>5</sub>	100	97,39	83,11	35,06
Nitrates	98,92	99,80	93,23	89,03
Nitrites	98,48	96,96	50,75	12,87
Chlorures	–	–	–	8,8
Sodium	27,12	24,02	24,02	0
Potassium	27,51	37,71	21,25	17,76
Magnésium	25,34	47,12	75,11	100
Sulfates	12,5	37,5	6,25	0

**Tableau 16** : Représente-le taux d'élimination des métaux lourds en fonction du pH à une concentration de 4g/l en adsorbant.

<b>[HA] =4 g/l</b>							
<b>M L</b>	Fe	Pb	Cd	Cu	Zn	Cr	Ni
<b>pH</b>	<b>Taux d'élimination E (%)</b>						
<b>3</b>	8,24	0	100	0	14,4	0	0
<b>5</b>	19,70	09,09	100	24	61,6	10,47	22,01
<b>7</b>	53,78	43,18	100	32	73,6	61,90	17,70
<b>8,15</b>	37,34	93,18	100	28	72	12,38	15,71

**Tableau 17 :** Représente-le taux d'élimination en fonction du pH à une concentration de 5g/l en adsorbant.

<b>[HA] =5 g/l</b>				
<b>pH</b>	<b>3</b>	<b>5</b>	<b>7</b>	<b>8,15</b>
	<b>Taux d'élimination E (%)</b>			
<b>Paramètres</b>				
Conductivité	23,86	21,59	5,68	12,5
Turbidité				
M E S	28,76	89,98	62,71	63,82
DCO	41,46	51,62	13,01	4,33
DBO <sub>5</sub>	98,70	97,39	87,02	19,46
Nitrates	99,42	99,61	96,69	94,23
Nitrites	98,86	95,07	50,75	35,6
Chlorures	–	–	–	2,53
Sodium	23,40	18,21	53,10	41,46
Potassium	15,57	38,00	20,96	6,11
Magnésium	25,34	59,56	75,11	81,33
Sulfates	12,5	37,5	6,25	0

**Tableau 18 :** Représente-le taux d'élimination des métaux lourds en fonction du pH à une concentration de 5g/l en adsorbant.

<b>[HA] =5 g/l</b>							
<b>M L</b>	<b>Fe</b>	<b>Pb</b>	<b>Cd</b>	<b>Cu</b>	<b>Zn</b>	<b>Cr</b>	<b>Ni</b>
<b>pH</b>	<b>Taux d'élimination E (%)</b>						
<b>3</b>	12,60	50	100	28	28,8	0	11,76
<b>5</b>	18,55	70,45	100	36	61,6	25,71	39,52
<b>7</b>	78,92	73,18	100	44	72,8	52,38	25,67
<b>8,15</b>	37,34	100	100	40	68,8	32,38	14,64

## Discussions et Conclusions

D'après les résultats obtenus on peut conclure que l'efficacité du traitement se différencie d'un paramètre à l'autre, les valeurs optimales de taux d'élimination de différentes charges polluantes sont :

- ✓ pour la matière organique (DCO, DBO<sub>5</sub>) et la MES sont respectivement **56,64%** ; **98,70%** ; **94,76%**. Il en ressort que le traitement par adsorption a donné de meilleur résultat dans le cas de la DBO<sub>5</sub> que pour la DCO « rendement d'efficacité **98,70%** », ce qui prouve cette tendance montre la forte présence en matières oxydables biologiquement comparativement aux matières oxydables chimiquement.
- ✓ pour la matière minérale (Na<sup>+</sup> K<sup>+</sup> Cl<sup>-</sup>) sont respectivement **53,10%** ; **38%** ; **8,8%**
- ✓ pour la matière azotée et les sulfates (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>) sont respectivement **99,80%** ; **99,24%**; **37,5%**.
- ✓ pour les métaux lourds (Fe, Cr, Ni) sont respectivement **78,92%** ; **61,90%** ; **39,52%**.

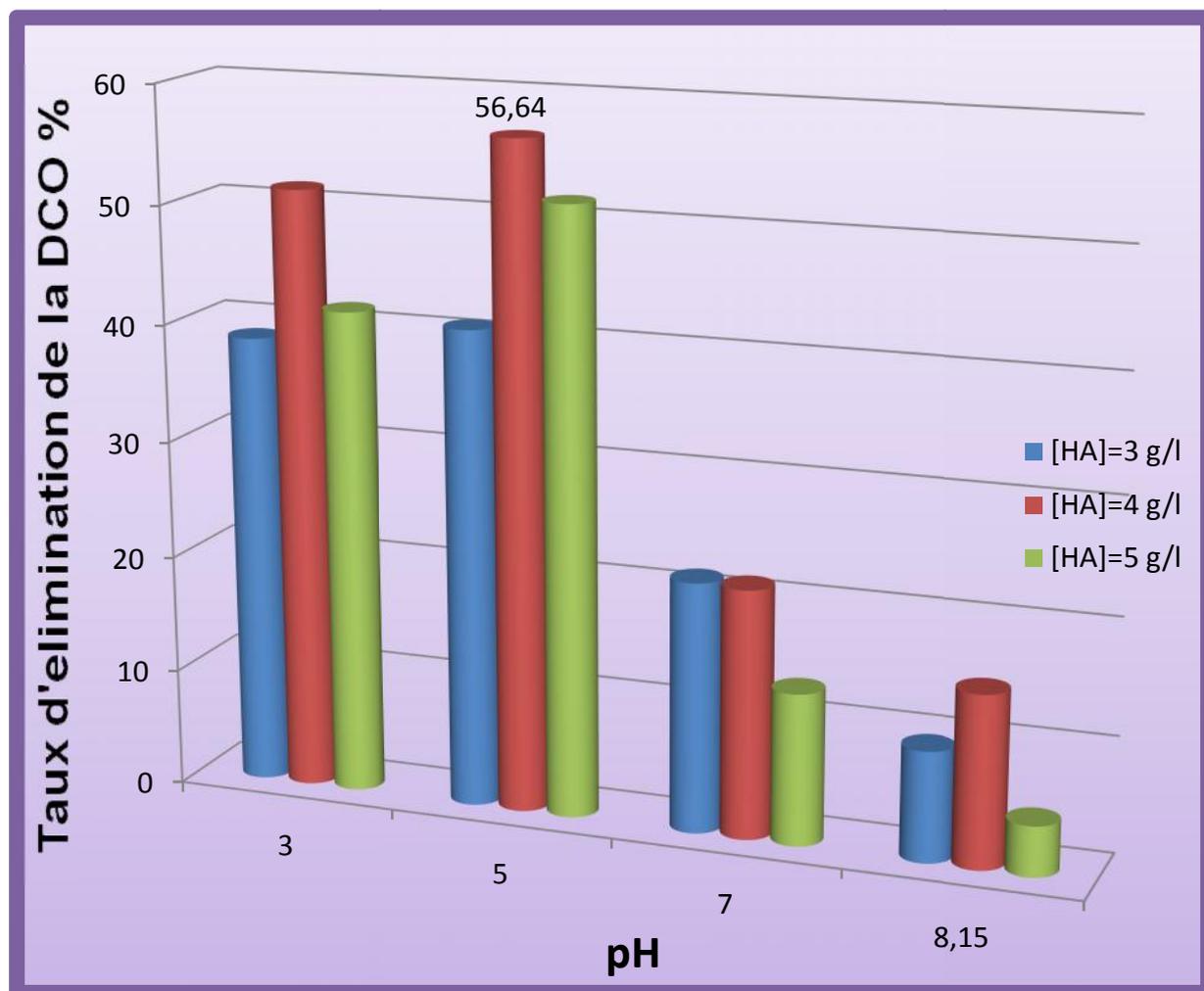
L'efficacité d'un traitement de dépollution par adsorption sur l'hydroxyapatite dépend de nombreux facteurs, en particulier, la température du milieu, la durée de traitement, la conductivité du milieu, notamment le pH du milieu et la concentration en adsorbant(HA).

Pour bien voir l'efficacité d'un traitement de dépollution par adsorption de différentes charges et l'influence de pH et de la concentration sur le traitement des lixiviats après une durée de 2 h, nous avons représenté pour chaque cas en histogrammes de la figure (16, 17,18 et 19) les taux d'éliminations.

### III. 2.3. Influence du pH et de la concentration sur le traitement des lixiviats après une durée de 2 h

Les figures suivantes illustrent l'influence du pH et de la concentration en adsorbant sur le traitement de lixiviat par le procédé d'adsorption.

### A. Influence du pH et de la concentration sur l'abattement de la matière organique(DCO).



**Figure 16:** Effet du pH et de la concentration sur l'abattement de la DCO

### Discussions et Conclusions :

Le taux maximum d'adsorption de la DCO a été obtenu à pH 5 pour chacune des trois concentrations en adsorbant et ce taux est le plus élevé dans le cas de la concentration égale à 4g/l.

La Figure 16 indique que le taux d'adsorption de la DCO du lixiviat par l'hydroxyapatite croît avec l'augmentation de la quantité d'adsorbant jusqu'à atteindre un palier de saturation : c'est la concentration optimale qui marque l'équilibre d'adsorption. En effet, cette concentration est de **4 g/l** avec un taux d'élimination de **56,64 %**.

Quant aux deux autres concentrations **3g/l** et **5g /l**, les valeurs optimales des pourcentages d'élimination sont respectivement **40,78%** et **51,62 %**. Il en ressort que l'abattement de la DCO initiale le plus significatif est obtenu à pH **5**, avec une concentration égale à **4 g/l**.

### B. Influence du pH et de la concentration sur l'abattement de la matière minérale ( $Mg^{++}$ ).

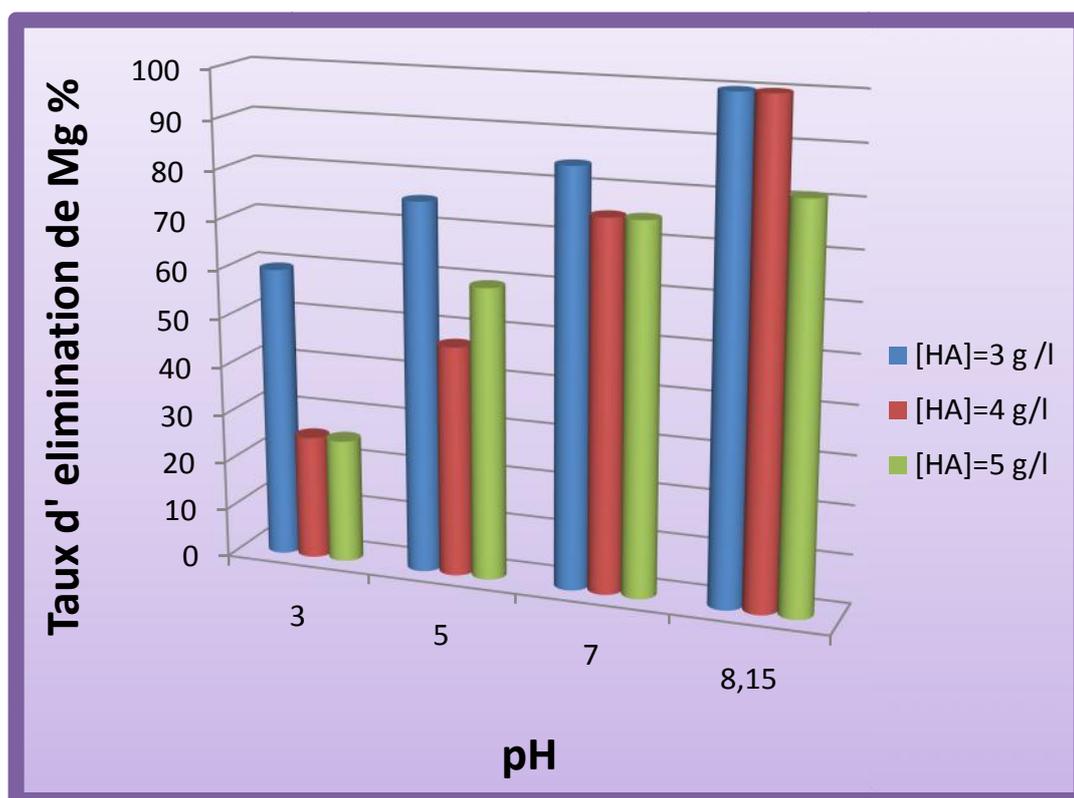
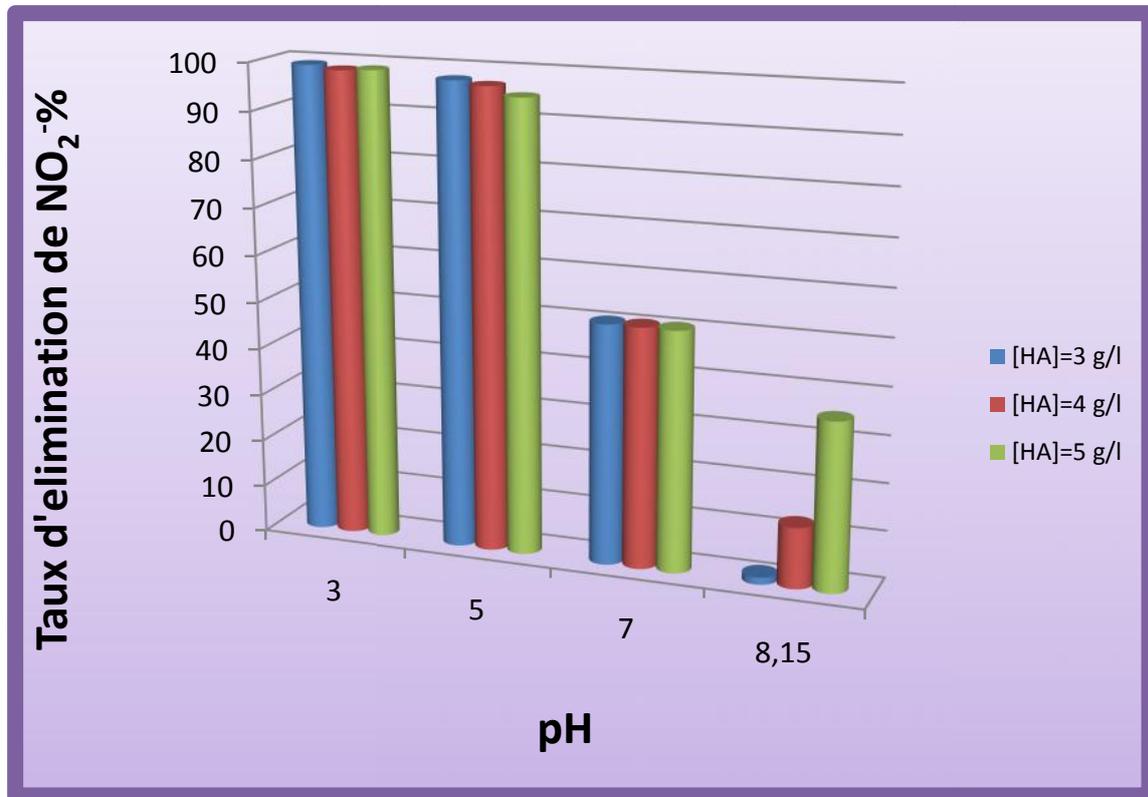


Figure 17: Effet du pH et de la concentration sur l'abattement de  $Mg^{++}$ .

### Discussions et Conclusions :

Les résultats obtenus ci-dessus montrent l'efficacité de l'hydroxyapatite dans l'élimination de la charge minérale, le taux d'abattement de  $Mg^{++}$  est important, il croît avec l'augmentation de pH, il atteint sa valeur optimale à  $pH=8,15$ .

**C. Influence du pH et de la concentration sur l'abatement de la matière azotée ( $\text{NO}_2^-$ ).****Figure 18: Effet du pH et de la concentration sur l'abatement de ( $\text{NO}_2^-$ ).****Discussions et Conclusions :**

D'après l'histogramme illustré dans la figure 18, on peut conclure que le meilleur rendement d'élimination de  $\text{NO}_2^-$  qui dépasse 95% a été obtenu à des pH acides (3 et 5), il diminue progressivement en augmentant le pH jusqu'à atteindre une valeur minimale de l'ordre 1,5% à pH=8,15.

Élimination de la charge azotée sur l'hydroxyapatite est due en grande partie à l'échange d'ion qui se fait entre les espèces anionique et le  $\text{PO}_4^{2-}$  de l'HA.

#### D. Influence du pH et de la concentration sur l'abattement de la matière métallique (Fe).

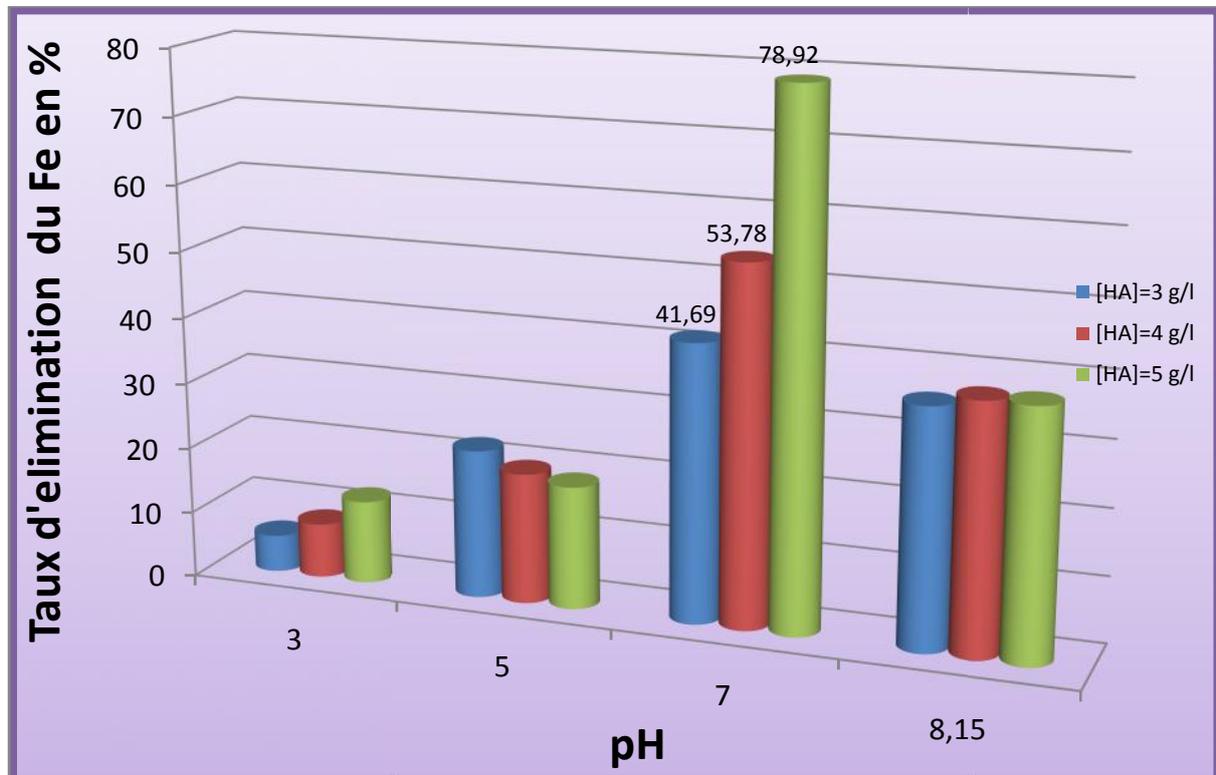


Figure 19: Effet du pH et de la concentration sur l'abattement du Fer (Fe).

#### Discussions et Conclusions :

D'après la figure 19, Nous remarquons que le taux d'élimination augmente d'autant plus que le pH augmente. Ce comportement est reproduit par les autres métaux. Ainsi, à pH acide égale à 3, le taux d'élimination est trop faible varie de (5,6% à 12,6%) pour le Fe, il augmente avec l'élévation du pH jusqu'à atteindre des valeurs optimales d'environ 80 % à pH 7.

L'adsorption des ions métalliques est un phénomène qui est fortement influencé par le pH. Ceci est dû à l'implication de mécanismes d'adsorption, tels que l'échange d'ions, la complexation, ou encore la rétention par des forces électrostatiques (Corami et al., 2007) .[15]

Le taux d'élimination des métaux par l'hydroxyapatite augmente avec la quantité d'adsorbant mise en solution, le taux maximum a été obtenu à la concentration de 5 g/l, ainsi,

à cette concentration optimale s'associe une élimination de **78,92%** pour le Fe. En ce qui concerne le **Cr** le taux maximum est de (**61,90%**) a été obtenu à la concentration de **4 g/l**.

À la différence du taux d'élimination, la capacité d'adsorption sur hydroxyapatite diminue progressivement en augmentant la quantité d'adsorbant mise en contact avec les métaux. Ceci est dû à la saturation de l'adsorbant à faible rapport solide/liquide (Zheng et al., 2007). [15]

Ces résultats démontrent bien que le pH basique et la concentration sont les facteurs qui contribuent le plus à optimiser le processus d'adsorption.

En effet, à des pH très acides les cations bivalents tendent à s'échanger contre les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{H}^+$  du réseau apatitique ; or, ils sont en compétition avec les ions  $\text{H}^+$  présents en grande concentration dans la solution. Les ions  $\text{H}^+$ , de part leur faible taille et donc leur mobilité, se trouvent privilégié à occuper d'avantage de sites sur la surface de l'adsorbant.

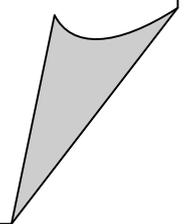
À des pH quasiment neutre et alcalins, l'histogramme de la figure19, montrent une élimination des cations métalliques, qui avoisine 100%, ceci est dû beaucoup plus à la précipitation des ions sous formes d'hydroxydes ou d'oxydes métalliques qui surviennent aux pH alcalins (Dimovic et al, 2009)[15]. Cependant, aux pH légèrement acides 5, l'élimination est due en grande partie à l'adsorption proprement dite par échange d'ions qui se fait entre les espèces cationiques et le  $\text{Ca}^{2+}$  de l'hydroxyapatite.

## **En conclusion**

Les rendements d'abattement de la charge polluante de lixiviat par procédé d'adsorption sur l'hydroxyapatite lors de cette étude sont très intéressants et satisfaisants.

L'exploitation de ces résultats montre bien que cette technique favorise la dépollution du lixiviat, ce qui prouve sa fiabilité et sa grande efficacité.

# Conclusion générale



## Conclusion Générale

Dans le but de porter une contribution à la protection de l'environnement en général et au traitement des eaux en particulier que nous avons orienté ce travail vers le traitement des lixiviats de la décharge d'Ouled Fayet chargées en matière organique, minérale et en métaux lourds par le biais d'adsorption sur un support minéral (l'hydroxyapatite) que nous avons synthétisé par voie chimique .

La première partie de notre travail consiste à la synthèse d'hydroxyapatite à partir de carbonate de calcium et l'acide phosphorique.

La procédure de synthèse de l' HA à partir de carbonate de calcium a conduit à un produit pur .L'avantage de cette méthode de synthèse est l'absence de nitrates qui donnent lieu à l'émission d'oxyde d'azote pendant la calcination. La formation de CaO, en présence d'excès de carbonate de calcium, est facilement éliminable par lavage à l'eau distillée et empêche la formation du phosphate tricalcique. Aussi, comme les produits utilisés ( $\text{CaCO}_3$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) sont disponibles et peu onéreux, l'HA qui en résulte est économique et propice aux traitements environnementaux.

La seconde partie a porté sur la caractérisation des lixiviats du site d'Ouled Fayet (ouest d'Alger), Les résultats des analyses physico-chimiques des lixiviats nous ont permis de tirer les conclusions suivantes :

- Un pH basique de l'ordre de 8,5.
- Une forte charge organique avec une DCO de valeur moyenne de 7380 mg  $\text{O}_2/\text{l}$ .
- Une biodégradabilité de l'ordre  $\text{DBO}_5/\text{DCO} = 0,29$ .
- Une forte charge minérale et une pollution azotée importante.
- Les métaux lourds dosés ont montré une pollution métallique des lixiviats de la décharge.

Cela nous a permis de conclure qu'il s'agit d'un lixiviat intermédiaire de leur décomposition, et toutes les valeurs des paramètres de pollution analysés dépassent les normes de rejets dans un milieu récepteur.

Ce lixiviat à forte charge polluante risque de contaminer la nappe phréatique qui circule à des faibles profondeurs (environ 20 m), sous un sol moyennement perméable d'où

la nécessité de traiter et diminuer au maximum tous les polluants, ce qui pourrait être obtenu que par une combinaison de plusieurs traitements.

Une chose est sûre, ces eaux doivent être prise en charge, notre modeste travail constitue une contribution à un projet qui pourrait avoir pour finalité la meilleure gestion qui soit des lixiviats du CET d'ouled Fayet.

Enfin la dernière partie de ce travail est l'utilisation de l'hydroxyapatite synthétisée dans le traitement de lixiviat analysé afin d'éliminer et de réduire la charge polluante.

Le mécanisme d'adsorption sur hydroxyapatite est un échange d'ion, avec comme cations échangeable  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{H}^+$  de la structure apatitique.

L'étude de l'adsorption de la matière organique, minérale, azoté et métallique de lixiviat sur hydroxyapatite a montré l'efficacité de ce dernier à éliminer les différentes charges polluantes.

Les résultats obtenus montrent que les taux d'élimination sont assez encourageants, avec comme détail, les points suivants :

- Pour la charge organique le traitement par HA a donné un très bon rendement supérieur à 98% pour la  $\text{DBO}_5$  et 56,64% pour la DCO.
- En ce qui concerne la charge minérale et métallique les taux d'éliminations sont de l'ordre de 53,10%, 38% et de 84, 45% pour  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  et  $\text{Mg}^{++}$  respectivement et de l'ordre de 78,92%, 61,90% et 39,52% pour Fe, Cr et le Ni respectivement.

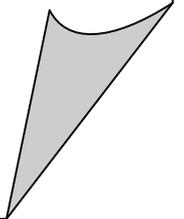
On peut dire que les résultats de notre étude peuvent être qualifiés de très importants, encourageants, et originaux, notamment qu'ils mettent un accent sur la valorisation des déchets pour la préservation de l'environnement.

L'étude de notre travail a montré que l'effet du pH et celui de la concentration en adsorbant joue un rôle important dans l'abattement des différentes charges polluantes sur l'hydroxyapatite.

Nous nous constatons que la technique d'adsorption employée pour le traitement de lixiviat sur l'HA est efficace, elle est susceptible d'être employée dans le traitement des lixiviats des autres décharges en particulier et dans le traitement des rejets industriels en général.

Pour conclure, quelque soit la politique de gestion des déchets de notre pays, l'amélioration de notre cadre de vie et la préservation de notre environnement commence dans nos foyers.

# Références Bibliographiques



[1] Mme. Fadila Mezouari. Sandjakdine : Conception et exploitation des centres de stockage des déchets en Algérie et limitation des impacts environnementaux (Thèse de doctorat 17 Mars 2011).

[2] NUCLEOS France : Traitement in situ des lixiviats de décharges par évaporation naturelle accélérée ; Reconnu par l'Agence de l'Eau depuis 1993, Oscar du produit innovant 1996, Partenaire de l'Institut Français du Pétrole depuis 1998, Brevet Nucleos – I.F.P 1999 et Partenaire Novelect Novembre 2000.

[3] Aina M : Expertises des centres d'enfouissement des déchets urbains dans les PED : contributions à l'élaboration d'un guide méthodologique et à sa validation sur sites. Thèse de doctorat – Université de Limoges(2006).

[4] livre : Dunod; L'Analyse de l'eau : Eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer (Relié) ; 8e édition (15 septembre 2005) Collection : Technique et ingénierie, Langue : Français (mémoire de fin d'étude 2010).

[5] : Rahem Sekoura et Saib Fatiha : caractérisation des lixiviats de la décharge d'Ouled Fayet et essai de traitement par fenton oxydation (mémoire de fin d'étude 2008).

[6] <http://www2.ulg.ac.be/cwbi/projets/atlas/principes/incidence.htm>

[7] Medkour Yacine : Caractérisation et Traitement des Lixiviats du Centre d'Enfouissement Technique d'Ouled Fayet (Mémoire de Magister en Génie de l'Environnement 2012).

[8] : Caroline London technique d'ingénieur. G.2020.

[9] : Rida : Caractérisation et traitement des lixiviats de CET d'ouled Fayet et essai de Traitement par la chaux (Projet de fin d'étude USTHB 2007).

[10] : Expertise de C.E.T de Ouled Fayet Wilaya d'Alger (direction d'environnement) EPAU 2007 NetCom (mémoire de fin d'étude 2010).

[11] : direction d'environnement de la Wilaya d'Alger : 2007, (schéma directeur de collecte et traitement des déchets solides des 57 communes de la Wilaya d'Alger).

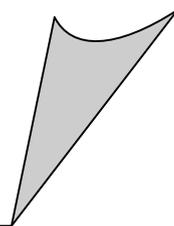
[12] : Contribution à l'étude des rejets liquides industriels pharmaceutiques et essai de traitement des rejets du linge suppositoire (projet de fin d'étude boumerdés 2005)

[13] : Biodjlida fella et cherfi Mehdi : contribution au traitement des lixiviats du centre d'enfouissement Technique d'Ouled Fayet (mémoire de fin d'étude).

[14] : technique d'ingénieur oxygène de l'eau.

[15] : Kadouche Slimane : Utilisation des biomatériaux dans le traitement des eaux (Thèse de doctorat 2013).

# Annexes



# ANNEXE I

## Valeurs limites des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels

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

N°	PARAMETRES	UNITE	VALEURS LIMITES	TOLERANCES AUX VALEURS LIMITES ANCIENNES INSTALLATIONS
1	Température	°C	30	30
2	PH	-	6,5 - 8,5	6,5 - 8,5
3	MES	mg/l	35	40
4	Azote Kjeldahl	"	30	40
5	Phosphore total	"	10	15
6	DCO	"	120	130
7	DBO5	"	35	40
8	Aluminium	"	3	5
9	Substances toxiques bioaccumulables	"	0,005	0,01
10	Cyanures	"	0,1	0,15
11	Fluor et composés	"	15	20
12	Indice de phénols	"	0,3	0,5
13	Hydrocarbures totaux	"	10	15
14	Huiles et graisses	"	20	30
15	Cadmium	"	0,2	0,25
16	Cuivre total	"	0,5	1
17	Mercure total	"	0,01	0,05
18	Plomb total	"	0,5	0,75
19	Chrome Total	"	0,5	0,75
20	Etain total	"	2	2,5
21	Manganèse	"	1	1,5
22	Nickel total	"	0,5	0,75
23	Zinc total	"	3	5
24	Fer	"	3	5
25	Composés organiques chlorés	"	5	7

**PH** : Potentiel d'hydrogène

**DBO<sub>5</sub>** : Demande biologique en oxygène pour une période de cinq (5) jours

**DCO** : Demande chimique en oxygène

**MES** : Matière en suspension

# ANNEXE II

## DOSAGE DES DIFFERENTES PARAMETRES

### I. DOSAGE DU CALCIUM PAR COMPLEXOMETRIE (MO-TRH-P03) (Référence normative de l'essai- ISO 6058-1984 (E))

#### Équipements et matériaux requis :

- Dosimètre (Précision : 0.01ml)
- Agitateur.
- Balance analytique (Précision : 0.01g)
- Pipette de 1 ml et 20 ou 25 ml.
- Poire
- Eau distillée.
- Bêchers de 50 ml préalablement lavés à l'eau distillée et séchés à l'étuve à 105 °C.
- Solution de KOH ou NaOH à 20% préparée par dissolution de 200 g de NaOH ou KOH dans l'eau distillée et diluer à 1000 ml.
- Solution d'EDTA à 0.01 N : Préparée par dissolution de 3.722g d'EDTA dans l'eau distillée et diluer à 1000 ml.
- Indicateur coloré le murexide: Mélanger et bien broyer dans un mortier en porcelaine 0.4 g de murexide plus 100 g de KCl.
- TEA : Solution de triéthanolamine préparée en diluant un volume de TEA dans deux volumes d'eau distillée.

#### Méthode d'essai:

- Prélever 20 ou 25 ml d'eau à analyser et les introduire dans un bêcher.
- Ajouter dans le bêcher 5 ml de solution de KOH ou NaOH et cinq (05) gouttes de triéthanolamine pour masquer l'effet du fer.
- Introduire une pincée de murexide.
- Mettre sous agitation et titrer avec la solution d'EDTA jusqu'au virage de la coloration du rose au violet.
- Noter le volume V1, affiché sur le dosimètre

NB : Si l'eau à analyser est chargée en sels, procéder à une dilution

#### Expression des résultats

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

$$[\text{Ca}^{2+}] \text{ en mg/l} = \frac{V1 \cdot 40,08 \cdot 10^3 \cdot N \cdot D}{PE}$$

PE

V1 : Volume d'EDTA versé en ml  
N : Normalité de la solution d'EDTA  
D : Dilution

PE : Prise d'essai de l'eau à analyser en ml

$40,08.10^3$  : Masse atomique du calcium en milligramme

- On réalise deux ou trois essais pour le même échantillon et on prend la moyenne des ces valeurs.

## II. DOSAGE DU MAGNESIUM PAR COMPLEXOMETRIE (MO-TRH-P03)

*(Référence normative de l'essai- ISO 6059-1984 (E)).*

### 1-Équipements et matériaux requis :

- Dosimètre (Précision : 0.01ml)
- Agitateur
- Pipette de 20 à 25 ml
- Bêchers de 50 ml préalablement lavés à l'eau distillée et séchés dans l'étuve à 105 °C
- Balance analytique (Précision : 0.001g)
- Solution Tampon à pH 10 : Préparée par dissolution de 67.5 g de chlorure d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) dans 570 ml de solution ammoniacale ( $\text{NH}_3$ ). Ce mélange est agité jusqu'à homogénéisation puis ajusté à un litre avec de l'eau distillée. Lorsque la solution est prête, il est procédé à la vérification de son pH.
- Solution EDTA : Solution d'EDTA à 0.01 N : Préparée par dissolution de 3.722g d'EDTA dans l'eau distillée et diluer à 1000 ml.
- Indicateur coloré Noir Eriochrome T
- TEA : Solution de triéthanolamine préparée en diluant un volume de TEA dans deux volumes d'eau distillée.

### 2- Méthode d'essai:

- Prélever 20 ou 25 ml d'eau à analyser et les introduire dans un bêcher.
- Ajouter cinq (05) gouttes de triéthanolamine pour masquer l'effet du fer.
- Verser dans le bêcher 5 ml de la solution Tampon
- Introduire une pincée de l'indicateur coloré Noir Eriochrome T
- Mettre sous agitation et titrer avec la solution d'EDTA jusqu'au virage de la couleur rouge brunâtre au bleu
- Noter le volume  $V_2$  de l'EDTA versé, affiché sur le dosimètre.

NB : Si l'eau à analyser est chargée en sels, procéder à une dilution

### Expression des résultats

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

$$[\text{Mg}^{2+}] \text{ en mg/l} = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 24.32 \cdot 10^3 \cdot N \cdot D}{PE}$$

V2: Volume d'EDTA en ml nécessaire au titrage de la somme Ca+Mg

V1 : Volume d'EDTA en ml nécessaire au titrage du calcium Ca

N : Normalité de la solution d'EDTA

PE : Prise d'essai de l'eau à analyser en ml

D : Dilution

$24.32.10^3$  : Masse atomique du magnésium en milligramme

- On réalise trois essais pour le même échantillon et on prend la moyenne des trois valeurs obtenues.

### III. DOSAGE DES NITRITES PAR COLORIMETRIE

REFERENCE : Méthode HACH

#### 1. Objet et domaine d'application

Ce document décrit deux méthodes pour la détermination des nitrites pour de faibles teneurs comprises entre [0 et 0,3 mg/l N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>] et de fortes teneurs comprises entre [0 et 15 mg/l N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>] pour les eaux douces, eaux résiduaires et eaux de mer.

#### 2. Principe

- Pour les faibles teneurs, le principe consiste en la réaction des nitrites présents dans l'échantillon avec l'acide sulfanilique, pour former un sel de diazonium qui réagit avec l'acide chromotrope pour produire un complexe coloré rose dont la coloration est proportionnelle à la quantité de nitrites présents.
- Pour les fortes concentrations, la méthode utilise le sulfate ferreux en milieu acide pour réduire les nitrites en oxyde nitreux. L'ion ferreux se combine avec l'oxyde nitreux pour former un complexe brun-verdâtre dont la coloration est proportionnelle aux nitrites présents.

#### 3. Réactifs

\*Gélules de Nitri Ver 3

\*Gélules de Nitri Ver 2

#### 4. Appareillages

\*Cellule en verre de 25ml de capacité.

\*Spectrophotomètre de type DR 2010.

#### 5. Mode opératoire

**Gamme [0 à 0,3 mg/l]**

- Mettre en marche le DR 2000 en appuyant sur la touche POWER.
- Introduire le numéro de programme mémorisé pour les nitrites faibles concentrations. Presser : **371 READ/ENTER**, l'affichage indique : **REGLER nm à507**, tourner le

bouton de réglage des longueurs d'ondes jusqu'à ce que l'affiche indique : **mg/l N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>**.

- Prendre deux cellules en verres et remplir chacune d'elle de 25ml d'eau à analyser. Ajouter le contenu d'une gélule de Nitri Ver 3 à l'un des flacons. il constituera l'échantillon préparé, le boucher et agiter pour dissoudre.
- Presser alors **SHIFT TIMER**, une période de réaction de 20minutes commence.
- Lorsque le minuteur sonne, l'affichage indique : **mg/l N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>**. Introduire le flacon servant de blanc dans le puits de mesure et presser : **ZERO**, l'affichage indique : **ATTENDRE** puis : **0,000 mg/l N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>**.
- Placer la cellule contenant le réactif dans le puits de mesure après avoir retiré le bouchon, fermer le capot.
- Presser : **READ/ENTER** ; l'affichage indique **ATTENDRE** puis le résultat en mg/l d'azote s'affiche.

### Gamme [0 à 150mg/l]

- Mettre en marche le DR 2000 en appuyant sur la touche POWER.
- Introduire le numéro de programme mémorisé pour les nitrites fortes concentrations. Presser : **373 READ/ENTER**, l'affichage indique : **REGLER nm à500**, tourner le bouton de réglage des longueurs d'ondes jusqu'à ce que l'affiche indique : **mg/l N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>**.
- Prendre deux cellules en verres et remplir chacune d'elle de 25ml d'eau à analyser. Ajouter le contenu d'une gélule de Nitri Ver 2 à l'un des flacons. il constituera l'échantillon préparé, le boucher et agiter pour dissoudre, le second servira de blanc.
- Presser alors **SHIFT TIMER**, une période de réaction de dix minutes commence.
- Placer l'échantillon exempt de réactif dans le puits de mesure. Lorsque le minuteur sonne, l'affichage indique : **mg/l N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>**. Introduire le flacon servant de blanc dans le puits de mesure et presser : **ZERO**, l'affichage indique : **ATTENDRE** puis : **0,000 mg/l N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>**.
- Placer la cellule contenant le réactif dans le puits de mesure après avoir retiré le bouchon, fermer le capot.
- Presser : **READ/ENTER** ; l'affichage indique **ATTENDRE** puis le résultat en mg/l d'azote s'affiche.

## IV. DOSAGE DES NITRATES PAR COLORIMETRIE

### REFERENCE : Méthode HACH

### 1. Objet et domaine d'application

Ce document décrit deux méthodes pour la détermination des nitrates pour la détermination des nitrates pour les gammes moyennes comprises [0 et 4,5 mg/l N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>] et de fortes teneurs comprises entre [0 et 30 mg/l N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>] pour les eaux douces, eaux usées et eaux de mer.

## 2. Principe

Le cadmium métallique contenu dans les gélules de réactifs réduit les nitrites. Les nitrites réagissent en milieu acide avec l'acide sulfanilique pour former un sel de diazonium. Ce sel réagit avec l'acide gentisique pour former un complexe coloré ambre. L'intensité de la coloration est proportionnelle à la concentration en nitrates.

## 3. Réactifs

\*Gélules de Nitra Ver 5

## 4. Appareillages

\*Cellule en verre de 25ml de capacité.

\*Spectrophotomètre de type DR 2010.

## 5. Mode opératoire

### Gamme [0 à 4,5mg/l]

- Mettre en marche le DR 2000 en appuyant sur la touche POWER.
- Introduire le numéro de programme mémorisé pour les nitrates concentrations moyennes. Presser : **353 READ/ENTER**, l'affichage indique : **REGLER nm à400**, tourner le bouton de réglage des longueurs d'ondes jusqu'à ce que l'affiche indique : **mg/l N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>**.
- Prendre deux cellules en verres et remplir chacune d'elle de 25ml d'eau à analyser. Ajouter le contenu d'une gélule de Nitra Ver 5 à l'un des flacons.
- Presser alors **SHIFT TIMER**, une période de réaction de 20minutes commence.
- Lorsque le minuteur sonne, l'affichage indique : **mg/l N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>**. Introduire le flacon servant de blanc dans le puits de mesure et presser : **ZERO**, l'affichage indique : **ATTENDRE** puis : **0,000 mg/l N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>**.
- Placer la cellule contenant le réactif dans le puits de mesure après avoir retiré le bouchon, fermer le capot.
- Presser : **READ/ENTER** ; l'affichage indique **ATTENDRE** puis le résultat en mg/l d'azote s'affiche.

### Gamme [0 à 150mg/l]

- Mettre en marche le DR 2000 en appuyant sur la touche POWER.
- Introduire le numéro de programme mémorisé pour les nitrites forts concentrations. Presser : **373 READ/ENTER**, l'affichage indique : **REGLER nm à500**, tourner le bouton de réglage des longueurs d'ondes jusqu'à ce que l'affiche indique : **mg/l N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>**.
- Prendre deux cellules en verres et remplir chacune d'elle de 25ml d'eau à analyser. Ajouter le contenu d'une gélule de Nitri Ver 2 à l'un des flacons. il constituera l'échantillon préparé, le boucher et agiter pour dissoudre, le second servira de blanc.
- Presser alors **SHIFT TIMER**, une période de réaction de dix minutes commence.

- Placer l'échantillon exempt de réactif dans le puits de mesure. Lorsque le minuteur sonne, l'affichage indique : **mg/l N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>**. Introduire le flacon servant de blanc dans le puits de mesure et presser : **ZERO**, l'affichage indique : ATTENDRE puis : **0,000 mg/l N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>**.
- Placer la cellule contenant le réactif dans le puits de mesure après avoir retiré le bouchon, fermer le capot.
- Presser : **READ/ENTER** ; l'affichage indique **ATTENDRE** puis le résultat en mg/l d'azote s'affiche.

## V. DOSAGE DES SULFATES PAR TURBIDIMETRIE

REFERENCE : Méthode HACH

### 1. Objet et domaine d'application

Ce document décrit une méthode colorimétrique pour la détermination des sulfates dans les eaux douces, eaux de mer et eaux résiduaires, pour des teneurs comprises entre 0 et 70ml/l de SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.

### 2. Principe

Les ions sulfates présent dans l'eau réagissent avec le baryum contenu dans le réactif Sulfa Ver 4 et produisent une turbidité due aux sulfates de baryum insoluble. La quantité de turbidité formée est proportionnelle à la concentration en sulfate.

### 3. Réactifs

Réactif Sulfa Ver en gélules.

### 4. Appareillage

- Cellules en verre de 25ml de capacité.
- Spectrophotomètre U.V /visible de type DR 2010

### 5. Mode opératoire

- Mettre en marche le DR 2010 en appuyant sur la touche POWER.
- Introduire le numéro de programme mémorisé pour les sulfates (SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>). Presser : 680READER/ENTER, l'affichage indique : REGLER nm à 450, tourner le bouton de réglage des longueurs d'ondes jusqu'à ce que l'affichage indique : 450nm.
- Presser : READER/ENTER, l'affichage indique : mg/l SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>.
- Remplir une cellule de 25ml avec l'eau à analyser. Ajouter le contenu d'une gélule de réactif Sulfa Ver 4.
- Presser alors SHIFT TIMER, une période de réaction de 5minutes commence.

- Lorsque le minuteur sonne, l'affichage indique : mg/l  $\text{SO}_4^{2-}$ . Remplir un second flacon avec 25 ml, d'eau à analyser (le blanc) et le placer dans le puits de mesure puis fermer le capot.
- Presser : ZERO, l'affichage indique : ATTENDRE puis : 0.mg/l  $\text{SO}_4^{2-}$ .
- Placer l'échantillon préparé dans le puits de mesure après avoir retiré le bouchon, fermer le capot.
- Presser : READ/ENTER ; l'affichage indique ATTENDRE puis le résultat en mg/l de sulfate en mg/l de sulfate ( $\text{SO}_4^{2-}$ ).

## VI. DOSAGE DES CHLORURES PAR VOLUMETRIE

(MO-TRH-P06)

*(Référence normative de l'essai- NF T 90-014).*

### 1. Équipements et matériaux requis :

- Dosimètre (Précision : 0.01ml)
- Agitateur
- Balance analytique (Précision : 0.001g)
- Pipette de 20 à 25 ml
- Bêchers de 50 ml préalablement lavés à l'eau distillée et séchés dans l'étuve à 105 °C
- Solution titrée de nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$  à 0.1 N. Cette solution est obtenue par dissolution de 17 grammes de  $\text{AgNO}_3$  dans l'eau distillée et diluer à 1000 ml
- Indicateur coloré : La solution de chromate de potassium est préparée par dissolution de 100 g de  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  dans l'eau distillée et diluer à 1000 ml
- Balance analytique (Précision : 0.001g)

### 2. Méthode d'essai:

- Prélever 20 ou 25 ml d'eau à analyser et les introduire dans un bêcher.
- Ajouter cinq (05) gouttes d'indicateur coloré
- Mettre sous agitation et titrer avec la solution de  $\text{AgNO}_3$  jusqu'au début du virage au rouge brique.
- Noter le volume V1, affiché sur le dosimètre

NB : Si l'eau à analyser est chargée en sels, procéder à une dilution

### Expression des résultats

La teneur en ions chlorures est déduite de l'expression :

$$[\text{Cl}] \text{ en mg/l} = \frac{\text{V. N.D.} \cdot 10^3 \cdot 35,457}{\text{PE}}$$

PE

V : Volume d' $\text{AgNO}_3$  versé en ml

N : Normalité de la solution d' $\text{AgNO}_3$

D : La dilution

PE : Prise d'essai de l'eau à analyser en ml

$35.457 \cdot 10^3$  : Masse atomique du Chlore en milligramme

- On réalise trois essais pour le même échantillon et on prend la moyenne des trois valeurs les plus proches.

## VII. DETERMINATION DES MATIERES EN SUSPENSION DANS L'EAU

(MO-TRH-P10)

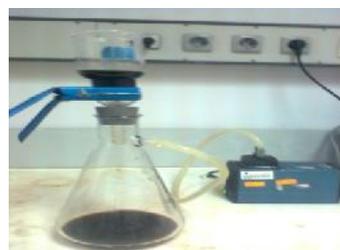
*(Référence normative de l'essai- NF T 90-105)*

### 1. Équipements et matériaux requis :

- Etuve réglée à 105°C
- Balance de précision (Précision : 0.00001g)
- Dessiccateur
- Dispositif de filtration sous vide
- Filtres millipores de 0.45µm
- Eprouvette de 100 ml préalablement lavée à l'eau distillée et séchée dans l'étuve à 105°C.
- Chloroforme : Si l'eau à analyser est huileuse, le filtre est lavé au chloroforme



**Dessiccateur**



**Dispositif de filtration sous vide**

### 2. Méthode d'essai:

- Laver le filtre à l'eau distillée, le sécher à 105°C pendant 20 mn, le refroidir dans un dessiccateur pour enfin le peser, noter son poids P1
- Mettre en marche le dispositif de filtration sous pression
- Bien agiter l'échantillon d'eau avant de verser une prise d'essai de 100 ml dans une éprouvette
- Verser le contenu de l'éprouvette sur le filtre puis la laver plusieurs fois pour récupérer la totalité des matières solides
- Si l'eau à analyser est huileuse, laver l'éprouvette et le filtre avec un solvant organique (chloroforme)
- Sécher le filtre à 105 ° C pendant 30 mn, le refroidir dans un dessiccateur pendant 20 mn puis le peser, noter son poids P2

## Expression des résultats

La quantité des matières en suspension MES exprimé en mg/l est déduit de l'expression :

$$\text{MES (mg/l)} = \frac{(P2-P1).10^3}{PE}$$

PE

P1 : Poids en mg du filtre vide

P2 : Poids en mg du filtre plein

PE : Prise d'essai de l'eau à analyser en ml

- On réalise deux essais pour le même échantillon :
  - . Si l'écart entre les deux valeurs est supérieur à 5%, on réalise un troisième essai et on prend la moyenne des deux valeurs les plus proches.
  - . Si l'écart entre les deux valeurs est inférieur à 5%, on prend la moyenne des valeurs obtenues.

## **VIII. DETERMINATION DE LA DEMANDE CHIMIQUE EN OXYGENE DCO**

**Méthode HACH** Adaptée de Jirka AM. Carter Mj Analytical Chemistry  
47(8)1397 (1975)

- non approuvé par USEPA l'agence pour la protection de l'environnement.

### **1. Objet et demande d'application**

Ce mode opératoire décrit une méthode de détermination de la demande chimique en oxygène par digestion, à 150° C réacteur, et lecture colorimétrique. Elle s'applique aux eaux de surface, souterraines et résiduaires.

### **2. Principe**

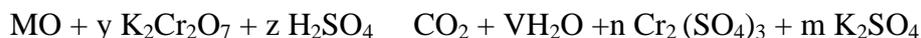
Le test de la DCO consiste en la mesure de l'oxygène équivalent à la quantité de matières organiques oxydables par le dichromate de potassium  $K_2Cr_2O_7$ . Dans une solution d'acide sulfurique à 50%. Un composé à base d'argent est ajouté comme catalyseur. Un composé mercurique est ajouté pour réduire les interférences dues à l'oxydation des ions chlorure par le dichromate.

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

Pour la gamme de DCO de 0 à 150 mg/l (à 420nm), la méthode consiste en la mesure de la concentration en chrome hexa valent restante qui est caractérisée par une coloration jaune.

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

Reaction



### 3. Réactifs :

- \*Tubes DCO (0 à 150mg/l) pour les faibles concentrations
- \* Tubes DCO (0 à 1500mg/l) pour les fortes concentrations
- \*Eau distillée

### 4. Appareillage

- \*pipette jaugée en 2ml.
- \*adaptateur de tube DCO sur DR2010
- \*réacteur à 150°C (DCO 120/240 V)
- \*spectrophotomètre HACH type DR2010

## 5. Mode opératoire

- Homogénéiser l'eau à analyser en agitant pendant deux minutes.
- Allumer le réacteur à DCO et préchauffer à 150°C.
- Retirer le bouchon d'un tube.
- Tenir le tube incliné à 45 degrés. Prélever 2ml d'eau à analyser et les introduire dans le tube.
- Fermer hermétiquement le bouchon du tube.
- En tenant le tube par le bouchon au dessus d'un évier, le retourner plusieurs fois pour mélanger le contenu. Placer le tube dans le réacteur.
- Préparer in blanc en répétant les étapes 3à6 en remplaçant l'échantillon par de l'eau distillée.
- Chauffer les tubes pendant 2h.
- Eteindre le réacteur. Attendre environ 20min le refroidissement des tubes à 120°C ou au dessous.
- Retourner chaque tube plusieurs fois pendant qu'il est encore chaud. Placer les tubes sur un portoir. Attendre que les tubes soient refroidis.

## 6. Lecture par colorimétrie

### Pour la gamme de 0-150

- Entrer le numéro de programme mémorisé pour la demande chimique en oxygène (DCO), faible. Presser : **430 READ/ENTER**. l'affichage indique : REGLER nm à**420**, tourner le bouton de réglage des longueurs d'ondes jusqu'à ce que l'affiche indique : 420 nm.
- Presser **READ ENTER**, l'affichage indique : mg/l DCO

- Placer l'adaptateur de tube DCO dans le puits de mesure avec la marque vers la droite.
- Essuyer l'extérieur du tube d'essai à blanc avec un tissu propre.
- Placer le blanc dans l'adaptateur avec le logo HACH dirigé vers l'opérateur.
- presser : **ZERO**, l'affichage indique : ATTENDRE puis **0 mg/l DCO**.
- Essuyer l'extérieur du tube d'essai à blanc avec un tissu propre.
- Placer le tube dans l'adaptateur avec le logo HACH dirigé vers l'opérateur.
- Placer le couvercle sur l'adaptateur.
- Presser : **READ ENTER**, l'affichage indique : **ATTENDRE** puis le résultat en mg/l DCO s'affiche.

### Pour la gamme de 0-1500

- Entrer le numéro de programme mémorisé pour la demande chimique en oxygène (DCO), faible. Presser : **435 READ/ENTER**. l'affichage indique : **REGLER nm à620**, tourner le bouton de réglage des longueurs d'ondes jusqu'à ce que l'affiche indique : 620 nm.
- Presser **READ ENTER**, l'affichage indique : mg/l DCO
- Placer l'adaptateur de tube DCO dans le puits de mesure avec la marque vers la droite.
- Essuyer l'extérieur du tube d'essai à blanc avec un tissu propre.
- Placer le blanc dans l'adaptateur avec le logo HACH dirigé vers l'opérateur.
- presser : **ZERO**, l'affichage indique : ATTENDRE puis **0 mg/l DCO**.
- Essuyer l'extérieur du tube d'essai à blanc avec un tissu propre.
- Placer le tube dans l'adaptateur avec le logo HACH dirigé vers l'opérateur.
- Placer le couvercle sur l'adaptateur.
- Presser : **READ ENTER**, l'affichage indique : **ATTENDRE** puis le résultat en mg/l DCO s'affiche.



**Réacteur**



**Spectrophotomètre de type DR 2010**

## IX. METHODE D'EVALUATION DE LA DBO<sub>5</sub> PAR RESPIROMETRIE

REFERENCE : Méthode HACH

### 1. Objet et domaine d'application

Ce document décrit une méthode manométrique (réspirométrique) d'évaluation de la demande biologique en oxygène mesurée pendant cinq jours. Elle est appliquée aux eaux usées industrielle et domestiques, ainsi aux eaux de consommation.

### 2. Principe

En fonction de la valeur de la DCO mesurée et de la valeur de DBO<sub>5</sub> suspectée, il est introduit une quantité connue d'eau dans un flacon de mesure qui est relié au système manométrique. L'oxygène qui est absorbé par les micro-organismes pour dégrader la matière organique, est remplacé par l'air au dessus de l'échantillon dans le flacon. Le CO<sub>2</sub> produit est absorbé par la soude. La différence de pression est directement affichée à l'échelle manométrique en mg/l de DBO.

### 3. Réactifs

- \*pastille de soude caustique
- \*mercure liquide

### 4. Appareillage

- \*flacons d'échantillons bruns en verre de 500ml de capacité
- \*barreau magnétique d'agitation
- \*armoire thermo statée à 20°C
- \*dispositif d'agitation

### 5. Mode opératoire

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

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

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

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



**Armoire thermo statée à 20°C (DBO mètre) .**

## **X. SPECTROSCOPIE D'ABSORPTION ATOMIQUE**

Le nom de l'appareil : Thermo elemental

Logiciel : solaar

## Résumé

Le traitement des déchets solides et les ordures ménagères, notamment sous forme des lixiviats en centre d'enfouissement technique (CET) d'Ouled Fayet et celle de Ben Brahem (récepteur final des lixiviats) devient de plus en plus utilisé en Algérie. Les lixiviats non traités constituent non seulement une source de pollution potentielle, des eaux de la nappe phréatique mais aussi, un mauvais exemple de la prise en charge correct des déchets ménagers.

L'objectif principal de cette étude est d'aboutir à une élaboration d'un matériau apatitique (Hydroxyapatite) par voie humide à partir des carbonates de calcium, suivie de son caractérisation et son application dans le traitement des lixiviats analysés afin d'évaluer son efficacité d'adsorption ainsi que l'élimination de la charge polluante accumulée dans ce percolât. La caractérisation par IR, DRX, ont montrés la pureté de produit synthétisé. Les analyses ont montrés aussi, la présence d'une forte charge organique, minérale et azotée. La DCO mesurée atteint des valeurs très élevées de l'ordre de 5000- 20000 mg O<sub>2</sub>/L.

Le traitement par précipitation a donné une bonne efficacité de l'adsorption ainsi que l'élimination de la charge polluante.

**Mots clés :** Environnement, Lixiviats, Traitement, Hydroxyapatite, Précipitation.

## Abstract

Treatment of solid waste and household refuse which form toxic waste leaching in "centre d' enfouissement technique" (technical landfill center) of Ouled Fayet and Ben Braham (a final receiver of leaching) becomes to be in creasily used in Algeria. The untreated toxic waste leaching constitut not of only principal source pollution of ground wast but a bad example to deal with this problem.

The aim of this work is to prepare a wet hepatit using a precipitation method from calcium carbonate; caractirisation and application on wast leaching. This is due, in order to evaluate the adsorption efficacy and the removal of pollutant load. The caracterisation IR and DFX show the purity of the synthetic apatit. The result shows also, the presen of high organic, mineral and nitrogen loading. The measurement of DCO achieves high values of about 5000-20000mg/l.

Better adsorption efficiency was given by precipitation methode as the removal of pollutant load.

**Key words:** Environnement, Leaching, Treatment, Hydroxyapatit, Precipitation.