

Chapitre II : Matériels et méthodes

II.1. Introduction

Ce chapitre décrit le montage expérimental mis en oeuvre au cours de cette étude et les méthodes analytiques. Il explique le choix des différentes expériences réalisées et la composition des effluents étudiés.

L'objectif de ce chapitre est d'optimiser les paramètres opérationnels tels que, la densité de courant j , le temps de traitement t , le **pH**, le débit d'alimentation Q et la concentration initiale C_0 , en étudiant la réduction d'un colorant rouge utilisé dans l'industrie de textile (Rouge nylosan) par EC-EF en régime continu.

II.2. Choix du procédé

Comme nous l'avons vu dans la partie bibliographie, assez peu d'études ont été réalisées en réacteur continu. Nous avons donc choisi de construire un réacteur d'électrocoagulation-électroflottation en régime continu constitué de deux compartiments. Le premier est une cellule électrochimique munie de deux électrodes planes parallèles disposées verticalement avec une connexion bipolaire. Tandis que le deuxième est une chambre de séparation physique (décantation-flottation). L'unité de traitement des effluents par électrocoagulation EC en régime continu (Fig. II.1) est composée de plusieurs parties décrites dans les paragraphes suivants.

II.3. Réacteur continu

Le réacteur est constitué d'un seul bloc principal mais séparé en deux : une partie électrochimique et une partie séparation physique. L'effluent synthétique est pompé dans la cellule électrochimique contenant deux plaques d'aluminium (pureté de Al était 98 %) utilisées comme électrodes (dimension 245*20*10 mm) et déposées verticalement. Les électrodes sont plongées dans la solution qui s'écoule dans le réacteur en plexiglas. L'écart entre les deux électrodes a été maintenu constant à 10 mm pour toutes les expériences. Les électrodes sont reliées à un générateur d'alimentation électrique (GPS3303_{3CH}) fournissant une tension entre 00 et 30 V et un courant dans la gamme de 00 à 10A. Cependant, l'intensité de courant a été maintenue constante pour chaque test.

Dans le premier compartiment dont le volume est de 3,1 L s'effectue la formation des bulles et du complexe bulle-particule, où le rendement de séparation peut atteindre un pourcentage élevé et on assiste à un mouvement co-courant de liquide et de flux de bulles formées. Le liquide prétraité est ensuite véhiculé par débordement à travers un déversoir qui présente à sa partie

supérieure une rainure triangulaire vers le deuxième compartiment d'un volume de 5,5 L où il se produit un traitement final plus poussé. Dans le deuxième compartiment on assiste à une décantation et une flottation. La prise d'échantillonnage s'effectue à la sortie d'eau traitée (5).

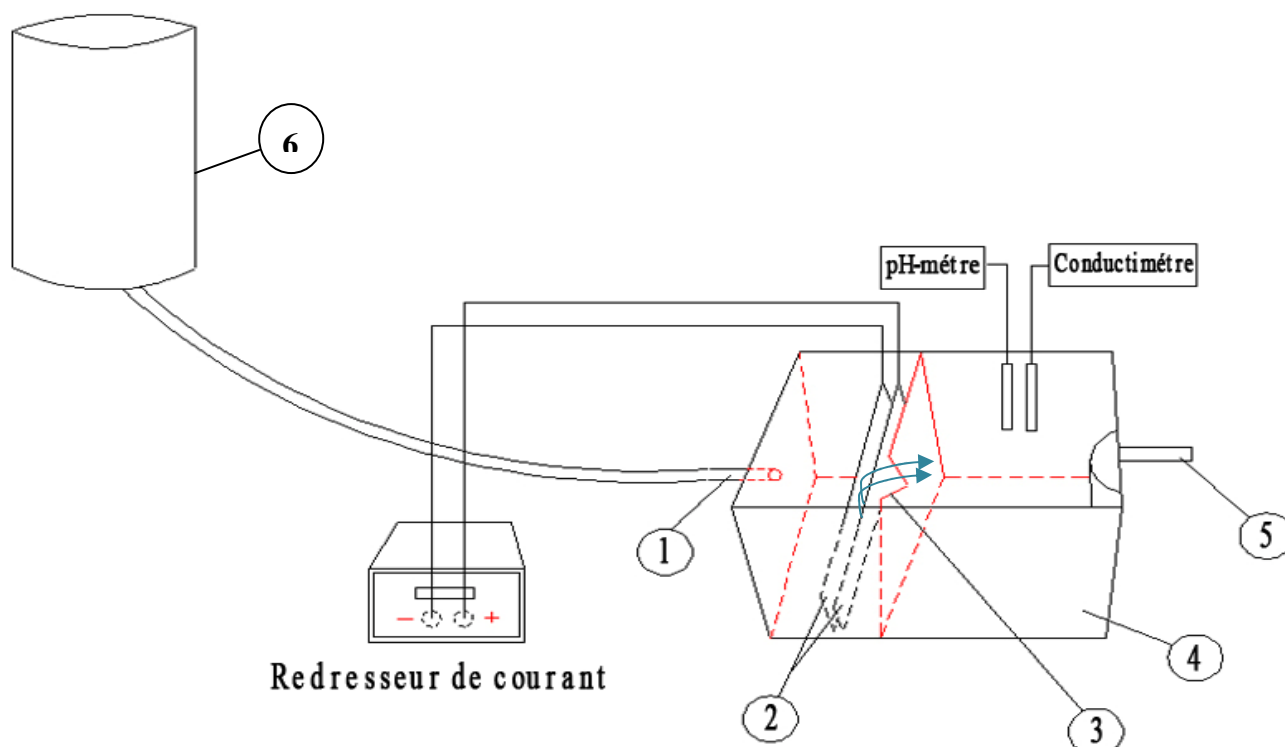


Fig. II.1. Unité d'électrocoagulation-électroflottation en régime continu

(1 : Entrée d'eau à traiter au premier compartiment, 2 : Électrodes en aluminium, 3 : Déversoir, 4 : Chambre de séparation (décantation – flottation), 5 : Sortie d'eau traitée, 6 : Réservoir de stockage de l'eau à traiter).

II.4. Caractéristiques du colorant Rouge Nylosan

Le colorant Rouge Nylosan N-2RBL (Acid Red 336) est un colorant anionique (acide) azoïque, portant un groupement de type sulfonate (SO_3^-). Il est cristallisé sous la forme de son sel de sodium [11]. Son nom selon la nomenclature est sodium 6-amino-5-[[4-chloro-3-[(2,4-diméthylphényl) amino] sulphonyl] phényl]azo]-4-hydroxynaphthalène-2-sulphonate (formule chimique : $\text{C}_{24} \text{H}_{21} \text{ClN}_4 \text{O}_6 \text{S}_2, \text{Na}$). Sa structure chimique est représentée sur la Figure 2 et ses caractéristiques sont regroupées dans le Tableau 1.

Le Rouge Nylosan N-2RBL nous a été fourni par la société TINDAL (Toiles Industrielles Algériennes) de M'sila.

Tableau N° II.1. Propriétés du Rouge Nylosan N-2RBL

Index de Couleur : C.I.	Acid Red 336
Formule chimique	$C_{24}H_{21}ClNaO_6S_2$
Poids moléculaire ($g.mol^{-1}$)	587,97
λ_{max} (nm)	502

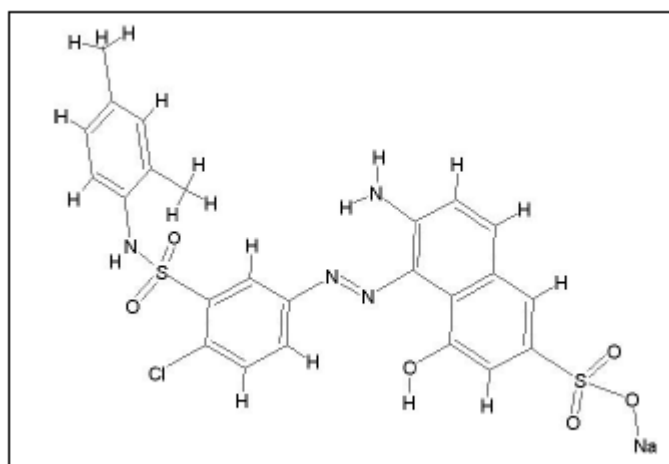


Fig. II.2. Formule développée du Rouge Nylosan N-2RBL

II.4.1. Spectre d'absorption en UV-visible

Le spectre d'absorption en UV-visible (Fig. II.3) du colorant Rouge Nylosan N-2RBL (Acid Red 336) a été obtenu par un balayage spectral, entre 200 et 800 nm, d'une solution de colorant à 100 mg/L. Ce spectre montre bien la longueur d'onde du maximum d'absorption de Rouge Nylosan N-2RBL (502 nm).

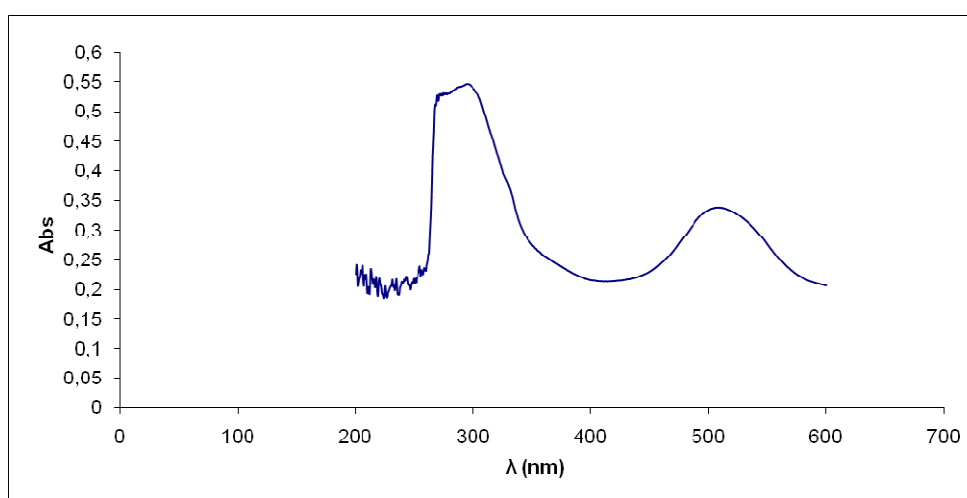


Fig. II.3. Spectre d'absorption UV-vis du colorant Rouge Nylosan N-2RBL dans l'eau - Absorbance en fonction de la longueur d'onde

Les concentrations des solutions du Rouge Nylosan N-2RBL ont été analysées en mesurant leurs absorbances à une longueur d'onde maximale A_{502} ($\lambda_{\max} = 502 \text{ nm}$).

Une courbe d'étalonnage des absorbances en fonction des concentrations en Rouge Nylosan N-2RBL a été obtenue en utilisant des solutions de Rouge Nylosan N-2RBL de concentrations comprises entre 0,5 et 200 mg/L. Les données expérimentales rapportées sur la figure suivante indiquent une relation linéaire entre l'absorbance et la concentration.

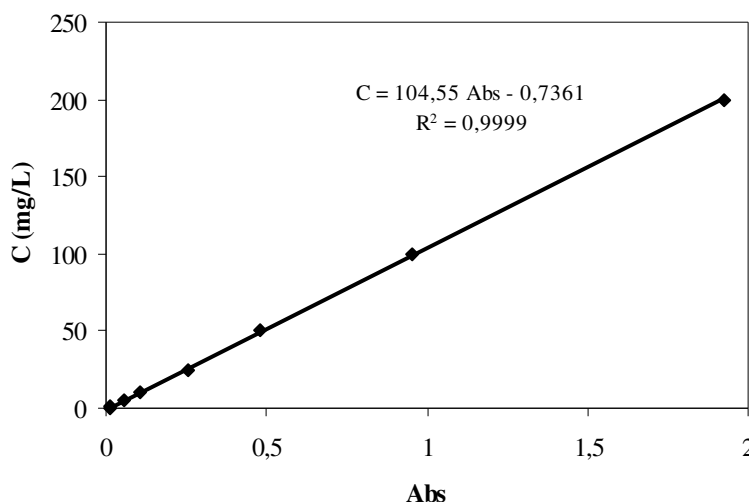


Fig. II.4. Droite d'étalonnage du spectrophotomètre pour le dosage des solutions du colorant Rouge Nylosan N-2RBL

II.5. Méthodes analytiques

Pour suivre le traitement des effluents, on a mesuré en ligne des caractéristiques des effluents (pH, conductivité), et analysé la phase clarifiée après traitement. Ces analyses incluent les indicateurs de la dépollution (Turbidité, Absorbance, DBO_5).

II.5.1. Suivi des paramètres en ligne

Les pH des échantillons prélevés sont mesurés par un pHmètre "Hanna, pH210" muni d'une électrode en verre contenant une solution de KCl de concentration 4M. La tension aux bornes des électrodes est enregistrée en continu. Le pH initial a été varié entre 2,3 et 8,8 en utilisant une solution de HCl (0,1 N) ou une solution de NaOH (2N). Les mesures de conductivité sont effectuées à l'aide d'un conductimètre "Hanna, EC214".

II.5.2. Analyses de la composition par prélèvement

Les mesures des indicateurs de la dépollution (turbidité, absorbance, DBO_5) sont effectuées sur les échantillons prélevés.

1) Mesure de turbidité et l'absorbance

La turbidité et l'absorbance sont mesurées après 24 heures de décantation et sur le surnageant clair. Nous avons utilisé un appareil de type Hanna instruments "HI88703" comportant une diode infrarouge de longueur d'onde 890 nm et un détecteur de lumière réfléchie qui est un appareil à lecture directe pour la mesure de la turbidité. La mesure est basée sur l'absorption par les particules en suspension. L'unité utilisée pour la turbidité est la Néphélométrie Turbidity Unit (NTU).

L'absorbance des différents prélèvements se mesure sur le surnageant clair. Ces mesures se font en spectrométrie UV visible de marque Shimadzu-1240 après la prise de ligne de base avec de l'eau déminéralisée. L'absorbance permet d'estimer la coloration des effluents de façon indirecte [36].

Le rendement d'élimination de la turbidité (Y_{Turb}) est déterminé par la relation suivante :

$$Y_{\text{Turb}} = \frac{\text{Turb}_i - \text{Turb}_f}{\text{Turb}_i} \cdot 100$$

Turb_i et Turb_f sont les turbidités de la solution avant et après traitement par EC-EF, en NTU.

L'efficacité d'élimination de la couleur (Y_{COL}) est exprimée comme suit:

$$Y_{\text{Col}} = \frac{\text{Abs}_i - \text{Abs}_f}{\text{Abs}_i} \cdot 100$$

Abs_i et Abs_f sont les absorbances de la solution avant et après traitement par EC-EF.

2) Mesure de la demande biochimique en oxygène DBO_5

But

La demande biochimique en oxygène (DBO) est une expression pour indiquer la quantité d'oxygène qui est utilisée pour la destruction de matières organiques décomposables par des processus biochimiques. La mesure de la DBO_5 est faite selon la méthode manométrique (par mesure de pression dans un système fermé) basée sur le principe du respiromètre de WARBURG au cours duquel la respiration de la biomasse est directement mesurée par un appareil. Un volume d'échantillon est placé dans des flacons à bouchon rodé.

Principe de la méthode manométrique

Une quantité d'eau est versée dans une bouteille d'incubation de 510 ml, fermée avec un bouchon muni d'un capteur de pression (oxytop). Le volume choisi est fonction de la gamme de mesures souhaitée. L'appareil de mesure, de type OxiDirect (BSB BOD), est placé dans un réfrigérateur maintenu à 20 °C. On suit ensuite, en fonction du temps, soit tous les jours pendant 5 jours pour la DBO_5 , la consommation d'oxygène, qui se traduit par une diminution de la

pression d'air. L'oxydation des matières organiques provoque la formation de CO_2 qui sera piégé par une solution de l'hydroxyde de potassium (KOH) qui se trouve dans le joint caoutchouc du flacon. Ainsi il se développe une dépression dans la bouteille.

L'ajout de l'inhibiteur de nitrification (ATH : allyle 2 thio-urée) permet de freiner la nitrification, car l'oxydation des dérivés ammoniacaux et des nitrites en nitrates absorbe également de l'oxygène. Cette amine joue un rôle d'inhibiteur.

Mode opératoire

- Evaluer la plage de mesure de l'échantillon à analyser et choisir le volume d'échantillon selon le tableau ci-dessous
- Mesurer exactement le volume d'échantillon à l'aide du ballon de débordement et le verser dans un flacon DBO (éventuellement utiliser un entonnoir)
- Introduire un barreau d'agitation dans le flacon DBO
- Ajouter les gouttes nécessaires d'ATH (tableau ci après) dans le bouchon intérieur (noir)
- Visser la sonde DBO sur le flacon
- Poser l'échantillon sur le support à flacons
- Mettre l'appareil en marche en appuyant sur la touche ON/OFF
- Incuber l'échantillon à 20 °C.
- Relever les valeurs après 5 jours.

Tableau N° II.2. Volume d'échantillon en fonction de la gamme de la DBO_5

Gamme de la DBO_5 (mg O_2/L)	Volume de l'échantillon (mL)	Dosage ATH
0 - 40	428	10 gouttes
0 - 80	360	10 gouttes
0 - 200	244	5 gouttes
0 - 400	157	5 gouttes
0 - 800	94	3 gouttes
0 - 2000	56	3 gouttes
0 - 4000	21,7	1 goutte

L'efficacité d'élimination de la DBO_5 (Y_{DBO_5}) est exprimée comme suit:

$$Y_{\text{DBO}_5} = \frac{\text{DBO}_{5i} - \text{DBO}_{5f}}{\text{DBO}_{5i}} \cdot 100$$

Où :

DBO_{5i} et DBO_{5f} sont les DBO_5 de la solution avant et après traitement par EC-EF.

II.6. L'énergie consommée

La consommation d'énergie spécifique par kg de colorant éliminé (E_{dye}) et la consommation spécifique des électrodes par kg de colorant (μ_{Al}) sont calculées par les équations suivantes :

$$E_{\text{dye}} \left(\frac{\text{kWh}}{\text{kg dye}} \right) = \frac{UI}{1000 Q (C_i Y_{\text{COL}})}$$

$$\mu_{\text{Al}} \left(\frac{\text{kg Al}}{\text{kg dye}} \right) = \frac{3600 M_{\text{Al}} I \Phi_{\text{Al}}}{3F} \frac{1}{Q (C_i Y_{\text{COL}})}$$

La concentration initiale en colorant C_i est en kg/m^3 , l'intensité de courant I est en ampère (A), la tension U entre les électrodes est en volt (V), le débit d'alimentation Q en m^3/h , la masse molaire de l'aluminium M_{Al} (0.027 kg/mol), la constante de Faraday F (96487 C/mol) et le rendement faradique ϕ_{Al} de la dissolution d'aluminium. ϕ_{Al} est estimé par le rapport de la perte de masse effective des électrodes lors des expériences Δm_{exp} à la masse théorique d'aluminium libérée à l'anode Δm_{th} :

$$\Phi_{\text{Al}} = \frac{\Delta m_{\text{exp}}}{\Delta m_{\text{th}}}$$

Le rendement faradique ou l'efficacité de courant sont deux dénominations du même paramètre (ϕ_{Al}) ; il dépend fortement de l'évolution du pH de la solution et des espèces qui y sont présentes, par exemple de la co-existence d'autres anions [37].

II.7. Les électrodes utilisées

Les électrodes utilisées sont en aluminium d'une pureté d'environ 98 % (Fig. II.5). Leur conductivité électrique est de l'ordre de $38,2 \cdot 10^6$ mS/cm. Le métal des électrodes peut être obtenu par récupération des déchets d'aluminium, ce qui rend leur coût supportable pour un procédé de dépollution.

Les deux plaques parallèles et rectangulaires d'aluminium, ont été préalablement traitées avec un papier abrasif au niveau de leur surface, dans le but d'homogénéiser celles-ci et d'éliminer les impuretés et les dépôts qui peuvent les contaminer. Les électrodes sont extraites du réacteur, après chaque manipulation d'électrocoagulation dans le but de les examiner, et de les nettoyer, étant donné que les résidus de décomposition des polluants peuvent se déposer sur leur surface. Le nettoyage s'effectue avec une solution d'acide chlorhydrique de 0.2 N, permettant ainsi de d'éliminer les dépôts des polluants pouvant former une couche résistante sur la surface.

La figure (II.5) représente la composition élémentaire du métal des électrodes réalisée par microscope électronique à balayage (MEB) [16].

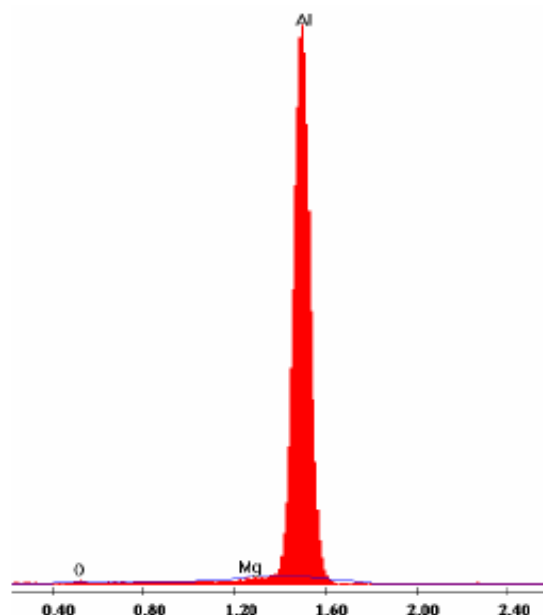


Fig. II.5. Composition élémentaire de l'anode réalisée par MEB [16].

II.8. Principaux effluents testés

II.8.1. Effluent synthétique textile

Le Rouge Nylosan a été utilisé comme colorant pour la préparation des effluents synthétiques textiles. Ceux-ci ont été préparés en dissolvant le colorant directement dans l'eau de robinet du réseau d'alimentation en eau potable du nouveau pôle universitaire de M'sila (2690 $\mu\text{S}/\text{cm}$) et ont été dilué en fonction, pour avoir la concentration souhaitée de 50 à 300 mg.L^{-1} .

II.8.2. Effluent textile - Tindal

L'industrie textile représente en fait une large gamme d'usines avec des opérations unitaires, des processus et des produits très variés. Il est presque impossible de décrire un effluent textile typique en raison de cette diversité. Les tissus, après leur fabrication, sont soumis à plusieurs procédés humides connus sous le nom de "finition".

C'est au cours de ces opérations de finition que les effluents se chargent en polluant. Ces effluents pollués doivent être traités convenablement avant leur évacuation afin de minimiser les effets sur l'environnement en cas de rejet et d'abaisser les teneurs en produits non biodégradables en cas d'un envoi en station d'épuration classique.

Nous avons choisi pour cette étude, de prélever un effluent à l'entrée de la petite station d'épuration de l'usine qui provient d'un mélange issu de différentes étapes et unités de finition.

Les caractéristiques des effluents textiles utilisés lors du traitement sont indiquées dans le tableau suivant.

Ces caractéristiques ne sont pas constantes. Elles peuvent varier en fonction du type de colorant utilisé dans les traitements, du type de traitement du textile selon qu'il s'agisse du blanchiment ou de la teinture et de l'activité en cours dans l'usine.

Tableau N° II.3. Caractéristiques de l'effluent textile utilisé

Paramètre	Effluent Tindal
pH ₀	8,54
Turbidité (NTU)	123
DCO (mg O ₂ /L)	> 2200
DBO ₅ (mg O ₂ /L)	751
Conductivité κ (μS/cm)	7810
Température (°C)	20
Couleur	Gris foncé (> 200 Co/Pt)