



UNIVERSITE  
Abdelhamid Ibn Badis  
MOSTAGANEM

**UNIVERSITE ABDELHAMID IBN BADIS MOSTAGANEM**  
**FACULTE DES SCIENCES EXACTES ET DE L'INFORMATIQUE**

**DEPARTEMENT DE CHIMIE**

**MEMOIRE**

Présenté pour obtenir le diplôme de

**MASTER II EN CHIMIE**

Option: **ANALYSE SPECTRALE EN CHIMIE**

par

**FETTOUCH SOUAD**

**Synthèse des membranes et leurs applications dans le traitement du  
lixiviat**

Soutenu le 09-06-2014 devant la commission d'examen :

President: Mr N. BENDERDOUCHE	Pr	UNIV. DE MOSTAGANEM
Examineur: Mr M. BELALIA	MCB	UNIV. DE MOSTAGANEM
Rapporteur : Mr A.BELOUATEK	Pr	UNIV. DE MOSTAGANEM
Co-rapporteur : Mr B.ASLI	MA	C .U. DE RELIZANE

## **INTRODUCTION**

En Algérie , la situation est aggravée à la fois par la concentration de la population sur la bande littorale, ou se trouvent les centres urbains et les zones industrielles, et par les insuffisances des infrastructures existantes qui ne sont pas en mesure de faire face à une gestion environnementale des déchets .conséquence parmi d'autres :la contamination des eaux de surface et des eaux souterraines qui a pour cause les décharges sauvages des déchets urbains, entraînant des atteintes graves à la santé publique.

La gestion des déchets est un problème mondial, malgré la multiplication des efforts ces dernières années le problème reste loin d'être réglé, l'Algérie génère chaque année 10 à 12 millions de tonnes de déchets ménagers [1], elle compte 3000 décharges sauvages. Ces dernières occupent une surface totale de l'ordre de 150 000 hectares et coutent annuellement à l'Algérie 0,19 % du PIB en impacts sur la santé et 0,13 % du PIB en pertes économiques (potentiel de recyclage et de valorisation non réalisés), et même si un programme des 3R (Réduire, Réutiliser, Recycler) est très recommandé, l'enfouissement demeure une nécessité dans la gestion des déchets. La raison est pour laquelle 300 Centres d'enfouissement technique et décharges contrôlées sont programmé à travers le territoire national dont 90 projets sont achevés ou en voie d'achèvement.

Une fois enfouis, certains déchets se dégradent. L'eau et l'humidité s'infiltrent dans les déchets dégradés, se chargeant d'une variété de substances - des métaux, des minéraux, des produits chimiques organiques, des bactéries, des virus, des matières inflammables et d'autres substances toxiques. L'eau ainsi contaminée, qui constitue les résidus liquides des décharges, s'appelle " lixiviat " ou " eau de lixiviation "[2]. Si le lixiviat n'est pas en milieu fermé, il s'écoule et risque d'aller polluer les eaux souterraines ou les eaux de surface.

De par leur charge polluante souvent importante, les lixiviats doivent subir un traitement d'épuration avant d'être rejetés vers le milieu naturel. Devant des réglementations de plus en plus strictes en termes de rejet, les filières traditionnelles, qui dérivent du traitement des eaux usées, ont dû évoluer avec l'introduction des procédés membranaires dans la chaîne de traitement tels que des opérations de microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration ou encore d'osmose inverse. La principale limitation des traitements traditionnels réside dans la difficulté d'assurer face aux variations des caractéristiques de l'effluent brut.

Dans ce travail, nous présentons, dans le premier chapitre des généralités sur le lixiviat tels que la définition et la caractérisation des lixiviats, indicateur chimique et la composition ainsi que la collecte et les différents traitements utilisés pour dépolluer les eaux de lixiviation issues des centres d'enfouissement.

Dans le deuxième chapitre, nous décrivons l'utilisation des techniques de séparation par membrane pour la valorisation des effluents. Elles présentent l'avantage essentiel de permettre la séparation de plusieurs co-produits valorisables ou réutilisables sans nécessiter l'apport de produits chimiques supplémentaires qui entraîneraient une pollution secondaire [3].

Afin d'évaluer l'efficacité des membranes céramiques synthétisées, des tests de filtration réalisés sur lixiviat ont été effectués.

Et nous finirons ce travail par une conclusion générale.

## Sommaire

Introduction.....	1
-------------------	---

### *Chapitre I*

I. Généralité sur Lixiviats .....	3
I.1. Définition.....	3
I.2. Caractérisation des Lixiviats.....	3
I.2.1. Production de Lixiviat.....	3
I.2.2. L'évolution de la Composition des Lixiviats.....	4
I.3. Indicateurs Chimiques dans le Lixiviat .....	6
I.4. Composition des Lixiviats.....	8
I.4.1. La Matière Organique.....	9
I.4.2. La Matière Inorganique .....	9
I.5. Contrôle et Traitement du Lixiviat .....	10
I.5.1. Collection.....	10
I.6. Les Paramètres Globaux qui Indiquent la Qualité du Lixiviat.....	11
I.7. Principaux Facteurs Influençant la Production des Lixiviats.....	14
I.8. Procédés de Traitement des Lixiviats .....	15
I.8.1. Les Méthodes Biologiques .....	15
I.8.2. Les Méthodes Physico-Chimiques.....	16
I.8.3. Méthodes Membranaires .....	17

### *Chapitre II*

II.1 Les Procédés de Filtration Membranaire Appliqués au Traitement des Eaux.....	19
II.1.1. Les Différents Types des Membranes de Filtration.....	19
II.1.2. Classification des Membranes.....	19
II.1.2.1. Classification D'après la Nature Chimique.....	19
II.1.2.2. Classification D'après le Mécanisme de Séparation.....	21

II.1.2.3. Classification D'après la Morphologie.....	22
II.1.2.4. Classification D'après la Géométrie de Préparation des Membranes.....	23
II.1.3. Les Procédés de Filtration Membranaire et Leurs Applications.....	24
II.1.3.1. Filtration Frontale et Tangentielle.....	24
II.1.3.2. Grandeurs Usuelles.....	25
II.1.3.3. Les procédés de Filtration Membranaire.....	28
II.1.3.3.1. Microfiltration.....	28
II.1.3.3.2. Ultrafiltration.....	28
II.1.3.3.3. Nanofiltration.....	28
II.1.3.3.4. Osmose Inverse .....	29
II.1.4. Description de L'interface Membrane – Solution.....	29
II.1.4.1. Origine de la Charge de Surface d'une Membrane.....	29
II.1.5. Phénomènes Limitant le Transfert de Matière.....	29
II.1.5.1. Colmatage.....	29
II.1.5.2. Polarisation de Concentration.....	31

### *Chapitre III*

III.6. Analyse de lixiviats.....	32
III.6.1. Evolution de la DCO du lixiviat à la sortie du casier.....	32
III.6.2. Tests de filtration à travers les tessons modifiés pour l'eau de robinet.....	33
III.6.2.1. Influence de la pression sur la perméabilité des tessons .....	34
III.6.2.2. Variation du flux de perméat des lixiviats.....	34
III.6.3. Evolution de la DCO du lixiviats .....	35
III.6.4. Evolution des nitrates ( $\text{NO}_3^-$ ) dans le temps des lixiviats.....	37

*Conclusion*.....40

*Bibliographie*

## **I. Généralité sur Lixiviats**

### **I.1. Définition**

Le terme lixiviats désigne les eaux météoriques qui en percolant à travers la décharge se chargent d'éléments polluants minéraux et organiques. Cependant, la lixiviation est la migration des substances solubles, et le lessivage correspond à la migration des particules en suspension.

### **I.2. Caractérisation des Lixiviats**

De nombreux facteurs influent sur la quantité et la qualité des lixiviats :

-Des conditions environnementales : les paramètres climatiques (précipitation, évapotranspiration, .....) seulement, la géologie, l'hydrogéologie et la topographie du site étant maîtrisés puis que le site est choisi selon ces critères,

-La nature du déchet,

-Des conditions d'exploitation : le mode d'enfouissement, la phase d'avancement du site, le matériau de la couverture finale, la couverture végétale,

-Des phénomènes de réactions physiques, chimiques et biologiques, qui s'opèrent dans la masse des déchets et génèrent les lixiviats en fonction de l'âge des déchets.

#### **I.2.1. Production de Lixiviat**

Selon le petit Robert, la lixiviation est « le passage lent d'un solvant à travers une couche de substance pulvérisée pour extraire les constituants solubles » ici, le solvant est l'eau provenant des précipitations et des déchets eaux mêmes, qui mobilise les constituantes solubles de la masse de déchet la composition des lixiviats est donc fonction de l'accès de l'eau aux déchets de la nature des déchets et de la solubilité des constituants des déchets.

La mobilisation des éléments se fait par une mise en solution et par un entrainement mécanique (particules en suspension, colloïdes....). Elle dépend de la solubilité des éléments, qui est fonction du pH.

Les métaux lourds sont apportés par les plastiques (Cd), les piles et les batteries (Hg, Zn, Mn, Ni, Pb), les ferrailles. (L'acier galvanisé est très abondant) (Pb), caoutchouc (Zn), le cuivre (Cu), des verres, du textile (Cu, Zn), des papiers, cartons (Pb, Cu, Cr) [1].

Les substances organiques ont pour origine les peintures, les solvants, les produits d'entretiens et la dégradation de la matière organique des déchets.

Les différents auteurs s'accordent sur le fait que, ce sont les réactions de biodégradation de la matière organique des déchets qui ont le plus d'influence sur la composition des lixiviats. Ces réactions sont l'hydrolyse, l'oxydation aérobie puis anaérobie de la matière organique, l'acidogénèse, l'acétogénèse, la méthanogénèse, chaque ensemble de micro-organismes utilise comme substrats les produits formés par les précédents. Les produits intermédiaires (acide Gras, alcools, acétate,.....) qui ne sont pas totalement métabolisés sont transportés par l'eau et se retrouvent dans le lixiviat. Les produits finaux de la biodégradation sont des sulfures, qui précipitent généralement avec les métaux de l'hydrogène et un mélange de méthane (20%) et de dioxyde de carbone (60 à 75%) [1]. La succession de ces réactions de biodégradation, et l'évolution des éléments présents dans les lixiviats.

Il est admis que la phase d'acidogénèse concerne les lixiviats de moins de 5ans, tandis que la phase de méthanogénèse concerne les lixiviats de la plus de 5ans.

A noter que les concentrations de certains éléments dans les lixiviats ne varient pas entre les deux phases, d'après Ehrig (1989). Ces éléments sont : les chlorures, le sodium, le potassium, l'alcalinité, l'ammonium, l'azote total, le phosphore total, les nitrates et nitrites, l'arsenic, le cadmium, le cobalt, le nickel, le plomb, le chrome, le cuivre, le mercure.

Même si certaines équations de thermodynamique permettent d'estimer les concentrations qui <<devraient>> se trouver en solution, en l'état actuel des connaissances scientifiques, il est impossible de prévoir de façon précise l'évolution des concentrations. Il est donc nécessaire de se référer aux lixiviats existantes pour en connaître la composition.

### **I.2.2. L'évolution de la Composition des Lixiviats**

Cette composition peut évoluer d'une part par épuisement du potentiel polluant lixiviable des déchets, et d'autre part lors de son transfert dans le sol.

Se sont intéressés au potentiel lixiviable des déchets. En considérant que ce potentiel n'est pas infini, ils proposent un modèle pour estimer le comportement à long terme des éléments (métalliques ou non) constituant les lixiviats. Pour estimer la quantité d'éléments lixiviables des déchets, ils réalisent quatre lixiviations sur des échantillons et mesurent les concentrations à chaque fois. Les concentrations extraites sont bien décroissantes au fur et à mesure des lixiviations, sauf pour le plomb et le fer qui présentent des concentrations plus fortes à la deuxième lixiviation qu'à la première Belevi et Al [2].

Ils s'intéressent à la période qui suit la phase intense de réactions, qu'ils estiment à 10ans. En effet, ils considèrent qu'après 10ans, la principale voie d'exportation des polluants est celle empruntée par les lixiviats et non plus celle du gaz.

Pour modéliser l'évolution des composants du lixiviat, ces auteurs proposent une loi exponentielle de premier ordre pour décrire la décroissance de la source du type :

$$C=C_0*e^{-kT}$$

Avec  $C_0$  la concentration initiale de l'élément dans le lixiviat. Et  $k$ , la constante de décroissance, déterminée expérimentalement.

En considérant comme valeur limite de concentration, les normes de qualité de l'eau de surface, ils calculent le temps nécessaire pour atteindre ces concentrations au niveau du lixiviat, temps à partir duquel on peut considérer que le lixiviat n'a plus d'impact sur l'environnement. Nous ne citerons pas ces estimations de temps puisqu'elles correspondent à des concentrations initiales plus faibles que celles que nous avons retenues, déterminées expérimentalement sur un petit nombre d'échantillons, et que la concentration finale visée ne correspond pas à des critères de protection de la santé humaine mais à des critères de protection de l'environnement de cette étude, nous retiendrons le fait que l'hypothèse d'une source décroissante de façon exponentielle est acceptable.

Des phénomènes d'atténuation du lixiviat dans le sol existent : la filtration mécanique qui agit sur les particules en suspension, la précipitation et la Co-précipitation pour les métaux lourds, l'adsorption qui dépend de la capacité d'échange cationique du sol, la dilution et la dispersion, l'activité microbologique qui utilisent certains composants du lixiviat, la volatilisation pour les composés à forts tensions de vapeur. Comme nous l'avons précisé précédemment, l'argile joue un rôle important en termes de rétention.

L'adsorption correspond à un transfert de masse depuis la phase liquide vers la phase solide. Elle est représentée par un coefficient de partage liquide-solide, généralement noté  $K_d$ . ce partage dépend de la spéciation des espèces et de la compétition entre elles pour les sites d'adsorption. L'adsorption est supposée instantanée et réversible.

Il existe également des phénomènes de précipitation au niveau du réseau de drainage, au dessus de la géo-membrane.

Ces phénomènes ne seront pas pris en compte par la suite, ils ne sont donc cités ici que pour mémoire. Il en résulte que les concentrations prises en compte dans notre évaluation des risques sont majorées. S'il s'avère que le risque sanitaire est négligeable, il lèsera d'autant plus que certains éléments sont atténués lors de leur transfert dans le sol et dans l'aquifère.

En revanche, si le risque sanitaire est non négligeable, il sera nécessaire de tenir compte de ces atténuations, afin d'avoir des concentrations plus proches de la réalité.

### **I.3. Indicateurs Chimiques dans le Lixiviat**

Les différents indicateurs chimiques utilisés peuvent être mesurés sur le lixiviat lui-même ou sur des lixiviats issus de tests de lixiviation. En plus du pH et de la concentration en AGV qui constitue de bons indicateurs de dégradation, d'autres paramètres peuvent être utilisés.

- **Le Carbone Organique Dissous**

Le carbone organique dissous correspond à la fraction inférieure à 0,45  $\mu\text{m}$ . Peut être utilisé pour caractériser le carbone dissous disponible pour la biodégradation dans le lixiviat et pour estimer l'impact potentiel des déchets sur l'environnement c'est le paramètre indicateur du degré de stabilisation le plus adapté pour le compost [3]. C'est en effet le paramètre le plus facilement actif dans le compost étant donné que le carbone organique extrait de déchets frais est constitué de sucres, hémicellulose, substances phénoliques, acides aminés, peptides ou d'autres substances facilement biodégradables [4]. Les valeurs de COD et les mesures AT4 et GB21 sont généralement bien corrélées. Une très bonne corrélation est observée avec le test GB<sub>200</sub> [5].

- **Le Rapport DBO<sub>5</sub>/DCO**

Le rapport DBO<sub>5</sub>/DCO permet d'estimer la biodégradabilité de la matière organique [6] Tableau I.3. Ce ratio est généralement corrélé à l'âge des lixiviats et donc au degré d'avancement de la stabilisation du massif. Une diminution de ce rapport et donc de la biodégradabilité est observée avec l'âge du déchet [7].

**Tableau I.3.** Biodégradabilité et stabilité des déchets en fonction du rapport DBO5/DCO

Rapport DBO5/DCO	Biodégradabilité [9]	Rapport DBO5/DCO	Stabilité [8]
>0.3	Biodégradabilité moyenne	>0.5	CSD jeune et instable
0.1-0.3	Biodégradabilité faible	0.1-0.5	CSD modérément stable
<0.1	Biodégradabilité très faible	<0.1	CSD vieux et stable

En revanche, ce paramètre n'est pas toujours fiable car les caractéristiques du lixiviat produit ne sont pas toujours représentatives de l'état de dégradation de l'ensemble de la masse de déchet.

- **L'indice SUVA**

L'indice SUVA traduit l'absorbance UV spécifique correspondant au rapport de l'absorbance UV à 254 nm sur le COD. Cet indice est caractéristique de l'aromaticité et du caractère hydrophobe des molécules organiques. Il augmente avec l'aromaticité et le poids moléculaire des molécules [10,11,12].

- **Le Rapport E4/E6**

Le rapport E4/E6 correspond au rapport de l'absorbance à 465 nm sur l'absorbance à 665 nm. Apporte également des informations sur l'aromaticité des molécules, leurs poids moléculaires et leur degré d'humification [13, 14]. Ce rapport diminue lorsque le poids moléculaire et le taux d'humification augmentent. L'absorbance entre 460 et 480 nm reflète la matrice organique au début de l'humification alors que l'absorbance entre 600 et 670 nm serait l'indicateur d'une matière organique fortement humifiée avec un degré élevé de groupes aromatiques et condensés [15, 16]. Une grande variété de méthodes analytiques existe, fournissant une multitude d'indicateurs physiques, biologiques et chimiques. Chaque auteur développe une technique d'évaluation de la stabilité et avec elle ses indicateurs. Il devient alors très difficile de choisir une référence parmi tous ces indicateurs. Bien souvent plusieurs paramètres sont nécessaires à la détermination de l'état de dégradation et/ou de stabilisation d'un déchet [17] l'ont montré en utilisant des indicateurs issus des phases solides, liquides et gazeuses. L'un des problèmes majeurs rencontrés aujourd'hui, est qu'il n'existe aucune

référence et aucun document légal définissant réellement les indicateurs de stabilisation et les valeurs qui doivent être atteintes pour qu'un déchet soit considéré comme stable.

#### **I.4.Composition des Lixiviats**

Le lixiviat de la décharge contient généralement des matières organiques à divers stades de décomposition, les métaux lourds et les composés inorganiques tels que l'ammoniac, le phosphate, le sulfate et les cations métalliques. Les principaux mécanismes des polluants au sein des lixiviats sont les suivants :

- La dissolution des composés solubles qui existent d'abord à la mise en décharge, par exemple,  $\text{PO}_4^{3-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ , les matières organiques (acides humiques et fulviques, sucres, etc.).
- La dissolution des composés organiques qui sont produits au cours de la biodégradation des composés organiques plus complexes (acides carboxyliques, alcools, acides aminés, saccharides).
- La dissolution des composés organiques qui sont produits lors des réactions chimiques qui ont lieu sur le site de décharge (composés humiques complexes, etc.).
- La dissolution des composés d'ammoniac qui sont produits au cours de la biodégradation des composés organiques azotés et de la réduction des nitrates et des nitrites.
- La dissolution des phosphates qui sont produits au cours de la biodégradation des composés organiques complexes qui contiennent des phosphates (phospholipides, etc.)
- La dissolution des composés solubles du  $\text{Fe}^{2+}$  qui sont produits à partir de la réduction des composés de  $\text{Fe}^{3+}$
- Le lessivage des composés qui sont difficiles à dissoudre et les composés organiques non-solubles (polysaccharides, acides gras, des protéines, des peptides, des phénols, composés aromatiques polycycliques)
- Le rinçage de particules fines et des colloïdes.

La composition du lixiviat est liée à la quantité produite et varie de site en site et d'une manière saisonnière. Les paramètres régissant les lixiviats incluent la taille des particules, le degré de compactage et la composition des déchets, l'hydrologie du site, le climat et l'âge de la décharge (qui reflète le degré de stabilisation des déchets).

### **I.4.1. La Matière Organique**

La force d'un lixiviat produit par les décharges peut être évaluée en termes de paramètres biologiques bruts tels que la demande chimique en oxygène (DCO), la demande biochimique en oxygène (DBO) et le carbone organique total (COT). Le rapport DCO/COT reflète les caractéristiques de la matière organique dans les lixiviats et est utilisé pour déterminer les liens avec l'âge de la décharge. En particulier, le rapport DCO/COT tend à diminuer lorsque l'âge de la décharge augmente, variant généralement de 4 pour un site jeune à 2,7 pour une ancienne décharge. Ce rapport dépend de l'état oxydé du carbone organique (les composés organiques oxydés sont généralement des produits de dégradation et/ou sous-produits de l'activité microbienne dans le corps de la décharge et leur quantité augmente avec la hausse de l'âge de la décharge. Ces composés deviennent une source d'énergie moins facilement disponible pour la croissance microbienne).

Les changements dans la biodégradabilité de la matière organique dans les lixiviats sont reflétés dans le rapport DBO/DCO. La DBO est une mesure directe de la traitabilité des eaux de lixiviation par des processus biologiques/biochimiques. Le rapport DBO/DCO diminue avec l'augmentation de l'âge des décharges et varie généralement de 0,8 pour les décharges jeunes à moins de 0,1 pour les anciennes décharges. Cela indique qu'une grande partie de la matière organique dans le lixiviat des décharges jeunes est biodégradable (sans acides gras volatils, éthanol et autres alcools, etc.) et peut être enlevée par des processus biologiques. Au contraire, il y a une quantité importante de matériaux inertes biologiquement dans les lixiviats provenant des anciennes décharges qui sont stables (par exemple, composés de type acides fulviques et humiques).

### **I.4.2. La Matière Inorganique**

En général, le vieillissement de la décharge, la concentration des substances inorganiques dans les eaux de lixiviation diminue. Des paramètres tels que la valeur du pH et le rapport du sulfate de chlorure ( $\text{SO}_4^{2-}/\text{Cl}^-$ ) indiquent le degré de stabilisation de la décharge en cours d'examen. Comme la valeur du pH toléré par les bactéries méthanogènes est généralement de l'ordre de 6 - 8, le lixiviat est caractérisé par des valeurs de pH presque neutre, au stade méthanogène. Au contraire, les valeurs de pH sont très acides au stade oxygéné, en raison de la production d'acides organiques et autres substances organiques biodégradables de faible poids moléculaire. La diminution du rapport ( $\text{SO}_4^{2-}/\text{Cl}^-$ ) est, principalement, attribuable à la diminution de la concentration de sulfates, en raison des conditions anaérobies dominantes dans la décharge, en vertu de laquelle les sulfates sont réduits en sulfures.

Les concentrations de métaux lourds diminuent plus rapidement avec l'âge de la décharge que celles d'autres substances inorganiques. La teneur en métaux lourds dans les lixiviats issus d'une jeune décharge est beaucoup plus élevée que celle d'une ancienne, en raison de la solubilisation des métaux (due aux faibles valeurs du pH dans la phase d'acidification) et de la complexation par les acides gras volatils. Les hydroxydes aromatiques ainsi que des acides humiques et fulviques peuvent également complexer des métaux tels que le Cu, Cd, Pb, Ni, Mn, Co et Zn. En outre, la réduction du fer ferrique par l'activité microbienne anaérobie conduit à la solubilisation des métaux lourds tels que Cd, Pb, Ni et Zn. Le vieillissement de la décharge, l'augmentation consécutive de la valeur du pH entraîne une baisse de la solubilisation des métaux. En outre, les faibles concentrations des métaux dans les anciennes décharges peuvent être dues à la suite de l'adsorption et la réaction de précipitation qui, à leur tour, sont renforcées par l'augmentation progressive des ORP avec l'augmentation de l'âge de la décharge.

Enfin, bien que les niveaux de phosphate dans le lixiviat soient généralement faibles, dans certains cas, les conditions dans le corps de la décharge ont tendance à solubiliser le **P** qui est présent sous forme de phosphate ferrique et manganique insoluble par la réduction des métaux à des formes ferreux et manganeux plus solubles dans l'eau.

Un autre principal polluant dans le lixiviat est l'ammoniac. Même s'il est associé avec le substrat biodégradable, il n'existe aucun mécanisme pour sa dégradation dans des conditions méthanogènes (il n'y a pas un changement significatif de la concentration en ammoniac provenant de l'acide à la phase méthanogène). L'ammoniac contribue également à augmenter l'azote dans le milieu aquatique et, partant, à l'eutrophisation. Pour ces raisons, les chercheurs suggèrent que l'ammoniac est le principal problème de pollution à long terme sur les sites de décharge.

Les impacts des décharges à ciel ouvert dépendent d'un certain nombre de facteurs spécifiques au site. Les facteurs les plus importants sont l'emplacement, la morphologie, la géologie/hydrogéologie et les conditions climatiques, ainsi que la composition et la quantité des déchets solides, la mesure physique de l'opération et l'âge de la décharge. Dans ce qui suit, les impacts les plus importants de la mise en décharge à ciel ouvert sur l'environnement et à la sécurité et la santé publique sont présentés.

## **I.5. Contrôle et Traitement du Lixiviat**

### **I.5.1. Collection**

Un bon système de collecte des lixiviats est très exigé dans la conception, le fonctionnement et le suivi d'une décharge contrôlée. Le système typique de collecte des lixiviats pour un site

de décharge sanitaire se compose d'une série de tuyaux installés dans la base de la masse des déchets. Il est conçu pour capter le lixiviat, qui est ensuite pompée de la décharge et acheminé vers le centre de stockage et la zone de traitement. Une fois traité sur place, le lixiviat est soit libéré dans un récepteur naturel proche, acheminé vers un réseau local d'égouts sanitaires pour un traitement ultérieur, ou véritablement réutilisé sur place.

- **Tuyaux de Collecte des Lixiviats**

Un réseau de canalisations est installé dans le couvercle de protection du système linière et conçu pour capturer rapidement les lixiviats au sein de la décharge. Ce réseau est conçu de sorte que le lixiviat se drainera continuellement sans pendage et accumulation.

- **Canalisations de L'acheminement des Lixiviats**

De tuyauteries additionnelles sont installées pour transmettre les lixiviats recueillis de la décharge vers les sites centraux de stockage et de gestion. Le lixiviat est souvent extrait de la décharge en pompant le liquide {travers les tuyauteries d'acheminement placées le long de la plateforme, suivi par l'écoulement gravitaire {travers les unités de stockage et de traitement.

- **Les Réservoirs de Stockage**

La capacité totale de stockage de lixiviat est prévue pour une période de 30 jours de la capacité maximale de production estimée sur la durée de l'installation. Le stockage est généralement fourni par un double conteneur, au-dessus de la base des réservoirs de stockage, mais il peut comprendre les réservoirs de surface.

- **Système de Recirculation des Lixiviats**

Une partie de la quantité des lixiviats est souvent recyclée vers le corps de la décharge en utilisant un système de tuyauterie approprié. Cette pratique est appliquée afin d'atteindre le niveau d'humidité souhaitable et approprié pour les micro-organismes dans la décharge. En conséquence, les actions de dégradation biochimiques sont activées et/ou accélérées.

## **I.6. Les Paramètres Globaux qui Indiquent la Qualité du Lixiviat [18].**

- **La Demande Chimique en Oxygène (DCO)**

La demande chimique en oxygène (DCO) est la quantité d'oxygène consommée par les matières existant dans l'eau et oxydables dans des conditions opératoires définies. En fait la mesure correspond à une estimation des matières oxydables présentes dans l'eau, quelle que soit leur origine organique ou minérale (fer ferreux, nitrites, ammonium, sulfures et chlorures). Ce test est particulièrement utile pour l'appréciation du fonctionnement des stations de traitement. La DCO étant fonction des caractéristiques des matières présentes, de leurs proportions respectives, des possibilités de l'oxydation, etc. Il est bien évident que la

reproductibilité des résultats et leur interprétation ne pourront être satisfaisantes que dans des conditions de méthodologie bien définies et strictement respectées. Dans la technique, le rôle du catalyseur est de faciliter l'oxydation mais celle-ci n'est cependant pas totale en présence des composés organiques stables (urée, pyridine, dérivés aromatiques, etc.). La fiabilité de la technique est très discutée en présence de chlorures.

- **La Demande Biochimique en Oxygène (DBO<sub>5</sub>)**

La demande biochimique en oxygène (DBO<sub>5</sub>) est définie comme la quantité d'oxygène consommée dans les conditions de l'essai, c'est-à-dire après incubation durant 5 jours, à 20°C et dans l'obscurité, par certaines matières présentes dans l'eau, principalement pour assurer leur dégradation par voie biologique. La mesure de la quantité d'oxygène consommée est suivie dans une solutionensemencée ou non.

- **Température**

Il est important de connaître la température de l'eau avec une bonne précision. En effet celle-ci joue un rôle dans la solubilité des sels et surtout des gazes dans la dissociation des sels dissous donc sur la conductivité électrique dans la détermination du pH pour la connaissance de l'origine de l'eau et des mélanges éventuels etc. En outre cette mesure est très utile pour les études limnologiques et du point de vue industriel pour les calculs d'échanges thermiques d'une façon générale la température des eaux superficielles sont influencée par la température de l'air et ceci d'autant plus que leur origine est moins profond.

La mesure de la température est à effectuer sur le terrain. Il y a lieu de déterminer la température de l'air au même endroit et au même moment.

- **pH**

Le pH représente la concentration en ions hydronium H<sub>3</sub>O<sup>+</sup> (note simplement H<sup>+</sup>) dans le milieu c'est-à-dire la quantité des ions H<sup>+</sup> présent il varie [0-14] sur l'échelle. Le pH est une grandeur l'logarithmique ion pour définition  $\text{pH} = -\log [\text{H}_3\text{O}^+]$ .

- **Matières en Suspension (MES)**

La détermination des matières en suspensions dans l'eau s'effectue par filtration ou par centrifugation. La méthode par centrifugation est surtout réservée aux eaux contentent trop de matières colloïdales pour être filées dans de bonnes conditions, en particulier si le temps de

filtration est supérieure à une heure. Les deux méthodes ont leur inconvénient respectif lié à un certain nombre de facteurs. Quelle que soit la méthode choisie, il est nécessaire pour obtenir une reproductibilité satisfaisante de respecter rigoureusement les conditions opératoires et d'utiliser le même type de matériel. D'une façon générale les matières grossière en suspension doivent être préalablement éliminées par passage sur un tamis (module AFNOR 38) et les dépôts restant dans le flacon de prélèvement soigneusement repris. Il convient d'effectuer la détermination le plus rapidement possible après le prélèvement et de préférence sur la totalité de l'échantillon : Rincer le flacon de prélèvement pour éviter les pertes.

- **Conductivité**

La conductivité qui varie en fonction de la température est étroitement liée à la concentration des substances dissoutes et à leur nature. Or si les sels minéraux sont dans l'ensemble de bons conducteurs il ne faut pas perdre de vue que les matières organiques et colloïdales n'ont que peu de conductivité. En conséquence dans les cas des eaux résiduaires cette mesure ne donnera pas forcément une idée immédiate de la charge du milieu. Il sera alors préférable de mesurer la conductivité de l'eau (brute tamisée) selon la méthode par dilution pour cela se reporter à la technique décrite pour les eaux naturelles.

- **L'azote Ammoniacal ( $\text{NH}_4^+$ )**

La présence d'ammoniaque en quantité importante est l'indice d'une contamination par des rejets d'origine humaine ou industrielle. Les urines humaines ou animales contiennent en effet de grandes quantités d'urée qui se transforment rapidement en ammoniaque. Ce paramètre est souvent utilisé comme traceur des eaux usées domestiques. L'ammoniaque présente une forte toxicité pour tous les organismes d'eau douce sous sa forme non ionisée ( $\text{NH}_3$ ). La proportion de  $\text{NH}_3$  augmente en fonction croissante du pH et de la température.

- **Les Nitrates ( $\text{NO}_3^-$ )**

Les nitrates constituent le stade final de l'oxydation de l'azote. Leur présence dans l'eau, si la source est organique, atteste que l'autoépuration a joué. Ils proviennent du lessivage des engrais et des rejets urbains et industriels. Les nitrates sont l'un des éléments nutritifs majeurs des végétaux. Leur présence associée aux autres éléments nutritifs, stimule le développement

de la flore aquatique. Le développement excessif des végétaux aquatiques s'observe au-delà de 2 à 5 mg/l.

- **Les Nitrites (NO<sub>2</sub><sup>-</sup>)**

Les nitrites constituent le stade intermédiaire entre les ions ammonium (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) et les nitrates. Peu stable en rivière, on ne les rencontre que lorsqu'il existe un déséquilibre au niveau de l'oxygénation ou de la flore bactérienne de la rivière.

- **Les Métaux Lourds**

Libérés par les activités humaines au niveau des bassins versants (circulation automobile, artisans, bâtiments,...) et déposés sur les surfaces imperméabilisées, les métaux lourds sont ensuite lessivés par les eaux de ruissellement et entraînés dans les rivières par l'intermédiaire des réseaux d'eaux pluviales.

Les métaux sont généralement rencontrés à l'état de trace dans les eaux réceptrices en partie du fait de leur faible solubilité et de la sédimentation des matières en suspension sur les quelles est adsorbée la plus grande partie de ces métaux.

En revanche, les sédiments jouent le rôle de véritable piège à métaux. On estime ainsi que plus de 95 % des métaux lourds rejetés dans les milieux aquatiques se retrouvent rapidement dans les sédiments et s'y concentrent dans les premiers centimètres. Huit métaux ont été recherchés dans les sédiments, le chrome, le plomb, le zinc, le cuivre, le nickel, le mercure, le sélénium, le cadmium et l'arsenic.

### **I.7. Principaux Facteurs Influençant sur la Production des Lixiviats**

Le lixiviat provient de l'eau du déchet, des précipitations météoriques et des eaux Provenant de la nappe phréatique [19]. Leur intensité gouverne le volume du lixiviat produit. La composition qualitative et quantitative du lixiviat dépend des pluies, de la couverture de la décharge, de la topographie du site, du taux de compactage, de la teneur en eau des déchets ou capacité au champ, du mode de comblement et de la température [20]. (Dennery, 1987). Cependant, selon Ket (1982), 20 % des précipitations conduisent à la production des lixiviats. Alors que Spemann (1980) a trouvé des pourcentages différents en fonction de l'état de compaction des déchets, 15 à 25 % des pluies forment du lixiviat pour les Décharges

compactées et 25 à 50 % dans le cas d'une décharge non compactée. Enfin, on notera que généralement l'étude qualitative et quantitative d'une décharge est très délicate et diffère d'une décharge à une autre suite à la présence de plusieurs mécanismes biologiques et physico-chimiques qui gèrent la production des lixiviats au sein d'une décharge.

## **I.8. Procédés de Traitement des Lixiviats**

### **I.8.1. Les Méthodes Biologiques**

Grace à sa fiabilité, sa simplicité et non rapport cout-efficacité élevé, le traitement biologique est couramment utilisé pour le traitement de la majeure partie du lixiviat contenant des concentrations élevées de DBO [21-22]. La biodégradation des composés organiques est effectuée par le biais de micro-organismes pour donner du dioxyde de carbone et des boues, dans les conditions aérobies, et du biogaz (un mélange composé principalement de CO<sub>2</sub> et CH<sub>4</sub>) dans les conditions aérobies [23]. Les traitements biologiques se sont révélés très efficaces pour éliminer les matières organiques et azotées des jeunes lixiviats lorsque le DBO/DCO a une valeur élevée (>0,5). Avec le temps, la présence importante de composés réfractaires (principalement des acides humiques et fulviques) tend à limiter l'efficacité du processus.

- **Traitement Aérobie**

Les traitements biologiques aérobies font appel aux micro-organismes naturellement présents dans le milieu naturel pour dégrader les polluants présents. L'apport d'oxygène peut être naturel (le vent ou système de cascade) dans les petites installations de lagunage ou artificiel (turbine ou diffusion de microbulles) et dans les stations d'épuration de type « boues activées ».

Les bactéries peuvent être libres (boues activée, lagunage) ou fixées (lit bactérien, filtres plantes, filtres à sable, bio-filtre) ou même sous forme de biodisques, même si les processus aérobies se sont révélés efficaces pour l'élimination des polluants organiques et de l'ammoniac, beaucoup d'inconvénients nous mènent à se concentrer sur d'autres technologies.

Parmi ces inconvénients on cite :

- la demande d'une grande période d'aérobie ;
- la haute demande énergétique et l'excès de la production de boues ;

-une inhibition microbienne due à la haute teneur en azote ammoniacal [23].

- **Traitement Anaérobies**

Contrairement au traitement aérobie, la digestion anaérobie consomme peu d'énergie et produit très peu de matières solides. En outre il est possible d'utiliser le  $\text{CH}_4$  produit pour réchauffer le digesteur qui travaille habituellement à  $35^\circ\text{C}$ . Le principal inconvénient de ce procédé est sa sensibilité aux substances toxiques

## **I.8.2. Les Méthodes Physico-Chimiques**

- **Flottation**

Pendant de nombreuses années, la flottation a été largement utilisée, elle est basée sur l'élimination des colloïdes, des ions, des macromolécules, des micro-organismes et des fibres cependant, jusqu'à ce jour, très peu d'études ont été consacrées à l'application de la flottation pour le traitement des lixiviats.

- **Coagulation-Flottation**

La coagulation flottation peut être utilisée avec succès dans le traitement des vieux lixiviats Elle est largement utilisée comme un prétraitement avant l'osmose inverse ou avant les procédés biologiques ou encore comme la dernière étape de traitement afin d'éliminer la matière organique bio-récalcitrante.

Le sulfate d'aluminium, le sulfate ferreux, le chlorure ferrique et le chloro-sulfate ferrique ont été couramment utilisés comme coagulants .Cependant, Ce procédé présente certains inconvénients comme la production d'une grande quantité de boues et la diminution de la concentration de l'aluminium ou du fer d'une grande quantité de boues et la diminution de la concentration de l'aluminium ou du fer dans la phase liquide.

- **Précipitation Chimique**

Grace à son efficacité, sa simplicité et les équipements peu coûteux utilisés, la précipitation chimique a été utilisée pour l'élimination des composés organiques bio-récalcitrants, de l'azote ammoniacal et des métaux lourds à partir des lixiviats Au cours de la précipitation chimique, les ions dissous dans la solution se transforment en composés insolubles par des réactions chimiques. De la même manière, les métaux présents dans la solution précipitent sous forme d'hydroxydes. La struvite (phosphate d'ammonium magnésien(MAP)) ou la chaux

sont généralement employées comme précipitant en fonction de la nature de la cible ( $\text{NH}_3\text{-N}$  ou métaux lourds).

Les inconvénients de la précipitation chimique sont : la forte dose de précipitant nécessaire, la sensibilité du processus au pH, la production de boues et la nécessité de poursuivre l'élimination des boues.

- **L'adsorption**

L'adsorption des polluants sur charbon actif, en colonne ou sous forme de poudre, donne un bon taux d'abattement de la DCO par rapport aux méthodes chimiques et ce quelle que soit la concentration initiale de la solution en matière organique. Selon plusieurs travaux, le procédé d'adsorption sur charbon actif a été utilisé en conjonction avec des procédés biologiques pour le traitement des lixiviats. Les principaux inconvénients de ce procédé sont la nécessité de régénérer fréquemment les colonnes ainsi que la forte consommation de charbon actif.

### **I.8.3. Méthodes Membranaires**

- **La Nanofiltration**

En raison de ses propriétés uniques entre l'ultrafiltration et l'osmose inverse, la nanofiltration a montré ses preuves dans l'élimination des composés organiques récalcitrants et des métaux lourds provenant des lixiviats. Ce procédé a la capacité d'éliminer les particules d'un poids moléculaire supérieur à 300Da ainsi que les substances inorganiques par le biais des interactions électrostatiques entre les ions et les membranes. La nanofiltration utilise généralement des membranes en polymère moléculaire de coupure entre 200et2000 Da .Elle a été utilisée en combinaison avec des méthodes physiques et il s'est avéré que les résultats obtenus sont satisfaisants. En effet, le taux d'abattement de la DCO obtenu est de l'ordre de 70-80%.

Toutefois, la réussite de la technologie des membranes nécessite un bon contrôle contre le colmatage. En effet, lors du traitement des lixiviats, les composés présents dans la matrice comme la matière organique et inorganique dissoute et les particules en suspension peuvent colmater la membrane.

- **L'osmose Inverse**

L'osmose inverse semble être l'une des méthodes les plus prometteuses dans le traitement des lixiviats. En effet, plusieurs études effectuées à la fois à l'échelle du laboratoire et à l'échelle industrielle ont montré l'efficacité de ce procédé dans l'élimination des contaminants présents dans les lixiviats. Les taux d'abattement de la DCO et des métaux lourds sont respectivement supérieurs à 98 et 99%. A partir de 1984, les modules tubulaires et spiraux ont été les premiers utilisés pour le traitement des lixiviats.

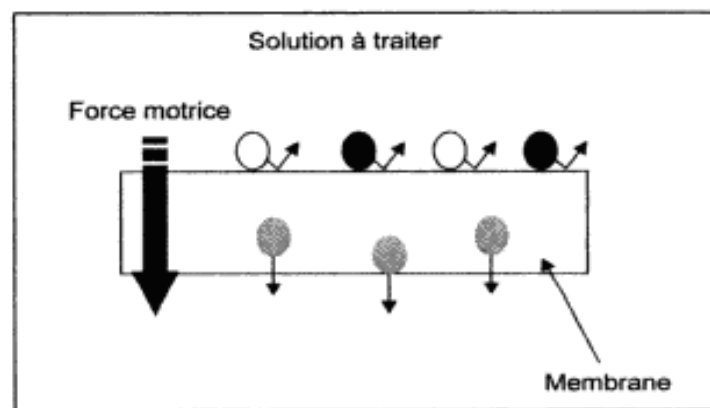
Une technologie innovante a été introduite sur ce marché en 1988 avec un grand succès, c'est le disque-tube-module (DT-module).

En dépit de ses avantages, l'osmose inverse présente plusieurs inconvénients qui sont : la faible rétention des petites molécules qui passent à travers la membrane et la possibilité de dépôt de substances dissoutes ou en suspension à la surface externe de la membrane. Autre limitation de l'osmose inverse est la forte consommation d'énergie.

## II.1 Les Procédés de Filtration Membranaire Appliqués au Traitement des Eaux

### II.1.1. Les Différents Types des Membranes de Filtration

D'une façon générale, une membrane peut être définie comme une barrière séparant deux compartiments et permettant le passage préférentiel d'au moins une espèce parmi les autres sous l'action d'une force de transfert figure II-1. Les procédés membranaires vont permettre de concentrer, purifier ou fractionner une solution en contrôlant et en orientant les échanges de matière à travers la barrière sélective que constitue la membrane. Dans le cas des procédés de filtration baromembranaire, la force de transfert nécessaire à la réalisation de la séparation est une différence de pression hydrostatique appliquée de part et d'autre de la membrane. Il existe une grande diversité de membranes qui se différencient les unes des autres, leur structure et leur géométrie. Les caractéristiques chimiques et structurales de ces matériaux leur confèrent des performances de séparation clairement identifiées les rendant ainsi aptes à réaliser des séparations spécifiques dans divers secteurs de l'industrie (traitement des eaux usées, des effluents industriels, des fluides alimentaires...).



**Figure II-1.** Représentation schématique d'une membrane permselective.

### II.1.2. Classification des Membranes

#### II.1.2.1. Classification D'après la Nature Chimique

Les membranes utilisées dans les procédés de filtration baromembranaire peuvent être de nature organique ou minérale. Historiquement, les membranes organiques sont les premières à avoir fait leur apparition sur le marché. On distingue généralement :

- Les membranes possédant de 1<sup>ère</sup> génération à base d'acétate de cellulose [24]. Ce sont des matériaux possédant de bonnes propriétés de perméabilité mais qui souffrent de conditions limites d'utilisation relativement contraignantes en raison de leur sensibilité à l'hydrolyse chimique ; leur utilisation est limitée à une gamme de pH, allant de 3 à environ 7 et à des applications pour les quelles la température n'excède pas 50°C.
- Les membranes dites de 2<sup>ème</sup> génération qui sont constituées de polymères de synthèse ; parmi les polymères les plus utilisés on rencontre, entre autres, les polysulfones, polyamides aromatiques, polyimides, polyethersulfones.... [25]. Les membranes polymériques, possédant des résistances chimique et thermique supérieurs aux membranes cellulosiques tableau II.1, ont permis d'étendre la technologie de la filtration membranaire à différents secteurs industriels, et par conséquent d'augmenter significativement le nombre des applications des procédés membranaires [26, 27].

**Tableau II.1.** Gamme (pH, température) de quelques membranes organiques d'après [25]

Matériaux	Température max. de travail (°C)	Gamme de pH
Acétate de cellulose	30-40	3-8
Polyamide aromatique	60-80	2-11
Polysulfone	60-100	1-13
polyfluorure de vinylidène	130-150	1-13
Polyacrylonitrile	60	1-10

La résistance chimique des membranes organiques vis-à-vis des solvants organiques est d'une manière générale très limitée. Il est donc nécessaire de vérifier la compatibilité des membranes avec ces solvants auprès du fournisseur. Il est également essentiel de connaître leur tolérance aux agents chlorés fréquemment recommandés dans les cycles de nettoyage chimique des membranes (le nettoyage chimique est une opération consistant à éliminer les espèces accumulées à la surface de la membrane et responsables d'une diminution de la perméabilité de la membrane) afin de définir un protocole strict permettant une élimination

efficace du colmatant tout en préservant le matériau membranaire (ainsi que le procédé lui-même, en général en acier inoxydable) [28].

- Les membranes inorganiques ne sont apparues que plus récemment sur le marché. Elles sont constituées à base de matériaux céramiques tels que l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), le dioxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) ou le dioxyde de zirconium ( $\text{ZrO}_2$ ). Elles sont, d'une manière générale plus résistantes mécaniquement, chimiquement et thermiquement [29, 30] que leurs concurrentes organiques (tableau II.2). Ceci justifie leur utilisation dans des applications mettant en jeu des milieux « agressifs » et non aqueux [31]. Les membranes céramiques ne sont par ailleurs pas sensibles aux agents oxydants ce qui facilite grandement leur nettoyage par voie chimique (tout en accroissant leur durée de fonctionnement). Enfin, elles peuvent être stérilisées à la vapeur sans altération de leur structure. Ce dernier point les rend très attractives dans certaines branches du secteur.

**Tableau II.2.** Gamme d'utilisation (pH, température) des membranes inorganiques.

Matériaux	Température max. de travail (°C)	Gamme de pH
$\text{Al}_2\text{O}_3$	>900	1-14
$\text{TiO}_2$	350	
$\text{ZrO}_2$	400	

### II.1.2.2. Classification D'après le Mécanisme de Séparation

Les mécanismes de séparation dans les membranes sont complexes et encore partiellement compris. Les processus qui jouent un rôle dans la séparation membranaire sont : le tamisage, la friction sur les parois des pores des membranes, la diffusion dans le matériau membranaire ou dans les pores des membranes, les forces de surface répulsives ou attractives, notamment la répulsion électrostatique. La classification la plus répandue des membranes d'après le mécanisme de séparation est la suivante :

- Membranes poreuses (microfiltration (MF), ultrafiltration (UF), nanofiltration (NF)), où les effets de tamisage et de friction jouent des rôles importants mais où les forces de surface peuvent aussi jouer un rôle important comme en NF; les pores peuvent

être subdivisés en plusieurs catégories :

Macropores – plus grands que 50 nm (MF, UF);

Mésopores – 2 à 50 nm (UF);

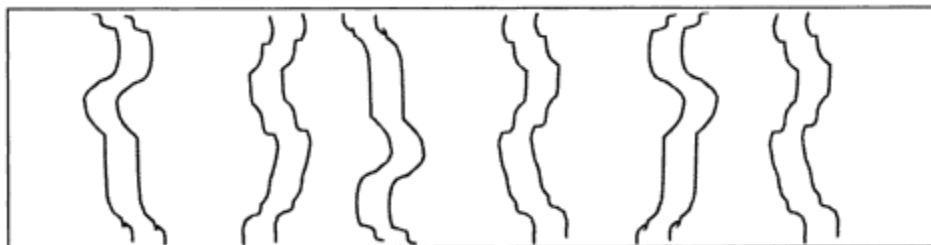
Micropores – plus petits que 2 nm (NF).

- (perméation de gaz, pervaporation, osmose inverse (OI)); ces membranes peuvent être considérées Membranes non poreuses comme des milieux denses où la diffusion des espèces a lieu dans les volumes libres situés entre les chaînes moléculaires du matériel de la membrane;
- Membranes échangeuses des ions. Ces types de membranes considérées comme un type spécial de membranes non poreuses, consistant dans des gels denses ayant une charge positive (échangeuses des anions) ou négative (échangeuses des cations).

### II.1.2.3. Classification D'après la Morphologie

Les membranes peuvent être classées en fonction de leur structure :

- Membranes à structure symétrique (Figure II-2): ces membranes denses ou poreuses ont la même structure sur toute leur épaisseur (structure isotrope);



**Figure II -2.** Représentation schématique d'une membrane symétrique

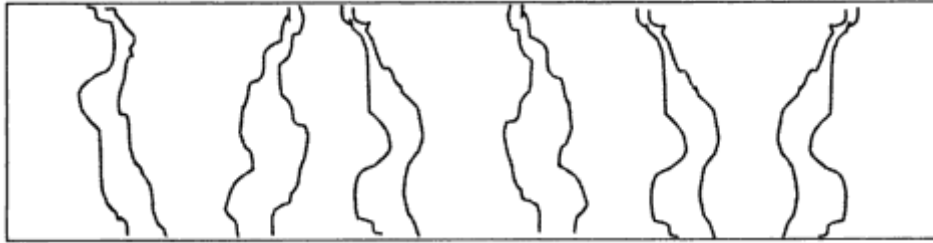
- Membranes à structure asymétrique (Figure II -3): la structure de la membrane varie d'une couche à une autre (membranes anisotropes); on peut distinguer deux sous-types de membranes asymétriques :

Les membranes préparées à partir du même matériau (membrane polymérique préparée par inversion de phase par exemple);

Les membranes composites : ce sont des membranes constituées principalement de deux couches :

La peau : une couche de très faible épaisseur en contact direct avec l'eau à traiter. Cette couche donne à la membrane sa sélectivité;

La couche support : une couche plus épaisse, d'une perméabilité beaucoup plus grande, qui supporte la peau et confère à la membrane sa résistance mécanique.



**Figure II -3.** Représentation schématique d'une membrane asymétrique

Il faut remarquer que toute la communauté scientifique ne s'entend pas sur cette classification. Par exemple, certains auteurs considèrent que les membranes céramiques sont des membranes asymétriques.

#### **I.1.2.4. Classification D'après la Géométrie de Préparation des Membranes**

Les membranes peuvent être classées en fonction de la forme sous laquelle elles sont fabriquées :

- Membranes planes;
- Membranes cylindriques : membranes tubulaires (ayant le diamètre interne plus grand que 3 mm); fibres creuses (ayant le diamètre plus petit que 3 mm).

La forme des membranes conditionne la manière dont elles sont assemblées pour fabriquer des modules. Dans un procédé de séparation membranaire, la surface de filtration est organisée en modules qui peuvent être de différentes géométries :

##### **- Module Plan**

Le système utilise des membranes sous forme de feuilles. Il s'agit du type de configuration le plus simple. La surface filtrante reste toutefois faible par rapport à l'encombrement.

##### **- Module Tubulaire**

Il est constitué d'un support poreux percé d'un ou de plusieurs canaux que tapisse la couche active de la membrane. Le fluide à traiter circule à l'intérieur des canaux. Le rétentat (concentrat) est collecté à l'extrémité des canaux tandis que le perméat (filtrat) traverse transversalement la membrane.

**- Fibre Creuse**

Les fibres sont des tubes auto-supportés de diamètre intérieur de l'ordre du mm dont la paroi interne ou externe constitue la couche active de la membrane. Elles sont alignées parallèlement dans une cartouche, récupérateur de perméat (mode peau interne) ou de rétentat (mode peau externe).

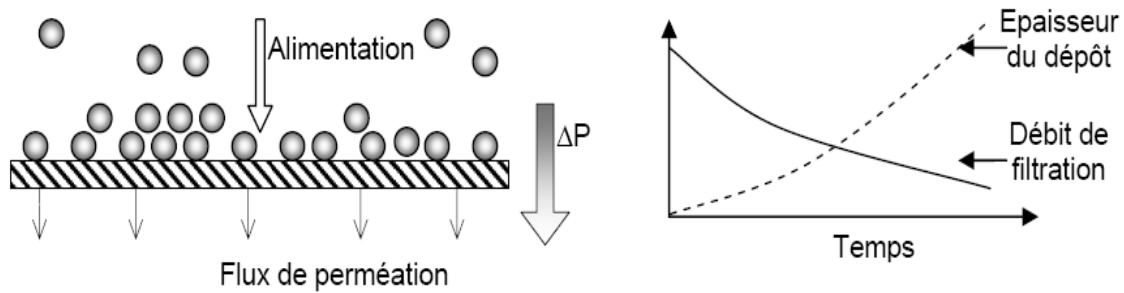
**- Module spiralé**

Une ou plusieurs membranes planes sont enroulées autour d'un tube poreux et creux destiné à collecter le perméat. Ce type de module permet d'obtenir des surfaces filtrantes importantes pour un faible encombrement et un coût peu élevé. C'est une solution typiquement choisie dans l'industrie agro-alimentaire pour le traitement de fluides clarifiés.

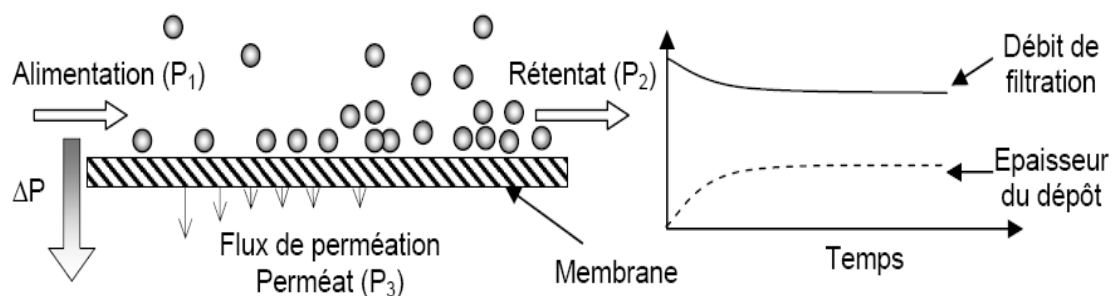
**II.1.3. Les Procédés de Filtration Membranaire et Leurs Applications****II.1.3.1. Filtration Frontale et Tangentielle**

Il existe deux modes de filtration selon la direction de l'écoulement de la solution d'alimentation par rapport à la surface de la membrane. Lorsque la solution d'alimentation arrive perpendiculairement à la surface de la membrane, il s'agit d'une filtration frontale figure II-4. La deuxième mode de filtration, la filtration tangentielle figure II-5, le flux d'alimentation parallèle à la surface de la membrane. Dans ce cas on distingue trois courants, la solution d'alimentation, le rétentat (appelé aussi concentrât) et le perméat.

La plupart des procédés de filtration mis en œuvre actuellement le mode tangentiel. La filtration tangentielle présente l'avantage de limiter la formation de dépôt sur la membrane grâce au cisaillement créé par l'écoulement tangentiel du fluide sur la surface de la membrane [28]. La filtration frontale principalement utilisée dans l'industrie pour éliminer les métaux lourds par précipitations des cations métalliques sous forme de boues d'hydroxydes.



**Figure II-4.** Présentation du fonctionnement de la filtration frontale.



**Figure II -5.** Principe de fonctionnement de la filtration tangentielle.

### II.1.3.2. Grandeurs Usuelles

Les grandeurs physiques les plus couramment utilisées lorsque l'on traite des procédés de filtration membranaire sont les suivantes :

- La pression de travail ou pression transmembranaire ;
- Le débit volumique ;
- Le flux volumique ;
- La perméabilité hydraulique ;
- Le facteur de réduction volumique ou facteur de concentration volumique ;
- Le taux de rétention d'une espèce ;
- Le seuil de coupure
- La sélectivité.

- **La Sélectivité d'une Membrane**

La sélectivité d'une membrane pour une substance donnée dépend de sa nature et de sa structure, de l'environnement chimique à proximité de la membrane et des propriétés de la

substance à séparer. La sélectivité s'exprime par un taux de rétention TR ou par un facteur de sélectivité [32] :

$$TR = 1 - \frac{C_{SP}}{C_{SA}} \dots\dots\dots (II - 1)$$

$C_{SP}$  : concentration de la solution de perméat ;

$C_{SA}$  : concentration de la solution d'alimentation.

Il y a deux valeurs particulières du TR (valeurs exprimées en pourcentages) :

- $TR = 0\%$  signifie que le soluté n'est pas du tout retenu par la membrane;
- $TR = 100\%$  signifie que le soluté est entièrement retenu par la membrane.

La transmission est définie comme l'inverse du taux de rétention.

- **Le Seuil de Coupure**

Une autre caractéristique très utilisée est le seuil de coupure (SC). Le SC d'une membrane est la masse molaire du plus petit composé modèle retenu à 90 % par la membrane. Donc plus le SC d'une membrane est faible et plus cette membrane peut retenir de petites molécules ou colloïdes. Le seuil de coupure est mesuré en Da ou kDa (1 Da = 1 g/mole). Le SC est relié principalement à la taille de pores de la membrane, mais aussi il est beaucoup influencé par la forme de la molécule à filtrer, par sa charge, par son degré d'hydratation, le pH et le pouvoir ionique de la solution à filtrer, la pression d'opération et le flux de perméation, l'élasticité et la charge de la membrane. C'est pour ces raisons qu'il existe de grandes différences entre les SC rapportés par les compagnies manufacturières de membranes et ceux observés dans la pratique, étant donné que ces compagnies donnent rarement les conditions de la mesure du SC. De plus, les SC peuvent être qualifiés comme nominal, apparent, moyen ou encore absolu [33]. Même si le caractère du SC reste très relatif, ce paramètre est beaucoup utilisé dans la pratique, car il permet de situer au moins grossièrement les membranes entre elles.

- **Perméabilité d'une Membrane (A)**

La perméabilité (A) d'une membrane est une caractéristique intrinsèque de la membrane qui dépend de sa structure. De façon pratique, la perméabilité peut être définie comme étant le rapport entre le flux de perméation ( $J_P$ ) et la pression transmembranaire effective ( $\Delta P_m$ ) :

$$A = \frac{J_p}{\Delta P_m} \dots\dots\dots (II-2)$$

Le flux de perméation (appelée aussi vitesse de perméation) est un débit de perméation unitaire, c'est-à-dire, le rapport entre le débit volumétrique de perméation ( $Q_p$ ) et la surface effective de la membrane ( $S$ ) :

$$J_p = \frac{Q_p}{S} \dots\dots\dots (II-3)$$

En remplaçant le flux de perméation  $J_p$  défini par l'équation, dans l'équation, on obtient :

$$A = \frac{Q_p}{S \Delta P_m} \dots\dots\dots (II-4)$$

En pratique, la perméabilité d'une membrane, est déterminée comme la pente de la droite  $J_p$  en fonction de  $\Delta P_m$ .

Il faut mentionner qu'il existe des différences significatives de perméabilité entre divers coupons d'une même feuille de membrane à cause des irrégularités de fabrication. Pour cette raison, c'est la perméabilité moyenne qui est utilisée pour caractériser une membrane. Si l'on considère que la membrane est un milieu poreux, la perméabilité  $A$  peut être reliée à la géométrie de pore considérée (cylindre ou en feuillet) à partir de l'équation de Hagen-Poiseuille :

Pores cylindriques  $J_p = A \Delta P = \frac{r_p^2}{8\eta(\Delta x/A_k)} \Delta P \dots\dots\dots (II-5)$

Pores en feuillets  $J_p = A \Delta P = \frac{r_p^2}{3\eta(\Delta x/A_k)} \Delta P \dots\dots\dots (II-6)$

Où  $r_p$  représente le rayon de pore moyen (pores cylindriques) ou la demi-largeur moyenne (pores en feuillets) des pores tandis que  $\Delta x/A_k$  représente le rapport épaisseur sur porosité de la membrane.

### **II.1.3.3. Les procédés de Filtration Membranaire**

#### **II.1.3.3.1. Microfiltration**

Est un procédé de séparation solide / liquide qui met en œuvre des membranes dont les diamètres de pores sont compris entre 0,1 et 10  $\mu\text{m}$ . Il permet donc la rétention des particules en suspension ou des bactéries.

#### **II.1.3.3.2. Ultrafiltration**

Utilise des membranes microporeuses dont les diamètres de pores sont compris entre 1 et 100 nm. De telles membranes laissent passer les petites molécules (eau, sels) et arrêtent les molécules de masse molaire élevée (polymères, protéines, colloïdes) [34]. Le seuil de coupure est décrit par la masse moléculaire maximale des composés susceptibles de traverser la membrane pour les membranes d'ultrafiltration. Le seuil de coupure s'exprime alors en unité de poids moléculaire, le Dalton ( $1\text{D} = 1 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$ ). Cette appellation est expliquée par l'étalonnage des membranes d'ultrafiltration, qui se fait grâce à des protéines et des sucres purifiés de poids moléculaires bien connus. Par ailleurs, l'utilisation du poids moléculaire plutôt que d'une mesure métrique des pores dans l'ultrafiltration est justifiée par le fait que d'autres paramètres que la taille entrent en jeu. C'est par exemple le cas de la couche de polarisation qui est plus grande que la taille des pores. Pour passer au travers du pore, le composé doit également franchir les interactions avec la couche de polarisation.

#### **II.1.3.3.1. Nanofiltration**

Permet la séparation de composants ayant une taille voisine de celle du nanomètre. Les sels ionisés monovalents et les composés organiques non ionisés de masse molaire inférieure à 200 - 250  $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$  ne sont pas retenus par ce type de membrane. Les sels ionisés multivalents (calcium, magnésium, aluminium, sulfates...) et les composés organiques non ionisés de masse molaire supérieure à environ 250  $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$  sont, par contre, fortement retenus [34].

#### **II.1.2.3.1. Osmose Inverse**

Le phénomène d'osmose est un phénomène naturel courant (membranes cellulaires) qui tend à équilibrer la concentration en solutés de part et d'autre d'une membrane semi-perméable laissant passer le solvant. La différence de concentration crée une pression, appelée Pression osmotique. Le soluté traverse alors la membrane vers la solution la plus concentrée afin de la diluer et donc équilibrer les concentrations. Dans l'osmose inverse, pour inverser le passage

du solvant et augmenter la différence de concentration, il faut appliquer une pression supérieure à la pression osmotique.

#### **II.1.4. Description de L'interface Membrane - Solution**

##### **II.1.4.1. Origine de la Charge de Surface d'une Membrane**

La plupart des membranes, qu'elles soient organiques ou inorganiques acquièrent une charge de surface lorsqu'elles sont mises en contact avec un milieu polaire tel qu'une solution aqueuse. L'origine de cette charge peut provenir du caractère acide ou basique des groupements de surface (membranes organiques possédant par exemple, des groupes aminés, carboxyliques ou sulfoniques) ou des propriétés amphotères des sites de surfaces. Dans certains cas la nature amphotère des membranes en céramique peuvent mener à l'adsorption préférentielle d'un composant particulier et améliorer ainsi les rétentions figure II-6 (fonctions hydroxyles à la surface des oxydes métalliques constituant les membranes céramiques). L'adsorption d'espèces chargées (ions, poly électrolytes, surfactant ioniques) à la surface du matériau membranaire peut également être responsable de la charge de la surface ou tout du moins y contribuer. La charge de surface d'une membrane dépend donc non seulement de la nature chimique du matériau membranaire mais également de l'environnement physico-chimique dans lequel la membrane fonctionne [35].

#### **II.1.5. Phénomènes Limitant le Transfert de Matière**

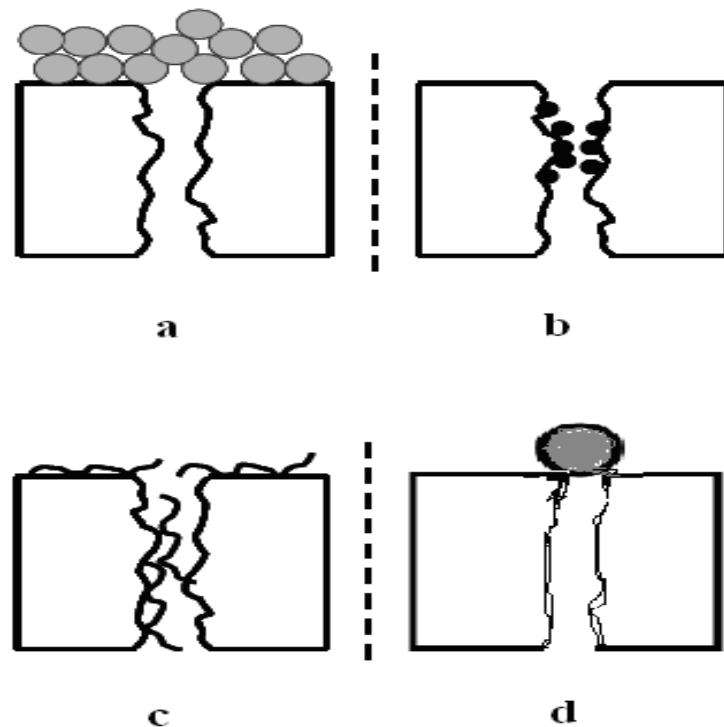
##### **II.1.5.1. Colmatage**

Le colmatage des membranes est le problème le plus aigu des problèmes rencontrés en filtration membranaire des eaux. Ce sujet a fait l'objet de nombreux travaux de recherche portant sur la modélisation du colmatage [36], sur les indicateurs de colmatage [37] ou sur les mécanismes de colmatage [37].

Les phénomènes responsables du colmatage d'une membrane peuvent se produire sur la surface externe de la membrane ou bien à l'intérieur des pores. On distingue en général les différents types de colmatage suivant [39, 40, 41]

- Par formation d'un gâteau (figure II -8-a) : il s'agit d'un empilement de particules à la surface de la membrane ; ce type de colmatage par dépôt de surface est en général réversible [39, 40] c'est-à-dire qu'il peut être éliminé par rinçages à l'eau, on réalise ce lavage à contre courant.

- Par bouchage des pores (figure II -8-b): si la taille des particules est suffisamment faible par rapport à celle des pores, celles-ci vont rentrer à l'intérieur des pores et les boucher progressivement [39].
- Par adsorption (figure II-8-c): l'adsorption est un phénomène irréversible dû aux interactions physico-chimiques entre le soluté et la membrane.
- Par blocage des pores (figure II -8-d): il s'agit d'une obstruction mécanique des pores conduisant à une diminution du nombre de pores disponibles de la membrane [39].



**Figure II - 8.** Différentes formes de colmatage (a)- formation d'un gâteau, (b)- bouchage des pores, (c)- adsorption, (d)- blocage des pores.

### II.1.5.2. Polarisation de Concentration

La couche de polarisation de la concentration est formée de solutés (cations mono et divalents) et colloïdes accumulés dans la couche limite de concentration située entre la surface de la membrane et la masse du fluide à filtrer (cœur de l'écoulement). Cette couche est l'effet d'un état d'équilibre qui se forme entre l'écoulement par convection vers la membrane et le rétro-transport dû aux différents processus.

Pour les espèces retenues par la membrane, la concentration à la surface de la membrane est donc plus élevée que dans le cœur de l'écoulement. Plus le flux de perméation est élevé par rapport à la vitesse de rétro-transport vers le cœur de l'écoulement, et plus la concentration à

la surface de la membrane est élevée. Le balayage de la surface de la membrane accélère le rétro-transport et réduit donc la concentration à la surface de la membrane.

La polarisation de la concentration, et donc l'augmentation de la concentration à la surface de la membrane, a plusieurs effets négatifs. Cela réduit le taux de séparation observé. Cela facilite le colmatage des membranes en déplaçant les équilibres d'adsorption vers des conditions plus propices à un plus grand dépôt à la surface des membranes. La présence de la couche de polarisation de la concentration a aussi comme effet d'augmenter le gradient de pression osmotique de part et d'autre de la membrane. La pression osmotique peut être estimée par la relation suivante [37]:

$$\Delta\Pi = \frac{\nu C_s RT}{M}$$

La pression osmotique est d'autant plus forte que la masse molaire,  $M$ , est faible et que la concentration du soluté,  $C_s$ , est élevée. À concentration égale, les solutés de faible masse molaire comme les sucres simples, les peptides ou l'urée vont exercer des pressions osmotiques beaucoup plus fortes que les solutions colloïdales. Mais dans les eaux douces de surfaces, les concentrations en sels dissous et en molécules de faibles masses molaires sont relativement faibles. L'effet osmotique ne devrait donc pas être très prononcé mais cela reste à vérifier.



## Introduction

Dans cette partie expérimentale, nous précisons :

1. Origine et composition des lixiviats
2. Récupération et conservation des échantillons
3. les méthodes expérimentales employées pour la caractérisation des lixiviats.
4. le matériel utilisé en filtration membranaire.
5. les méthodes de suivi de l'évolution des lixiviats

### III.1. Prélèvement de l'échantillon

Les lixiviats étudiés provient du centre d'enfouissement technique le site est situé à ouled ameur commune de sour, ce centre qui a ouvert ces port en 10 novembre 2010. Le CET est composé de une clôture+ 01 casier d'une volume de 100,000m<sup>3</sup>+ un pont de bascule +un abri des engins, une administration+ un atelier d'entretien +un hanger de tri , il concerne 07 communes sachant qu'il a reçue plus 52414 Tonnes de déchets réceptionnés au CET durant l'année 2013, la quantité de déchets réceptionnés au CET durant l'année 2012 est 42889Tonnes, la quantité de déchets réceptionnés au CET durant l'année 2011 est 34150Tonnes avec une moyenne Journalière qui varie entre 100T/J et 160T/J pour la commune de Sour ,les déchets autorisés sont compris dans la dénomination de 1casier d'une déchets solides urbains, bien que la qualité des déchets enfouis influes sur la qualité du lixiviat d'autres paramètres ont leur rôle dans la formation du lixiviats comme la nature du drainage et la pluviométrie et pour cette raison la nous avons prélevé les lixiviats durant trois périodes différente de l'année ( février , avril, mai) ,les lixiviats son récupérés à la sortie des casier dont la quantité destiné au traitement était environ 30L par contre le lixiviat destiné vers l'analyse (durant le suivit de l'évolution sont conservé dans des flacons en polyéthylène tenus au frais pendant le transport.

### III.2. Conservation des échantillons

Ces lixiviats sont ensuite stockés au réfrigérateur à 4°C de manière à limiter toute activité biologique. Les analyses des paramètres globaux sont réalisées dès réception des lixiviats. L'étude de la Matière Organique et de son fractionnement est quant à elle effectuée le plus rapidement possible de manière à limiter une éventuelle évolution des effluents. En effet, le lixiviat provient d'un milieu anaérobie mais n'est ni conservé ni traité dans ces conditions, il n'est donc pas exclu que de légères transformations de la matière organique se produisent durant la phase de transport ou de stockage. Or, bien que la

matière organique du lixiviat soit constituée de composés considérés comme réfractaires à l'oxydation, [38] a montré qu'après 15 jours de stockage au contact de l'air, le COD pouvait diminuer de 9%.

### III.3. Mesure des paramètres globaux

#### III.3.1. Mesure de pH

Le potentiel hydrogène (pH) mesure la concentration en ions  $H^+$  dans la solution. Ce paramètre caractérise un grand nombre d'équilibres physico-chimiques et dépend de facteurs multiples. Des mesures du pH sont effectuées en utilisant un pH-mètre model PHSJ-3F. L'étalonnage est effectué à l'aide de solutions tampons de pH 6 et 10 à 20°C. La précision sur la mesure donnée par le constructeur est de  $\pm 0,1$  unité pH.

#### III.3.2. Spectrophotométrie UV-visible

La spectrophotométrie UV-visible est utilisée pour doser les molécules présentes en solution lorsque celles-ci sont capables d'absorber des photons dans la gamme de longueurs d'onde 200nm - 800nm. Cette technique sera utilisée pour déterminer les concentrations des nitrates et nitrites dans les lixiviats. Le spectrophotomètre utilisé au cours de ce travail est l'Optizen 2120UV. Ce sont des spectrophotomètres à double faisceaux : une source de lumière blanche émet un rayon lumineux ; celui-ci passe dans un monochromateur permettant de sélectionner une longueur d'onde, puis est séparé en deux faisceaux. L'un est dirigé vers la cuve de référence contenant seulement du solvant, l'autre traverse l'échantillon à analyser.

Deux photorécepteurs permettent de mesurer l'intensité lumineuse de chaque faisceau.

L'absorbance  $A$  de la solution est ensuite calculée à partir de l'équation (III-1).

$$A = -\ln_{10}\left(\frac{I_0}{I}\right) \dots \dots \dots (III-1)$$

Avec :

$I_0$ : est l'intensité du faisceau de référence ; et  $I$  : l'intensité transmise du faisceau traversant l'échantillon.

La concentration en colorant est déduite de l'absorbance à l'aide de la loi de Beer- Lambert

$$A = \varepsilon . l . C \dots \dots \dots (III-2)$$

Avec :

$\varepsilon$ : le coefficient d'extinction molaire, propre à chaque élément en ( $L.mol^{-1}.cm^{-1}$ ) ;

$l$ : (cm) la longueur de flamme traversée en (cm) ; La quantité  $\varepsilon.l$  est déterminée par un étalonnage aux longueurs d'onde  $\lambda$  sélectionnées avant chaque série de mesure.

Les détecteurs de spectrophotomètre utilisés sont saturés pour une absorbance supérieure à certaines valeurs : il est donc nécessaire de diluer les échantillons les plus concentrés avant leur dosage.

### III.3.3. Demande Chimique en Oxygène (DCO) [39]

#### *Principe*

La DCO (Demande Chimique en Oxygène) exprime la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder la matière organique (biodégradable ou non) d'une eau. Ce paramètre offre une représentation plus ou moins complète des matières oxydables présentes dans l'échantillon (certains hydrocarbures ne sont, par exemple, pas oxydés dans ces conditions).

Les matières seront oxydées par un excès de bichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ), en milieu acide ( $H_2SO_4$ ), et à ébullition, en présence de sulfate d'argent ( $Ag_2SO_4$  catalyseur pour faciliter l'oxydation de certains composés aliphatiques) et de sulfate de mercure ( $HgSO_4$ ) (agent complexant des chlorures empêchant leur oxydation en  $Cl_2$  gazeux par le bichromate).

Un dosage de l'excès de bichromate de potassium par une solution titrée de sulfate de fer et d'ammonium ( $FeSO_4 (NH_4)_2SO_4 \cdot 7H_2O$ ) sachant que la concentration de solution de Fe(II) n'étant pas stable (oxydation à l'air), il est indispensable de déterminer le titre de la solution avant chaque dosage. La mesure de DCO doit être faite simultanément sur les échantillons et sur l'eau pure qui est utilisée pour faire les différentes dilutions. Cette mesure constitue ce que l'on appelle un 'blanc'.

Un essai à blanc sera réalisé où l'eau à analyser sera remplacée par de l'eau distillée.

#### *Mode opératoire*

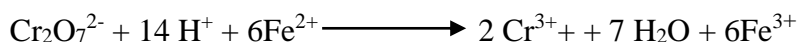
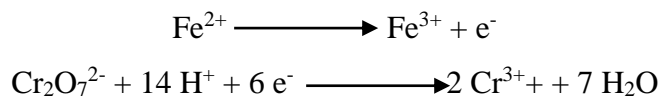
5 ml de la solution de bichromate de potassium (0,24 N) sont additionnés à l'échantillon. Le mélange est homogénéisé soigneusement puis mélangé à 15 ml d'acide sulfurique/sulfate d'argent en refroidissant avec précaution sous l'eau courante pour éviter toute perte de substances organiques volatiles. Puis la solution est soumise à une ébullition avec reflux pendant 2 heures sur une plaque chauffante. Après refroidissement. Le volume de l'échantillon est complété à 75 ml avec de l'eau distillée en suite titrée avec sulfate de fer (II) et d'ammonium en présence d'une ou deux gouttes de la solution ferroïne indicateur. La fin du dosage est détectée par le virement de la couleur verte au rouge violacé.

#### *Equations mises en jeu*

Réaction (1) Oxydation des matières organiques par le dichromate de potassium



Réactions (2) d'oxydoréduction pour le dosage des ions  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  qui n'ont pas réagi lors de la réaction (1) par les ions  $\text{Fe}^{2+}$



L'équivalence de cette réaction s'observe lorsque la coloration de la solution passe du vert ou rouge violacé. [40]

### Résultats et interprétations

Pour l'essai à blanc on trouve une équivalence généralement en sel de MOHR de 9,6 à 9,8 ml

Pour l'échantillon à analyser on a un volume équivalent

Selon l'équation (1)  $n \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} = 2/3 n \text{O}_2$

Selon l'équation (2)  $n \text{Cr}_2\text{O}_7^{2-} = 1/6 n \text{Fe}^{2+}$

Donc  $2/3 n \text{O}_2 = 1/6 n \text{Fe}^{2+}$

Donc  $4 n \text{O}_2 = n \text{Fe}^{2+}$

Donc  $4 m / \text{MmO}_2 = [\text{Fe}^{2+}] V$

Donc si on exprime m en mg alors  $4m/1000 * \text{MmO}_2 = [\text{Fe}^{2+}] V$

Or  $V \text{Fe}^{2+}$  qui a réagit avec les ions  $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$  excès =  $V_0 - V_1$

Donc  $m \text{O}_2 = (\text{MmO}_2 * 1000 / 4) * [\text{Fe}^{2+}] * (V_0 - V_1)$  avec  $\text{MmO}_2 = 32 \text{ mol.g}^{-1}$

Si on divise le tout par le volume de la prise d'essai V alors on a la DCO s'exprime selon la

formule suivante :

$$DCO = \frac{8000 * C * (V_1 - V_2)}{V_0}$$

$V_2$  est le volume en ml de sel de MOHR versé pour l'échantillon

$V_1$  est le volume en ml de sels de MOHR pour l'essai à blanc

$V_0$  le volume de la prise d'essai

C le titre du sel de MOHR

**Note :** La DCO d'une eau à analyser doit être inférieur à 750 mg/l d'O<sub>2</sub>,

### III.3.4. Dosage des nitrites – méthode de ZAMBELLI [40]

L'acide sulfanilique en milieu chlorhydrique, en présence d'ion ammonium et de phénol (réactif de ZAMBELLI), forme avec les ions nitrites un complexe coloré jaune dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en nitrites.

### Mode opératoire

Le complexe coloré jaune absorbe à la longueur d'onde 435 nm, alors l'intensité qui est proportionnelle à la concentration des nitrites peut être évaluée par une méthode spectrophotométrique. On réalise alors une gamme étalon à partir d'une solution étalon de nitrite à 0,0023 g/l

### Réactifs

- Ammoniaque pur.
- Réactifs de ZAMBELLI :
  - Acide chlorhydrique (d=1,19) 260 ml
  - Acide sulfanilique 5 g
  - Phénol cristallisé 7,5 g
  - Chlorure d'ammonium 135 g
  - Eau distillée 625 ml

Introduire dans une fiole de 1 litre l'acide HCl plus l'eau distillée puis y dissoudre l'acide sulfanilique et le phénol en chauffant légèrement dans un bain marie.

Après la dissolution complète, ajouter les chlorures d'ammonium et agiter jusqu'à la dissolution. Après refroidissement, compléter avec l'eau distillée.

- Solution mère étalon de  $\text{NO}_2^-$  à 0,23 g/l
  - Nitrites de sodium 0,345 g/l
  - Eau distillée 1000 l
- Solution fille 0,0023 g/l

### Courbe d'étalonnage

Dans 6 fioles introduire les différentes solutions filles étalon

N°	T	I	II	III	IV	V
Solution fille étalon (ml)	0	1	5	10	15	20
Eau distillée	50	49	45	40	35	30
Réactif de Zambelli (ml)	2	2	2	2	2	2
Attendre 10 minutes						
Ammoniaque pure (ml)	2	2	2	2	2	2

$[NO_2^-]$ (mg/l)	0	0,046	0,23	0,46	0,69	0,92
-------------------	---	-------	------	------	------	------

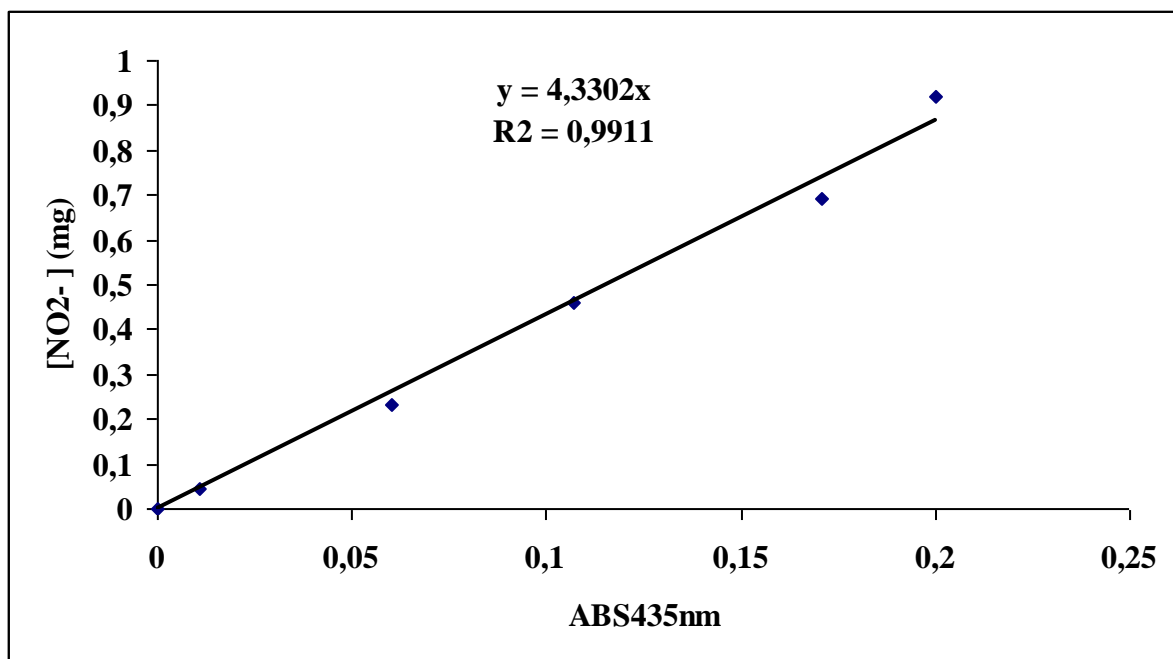
### Mode opératoire

On prélève 50 ml d'échantillon à analyser et on ajoute 2 ml de réactif de ZAMBELLI puis on le laisse reposer 10 minutes ensuite on introduit 2 ml d'ammoniaque pur.

La courbe d'étalonnage obtenue est présentée par la figure III.1

**Tableau III.1.** Absorbance à 435 nm en fonction de la concentration en nitrites

ABS <sub>435nm</sub>	0,000	0,011	0,060	0,107	0,171	0,200
$[NO_2^-]$ (mg)	0,000	0,046	0,230	0,460	0,690	0,920



**Figure III-1.** Courbe d'étalonnage des nitrites

### III.3.5. Dosage des nitrates- Méthode de salicylate de sodium

En présence du salicylate de sodium, les nitrates réagissent et donnent du paranitrosalicylate de sodium susceptible d'un dosage colorimétrique.

#### Réactifs

- Solution de salicylate a 0,5% à renouveler chaque 24 heures.
- Acide sulfurique (d=1,84)
- Solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate de sodium et potassium
  - Hydroxyde de sodium 400 g
  - Tartrate de sodium et potassium 60 g
  - Eau distillée 1000 ml
 Faire dissoudre les sels et laisser refroidir
- Solution mère étalon à 0,1 g/l
  - Nitrate de potassium 0,722 g
  - Eau distillée 1000 q.s.p
- Solution fille étalon à 0,005 g/l

#### Courbe d'étalonnage

Dans 5 fioles, introduire les différentes solutions filles étalons,

N°	T	I	II	III	IV
Solution fille étalon (ml)	0	1	2	5	10
Eau distillée	10	9	8	5	0
[NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ] (mg/l)	0,0	0,5	1,0	2,5	5,0
Salicylate de sodium (ml)	1	1	1	1	1

Evaporer à sec dans un bain marie porté à 75-80 °C, humidifier la matière sèche avec 2 ml d'acide sulfurique, laisser reposer pendant 10 min, puis ajouter 15 ml de l'eau distillée et 15 ml de la solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate de sodium et potassium qui développe une coloration jaune. Effectuer la lecture à 415 nm.

#### Mode opératoire

Introduire 10 ml de l'échantillon à analyser, ajouter 1 ml de salicylate de sodium, puis poursuivre le même dosage que celui de la courbe d'étalonnage

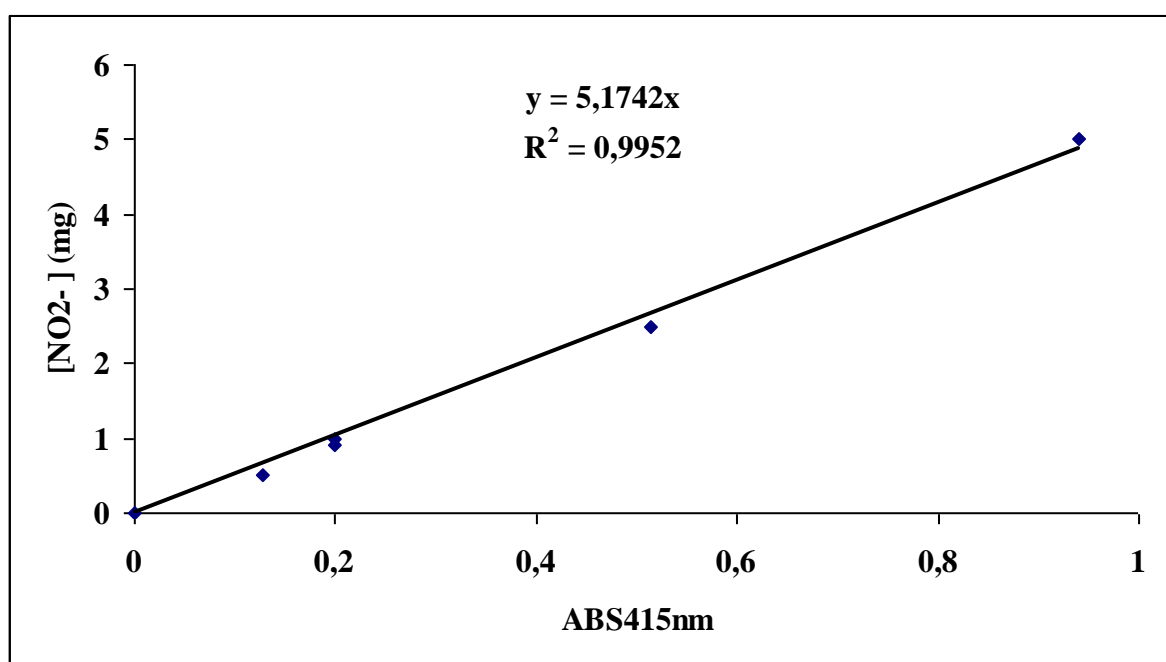
Préparer un témoin avec 10 ml de l'eau distillée.

Pour une prise de 10 ml, la courbe d'étalonnage donne directement la teneur en azote nitrique exprimé en (mg/l), pour obtenir la concentration des nitrates, multiplié par 4,43.

La courbe d'étalonnage obtenue est montrée sur la figure Iii.2

**Tableau III.2.** Absorbance à 435 nm en fonction de la concentration en nitrate

ABS <sub>415nm</sub>	0,000	0,127	0,199	0,513	0,940
[NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ] (mg)	0,0	0,5	1,0	2,5	5,0



**Figure III-2.** Courbe d'étalonnage des nitrates

#### III.4. Elaboration des tessons argileux

Les composantes principales utilisées pour la fabrication des tessons en céramique sont des poudres inorganiques, des additifs organiques et des dissolvants. Les facteurs importants du choix de la poudre inorganique sont la dimension particulaire, la distribution et la forme des particules. Ils exercent un effet sur la distribution de la porosité, de la taille du pore et la grandeur du produit fini [41].

La figure III-3 montre les différentes configurations des tubes élaborés et traités thermiquement. Nous avons mis au point cinq types différents de supports; il s'agit d'un

support de barbotine de kaolin locale symbolisé par SMK, d'un support d'un mélange de barbotine de kaolin locale et d'oxyde de zirconium (7% en poids) symbolisé par SMZ7, d'un support d'un mélange de barbotine de kaolin locale et alumine (7% en poids) symbolisé par SMA7, d'un support à double couche composé d'une couche SMK engobé par une deuxième couche composée d'un mélange de kaolin et d'oxyde de zirconium (50% en poids pour chacun) symbolisé par SDZ, d'un support à double couche activé par l'engobage de deuxième couche composée d'un mélange de kaolin et d'alumine (50% en poids) symbolisé par SDA.



**Figure III-3.** Configuration des supports argileux

### III.5. Etude de la perméabilité des tessons argileux

La perméabilité caractérise la quantité d'eau par unité de surface et de temps qui traverse le tesson tubulaire à une pression et température données. La perméabilité est une propriété très importante des tessons que nous avons élaborés, et améliorés car elle conditionne l'intérêt que peut présenter leur utilisation dans le traitement des Lixiviats.

Les tests de perméabilité sont réalisés sur les supports modifiés par l'ajout de zirconium (7%  $ZrO_2$ ) et d'Alumine (A 7%) précédemment cités et dont les caractéristiques sont déterminées : (longueur=300mm ; diamètre intérieur/extérieur= 13/16mm). La boucle de circulation du pilote utilisé est représentée par la figure III-4. La filtration est de type tangential et la pression appliquée est de 5 bars. La solution d'alimentation est une eau de robinet. Le volume d'eau récupéré est mesuré durant 2 heures, à des intervalles de temps (5, 10, 20, 30, 40, 50, 60,90et 120min).

Le flux de perméat est donné par la relation suivante :

$$J_P = \frac{Q_P}{S} \dots\dots\dots (III-4)$$

Avec :

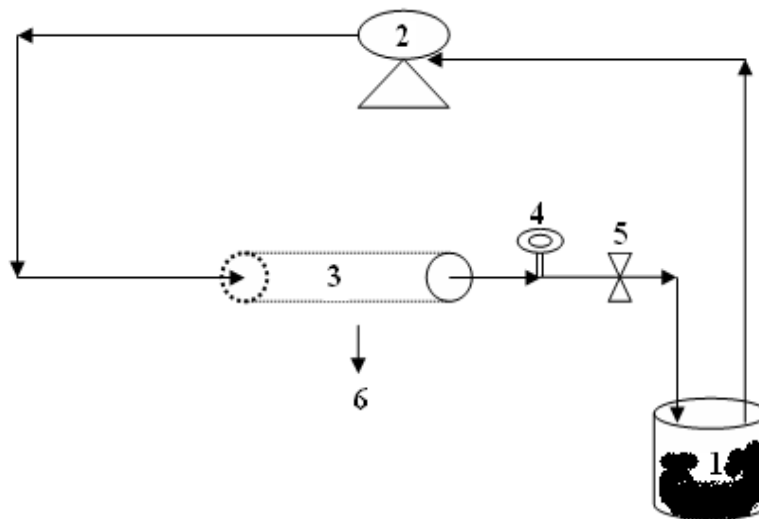
$J_P$  : le flux de perméat (L/hm<sup>2</sup>) ;

$Q_P$  : le débit de perméat (L/h) ;

$S$  : la section (m<sup>2</sup>) ;

### Pilote de filtration

Le pilote de filtration est constitué d'un bac d'alimentation (1) d'une capacité de 20 litres et d'une pompe (2) d'aspiration et de refoulement. La solution d'alimentation passe à travers le tesson tubulaire (3) avec un débit d'entrée d'environ 500 L/h. Pour régler le débit d'alimentation, on place en aval une vanne (5) permettant de modifier la pression appliquée au tesson tubulaire. Le manomètre (4) indique la valeur de la pression appliquée. Le perméat (6) récupéré est soumis à des analyses par spectrophotométrie UV-visible et par absorption atomique. La solution est ensuite recyclée dans le bac d'alimentation.



**Figure III-4.** Pilote de filtration [42]

1. Bac d'alimentation ; 2. Pompe ; 3. Tesson tubulaire ; 4. Manomètre ; 5. Vanne ; 6. Perméat récupère.

### III.6. Analyse de lixiviat

Les analyses des paramètres globaux ont été effectuées dès l'arrivée du lixiviat au laboratoire. Les résultats des analyses obtenus pour le lixiviat sont regroupés dans le tableau III.3.

**Tableau III-3.** Caractéristiques physicochimiques du lixiviat prélevé.

Paramètres	Lixiviat prélevé
pH	8.94
DCO	14400
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	13.42
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	23.15

Le lixiviat présente un caractère basique, la valeur du pH est de l'ordre de 8-9 ce qui montre que le lixiviat est dans la phase méthanogène [42], la valeur de la demande chimique en oxygène (DCO) est très loin des normes de rejet des eaux usées dans tous les lixiviats prélevés. La différence de la DCO entre du lixiviat est très large et cela est dû à l'intervention des eaux pluviales. On note qu'une bonne conception de drainage réduit cette différence et par conséquent les quantités de lixiviat récupérées dans le centre d'enfouissement.

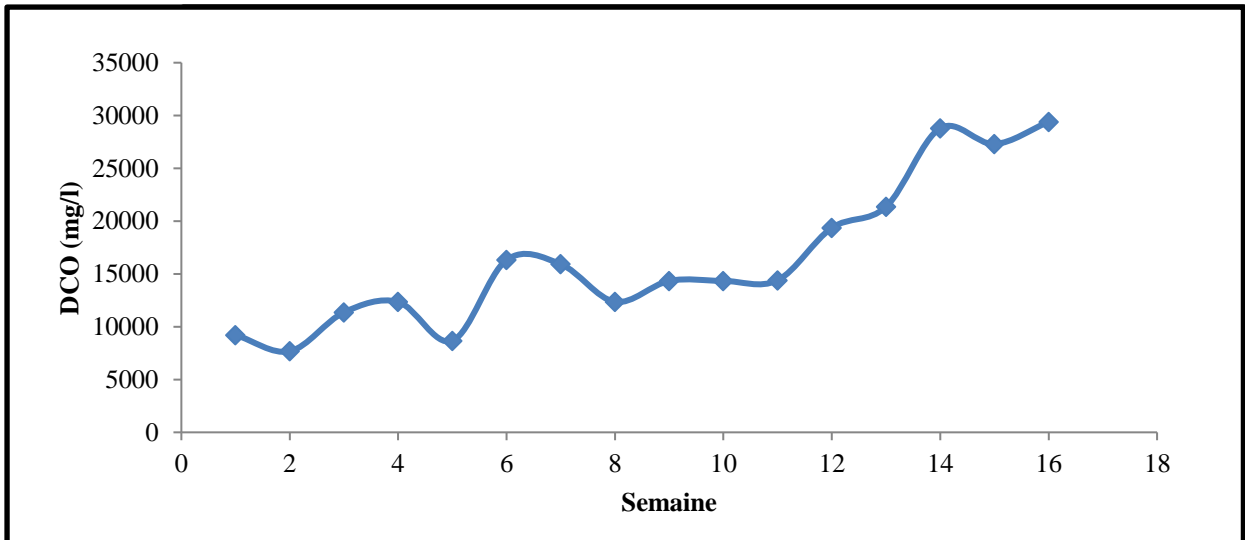
#### III.6.1. Evolution de la DCO du lixiviat à la sortie du casier

La

demande chimique en oxygène fait partie des principaux paramètres dont la mesure est imposée par la réglementation. Elle

permet de déterminer la quantité de matière oxydable présente dans le lixiviat et permet d'estimer la

matière organique. L'évolution de ce paramètre a été suivie et analysée hebdomadairement pendant 04 mois (de février à mai) les résultats obtenus sont représentés dans la figure III.5



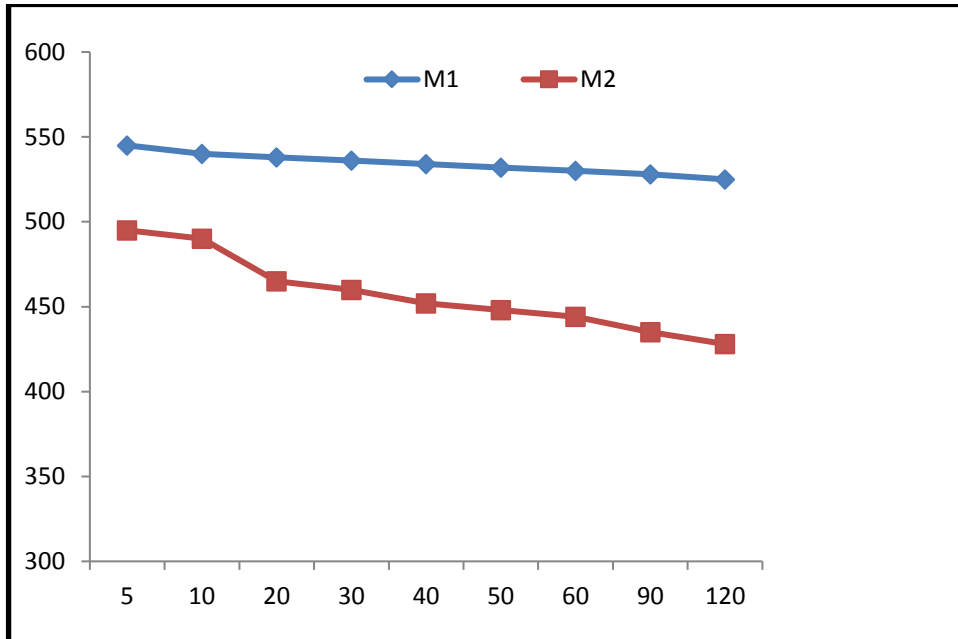
**Figure III-5.** Evolution de la DCO du lixiviat sortant du casier en fonction du temps [43].

la demande chimique en oxygène du lixiviat sortant du casier est très variable et loin d'être stable, elle débute avec une valeur de 9218 enregistré dans la première semaine de février puis elle atteint le minimum dans la deuxième semaine 7680, avant d'augmenter considérablement durant les mois suivants jusqu'aux environs de 29400, concentration fréquemment retrouvée dans des lixiviats de moyen âge cette variation est expliquée par le taux de pluviométrie enregistré dans la ville de Mostaganem. Ces dix dernières années on a enregistré une moyenne de plus de 55 jours de pluie par année ce qui augmente la quantité du lixiviat récupéré dans le centre d'enfouissement et complique le stockage car la quantité reconquise dépasse les capacités des bassins de stockage. Ce problème peut être évité en divisant le casier en plusieurs alvéoles avec séparation hydraulique, et d'autre part en travaillant sur des alvéoles de 5000m<sup>2</sup> au lieu de casier de 2 ha et en restreignant plus de 75% de lixiviat à traiter. Cette variation de la DCO rend surtout le choix de procéder à suivre dans le traitement très difficile car, on ne saura pas quel volume et à partir de quel charge organique nous allons commencer le traitement. Il est à noter aussi que ce changement de taux de pluviométrie rend la tâche très difficile pour la station d'épuration de la même ville [43].

### III.6.2. Tests de filtration à travers les tessons modifiés pour l'eau de robinet

Les tests de filtration sont réalisés sur les supports (M1 et M2), la filtration est de type tangentielle et la pression appliquée est de 5 bar.

Les résultats de la variation de flux de l'eau de robinet en fonction du temps à travers les tessons sont représentés par les figures III-6.

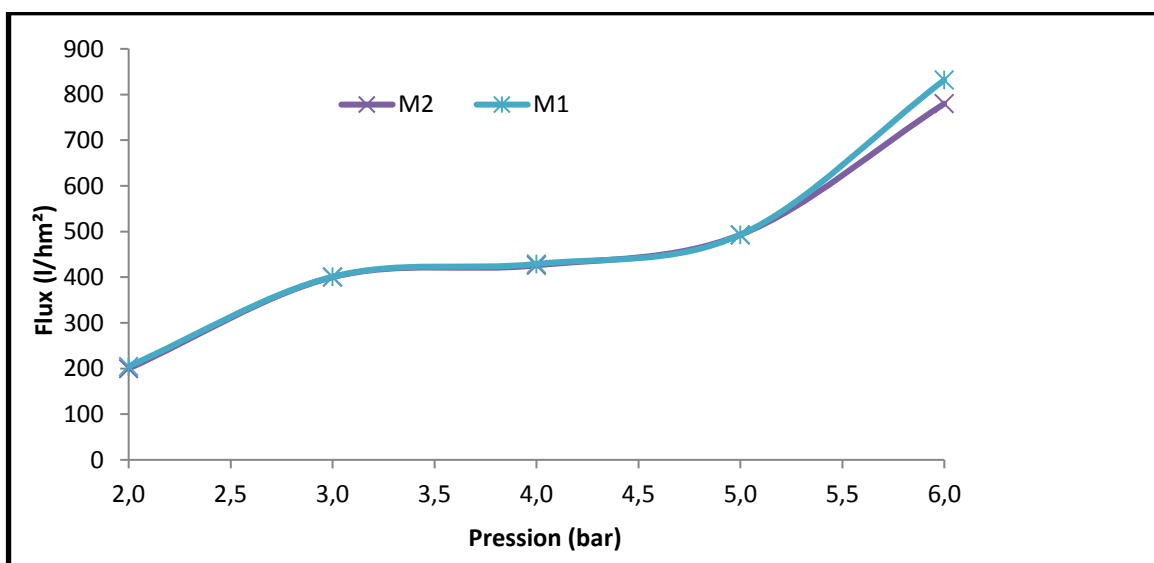


**Figure III-6.** Variation du flux de l'eau de robinet en fonction du temps à travers les différents tessons

On remarque une diminution du flux en fonction du temps à travers les tessons améliorés jusqu'à la fin de l'expérience.

### III.6.2.1. Influence de la pression sur la perméabilité des membranes

Les membranes activées sont soumises à différents tests de filtration afin d'évaluer leur efficacité vis-à-vis des effluents liquides. Parmi ces tests, l'évolution de flux de l'eau de robinet en fonction de la pression pour différents tessons (figure III-7).

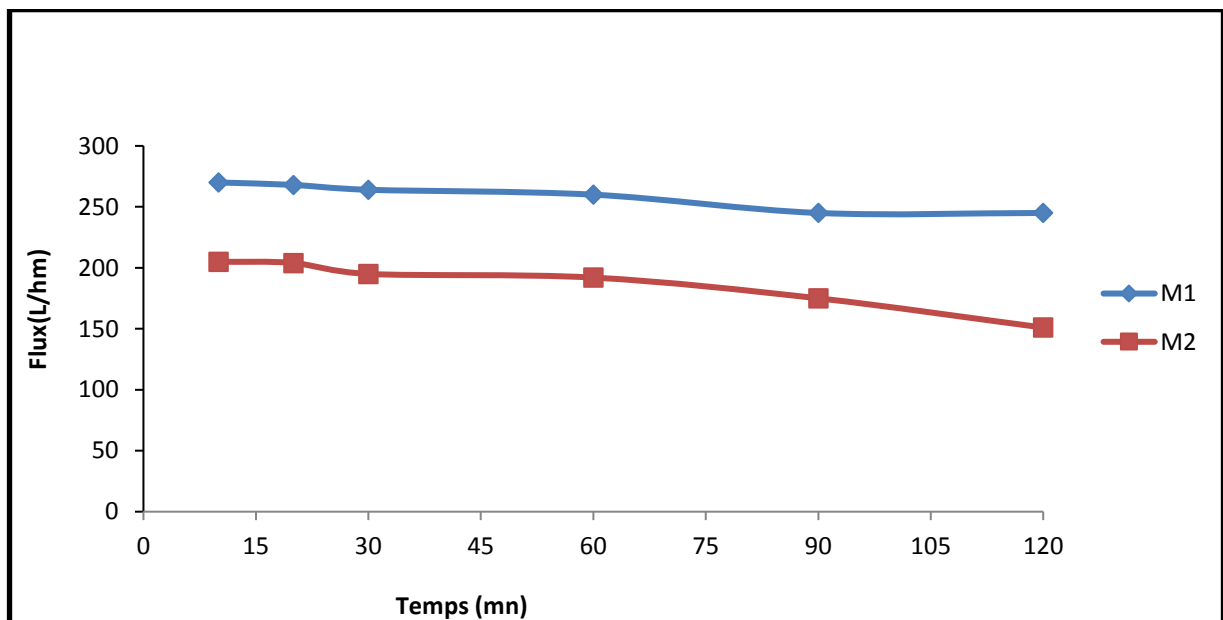


**Figure III-7.** Evolution du flux de l'eau en fonction de la variation de pression à travers les différents tessons tubulaires

On remarque que le flux du perméat a évolué de façon croissant avec la pression. Les flux de l'eau à travers les tessons M1 et M2 enregistrés sont respectivement de l'ordre de 205 L/h.m<sup>2</sup> et 180 L/h.m<sup>2</sup> à 2 bar. Par contre, il atteint 832 L/h.m<sup>2</sup> et 780 L/h.m<sup>2</sup> à une pression de 6 bar. Ces résultats indiquent que le rayon de pore et/ou le rapport porosité épaisseur est plus grand de la membrane M1 que M2.

### III.6.2.3. Variation du flux de perméat du lixiviat

Le suivi de la variation de flux du lixiviat en fonction du temps à travers les différents tessons à 5 bar durant deux heures de traitement est donné par les figures III-8.



**Figure III-8.** Variation du flux de perméat du lixiviat en fonction du temps à travers les différents supports

On remarque une diminution du flux en fonction du temps de traitement pour tous les supports. Cette chute de flux est due au colmatage des pores avec le temps [44-45]. Elle est de l'ordre de 45 L/hm<sup>2</sup> pour le lixiviat à travers le support M1, cette chute est moins importante en le comparant avec l'autre support M2.

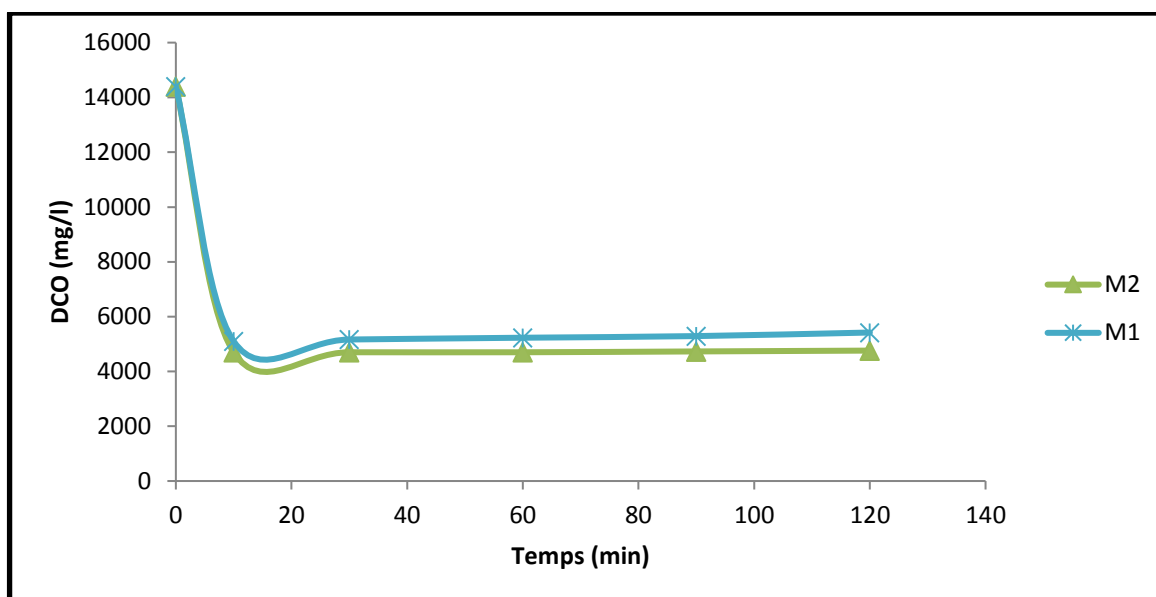
Ces résultats servent à suivre le progrès du comportement des supports en allant du plus au moins pollué. La différence du flux de perméat entre ces tessons est essentiellement due à la différence de la taille des pores [45, 46].

### III.6.3. Evolution de la DCO du lixiviat

La mesure de la demande chimique en oxygène tout long de la durée du traitement donne un aperçu sur l'élimination de la matière organique dans le lixiviat. Les résultats obtenus, pour les différentes membranes durant des intervalles de temps de 10, 30, 60, 90 et 120 minutes, sont donnés par le tableau III-4, et représentés dans les figures III-11.

**Tableau III-4.** Evolution de la DCO du perméat du lixiviat en fonction du temps

DCO (mg O <sub>2</sub> /L)		
Lixiviat		
Temps (min)	M1	M2
0	14400	14400
10	4900	5100
30	4905	5100
60	4909	5100
90	4920	5100
120	4930	5100



**Figure III-11.** Variation de la DCO du lixiviat en fonction du temps à travers les différents supports

On constate que la DCO diminue en fonction du temps après 10min de traitement. La diminution de la DCO est d'environ 64.58% pour le lixiviat, au delà, les valeurs de la DCO atteignent le minimum pour le lixiviat. Les valeurs obtenues sont supérieures à la gamme admissible (inférieur à 120mg/L)[47], et cela est dû à la charge organique initiale élevée du lixiviat traité.

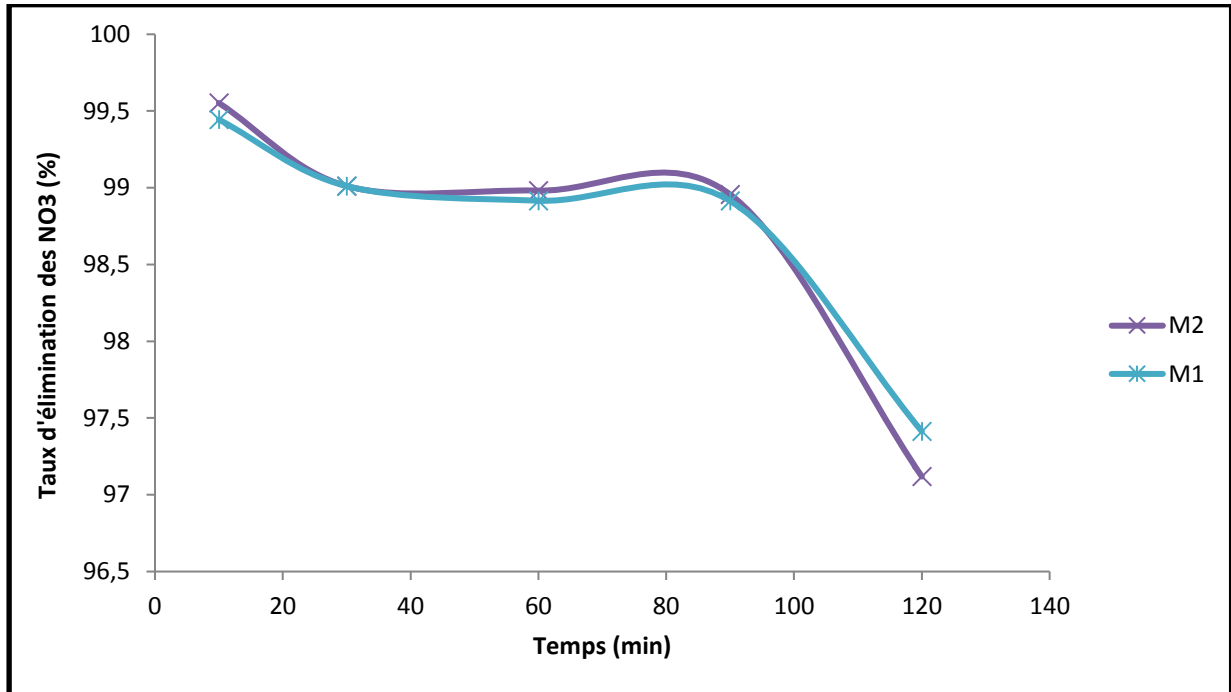
Pour les supports M1 et M2 les moyennes du taux de réduction de DCO sont respectivement (67.32% et 65.88%). Les deux supports ont présenté une grande stabilité car la chute de taux d'abattement de DCO n'a pas atteint 2.6% avec une légère avance de réduction pour le M2, et cela est dû à la taille de leurs pores [48].

#### III.6.4. Evolution des nitrates ( $\text{NO}_3^-$ ) dans le temps des lixiviats :

Des mesures de la concentration de nitrates ont été aussi effectuées tout long de la durée de traitement, pour voir le comportement des membranes envers ces espèces. Les résultats obtenus, pour les différentes membranes durant des intervalles de temps de 10, 30, 60, 90 et 120 minutes, sont donnés par le tableau III-5, et représentés dans les figures III-14.

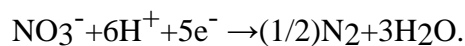
**Tableau III-5.** Evolution des nitrates ( $\text{NO}_3^-$ ) en fonction du temps du lixiviat

Temps (min)	$[\text{NO}_3^-]$ (mg)/L	
	M1	M2
0	13.416	13.416
10	0.060	0.075
30	0.133	0.133
60	0.137	0.145
90	0.140	0.146
120	0.387	0.347



**Figure III-14.** Evolution de l'élimination des nitrates en fonction du temps pour le lixiviat

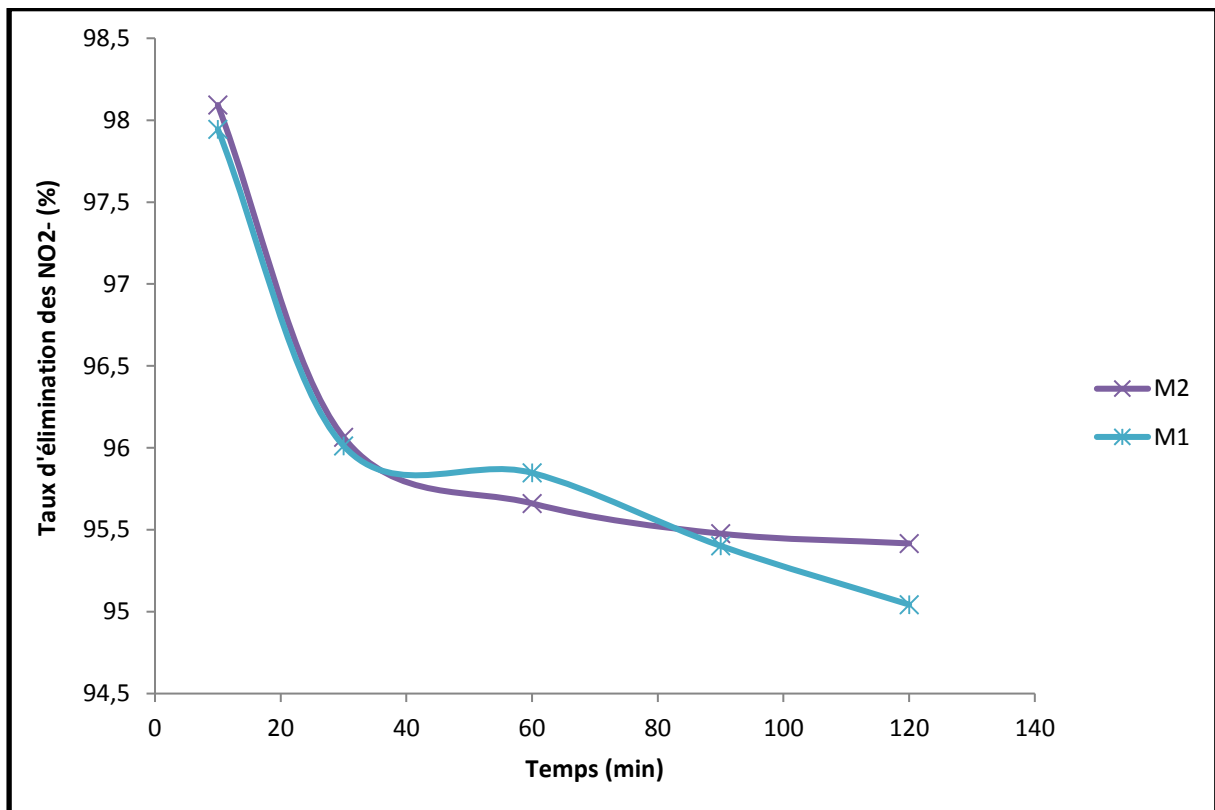
D'après les résultats obtenus tous les membranes ont eu un taux de rétention supérieur à 95%, ce qui montre que la filtration membranaire est très efficace pour retenir les nitrates. Il a noté que les teneurs des nitrites et nitrates sont faibles et cela peut être expliqué par le pH élevé des lixiviats. Cette augmentation de pH pourrait s'expliquer par la mise en place d'une réaction de dénitrification [49] pendant laquelle la consommation de protons nécessaire pour réduire les nitrates ou nitrites en azote moléculaire et/ou oxyde d'azote gazeux, provoque une augmentation du pH. La réaction mise en jeu est la suivante:



En phase de drainage, le temps de séjour dans la cuve est compris entre 1,7 et 4,2 mois soit un temps très suffisant pour une telle réaction. Or l'absence d'oxygène dans la cuve de stockage crée des conditions favorables à la mise en place d'une dénitrification. Plus le temps de séjour du lixiviat dans la cuve est long, plus la dénitrification est importante. Pour les nitrites presque les mêmes résultats ont été obtenus (le tableau III-6 et la figures III-17).

**Tableau III-6.** Evolution des nitrites ( $\text{NO}_2^-$ ) en fonction du temps du lixiviat

Temps (min)	[ $\text{NO}_2^-$ ] (mg/L)	
	M 1	M 2
0	23,150	23,150
10	0,2194	0,2444
30	0,3447	0,3446
60	0,3514	0,3667
90	0,3573	0,3672
120	0,7828	0,7145



**Figure III-17.** Evolution de l'élimination des nitrites en fonction du temps pour le lixiviat

## CONCLUSION

De par leur charge polluante importante, les lixiviats doivent subir un traitement d'épuration avant d'être rejetés vers le milieu naturel. Aujourd'hui, du fait du vieillissement de la plupart des centres de stockage qui génèrent des lixiviats de plus en plus stabilisés et devant le durcissement de la réglementation partout dans le monde, les procédés de dégradation biologiques même couplés à des traitements physico-chimiques ne parviennent plus à traiter efficacement ces effluents. Les filières de traitement ont donc dû évoluer avec l'intégration des nouvelles technologies pour pouvoir satisfaire aux normes toujours plus contraignantes sur la qualité de l'eau produite. Dans ce contexte, les procédés membranaires se sont et continuent encore à s'intégrer de manière exponentielle dans le marché du traitement des lixiviats. Ces procédés offrent la meilleure fiabilité face à la forte variabilité qualitative et quantitative des lixiviats et surtout permettent de rejeter des effluents conformes aux normes les plus strictes, il est à noter que le meilleur traitement de lixiviats et de ne pas en produire des pluviales.

1. Dans cette présente étude, nous avons mis au point une membrane céramique afin de la valoriser et voir leurs comportements envers le lixiviat. Le flux de perméat diminue en fonction du temps à travers la membrane utilisée et se stabilise vers la fin de l'expérience.

Le suivi de la charge organique, du flux, ainsi que les nitrates et nitrites ont donné les résultats suivants:

2. La diminution de la DCO montre l'efficacité de ces tessons argileux au traitement du lixiviat.
3. On note aussi que la charge organique initiale influe sur le flux et le taux de rétention.
4. Les résultats obtenus montrent que la filtration par les supports céramiques constitue un moyen efficace pour l'élimination des nitrates et nitrites.

- [1] MILLOT N., Les lixiviats de décharges contrôlées. Caractérisati analytique et études des filières de traitement. Thèse de doctorat, INSA Lyon. (1986)
- [2] BELEVI H. & BACCINI P. (1989). Long term behaviour of municipal solidwaste landfills. *Waste Management and Research*, 7, 43-5S.
- [3] MATEJKA G. (1995). La gestion des déchets ménagers et la qualité des eaux.OIE, Paris.
- [4] ROBINSON H.D. & GRONOW J.R. A review of landfill leachate composition in the UK. In: T.H. Christensen, R. Cossu & R. Stegmann (Eds). *ProceedingsSardinia 1993, Fourth International Landfill Symposium, 1993, Cagliari, Italy*, 1, 821-832. (1993).
- [5] ROBINSON H.D. & GRONOW J.R. A review of landfill leachate composition in the UK. In: T.H. Christensen, R. Cossu & R. Stegmann (Eds). *ProceedingsSardinia 1993, Fourth International Landfill Symposium, 1993, Cagliari, Italy*, 1, 821-832. (1993).
- [6] ROBINSON H.D. & GRONOW J.R. A review of landfill leachate composition in the UK. In: T.H. Christensen, R. Cossu & R. Stegmann (Eds). *ProceedingsSardinia 1993, Fourth International Landfill Symposium, 1993, Cagliari, Italy*, 1, 821-832. (1993).
- [7] ROBINSON H.D. & GRONOW J.R. A review of landfill leachate composition in the UK. In: T.H. Christensen, R. Cossu & R. Stegmann (Eds). *Proceedings Sardinia 1993, Fourth International Landfill Symposium, 1993, Cagliari, Italy*, 1,821-832. (1993).
- [8] MILLOT N., Les lixiviats de décharges contrôlées. Caractérisationanalytique et études des filières de traitement. Thèse de doctorat, INSA Lyon. (1986)
- [9] SWANA (1997). Leachate generation, collection and treatment at municipalsolid waste disposal facilities. (Publication No. GR-D 0535), Solid Waste association of North America, Silver Spring, Maryland, 1997.
- [10] WEISHAAR J.L., AIKEN G.R., BERGAMASCHI B.A., FARM M.S.FUJII R. & MOPPER K. (2003). Evaluation of specific ultraviolet absorbance as an indicator of the chemical composition and reactivity of dissolvedorganic carbon. *Environ. Sci. Technol.*, 37, 4702-4708.
- [11] FRANÇOIS V., FEUILLADE G., SKHIRI N., LAGIER T & MATEJKA G. (2006). Indicating the parameters of the state of degradation of Municipal Solid Waste. *Journal of Hazardous Materials*, 137(2), 1008-1015.
- [12] LABANOWSKI J. (2004). Matière organique naturelle et anthropique: vers une meilleure compréhension de sa réactivité et de sa caractérisation. Thèse de doctorat, Université de Limoges.
- [13] THURMAN E.M. (1985). In : *Developments in biochemistry : Organic*

- geochemistry of natural waters. Nijhoff M. & Junk W. (Eds). Dordrecht.
- [14] CROUE J.P. (2001). Les matières organiques naturelles des eaux. Cours au Diplôme d'Etude Approfondie « Chimie & Microbiologie de l'eau ». Université de Poitiers
- [15] GIEGUZYNSKA E., KOCCMIT A. & GOLEBIEWSKA D. (1998). Studies on humic acids in eroded soils of Western Pomerania. In: Zaujec A., Bielek P., Gonet S.S (Eds), Humic substances in Ecosystems. Slovak agricultural University, Nitra, 35-41.
- [16] ZBYTNIIEWSKI R. & BUZSZEWSKI B. (2005). Characterization of natural organic matter derived from sewage compost. Part 1: chemical and spectroscopic properties. *Bioresource Technology*, 95, 471-478.
- [17] ROBINSON H.D. & GRONOW J.R. A review of landfill leachate composition in the UK. In: T.H. Christensen, R. Cossu & R. Stegmann (Eds). *Proceedings Sardinia 1993, Fourth International Landfill Symposium, 1993, Cagliari, Italy*, 1, 821-832. (1993).
- [18] RODIER J. *l'analyse de l'eau, eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer*. Dunod, BORDAS, Paris (1984).
- [19] EHRIG H. *Leachate quality. Sanitary landfilling: Process, Technology, and environmental impact*. T.H. Christensen, R. Cossu & R. Stegmann. London, Academic Press Limited, 213-229. (1989).
- [20] CHRISTENSEN T.H. KJELDSSEN P., ALBRECHTSEN H.J, BJERG P.L. & HOLM P.E. (1994). Attenuation in landfill leachate pollutants and aquifers. *Critical reviews in Environmental Science Technology*, 24(2), 119-202.
- [21] SOYEZ K. & PLICKERT S. (2002). Mechanical biological Pretreatment of waste : State of the art and potentials of biotechnology. *Acta Biotechnologica*, 22(3-4), 271-284
- [22] CROUE J.P. (2001). Les matières organiques naturelles des eaux. Cours au Diplôme d'Etude Approfondie « Chimie & Microbiologie de l'eau ». Université de Poitiers
- [23] Fiala. E, Cahet. G, Jacques. G, Neveux. J, Panouse. M. Fertilisation de communautés phytoplantoniques. I. Cas d'un milieu oligotrophe : Méditerranée nordoccidentale, *Journal of Experimental Marine Biology and Ecology*, (1976) 24, 2, 151-163
- [24] Agences de l'eau, (France) 1997
- [25] Mafrat. P, Béliard. E, *Genie industriel alimentaire* . Tech. & doc, tome ii, Lavoisier(1992).
- [26] Hsieh. H.P, *Inorganic Membranes for Separation and Reaction*, Elsevier Science B.V., Amsterdam, Netherlands (1996).
- [27] Boussu. K, van der bruggen. B, Volodin. A, Ja. Van haesendonk. C, delcour, van dert

- meeren p, vandecasteele c. Desalination 191(2006)245.
- [28] Zhao. Y, yuan q. J membrane sci 279(2006)453
- [29] Aptel. P, moulin. P, Quemeneur. F, coordinateurs : les cahiers du Cem, n° 2. Micro et ultrafiltration : conduite des essais pilotes- traitement des eaux et effluents(2002).
- [30] Tsuru. T, Miyawaki. M, Kondo. H, Yosshioka. T, Ascada. M, Sep Purif Tech 32(2003)105.
- [31] Anselme. C, Jacobs E.P., *Ultrafiltration*, In: Water Treatment Membrane Process, Chapitre 10, McGraw-Hill (1996) 88.
- [32] Maurel. A, Techniques séparatives à membranes : osmose inverse, nanofiltration, ultrafiltration, microfiltration tangentielle – Considérations théoriques, in Techniques de l'Ingénieur (1993)1-24.
- [33] Fievet. P, Szymczyk. A, Chapitre 4 : Caractérisation des membranes poreuses porteuses de charges, Les cahiers du CFM n° 4 « Membranes et Electrochimie », Editeur AMD, sous presse.
- [34] Guizard. C, Rios. G , Transport and fouling phenomena in liquid phase separation with inorganic and hybrid membranes in Burggraaf, A.J., Cot, L., (Eds.) *Fundamentals of Inorganic Membrane Science and Technology*, Elsevier Science B.V., Amsterdam, Netherlands (1996)569-618.
- [35] Duclert. F, Etude de divers phénomènes de colmatage limitant l'écoulement de l'eau à travers une membrane minérale microporeuse ; Thèse, Université de Montpellier II, (1990)
- [36] Chevalier.S, Modélisation mathématique des mécanismes de séparation en nanofiltration ; Thèse, Université de Bordeaux I, (1999)
- [37] Hunter. R. J., Zeta potential in colloid science: principles and applications; Academic press, San Diego. (1981)
- [38] Hunter. R. J, Foundations of Colloid Science, Oxford Science Publications, (1987).
- [39] Sasidhar. V, Ruckenstein. E , Anomalous effects during electrolyte osmosis across charged porous membranes, J. Colloid Interface Sci. 85 (1982) 332
- [40] Belouatek. A, Ouagued. A, Belhakem. M, Addou, A. Filtration performance of microporous ceramic supports. J. Biochem. Biophys. Methods 70 (2008) 1174–1179
- [41] Jaffrin. M.Y, Ding. L.H, Couvreur. Ch., Khari. P., *Effect of ethanol on ultrafiltration of bovine albumin solutions with organic membranes*, In: Journal of Membrane Science no.124/(1997) 233-241.

- [42] Wiesner. M.R and Chellam. S. "*Mass Transport Considerations for Pressure- Driven Membrane Processes in Potable Water Treatment*, In Journal American Water Works Association, 83(1) (1992) 88-92.
- [43] Asli. B, Belouatek. A., Leache Treatment by ceramic membranes, The 26<sup>th</sup> of the Saudi biological society titled: Climatic change and biodiversity, 10-12 May 2013 Taif university.
- [44] Belfort. G, Davis. R.H, Zydney .A.L, The behavior of suspensions and macromolecular solutions in crossflow microfiltration, In: Journal of Membrane Science, no.96/(1994) 1-58.
- [45] THURMAN E.M. (1985). In: Developments in biochemistry: Organic geochemistry of natural waters. Nijhoff M. & Junk W. (Eds). Dordrecht.
- [46] CROUE J.P. (2001). Les matières organiques naturelles des eaux. Cours au Diplôme d'Etude Approfondie « Chimie & Microbiologie de l'eau ». Université de Poitiers
- [47] GIEGUZYNSKA E., KOCCMIT A. & GOLEBIEWSKA D. (1998). Studies on humic acids in eroded soils of Western Pomerania. In: Zaujec A., Bielek P., Gonet S.S (Eds), Humic substances in Ecosystems. Slovak agricultural University, Nitra, 35-41.
- [48] ZBYTNIIEWSKI R. & BUZSZEWSKI B. (2005). Characterization of natural organic matter derived from sewage compost. Part 1: chemical and spectroscopic properties. *Bioresource Technology*, 9S, 471-478.
- [49] PRANTL R., TESAR M., HUBER-HUMER M. & LECHNER P. (2006). Stabilisation criteria to define the completion of landfill aerobisation. Proceedings ICLRS 200S, 4<sup>th</sup> Intercontinental Landfill Symposium, 200S, Gällivare, Suède, 157-158.