



Faculté de Technologie  
Département d'Hydraulique

## MÉMOIRE DE FIN D'ÉTUDES

Présenté par :

Mr : AHMIA ANIS

Mr : BOUKECHIRA SEIF-EDDINE

En vue de l'obtention du diplôme de **Master en Hydraulique**

Option : **HYDRAULIQUE URBAIN**

INTITULÉ :

# **CONTRIBUTION A L'OPTIMISATION D'UN REACTEUR ELECTROCHIMIQUE AUTOMATISÉ POUR LE TRAITEMENT DES EFFLUENTS TEXTILES**

Soutenu le **22/10/ 2020** Devant le jury composé de :

- Président : **Mr. Allouache Atmane**
- Promoteur (s): **Mr. kadji Belaid**
- Examineur (s): **Mr. Yakoubi Mohamed**

# Remerciement

*On remercie dieu le tout puissant, de nous avoir donné le courage et la patience de mener ce modeste travail.*

*Nous tenons à remercier, en premier lieu monsieur **KADJI Belaid** d'avoir accepté de nous encadrer de nous avoir accueillis et la confiance qui nous a donné au sein de son laboratoire et pour l'aide, les conseils et le soutien moral dont il nous apporté.*

*Nos remercions tous les membres de jury qui nous ferons l'honneur de juger ce travail.*

*Nous tenons aussi à remercier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de ce travail.*

*Tous les mots restent faibles pour exprimer notre profonde reconnaissance à nos familles pour leurs soutiens et l'aide précieuse qu'ils nous ont apporté durant nos longues années d'études.*

# Sommaire

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

## **Chapitre I: Traitement des eaux usées textiles**

I.1. Introduction .....	3
I.1.1 Processus d'impression et de teinture des textiles .....	3
I.1.2 Production de la pollution de l'industrie textile .....	5
I.1.3 Risque lié aux eaux usées de la teinture des textiles .....	7
I.1.4 Les normes de l'industrie textile pour les polluants de l'eau.....	8
I.2. Procédés de traitement des eaux usées de la teinture des textiles .....	9
I.2.1 Traitement physico-chimique des eaux usées.....	9
I.2.1.1 Péréquation et homogénéisation .....	9
I.2.1.2 Flottation .....	10
I.2.1.3 Coagulation - floculation - décantation.....	10
I.2.1.4 Oxydation chimique.....	11
I.2.1.5 Adsorption.....	12
I.2.1.6 Procédé de séparation par membrane.....	13
I.2.2 Traitement biologique des eaux usées .....	16
I.2.2.1 Traitement biologique aérobie .....	16
I.2.2.2 Traitement biologique anaérobie .....	20
I.2.3 Procédés de combinaison biochimique et physico-chimique .....	21
I.2.4 Processus de traitement de pointe.....	22
I.2.4.1 Technologie des ultrasons.....	22
I.2.4.2 Oxydation photochimique.....	22
I.2.4.3 Oxydation électrochimique .....	23

## **Chapitre II : Traitement par Electrocoagulation**

II.1. Introduction.....	24
II.2. Le procédé d'électrocoagulation .....	24
II.2.1 Origine et évolution du procédé d'électrocoagulation (EC) .....	24
II.2.2 Principe du procédé .....	25
II.2.2.1 Réactions aux électrodes .....	26
II.2.2.2 Réactions secondaires.....	29
II.2.2.3 Mécanismes de l'électrocoagulation .....	30

II.3. Loi principales d'électrolyse.....	30
II.3.1 Loi de Faraday.....	30
II.3.2 Tension à appliquer aux bornes d'une cellule d'électrolyse .....	31
II.4. Les colloïdes .....	34
II.4.1 Définition .....	34
II.4.2 Classement et formation des colloïdes .....	34
II.4.3 Théorie de la double couche.....	34
II.5. Elimination de la pollution des eaux par électrocoagulation .....	36
II.5.1 Formation des coagulants.....	36
II.5.2 Déstabilisation des contaminants (Neutralisation de la charge surfacique).....	37
II.5.3 Agrégation des phases déstabilisées en floccs (Floculation) .....	40
II.5.4 Techniques de séparation des particules solides des eaux traitées par le procédé d'électrocoagulation.....	41
II.5.4.1 Flottation.....	41
II.5.4.2 Décantation .....	42
II.6. Paramètres affectant l'électrocoagulation .....	43
II.6.1 Effet du pH.....	43
II.6.2 Effet de la densité de courant .....	44
II.6.3 Effet du matériau de l'électrode.....	44
II.6.4 Effet des électrolytes et de la conductivité de l'eau.....	45
II.6.5 Effet du temps de l'EC .....	46
II.6.6 Consommation d'énergie électrique .....	46
II.6.7 Effet de la tension appliquée .....	46
II.6.8 Effet de la distance inter-électrodes .....	46
II.6.9 Effet de la température de fonctionnement .....	47
II.6.10 Effet de la concentration initiale de polluant.....	47
II.6.11 Type d'alimentation électrique .....	48
II.6.12 Forme des électrodes .....	48
II.7. Applications du procédé d'électrocoagulation.....	49
II.8. Considérations économiques et écologiques .....	50
II.9. Avantages et inconvénients du processus .....	51
II.9.1 Avantages .....	51
II.9.2 Inconvénients .....	52
II.10. Electrocoagulation par électrodes rotatives .....	52

## Chapitre III : Conception du réacteur d'électrocoagulation

III.1. Introduction .....	54
III.2. Objectif .....	54
III.2.1. Objectif principal .....	54
III.2.2. Objectifs spécifiques .....	54
III.3. Types des paramètres .....	55
III.3.1. Définir les sorties .....	55
III.3.2. Définir les entrées .....	55
III.3.2.1. Phase de recensement .....	55
III.3.2.2. Phase de classement .....	56
III.4. Conception d'unité d'électrocoagulation .....	60
III.4.1. Préparation de solution synthétique .....	61
III.4.1.1. Eau déminéralisé .....	61
III.4.1.2. Colorant Textile .....	61
III.4.1.3. L'électrolyte (NaCl) .....	62
III.4.2. Cellule d'électrocoagulation .....	62
III.4.2.1. Régime d'opération .....	64
III.4.2.2. Dimensions .....	65
III.4.2.3. Point de prélèvement .....	65
III.4.3. Arbre rotatif .....	65
III.4.3.1. Le racleur de boues de surface .....	67
III.4.3.2. Collecteur rotatif .....	67
III.4.3.3. Moteur .....	68
III.4.3.4. Source de courant .....	68
III.4.3.5. Les électrodes .....	69
III.4.4. Module d'automatisation .....	71
III.4.5. Collecte de données .....	74
III.4.5.1. Données numériques .....	74
III.4.5.2. Données Analytiques .....	75
III.4.5.3. Formules pour le Calcul .....	77
III.4.6. Suggestions .....	79
III.5. Mode opératoire .....	80

## Chapitre IV : Plans d'expériences et analyse de données

IV.1. Introduction .....	81
IV.2. Plans d'expériences .....	81
IV.2.1 Notion d'espace expérimental .....	82
IV.2.2 Notion de surface de réponse .....	84
IV.2.3 Notion de modélisation mathématique .....	85
IV.2.4 Modèle de l'expérimentateur .....	85
IV.2.5 Système d'équations .....	86
IV.2.6 Typologie des plans d'expériences .....	86
IV.2.7 Les plans pour simulations numériques .....	89
IV.2.8 Les logiciels de plans d'expériences .....	89
IV.3. Application sur le réacteur d'électrocoagulation .....	90
IV.3.1 Objectif .....	90
IV.3.2 Variables de sortie .....	90
IV.3.3 Variables d'entrée .....	90
IV.3.4 Facteurs – niveaux – domaine expérimental .....	91
IV.3.5 Choix de plan d'expériences .....	92
IV.4. Analyses des résultats .....	95
IV.4.1 Acquisition progressive des résultats .....	95
IV.4.2 Analyse globale des résultats d'essais .....	95
IV.4.3 Analyse mathématique .....	95
IV.4.3.1 Notations mathématiques .....	96
IV.4.3.2 Matrice du modèle, matrice d'information et de dispersion .....	96
IV.4.3.3 La régression multilinéaire .....	98
IV.4.4 Analyse statistique des résultats .....	99
IV.4.4.1 La qualité descriptive .....	99
IV.4.4.2 La qualité des p coefficients du modèle .....	100
IV.4.4.3 Fonction de variance de la réponse calculée .....	100
IV.4.4.4 Analyse de la variance .....	101
IV.4.5 Analyse graphique des résultats .....	101
IV.4.5.1 Graphique des effets principaux .....	102
IV.4.5.2 Diagramme des interactions .....	103
IV.4.5.3 Diagramme de Pareto .....	104
IV.4.6 Validation des hypothèses et recherche de solutions au problème .....	105
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>106</b>



# List des figures

## Chapitre I

<b>Figure I-1.</b> Les différentes étapes du traitement du textile dans une usine de coton [7].....	4
<b>Figure I-2.</b> Procédés de traitement physico-chimique des eaux usées de la teinture des textiles. ....	15
<b>Figure I-3.</b> Le fossé d'oxydation pour le processus de traitement biologique.....	17
<b>Figure I-4.</b> Processus de réaction du SBR.....	18

## Chapitre II

<b>Figure II-1.</b> Schéma du principe d'électrocoagulation. ....	26
<b>Figure II-2.</b> Réactions typiques pendant le traitement par électrocoagulation. ....	27
<b>Figure II-3.</b> Décomposition de la tension de cellule électrochimique. ....	32
<b>Figure II-4.</b> Potentiel électrique de particules colloïdales. ....	35
<b>Figure II-5.</b> Energie potentielle d'interaction [35].....	38
<b>Figure II-6.</b> Représentation des énergies de deux colloïdes en fonction d'éloignement [35].....	39
<b>Figure II-7.</b> Changement de la surface des électrodes pendant l'EC.....	53

## Chapitre III

<b>Figure III-1.</b> Forme d'un diagramme causes-effets. ....	56
<b>Figure III-2.</b> Classification des différents paramètres pour l'étude. ....	59
<b>Figure III-3.</b> Illustration en 3D de structure de la cellule (SOLIDWORKS). ....	63
<b>Figure III-4.</b> Illustration en 3D de structure de l'arbre rotatif (SOLIDWORKS).....	66
<b>Figure III-5.</b> Mécanisme de racleur de boues de surface (SOLIDWORKS). ....	67
<b>Figure III-6.</b> Principe de fonctionnement d'un collecteur rotatif.....	67
<b>Figure III-7.</b> Module stabilisateur de courant électrique DPS3012.....	68
<b>Figure III-8.</b> Configurations d'électrodes.....	70
<b>Figure III-9.</b> Emplacement des électrodes (SOLIDWORKS). ....	71

<b>Figure III-10.</b> Circuit prototype d'automatisation (fritzing).....	72
<b>Figure III-11.</b> Organigramme du système. ....	73
<b>Figure III-12.</b> Spectrophotomètre UV-visible (Shimadzu UVmini-1240). ....	76

## **Chapitre IV**

<b>Figure IV-1.</b> Le domaine de variation d'un facteur. ....	82
<b>Figure IV-2.</b> Espace expérimental pour 2 axes. ....	82
<b>Figure IV-3.</b> Le point expérimental. ....	83
<b>Figure IV-4.</b> Le domaine d'étude. ....	83
<b>Figure IV-5.</b> Représentation de la surface de réponse. ....	84
<b>Figure IV-6.</b> Types des plans d'expériences.....	84
<b>Figure IV-7.</b> Tables de taguchi disponibles pour un plan mixte de 2-3 niveaux (MiniTab).....	93
<b>Figure IV-8.</b> Illustration des différentes matrices. ....	97
<b>Figure IV-9.</b> Méthode des moindres carrés et méthodologie des plans d'expériences.....	98
<b>Figure IV-10.</b> Exemple de Courbe d'iso-réponses et surface de réponses. ....	101
<b>Figure IV-11.</b> Exemple d'un graphique des effets principaux.....	102
<b>Figure IV-12.</b> Exemple d'un diagramme des interactions. ....	103
<b>Figure IV-13.</b> Exemple d'un diagramme de pareto.....	104

# List des tableaux

## Chapitre I

<b>Tableau I-1.</b> Les variétés de fibres couramment utilisées.....	5
<b>Tableau I-2.</b> Polluants spécifiques provenant des opérations de traitement du textile/teinture.....	7
<b>Tableau I-3.</b> Normes de l'industrie textile pour les polluants de l'eau (en Chine). .....	8

## Chapitre II

<b>Tableau II-1.</b> Les principales réactions pour le fer et l'aluminium. ....	28
<b>Tableau II-2.</b> Interprétation des interactions interparticulaires [35]. .....	39
<b>Tableau II-3.</b> Exemples d'applications de l'électrocoagulation. ....	49

## Chapitre III

<b>Tableau III-1.</b> Grille de choix des paramètres prises en compte dans cette étude.....	57
<b>Tableau III-2.</b> Exemple d'un tableau des interactions.....	58
<b>Tableau III-3.</b> Caractéristiques chimiques du colorant.....	62

## Chapitre IV

<b>Tableau IV-1.</b> Niveaux proposés pour le domaine expérimental.....	91
<b>Tableau IV-2.</b> Ordre de réalisation des essais selon la table L18 (MiniTab).....	94

# List des symboles

**Abs** : L'absorbance ou la densité optique de la solution pour une longueur d'onde

**AC** : Courant alternatif

**ANOVA** : Analyse de la variance

**DAF** : flottation a l'air dissous

**DBO** : Demande biochimique en oxygène

**DCO** : Demande Chimique en Oxygène

**DC** : Courant direct

**Eapp** : tension mesurée aux bornes de l'électrolyseur

**EC** : Electrocoagulation

**EF** : Electroflottation

**Eff** : Efficacité d'élimination de l'absorbance

**F** : constante de Faraday (96485,3 C mol<sup>-1</sup>)

**I** : Intensité de courant (A)

**IR** : Infrarouge

**J** : Densité de courant (A/m<sup>2</sup>)

**k** : Conductivité électrique (S.m<sup>-1</sup>)

**M** : masse théorique du métal dissout (g)

**MES** : Matières en suspension

**NaCl** : Chlorure de sodium

**P** : Consommation d'énergie électrique (w.h)

**pH** : potentiel d'hydrogène

**R** : Résistance électrique (Ohm)

**R<sup>2</sup>** : Coefficient de détermination

**SS** : Solides en suspension

**TRH** : Temps de rétention hydraulique

**TDS** : Total des solides dissouts

**t<sub>s</sub>** : Temps de séjour (h)

**U** : Tension d'alimentation (V)

**UV** : Rayons ultraviolets

**Introduction**

**générale**

## **Introduction générale**

Dans l'industrie textile, les rejets polluants entraînent de sérieux problèmes sur l'environnement à cause de leur coloration intense, leurs teneurs élevées en matières organiques difficilement biodégradable (détergeant, tensioactifs...), en matières en suspension et en sels [Jarmany, A. et al., 2002]. Ces rejets organiques sont toxiques et nécessitent une technique de dépollution adaptée, afin d'éviter la pollution des milieux aquatiques. Il existe des réglementations strictes, fixant les limites de rejets pour différents paramètres représentatif de la qualité, bonne ou mauvaise, des effluents aqueux de textile.

Les méthodes conventionnelles, généralement utilisées pour l'élimination des colorants des eaux polluées industriels, sont principalement les traitements biologiques et physicochimiques ainsi que leurs diverses combinaisons. Néanmoins les traitements biologiques sont meilleurs que d'autres méthodes, mais la toxicité des colorants empêche habituellement la croissance bactérienne limitant ainsi l'efficacité de la décoloration. Les méthodes physico-chimiques sont généralement basées sur l'adsorption (par exemple le charbon actif), coagulation-floculation (en utilisant des sels inorganiques ou des polymères), l'oxydation chimique (chlorates).

Cependant, ces méthodes de traitements consomment habituellement une quantité importante de produits chimiques, qui conduisent parfois à une pollution secondaire et à un volume énorme de boues, il s'est récemment avéré que les techniques de traitement des eaux polluées, basé sur la technique d'électrocoagulation permettent d'éviter la majorité de ces problèmes. Cependant il est envisageable de rencontrer des complications de réalisation et d'optimisation de cette dernière.

L'électrocoagulation consiste à générer directement en solution les réactifs nécessaires, par une oxydation d'une électrode (anode) dite sacrificielle. Néanmoins, ce procédé présente des limitations liées principalement au coût d'investissement initial élevé par rapport aux autres technologies de traitement, à l'utilisation d'un courant continu et de la durée de vie des électrodes [Gousmi, N. et al., 2016]. L'électrocoagulation (EC) est un processus complexe impliquant beaucoup de phénomènes chimiques et physiques. L'efficacité de ce processus est contrôlée par l'effet des paramètres électrochimiques, physico-chimiques et hydrodynamiques [Poulet, M.F. et al., 1995].

Parmi les tâches les plus critiques pour réduire le coût global de l'opération de l'EC, il faut noter la réduction de la chute de résistance interne des électrodes (chute ohmique) pour améliorer la performance du courant.

L'oxygène et l'hydrogène gazeux ont tous deux apparus près de la cathode et de l'anode dès que chaque bulle de gaz s'est nucléée, générant un film qui encrasse l'oxyde sur la surface de l'électrode (effets de passivation). Ce problème augmente la résistance électrique totale de la cellule, nécessitant ainsi une quantité supérieure d'énergie électrique pour obtenir une élimination optimale.

Pour modérer l'accumulation de bulles, le flux d'électrolyte autour des électrodes doit être augmenté pour que les bulles soient expulsées [Mollah, M. et al.; 2004]. Comme solution proposée à ce problème, l'actuel réacteur EC à anode rotative a été utilisé pour améliorer l'efficacité globale des réacteurs.

Dans le cadre de cette étude, l'efficacité globale d'un réacteur EC qui utilise des électrodes rotatives a été considérée comme un paramètre majeur pour l'analyse où des investigations pratiques doivent être programmées pour formuler les principaux paramètres de conception et de fonctionnement nécessaires pour améliorer l'efficacité globale de ce type de réacteurs.

Dans ce mémoire, nous proposons un procédé de traitement des effluents industriels textiles par l'électrocoagulation en utilisant un réacteur EC sur mesure dans les meilleures conditions opérationnelles.

Pour présenter le travail réalisé, nous l'avons scindé en quatre chapitres :

- ❖ Le premier chapitre présente les différents types de pollutions issues de l'industrie textile ainsi que l'ensemble des différentes techniques utilisées pour le traitement.
- ❖ Le deuxième chapitre porte sur le procédé d'électrocoagulation (historique, principe, avantages et inconvénients, les paramètres qui influent sur ce procédé).
- ❖ Le troisième chapitre décrit le dispositif expérimental, les matériels et les méthodes utilisés pour la conception d'une installation servant à l'étude du procédé d'électrocoagulation (EC) à électrodes rotatives.
- ❖ Le dernier chapitre traite la théorie sur les plans d'expériences. Nous décrivons les outils nécessaires à la formulation et l'analyse d'un problème.

En terminant par une conclusion générale, résumant notre travail.

# Chapitre I

**(Traitement des eaux usées textiles)**

## I.1. Introduction

L'industrie textile peut être classée en trois catégories, à savoir le coton, la laine et les fibres synthétiques, en fonction des matières premières utilisées. L'industrie mondiale de la tannerie représente un secteur économique important dans de nombreux pays.

L'industrie de la teinture textile consomme de grandes quantités d'eau et produit de grands volumes d'eaux usées provenant des différentes étapes des processus de teinture et de finissage. Les eaux usées des unités d'impression et de teinture sont souvent riches en couleurs, contenant des résidus de colorants et de produits chimiques réactifs, tels que des composants complexes, de nombreux aérosols, une forte saturation en couleurs, une forte concentration en **DCO** et en **DBO** ainsi que des matériaux de dégradation beaucoup plus durs. Les effets toxiques des colorants et autres composés organiques, ainsi que des contaminants acides et alcalins, provenant des établissements industriels sur le grand public sont inacceptables. À l'heure actuelle, les colorants sont principalement des composés aromatiques et hétérocycliques, avec des groupes d'affichage en couleur et des groupes polaires. La structure est plus complexe et plus stable, ce qui rend plus difficile la dégradation des eaux usées d'impression et de teinture [1]. Il est donc important pour l'environnement de comprendre et de développer une technologie efficace de traitement des eaux usées de l'industrie de la teinture d'impression.

### I.1.1 Processus d'impression et de teinture des textiles

Les procédés d'impression et de teinture de textile comprennent le prétraitement, la teinture / impression, le finissage et d'autres technologies.

Le prétraitement comprend le désencollage, le décreusage, le lavage et d'autres procédés. La teinture vise principalement à dissoudre la teinture dans l'eau, qui sera transférée au tissu pour produire un tissu coloré sous certaines conditions. L'impression est une branche de la teinture qui est généralement définie comme une "teinture localisée", c'est-à-dire une teinture qui est confirmée sur une certaine partie du tissu qui constitue le dessin. Il s'agit en fait d'une forme de teinture dans laquelle les réactions essentielles impliquées sont les mêmes que celles de la teinture. Dans la teinture, la couleur est appliquée sous forme de solutions, alors que dans l'impression, la couleur est appliquée sous forme de pâte épaisse de la teinture. Les textiles naturels et synthétiques sont soumis à divers procédés de finissage. Ces procédés visent à améliorer les propriétés spécifiques du tissu fini et impliquent l'utilisation d'un grand nombre d'agents de finissage pour l'assouplissement, la réticulation et l'imperméabilisation. Tous les processus de finissage contribuent à la pollution de l'eau. En outre, dans différentes

circonstances, le flambage, le mercerisage, la réduction de la base et d'autres processus doivent avoir été effectués avant la teinture/impression.

Dans l'industrie de la teinture textile, le blanchiment est un processus important. Il s'appuie sur trois technologies : Le blanchiment à l'hypochlorite de sodium ; le blanchiment au peroxyde d'hydrogène et le blanchiment au chlorite de sodium. Le blanchiment à l'hypochlorite de sodium et le blanchiment au chlorite de sodium sont les procédés les plus couramment utilisés. La concentration normale de dioxyde de chlore dans les effluents de blanchiment est de 10 à 200 mg/l. Le dioxyde de chlore étant un oxydant puissant, il est très corrosif et toxique.

❖ Le processus d'impression et de teinture typique est illustré dans la **Figure I-1**, et les principaux colorants pour fibres utilisés actuellement sont présentés dans le **Tableau I-1** [2].

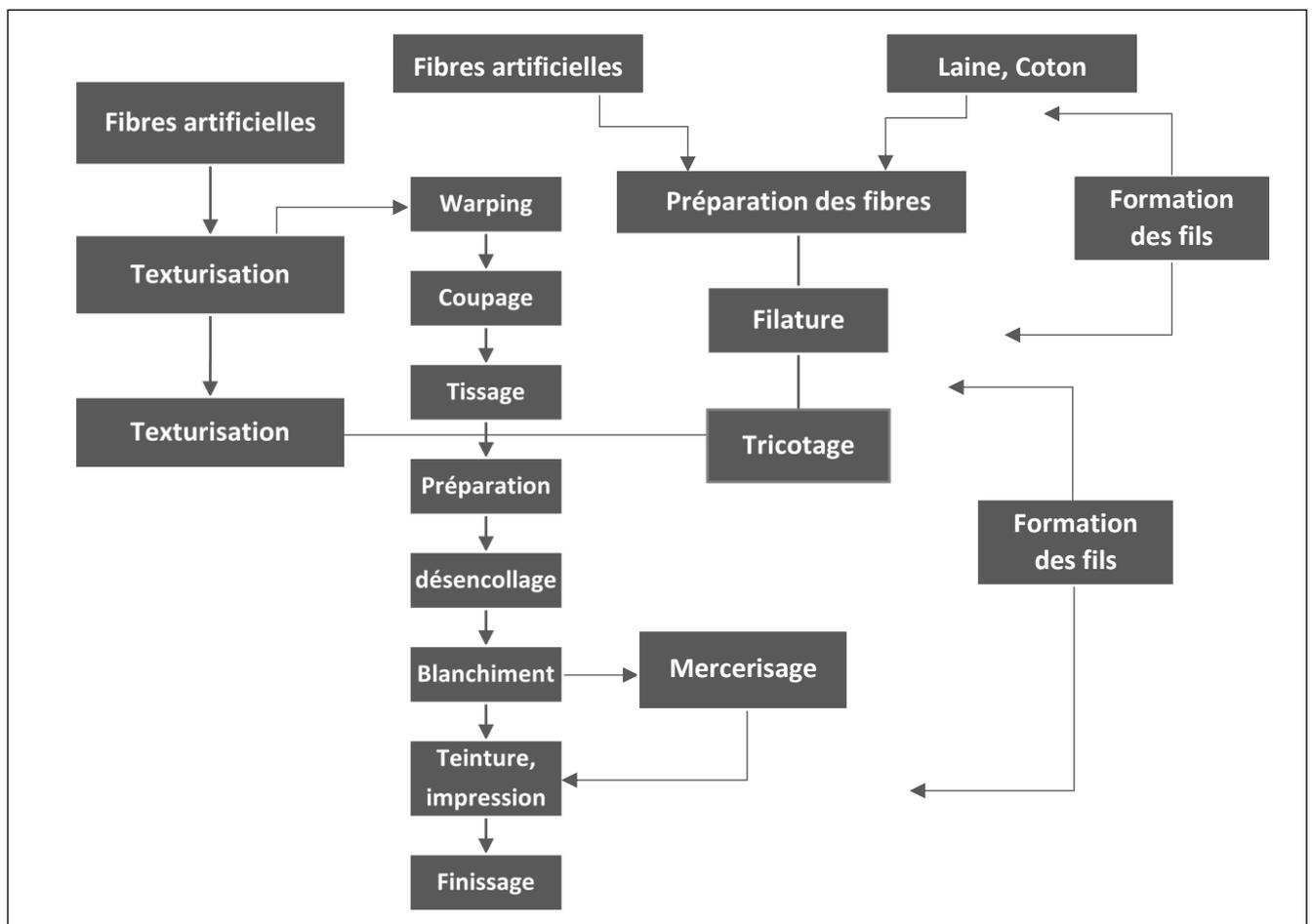


Figure I-1. Les différentes étapes du traitement du textile dans une usine de coton [7].

Tableau I-1. Les variétés de fibres couramment utilisées.

La variété des fibres	Les colorants couramment utilisés
Fibre de cellulose	Colorants directs, colorants réactifs, colorants de cuve, Colorants au sulfure, colorants azoïques
Laine	Colorants acides
Soie	Colorants directs, colorants acides
Polyester	Colorants azoïques, Colorants dispersés
Polyester-coton	Colorants dispersés / de cuve, Colorants dispersés / insolubles
fibre de polyacrylonitrile	Colorants cationiques, Colorants dispersés
fibre de polyacrylonitrile - laine	Colorants cationiques, Colorants acides
vinylon	Colorants directs, colorants de cuve, colorants au soufre, colorants acides,

### I.1.2 Production de la pollution de l'industrie textile

Les procédés d'impression et de teinture de textile comprennent le prétraitement, la teinture et l'impression, le finissage. Les principaux polluants sont les matières organiques qui proviennent du prétraitement de la pâte à papier, de la gomme de coton, de la cellulose, de l'hémicellulose et de l'alcali, ainsi que les additifs et les colorants utilisés dans les processus de teinture et d'impression. Les eaux usées du prétraitement représentent environ 45 % du total, et les eaux usées des processus de teinture et d'impression environ 50 à 55 %, tandis que le processus de finissage en produit peu.

Dans de nombreuses industries, les fibres chimiques représentent environ 69 % du total, dans lequel les fibres de polyester représentent plus de 80%. Le coton représente 80 % de la production de fibres naturelles. Par conséquent, l'analyse des eaux usées de la production et de la pollution de la teinture est basée sur ces deux fibres.

Le prétraitement du coton comprend le désencollage et le décapage. Les principaux polluants sont les impuretés dans le coton, la gomme de coton, l'hémicellulose et la boue, l'alcali dans le processus de tissage. La concentration moyenne actuelle de **DCO** dans le prétraitement est de 3000 mg/L. Les principaux polluants de la teinture/impression sont les auxiliaires et les colorants résiduels. La concentration moyenne de **DCO** est de 1000 mg/L et la concentration moyenne totale est de 2000 mg/L après mélange.

Le prétraitement des fibres de polyester consiste principalement en une réduction à l'aide d'un alcali. Cette réduction consiste à traiter le tissu en polyester avec 8 % d'hydroxyde de sodium à 90 C° pendant environ 45 minutes. Certains tissus en polyester se décollent et se

décomposent en acide téréphtalique et en éthylène glycol, de sorte qu'un tissu fin en polyester a le toucher de la soie. Ce processus peut être divisé en deux types : continu et discontinu. Si l'on prend le type par lots comme exemple, la concentration de **DCO** peut atteindre 20000 mg/L - 60000 mg/L. Les eaux usées provenant du processus de réduction peuvent ne représenter que 5 % du volume des eaux usées, alors que la **DCO** représente 60 % ou plus dans le secteur de la teinture et du finissage conventionnels.

La couleur est un des polluants des eaux usées qui suscite de nombreuses préoccupations. Dans le processus de teinture, le taux moyen de teinture est supérieur à 90 %. Cela signifie que le taux de teinture résiduelle dans les eaux usées du finissage est d'environ 10 %, ce qui est la principale raison de la contamination. Selon les différents colorants et procédés, la saturation est 200 à 500 fois plus élevée qu'auparavant.

Le **pH** est un autre facteur des eaux résiduaires de la teinture. Avant l'impression et le processus de teinture, le **pH** est un autre facteur, le **pH** des eaux usées de teinture reste entre 10 et 11 lorsqu'elles sont traitées par un alcali à haute température autour de 90 C° dans le processus de désencollage, de décapage et de mercerisage. Le procédé de réduction de la base polyester utilise principalement de l'hydroxyde de sodium, et le **pH** total est également de 10 à 11. Par conséquent, la plupart des eaux de teinture sont alcalines et le premier processus consiste à ajuster la valeur du **pH** des eaux usées de la teinture textile.

L'azote total et l'azote ammoniacal proviennent des colorants et des matières premières, ce qui n'est pas très élevé, environ 10 mg/L. Mais l'urée est nécessaire lors de l'utilisation des techniques de **batik**. Son azote total est de 300 mg/L, ce qui est difficile à traiter. Le phosphore contenu dans les eaux usées provient des détergents phosphorés. Compte tenu de la grave eutrophisation des eaux de surface, il doit être contrôlé. Certaines entreprises utilisent du phosphate trisodique pour que la concentration de phosphore atteigne 10 mg/L. Ce phosphore doit donc être éliminé lors du prétraitement.

Dans le processus de production, la substance en suspension provient des déchets de fibres et des matières premières non dissoutes. Elle sera éliminée par la grille, le grillage, etc. Les solides en suspension (SS) dans l'effluent proviennent principalement du bassin de sédimentation secondaire, dont les boues n'ont pas été complètement séparées, ce qui atteindra 10-100 mg/L comme d'habitude.

Le sulfure provient principalement du soufre, qui est une sorte de colorant bon marché et qualifié. En raison de sa toxicité, il a été interdit dans les pays développés. Cependant, en Chine,

certaines entreprises l'utilisent encore, c'est pourquoi il a été inclus dans les normes relatives aux eaux usées. Le sulfure contenu dans les eaux usées est d'environ 10 mg/L. Il existe deux sources principales de chrome hexavalent.

La gravure sur cylindre fait que les eaux usées contiennent du chrome hexavalent. Cependant, cette technologie n'a pas été utilisée. Une autre source possible est l'utilisation de dichromate de potassium comme additif dans le processus de teinture des cheveux. L'aniline provient principalement des colorants. La couleur de la teinture provient du chromophore. Certains colorants ont un cycle benzène, un amino, etc., qui sera décomposé dans le processus de traitement des eaux usées.

- ❖ Les polluants spécifiques potentiels provenant de l'impression et de la teinture des textiles sont indiqués dans le **Tableau I-2** [3].

*Tableau I-2. Polluants spécifiques provenant des opérations de traitement du textile/teinture*

Processus	Composés
Désencollage	Tailles, Enzymes, Amidon, Cires, Ammoniaque.
Décapage	Résidus de désinfectants et d'insecticides, NaOH, Agents de surface, Savons, Graisses, cires, Pectine, Huiles, Tailles, Agents antistatiques, Produits usagés des solvants, Enzymes.
Blanchiment	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> , AOX, Silicate de sodium ou Stabilisateur organique, pH élevé.
Mercerisage	pH élevé, NaOH
Teinture	Couleur, Métaux, Sels, Tensioactifs, Adjuvants de traitement organiques, Sulfure, Acidité/Alcalinité, Formaldéhyde.
Impression	Urée, Solvants, Couleur, Métaux.
Finissage	Résines, Cires, Composés chlorés, Acétate, Stéarate, Solvants usés, Adoucisseurs.

### I.1.3 Risque lié aux eaux usées de la teinture des textiles

Les eaux usées rejetées par certaines industries dans des conditions incontrôlées et inadaptées causent d'importants problèmes environnementaux. L'importance du contrôle et du traitement de la pollution est sans aucun doute le facteur clé de l'avenir de l'humanité. Si une usine textile rejette ses eaux usées dans l'environnement local sans aucun traitement, elle aura un impact sérieux sur les plans d'eau naturels et les terres environnantes. Des valeurs élevées de DCO/DBO, la présence des particules et sédiments, ainsi que d'huiles et de graisses dans les effluents entraînent un appauvrissement d'oxygène dissous, ce qui a un effet néfaste sur le système écologique aquatique.

Les effluents des usines textiles contiennent également du chrome, qui a un effet cumulatif, et des possibilités plus élevées d'entrer dans la chaîne alimentaire. En raison de l'utilisation de colorants et de produits chimiques, les effluents sont de couleur foncée, ce qui augmente la turbidité des masses d'eau. Cela entrave le processus de photosynthèse, entraînant une altération d'habitat [4].

#### I.1.4 Les normes de l'industrie textile pour les polluants de l'eau

Comme les eaux usées sont nocives pour l'environnement et les personnes, il existe des exigences strictes en matière d'émission des eaux usées. Cependant, en raison de la différence de matières premières, de produits, de colorants, de technologies et d'équipements, les normes d'émission des eaux usées comportent trop d'éléments. Il est élaboré par le département national de protection de l'environnement en fonction des conditions locales et des exigences de protection de l'environnement qui ne sont pas fixées. Il varie en fonction de la situation dans les différentes régions. Par conséquent, la nature des objectifs d'émission est la priorité des points.

Pour les eaux usées d'impression et de teinture, il faut d'abord tenir compte des polluants organiques, de la couleur et des ions de métaux lourds. Depuis peu, comme le manque d'eau, la récupération des eaux usées doit être envisagée. Ainsi, la décoloration des eaux usées d'impression et de teinture a fortement augmenté.

Les normes d'impression et de teinture sont différentes dans les différents pays. En accédant aux informations pertinentes, on a trouvé les normes de l'industrie textile en matière de polluants de l'eau en Chine, en Allemagne et aux États-Unis.

*Tableau I-3. Normes de l'industrie textile pour les polluants de l'eau (en Chine).*

	Paramètres	Limites de la concentration rejetée	Limites de concentration pour les nouvelles usines	Limites spéciales de concentration des rejets
1	DCO	100 mg/L	80 mg/L	60 mg/L
2	DBO	25 mg/L	20 mg/L	15 mg/L
3	pH	6~9	6~9	6~9
4	SS	70 mg/L	60 mg/L	20 mg/L
5	Chrominance	80	60	40
6	TN	20 mg/L	15 mg/L	12 mg/L
7	NH <sub>3</sub> -N	15 mg/L	12 mg/L	10 mg/L
8	TP	1.0 mg/L	0.5 mg/L	0.5 mg/L
9	S	1.0	Non détecté	Non détecté
10	ClO <sub>2</sub>	0.5 mg/L	0.5 mg/L	0.5 mg/L
11	Cr6+	0.5 mg/L	Non détecté	Non détecté
12	Aniline	1.0 mg/L	Non détecté	Non détecté

## I.2. Procédés de traitement des eaux usées de la teinture des textiles

Les eaux usées de la teinture des textiles contiennent une grande quantité de composants complexes à forte concentration organique, de couleur élevée et aux caractéristiques très changeantes. En raison de leur **DBO/DCO** élevée, de leur coloration et de leur charge en sel, les eaux usées résultant de la teinture du coton avec des colorants réactifs sont gravement polluées. Comme les organismes aquatiques ont besoin de lumière pour se développer, tout déficit à cet égard causé par une eau colorée entraîne un déséquilibre de l'écosystème. De plus, les eaux des rivières qui sont utilisées comme eau potable, ne doivent pas être colorées, sinon les coûts de traitement seront augmentés. Il est évident que lorsque des limites légales existent (pas dans tous les pays), celles-ci doivent être prises comme justification. Les études concernant la faisabilité du traitement des eaux usées de la teinture sont très importantes [3].

Au cours des dernières décennies, de nombreuses techniques ont été développées pour trouver un moyen économique et efficace de traiter les eaux usées de la teinture des textiles, y compris des procédés de traitement physico-chimique, biochimique, combiné et d'autres technologies. Ces technologies sont généralement très efficaces pour les eaux usées de la teinture des textiles.

### I.2.1 Traitement physico-chimique des eaux usées

Le traitement des eaux usées est un mélange de processus unitaires, certains physiques, d'autres chimiques ou biologiques dans leur action. Un procédé de traitement classique est composé d'une série de procédés unitaires individuels, la sortie (ou l'effluent) d'un procédé devenant l'entrée (l'influent) du procédé suivant. La première étape est généralement constituée de processus physiques. Le traitement physico-chimique des eaux usées a été largement utilisé dans les stations d'épuration qui ont une forte élimination de la couleur et des substances en suspension, alors qu'elles ont une faible élimination de la **DCO** [5]. Les méthodes physico-chimiques courantes sont présentées ci-dessous.

#### *I.2.1.1 Péréquation et homogénéisation*

En raison de la qualité de l'eau très polluée et des fluctuations de quantité, des composants complexes, les eaux usées de la teinture des textiles doivent généralement être prétraitées pour assurer l'effet de traitement et un fonctionnement stable.

En général, le réservoir de régulation est réglé pour traiter les eaux usées. En attendant, pour éviter que les peluches, les graines de coton et la boue ne se déposent au fond de réservoir,

on mélange généralement les eaux usées avec de l'air ou un équipement de mélange mécanique dans le réservoir. Le temps de rétention hydraulique est généralement d'environ 8 h.

### ***1.2.1.2 Flottation***

La flottation produit un grand nombre de microbulles afin de former les substances triphasées de l'eau, du gaz et du solide. De l'air dissous sous pression peut être ajouté pour provoquer la formation de microbulles qui s'attacheront aux particules. Sous l'effet de la tension interfaciale, de la flottation de la bulle qui monte, de la pression hydrostatique et de diverses autres forces, la microbulle adhère aux microfibrilles. En raison de sa faible densité, les mélanges flottent à la surface, de sorte que les particules des huiles sont séparées de l'eau. Ainsi, cette méthode peut efficacement éliminer les fibres des eaux usées.

### ***1.2.1.3 Coagulation - floculation - décantation***

La coagulation-floculation-décantation est l'une des méthodes les plus utilisées, notamment dans le cadre du processus de traitement conventionnel.

Actif sur les matières en suspension, de type colloïdal de très petite taille, leur charge électrique donne une répulsion et empêche leur agrégation. L'ajout dans l'eau de produits électrolytiques tels que le sulfate d'aluminium, le sulfate ferrique, le chlorure ferrique, donnant des ions métalliques hydrolysables ou des polymères organiques hydrolysables (polyélectrolyte) peut éliminer les charges électriques de surface des colloïdes. Cet effet est appelé coagulation. Normalement, les colloïdes apportent des charges négatives, de sorte que les coagulants sont généralement des coagulants cationiques inorganiques ou organiques (avec une charge positive dans l'eau).

Les hydroxydes métalliques et les polymères organiques, en plus d'assurer la coagulation, peuvent aider à l'agrégation des particules en flocons, augmentant ainsi la sédimentation. L'action combinée de la coagulation, de la floculation et de la sédimentation est appelée clarifloculation.

La décantation a besoin d'immobilité et de vitesse d'écoulement, c'est pourquoi ces trois processus nécessitent des bassins de réaction différents. Ces procédés utilisent la séparation mécanique entre des matières hétérogènes, alors que la matière dissoute n'est pas bien éliminée (la clarifloculation peut en éliminer une partie par absorption dans les flocons). La matière dissoute peut être mieux éliminée par des procédés biologiques ou par d'autres procédés physico-chimiques [5].

Mais une charge chimique supplémentaire sur l'effluent (qui augmente normalement la concentration en sel) augmente la production de boues et conduit à l'élimination incomplète des colorants.

#### *1.2.1.4 Oxydation chimique*

Les opérations chimiques, comme leur nom l'indique, sont celles dans lesquelles se produisent des réactions strictement chimiques, comme les précipitations. Le traitement chimique repose sur les interactions chimiques des contaminants que nous souhaitons éliminer de l'eau, et sur l'application de produits chimiques qui aident soit à séparer les contaminants de l'eau, soit à détruire ou à neutraliser les effets nocifs associés aux contaminants. Les méthodes de traitement chimique sont appliquées à la fois comme technologies autonomes et comme partie intégrante du processus de traitement avec des méthodes physiques [6]. Les opérations chimiques peuvent oxyder le pigment dans les eaux usées d'impression et de teinture ainsi que blanchir l'effluent. Actuellement, l'oxydation au Fenton et l'oxydation à l'ozone sont souvent utilisées dans le traitement des eaux usées.

##### *a. Réaction de Fenton*

Les procédés d'oxydation représentent une méthode chimique largement utilisée pour le traitement des effluents textiles, où la décoloration est la principale préoccupation. Parmi les agents oxydants, le principal produit chimique est le peroxyde d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), diversement activé pour former des radicaux hydroxyles, qui sont parmi les agents oxydants existants les plus puissants et sont capables de décolorer une large gamme de colorants. Une première méthode pour activer la formation de radicaux hydroxyles à partir de  $\text{H}_2\text{O}_2$  est la réaction dite de Fenton, dans laquelle du peroxyde d'hydrogène est ajouté à une solution acide ( $\text{pH} = 2-3$ ) contenant des ions  $\text{Fe}^{2+}$ .

La réaction de Fenton est principalement utilisée comme prétraitement pour les eaux usées résistantes au traitement biologique et/ou toxiques pour la biomasse. La réaction est exothermique et doit se dérouler à une température supérieure à la température ambiante. Dans les grandes installations, cependant, la réaction est généralement effectuée à température ambiante en utilisant un grand excès de fer ainsi que du peroxyde d'hydrogène. Dans de telles conditions, les ions n'agissent pas comme catalyseur et la grande quantité de **DCO** totale éliminée doit être principalement attribuée à la coprécipitation du  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ . Les principaux inconvénients de la méthode sont l'ajout important d'acide et d'alcali pour atteindre le **pH** requis,

la nécessité de réduire la concentration en fer résiduel, trop élevée pour être rejetée dans l'effluent final, et la production élevée de boues qui en résulte [5].

#### *b. Ozonation (Oxydation à l'ozone)*

Il s'agit d'un traitement de décoloration très efficace et rapide, qui peut facilement rompre les doubles liaisons présentes dans la plupart des colorants. L'ozonation peut également inhiber ou détruire les propriétés moussantes des agents de surface résiduels et elle peut oxyder une partie importante de la **DCO**. En outre, elle peut améliorer la biodégradabilité des effluents qui contiennent une fraction élevée de composants non biodégradables et toxiques grâce à la conversion (par une oxydation limitée) des polluants récalcitrants en intermédiaires plus facilement biodégradables. Autre avantage, le traitement n'augmente ni le volume des eaux usées ni la masse des boues.

Les applications à grande échelle sont de plus en plus nombreuses, principalement en tant que traitement de polissage final, nécessitant généralement des traitements en amont tels qu'au moins une filtration pour réduire la teneur en solides en suspension et améliorer l'efficacité de la décoloration [5].

#### *1.2.1.5 Adsorption*

L'adsorption est la méthode la plus utilisée dans le traitement physico-chimique des eaux usées, qui peut mélanger les eaux usées et les matériaux poreux en poudre ou en granulés, tels que le charbon actif et l'argile, ou laisser les eaux usées passer à travers son lit filtrant composé de matériaux granulaires. Grâce à cette méthode, les polluants présents dans les eaux usées sont adsorbés et éliminés à la surface du matériau poreux ou du filtre [5].

Les adsorbants couramment utilisés sont le charbon actif, les polymères de silicium et le kaolin. Différents adsorbants ont une adsorption sélective des colorants. Mais, jusqu'à présent, le charbon actif reste le meilleur adsorbant des eaux usées contenant des colorants. La couleur peut être éliminée à 92,17% et la **DCO** peut être réduite à 91,15% dans des réacteurs d'adsorption en série, qui répondent aux normes en matière d'eaux usées dans l'industrie textile et peuvent être réutilisés comme eau de lavage. Comme le charbon actif est sélectionné pour adsorber les colorants, il peut éliminer efficacement les colorants solubles dans l'eau des eaux usées, tels que les colorants réactifs, les colorants basiques et les colorants azoïques, mais il ne peut pas adsorber les solides en suspension et les colorants insolubles. En outre, le charbon actif ne peut pas être utilisé directement dans le traitement des eaux usées de la teinture textile d'origine, alors

qu'il est généralement utilisé dans le traitement des eaux usées de la teinture à faible concentration ou dans le traitement avancé en raison du coût élevé de la régénération.

#### ***1.2.1.6 Procédé de séparation par membrane***

Le procédé de séparation par membrane est la méthode qui utilise les micropores de la membrane pour filtrer et qui utilise la perméabilité sélective de la membrane pour séparer certaines substances dans les eaux usées. Actuellement, le procédé de séparation membranaire est souvent utilisé pour le traitement des eaux usées de teinture principalement basé sur la pression membranaire, comme l'osmose inverse, l'ultrafiltration, la nanofiltration et la microfiltration. Le procédé de séparation membranaire est une nouvelle technologie de séparation, avec une grande efficacité de séparation, une faible consommation d'énergie, un fonctionnement facile, une absence de pollution, etc. Toutefois, cette technologie n'est pas encore promue à grande échelle car elle a la particularité de nécessiter un équipement spécial, de nécessiter des investissements élevés et de s'encrasser dans la membrane, etc. [6].

##### ***a. Osmose inverse***

Les membranes d'osmose inverse ont un taux de rétention de 90 % ou plus pour la plupart des types de composés ioniques et produisent un perméat de haute qualité. La décoloration et l'élimination des auxiliaires chimiques dans les eaux usées des teintureries peuvent être réalisées en une seule étape par osmose inverse. L'osmose inverse permet l'élimination de tous les sels minéraux, des colorants réactifs hydrolysés et des auxiliaires chimiques. Il convient de noter que plus la concentration de sel dissous est élevée, plus la pression osmotique est importante ; par conséquent, plus l'énergie requise pour le processus de séparation est importante [7].

##### ***b. Nanofiltration***

La nanofiltration a été appliquée pour le traitement des effluents colorés de l'industrie textile. Son ouverture n'est que de quelques nanomètres, le poids moléculaire de rétention étant d'environ 80-1000da, une combinaison d'adsorption et de nanofiltration peut être adoptée pour le traitement des effluents de teinture textile. L'étape d'adsorption précède la nanofiltration, car cette séquence diminue la polarisation de la concentration pendant le processus de filtration, ce qui augmente le rendement du processus. Les membranes de nanofiltration retiennent les composés organiques de faible poids moléculaire, les ions divalents, les gros ions monovalents, les colorants réactifs hydrolysés et les auxiliaires de teinture. Les effets nocifs de fortes concentrations de colorants et de sels dans les effluents des teintureries ont été fréquemment signalés. Dans la plupart des études publiées concernant les effluents des teintureries, la

concentration de sels minéraux ne dépasse pas 20 g/L, et la concentration de colorants ne dépasse pas 1,5 g/L. En général, les effluents sont reconstitués avec un seul colorant, et le volume étudié est également faible. Le traitement des eaux usées de teinture par nanofiltration représente l'une des rares applications possibles pour le traitement de solutions très concentrées et complexes [7].

Un problème majeur est l'accumulation de solides dissous, qui rend impossible le rejet des effluents traités dans les cours d'eau. Divers groupes de recherche ont essayé de développer des technologies économiquement viables pour le traitement efficace des effluents de teinture. Le traitement par nanofiltration comme alternative s'est avéré assez satisfaisant [5]. La technique est également favorable en termes de régulation environnementale.

### *c. Ultrafiltration*

L'ultrafiltration, dont l'ouverture n'est que d'environ 1nm-0.05 $\mu$ m, permet d'éliminer les macromolécules et les particules, mais l'élimination des substances polluantes, telles que les colorants, n'est jamais complète. Même dans le meilleur des cas, la qualité des eaux usées traitées ne permet pas leur réutilisation pour des processus sensibles, comme la teinture des textiles. Ainsi, le poids moléculaire de rétention est compris entre 1000 et 300 000da, **Rott et Minke (1999)** soulignent que 40 % de l'eau traitée par ultrafiltration peut être recyclée pour alimenter des procédés dits "mineurs" dans l'industrie textile (rinçage, lavage) dans lesquels la salinité ne pose pas de problème. L'ultrafiltration ne peut être utilisée que comme prétraitement pour l'osmose inverse ou en combinaison avec un réacteur biologique [7].

### *d. Microfiltration*

La microfiltration dont l'ouverture est d'environ 0,1-1 $\mu$ m convient au traitement des bains de teinture contenant des colorants pigmentaires, ainsi qu'aux bains de rinçage ultérieurs. Les produits chimiques utilisés dans le bain de teinture, qui ne sont pas filtrés par la microfiltration, resteront dans le bain. La microfiltration peut également être utilisée comme prétraitement pour la nanofiltration ou l'osmose inverse [7].

Les eaux usées textiles contiennent de grandes quantités de matières organiques difficilement biodégradables et de matières inorganiques. À l'heure actuelle, de nombreuses usines ont adopté le procédé de traitement physico-chimique.

❖ La **Figure I-2** présente quelques exemples de procédés de traitement physico-chimique [8].

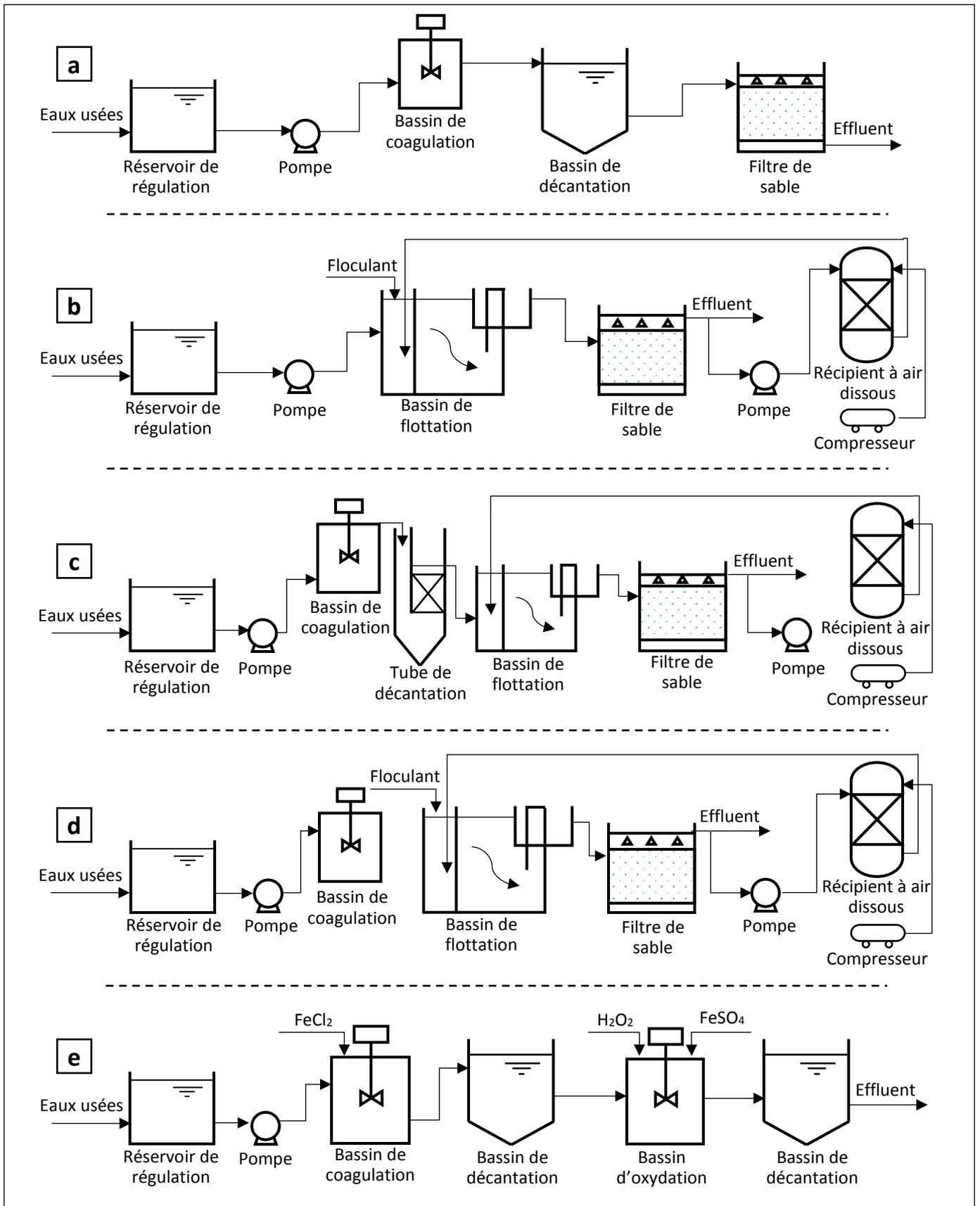


Figure I-2. Procédés de traitement physico-chimique des eaux usées de la teinture des textiles.

## **I.2.2 Traitement biologique des eaux usées**

Le processus biologique élimine la matière dissoute d'une manière similaire à l'autoépuration mais d'une manière plus efficace que la clarifloculation. L'efficacité de l'élimination dépend sur le rapport entre la charge organique et la masse biologique présente dans le réservoir d'oxydation, sa température et la concentration d'oxygène.

La concentration de la biomasse peut augmenter, par aération l'effet de suspension mais il est important de ne pas atteindre une énergie de mélange qui peut détruire les trousseaux, car elle peut empêcher la décantation suivante.

Normalement, la concentration de la biomasse se situe entre 2500 et 4500 mg/L, l'oxygène environ 2 mg/L. Avec un temps d'aération de 24 heures, la demande en oxygène peut être réduite jusqu'à 99%.

En fonction des différentes demandes en oxygène, les méthodes de traitement biologique peuvent être divisées en traitement aérobie et anaérobie. En raison de sa grande efficacité et de sa large application, le traitement biologique aérobie devient naturellement le courant dominant du traitement biologique [5].

### ***I.2.2.1 Traitement biologique aérobie***

Selon les besoins en oxygène des différentes bactéries, on peut les diviser en bactéries aérobies, anaérobies et facultatives. Le traitement biologique aérobie permet de purifier l'eau à l'aide de bactéries aérobies et de bactéries facultatives dans l'environnement aérobie. Le traitement biologique aérobie peut être divisé en deux grandes catégories : le procédé à boues activées et le procédé à biofilm.

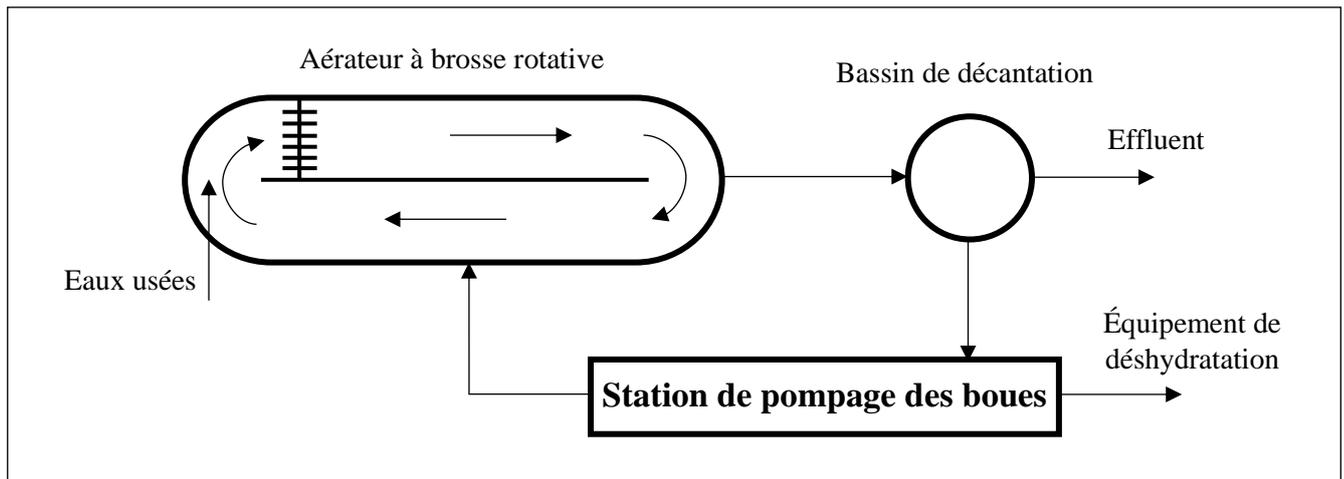
#### ***a. Procédé à boues activées***

Les boues activées sont une sorte de floc qui est principalement composé de nombreux micro-organismes et qui présente une forte décomposition et adsorption des matières organiques, c'est pourquoi on les appelle "boues activées". Les eaux usées peuvent être clarifiées et purifiées après la séparation des boues activées. Le procédé des boues activées est basé sur les boues activées dont la structure principale est le bassin d'aération.

Le procédé à boues activées est une méthode efficace. Tant que, conformément aux lois scientifiques, après avoir acquis quelques expériences, on peut obtenir une efficacité d'élimination plus élevée. Dans le traitement actuel, le fossé d'oxydation et le procédé SBR sont les procédés à boues activées les plus couramment utilisés [5].

- **Le procédé du fossé d'oxydation**

Le fossé d'oxydation est une sorte de technologie de traitement biologique des eaux usées, qui a été mise au point par l'institut de recherche en génie sanitaire des Pays-Bas dans les années 50 du siècle dernier. C'est une variante de la boue activée, qui est une forme spéciale d'aération prolongée. Le processus de traitement biologique des eaux usées qui est principalement composé par le fossé d'oxydation a été montré dans la **Figure I-3**.



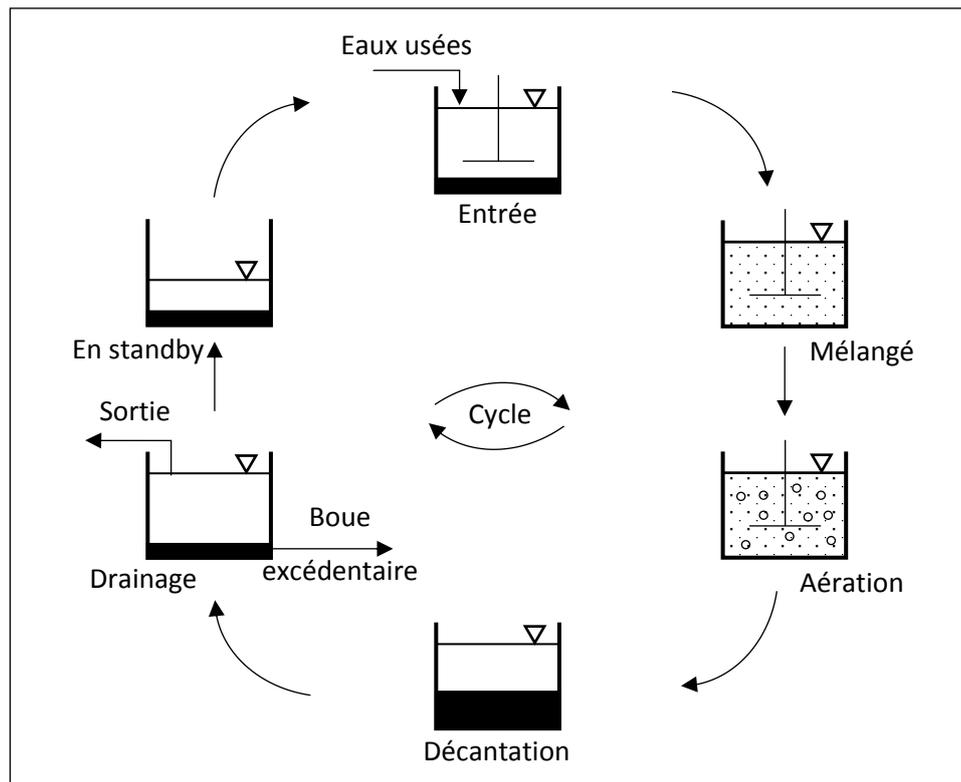
*Figure I-3. Le fossé d'oxydation pour le processus de traitement biologique.*

Le fossé d'oxydation est généralement constitué du corps du fossé, de l'équipement d'aération, de l'équipement d'entrée ou de sortie de l'eau, de l'équipement de dérivation et de mélange. La forme du corps du fossé est généralement annulaire ; elle peut également être rectangulaire, en L, ronde ou autre. La forme latérale du fossé d'oxydation est généralement rectangulaire ou trapézoïdale. Les eaux usées, les boues activées et divers microorganismes sont mélangés dans un fossé en boucle continue afin de compléter la nitrification et la dénitrification. Le fossé d'oxydation a les caractéristiques d'un réservoir d'oxydation complètement mélangé, à écoulement piston et à oxydation. Comme le fossé d'oxydation a un long temps de rétention hydraulique (TRH), une faible charge organique et un long âge des boues, par rapport au procédé classique à boues activées, le bassin d'égalisation, le bassin de sédimentation primaire, le bassin de digestion des boues peuvent être omis. Le bassin de sédimentation secondaire peut également être omis dans certains procédés. Il présente de nombreuses caractéristiques, telles qu'un degré élevé de purification, une résistance aux chocs, une stabilité, une fiabilité, une simplicité, une facilité d'utilisation et de gestion, une maintenance aisée, un faible investissement et une faible consommation d'énergie. Le fossé d'oxydation forme la zone aérobie, la zone anoxique et la zone anaérobie dans l'espace, qui a une bonne fonction de dénitrification [5].

- **Séquençage du procédé de boues activées par réacteur discontinu**

Le procédé SBR (Sequencing Batch Reactor Activated Sludge Process) est un procédé de réforme à partir de boues activées, qui est un nouveau mode de fonctionnement. Son fonctionnement est principalement composé de cinq procédés : **1 - Entrée** ; **2 - Réaction** ; **3 - Décantation** ; **4 - Sortie** ; **5 - Standby**.

❖ Le plan du processus de réaction est illustré dans la **Figure I-4**.



**Figure I-4. Processus de réaction du SBR.**

Le procédé de traitement SBR a non seulement un taux élevé d'élimination de la **DCO**, mais aussi une grande efficacité d'élimination de la couleur. Par rapport aux méthodes traditionnelles, le procédé SBR présente une grande résistance aux chocs. Il dispose de moins d'équipements de traitement, simple structure, et facile à utiliser [9].

### **b. Biofilm**

Le processus du biofilm est une sorte de traitement biologique qui fait que des nombreux microorganismes sont attachés à la surface d'un objet fixe, tout en laissant l'eau usée s'écouler à sa surface pour la purifier par contact. Les principaux types de processus de biofilm sont l'oxydation biologique par contact, les contacteurs biologiques rotatifs et le lit fluidisé biologique [5].

- **Oxydation biologique par contact**

L'oxydation biologique par contact est largement utilisée dans le traitement des eaux usées de la teinture. La principale caractéristique du procédé est de fixer des charges dans les bassins d'aération, de sorte qu'il présente les caractéristiques de boue activée et de biofilm. Les eaux usées des bassins d'oxydation contiennent une certaine quantité de boues activées, tandis que les charges sont recouvertes d'un grand nombre de biofilms. Lorsque les eaux usées entrent en contact avec les remplisseurs, elles peuvent être purifiées grâce à la fonction des micro-organismes aérobies.

Le bassin d'oxydation par contact biologique possède une purification efficace, un temps de traitement court ainsi qu'une qualité d'eau bonne et stable. Il produit moins de boues et les particules de boues sont plus grosses, ce qui facilite la sédimentation.

- **Contacteur biologique rotatif**

Le contacteur biologique rotatif est une station d'épuration efficace développée sur la base du filtre biologique d'origine. Il est constitué d'une série de disques fermés qui sont fixés sur un axe horizontal. Les disques sont faits de matériaux légers, comme une plaque de plastique dur, une plaque de verre, etc. Le diamètre du disque est généralement d'environ 1 à 3 m. Près de la moitié de la surface du disque est immergée dans les eaux usées du réservoir d'oxydation, mais la moitié supérieure est exposée à l'air.

L'axe horizontal rotatif qui est entraîné par le dispositif de rotation fait que le disque tourne lentement. En raison de la rotation du disque, les eaux usées du bassin d'oxydation sont complètement mélangées.

Il y a une couche de biofilm sur la surface du disque, lorsque le disque rotatif est immergé dans les eaux usées à l'intérieur du réservoir d'oxydation, la matière organique des eaux usées est adsorbée par le biofilm sur le disque. Lorsque le disque rotatif tourne dans l'air, le film d'eau qui est amené par le disque s'égoutte le long de la surface du biofilm, en même temps, l'oxygène de l'air se dissout constamment dans le film d'eau. Sous la catalyse de l'enzyme, bien qu'absorbant l'oxygène dissous dans le film d'eau, le micro-organisme peut oxyder et décomposer la matière organique des eaux usées et excréter le métabolite en même temps. Dans le processus de rotation du disque, le biofilm sur le disque entre en contact avec les eaux usées et l'air en alternance constante, complétant le processus d'adsorption-oxydation-décomposition oxydative en continu pour purifier les eaux usées. Les avantages du biocontacteur rotatif sont

l'économie d'énergie, une grande capacité de charge de choc, pas de retour de boue, peu de boue générée, peu de bruit, une maintenance et une gestion faciles, etc. Au contraire, les inconvénients sont la grande surface et la nécessité de maintenir les bâtiments.

- **Lit fluidisé biologique**

Le procédé de lit fluidisé est également appelé procédé de biofilm à support suspendu, qui est un nouveau procédé efficace de traitement des eaux usées. La méthode qui adopte la technologie de fluidisation des particules solides peut maintenir l'ensemble du système à l'état fluidisé pour améliorer le contact entre les particules solides et le fluide et atteindre l'objectif de purification des eaux usées. La substance de cette méthode est celle qui utilise le charbon actif, le sable, l'antracite ou d'autres particules dont le diamètre est inférieur à 1 mm comme support et remplissage du récipient. Grâce à l'eau pulsée, le support est fluidifié et recouvert par le biofilm à sa surface. En raison de la petite taille du support, celui-ci a une grande surface en volume unitaire (la surface du support peut atteindre 2000-3000 m<sup>2</sup>/m<sup>3</sup>), et peut maintenir un niveau élevé de biomasse microbienne. L'efficacité du traitement est environ 10 à 20 fois supérieure à celle du procédé classique à boues activées. Il peut éliminer une grande partie de la matière organique en peu de temps, mais la superficie des terres n'est que d'environ 5% de celle du procédé classique à boues activées. Par conséquent, pour le traitement des eaux usées organiques à haute consistance dans les eaux usées de la teinture textile, nous pouvons envisager d'adopter ce procédé à lit fluidisé sur support en suspension [5].

### ***1.2.2.2 Traitement biologique anaérobie***

Le traitement biologique anaérobie est une méthode qui utilise les bactéries anaérobies pour décomposer la matière organique dans des conditions anaérobies. Cette méthode a d'abord été utilisée pour la digestion des boues. Ces dernières années, elle a été progressivement utilisée pour le traitement des eaux usées organiques à forte et à faible concentration. Dans l'industrie textile, il existe de nombreux types d'eaux usées organiques à forte concentration, telles que les eaux usées de lavage de la laine, d'impression et de teinture des textiles, etc., dont la teneur en matière organique peut atteindre 1000 mg/l ou plus, le processus de traitement anaérobie des eaux usées peut donner de bons résultats. Le processus de traitement anaérobie est généralement adopté dans le cadre d'un projet réel qui utilise le traitement anaérobie pour traiter les eaux usées à haute concentration et le traitement aérobie pour traiter les eaux usées à faible concentration. Actuellement, le processus d'acidification par hydrolyse est le principal processus de traitement

anaérobie, qui peut augmenter la biodégradabilité des eaux usées pour faciliter le processus de traitement biologique suivant.

Le processus d'acidification par hydrolyse constitue les deux premières étapes du traitement anaérobie. En utilisant les bactéries anaérobies et les bactéries facultatives, la macromolécule, la matière organique hétérocyclique et d'autres matières organiques difficilement biodégradables seraient décomposées en petites matières organiques moléculaires, ce qui améliorerait la biodégradabilité des eaux usées et détruirait les groupes colorés de molécules de colorants pour éliminer une partie de la couleur dans les eaux usées. Plus important encore, en raison de la structure moléculaire de la matière organique et de la matière colorée ou du chromophore qui a été modifiée par les bactéries anaérobies, il est facile de décomposer et de décolorer dans des conditions aérobies, ce qui améliore l'effet de décoloration des eaux usées. Les données d'exploitation montrent que la valeur du **pH** de l'effluent du réservoir d'hydrolyse diminue généralement de 1,5 unité. L'acide organique produit lors de l'hydrolyse peut neutraliser efficacement une partie de l'alcalinité des eaux usées, ce qui peut faire baisser le **pH** des eaux usées à environ 8 et fournir un bon environnement neutre pour le traitement aérobie ultérieur. Actuellement, le processus de digestion anaérobie est une mesure essentielle dans le traitement biologique des eaux usées de la teinture des textiles.

En outre, il existe actuellement de nombreux autres procédés utilisés dans le traitement des eaux usées de la teinture textile, tels que le lit de boue anaérobie à flux ascendant (UASB), le lit fluidisé anaérobie à flux ascendant (UABF), le réacteur anaérobie à chicanes (ABR) et le filtre biologique anaérobie, etc. [5].

### **I.2.3 Procédés de combinaison biochimique et physico-chimique**

Ces dernières années, avec l'application des nouvelles technologies dans l'industrie textile et de la teinture, un grand nombre de matières organiques difficilement biodégradables, telles que les boues de PVA, les agents tensioactifs et les nouveaux additifs, entrent dans les eaux usées de la teinture, ce qui entraîne une forte concentration de la matière organique, une composition complexe et changeante et une réduction évidente de la biodégradabilité. Le taux d'élimination du **DCO** du simple procédé aérobie à boues activées qui a été utilisé pour traiter les eaux usées de la teinture textile a diminué de 70 à 50%, et l'effluent ne peut pas répondre aux normes de rejet. Plus grave encore, un grand nombre d'installations de traitement des eaux usées ne peuvent normalement pas fonctionner, même à l'arrêt. Par conséquent, les processus de

combinaison biochimique et physico-chimique ont été progressivement développés. Et son application est de plus en plus répandue [10].

Les types de processus de combinaison sont variés, et les principales adoptions actuelles sont les suivantes :

- Acidification par hydrolyse + Oxydation biologique par contact + Flottation ;
- Anaérobie + Aérobie + Contacteur biologique de charbon ;
- Coagulation + ABR + Fossé d'oxydation ;
- Physico-chimique + Aérobie + UASB.

#### **I.2.4 Processus de traitement de pointe**

##### ***I.2.4.1 Technologie des ultrasons***

Le principe de cette méthode est que les eaux usées entrent dans une chambre de vibration de l'air après avoir été ajoutées aux flocculants sélectionnés dans un réservoir de régulation. Sous l'effet des oscillations intenses de la fréquence d'oscillation nominale, une partie de la matière organique des eaux usées est transformée en petite molécule organique en détruisant ses liaisons chimiques. La flocculation des flocculants s'est rapidement accompagnée de la couleur, du **DCO** et la concentration d'aniline a chuté sous le mouvement thermique accéléré des molécules d'eau, qui jouent le rôle de réduire la concentration de matière organique dans les eaux usées. À l'heure actuelle, la technologie des ultrasons dans la recherche sur le traitement de l'eau a permis de grandes réalisations, mais la plupart d'entre elles sont encore confinées au niveau de la recherche en laboratoire [5].

##### ***I.2.4.2 Oxydation photochimique***

L'oxydation photochimique présente de nombreux avantages : conditions de réaction douces (température et pression ambiantes), forte capacité d'oxydation et vitesse rapide, etc. Elle peut être divisée en 4 types, qui sont la décomposition de la lumière, l'oxydation par photoactivation, l'oxydation par excitation optique et l'oxydation par photocatalyse. Parmi elles, l'oxydation par photocatalyse a été plus étudiée et appliquée actuellement.

Cette technologie peut détruire efficacement de nombreux polluants organiques dont la structure est stable et difficile à dégrader biologiquement. Par rapport au traitement physique dans le processus traditionnel de traitement des eaux usées, les avantages les plus évidents de cette technologie sont une efficacité énergétique significative, une dégradation complète des polluants, etc. La majorité de la matière organique peut être complètement oxydée en **CO<sub>2</sub>**, **H<sub>2</sub>O**

et autres substances inorganiques simples sous l'effet d'un catalyseur lumineux. Cependant, pour les eaux usées à forte concentration, l'effet du processus d'oxydation par photocatalyse n'est pas idéal. Les recherches sur la dégradation du colorant par oxydation par photocatalyse se sont principalement concentrées sur l'étude du photocatalyseur [17].

#### *1.2.4.3 Oxydation électrochimique*

Le mécanisme du processus électrochimique de traitement des eaux résiduaires de la teinture fait appel à l'électro-oxydation, à l'électro-réduction, à l'électrocoagulation ou à l'électroflottation ; il détruit la structure ou l'état d'existence pour la faire blanchir. Il présente les avantages suivants : dispositifs de petite taille, couverture de surface réduite, fonctionnement et gestion faciles, taux d'élimination du **DCO** plus élevé et bon effet de blanchiment, mais la précipitation et la consommation de matériel d'électrode sont importantes et le coût de fonctionnement est élevé. Les méthodes électrochimiques traditionnelles peuvent être divisées en floculation de puissance, électroflottation, électro-oxydation, microélectrolyse et la méthode d'électrolyse.

Avec le développement des technologies électrochimiques et l'apparition d'une variété de réacteurs à haut rendement, le coût du traitement diminuera largement.

L'électrocoagulation a suscité un grand intérêt en raison de son fonctionnement simple, fiable et rentable pour le traitement des eaux usées sans avoir besoin de produits chimiques supplémentaires, et donc de la pollution secondaire. L'EC est déclarée technique écologique car l'électron est le principal réactif et ne nécessite pas l'ajout de réactifs/chimiques. Cela permettra de minimiser dans une large mesure la production de boues et, à terme, d'éliminer certains des produits chimiques nocifs utilisés comme coagulants dans les méthodes conventionnelles de traitement des effluents. Le procédé d'EC peut déstabiliser efficacement les petites particules colloïdales et générer une quantité de boues inférieure à celle des autres procédés [14].

Le prochain chapitre sera consacré à une discussion détaillée de la technologie de l'électrocoagulation.

# Chapitre II

**(Traitement par Electrocoagulation)**

## II.1. Introduction

L'électrocoagulation (EC) est l'une des technologies émergentes qui a prouvé son efficacité dans le traitement de différents types d'eaux usées. L'EC est un procédé électrochimique avancé, économique, d'éliminer les textiles de manière efficace, les métaux lourds, les solides en suspension, les composés organiques et de nombreux autres contaminants de l'eau en utilisant l'électricité. Il s'agit d'un processus de traitement alternatif aux processus chimiques et biologiques plus traditionnels familiers aux professionnels de traitement d'eaux usées.

Le but de ce chapitre est de résumer le principe de l'EC avant d'expliquer le principal mécanisme de dépollution, de décrire l'histoire de l'EC en plus de ses avantages et inconvénients, de discuter des facteurs qui affectent son efficacité, et enfin passer en revue une application EC récente qui est l'électrocoagulation par électrodes rotatives.

## II.2. Le procédé d'électrocoagulation

### II.2.1 Origine et évolution du procédé d'électrocoagulation (EC)

Le premier document sur l'utilisation de l'EC pour le traitement des effluents est un brevet américain déposé en 1880 [11]. La même année, une station d'épuration des eaux usées a été construite sur la base de ce brevet, à Salford (Royaume-Uni) pour traiter les eaux urbaines polluées [12]. En 1909, un nouveau brevet sur ce procédé a été déposé, où les anodes étaient fabriquées à partir de plaques de fer et d'aluminium [13]. Dans les années 1930, toutes les usines de traitement électrolytique des boues avaient été abandonnées en raison des coûts d'exploitation élevés et de la disponibilité immédiate d'alternatives produites en série pour le dosage des coagulants chimiques [14].

En 1946, le procédé est étudié plus précisément avec un réacteur équipé d'électrodes en aluminium. En comparant le processus de coagulation physico-chimique et le processus électrochimique, il a été observé que le phénomène de coagulation était plus rapide avec la méthode électrochimique. Sur la base de ces résultats, une comparaison économique des deux méthodes a été effectuée en 1947. Il a été constaté que pour les installations de petite taille, l'EC est plus compétitive que les procédés conventionnels [15].

En 1963, des électrodes de magnésium et de l'eau de mer ont été utilisées pour désinfecter les eaux usées par EC. La conclusion tirée était que les ions de chlorure dans l'eau de mer étaient oxydés à l'anode en ions hypochloreux. Les particules colloïdales étaient adsorbées

sur le précipité de  $Mg(OH)_2$ , les bulles d'hydrogène formées par réduction d'eau à la cathode participaient à l'électroflottation des particules adsorbées [16]. Ce n'est que jusqu'aux années 1970 et 1980 que les recherches sur l'application de l'EC pour le traitement de divers types d'eaux usées ont suscité un intérêt considérable. Le développement industriel du procédé EC a cependant été entravé par le coût jugé trop élevé et par la concurrence des procédés de traitement chimique, sans exclure son utilisation [12]. L'EC a commencé à reprendre de l'importance à la fin du 20<sup>ème</sup> siècle avec les progrès des procédés électrochimiques et avec le développement de réglementations strictes sur les rejets [17]. Dans le même temps, la demande pour une eau potable de qualité augmente à l'échelle mondiale et les réglementations environnementales concernant les rejets d'eaux usées deviennent de plus en plus strictes. Par conséquent, il est devenu nécessaire de développer des méthodes de traitement plus efficaces pour la purification de l'eau et / ou d'améliorer le fonctionnement des méthodes actuelles. Ceci et le respect de l'environnement ont conduit à un intérêt mondial croissant pour l'EC en tant que sujet de recherche [18].

### II.2.2 Principe du procédé

Le procédé d'électrocoagulation est basé sur le principe des anodes solubles. Il s'agit, d'imposer un courant (ou potentiel) entre deux électrodes immergées dans un électrolyte contenu dans un réacteur pour générer, in situ, des ions ( $Fe^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Al^{3+}$ , ...), susceptibles de produire un coagulant en solution et de provoquer une coagulation – floculation des polluants que l'on souhaite éliminer [15]. L'électrolyse peut également coaguler les composés solubles oxydables ou réductibles contenus dans l'effluent. Le champ électrique crée un mouvement d'ions et de particules chargées. Cette action permet de rassembler les matières en suspension sous forme de floes qu'on élimine ensuite par un procédé physique classique (décantation, flottation, filtration).

❖ La figure suivante présente le principe du procédé :

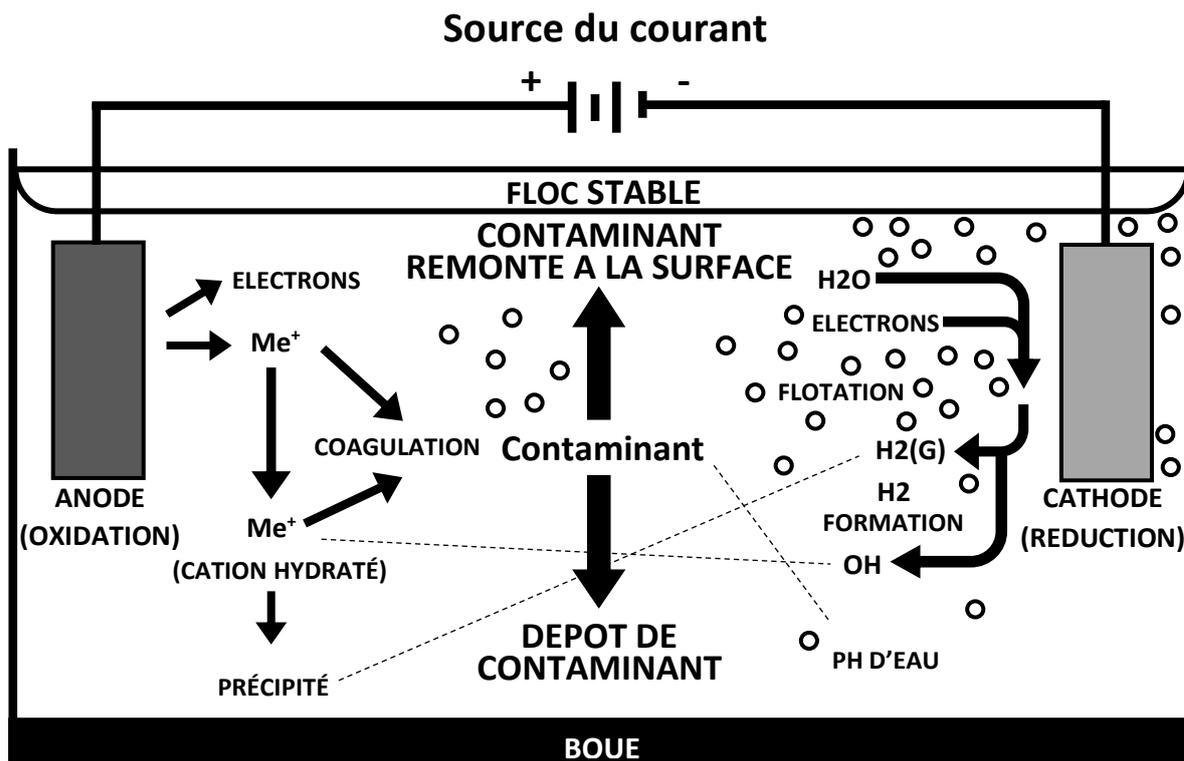


Figure II-1. Schéma du principe d'électrocoagulation.

La coagulation est l'opération de déstabilisation des particules colloïdales en suspension par neutralisation de la charge surfacique négative responsable de la force de répulsion entre ces particules à l'aide des cations générés par le matériau de l'anode et produits de leur hydrolyse. Les particules déstabilisées s'adsorbent sur les précipités tels que  $M(OH)_3$  et s'agglomèrent pour former des floes ; c'est la floculation.

Les anodes et les cathodes utilisées peuvent avoir différentes configurations. Elles peuvent se présenter sous forme de plaques, de boules, de sphères à lit fluidisé, de fil, de tige ou de tube. Ces électrodes peuvent être constituées de divers métaux qui sont choisis de manière à optimiser le procédé d'électrocoagulation. Les deux métaux communément utilisés sont le fer et l'aluminium [13].

### II.2.2.1 Réactions aux électrodes

Un réacteur simple d'électrocoagulation est composé d'une anode et une cathode comme il est représenté dans la Figure II-2. Quand une tension est appliquée à partir d'une source d'alimentation externe, le matériau de l'anode subit l'oxydation, tandis que la cathode est soumise à la réduction [11].

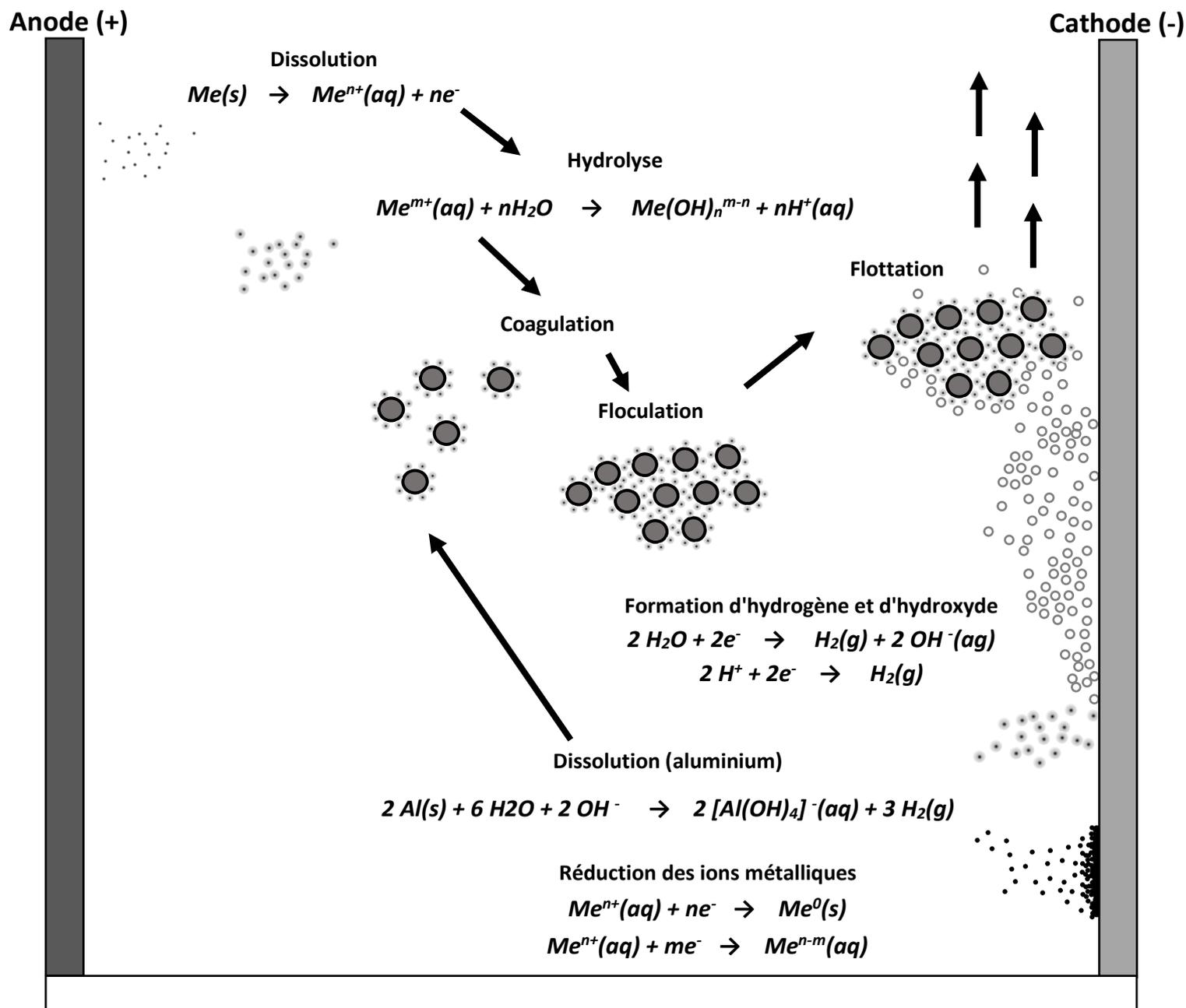


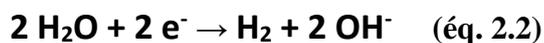
Figure II-2. Réactions typiques pendant le traitement par électrocoagulation.

Les principales réactions qui se déroulent avec les électrodes sont [20]:

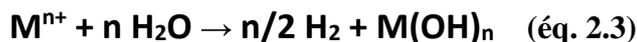
- A l'anode (oxydation du métal) :



- A la cathode (réduction de l'eau) :



- Réaction totale :



- ❖ Les réactions chimiques pour les métaux communément utilisés sont présentés dans le **Tableau II-1**.

*Tableau II-1. Les principales réactions pour le fer et l'aluminium.*

Matériau	Réactions chimiques
<b>Aluminium (Al)</b>	Anode: $Al \rightarrow Al^{3+} + 3 e^-$ Cathode: $3 H_2O + 3 e^- \rightarrow 3/2 H_2 + 3 OH^-$ Totale: $Al^{3+} + 3 H_2O \rightarrow 3/2 H_2 + Al(OH)_3$
<b>Fer (Fe II)</b>	Anode: $Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2 e^-$ Cathode: $2 H_2O + 2 e^- \rightarrow H_2 + 2 OH^-$ Totale: $Fe^{2+} + 2 H_2O \rightarrow H_2 + Fe(OH)_2$
<b>Fer (Fe III)</b>	Anode: $Fe \rightarrow Fe^{3+} + 3 e^-$ Cathode: $3 H_2O + 3 e^- \rightarrow 3/2 H_2 + 3 OH^-$ Totale: $Fe^{3+} + 3 H_2O \rightarrow 3/2 H_2 + Fe(OH)_3$

Il est aussi possible d'utiliser d'autres métaux comme anodes solubles. Néanmoins, l'aluminium et le fer restent les plus utilisés grâce à leur prix abordable et à leur forme ionique qui présente une valence élevée.

Dans le cas d'une anode en aluminium, le cation métallique formé est  $Al^{3+}$ , tandis que l'utilisation d'une électrode en fer conduit à la formation d'ions ferreux  $Fe^{2+}$ , qui peuvent s'oxyder en présence d'oxygène dissous pour donner les ions ferriques  $Fe^{3+}$ .

Les cations métalliques forment des complexes avec les ions hydroxydes. L'espèce majoritaire dépend du **pH** du milieu.

- Dans le cas de l'aluminium, on trouve une multitude de complexes anioniques et cationiques [11]. On peut distinguer :

- Les **mono complexes** tels que  $Al(OH)^{2+}$ ,  $Al(OH)^{2+}$ ,  $Al(OH)^{4-}$ .
- Les **poly complexes** tels que  $Al_2(OH)_2^{4+}$ ,  $Al_2(OH)_5^+$ ,  $Al_6(OH)_{15}^{3+}$ ,  $Al_{13}(OH)_{34}^{5+}$ .
- Les **espèces amorphes** et très **peu solubles** telles que  $Al(OH)_3$ ,  $Al_2O_3$ .

- Dans le cas du fer, on trouve les complexes tels que [15]:

$Fe(OH)^{2+}$ ,  $Fe(OH)_2^+$ ,  $Fe(OH)_2$ ,  $Fe(OH)_3$ ,  $Fe(OH)_4^-$ ,  $FeO(OH)$ ,  $Fe_2(OH)_2^{4+}$  et  $Fe_2(OH)_4^{2+}$ .

Ces espèces jouent le rôle de coagulant et conduisent à la formation de précipités, puis de floccs facilement éliminables. La différence entre l'électrocoagulation et la coagulation chimique

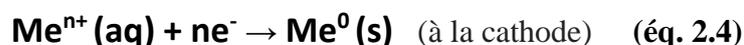
réside principalement dans la source des coagulants, qui sont générés électrochimiquement in situ dans l'une, et ajoutés directement sous forme de composés chimiques dans l'autre. En revanche, les procédés classiques basés sur la coagulation chimique n'ont besoin que d'énergie mécanique pour réaliser l'agitation tandis que l'électrocoagulation consomme aussi de l'énergie électrique essentiellement pour dissoudre l'anode sacrificielle. Au voisinage de la cathode, la réduction du solvant (eau) provoque la formation du gaz hydrogène. Ce dégagement de gaz se présente sous forme de bulles, estimées à un diamètre d'environ 10 à 100  $\mu\text{m}$ , et contribue fortement à l'agitation du milieu.

Dans certains cas, lorsque l'installation est conçue dans le but de réaliser une floculation après électrocoagulation, ces bulles adhèrent aux solides formés en solution (adsorbant- polluant) et favorisent leur flottation. Les données bibliographiques présentées jusqu'à nos jours, ne s'intéressent pas aux bulles d'hydrogène formées au cours de l'électrocoagulation. Leur rôle semble limité à une légère contribution dans l'agitation et dans la flottation, lorsqu'elle a lieu [21].

### II.2.2.2 Réactions secondaires

Il est possible que d'autres réactions se produisent, comme la dissolution de production en aluminium et en fer dans le système de l'EC à part la réaction conventionnelle [22] [23] [24]. Voici la liste des réactions probables :

- Formation d'hydrogène aux cathodes par les équations (éq. 2.2) et (éq. 2.3).
- Augmentation du **pH** en raison de la formation d'ions hydroxyle ou de la consommation d'ions hydronium/protons (éq. 2.2) et (éq. 2.3).
- La réduction des ions métalliques sur les cathodes (éq. 2.4).



Plusieurs publications ont fait état de la formation d'oxygène sur l'anode [25] [26] [23]. En général, cela ne se produit pas dans les conditions typiques (potentiel électrochimique) des systèmes EC, car la dissolution des anodes suit la **loi de Faraday** [27]. Il est possible que certaines autres réactions se produisent également, car la dissolution du fer au niveau des anodes est inférieure à la valeur calculée selon la loi de Faraday dans des conditions alcalines.

Il existe une technologie appelée EF (Electroflottation), qui peut être utilisée pour produire des bulles permettant de séparer efficacement les particules de la solution [21]. Dans l'EF, les bulles d'oxygène sont déposées sur les anodes lorsque le potentiel est suffisamment

élevé (éq. 2.5), tandis que les bulles d'hydrogène sont déposées sur les cathodes. Cependant, dans la technologie d'EC, seules des bulles d'hydrogène se forment sur les cathodes [28] [29] [23].



La taille des bulles joue un rôle important dans l'efficacité des systèmes EC et EF. Les petites bulles sont plus favorables car elles offrent une plus grande surface aux particules. L'EF favorise la formation de bulles de plus petit diamètre que la technologie habituelle de flottation à l'air dissous (DAF).

### II.2.2.3 Mécanismes de l'électrocoagulation

Dans un processus d'EC, les ions coagulants sont produits "in situ" ; il comporte les étapes successives suivantes [30] :

- 1- Formation de coagulants par oxydation électrolytique de l'électrode sacrificielle.
- 2- Formation d'ions  $\text{OH}^-$  et  $\text{H}_2$  à la cathode.
- 3- Réactions électrolytiques à la surface des électrodes.
- 4- Déstabilisation des contaminants, suspension de particules et rupture des émulsions.
- 5- Agrégation des phases déstabilisées pour former des floccs.
- 6- Élimination des colloïdes par sédimentation ou flottation.

## II.3. Loi principales d'électrolyse

### II.3.1 Loi de Faraday

Si l'on considère que les seules réactions chimiques qui se déroulent dans le réacteur d'électrocoagulation sont :

- A l'anode, l'oxydation du métal,
- A la cathode, la réduction de l'eau,

Il est possible de déterminer la masse de métal dissoute et d'hydrogène formé pendant une durée  $t$  d'électrolyse à un courant  $I$ , en utilisant la **loi de Faraday** :

$$m = \frac{I.t.M}{n.F} \text{ (éq. 2.6)}$$

Avec:

$m$  : masse du métal dissous ou de gaz formé (g).

$I$  : intensité du courant imposé (A).

**t** : durée d'électrolyse (s).

**M** : poids moléculaire de l'élément considéré (g.mol<sup>-1</sup>).

**F** : constante de Faraday (96500 C.mol<sup>-1</sup>).

**n** : nombre d'électrons mis en jeu dans la réaction considérée.

Si le modèle d'électrolyse comprend **p** électrodes, et est alimenté par un liquide ayant un débit **Q<sub>e</sub>**, alors :

$$C = \frac{m.(p-1)}{Q_e} \quad (\text{éq. 2.7})$$

Avec:

**C** : débit massique de métal dissous (kg.h/m<sup>3</sup>).

**Q<sub>e</sub>** : débit d'alimentation de la cellule (m<sup>3</sup>/h).

**p** : nombre d'électrodes.

**m** : quantité théorique de métal dissous (kg).

Si d'autres réactions électrochimiques se déroulent simultanément, le courant d'électrolyse n'est pas entièrement utilisé par la réaction d'oxydation.

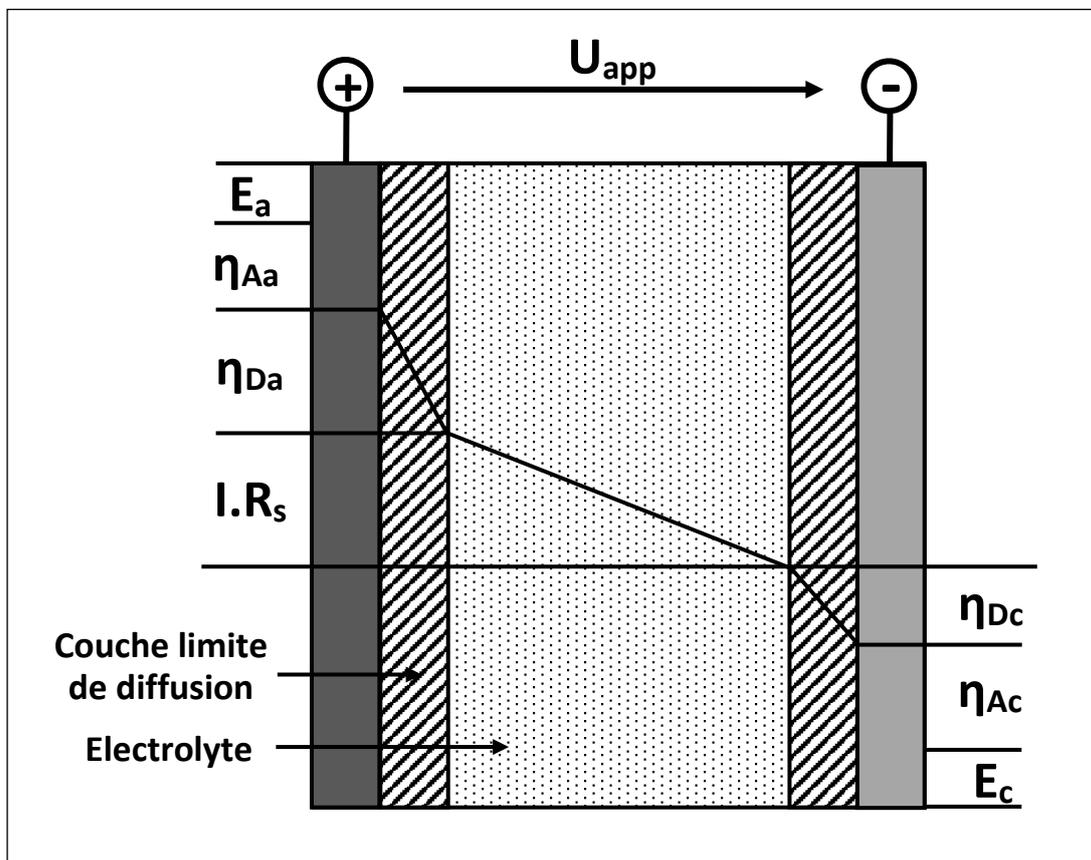
### II.3.2 Tension à appliquer aux bornes d'une cellule d'électrolyse

Lors d'une électrolyse, la différence de potentiel **E<sub>app</sub>** qu'il faut réellement appliquer aux bornes de la cellule est constituée par la somme de plusieurs termes. La relation entre les différentes composantes de l'équation a été décrite de diverses manières par de nombreux auteurs [31] [32] [27]. La tension de cellule **U** se décompose en différentes contributions:

1. Le potentiel d'équilibre réversible de l'anode, **E<sub>oa</sub>**.
2. La surtension d'activation à l'anode **η<sub>Aa</sub>**, qui est fonction de la densité de courant.
3. La surtension de diffusion à l'anode **η<sub>Da</sub>**, est le résultat de la différence de concentration de l'espèce **A** entre l'anode et l'électrolyte, due à la lenteur relative des phénomènes de diffusion-convection.
4. La chute ohmique dans la masse de la solution **I.R<sub>s</sub>**, qui transforme une partie de l'énergie électrique fournie en chaleur, par **effet joule**.
5. La surtension de diffusion à la cathode **η<sub>Dc</sub>**, générée par le gradient de concentration au voisinage de la cathode.

- 6. La surtension d'activation,  $\eta_{Ac}$ , de la réaction électrochimique se produisant à la cathode
- 7. Le potentiel d'équilibre réversible de la cathode,  $E_{oc}$ .

❖ La **Figure II-3**, illustre cette décomposition de la tension de cellule.



*Figure II-3. Décomposition de la tension de cellule électrochimique.*

La tension appliquée aux bornes des électrodes est donnée par :

$$U_c = E_a - E_c + \eta_{Aa} + \eta_{Da} + |\eta_{Dc}| + |\eta_{Ac}| + I.R_s \quad (\text{éq. 2.8})$$

On peut distinguer les surtensions d'activation ou de transfert  $\eta_A$ , de diffusion  $\eta_D$ , de concentration  $\eta_c$  et de résistance  $\eta_r$ .

On peut retenir la formulation suivante :

$$E_{app} = E_{eq} + \sum \eta + I.R \quad (\text{éq. 2.9})$$

Avec:

**$E_{app}$**  : tension mesurée aux bornes de l'électrolyseur (V).

**$E_{eq}$**  : potentiel d'équilibre (V).

$\sum\eta$  : Somme des surtensions anodiques et cathodiques (V).

$I.R$  : chute ohmique (V).

$E_{eq}$  correspondant à la différence des potentiels d'abandon à courant nul de l'anode et de la cathode : il s'agit de la différence de potentiel théoriquement nécessaire pour que les réactions d'oxydoréduction aient lieu. La somme des surtensions  $\sum\eta$ , exprime les contraintes cinétiques des réactions aux électrodes. Elle caractérise les différentes étapes de la réaction électrochimique [31].

La chute ohmique  $I.R$ , quant à elle, est caractéristique de la composition de la solution et de sa conductivité.

On peut écrire, dans le cas des électrodes planes l'équation suivante :

$$I.R = \frac{I.d}{A.k} \quad (\text{éq. 2.10})$$

Avec:

$I$  : intensité imposée (A).

$d$  : distance entre les électrodes (cm).

$A$  : surface active de l'électrode (cm<sup>2</sup>).

$k$  : conductivité de la solution (S.cm-1).

Pour une intensité donnée, cette chute ohmique peut être réduite soit en rapprochant les électrodes, soit en utilisant une surface plus importante, ou en augmentant la conductivité de la solution [30] [33].

On constate que, lorsqu'on impose une intensité de courant, l'anode et la cathode acquièrent un potentiel différent de leur potentiel d'abandon initial. Ainsi, pour une intensité donnée, si le potentiel de l'anode et de la cathode tend respectivement vers des valeurs  $E_A$  et  $E_C$ , avec  $E_A > E_O(\text{anode})$  et  $E_C < E_O(\text{cathode})$ . Ces potentiels d'électrodes  $E_A$  et  $E_C$  sont accessibles, soit par mesures directes réalisées dans une cellule d'électrolyse, soit par l'utilisation d'un potentiomètre.

En ce qui concerne la différence de potentiel appliquée, on estime généralement, que pour des conductivités faibles, le terme ohmique  $I.R$  représente la composante principale. Cependant, lorsque  $I$  tend vers zéro, les deux contributions  $E_{eq}$  et  $\sum\eta$  constituent la plus grande partie de  $E_{app}$ .

## II.4. Les colloïdes

### II.4.1 Définition

Les colloïdes sont des particules organiques ou minérales dont la taille est comprise entre quelques nanomètres et un micromètre environ. Dans les effluents liquides, ils sont notamment, responsables de la couleur et de la turbidité de l'eau de surface.

### II.4.2 Classement et formation des colloïdes

Il existe deux types de particules colloïdales hydrophiles ou hydrophobes :

- Les particules hydrophiles déshydratées se dispersent spontanément dans l'eau et sont entourées de molécules d'eau qui empêchent le contact entre ces particules.
- Les particules hydrophobes ne sont pas entourées de molécules d'eau: leur dispersion dans l'eau n'étant pas spontanée, on peut la faciliter à l'aide de moyens chimiques (stabilisant) ou physiques (agitation).

Peu de particules sont exclusivement hydrophobes ou hydrophiles. On retrouve plutôt des particules hydratées à différents degrés. Des substances chimiques permettent d'améliorer la stabilité des colloïdes, elles fournissent des ions qui seront adsorbés par les particules en suspension. Pour obtenir une solution de colloïdes hydrophiles, on peut utiliser comme particules insolubles:

- Des macromolécules (polymères).
- Des molécules formées d'une partie non polaire et d'une partie polaire compatible avec l'eau et pouvant être anioniques, cationiques ou non ioniques.
- Des particules très fines d'argile, de silice, d'hydroxydes de fer ou d'autres produits minéraux.

### II.4.3 Théorie de la double couche

La déstabilisation des entités en suspension passe par des phénomènes d'adsorption, expliqués par la théorie de la double couche. Elle explique comment les colloïdes sont traités par électrocoagulation.

Les colloïdes sont généralement chargés négativement. Afin de neutraliser cette charge négative de surface, des ions positifs présents dans l'eau brute ou ajoutés sont attirés et forment une couche autour du colloïde. Diverses théories expliquent le phénomène [34].

- **Helmholtz:** Selon cette théorie, la totalité de la surface du colloïde est recouverte par les ions positifs assurant ainsi une électroneutralité.

- **Gouy-Chapman:** La couche d'ions positifs est inégalement répartie autour du colloïde ; la neutralité s'obtient à plus grande distance.
- **Stern** combine les deux et arrive à la neutralisation des colloïdes par une double couche.

❖ **La Figure II-4** montre les différentes couches et le potentiel électrique des particules colloïdales.

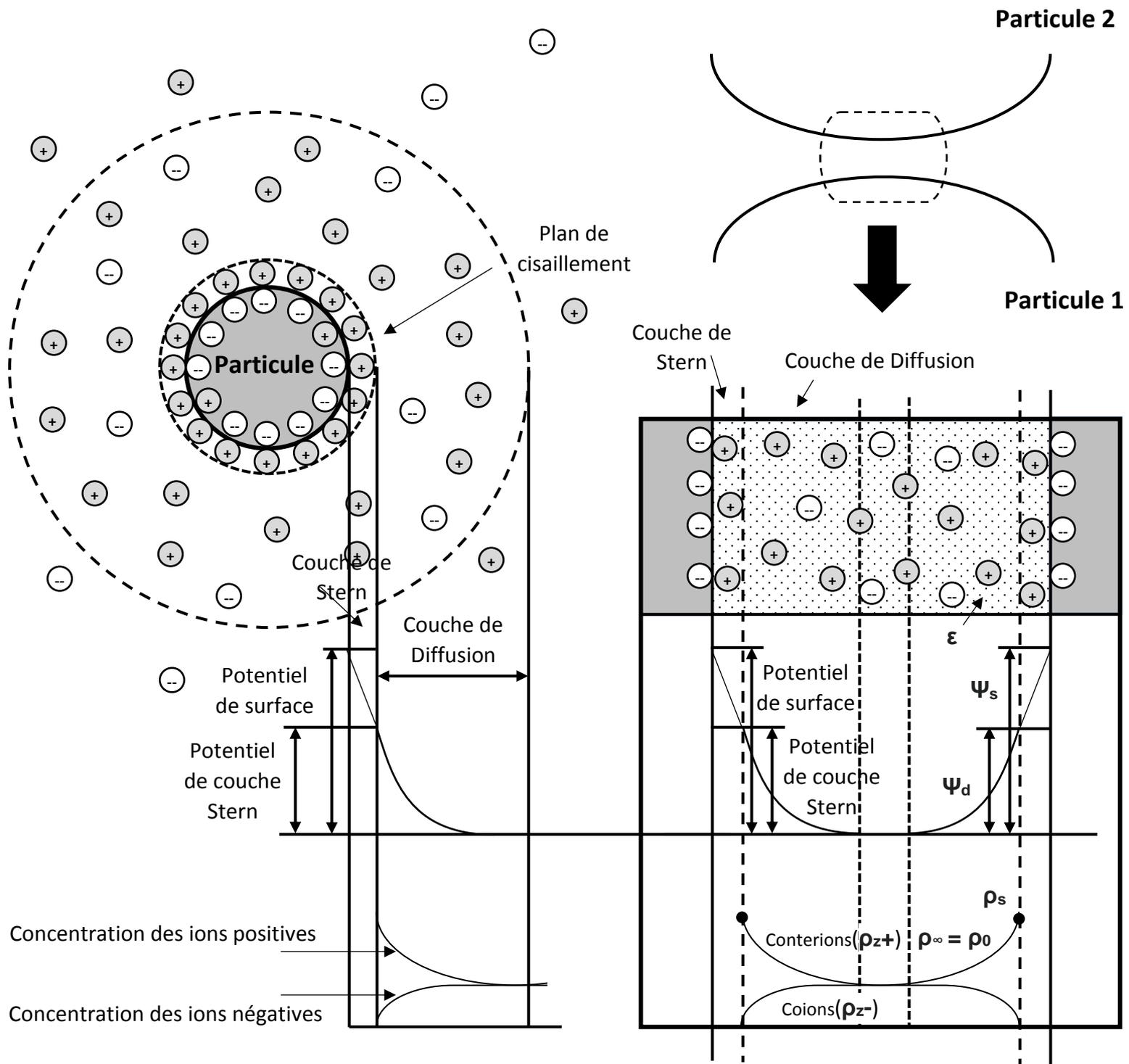


Figure II-4. Potentiel électrique de particules colloïdales.

Un colloïde se caractérise par deux potentiels:

- **Potentiel thermodynamique** ou potentiel de Nernst.
- **Potentiel zêta** ou potentiel électrocinétique.

Le **potentiel thermodynamique** est présent à la surface même du colloïde mais est malheureusement non mesurable par des méthodes simples.

Le **potentiel zêta** reste négatif comme la charge générale des colloïdes. Il donne le niveau de l'interaction mutuelle des colloïdes et se mesure par électrophorèse.

$$\rho Z = \frac{K \cdot \mu}{\varepsilon} \cdot m \cdot e \quad (\text{éq. 2.11})$$

Cette relation simple existe entre l'électrophorèse et le potentiel zêta permettant de déterminer ce dernier. Un appareil de mesure directe du potentiel existe et est appelé zêtamètre.

## II.5. Elimination de la pollution des eaux par électrocoagulation

L'électrocoagulation (EC) est un procédé complexe impliquant de nombreux phénomènes chimiques et physiques par utilisation des électrodes consommables pour fournir des ions dans le courant des eaux usées. Dans ce procédé les ions coagulants sont produits in situ. Il comprend trois phases successives [20]: la formation des coagulants, la déstabilisation des contaminants (Neutralisation de la charge surfacique) et l'agrégation des phases déstabilisées en floes (Flocculation).

### II.5.1 Formation des coagulants

Le fer ou l'aluminium est dissous à partir de l'anode générant les ions métalliques correspondants, qui seront immédiatement hydrolysés en hydroxydes polymériques de fer ou d'aluminium. Ces hydroxydes polymériques sont d'excellents agents coagulants. Les anodes métalliques consommables (sacrificielles) sont utilisées pour produire continuellement des hydroxydes polymériques dans le voisinage de l'anode. La coagulation se produit lorsque ces cations métalliques se combinent avec les particules chargées négativement portées vers l'anode par le mouvement électrophorétique. Les contaminants présents dans le courant des eaux usées sont traités soit par des réactions chimiques et précipitations ou par adsorption physico-chimique aux floes formés par coagulation. Ils sont ensuite éliminés par électroflottation, ou par sédimentation et filtration. Ainsi, plutôt que d'ajouter des produits

chimiques coagulants comme dans le procédé de coagulation classique, ces agents coagulants sont générés in situ [20].

Les ions  $\text{Fe}^{3+}(\text{aq})$  ou  $\text{Al}^{3+}(\text{aq})$  générés à partir des électrodes de fer ou d'aluminium subissent d'autres réactions plus spontanées pour produire des hydroxydes et/ou polyhydroxydes correspondants.

Par exemple, les ions  $\text{Al}^{3+}$  en hydrolyse peuvent générer  $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$   $\text{Al}(\text{H}_2\text{O})_4(\text{OH})^{2+}$  et les produits d'hydrolyse peuvent former plusieurs espèces monomères et polymères, sur une large gamme de **pH**, telles que :

$\text{Al}(\text{OH})^{2+}$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_2^+$ ,  $\text{Al}_2(\text{OH})_2^{4+}$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ ,  $\text{Al}_6(\text{OH})_{15}^{3+}$ ,  $\text{Al}_7(\text{OH})_{17}^{4+}$ ,  $\text{Al}_8(\text{OH})_{20}^{4+}$ ,  $\text{Al}_{13}\text{O}_4(\text{OH})_{24}^{7+}$ ,  $\text{Al}_{13}(\text{OH})_{34}^{5+}$ .

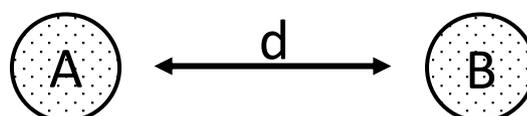
De même, les ions ferriques générés par oxydation électrochimique de l'électrode de fer peuvent former, dépendant du **pH** du milieu aqueux, les complexes :  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6^{3+}$ ,  $\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_4(\text{OH})^{2+}$ ,  $\text{Fe}_2(\text{H}_2\text{O})_8(\text{OH})_2^{4+}$  et  $\text{Fe}_2(\text{H}_2\text{O})_6(\text{OH})_4^{2+}$ .

Ces composés ont une forte affinité pour les particules dispersées ainsi que des contre ions pour provoquer la coagulation. Les hydroxydes ferriques et d'aluminium, solides amorphes, se déposent provoquant ainsi la floculation par « sweep floculation » des colloïdes stables en suspension. D'autre part, les hydroxydes hydrolysés chargés positivement peuvent neutraliser les particules colloïdales chargées négativement. Les gaz dégagés au niveau des électrodes peuvent empiéter en haut et entraîner la flottation des matériaux coagulés [20].

### II.5.2 Déstabilisation des contaminants (Neutralisation de la charge surfacique)

L'élimination des colloïdes passe par l'annulation du potentiel zêta, (différence de potentiel entre la surface de phase dispersée, et le milieu de dispersion), par les contre-ions afin d'annuler les forces de répulsion. Ces contre-ions réduisent la répulsion électrostatique entre les particules colloïdales de telle façon que l'attraction de **VAN DER WAALS** prédomine, provoquant ainsi la coagulation. Il en résulte une charge nette nulle dans le processus.

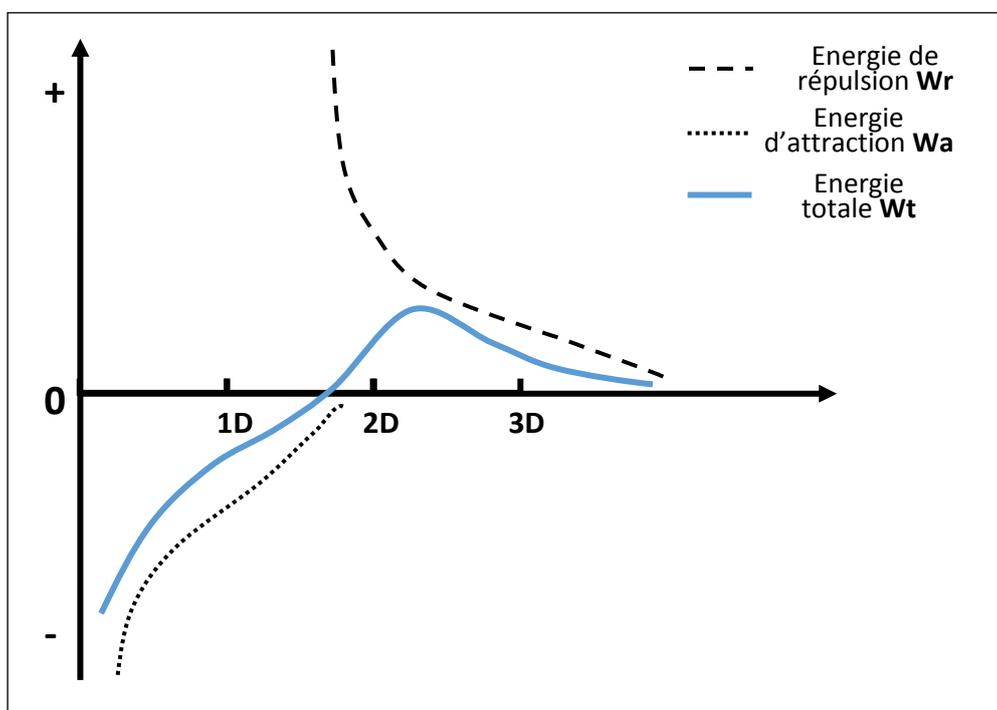
Considérons deux particules colloïdales **A** et **B** de diamètre **D** et distantes d'une valeur **d**. Entre ces deux particules existent des forces de répulsion électrostatiques, dues à la charge de surface, et des forces d'attraction intermoléculaires. L'énergie potentielle de **A** et **B** varie donc en fonction de la distance les séparant.



Les charges négatives de **A** et **B** engendrent des forces de répulsion pour des distances inférieures à leur propre diamètre. L'énergie potentielle de répulsion est notée **Wr**. Les forces intermoléculaires d'attraction sont celles de **VAN DER WALLS**. Elles englobent trois types d'interactions :

- les interactions dipôle – dipôle dues aux moments dipolaires des particules.
- L'effet d'induction entre particules polaires et polarisables.
- L'effet de dispersion dû aux moments dipolaires instantanés des colloïdes.

Il est à noter que l'énergie potentielle de ces interactions moléculaires est très faible, de l'ordre de quelques dixièmes de **kcal/mole**. Cette énergie est notée **Wa**.



*Figure II-5. Energie potentielle d'interaction [35].*

L'énergie potentielle totale ou énergie globale interparticulaire est notée **Wt**, elle est représentée dans **Figure II-5**. On peut donc écrire :

$$\mathbf{Wt} = \mathbf{Wa} + \mathbf{Wr} \quad (\text{éq. 2.12})$$

Si **Wt** est positive, alors l'énergie de répulsion est **prépondérante**.

Dans le cas contraire, l'énergie d'attraction permet l'adhésion des deux particules. Ce phénomène est représenté dans **Figure II-6**.

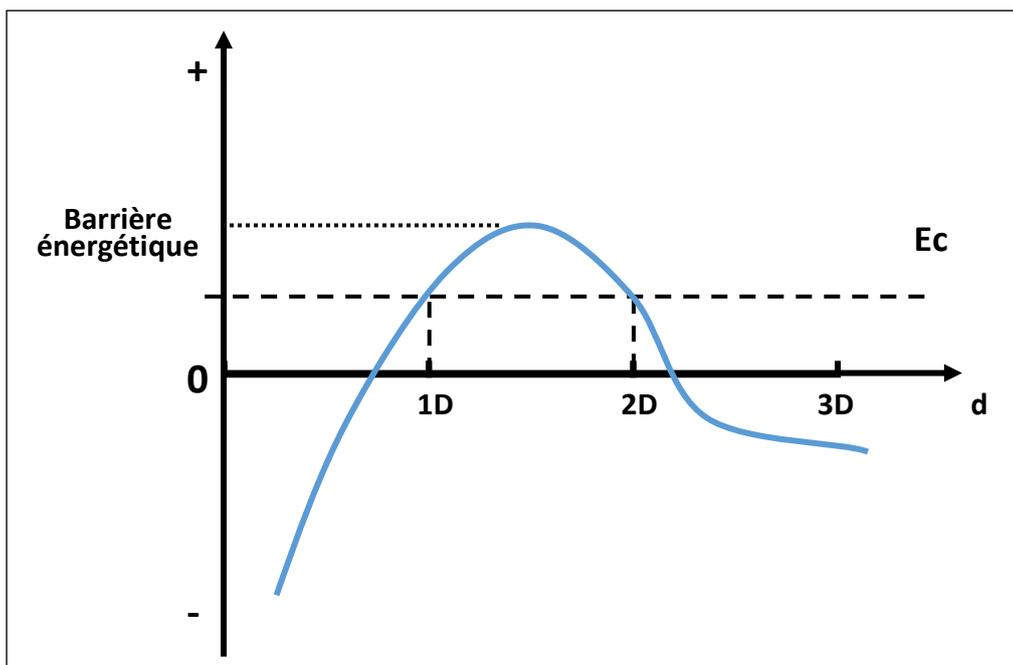


Figure II-6. Représentation des énergies de deux colloïdes en fonction d'éloignement [35].

L'énergie cinétique des particules est représentée par l'asymptote horizontale ; elle est notée  $E_c$ . A une distance supérieure à trois fois le diamètre des particules, il n'existe aucune interaction interparticulaire. Imaginons que l'on essaye de rapprocher deux particules de l'infini jusqu'à leur contact. Les différentes possibilités sont listées dans le **Tableau II-2**.

Tableau II-2. Interprétation des interactions interparticulaires [35].

Distance interarticulaire	Interprétation
$d > d_3$	Aucune interaction
$d_2 < d < d_3$	Attraction faible
$d_1 < d < d_2$	Répulsion
$d < d_1$	Attraction forte, Adhésion

Pour permettre l'adhésion des particules, il faut vaincre la barrière énergétique de répulsion. Deux stratégies sont théoriquement possibles : soit augmenter l'énergie cinétique des particules pour avoir  $E_c$  supérieure à  $W_t$ , ou d'abaisser cette barrière en réduisant ou en annulant les forces de répulsion électrostatiques. Dans le premier cas, il faut augmenter l'agitation des particules et donc le mouvement brownien par élévation de température. Cette méthode est inadaptée pour les volumes d'eau à traiter.

La réduction des forces de répulsion se conçoit avec l'annulation du potentiel zêta à l'origine de l'énergie de répulsion. Il faut annuler la charge primaire superficielle de chaque colloïde. Ce procédé consiste en une coagulation chimique due à l'action d'ions de charge inverse de celle des particules [35].

### II.5.3 Agrégation des phases déstabilisées en floes (Floculation)

Après avoir été déstabilisées par le coagulant, les particules colloïdales s'agglomèrent lorsqu'elles entrent en contact. C'est la floculation. Le floc formé à la suite de la coagulation crée une couverture de boues qui piège et rapproche les particules colloïdales encore présentes dans le milieu aqueux. Les oxydes solides, hydroxydes et oxyhydroxydes fournissent les surfaces actives pour l'adsorption des espèces polluantes. Le floc ainsi formé, peut décanter, flotter ou filtrer, suivant le procédé de rétention le plus adapté choisi.

L'expression de **SMOLUCHOWSKI** permet de comprendre ce phénomène. La formulation est la suivante :

$$\ln \frac{N}{N_0} = - \frac{4}{\pi} \alpha \Omega G t \quad (\text{éq. 2.13})$$

Avec:

**N** et **N<sub>0</sub>** : nombres de particules colloïdales libres à l'instant **t** et **t<sub>0</sub>**.

**α** : facteur de fréquence de collision efficace.

**Ω** : rapport du volume de particules par volume de suspension.

**G** : gradient de vitesse.

**t** : temps de contact.

Si le paramètre **α** est égal à 1, un choc interparticulaire donne une agglomération donc une floculation. L'élément **Ω** est constant, sauf intervention extérieure, car il n'y a ni création ni disparition de matière. Le gradient de vitesse **G** n'est qu'une valeur moyenne des vitesses spécifiques des particules dans la solution. La floculation est de qualité si le rapport  $\ln \frac{N}{N_0}$  est petit. Dans ce cas **N** est inférieur à **N<sub>0</sub>**. Il y a donc moins de particules libres au temps **t** qu'au temps **t<sub>0</sub>**. Toute augmentation des paramètres énoncés entraîne une diminution de ce rapport.

La stratégie pour obtenir une bonne floculation se résume en une augmentation des facteurs temps de contact  $t$ , du volume de particules  $\Omega$  et du gradient de vitesse  $G$ . L'importance relative de chacun de ces paramètres est, en première intention la même. On comprend alors l'importance de l'agitation qui augmente le facteur  $G$  lors de la floculation. Le rapport  $\ln \frac{N}{N_0}$  diminue en raison du signe moins. Le nombre de particules  $N$  à l'instant  $t$  est donc inférieur à  $N_0$ . La floculation est alors de qualité [35].

#### II.5.4 Techniques de séparation des particules solides des eaux traitées par le procédé d'électrocoagulation

Après coagulation et floculation, l'effluent traité doit subir une étape de séparation des solides (agrégats et floes) avant le rejet subséquent dans un milieu récepteur. Il existe plusieurs techniques de séparation des solides dont, la filtration, la centrifugation, la flottation et la décantation. Le procédé d'électrocoagulation, de par ses caractéristiques et conditions opératoires, peut induire naturellement deux de ces techniques: la flottation et la décantation. Elles sont d'ailleurs sollicitées dans la majorité des procédés d'électrocoagulation conçus à ce jour [36].

##### II.5.4.1 Flottation

La formation de bulles de gaz électrolytiques à la cathode est inhérente au processus d'électrocoagulation. Ces bulles de gaz (majoritairement de l'hydrogène) produites à même le milieu aqueux peuvent induire la séparation des particules solides. Cette séparation s'exerce lorsque les bulles de gaz entrent en collision avec les particules polluantes et agrégats sur lesquels elles s'attachent. La force d'ascension que chacune de ces bulles de gaz exerce au sein du milieu aqueux, est suffisamment grande pour entraîner à la surface les particules solides sur lesquelles elle s'est fixée. Il est alors possible de retirer les impuretés solides emprisonnées dans l'écume à l'aide de dispositifs de raclage mécaniques. Lorsque ce processus de flottation des particules solides est optimisé, pour recouvrir un maximum d'impuretés dans les écumes, il est alors question d'électroflottation. Ce terme désigne tout processus électrolytique qui, par dégagement de bulles de gaz (hydrogène et oxygène) sur des électrodes immergées dans l'effluent à traiter, peut entraîner l'enlèvement des particules polluantes par mouvement ascensionnel [36].

La faible taille des bulles produites ainsi rend ce processus de flottation attrayant (environ 50  $\mu\text{m}$ ) [13]. Ces bulles ont une grande surface volumique ce qui augmente les chances de collision avec les particules solides. De plus, ces bulles ont une vitesse ascensionnelle faible, ce qui accroît leur temps de résidence dans la cellule d'électrocoagulation et par conséquent leurs chances de collision [37].

Plusieurs facteurs peuvent influencer le processus d'électroflottation, le plus important étant la densité de courant. Plus la densité de courant est importante, plus le processus d'oxydoréduction est favorisé et, par conséquent, plus la production de petites bulles d'hydrogène est imposante. Ces bulles contribuent à accroître le mélange du milieu et à favoriser ainsi le contact avec les particules polluantes et agrégats. Cependant, une trop grande production de bulles d'hydrogène peut accroître fortement le mélange du milieu et par conséquent briser floes et agrégats de boues [36].

#### *II.5.4.2 Décantation*

Lorsque les particules solides, plus denses que l'eau, sont entraînées dans le bas de la cellule d'électrocoagulation, il est alors question de décantation. Lors du processus d'électrocoagulation, les particules solides qui n'ont pas été entraînées à la surface de l'effluent par processus de flottation décantent invariablement dans le fond de la cellule. Il existe plusieurs critères de conception dont il faut tenir compte lors du dimensionnement d'un décanteur. Ces critères se rattachent généralement aux caractéristiques du milieu (densités des particules et du milieu, viscosité du milieu, volume des particules, vitesses de décantation, etc.). Il est important de spécifier toutefois que les floes produits par électrocoagulation sont différents de ceux produits par coagulation chimique. Plusieurs chercheurs ont statué que les boues d'électrocoagulation sont plus denses et résistent mieux au cisaillement que les boues produites lors de l'ajout de sels métalliques [38] [39]. En effet, il s'avère que les boues produites par électrocoagulation sont moins hydratées, ce qui résulte en une siccité plus grande. Ceci accroît non seulement la vitesse de sédimentation des particules mais aussi favorise la compacité des boues dans le bas de la cuve de décantation (vidange moins fréquente). Toutefois, de par la production incessante de bulles d'hydrogène dans la cuve, une fraction des boues peut être entraînée par flottation à la surface, ce qui perturbe le processus de décantation [36].

## II.6. Paramètres affectant l'électrocoagulation

### II.6.1 Effet du pH

Il a été établi que le **pH** initial de la solution est l'un des facteurs importants affectant la performance des processus électrochimiques, comme l'ont souligné plusieurs auteurs [40] [34]. Le **pH** est un paramètre de fonctionnement critique influençant la performance du processus d'électrocoagulation, car il a une influence significative sur la conductivité de la solution, la dissolution des électrodes, la spéciation des hydroxydes, et le potentiel zêta des particules colloïdales.

La plupart des polluants présents dans les eaux usées sont des acides ou des bases organiques faibles, de sorte que la valeur du **pH** des eaux usées peut influencer la propriété des polluants disponibles dans les eaux usées. L'effet d'un **pH** compris entre 4 et 11 pour le traitement des eaux usées industrielles a été réalisé en utilisant soit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  soit  $\text{NaOH}$  pour ajuster le **pH** de la solution [41] [42].

Le **pH** du milieu change au cours du processus, en fonction du type de matériau de l'électrode et du **pH** initial. D'autre part, le processus d'électrocoagulation présente un certain pouvoir tampon, en particulier en milieu alcalin, ce qui empêche de grandes variations du **pH** et une diminution de l'efficacité de l'élimination des polluants [19]. En milieu acide, on obtient des efficacités d'élimination plus élevées. Au cours de l'électrolyse, le **pH** du milieu a augmenté, probablement en raison de la libération de  $\text{H}_2$  (g) à la cathode et de la formation d'ions  $\text{OH}^-$  (aq). Par conséquent, à un **pH** initial plus élevé, différentes formes d'hydroxydes métalliques  $\text{M}(\text{OH})_n$  étaient présentes pendant le processus électrolytique. Par exemple :

Entre **pH** 5 et 6, les espèces d'aluminium dominantes sont  $\text{Al}(\text{OH})^{2+}$  et  $\text{Al}(\text{OH})_3$ , qui agit comme un agent coagulant. À **pH** 7, l'efficacité de l'élimination de ce contaminant était plus faible en raison de la formation de complexes d'aluminium  $\text{Al}(\text{OH})^{4+}$  solubles, ce qui a entraîné une augmentation de l'élimination du polluant.

Le **pH** de la solution réactionnelle change au cours du processus de l'EC, et le **pH** final de l'effluent affecte en fait la performance globale du traitement. On constate généralement que les rendements de courant de l'aluminium sont plus élevés dans des conditions acides ou alcalines qu'à l'état neutre. On a constaté que le **pH** de l'effluent après le traitement par électrocoagulation augmentait. L'augmentation du **pH** en milieu acide a été attribuée à l'évolution de l'hydrogène et à la génération d'ions  $\text{OH}^-$  aux cathodes [43].

### II.6.2 Effet de la densité de courant

L'effet de la densité de courant est un autre paramètre important pour l'élimination des polluants dans le processus d'électrocoagulation qui affecte la concentration d'hydroxyde métallique formé pendant le processus. Une densité de courant élevée provoque en particulier la décomposition du matériau de l'électrode [44]. C'est le paramètre clé de l'EC.

Avec l'augmentation de la densité de courant, des valeurs plus élevées d'efficacité d'élimination ont été obtenues. La plus grande efficacité d'élimination des contaminants avec une densité de courant accrue était due à la plus grande quantité d'ions produits sur les électrodes qui favorisent la déstabilisation des molécules de polluants et, finalement, l'agrégation des floccs induits, tout en augmentant l'évolution de l'hydrogène. Cependant, l'augmentation de la densité de courant entraîne une plus grande consommation du matériau anodique [45].

En général, une augmentation de la densité de courant entraîne une oxydation anodique plus facile, ce qui favorise la formation d'espèces d'hydroxydes métalliques amorphes à proximité de l'électrode et dans la masse [46]. La densité de courant influence non seulement le dosage du coagulant mais aussi la vitesse de formation des bulles, leur taille et la croissance des floccs [47], et réduit le temps de traitement. L'augmentation de la densité de courant au-dessus de la valeur optimale n'améliore pas davantage la suffisance de l'élimination ou parfois elle entraîne une réduction de l'efficacité de l'élimination des polluants en raison de réactions parasites, qui entraînent une production d'oxygène [47].

La **densité de courant** est plus robuste que le courant à des fins de mise à l'échelle. C'est donc le paramètre le plus étudié dans la littérature.

### II.6.3 Effet du matériau de l'électrode

Le choix du matériau des électrodes est important. Les matériaux d'électrode les plus courants pour l'EC sont l'aluminium et le fer. Ils sont bon marché, faciles à obtenir, disponibles et efficaces [30] [48].

Les électrodes métalliques sont dissoutes au cours du processus d'EC, qui se produit avec des espèces coagulantes et des hydroxydes métalliques. La dissolution des anodes métalliques s'accompagne d'un dégagement d'hydrogène gazeux au niveau des cathodes, les bulles capturant et faisant flotter les solides en suspension formés et éliminant ainsi les contaminants [49] [50]. Le matériau des électrodes définit les réactions électrochimiques qui ont lieu dans le système EC. Les électrodes en aluminium et en fer ont toutes deux été utilisées avec succès dans les systèmes EC. L'aluminium se dissout dans tous les cas sous forme de **Al (III)**, alors que la question de savoir si le fer se dissout sous forme de **Fe (II)** ou de **Fe (III)** fait l'objet d'une certaine

controverse [51] [52]. La plupart des résultats indiquent que le fer se dissout sous forme de **Fe(II)**, comme dans [53] [54], et qu'il est oxydé en solution en vrac en **Fe(III)** si des oxydants, comme l'oxygène, sont présents en concentration suffisante et si le **pH** est alcalin. Le **Fe (II)** est un mauvais coagulant par rapport au **Fe(III)** en raison de la plus grande solubilité des hydroxydes et de la charge positive plus faible, ce qui explique certains mauvais résultats obtenus avec des électrodes en fer. Le choix optimal du matériau dépend des polluants à éliminer et des propriétés chimiques de l'électrolyte. En général, l'aluminium semble être supérieur au fer dans la plupart des cas lorsque seule l'efficacité du traitement est prise en compte. Cependant, il faut noter que l'aluminium est plus cher que le fer [25]. Et que le fer est moins cher que l'aluminium et qu'il n'est pas toxique pour ce dernier.

Les électrodes en aluminium sont les plus efficaces pour éliminer la couleur des eaux usées, tandis que les électrodes en fer éliminent la **DCO** et le phénol des eaux usées plus efficacement que les électrodes en aluminium. Une combinaison d'électrodes en aluminium et en fer a éliminé la couleur, la **DCO** et le phénol avec une grande efficacité [55].

#### II.6.4 Effet des électrolytes et de la conductivité de l'eau

Il est important d'étudier l'effet de la concentration en électrolyte, car les eaux usées actuelles contiennent généralement une certaine quantité de sels. En effet, lorsque la concentration en électrolyte augmente, l'efficacité de l'élimination augmente en raison de l'augmentation de la conductivité électrique qui atteint la valeur maximale. Cependant, avec l'augmentation de la concentration d'électrolyte, l'efficacité de l'élimination a diminué.

On peut attribuer qu'à un voltage constant, avec l'augmentation de la concentration de l'électrolyte, la conductivité de la solution de colorant augmente et la résistance diminue, donc le courant passé augmente et la quantité d'hydroxyde métallique produite et l'élimination du colorant augmente [56].

Le chlorure de sodium **NaCl** est généralement utilisé pour augmenter la conductivité de l'eau ou des eaux usées à traiter. L'effet du type d'électrolyte sur l'efficacité de l'élimination en utilisant des électrodes de **Fe** et d'**Al** respectivement en présence de différents électrolytes de support, notamment **NaCl**, **KCl**, **CaCl<sub>2</sub>**, **NaF**, **Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>**, **Na<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>**, a été étudié. Des expériences ont été réalisées en utilisant du **NaCl** car il est bon marché et la solution qu'il contient à une conductivité élevée. Il faut donc une faible tension pour l'électrocoagulation et il est donc économique à l'échelle industrielle Aussi, Le **NaCl** a été choisi en raison de sa capacité à améliorer l'efficacité de la dégradation et à raccourcir les temps de réaction [57] [58].

La conductivité de la solution affecte l'efficacité du courant, la tension de la cellule et la consommation d'énergie électrique dans les cellules électrolytiques.

### **II.6.5 Effet du temps de l'EC**

L'efficacité de l'EC est fortement influencée par le temps de fonctionnement en mode discontinu et l'espace-temps en mode continu, déduit du rapport entre le volume de la cellule et le débit volumétrique. La quantité de coagulant produite pendant l'EC est directement proportionnelle à la charge électrique ajoutée par unité de volume [59].

Il est possible de calculer la quantité de coagulant produite en utilisant la loi de Faraday lorsque le courant et le temps de fonctionnement sont connus. Même si une élimination complète des polluants n'est jamais atteinte, l'efficacité de l'élimination des polluants augmente avec le temps d'électrolyse. Cependant, au-delà du temps d'électrolyse optimal, l'efficacité de l'élimination des polluants reste constante et n'augmente pas avec l'augmentation du temps d'électrolyse. Cela est dû au fait qu'il y a suffisamment de flocons pour l'élimination du polluant [60] [61]. En conclusion, en ce qui concerne la densité de courant. Le temps d'électrolyse est un paramètre clé dans la conception et la mise à l'échelle d'une cellule EC.

### **II.6.6 Consommation d'énergie électrique**

La consommation d'énergie électrique est un paramètre économique très important dans le processus d'électrocoagulation. On peut constater que plus le temps de contact du système appliqué est long, plus le poids de l'électrode consommée dans le procédé d'EC simple a été augmenté ; la variation de la consommation d'énergie électrique a augmenté proportionnellement au temps de contact [62].

### **II.6.7 Effet de la tension appliquée**

Dans tous les procédés électrochimiques, la tension appliquée est le paramètre le plus important pour contrôler la vitesse de réaction dans le réacteur électrochimique [63]. Il est bien connu que cette variable détermine la vitesse de production du coagulant, ajuste également la production de bulles, et affecte donc la croissance des flocs formés.

### **II.6.8 Effet de la distance inter-électrodes**

La distance entre les électrodes est une variable importante pour optimiser les coûts d'exploitation. Plus la distance entre les électrodes est grande, plus la différence de potentiel appliqué doit être importante, car la solution présente une résistivité plus élevée au courant électrique. En fonction des caractéristiques de l'effluent, l'efficacité du procédé peut être améliorée en faisant varier la distance entre les électrodes [64].

Il s'agit d'une variable importante en ce qui concerne les coûts opérationnels. Dans le cas de valeurs élevées de la conductivité de l'effluent, il est recommandé, lorsque la conductivité de l'effluent est relativement élevée, d'utiliser une plus grande distance entre les électrodes. Dans le cas de valeurs modérées, il est recommandé d'utiliser une distance plus petite, car cela permettra de réduire la consommation d'énergie. Lorsque la distance entre les électrodes augmente, l'efficacité de l'élimination augmente également. Ce changement est probablement dû à des effets électrostatiques, puisqu'ils dépendent de cette distance ; lorsqu'elle augmente, le mouvement des ions est plus lent et il y aurait plus de possibilités de générer des flocons d'agrégats. De plus, ces flocons sont capables d'adsorber plus de molécules [65]. L'augmentation de l'espacement des électrodes réduira le coût d'investissement du traitement, mais pourrait réduire l'efficacité du traitement.

### II.6.9 Effet de la température de fonctionnement

La température est une autre condition de fonctionnement importante qui peut affecter l'efficacité de l'élimination des polluants dans le traitement des eaux usées en général. L'augmentation de l'efficacité d'élimination avec la température dans le procédé d'EC peut s'expliquer par le fait que l'augmentation de la température de la solution peut améliorer le transfert d'ions de la surface de l'anode et/ou de la cathode vers la masse de la solution, ce qui entraîne une diminution de la viscosité de la solution et, par conséquent, une augmentation de la diffusivité des ions. L'effet de la température sur l'élimination des polluants par l'EC a été étudié dans quelques articles [66] [67]. Cependant, ils n'ont pas présenté de résultats, tels que les concentrations d'aluminium dissous par les électrodes, qui permettraient d'étayer cette conclusion. Il a été suggéré que lorsque la température est trop élevée, il y a un rétrécissement des grands pores du gel de  $Al(OH)_3$ , ce qui provoque la formation de flocons denses qui sont plus susceptibles de se déposer à la surface de l'électrode [25].

L'augmentation de la température augmente également la solubilité de l'aluminium. Cependant, il semble que l'augmentation de la température puisse avoir des effets positifs et négatifs sur l'efficacité de l'élimination. Il est possible que l'effet de la température sur l'efficacité de l'élimination dépende du mécanisme d'élimination des polluants.

### II.6.10 Effet de la concentration initiale de polluant

Les résultats ont montré que lorsque la concentration de colorant augmentait, l'efficacité de l'élimination diminuait. L'une des voies les plus importantes de l'élimination des colorants par électrocoagulation est l'adsorption des molécules de colorant sur des flocons d'hydroxyde métallique. La capacité d'adsorption des flocons est limitée et une quantité spécifique de flocons est

capable d'adsorber une quantité spécifique de molécules de colorant. Ainsi, avec l'augmentation de la concentration de colorant, la quantité de floes produite est insuffisante pour adsorber toutes les molécules de colorant, ce qui diminue l'élimination du colorant et de la DCO [23].

### II.6.11 Type d'alimentation électrique

L'EC peut fonctionner en mode courant continu (**DC**) ou en mode courant alternatif (**AC**). En mode **DC**, la charge électrique (courant) ne circule que dans un sens, mais en mode **AC**, le courant change de direction périodiquement. Le mode **DC** est plus souvent mentionné dans la littérature que le mode **AC** et la tension sinusoïdale de 50-60 Hz est généralement peu efficace, mais les ondes carrées à basse fréquence sont plus intéressantes. Le courant continu provoque une oxydation / consommation de l'anode et la formation d'une couche d'oxyde sur la cathode (passivation de la cathode) [69]. La passivation entraîne une augmentation du surpotentiel passif, ce qui entraîne une plus grande consommation d'énergie ; cette couche passive entraîne également une diminution du flux de courant entre les deux électrodes, en particulier lorsque le temps de fonctionnement est long, et donc une diminution de l'efficacité de l'EC [68].

Certaines études ont montré que la passivation pouvait être évitée lorsqu'une quantité suffisante d'ions chlorure (initialement présents ou ajoutés), qui détruisent la couche passive, est utilisée ou en utilisant le mode **AC** qui empêche la passivation lorsque des électrodes en **Al** ou **Fe** sont utilisées [69] [70]. Ainsi, le mode **AC** peut empêcher la passivation et améliorer les performances de l'EC, à condition que l'anode et la cathode soient du même matériau. Cependant, même pour les ondes carrées, aucune étude générale sur l'influence de la fréquence de l'échange de polarité n'est disponible jusqu'à présent.

### II.6.12 Forme des électrodes

Très peu d'études existent dans la littérature sur l'effet de la forme de l'électrode sur l'efficacité de l'élimination des polluants, car dans la plupart des travaux, des électrodes planes sont utilisées. La forme de l'électrode affecte le rapport surface/volume (**S/V**), qui à son tour affecte les performances de l'EC. Habituellement, l'augmentation de ce rapport augmente l'efficacité de l'élimination des polluants. **Khandegar** et **Saroha** ont montré dans leur étude une augmentation de l'efficacité de l'élimination des couleurs en utilisant l'électrode perforée par rapport à l'électrode plane [71]. Même si la géométrie complexe des électrodes est parfois proposée dans les unités industrielles, les électrodes planes facilitent la maintenance des anodes sacrificielles.

## II.7. Applications du procédé d'électrocoagulation

L'EC a été largement utilisée pour le traitement de différents types d'eaux usées comme les eaux usées des tanneries et de l'industrie textile, les eaux usées de l'industrie papetière, les eaux usées des raffineries, les eaux usées de l'industrie alimentaire, etc. La littérature fait état de nombreuses études sur l'utilisation de l'EC pour le traitement des eaux usées et de nombreuses revues sur les applications de l'EC sont disponibles. Le **Tableau II-3** résume quelques-unes des plus récentes de ces études, qui complètent les études plus anciennes déjà examinées [43] [72].

*Tableau II-3. Exemples d'applications de l'électrocoagulation.*

Effluent	Densité de courant (mA/cm <sup>2</sup> )	Temps d'opération (min)	pH initiale	d inter-électrode (cm)	Anode - Cathode	Régime	Efficacité (%)	Ref
Eau souterraine	1	95	7	1	Al - Al	discontinu	Arsenic(98.51), Floride(83.33)	Thakur et coll. (2017)
Eau potable	1.5	20	6	0.5	Al - Al	discontinu	Fer(99.6)	Hashim et coll. (2017a)
Eaux usées urbaines	20	30	7.4	3	Al - Al	discontinu	DCO(85), N(63), DBO <sub>5</sub> (84), P(99), TSS(94), NO <sub>3</sub> (73)	Elazzouzi et coll. (2017)
Eau potable	2	55	7	0.5	Al - Al	discontinu	Nitrate(85)	Hashim et coll. (2017b)
Solution de plomb synthétique	1.13	10	7	1	Zn - Zn	discontinu	Plomb(99.9)	Hashim et coll. (2017c)
Eau potable	2	25	6	0.5	Al - Al	discontinu	Floride(98)	Hussin et coll. (2017)
eaux usées textiles	4	10	4.57	1	Al - Al	discontinu	DCO(97.1), Phénol(99.99)	Naje et coll. (2016b)
Solution de cale synthétique	/	120	7	1	Al - Al	discontinu	DCO <sub>5</sub> (85)	Aswathy et coll. (2016)
solution synthétique d'acétamipride	5	60	7.77	/	Al - Al	discontinu	Acétamipride (97.6)	John et coll. (2016)
solution d'arsenic synthétique	0.54	30	4	0.5	Fe -Fe	discontinu	Arsenic(99.5)	Can et coll. (2014)
solution de phénol synthétique	25	180	3.2	1	Zn - SS	discontinu	Tph(84.2), DCO(40.3)	Fajardo et coll. (2015)
Effluent de distillerie à base de grains de riz	8.93	115	3.5	2	Cu - Cu	discontinu	DCO(80), Couleur(65)	Prajapati et coll. (2016)
eaux usées de fromage	60	20	5	1	Fe -Fe	continu	DCO(86.4)	Un et coll. (2014)
Eaux usées de yaourt filtrées	30	90	4.53	1	Fe -Fe	discontinu	DCO(84)	Un et coll. (2013)

Eau usées de tannerie	6.5	35	5.5	2	Al - Al	continu	DCO(85)	Koby et coll. (2016)
Eau usées de tannerie	6.5	350	5.5	2	Fe -Fe	continu	DCO(77)	Koby et coll. (2016)
eaux usées municipales traitées anaérobies	2	5	7.5	1.5	Al - Al	continu	coliforme total(99.81), coliforme fécal(99.86)	Makwana et coll. (2016)
Eaux usées de fabrication	2	40	3	1.3	Al - Al	discontinu	DCO(72)	Koby et coll. (2015)
solution de glyphosate synthétique	6	60	6.7	6	Cu - Cu	discontinu	Glyphosate(46.6)	Danial et coll. (2017)

Le **Tableau II-3** montre clairement la capacité de l'EC à traiter différents types d'eaux et d'eaux usées. Cependant, l'EC a une capacité limitée à éliminer certaines substances, telles que les ions ammonium, et elle est incapable d'éliminer des molécules très solubles comme le glucose, le lactose et les acides gras volatils (non mentionnés dans le tableau).

En ce qui concerne les polluants éliminés par EC, une optimisation est nécessaire dans de nombreux cas pour améliorer l'efficacité de l'élimination de ces polluants. En outre, il faudrait réaliser davantage d'études en mode continu, car la grande majorité des travaux publiés sont réalisés en mode discontinu, ce qui constitue un obstacle à la mise à l'échelle. En outre, les approches de modélisation de l'EC dans la littérature sont insuffisantes, car seuls quelques auteurs sont passés à l'étape suivante et ont établi des modèles pour la conception et la mise à l'échelle des cellules de l'EC en fonction des paramètres de fonctionnement. De tels modèles pourraient faciliter la prédiction des performances des réacteurs EC avant leur conception et nous permettre de mieux comprendre les aspects de conception permettant à la technologie EC de progresser au-delà de l'état actuel d'empirisme qui prévaut dans la conception des cellules EC.

## II.8. Considérations économiques et écologiques

Des calculs de coûts de fonctionnement ont été effectués dans quelques articles [73] [74] [75]. Les calculs comprennent généralement le coût des produits chimiques, des électrodes et de l'énergie. Il convient de noter que le prix des matériaux et de l'énergie évolue au fil du temps et que, par conséquent, les coûts d'exploitation ne sont que des estimations approximatives. Les calculs de coûts ne comprennent généralement pas les coûts d'investissement, qui peuvent être importants, comme par exemple les alimentations électriques, les cuves des cellules électrochimiques et les systèmes de séparation des boues.

On peut remarquer qu'il y a peu d'articles où les coûts de la coagulation chimique et de l'EC ont été comparés [76]. Il pourrait être difficile d'obtenir des informations raisonnables sur le

prix des coagulants courants. Certains coagulants chimiques, tels que le sulfate d'aluminium et le chlorure ferrique, sont des produits chimiques en vrac et ont un prix bas, alors que les coagulants métalliques pré-hydrolysés sont plus chers. Le prix des produits chimiques dépend naturellement de la quantité nécessaire au processus et, par conséquent, les grands consommateurs, tels que les usines de pâte et papier ou les stations d'épuration municipales, paient leurs produits chimiques moins cher que les petits utilisateurs. Cependant, le fer et l'aluminium sont généralement plus chers à l'état métallique que sous forme de sels métalliques, car la production de métaux est consommatrice d'énergie. Les produits chimiques de coagulation sont produits à partir des minéraux et ne sont pas transformés à l'état métallique au cours de ce processus. Par exemple, le sulfate d'aluminium est fabriqué par la réaction du trihydrate d'aluminium et de l'acide sulfurique. Le trihydrate d'aluminium est fabriqué à partir du minéral de bauxite par purification.

Comme mentionné précédemment, la production d'aluminium métallique et de fer consomme de grandes quantités d'énergie [77]. En général, l'aluminium est recyclé et ce processus nécessite beaucoup moins d'énergie que la production de métal vierge.

Les effets écologiques de l'EC sont également quelque peu inconnus. Il convient de comparer l'effet écologique de la purification de l'eau avec des coagulants EC et chimiques, en tenant compte de la consommation d'énergie et de matières lors de la fabrication des métaux ou des produits chimiques.

## II.9. Avantages et inconvénients du processus

Comme tout processus, l'EC a ses avantages et ses inconvénients [63]; ceux-ci sont résumés ci-dessous.

### II.9.1 Avantages

1. Le processus d'EC est facile à mettre en œuvre.
2. Le processus d'EC a besoin d'un équipement simple.
3. Il n'est pas nécessaire d'utiliser des produits chimiques.
4. Le processus d'EC nécessite moins d'entretien.
5. Le processus nécessite moins de travaux de génie civil et d'autres constructions.
6. Les boues formées par le procédé d'EC sont facilement décantables et facilement déshydratées.
7. Les floes formés par le procédé d'EC ont tendance à être beaucoup plus grands.
8. Les bulles de gaz générées lors de l'électrolyse peuvent être facilement séparées.

9. Une source d'énergie renouvelable alternative, telle que l'énergie solaire et éolienne, peut être utilisée à la place de la source électrique.
10. Le procédé d'EC est utilisé pour éliminer les plus petites particules colloïdales.
11. Le procédé d'EC donne une eau claire, incolore et inodore [78] [63].

### II.9.2 Inconvénients

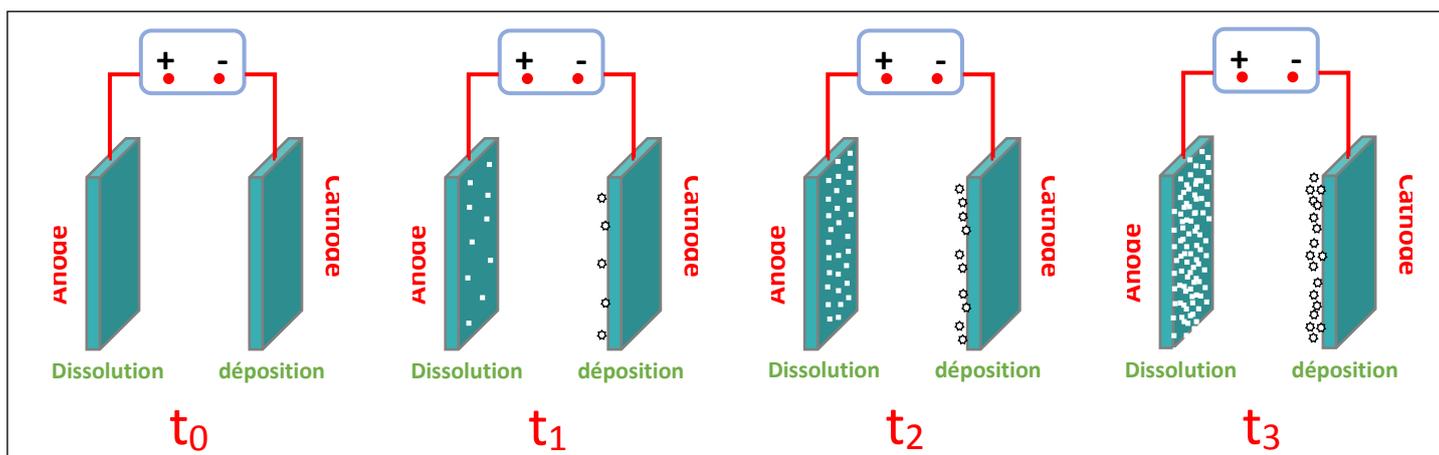
1. Les anodes sacrificielles doivent être remplacées périodiquement
2. L'utilisation de l'électricité peut être coûteuse dans certains cas
3. Une conductivité élevée de la suspension d'eaux usées est nécessaire
4. Le coût élevé de l'électricité peut entraîner une augmentation des coûts d'exploitation
5. L'hydrogène gazeux produit pourrait être explosif s'il n'est pas collecté en toute sécurité.
6. L'hydroxyde gélatineux peut avoir tendance à se solubiliser dans certains cas [79] [80].

Il ressort clairement que les avantages de l'EC sont bien plus que ses inconvénients, qui peuvent également être contrôlés ou réduits. Par conséquent, l'EC est un choix recommandé, efficace et respectueux de l'environnement pour le traitement des eaux usées industrielles, commerciales et municipale

## II.10. Electrocoagulation par électrodes rotatives

Le processus d'électrocoagulation, en utilisant différents modèles et configurations, qui a été testé de temps en temps, joue un rôle majeur dans son fonctionnement. Dans la littérature disponible, ce sont surtout des configurations non rotatives qui ont été utilisées. L'utilisation de réacteurs à électrodes rotatives a été mise en évidence et s'est avérée être une configuration efficace [82].

L'approche EC est une technologie propre. Cependant, lors de l'opération, un film d'encrassement à base d'oxyde est créé sur la surface de l'électrode (effets de passivation) dans des réacteurs à base électrochimique qui ne contiennent pas d'électrodes statiques ou de mélange de liquide en raison de la mauvaise diffusion et du transfert de masse. Cette mauvaise diffusion et ce transfert de masse diminuent les performances globales de l'opération et augmentent la consommation globale d'énergie [81]. L'hydrogène et l'oxygène gazeux se dégagent près de l'anode et de la cathode. Lorsque chaque bulle de gaz se nucléarise. Elle prend une forme sphérique isolante, générant un film qui encrasse l'oxyde à la surface de l'électrode (effets de passivation). Cela augmente la résistance électrique totale de la cellule. L'augmentation de la résistance interne des électrodes (chute ohmique) réduit les performances du courant.



*Figure II-7. Changement de la surface des électrodes pendant l'EC.*

Pour modérer l'accumulation de bulles, le flux d'électrolyte autour des électrodes doit être augmenté pour que les bulles soient expulsées [20]. Comme solution proposée à ce problème, l'actuel réacteur EC à anode rotatif a été utilisé pour améliorer l'efficacité globale des réacteurs [82].

La rotation des électrodes permet d'éviter les effets de passivation dans la cellule d'électrolyse. De plus, la rotation dans la cellule permet de maintenir des conditions uniformes, c'est-à-dire, d'avoir un effluent bien homogénéisé en arrêtant la formation du gradient de concentration. Un autre avantage est de donner la vitesse au mouvement des ions générés. Ce qui améliore le taux de contact entre les coagulants et améliore l'impulsion et le transport des espèces.

L'augmentation de la vitesse de rotation jusqu'à la vitesse optimale entraîne une augmentation de l'efficacité de l'élimination des polluants. Cependant, une augmentation supplémentaire de la vitesse de rotation au-delà de la valeur optimale diminue l'efficacité de l'élimination des polluants car les floes se dégradent par collision, ce qui est attribué à une vitesse de rotation élevée [23] [71].

# Chapitre III

(Méthodologie à suivre)

### **III.1. Introduction**

Le présent chapitre représente les matériels et les méthodes employées lors de la réalisation d'une installation utilisée pour l'étude du procédé d'électrocoagulation (EC) à électrodes rotatives.

Donc, ce chapitre porte sur le dispositif expérimental et le mode opératoire nécessaires à la conception de l'unité d'électrocoagulation ainsi que les méthodes de mise en œuvre de mesures expérimentales en laboratoire. Plus précisément, ce chapitre se divise en trois parties. La détermination des paramètres de recherche à prendre en compte en premier lieu. Une deuxième partie porte sur le dispositif expérimental. L'attention toute particulière a été accordée à la conception de l'unité d'électrocoagulation ainsi qu'à celle des électrodes. Et la troisième section concerne la description du mode opératoire.

### **III.2. Objectif**

#### **III.2.1. Objectif principal**

L'objectif principal de travail vise à analyser l'efficacité globale d'un réacteur EC doté d'électrodes rotatives. Des investigations pratiques doit être menées pour formuler les principaux paramètres de conception et de fonctionnement nécessaires pour améliorer l'efficacité globale de ce type de réacteurs, en utilisant un réacteur EC sur mesure dans les meilleures conditions opérationnelles.

#### **III.2.2. Objectifs spécifiques**

Ce travail est mis en place pour tenter d'atteindre les objectifs suivants :

- 1) Évaluation de l'efficacité du procédé d'EC lorsqu'il est utilisé pour traiter les effluents textiles en étudiant l'influence des différents paramètres.
- 2) Conception et automatisation d'une cellule électrochimique (EC) avec une grande manœuvre de contrôle.
- 3) Le choix des modes de fonctionnement optimaux de l'électrocoagulateur (du fait que le liquide est affecté par des processus électromagnétiques et chimiques dans l'effluent et des processus physiques et chimiques dans l'espace des électrodes).
- 4) Le choix des principaux paramètres pour l'étude de leur influence sur le processus d'électrocoagulation, ainsi que les processus hydrauliques et thermodynamiques et leur évolution dans le temps.

### III.3. Types des paramètres

Il existe de nombreux paramètres qui affectent l'efficacité de l'EC et sa capacité à éliminer les polluants des eaux usées. Donc, avant de commencer à parler de dispositif expérimental, nous devons d'abord définir les paramètres de grande importance sur lesquels il faut se baser pour construire l'expérience, ou mieux, **les entrées** et **les sorties** du système considéré.

#### III.3.1. Définir les sorties

La variable de sortie correspond à un paramètre de sortie du système étudié. Elle doit être représentative, quantifiable et la moins dispersée possible pour des variables d'entrées maîtrisables et constantes.

Pour appliquer la méthodologie des **plans d'expériences**, il est conseillé d'avoir une variable exprimée sous forme quantitative. En effet, les méthodes d'analyse des résultats d'essais telles que l'analyse de tranche ou l'analyse de régression au sens des moindres carrés, s'appuient sur des données exclusivement quantitatives. Par ailleurs, les variables qualitatives comme par exemple, la morphologie d'un dépôt (lisse, poreux...etc.) qui n'est pas un critère quantitatif, pourra s'interpréter à partir d'un codage spécifique des modalités des sorties.

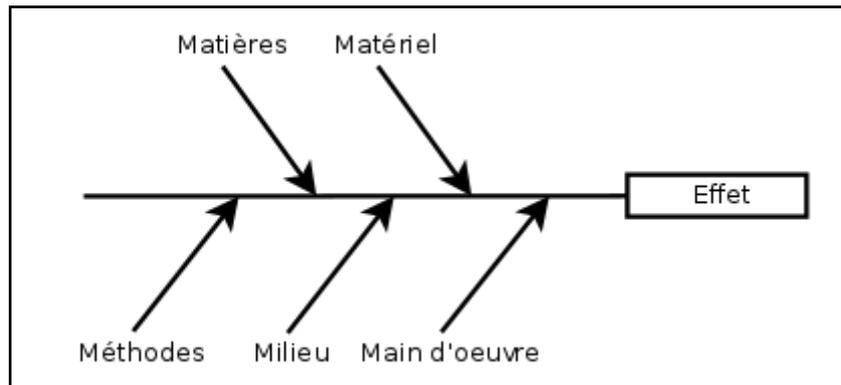
Dans le cadre de notre étude, on va se baser sur une seule variable principale de sortie, qui est **l'efficacité d'élimination du polluant**, tout en suivant d'autres variables (**Masse dissoute de l'anode, Puissance électrique, Temps de traitement**) afin de préparer un support technique qui peut aider à mieux comprendre toute la démarche.

#### III.3.2. Définir les entrées

Un paramètre d'entrée d'un système (variable d'entrée) est une cause possible de variation de la sortie. Le choix d'un paramètre se fait souvent en plusieurs phases : une **phase de recensement** faisant appel à la créativité du groupe ; une **phase de classement** et une **phase de sélection** où les modalités des paramètres devant être étudiés de façon prioritaire seront définis.

##### III.3.2.1. Phase de recensement

Le groupe de travail établit une liste de paramètres potentiels. Le diagramme causes-effets ou diagramme d'Ishikawa (voir **Figure III-1**) est une approche particulièrement précieuse pour structurer la présentation des paramètres par grandes familles. Ce diagramme se construit avec tous les acteurs d'une étude. Chacune des causes sera délimitée par un domaine expérimental que nous formaliserons avec l'expérimentateur.



*Figure III-1. Forme d'un diagramme causes-effets.*

### *III.3.2.2. Phase de classement*

La phase de classement a à déterminer quels sont les paramètres clés, grâce à une grille de choix, de les classer en fonction de leur importance compte tenu des priorités de l'étude.

#### *a. Catégories de paramètres*

Un paramètre est une variable de prédiction qui varie en vue de l'évaluation de son effet sur la variable de sortie. Un paramètre peut aussi fournir une cause assignable aux résultats d'une expérience. Un paramètre peut être associé à la création de blocs.

- **Variation de prédiction :** Variables susceptibles de contribuer à l'explication d'un résultat d'une expérience. Le degré auquel une variable de prédiction donnée peut-être maîtrisée, régit son rôle potentiel dans un plan d'expériences.

Les variables de prédiction sont susceptibles d'être maîtrisées (fixes), ou modifiables (maîtrisées uniquement durant une courte période ou à un coût considérable) ou non maîtrisables (aléatoires).

- **Bloc :** Groupement d'unités expérimentales plus homogènes que l'ensemble complet des unités expérimentales. Le terme de bloc provient des expériences agronomiques dans lesquelles un champ est subdivisé en sections présentant des conditions communes telles que : exposition au vent, proximité d'eau souterraine ou épaisseur de la couche arable. Dans d'autres conditions, les blocs sont constitués par des lots de matières premières, des opérateurs, le nombre d'unités étudiées dans une même journée, etc. En général, le fait de reconnaître l'existence des blocs peut affecter la manière dont les traitements sont affectés aux unités expérimentales.

### *b. Grille de choix des paramètres*

Dans le cas où l'expérimentateur ne peut effectuer qu'un nombre restreint d'expériences, on construit une grille de choix des paramètres principaux afin de déterminer pour chaque variable, un **indice de priorité**. Pour chacune des variables, on définit une note comprise entre 1 et 10 pour quantifier l'efficacité supposée d'une entrée sur une sortie, la faisabilité à court terme des expériences et le besoin d'information nécessaire. L'indice de priorité est obtenu par le produit des notes (voir **Tableau III-1**), il permet alors de justifier le choix des paramètres à étudier.

Par exemple, le paramètre **E** est supposé peu efficace (3). Peu d'informations est connue (6) sur cette variable, il semble également très difficile à étudier à court terme (2) ce qui donne un indice de priorité faible (36). Par ailleurs, nous avons beaucoup d'informations sur le paramètre **A** (2), celui-ci est moyennement facile à étudier à court terme (8), et supposé très efficace (10), on obtient donc un indice de priorité fort (160). Ce sera donc le paramètre **A** qui sera retenu pour une étude à court terme parmi ces deux variables.

*Tableau III-1. Grille de choix des paramètres prises en compte dans cette étude.*

	Paramètre	Efficacité supposée	Faisabilité à court terme	Besoin d'information	Indice de priorité
<b>A</b>	<b>distance inter-électrodes</b>	10	8	2	<b>160</b>
<b>B</b>	<b>vitesse de rotation</b>	7	5	10	<b>350</b>
<b>C</b>	<b>surface de réaction</b>	5	3	2	30
<b>D</b>	<b>Matière d'électrodes</b>	6	4	3	72
<b>E</b>	<b>Température</b>	3	2	6	36
<b>F</b>	<b>Temps de séjour</b>	10	10	1	<b>100</b>
<b>G</b>	<b>Intensité</b>	10	10	1	<b>100</b>
<b>H</b>	<b>Tension</b>	1	1	1	1
<b>I</b>	<b>Conductivité</b>	6	5	1	30
<b>J</b>	<b>Niveau de prélèvement</b>	1	1	1	1
<b>K</b>	<b>Concentration de colorant</b>	3	1	1	3
<b>L</b>	<b>Concentration des sels</b>	5	5	3	75
<b>M</b>	<b>PH</b>	4	3	5	60
<b>N</b>	<b>Type d'alimentation</b>	7	5	10	<b>350</b>

### c. Interactions pressenties

Nous allons dans un premier temps définir quelques termes :

- **Interaction** : Effet pour lequel l'influence apparente d'un paramètre sur une variable de sortie dépend d'un ou de plusieurs paramètres. L'interaction indique une incohérence de l'effet principal d'un paramètre sur la sortie selon la valeur d'un autre paramètre.
- **Effet moyen d'un paramètre** : Variation de la sortie observée ou modélisée lorsque le paramètre change de modalité (définition de l'association Experimentique).

Il est également possible de faire un tableau intuitif des interactions pressenties par les expérimentateurs comme l'indique le **Tableau III-2**. Dans cet exemple, l'expérimentateur pressent une interaction entre les paramètres **A** et **B**.

*Tableau III-2. Exemple d'un tableau des interactions.*

	A	B	C
A			
B	↔		
C			

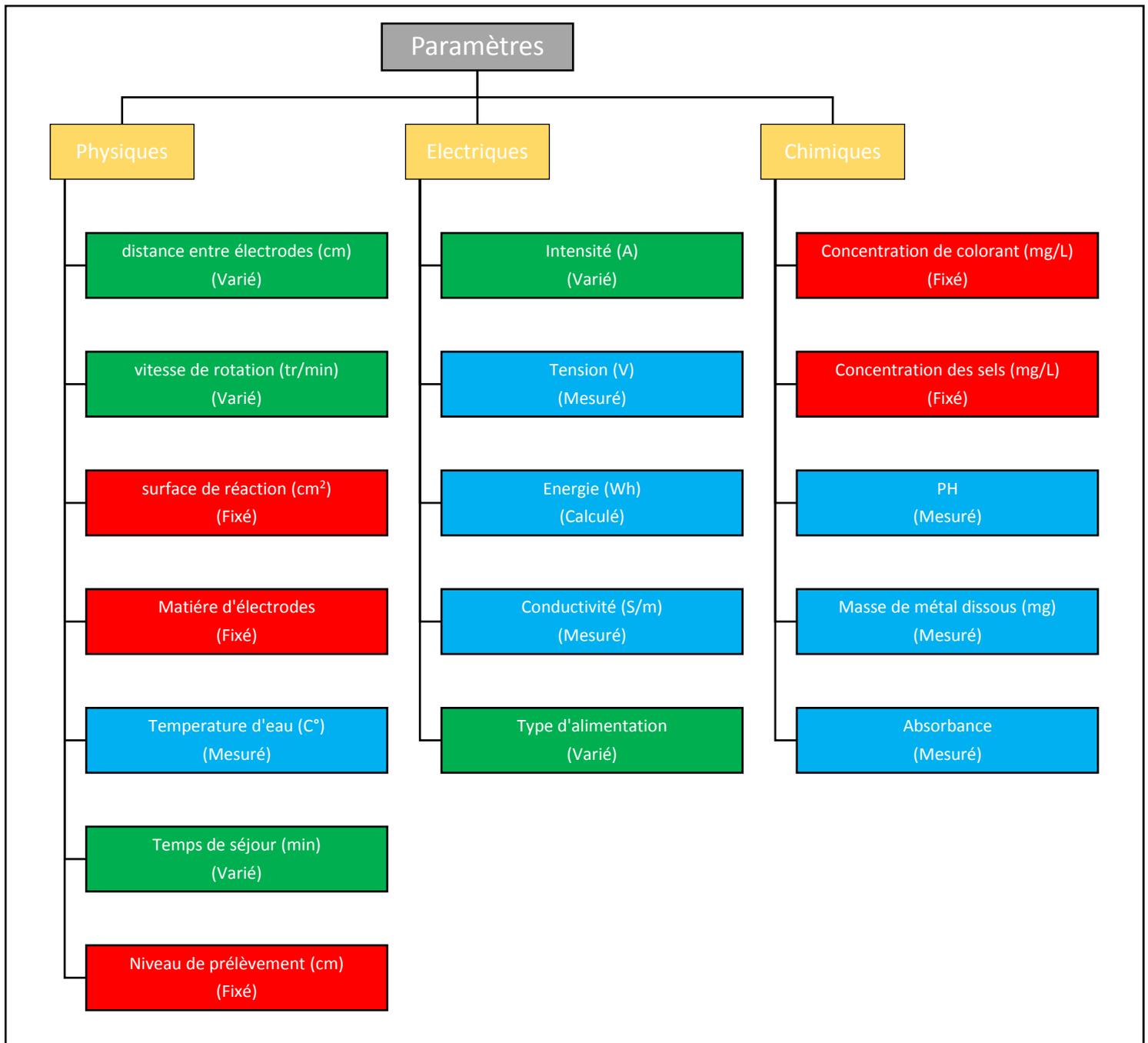
A ce stade, nous avons défini la liste des paramètres à faire varier et celle des paramètres à fixer selon les limites d'application.

Fixer un paramètre consiste à lui imposer la même valeur dans tous les essais liés à l'incertitude de réglage de celui-ci. On ne pourra pas l'analyser mais on évitera que ses variations ne perturbent les résultats d'essais, on supposera que les variations des incertitudes sur ces paramètres ont peu de conséquences sur la variation de la sortie.

Par conséquent, les classifications retenues sont les classifications suivantes :

- Paramètres à faire varier : par choix pour chaque paramètre, les **valeurs à prendre**.
- Paramètres à fixer : en raison des **moyens limités** ou des **résultats attendus**.
- Paramètres à mesurer : soit par des méthodes **numériques** ou **analytiques**.

❖ La **Figure III-2** représente plus clairement la classification des différents paramètres.



**Figure III-2. Classification des différents paramètres pour l'étude.**

Après avoir déterminé le nombre de paramètres principaux du système, il faut décider, pour chaque paramètre, quelles valeurs ils sont susceptibles de prendre pendant l'expérience. Mais, pour éviter les obstacles durant la phase de réalisation qui peuvent être imposés par des défauts ou des limitations de la conception, nous allons reporter le choix des valeurs pour chaque variable après l'achèvement de la réalisation du réacteur.

### III.4. Conception d'unité d'électrocoagulation

Bien que l'électrocoagulation soit largement utilisée depuis des décennies, il ne semble pas y avoir de véritable consensus sur l'approche la plus appropriée pour une application donnée, peu de règles systématiques de conception des réacteurs et presque rien en matière de modélisation générique a priori [80].

Le réacteur de l'EC pour la présente étude a été conçu en tenant compte de l'intersection de trois technologies plus fondamentales - l'électrochimie, la coagulation et la flottation - qui régissent le processus.

Ces trois technologies ont été dûment prises en compte dans la conception des réacteurs [80].

Pour simplifier les démarches entreprises lors de la réalisation d'unités d'électrochimie, une liste exhaustive des critères de conception à prendre en considération a été établie : taille, forme, mode opératoire, la température d'opération, la vitesse de rotation, le régime d'écoulement, le contrôle du flux énergétique, la source d'alimentation, la configuration et la géométrie des électrodes, l'espacement entre les électrodes, la technique de séparation des solides, etc.

Certaines de ces caractéristiques ont une influence notable sur le processus d'électrocoagulation. Pour clarifier leur importance au sein de ce processus, il est nécessaire de les passer en revue de manière détaillée [36].

Le réacteur de l'électrocoagulation choisi dans le cadre de cette étude sera utilisé pour traiter une **solution d'eau usée synthétique** déjà préparée. Il est composé d'une **cellule électrochimique** de forme cylindrique ; un **arbre rotatif** monté sur un moteur de vitesse de rotation variable afin de maintenir la rotation des électrodes et de respecter la structure du système d'évacuation de boue. Cette configuration est accompagnée d'un **module d'automatisation** pour un meilleur contrôle du système et une **collecte de données** plus efficace.

La conception et la procédure expérimentale à suivre seront décrites suivant les cinq phases ci-après :

1. Préparation de solution synthétique
2. Cellule d'électrocoagulation
3. Arbre rotatif
4. Module d'automatisation
5. Collecte de données

Et chacune de ces phases sera discutée en détail ci-dessous.

### III.4.1. Préparation de solution synthétique

Dans cette étude, l'électrocoagulation sera appliquée pour l'élimination d'un colorant textile (Le bleu d'indanthrène RS).

La solution mère sera préparée au laboratoire à une température d'environ 25 °C en dissolvant le colorant dans un réservoir d'eau déminéralisée, agité avec un agitateur mécanique durant 3 minutes à une vitesse de rotation de 150 tr/min pour assurer une dissolution complète. La concentration initiale désirée de la solution est de 150 mg / L.

Le **pH** de la solution ne sera pas modifié, car l'eau utilisée est en majorité modérée, et il suffira d'une mesure préliminaire pour garantir la conformité de la qualité de l'eau, et de manière à ne pas modifier significativement la conductivité de la solution, sachant que cette dernière sera contrôlée par l'ajout d'un **électrolyte** à une concentration de 1 g/L, pour permettre une grande marge de variation du courant (**I**).

Après avoir préparé la solution, un **tableau des caractéristiques** (caractérisation de la solution) doit être établi.

Les solutions doivent être conservées à l'obscurité totale dans un environnement à basse température [“**Standard Methods for the examination of Water and Wastewater**“, 21e éd.].

Cette solution a été choisie au cours de cette étude parmi de nombreuses recettes rapportées, parce qu'elle a déjà été examinée dans le cadre des essais de traitement des eaux usées textiles.

#### III.4.1.1. Eau déminéralisé

L'eau déminéralisée est une eau qui ne contient en principe aucun ion (tel que **Ca<sup>2+</sup>** et **HCO<sup>3-</sup>**) ; par contre, il peut y rester des matières non chargées (matières organiques, bactéries, etc.). On l'appelle aussi eau **déionisée**.

À une température ambiante, le **pH** de l'eau déminéralisée est d'environ 7.

#### III.4.1.2. Colorant Textile

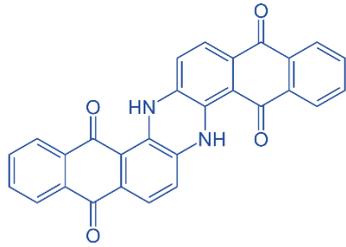
Pour la présente étude, le colorant choisi est le **bleu d'indanthrène RS** (n° CAS 81-77-6), avec un point de fusion compris entre 470 et 500 °C, une solubilité de 0,1 g 100 mL<sup>-1</sup> dans l'eau à température ambiante et soluble également dans l'acide sulfurique concentré à côté des solutions alcalines.

Le bleu d'indanthrène, également appelé indanthrone, est un colorant organique fabriqué à partir de 2-aminoanthraquinone traitée à l'hydroxyde de potassium en présence d'un sel de

potassium. Il a l'apparence d'aiguilles bleues avec un reflet métallique. C'est un pigment qui peut être utilisé dans les milieux suivants : acrylique, alkyde, caséine, encaustique, fresque, gouache, huile de lin, détrempe, pastel et peinture à l'aquarelle. Il est utilisé pour la teinture du coton brut et comme pigment dans les peintures et les vernis de qualité.

Le Bleu d'Indanthrène RS a été breveté en 1901 comme le premier colorant de cuve à base d'antraquinone, l'un des colorants ayant une très bonne résistance à la lumière et au lavage.

*Tableau III-3. Caractéristiques chimiques du colorant.*

Couleur	Bleu d'indanthrène
Structure chimique	
Formule chimique	$C_{28}H_{14}N_2O_4$
Masse moléculaire (g/Mol)	$442.430 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$

#### III.4.1.3. L'électrolyte (NaCl)

Dans les procédés électrochimiques, plusieurs électrolytes ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NaBr}$ ,  $\text{NaNO}_3$ ,  $\text{NaCl}$ ) peuvent être utilisés afin d'améliorer la conductivité de la solution et d'accélérer le transfert d'électrons.

Les expériences seront réalisées en utilisant le  $\text{NaCl}$  car il est bon marché et génère une conductivité élevée, ce qui implique une basse tension pour l'électrocoagulation. Il est donc économique à l'échelle industrielle.

#### III.4.2. Cellule d'électrocoagulation

C'est dans cette chambre que se déroulent les réactions électrochimiques. Donc, il est important de choisir un design qui convient aux objectifs de l'expérience.

Le modèle choisi doit assurer les fonctions de base suivantes :

- Contrôler le volume et le niveau de l'eau entrant et sortant de la cellule.
- Faciliter le prélèvement d'échantillons pour les tests sans affecter le milieu réactif.
- Fournir un système pour évacuer les résidus formés à la surface (racleur de boue).

On a choisi une conception de la cellule en tenant compte de la **forme**, la **taille** et le **type de matériaux** adaptés à la nature prévue de l'écoulement de l'eau (**régime d'opération**), le **mécanisme de rotation** des électrodes, selon la et bien sûr ce qui est **disponible sur le marché**.

La cellule est alimentée à partir d'un réservoir de solution déjà préparé, refoulée avec pompe submergée qui est équipée d'un clapet anti-retour, tandis que la sortie de la cellule est contrôlée (ouverture/fermeture) par une électrovanne selon le régime d'opération choisi.

❖ La **Figure III-3** représente l'illustration numérique de la cellule d'électrocoagulation.



**Figure III-3. Illustration en 3D de structure de la cellule (SOLIDWORKS).**

### III.4.2.1. Régime d'opération

Les cellules d'électrochimie opèrent généralement selon deux régimes: continu ou discontinu (cuvée). Un mode d'opération en régime continu implique que la cellule est continuellement alimentée en eaux usées. Par l'instauration d'un régime pseudo-permanent dans la cellule, la concentration en polluants qui lui est associée est considérée constante et donc la quantité de coagulants requise est fixe.

Il est certain que le **temps de rétention hydraulique** peut avoir une influence notable sur l'enlèvement des polluants. Ce paramètre s'avère important lors de la conception d'unités électrochimiques en régime continu [83]. Il faut que ce paramètre soit optimisé de manière à assurer un temps de contact suffisant entre les particules polluantes et les agents coagulants sans verser dans l'excès. Il est possible de contrôler ce paramètre en variant le volume de la cellule d'électrocoagulation ou le débit de l'effluent.

Les cellules électrochimiques fonctionnant en régime discontinu (communément appelé «batch» ou cuvée) traitent un volume constant d'effluent. À mesure que le temps s'écoule, les concentrations en polluants de l'effluent s'amenuisent de par la constante alimentation de la cellule en ions métalliques. Ces systèmes fonctionnent en régime dynamique; leurs cinétiques épuratrices varient avec le temps [36].

Le mode discontinu des réacteurs d'électrocoagulation présente un comportement dépendant du temps (**temps de résidence** ou **temps de séjour**) car le coagulant est généré en continu dans le réacteur avec la dissolution de l'anode. La matière de l'anode est hydrolysée et est capable d'agréger les polluants. Par conséquent, la concentration du polluant, du coagulant et le **pH** ne cessent de changer en fonction du temps. Un réacteur discontinu n'a ni entrée ni sortie d'effluent pendant la durée de l'électrolyse.

On peut remarquer dans la littérature que l'électrocoagulation a été étudiée pour l'élimination d'une large gamme de polluants en utilisant le mode de fonctionnement discontinu et continu.

Un système continu fonctionne dans des conditions d'équilibre, en particulier avec une concentration fixe de polluants et un débit d'effluent. En revanche, la nature dynamique d'un réacteur discontinu permet d'étudier la gamme des conditions de fonctionnement et est plus adaptée aux travaux de recherche.

Les systèmes continus sont mieux adaptés aux procédés industriels pour les grands volumes d'effluents, tandis que les réacteurs à fonctionnement discontinu conviennent aux applications à l'échelle du laboratoire et de l'usine pilote.

Dans notre cas, après avoir étudié les options disponibles, on a opté pour un Régime hybride, c'est-à-dire qui fonctionne selon un régime discontinu, mais qui atteint le régime continu à long terme par le contrôle de l'entrée et la sortie de la cellule.

#### **III.4.2.2. Dimensions**

Le réacteur de forme **cylindrique** fabriqué en **plexiglas**, de diamètre intérieur de **200 mm** et de hauteur de **300 mm** est posé sur un support métallique. Le niveau de liquide maximum est fixé à **200 mm**, ce qui correspond au sommet du canal réservé à l'évacuation des boues, cela procure une capacité d'environ **6,2 litres**. Ces dimensions sont choisies par rapport à la taille des électrodes disponibles, ce qui permet de minimiser les perturbations de liquide et éviter les zones mortes.

#### **III.4.2.3. Point de prélèvement**

Afin d'évaluer les performances du procédé, des échantillons sont prélevés à un niveau constant à proximité des électrodes, où l'on suppose avoir la plus grande efficacité du processus, grâce à une soupape fixée sur la paroi de la cellule.

#### **III.4.3. Arbre rotatif**

Le paramètre principal et le plus important pour cette étude c'est la vitesse de rotation des électrodes. Par conséquent, on a besoin d'une conception qui assure un mouvement de rotation contrôlable.

En effet, notre proposition est un montage constitué d'un arbre de rotation (diamètre de **9 mm**) fixé verticalement au centre de la cellule de traitement par le support métallique, équipé en haut par un **moteur** à vitesse variable, tandis que l'anode et la cathode sont installées en bas.

Cette installation pose un problème de connexion entre les **électrodes** et la **source de courant**, du fait que pour le cas d'une rotation multi-tours, la transmission par câble est impossible. Notre solution est un **collecteur rotatif** qui permet de créer une connexion électrique entre la partie fixe (Bornes d'alimentation) et la partie tournante (Électrodes).

En complément de cette conception, nous avons installé un **bras de raclage** pour bénéficier du mouvement de l'arbre afin d'évacuer la boue de surface vers le **canal d'évacuation**.

❖ La **Figure III-4** représente une illustration numérique de l'arbre rotatif.

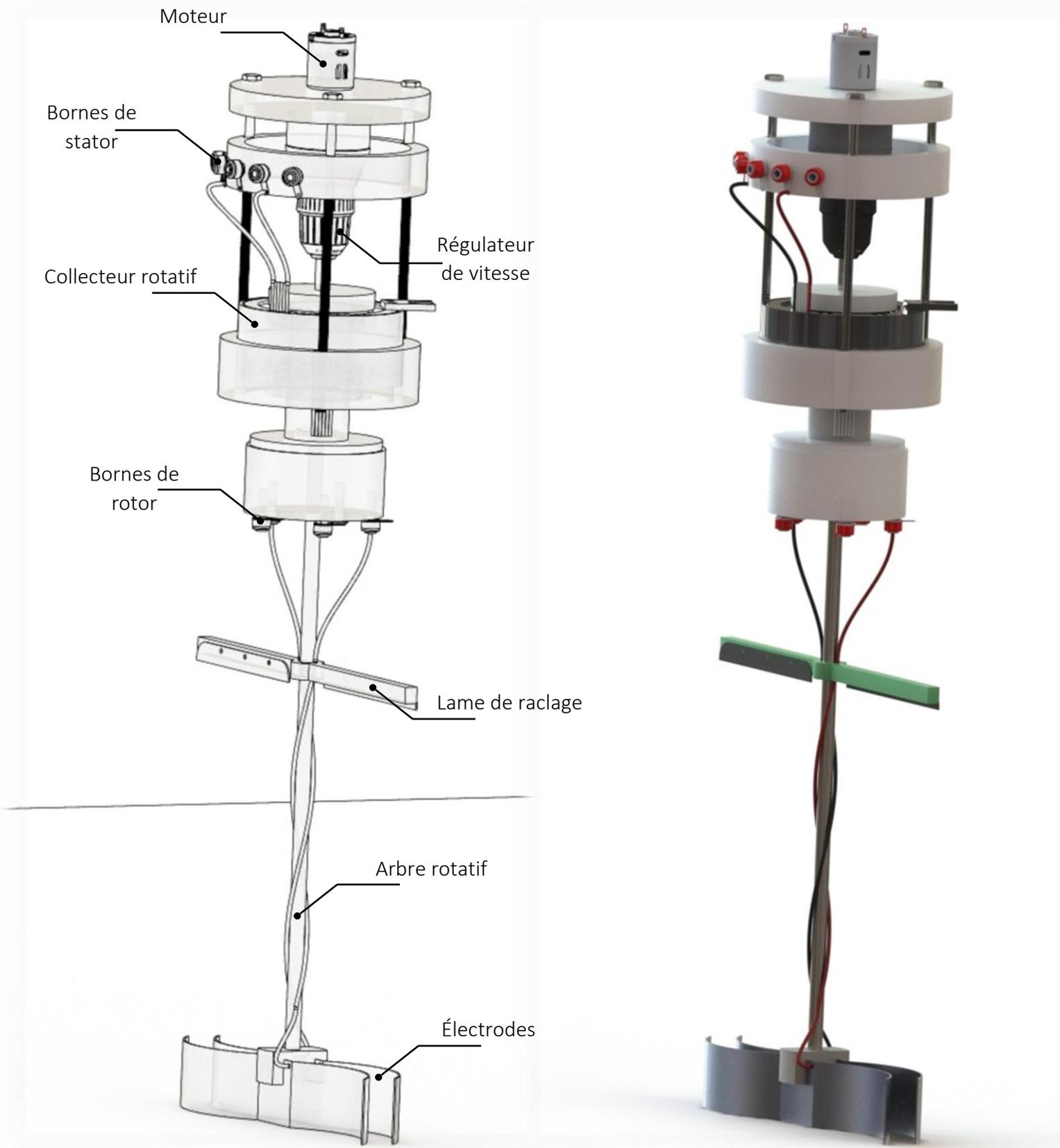


Figure III-4. Illustration en 3D de structure de l'arbre rotatif (SOLIDWORKS).

### III.4.3.1. Le racleur de boues de surface

A pour fonction d'évacuer efficacement la boue déposée en surface sans entraîner inutilement l'eau de transport. La lame de raclage parcourt toute la surface du bassin et pousse la boue jusqu'au canal d'évacuation.

- ❖ Le mécanisme de raclage de boue de surface utilisé dans cette conception est illustré dans la figure suivante :

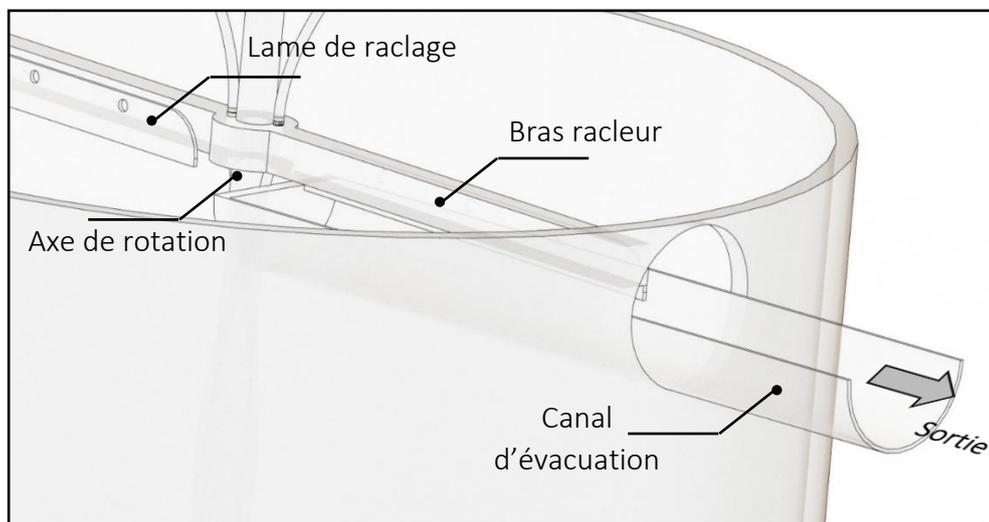


Figure III-5. Mécanisme de racleur de boues de surface (SOLIDWORKS).

### III.4.3.2. Collecteur rotatif

Le collecteur rotatif est un dispositif électromécanique qui permet la transmission d'énergie et de signaux électriques d'une structure fixe à une structure rotative. Un collecteur rotatif peut être utilisé dans tout système électromécanique qui nécessite une rotation tout en transmettant de la puissance ou des signaux. Il peut améliorer les performances mécaniques, simplifier le fonctionnement du système et éliminer les fils sujets aux dommages lorsque des jonctions amovibles.

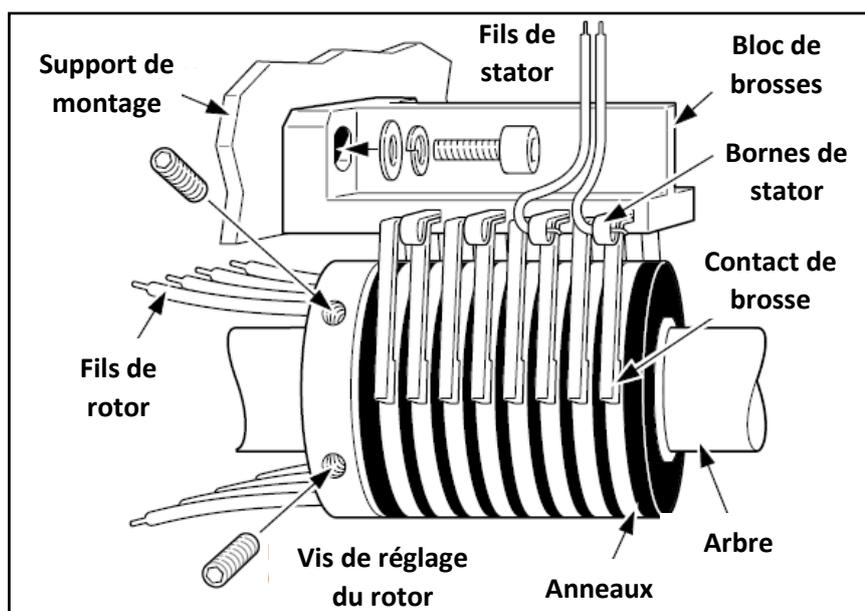


Figure III-6. Principe de fonctionnement d'un collecteur rotatif.

### III.4.3.3. Moteur

Nous avons choisi un moteur de type (**JD 550**) opérant avec un courant continu **DC** de **12V** au maximum, équipé d'un réducteur mécanique pour permettre le contrôle de la vitesse de rotation, soit manuellement, soit en variant la tension du courant. Cela permet de fonctionner dans un intervalle important de variation de vitesses.

### III.4.3.4. Source de courant

Pour entraîner le fonctionnement du montage d'électrocoagulation, il est possible d'utiliser une source d'alimentation en courant continu **DC** ou encore en courant alternatif **AC**, Comme il a déjà été mentionné dans le deuxième chapitre.

Le mode **AC** et la tension sinusoïdale de 50-60 Hz peut empêcher la passivation des électrodes, et aussi retarder leur dégradation. Mais, il est généralement peu efficace en termes d'élimination de pollution.

Les ondes carrées à basse fréquence sont plus intéressantes. Mais, l'utilisation d'un alternateur à onde carrée de basse fréquence peut augmenter l'efficacité du courant alternatif.

Donc, nous optons pour deux installations : une avec le mode **DC** et l'autre avec le mode **AC** à ondes carrées.

L'alimentation en courant est assurée avec une unité d'alimentation à base d'un module stabilisateur de courant électrique **DPS3012** (capacités maximales de **12A** et **30V**) comportant des sorties auxiliaires fixes et un écran d'affichage. L'utilisation d'un inverseur de polarité, relié au bloc d'alimentation, est employé afin de renverser le sens du courant, en intervertissant périodiquement le rôle des électrodes sans changement d'équipements.



Figure III-7. Module stabilisateur de courant électrique DPS3012.

- **Contrôle potentiostatique ou galvanostatique**

Il est possible de contrôler l'apport électrique de la cellule d'électrocoagulation en contrôlant le potentiel (voltage) et en laissant cours à la variation du courant (ampérage) selon la résistance de la cellule. Le contrôle est alors qualifié de «potentiostatique». Il existe une seconde option, dite «galvanostatique». Elle est employée lorsque le contrôle d'énergie s'effectue en stabilisant le courant du montage électrique et en laissant libre court à la variation du potentiel selon les conditions et caractéristiques de la solution. La vaste majorité des scientifiques font le choix de contrôler le courant (galvanostatique) versus le potentiel (potentiostatique) [36].

Afin de pouvoir établir une base de comparaison entre les divers procédés d'électrocoagulation, la mesure de l'ampérage fourni au système est établi en termes de densité de courant, qui n'est autre que la valeur de l'ampérage qui traverse chaque  $m^2$  de surface anodique ( $A/m^2$ ).

#### **III.4.3.5. Les électrodes**

C'est l'enceinte dans laquelle se déroulent les réactions électrochimiques concourant au traitement. Une paire d'électrodes à base **d'aluminium** est installée en parallèle verticalement au milieu et au fond de la cellule afin d'avoir une dissolution uniforme du métal, et d'éviter le blocage de la surface par des bulles de gaz. Les électrodes logées dans une partie usinée en téflon, comportant des encoches qui permettent de varier la distance inter-électrodes. Et la connexion électrique est assurée par des vis filetées enfoncées dans chaque électrode.

##### **a. Configuration des électrodes**

Une cellule d'électrocoagulation typique est composée d'une anode et d'une cathode toutes deux reliées à une source d'alimentation. Toutefois, cette configuration s'avère généralement peu efficace à long terme et ce pour diverses raisons [63]:

- la cathode perd de son efficacité graduellement alors que l'anode se dissocie par oxydation, ce qui affaiblit inévitablement l'efficacité du traitement au fil du temps.
- les surfaces des électrodes doivent être excessivement grandes pour assurer une solubilisation suffisante de métal dans la cellule d'électrocoagulation.

Il est alors préférable de se tourner vers d'autres configurations d'électrodes telles que présentées dans la **Figure III-9** [84].

- a) Électrodes monopolaires placées en parallèle
- b) Électrodes monopolaires placées en série.
- c) Électrodes bipolaires.

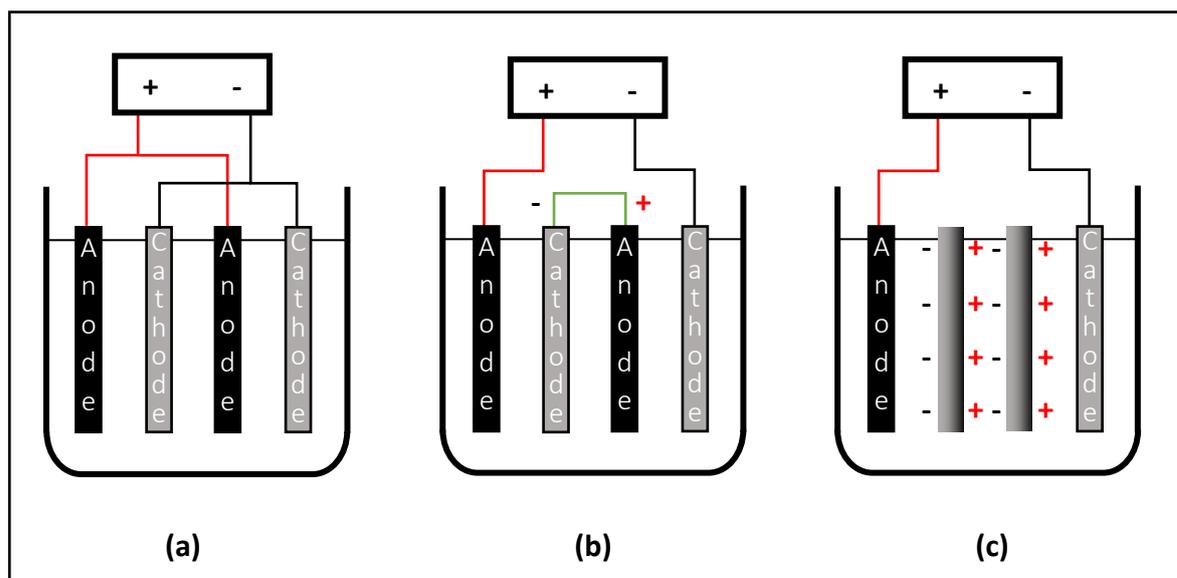


Figure III-8. Configurations d'électrodes.

Comme il est possible de le constater dans la **Figure III-9**, plusieurs électrodes dites «sacrificielles» peuvent être placés entre la cathode et l'anode afin d'offrir une plus grande surface réactive. De plus, l'emploi d'électrodes sacrificielles diminue le potentiel de dissolution de l'anode maîtresse en plus de limiter les réactions indésirables de réduction ou de déposition de substances élémentaires à la cathode [20]. Il est à noter que seules deux électrodes sacrificielles sont présentées ci-haut dans chacune des cellules; un regroupement supérieur à deux électrodes sacrificielles est possible.

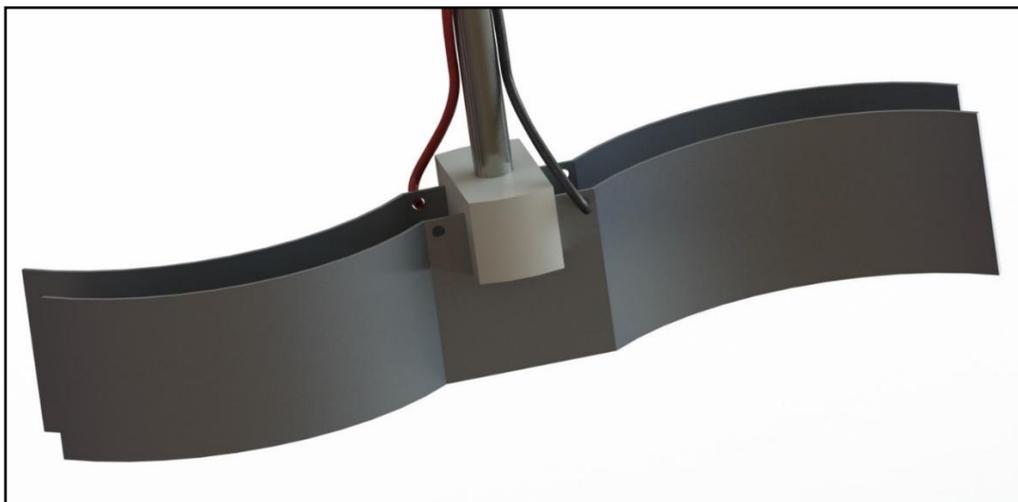
Pour des raisons liées à la durée de l'expérience et au manque de ressources appropriées, il suffit d'une configuration des électrodes de manière simple et ordinaire.

### b. Géométrie

Les électrodes sont toutes de dimensions égales, avec une longueur de **180 mm** et une largeur de **40 mm** donnant une surface de travail d'environ **90 cm<sup>2</sup>**. Les électrodes ont une forme hélice « S » pour obtenir une grande surface de réaction sur le diamètre du bassin.

L'épaisseur des plaques de **1 mm** n'a pas d'effet sur le traitement étant donné que seule une face de chaque électrode est en contact avec l'effluent.

Plusieurs géométries existent dans la littérature mais cette configuration est la plus répandue dans l'industrie. En effet, cette géométrie d'électrodes permet d'avoir une mise en œuvre facile et est d'utilisation moins complexe de par sa facilité de nettoyage et de remplacement.



*Figure III-9. Emplacement des électrodes (SOLIDWORKS).*

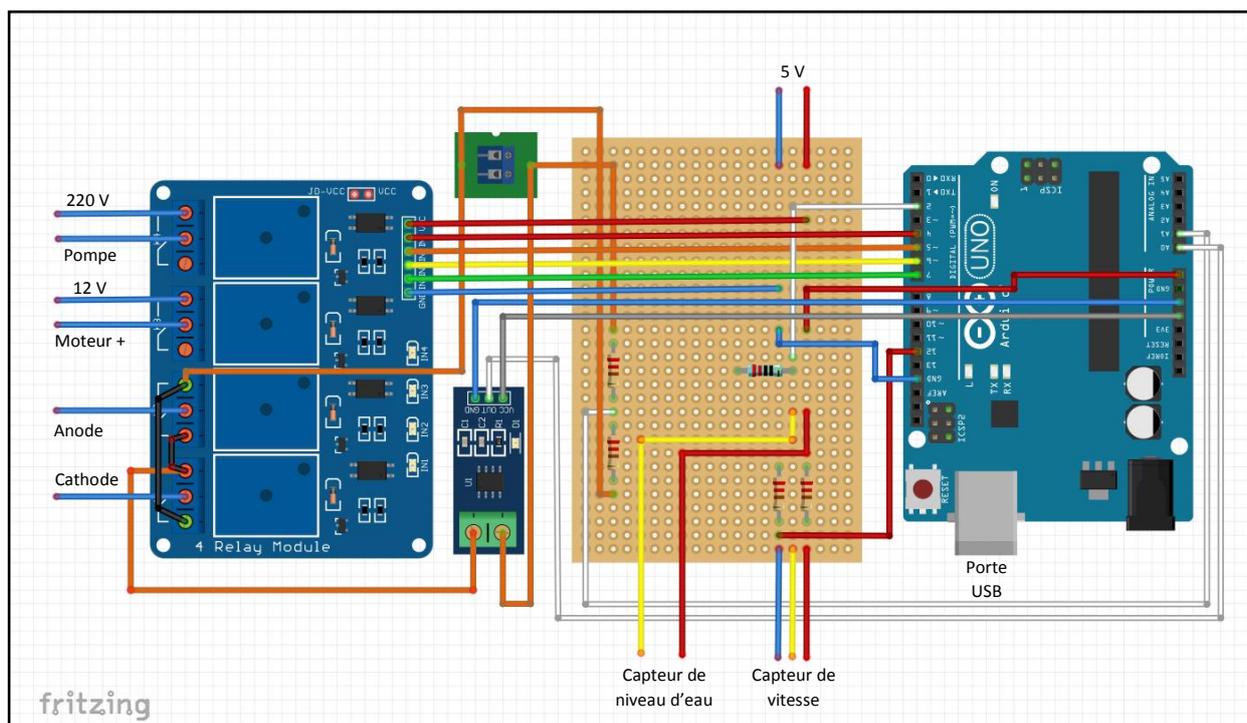
#### III.4.4. Module d'automatisation

La configuration précédente est assistée par un système d'automatisation capable de contrôler et de surveiller les différents paramètres à l'intérieur de la cellule pendant le processus grâce à des outils de **détection** et d'**interaction**.

La commande automatisé offre une excellente surveillance pendant la réalisation de l'expérience par un contrôle de régime d'écoulement plus élevé et un enregistrement efficace des données, ce qui réduit considérablement la durée de l'expérience et donne des résultats plus précis.

Toutes les fonctions de régulation et de contrôle principales de ce module d'automatisation sont exécutées par une carte prototype **programmable** "arduino uno" basée sur une puce Atmel (**ATmega328P**) avec un module d'extension de relais à 4 canaux. Pour la configuration spécifiée, le module dispose de 3 entrées analogiques, 2 entrées numériques et 5 sorties numériques, ce qui est suffisant pour faire fonctionner le système. Connecté à un circuit complémentaire composé d'une électrovanne, d'un module de capteur de courant (**ACS712**), d'un buzzer, d'un capteur de niveau d'eau, d'une sonde de température (**DS18B20**), d'un capteur IR à codeur photoélectrique, et d'un Point-test de mesure de la tension.

- ❖ La **Figure III-10** représente le circuit d'automatisation qui a déjà réalisé en attendant le calibrage une fois qu'il est mis en marche.



*Figure III-10. Circuit prototype d'automatisation (fritzing).*

Le choix a été influencé par quelques paramètres contrôlé de l'environnement (conductivité, température, ...), les influences mécaniques, les conditions de contrôle et de mesure, la nature et le volume du liquide contrôlé, la productivité de l'installation, les conditions de protection du travail. Les exigences suivantes en matière d'automatisation, telles que la précision et la sensibilité, ont également été prises en compte. Et bien sûr, la disponibilité des pièces.

La **Figure III-11** résume le fonctionnement logique du système. Lorsque le système est mis en marche, le microcontrôleur démarre la pompe d'alimentation, de sorte que l'eau commence à remplir le réservoir. Lorsque le niveau supérieur est atteint, le capteur de niveau d'eau envoie un signal. Une fois le signal reçu, le système disjoncte la pompe et active les relais relatifs au moteur et aux bornes de la source de courant. À ce moment, le système passe dans une boucle répétitive, en vérifiant les relevés des différents capteurs pendant chaque intervalle de temps (environ 1s). Ensuite, les valeurs numériques sont calculées selon des équations prédéfinies et envoyées vers la machine associée, afin de les enregistrer sous forme de tableaux et de graphes dans un environnement **Excel**.



### III.4.5. Collecte de données

Durant le procédé de traitement, une partie des données sera enregistrée en continu par les différents capteurs, alors que l'acquisition d'autres données telles que la composition du milieu, nécessite de réaliser des prélèvements qui seront analysés par la suite.

#### III.4.5.1. Données numériques

##### a. Intensité (I)

Au cours de l'expérience, on peut visualiser la valeur de l'intensité qui s'affiche directement sur l'écran de l'alimentation. Cela permet de suivre l'évolution de l'intensité et renseigne directement sur le passage du courant entre les électrodes. Cette valeur est confirmée par les relevés de capteur intégré dans le système d'automatisation.

Les densités de courant  $J$  ( $A/m^2$ ) peuvent être calculées à l'aide de l'équation (éq. 3.1) :

$$J(A/m^2) = \frac{I}{A_{\text{eff}}} \quad (\text{éq. 3.1})$$

D'où :  $A_{\text{eff}}$  est la surface effective et immergée de l'anode ( $m^2$ ).

##### b. Tension (U)

La dissolution des métaux peut modifier la conductivité du milieu, il est donc préférable de surveiller la variation de la tension d'alimentation de la cellule durant la période de traitement.

Par l'enregistrement des mesures de la tension et du courant, il est possible de calculer l'énergie consommée pendant la durée de l'expérience, ce qui nous servira à estimer le coût total de l'opération.

##### c. Vitesse de rotation

La mesure de la vitesse de rotation sera effectuée par un capteur photoélectrique et un principe de fonctionnement simple consistant à calculer le temps nécessaire pour terminer un seul tour, puis à déduire la vitesse de rotation comme suit :

$$\text{Vitesse de rotation (tr/mn)} = \frac{\Delta t_r}{60} \quad (\text{éq. 3.2})$$

D'où :  $\Delta t_r$  est le temps nécessaire pour terminer un tour (en min).

##### d. Température (T)

L'influence de la température sur la suffisance de l'élimination des polluants par l'EC n'est pas largement rapportée dans la littérature, même si cette technologie est utilisée depuis plus de 100 ans. Dans le processus de l'EC, la température est généralement difficile à contrôler

du fait qu'elle peut varier en fonction du lieu et des saisons, mais l'influence de la température reste un sujet de grand intérêt.

Dans le cadre de notre étude, il suffira d'enregistrer un rapport de température pour observer les changements pendant l'opération, à l'aide de la sonde placée près des électrodes.

#### *III.4.5.2. Données Analytiques*

##### *a. Echantillonnage et Conservation des prélèvements*

L'échantillonnage devrait être effectué avec le maximum de précaution car il doit être représentatif afin de traduire au mieux les caractéristiques de l'effluent synthétique. Les flacons tous neufs sont préalablement lavés, puis rincés par les eaux usées préparés avant le prélèvement.

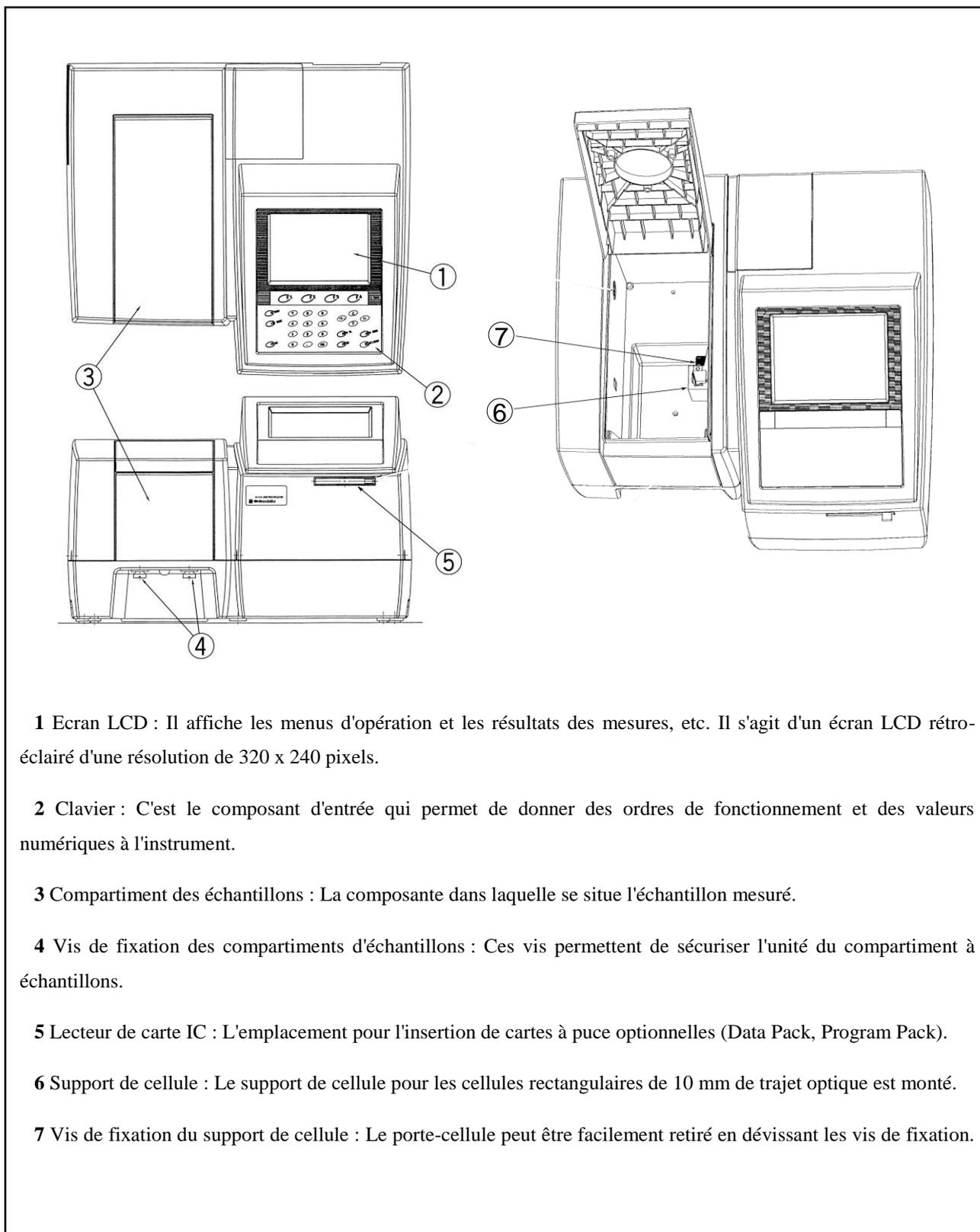
Des échantillons doivent-être programmés pour chaque intervalle de temps au niveau du réacteur, et s'il y a du retard lors de la phase des tests, les prélèvements doivent être conservés dans l'obscurité totale dans un environnement à basse température afin de limiter l'évolution des paramètres à mesurer [**“Standard Methods for the examination of Water and Wastewater“**, 21e éd.].

##### *b. Absorbance (Abs)*

La couleur dans les échantillons sera quantifiée en mesurant le degré d'absorption à la longueur d'onde correspondant à l'absorbance maximale de chaque effluent. Ces mesures se font en spectrométrie UV visible après la prise d'une ligne de base avec de l'eau déminéralisée.

Auparavant le surnageant clair de l'effluent brut non traité subit plusieurs mesures de longueurs d'onde afin de déterminer la longueur d'onde d'absorption la plus appropriée pour cette caractérisation, Par la suite, chaque échantillon est passé en ayant comme absorbance initiale celle de l'effluent brut, et donc les valeurs lues à la longueur d'onde prédéterminée représentent l'absorbance de l'échantillon.

La détermination analytique de l'absorbance sera réalisée selon la procédure standard en utilisant un spectrophotomètre UV (Shimadzu, modèle : UV-1240 mini).



**1** Ecran LCD : Il affiche les menus d'opération et les résultats des mesures, etc. Il s'agit d'un écran LCD rétro-éclairé d'une résolution de 320 x 240 pixels.

**2** Clavier : C'est le composant d'entrée qui permet de donner des ordres de fonctionnement et des valeurs numériques à l'instrument.

**3** Compartiment des échantillons : La composante dans laquelle se situe l'échantillon mesuré.

**4** Vis de fixation des compartiments d'échantillons : Ces vis permettent de sécuriser l'unité du compartiment à échantillons.

**5** Lecteur de carte IC : L'emplacement pour l'insertion de cartes à puce optionnelles (Data Pack, Program Pack).

**6** Support de cellule : Le support de cellule pour les cellules rectangulaires de 10 mm de trajet optique est monté.

**7** Vis de fixation du support de cellule : Le porte-cellule peut être facilement retiré en dévissant les vis de fixation.

**Figure III-12. Spectrophotomètre UV-visible (Shimadzu UVmini-1240).**

### III.4.5.3. Formules pour le Calcul

Le logiciel habituel Microsoft Excel sera utilisé pour l'analyse des données numériques et tout ce qui concerne la tabulation et la création des graphes ordinaires.

#### a. Conductivité (k)

La conductivité électrique caractérise l'aptitude d'un matériau ou d'une solution à laisser les charges électriques se déplacer librement et donc permettre le passage d'un courant électrique.

La mesure physique effectuée dans un laboratoire de détermination de la conductivité est généralement la résistance mesurée en ohms ou en méga-ohms. La caractérisation et le traitement de la résistance d'un conducteur est inversement proportionnelle à sa section transversale et directement proportionnelle à sa longueur. La conductance **C** est définie comme l'inverse de la résistance **R** :

$$C = \frac{1}{R} \quad (\text{éq. 3.3})$$

D'où : **R** est en ohm. De plus, la conductance (C) d'une solution est directement proportionnelle à la surface (A, cm<sup>2</sup>) et inversement proportionnelle à la distance entre les électrodes (L, cm) :

$$C \propto \frac{A}{L} \quad \Rightarrow \quad C = k \frac{A}{L} \quad (\text{éq. 3.4})$$

D'où : **k**, la constante de proportionnalité, est appelée "conductivité".

Donc :

$$k(\text{S. m}^{-1}) = \frac{C \times L}{A} \quad (\text{éq. 3.5})$$

Généralement, un appareil de mesure de conductivité "conductimètre" est utilisé pour obtenir une valeur directe de la conductivité.

#### b. Efficacité d'élimination de l'absorbance (Eff)

L'efficacité d'élimination de l'absorbance **Eff** est calculée avec la formule suivante :

$$\text{Eff}(\%) = \left( \frac{\text{Abs}_0 - \text{Abs}_t}{\text{Abs}_0} \right) \times 100 \quad (\text{éq. 3.6})$$

D'où : **Abs<sub>0</sub>** est l'absorbance initiale de la solution textile sous traitement, **Abs<sub>t</sub>** : est l'absorbance au moment de prélèvement (à une certaine valeur du courant et du temps de contact).

### c. Masse dissoute de l'anode

La masse dissoute maximale théorique qui se produit pendant le processus d'électrocoagulation à partir de l'anode sacrificielle pour un flux de courant électrique spécifique dans une cellule électrolytique a été calculée en utilisant la **loi de Faraday** :

$$M(g) = \frac{I.t.M_r}{z.F} \quad (\text{éq. 3.7})$$

D'où :

**M** : est la quantité de matière anodique dissoute (g); **I** : est l'intensité (A); **t** : est le temps d'électrolyse (s); **M<sub>r</sub>** : est le masse moléculaire spécifique de l'électrode anodique **z** : nombre d'électrons mis en jeu; **F** : constante de Faraday (96500 C.mol<sup>-1</sup>).

Au cours de cette expérience, on va se baser sur la mesure directe au début et après chaque passage afin de déterminer la consommation de matériau des électrodes à l'aide d'une balance analytique, et la masse dissoute **M<sub>D</sub>** sera la différence entre les deux valeurs.

### d. Puissance électrique

La consommation d'énergie électrique a été calculée à l'aide de l'équation (**éq. 3.8**) :

$$P(w.h) = U.I.t_s \quad (\text{éq. 3.8})$$

D'où :

**P** : est la consommation d'énergie (W.h); **U** : est la tension de la cellule en volt (V); **I** : est le courant en ampère (A); **t<sub>s</sub>** : est le temps de séjour en heure (h).

Il est clair que l'augmentation de l'intensité du courant fait augmenter la consommation d'énergie. L'augmentation de la consommation électrique peut être expliquée par l'augmentation de la polarisation des deux électrodes en augmentant l'intensité du courant.

### e. Evaluation des Coût

L'analyse des coûts joue un rôle important dans la technique de traitement des eaux usées industrielles, car la technique de traitement des eaux usées doit avoir un coût attractif.

Les coûts en EC comprennent le coût de la consommation d'énergie, le coût du matériau d'électrode consommé et le coût de tout produit chimique externe ajouté (pour augmenter la conductivité de la solution ou modifier son **pH**), ainsi que les coûts de la main-d'œuvre, de la maintenance, de la déshydratation et de l'élimination des boues. Ces derniers postes de coûts sont

largement dépendants du type de matériau d'électrode et sont rarement pris en compte dans la littérature lors de l'estimation des coûts en EC.

Le coût total de l'EC peut être estimé à l'aide de l'équation suivante:

$$\text{Coût d'EC (DA/m}^3\text{)} = \mathbf{a} \times \mathbf{ELC} + \mathbf{b} \times \mathbf{ENC} + \mathbf{c} \times \mathbf{CHC} \quad (\text{éq. 3.9})$$

D'où :

- Consommation d'électrodes (**ELC**) (kg/h/m<sup>3</sup>) :

$$\mathbf{ELC} = \text{kg d'électrode dissous par m}^3 \text{ d'effluent} = \frac{\mathbf{M_D} \times \mathbf{60}}{\mathbf{t_s} \times \mathbf{V}} \quad (\text{éq. 3.10})$$

- Consommation d'énergie (**ENC**) (kWh/m<sup>3</sup>) :

$$\mathbf{ENC} = \text{kwh d'énergie consommée par m}^3 \text{ d'effluent} = \frac{\mathbf{P}}{\mathbf{V}} \quad (\text{éq. 3.11})$$

- Consommation de produits chimiques (**CHC**) (kg/m<sup>3</sup>) :

$$\mathbf{CHC} = \text{Produits chimiques utilisés par m}^3 \text{ de l'effluent}$$

- **a, b, c** : prix unitaire pour chaque produit (DA)

#### III.4.6. Suggestions

Compte tenu de la conception précédemment discutée, les recommandations suivantes sont suggérées si disponibles :

1. Intégration d'un capteur de **pH** pour vérifier si le processus se produit dans la zone de pH optimal.
2. Pousser l'optimisation en étudiant d'autres paramètres tels que la **DBO** et le **TDS**.
3. Incorporation d'ensembles supplémentaires de systèmes de filtration.
4. Utilisation de sources d'énergie solaire ou éolienne pour économiser la consommation d'énergie électrique.
5. Processus de nettoyage.

### III.5. Mode opératoire

Le mode de travail de cet appareil se fait selon le protocole suivant :

- ① Préparation de la quantité des eaux déminéralisées nécessaire pour la manipulation.
  - ② Modification de la conductivité de l'eau par l'ajout concentration appropriée de **NaCl**.
  - ③ Vérification préliminaire de la valeur de la conductivité.
  - ④ Addition de la concentration spécifiée de colorant avec le mélange.
  - ⑤ Prendre le prélèvement de base pour l'analyse.
  - ⑥ Nettoyage et mesure de la masse des électrodes avant leur installation dans le réacteur.
  - ⑦ Configuration de tous les paramètres et lancement du processus.
  - ⑧ Collecte de données numériques et analytiques le long de la période de traitement, selon ce qui a été détaillé précédemment.
  - ⑨ Extraire des électrodes à la fin de chaque manipulation d'électrocoagulation dans le but de les examiner et de les nettoyer.
- ✚ Tous les essais d'électrocoagulation seront réalisés en suivant le même protocole. En complément, un déroulement supplémentaire dit "de référence" a électrodes fixes (statique) pour chaque modification des paramètres, utilisé plus tard pour juger l'efficacité de la rotation des électrodes.

# Chapitre IV

**(Plans d'expériences et analyse de données)**

## IV.1. Introduction

Traditionnellement, un chercheur effectue des expériences de manière séquentielle en faisant varier les paramètres les uns après les autres. Cette méthode donne des résultats mais elle est coûteuse en temps et nécessite la réalisation d'un grand nombre d'expériences. Les méthodes d'analyse de données permettent de collecter, de résumer et de présenter des données de façon à en tirer le maximum d'informations pour la suite des expériences. Pour mener une recherche expérimentale planifiée, la méthodologie des plans d'expérience est utilisée. Cette démarche aide l'expérimentateur à structurer sa recherche de manière différente, à valider ses propres hypothèses, à mieux comprendre les phénomènes étudiés et à solutionner les problèmes.

L'objectif de ce chapitre est de présenter, à travers un exemple d'application liée à la réalisation des essais sur le réacteur d'électrocoagulation, la mise en œuvre et l'intérêt de ces méthodes destinées à tout expérimentateur désirant optimiser l'efficacité de sa recherche expérimentale, suivi par la proposition de certaines des méthodes les plus couramment appliquées pour l'analyse des résultats expérimentaux et l'extraction de modèles mathématiques à utiliser pour la prédiction.

## IV.2. Plans d'expériences

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles [85]. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt,  $y$ , et des variables,  $x_i$ . Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type :

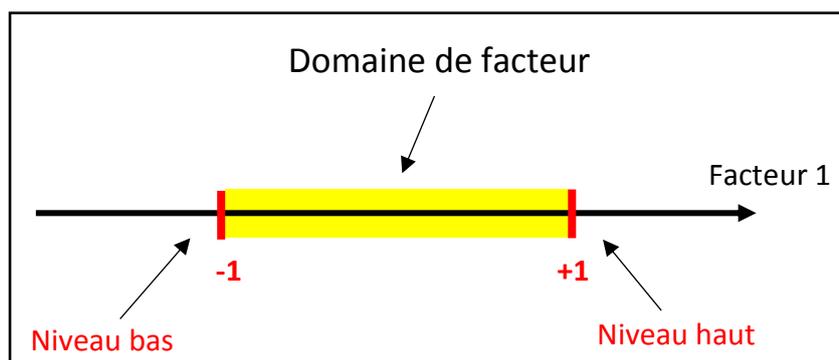
$$y = f(x_i)$$

Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse [86]. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur. Les principes fondamentaux de cette science seront indiqués et les principaux plans seront passés en revue.

La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle de **d'espace expérimental** et celle de **modélisation mathématique** des grandeurs étudiées.

### IV.2.1 Notion d'espace expérimental

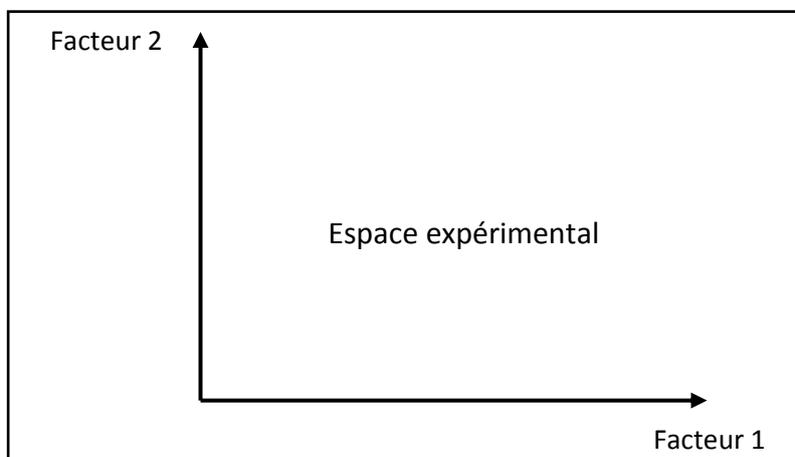
Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la **réponse**, c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme « variable » on utilisera le mot **facteur**. La réponse dépend donc de un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté (**Figure VI-1**). La valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelée **niveau**. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut.



*Figure IV-1. Le domaine de variation d'un facteur.*

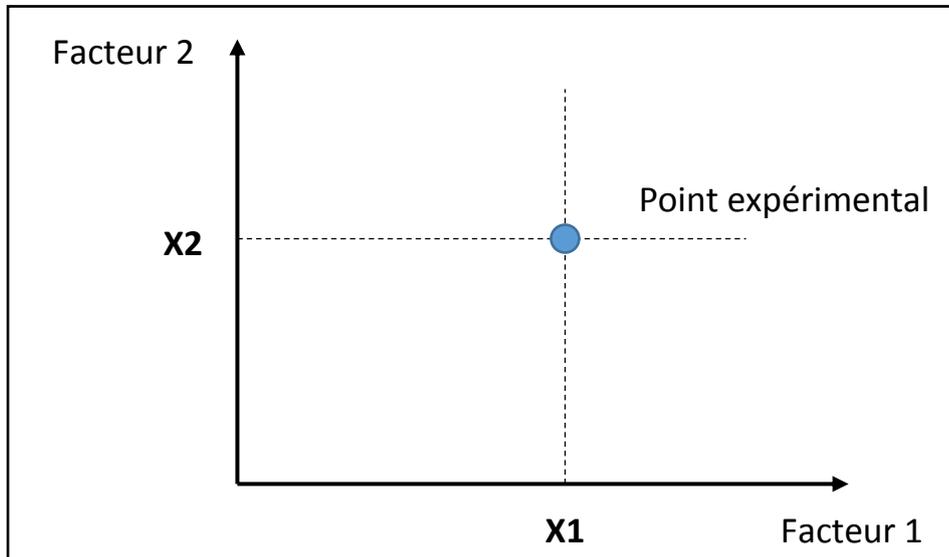
L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur ou plus simplement le **domaine du facteur**. On a l'habitude de noter le niveau bas par  $-1$  et le niveau haut par  $+1$ .

S'il y a un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. On définit, comme pour le premier facteur, son niveau haut, son niveau bas et son domaine de variation. Ce second axe est disposé orthogonalement au premier. On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions. Cet espace est appelé **l'espace expérimental** (**Figure VI-2**).



*Figure IV-2. Espace expérimental pour 2 axes.*

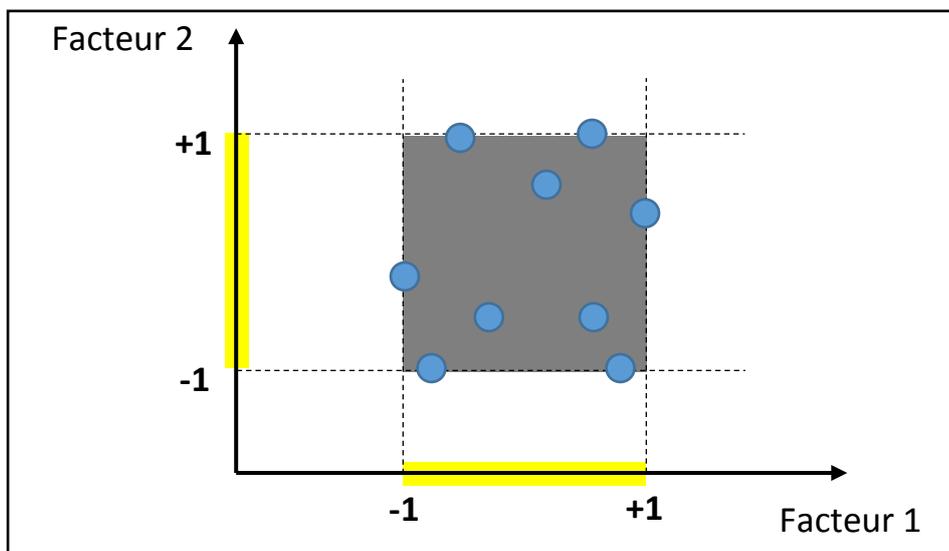
Le niveau  $x_1$  du facteur 1 et le niveau  $x_2$  du facteur 2 peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point de l'espace expérimental (**Figure VI-3**). Une expérience donnée est alors représentée par un point dans ce système d'axes. Un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux.



*Figure IV-3. Le point expérimental.*

Le regroupement des domaines des facteurs définit le « **domaine d'étude** ». Ce domaine d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour faire ses essais. Une étude, c'est-à-dire plusieurs expériences bien définies, est représentée par des points répartis dans le domaine d'étude (**Figure VI-4**).

Cette façon de représenter une expérimentation par des points dans un espace cartésien est une représentation géométrique de l'étude.



*Figure IV-4. Le domaine d'étude.*

Les définitions qui ont été données s'appliquent bien aux variables continues. Mais il existe d'autres types de variables. Il y a les variables discrètes comme par exemple : personnes, couleurs, matériaux, ...etc. On peut encore parler d'espace expérimental mais il n'aura pas les mêmes propriétés que l'espace des variables continues. Il y a également les grandeurs ordonnables comme, par exemple, des distances qui peuvent être courtes, moyennes et longues. Là aussi, la notion d'espace expérimental existe toujours mais cet espace possède des propriétés différentes des deux premiers.

### IV.2.2 Notion de surface de réponse

Les niveaux  $X_i$  représentent les coordonnées d'un point expérimental et  $Y$  est la valeur de la réponse en ce point. On définit un axe orthogonal à l'espace expérimental et on l'attribue à la réponse. La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse nécessite un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions pour être représenté : une dimension pour la réponse, deux dimensions pour les facteurs.

À chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. À l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponse (**Figure VI-5**).

Le nombre et de l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche à obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitant le nombre d'expériences.

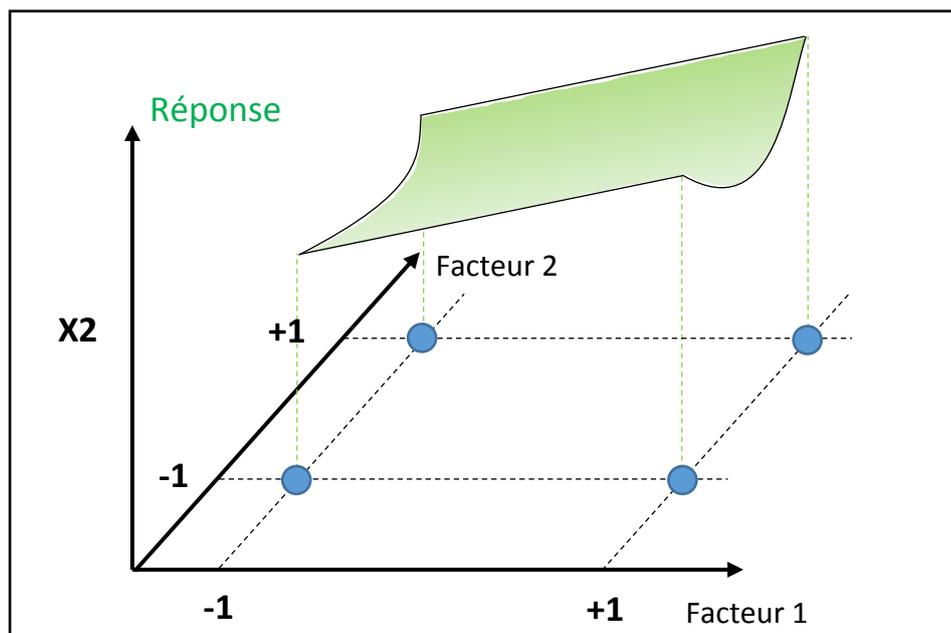


Figure IV-5. Représentation de la surface de réponse.

### IV.2.3 Notion de modélisation mathématique

On choisit a priori une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs. On prend un développement limité de la série de **Taylor-Mac Laurin**. Les dérivées sont supposées constantes et le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z \quad (\text{éq. 4.1})$$

Où :

- $y$  est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée.
- $x_i$  représente le niveau attribué au facteur  $i$  par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue. On suppose même que ce niveau est déterminé sans erreur (hypothèse classique de la régression).
- $a_0$ ,  $a_i$ ,  $a_{ij}$ ,  $a_{ii}$  sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences.

Ce modèle est appelé "**modèle postulé**" ou "**modèle a priori**".

### IV.2.4 Modèle de l'expérimentateur

Deux compléments doivent être apportés au modèle précédemment décrit.

- Le premier complément est le "**manque d'ajustement**". Cette expression traduit le fait que le modèle a priori est fort probablement différent du modèle réel qui régit le phénomène étudié. Il y a un écart entre ces deux modèles. Cet écart est le manque d'ajustement (**lack of fit** en anglais).
- Le second complément est la prise en compte de la nature aléatoire de la réponse. En effet, si l'on mesure plusieurs fois une réponse en un même point expérimental, on n'obtient pas exactement le même résultat. Les résultats sont dispersés. Les dispersions ainsi constatées sont appelées erreurs expérimentales.

Ces deux écarts, manque d'ajustement et erreur expérimentale, sont souvent réunis dans un seul écart, noté  $e$ . Le modèle utilisé par l'expérimentateur s'écrit alors :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z + e \quad (\text{éq. 4.2})$$

### IV.2.5 Système d'équations

Chaque point expérimental permet d'obtenir une valeur de la réponse. Cette réponse est modélisée par un polynôme dont les coefficients sont les inconnues qu'il faut déterminer. À la fin du plan d'expériences, on a un système de  $n$  équations (s'il y a  $n$  essais) à  $p$  inconnues (s'il y a  $p$  coefficients dans le modèle choisi a priori). Ce système s'écrit d'une manière simple en notation matricielle :

$$\mathbf{y} = \mathbf{X} \mathbf{a} + \mathbf{e} \quad (\text{éq. 4.3})$$

D'où:  $\mathbf{y}$  : est le vecteur des réponses.

$\mathbf{X}$  : est la matrice de calcul, ou matrice du modèle, qui dépend des points expérimentaux choisis pour exécuter le plan et du modèle postulé.

$\mathbf{a}$  : est le vecteur des coefficients.

$\mathbf{e}$  : est le vecteur des écarts.

Ce système possède un nombre d'équations inférieur au nombre d'inconnues. Il y a  $n$  équations et  $p + n$  inconnues. Pour le résoudre, on utilise une méthode de régression basée sur le critère des moindres carrés. On obtient ainsi les estimations des coefficients que l'on note :  $\hat{\mathbf{a}}$

Le résultat de ce calcul est :

$$\hat{\mathbf{a}} = (\mathbf{X}' \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}' \mathbf{y} \quad (\text{éq. 4.4})$$

Formule dans laquelle la matrice  $\mathbf{X}'$  est la matrice transposée de  $\mathbf{X}$ . De nombreux logiciels exécutent ce calcul et donnent directement les valeurs des coefficients.

Deux matrices interviennent constamment dans la théorie des plans d'expériences :

- La matrice d'information  $\mathbf{X}' \mathbf{X}$ .
- La matrice de dispersion  $(\mathbf{X}' \mathbf{X})^{-1}$ .

Par la suite, on applique les concepts et les caractéristiques que nous venons de décrire aux plans d'expériences les plus classiques.

### IV.2.6 Typologie des plans d'expériences

Les plans d'expériences ont pour but d'apporter le maximum d'informations avec un minimum d'expériences. La méthodologie des plans d'expériences consiste à fabriquer un modèle approximatif qui apportera des éléments d'informations à l'expérimentateur encore

appelé « modèle empirique ». Pour cela, le choix du plan d'expériences à mettre en œuvre dépend du problème posé, du nombre de niveaux et de la connaissance du phénomène.

Les principaux types de plans d'expériences :

- Les plans de screening (ou de criblage) sont utilisés pour identifier les facteurs importants parmi une liste de facteurs. Ces plans de screening correspondent généralement à une première étape. Dans un deuxième temps, les facteurs mis en évidence par le plan de screening deviendront les variables d'entrée d'un plan d'optimisation.
- Les plans factoriels complets sont des plans qui permettent de gagner en connaissance, c'est-à-dire de comprendre les effets principaux ainsi que les effets d'interaction des facteurs sur la réponse d'intérêt.
- Les surfaces de réponses sont des plans utilisés pour la recherche de combinaisons optimales. Ces plans font intervenir la notion de courbure entre les facteurs (effets quadratiques).
- Les plans de mélanges sont dédiés à la recherche de formulations optimales.

En plus de ces plans, il existe des plans d'expériences sur mesure permettant de répondre à des problématiques plus complexes.

- ❖ La figure suivante présente une classification des modèles classiques couramment utilisés [85] :

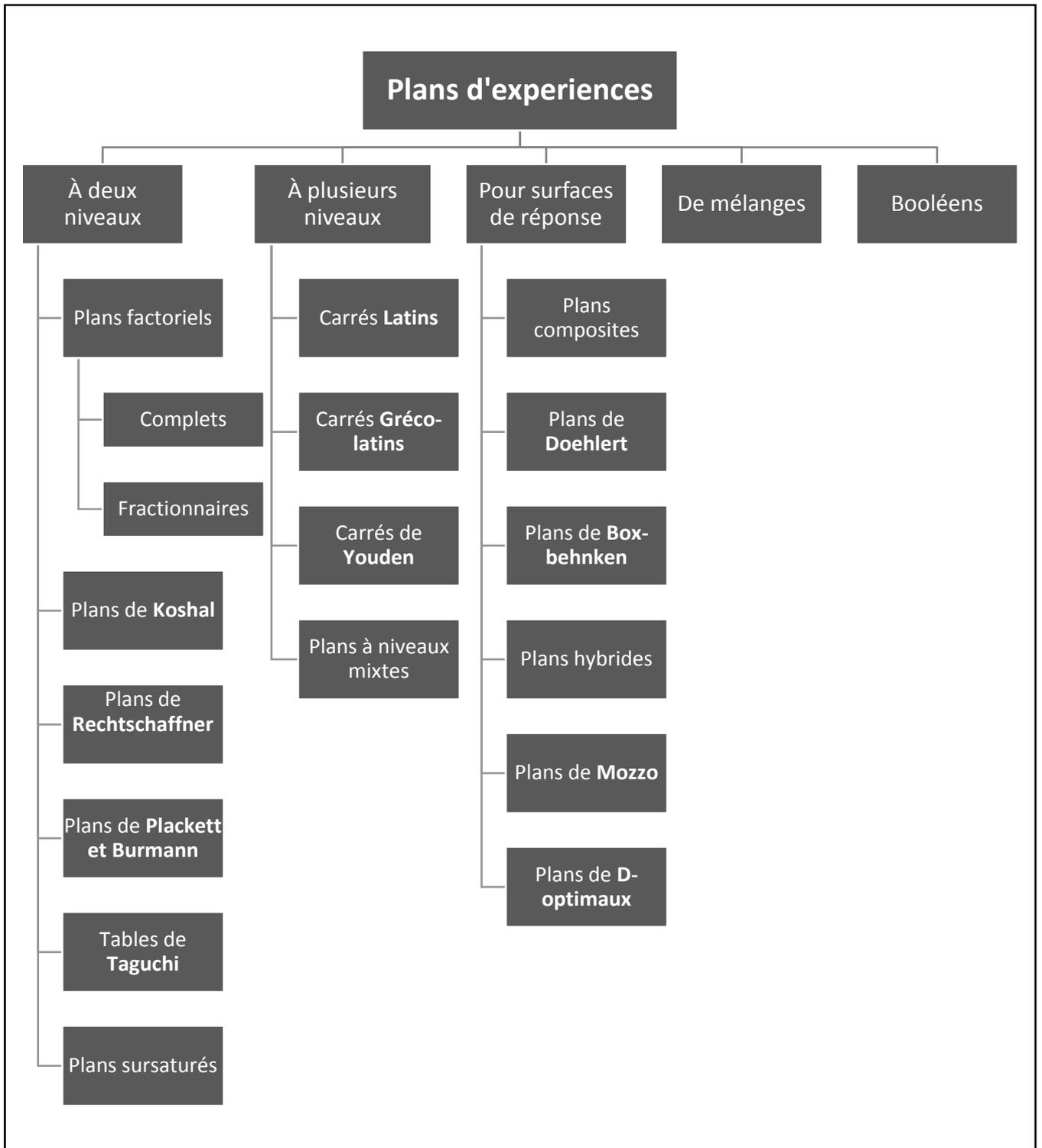


Figure IV-6. Types des plans d'expériences.

### IV.2.7 Les plans pour simulations numériques

Lorsque les expérimentations sont coûteuses, il arrive de plus en plus fréquemment que l'on étudie d'abord les phénomènes à l'aide de simulations numériques. Les calculs sont souvent complexes et nécessitent des temps de calcul très longs. Il est alors avantageux d'organiser les simulations de la même manière que les essais des plans d'expériences. Mais deux particularités des calculs numériques doivent être prises en compte. La première est l'absence d'erreur expérimentale et la seconde est la complexité des modèles a priori permettant l'interprétation des résultats.

Auparavant, nous avons signalé l'introduction de deux compléments au modèle mathématique a priori : **le manque d'ajustement**, et **l'erreur expérimentale**. Dans le cas des simulations numériques, il n'y a pas d'erreur expérimentale. Le seul complément est le manque d'ajustement. On modélise le manque d'ajustement de telle manière que la surface de réponse passe par tous les points de simulation. On appelle cette opération le **krigeage**. Le modèle des simulations numériques comporte donc une première partie expliquant la forme générale et moyenne de la surface de réponse et une seconde partie expliquant les réponses aux points de simulation. La première partie est obtenue par les techniques classiques de la régression. La seconde partie est modélisée par différentes fonctions mathématiques dont les principales sont des fonctions gaussiennes ou des fonctions de corrélations. L'objectif de ces fonctions est de déformer la surface de réponse pour qu'elle passe par la valeur des réponses aux points de simulation.

### IV.2.8 Les logiciels de plans d'expériences

La construction des plans d'expériences est souvent facile et il suffit de choisir parmi les matrices déjà publiées. Mais, il importe que le plan soit adapté à l'étude et non pas l'inverse. Il y a donc des situations où il faut absolument tailler un plan sur mesure. Les logiciels de plan d'expériences [87] possèdent des bibliothèques de plans classiques et ils permettent aussi de construire les plans sur mesures. En particulier, les plans de mélanges et les plans avec contraintes sur le domaine d'étude nécessitent l'usage d'un logiciel pour construire le plan le mieux adapté à l'étude.

On peut réaliser le calcul des coefficients avec un tableur [88], mais cela nécessite de la programmation et du temps. Il est donc préférable d'utiliser un logiciel adapté qui effectue non seulement le calcul des coefficients mais aussi tous les calculs statistiques permettant d'évaluer la qualité du modèle mathématique (Coefficient de détermination, écarts-types des réponses et des coefficients, p-value, etc.).

Les logiciels de plans d'expériences sont aussi programmés pour calculer des réponses dans tout le domaine d'étude, pour effectuer les analyses de variance, pour tracer des courbes d'isoréponses, pour construire les surfaces de réponse et pour déterminer les zones d'intérêt.

Cet ensemble de possibilités permet d'effectuer rapidement de multiples analyses et de regarder ses données sous tous les angles. On arrive ainsi à extraire, en peu de temps, toute l'information présente dans les résultats d'un plan d'expériences. Les logiciels de plans d'expériences sont devenus des outils absolument indispensables pour la construction de plans complexes et l'interprétation approfondie des résultats du plan.

### IV.3. Application sur le réacteur d'électrocoagulation

À titre d'application simple et claire qui permet de tester l'efficacité des plans d'expérience, en matière de trouver des solutions moins coûteuses avec le gain de temps, Nous allons utiliser l'une des méthodes des plans d'expériences pour réorganiser et ordonner les possibilités de variation de chacune des variables à l'intérieur du réacteur d'électrocoagulation, de manière à réduire au maximum le nombre des essais par rapport à la méthode traditionnelle qui adopte la conduite de toutes les possibilités. À l'aide du logiciel statistique **Minitab19**.

La procédure des plans d'expériences est appliquée suivant des étapes successives.

#### IV.3.1 Objectif

Dégager les paramètres ayant une forte influence sur l'efficacité d'élimination de l'absorbance pour ensuite mener une étude plus complète sur l'optimisation de la qualité de traitement des eaux usées textiles par électrocoagulation à électrodes rotatives.

#### IV.3.2 Variables de sortie

Les sorties peuvent être classées en deux grands types :

- **Sortie principale** : représentée par l'efficacité d'élimination de l'absorbance qui sera le critère principal d'évaluation du processus de traitement.
- **Sorties complémentaires** : le coût et le temps de traitement, utilisées pour évaluer la faisabilité du procédé au point de vue budgétaire.

#### IV.3.3 Variables d'entrée

Dans cette procédure, les paramètres que les expérimentateurs ont choisi de faire varier sont :

- La vitesse de rotation des électrodes.
- L'intensité du courant.
- La distance inter-électrodes.
- Le type d'alimentation.
- Le temps de séjours.

Ces variables ont été sélectionnées pour l'étude sur la base de l'**indice de priorité** déjà discuté dans le chapitre précédent.

Le temps de séjour sera considéré séparément des autres, car aucune valeur initiale n'est fixée pour ce dernier, il est plutôt contrôlé pendant la manipulation. Donc, il nous reste **quatre** variables dont des valeurs doivent être choisies comme un **domaine de facteur** pour lancer les expériences.

#### IV.3.4 Facteurs – niveaux – domaine expérimental

Après avoir sélectionné les facteurs à mettre sous étude, on a choisi une combinaison de **deux à trois** niveaux, imposée par les critères suivants:

- La durée des expériences.
- Le domaine de variation pour chacun des facteurs.
- Les limitation des instruments.

❖ Le tableau ci-dessous indique les niveaux définis pour chaque facteur.

*Tableau IV-1. Niveaux proposés pour le domaine expérimental.*

N°	Facteurs	Niveaux		
		-1	0	+1
A	Type d'alimentation	DC	-	AC
B	vitesse de rotation (tr/mn)	10	20	40
C	Intensité (A)	1	2	3
D	distance inter-électrodes (cm)	0.5	1	2

Dans le cas présent, le nombres d'expériences possibles peut être calculé comme suite :

$$\text{Nombre de facteurs : } \mathbf{k} = 4$$

$$\text{Nombre de niveaux : } \mathbf{x_i} = (2:3)$$

$$N_{\text{total}} = 3 \times 3 \times 3 \times 2 = 3^3 \times 2^1 = 54 \text{ expériences possibles.} \quad (\text{éq. 4.5})$$

Le plan d'expériences que nous allons décrire dans la partie ci-après, va clairement montrer qu'il n'est pas nécessaire de réaliser les 54 expériences.

#### IV.3.5 Choix de plan d'expériences

La méthode d'expérimentation choisie doit faciliter l'interprétation des résultats. Elle doit également minimiser le nombre des essais sans toutefois sacrifier la qualité. La théorie des plans d'expériences assure les conditions pour lesquelles on obtient la meilleure précision possible avec le minimum d'essais. On a donc le maximum d'efficacité avec le minimum d'expériences et par conséquent le coût minimum.

On a déjà mentionné qu'il existe de nombreux types de plans d'expériences qui diffèrent par la façon de traiter les facteurs étudiés, les niveaux associés à ces facteurs et les interactions qui peuvent exister [85].

La **méthodologie Taguchi** de mise en œuvre des plans d'expériences, développée par "Genichi Taguchi" au Japon dans les années 1960, utilise les plans d'expériences fractionnaires [89]. Ce sont des plans optimaux qui tiennent compte des effets des facteurs et de leurs interactions tout en réduisant considérablement le nombre d'essais à réaliser. La méthode d'expérimentation de Taguchi utilise un ensemble de notions dont **la table orthogonale**, le facteur contrôlé, le facteur bruit, le ratio signal-bruit, etc. De nos jours, cette méthode est largement utilisée dans le domaine industriel [90] [91]. La présentation des plans d'expériences selon les principes de Taguchi est très prisée dans le domaine de la qualité.

Cette méthodologie évite de faire jouer toutes les possibilités d'une expérience. De manière que les plans les plus courants sont répertoriés dans un ensemble de tableaux disponibles en standard (tables orthogonales), et le nombre de paramètres, de niveaux par paramètres et le nombre d'interactions permettent de trouver le plan le mieux adapté au problème à résoudre.

Suivant les classes ci-dessous, par spécification de nombre de niveaux et de facteurs dans votre plan de Taguchi. Vous pouvez délimiter les plans disponibles lors du choix d'un plan adapté.

- **Plan à 2 niveaux** : utiliser lorsque tous les facteurs ont 2 niveaux. Vous pouvez avoir entre 2 et 31 facteurs.
- **Plan à 3 niveaux** : utiliser lorsque tous les facteurs ont 3 niveaux. Vous pouvez avoir entre 2 et 13 facteurs.

- **Plan à 4 niveaux** : utiliser lorsque tous les facteurs ont 4 niveaux. Vous pouvez avoir entre 2 et 5 facteurs.
- **Plan à 5 niveaux** : utiliser lorsque tous les facteurs ont 5 niveaux. Vous pouvez avoir entre 2 et 6 facteurs.
- **Plan à niveaux mixtes** : utiliser lorsque les facteurs ont des nombres de niveaux différents. Vous pouvez avoir entre 2 et 26 facteurs, en fonction du nombre de niveaux des différents facteurs.

Par conséquent, notre situation a clairement nécessité un **plan d'expériences à niveaux mixtes** de (2-3 niveaux ; 4 facteurs). La figure ci-dessous indique les tables disponibles pour un plan mixte de 2-3 niveaux.

Available Taguchi Designs (with Number of Factors)		
Designs	Mixed 2-3 level designs	
	2 level	3 level
<b>L18</b>	1	1-7
<b>L36</b>	1-11	2-12
<b>L36</b>	1-3	13
<b>L54</b>	1	3-25

*Figure IV-7. Tables de taguchi disponibles pour un plan mixte de 2-3 niveaux (MiniTab).*

Par exemple, un plan **L54** comporte 54 essais. Peut traiter jusqu'à 25 facteurs à 3 niveaux et un seul facteur à deux niveaux.

Notre choix pour la réalisation de l'expérience s'est porté sur la table **L18** du fait qu'elle couvre le domaine de l'expérimentation (1 variable à deux niveaux, 3 variables à trois niveaux), ce qui nous permet d'obtenir un nombre d'essais (18 essais) bien inférieur à celui de la méthode traditionnelle (54 essais).

Le **Tableau IV-2** détaille les combinaisons exigées lors de déroulement des essais, selon la table **L18** extrait à l'aide du logiciel MiniTab.

*Tableau IV-2. Ordre de réalisation des essais selon la table L18 (MiniTab).*

N° d'essai	A	B	C	D
1	DC	10	1	0.5
2	DC	10	2	1.0
3	DC	10	3	2.0
4	DC	20	1	0.5
5	DC	20	2	1.0
6	DC	20	3	2.0
7	DC	40	1	1.0
8	DC	40	2	2.0
9	DC	40	3	0.5
10	AC	10	1	2.0
11	AC	10	2	0.5
12	AC	10	3	1.0
13	AC	20	1	1.0
14	AC	20	2	2.0
15	AC	20	3	0.5
16	AC	40	1	2.0
17	AC	40	2	0.5
18	AC	40	3	1.0

Une fois le plan est élaboré, les expériences définies seront mises en œuvre pour la génération des données nécessaires pour la discussion et analyse des résultats.

## IV.4. Analyses des résultats

L'analyse de données désigne l'ensemble des méthodes à partir desquelles on collecte, organise, résume, présente, étudie des données pour permettre d'en tirer des informations. Ces méthodes étaient perfectionnées et s'enrichissaient de variantes, mais toutes restaient inabordables pour les praticiens car elles nécessitaient une masse considérable de calculs. Aujourd'hui, elles sont devenues plus populaires grâce à l'outil informatique, ces méthodes sont de plus en plus utilisées.

### IV.4.1 Acquisition progressive des résultats

L'expérimentateur mène les expériences en respectant le plan d'expérimentation. Cette étape est très importante, puisque c'est à partir d'une bonne réalisation des expériences que l'on pourra tirer les informations capitales qui seront exploitées par suite. Il est recommandé d'avancer progressivement et de réorienter voire d'affiner les études en fonction des premiers essais réalisés. Ainsi, une première ébauche permettra de mieux choisir les nouvelles orientations à prendre pour préciser les seuls points intéressants de l'étude et pour abandonner ceux qui ne le sont pas. C'est pour cela qu'il est préconisé de procéder de manière progressive. La première série d'expériences conduit à des conclusions provisoires, ensuite on lance une nouvelle série d'essais. L'expérimentateur accumule ainsi les résultats dont il a besoin et s'arrête dès que le but est atteint. Il est également conseillé de randomiser l'ordre des essais car si le processus subit une dérive, en n'effectuant pas les essais de manière aléatoire, on va amplifier aux effets des facteurs les effets des dérives. Cette randomisation consiste à tirer au hasard l'ordre des essais pour supprimer l'influence des facteurs perturbateurs non identifiés pouvant être corrélés avec l'ordre des essais.

### IV.4.2 Analyse globale des résultats d'essais

L'interprétation globale des résultats d'essais consiste à analyser de manière générale les données du plan d'expérimentations. On peut utiliser des outils d'analyse de données pour voir l'étendue des réponses obtenues ou pour savoir s'il y a dans les expériences du plan, des expériences atypiques. Il est important de regarder si la solution optimale que l'on désire pour une réponse n'est pas présente dans ce cas, il n'est pas nécessaire de continuer l'analyse ; l'objectif est atteint.

### IV.4.3 Analyse mathématique

L'estimation d'un modèle mathématique est souvent gérée à l'aide d'un outil informatique (MiniTab, Statgraphics, Xlstat). L'estimation des coefficients des modèles s'effectue à partir de la méthode des moindres carrés. Nous allons en rappeler ici le principe général.

**IV.4.3.1 Notations mathématiques**

Pour analyser les résultats d'un plan d'expériences, il est indispensable de recourir à une notation vectorielle, matricielle et mathématique de façon à simplifier l'analyse des résultats.

Pour une réponse  $\mathbf{Y}$ , sur note:

$\mathbf{Y}$ : le vecteur colonne de la réponse expérimentale  $\mathbf{y}$ .

$\hat{\mathbf{Y}}$ : le vecteur colonne de la réponse calculée  $\hat{\mathbf{y}}$ .

$\mathbf{X}$ : la matrice du modèle. Cette matrice possède  $\mathbf{n}$  lignes et  $\mathbf{p}$  colonnes, elle se construit directement à partir de la matrice d'expériences.

$\mathbf{X}^t$ : la transposée matricielle du vecteur  $\mathbf{X}$ .

$\mathbf{B}$ : le vecteur colonne des estimateurs des coefficients du modèle  $\mathbf{b}_i$ .

$\mathbf{E}$ : le vecteur colonne des résidus  $\mathbf{e}_i$ .

**IV.4.3.2 Matrice du modèle, matrice d'information et de dispersion**

La notion de matrice du modèle traduit l'application de l'équation du modèle pour chacune des combinaisons définies à partir de la matrice d'expériences. De manière générale, la matrice du modèle est définie à partir de  $\mathbf{n}$  lignes et de  $\mathbf{p}$  colonnes. Le nombre de colonnes correspond au nombre de coefficients à estimer dans le modèle.

La matrice d'information est obtenue à partir du produit matriciel entre la transposée de la matrice du modèle ( $\mathbf{X}^t$ ) et la matrice du modèle ( $\mathbf{X}$ ) elle-même. Il s'agit d'une matrice carrée de rang  $\mathbf{p}$  qui joue un rôle essentiel dans la construction des plans optimaux.

Parmi les critères d'optimalité les plus répandus, celui qui consiste à définir les combinaisons des niveaux des facteurs de manière à maximiser le déterminant de la matrice d'information s'appelle le **critère de D-optimalité**. En présence d'un arrangement orthogonal, la matrice d'information est diagonale. La méthode des moindres carrés conduit ensuite à inverser la matrice d'information pour définir la matrice de dispersion, les termes diagonaux de cette matrice étant proportionnels à l'incertitude associée à l'estimation des coefficients du modèle. La qualité de la matrice d'expériences dépend directement de la qualité des coefficients.

- ❖ La **Figure VI-8** résume les différentes étapes mathématiques pour l'obtention de ces matrices.

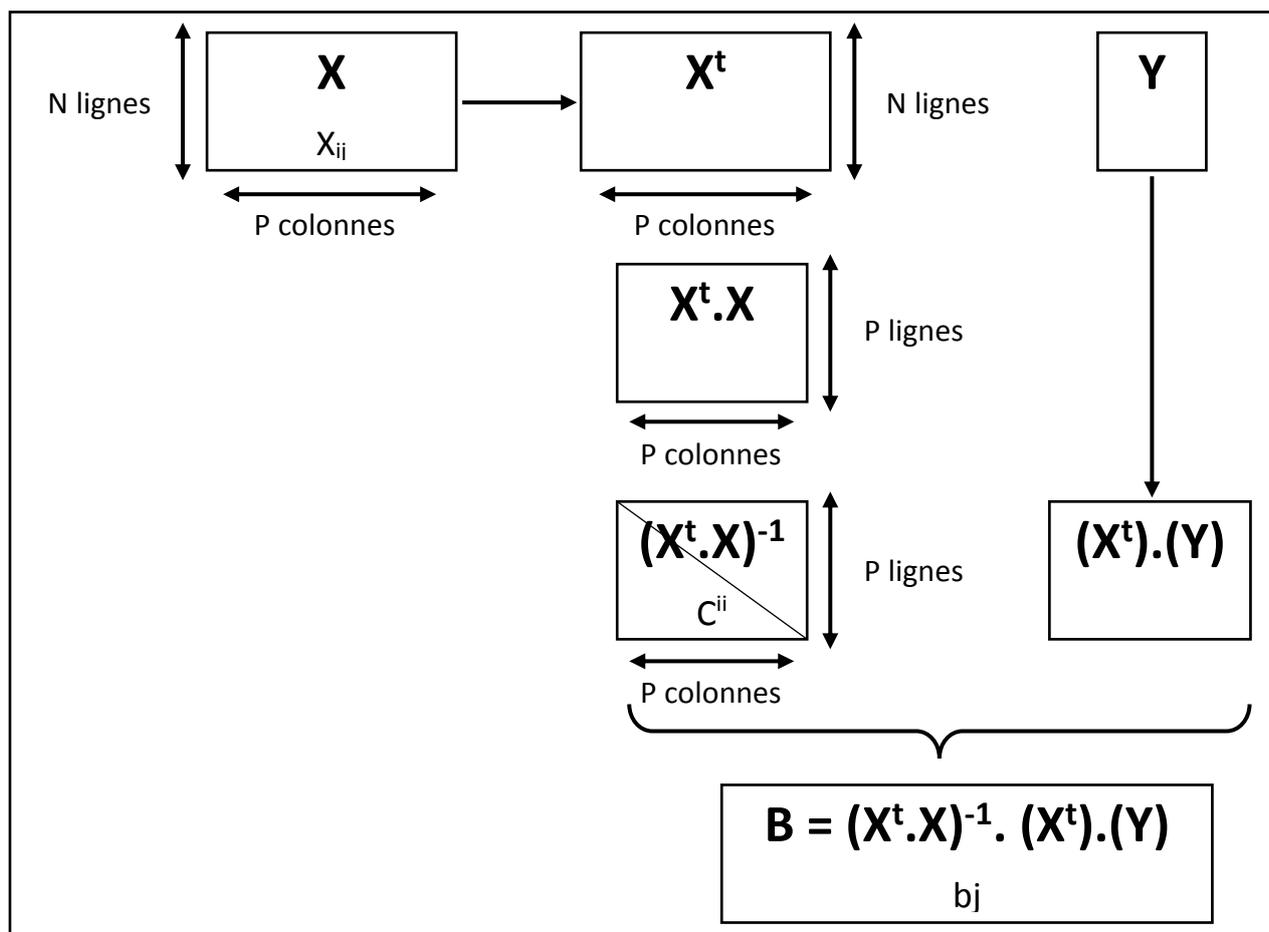


Figure IV-8. Illustration des différentes matrices.

La qualité des estimateurs des coefficients ( $\mathbf{b}_i$ ) est directement donnée par les termes diagonaux de la matrice de dispersion.

A partir de la relation :  $\mathbf{var}(\mathbf{b}_i) = \mathbf{c}^{ii} \times \sigma^2$  (éq. 4.6)

On évalue un critère de qualité de la matrice d'expériences appelé critère **A**.

Avec  $\sigma$  : estimation de l'erreur expérimentale ou  $\mathbf{var}(\mathbf{e}_i)$ .

$\mathbf{c}^{ii}$  : termes diagonaux de la matrice de dispersion  $(\mathbf{X}^t.\mathbf{X})^{-1}$ , dite coefficients de variance.

La somme de ces éléments diagonaux de cette matrice s'appelle aussi la **trace**. L'objectif d'un plan d'expériences est de minimiser la trace. Ou pourra également regarder un indicateur appelé l'indice de conditionnement (condition number). L'indice de conditionnement est le rapport des plus grandes et plus petites valeurs singulières de **X**.

Ce nombre représente une mesure de la sphéricité du plan (orthogonalité). Tous les plans factoriels, sans point au centre ont un indice de conditionnement de 1 et les points du plan sont situés sur la surface d'une sphère. On note que lorsque :

- Indice de conditionnement < 4 : matrice de qualité optimale
- $4 < \text{Indice de conditionnement} < 6$  : matrice de qualité suffisante
- Indice de conditionnement > 6 : l'information apportée par la matrice est insuffisante.

Il est évident que la qualité de la matrice d'expériences devra être regardée avant de réaliser les expériences.

**IV.4.3.3 La régression multilinéaire**

La méthode de régression multilinéaire utilise la méthode des « moindres carrés » qui va nous permettre d'estimer les **p** coefficients sans biais et les **N** résidus du modèle empirique. L'estimateur des moindres carrés est celui qui minimise l'écart entre **y<sub>i</sub>** et **ŷ<sub>i</sub>** [92]. On cherche les coefficients **b<sub>i</sub>**, du vecteur colonne **B** tels que les estimations de la réponse **ajustent** le mieux possible les observations.

Une fois le plan d'expérimentation réalisé, l'expérimentateur mesure les réponses du système étudié ce qui nous permet de calculer les coefficients **b<sub>i</sub>** du modèle. Il ne reste plus qu'à valider le modèle. La **Figure VI-9** résume les différentes étapes de cette méthodologie.

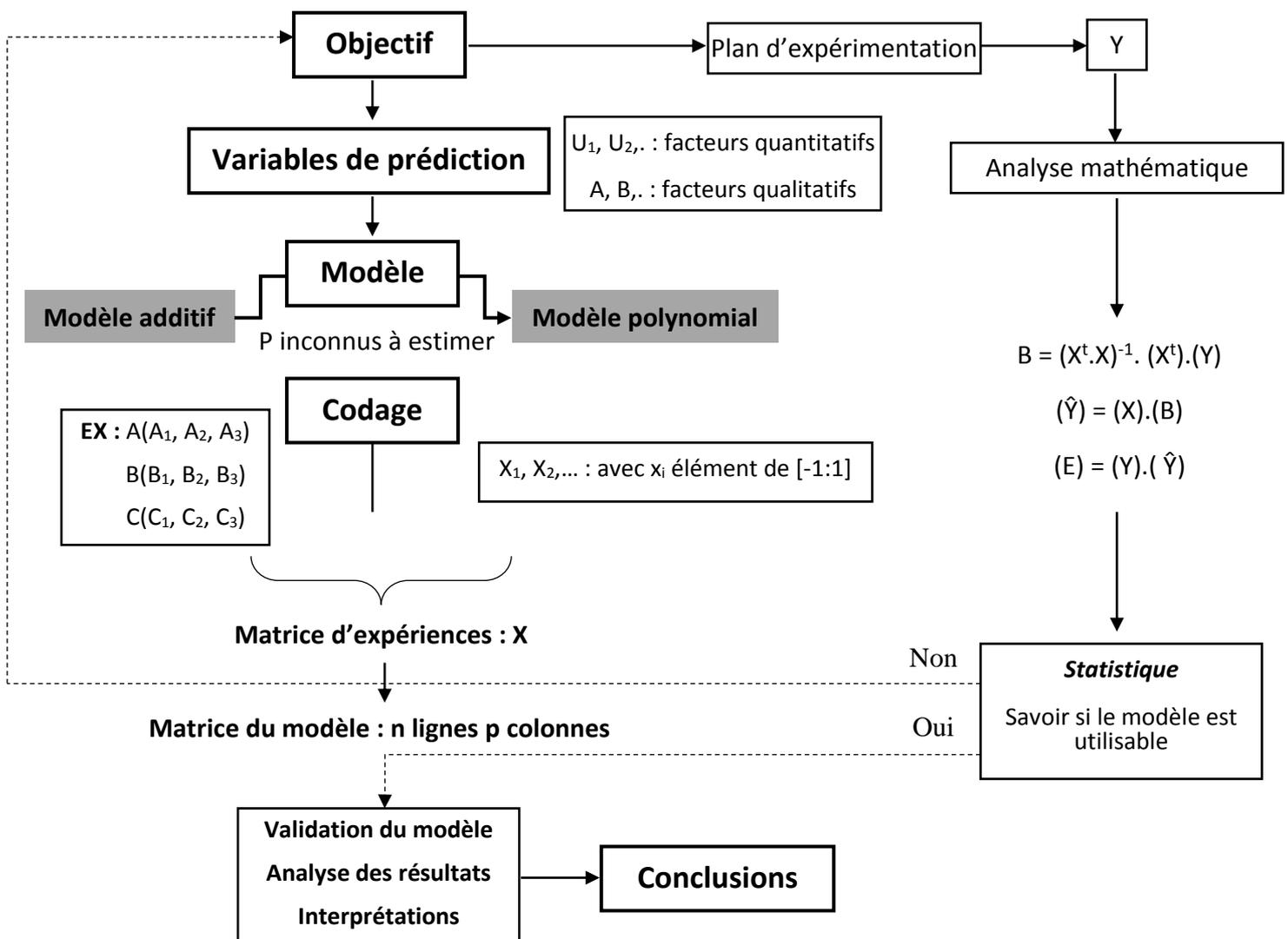


Figure IV-9. Méthode des moindres carrés et méthodologie des plans d'expériences.

#### IV.4.4 Analyse statistique des résultats

Toutes les hypothèses faites en amont d'un plan d'expérimentation doivent être vérifiées pour pouvoir valider ensuite les conclusions. C'est à cette étape que le recours aux outils statistiques intervient. Nous relativiserons leur usage et nous nous contenterons de règles pragmatiques utiles à des méthodes non-spécialistes de ces méthodes. Toutefois, il est possible de se reporter à la bibliographie [92] pour avoir des informations complètes sur l'usage des statistiques dans l'analyse des plans d'expériences. On peut estimer la qualité descriptive et prédictive des modèles obtenus. Dans tous les cas, l'utilisateur des tests statistiques est étroitement lié à la connaissance de l'écart type expérimental  $\sigma^2$ , estimé par des essais de répétabilité.

Les valeurs expérimentales introduites dans le modèle sont entachées d'erreurs (somme d'erreurs systématiques et aléatoires) qui se transmettent aux coefficients  $\mathbf{b}_i$ , du modèle puis aux valeurs calculées. Des tests statistiques permettent d'évaluer la qualité du modèle (descriptive et prédictive), sa validation (**Analyse de la variance**) et la significativité des coefficients (**test de Student**).

La mise en œuvre de tests statistiques doit permettre aux opérations de porter un jugement sur les résultats obtenus à savoir :

- Un modèle décrivant la variation de la réponse dans le domaine expérimental.
- Des estimations des coefficients associés aux différents monômes du modèle.
- Des résidus traduisant les écarts entre les valeurs mesurées et les valeurs calculées.

##### IV.4.4.1 La qualité descriptive

On peut aussi chercher à savoir si le modèle explique bien l'ensemble des résultats en calculant le coefficient de détermination  $\mathbf{R}^2$  tel que:

$$\mathbf{R}^2 = \frac{\sum(\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum(y_i - \bar{y})^2} \quad (\text{éq. 4.7})$$

Ce coefficient  $\mathbf{R}^2$  est aussi appelé coefficient de détermination. Plus  $\mathbf{R}^2$  sera grand, meilleur sera le modèle (les réponses calculées seront fortement corrélées avec les réponses expérimentales). Cependant, si le nombre d'expériences est égal au nombre d'inconnues du système, le coefficient  $\mathbf{R}^2$  sera toujours égal à 1. C'est pour éviter cela que le coefficient de

détermination ajusté ( $\mathbf{R}_a^2$ ) a été introduite. Le  $\mathbf{R}_a^2$  ajusté est défini comme la différence a  $\mathbf{1}$  du rapport entre le carré moyen des écarts des résidus et le carré moyen des écarts expérimentaux.

- $$\mathbf{R}_a^2 = 1 - \frac{N-1}{N-L} (1 - \mathbf{R}^2) \quad (\text{éq. 4.8})$$

Avec  $\mathbf{N}$  le nombre d'essais et  $\mathbf{L}$  le nombre de coefficients  $\mathbf{p}$  indépendants pour  $\mathbf{N} \neq \mathbf{L}$ .

Dans le cas où  $\mathbf{N} = \mathbf{L}$ , on dira que le modèle est descriptif.

- De même que pour  $\mathbf{R}^2$ , le meilleur modèle à  $\mathbf{L}$  variables sera obtenu pour  $\mathbf{R}_a^2$  maximum.

Ce critère permet d'apprécier la qualité descriptive du modèle et permet de comparer des modèles qui n'ont pas le même nombre de termes. Il ne nous indique pas si le modèle représente bien le phénomène.

#### IV.4.4.2 La qualité des $p$ coefficients du modèle

Cette estimation se calcule à partir de la relation:

$$\mathbf{var}(\mathbf{b}_i) = \mathbf{c}^{ii} \times \sigma^2.$$

L'écart type de répétabilité représente l'incertitude sur les valeurs mesurées, il est clair que la qualité des coefficients sera d'autant meilleure que les coefficients de variance  $\mathbf{c}^{ii}$  seront faibles. La construction d'un plan d'expériences conduit à homogénéiser l'intervalle de confiance.

L'incertitude sur les coefficients est alors donnée par la formule :

$$\delta_i = \pm t \sqrt{\mathbf{var}(\mathbf{b}_i)} \quad (\text{éq. 4.9})$$

Avec  $\mathbf{t}$ , la valeur du fractile de la **loi de Student** [92]. Dans ce cas, on peut écrire l'ensemble des coefficients sous la forme:  $\mathbf{b}_i \pm \delta_i$ .

Connaissant les coefficients du modèle et leurs incertitudes, on calcule la réponse calculée  $\hat{\mathbf{y}}_i$  qu'il faut comparer à la réponse mesurée  $\mathbf{y}_i$ .

#### IV.4.4.3 Fonction de variance de la réponse calculée

Si on prend un point  $\mathbf{A}(\mathbf{x}_1, \mathbf{x}_2, \mathbf{x}_3)$ , on peut à présent grâce aux coefficients, estimer une réponse calculée au point  $\mathbf{A}$ . Par exemple, si on prend le modèle suivant, on obtient :

$$\hat{\mathbf{y}}_{iA} = \mathbf{b}_0 + \mathbf{b}_1\mathbf{x}_1 + \mathbf{b}_2\mathbf{x}_2 + \mathbf{b}_3\mathbf{x}_3 + \mathbf{b}_{13}\mathbf{x}_1\mathbf{x}_3 \quad (\text{éq. 4.10})$$

Dans cette équation, les  $\mathbf{x}_i$ , sont supposés connus sans erreurs, donc l'incertitude de la réponse calculée ne dépend que des coefficients  $\mathbf{b}_i$  proposé par le modèle. Ainsi, l'incertitude sur la réponse calculée au point  $\mathbf{A}$  peut être estimée à partir de la relation :

$$\hat{y}_{iA} = \mathbf{d}_A \times \sigma^2 \quad (\text{éq. 4.11})$$

$\mathbf{d}_A$  : fonction de variance, cette fonction dépend des coordonnées de  $\mathbf{A}$  et de  $\text{var}(\mathbf{b}_i)$ .

La construction d'un plan d'expériences conduit à uniformiser en les minimisant les valeurs de la fonction de variance.

#### IV.4.4.4 Analyse de la variance

L'analyse de la variance (**ANOVA** ou **ANalysis Of VAriance**) permet de comparer les variances des valeurs calculées par le modèle et les résidus. Cette analyse constitue un test statistique (**test de Fisher-Snedecor [92]**) et elle fournit les réponses aux deux questions suivantes :

- Est-ce que le modèle nous apporte quelque chose ? la régression est-elle significative ? Explique-t-elle en grande partie les variations observées de  $\mathbf{y}_i$  ? C'est le test de signification globale de la régression que nous appellerons **le test de validation 1**.
- Est-ce que le modèle représente bien le phénomène ? Si oui, le modèle introduit un biais acceptable. Sinon, il convient d'en chercher un autre. La première validation concerne donc l'analyse des résidus du modèle. Nous appellerons cette étape, **le test de validation 2**.

#### IV.4.5 Analyse graphique des résultats

Un des grands avantages des plans d'expériences est la présentation des résultats sous forme graphique (voir figure ci-dessous) :

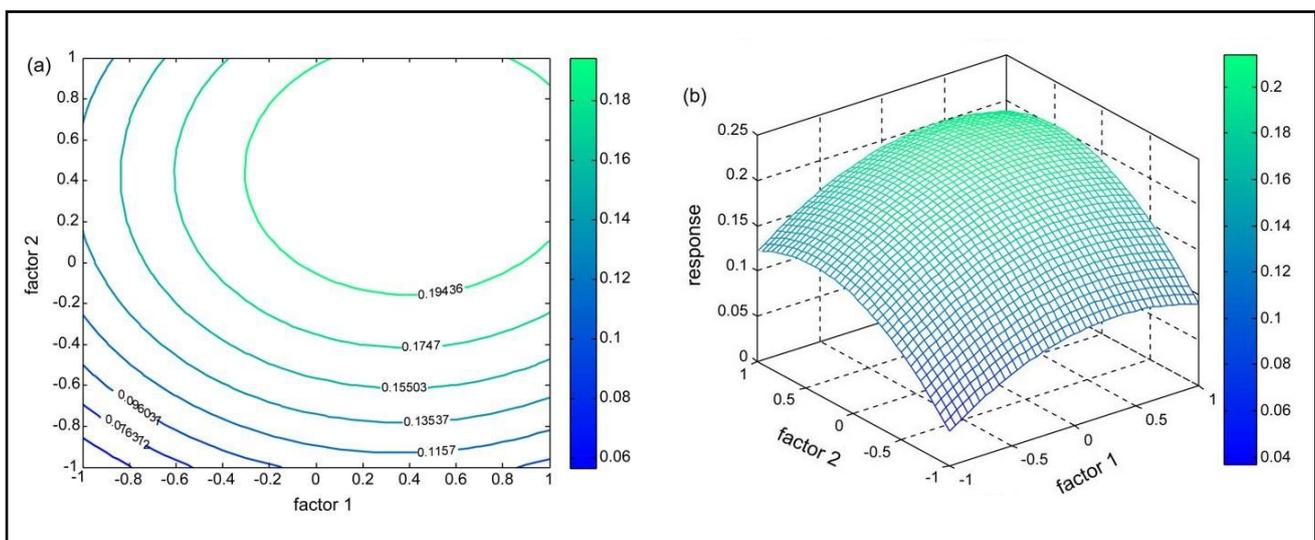


Figure IV-10. Exemple de Courbe d'iso-réponses et surface de réponses.

Pour chacune des méthodes, nous obtenons des graphiques différents qui répondent aux questions posées.

Les graphiques sont avant tout un outil d'aide à l'interprétation des résultats mais, ils permettent également de manière plus communicative lors d'une réunion de tirer plus rapidement des conclusions et ainsi d'orienter la poursuite d'une étude.

#### IV.4.5.1 Graphique des effets principaux

Le graphique des effets principaux affiche la moyenne de chaque groupe pour une variable de catégorie.

Pour créer le graphique des effets principaux, il faut afficher les moyennes correspondant à chaque valeur d'une variable de catégorie. Une ligne relie les points de chaque variable. Après, l'observation de cette ligne pour déterminer si une variable de catégorie produit ou non un effet principal. Il faut tracer également une ligne de référence de la moyenne globale. Pour interpréter la ligne qui connecte les moyennes, suivez les règles suivantes :

- Si la ligne est horizontale (parallèle à l'axe des x), aucun effet principal n'est présent. La moyenne de réponse est la même pour tous les niveaux du facteur.
- Lorsque la ligne n'est pas horizontale, cela indique l'existence d'un effet principal. La moyenne de réponse n'est pas la même pour tous les niveaux du facteur. Plus la pente de la ligne est raide, plus la valeur de l'effet principal est élevée.

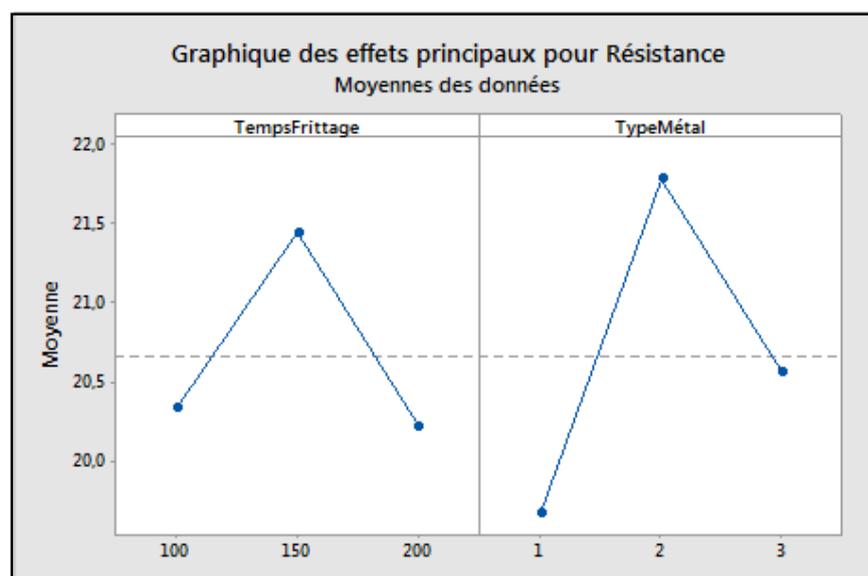


Figure IV-11. Exemple d'un graphique des effets principaux.

Dans ce graphique des effets principaux, il semble que le temps de frittage 150 soit associé à la plus forte valeur de résistance moyenne. Et le type de métal n° 2 est associé à la plus forte valeur de résistance.

#### IV.4.5.2 Diagramme des interactions

Le diagramme des interactions permet de déterminer l'influence d'un facteur de catégorie sur la relation entre un second facteur de catégorie et une réponse continue. Ce diagramme affiche les moyennes correspondant aux niveaux d'un facteur sur l'axe des x, ainsi qu'une courbe distincte pour chaque niveau d'un autre facteur.

Par observation des lignes, on peut déterminer l'influence des interactions sur la relation entre les facteurs et la réponse.

- Lignes parallèles  
→ Aucune interaction.
- Lignes non parallèles  
→ Il existe une interaction. Moins les lignes sont parallèles, plus l'interaction est forte.

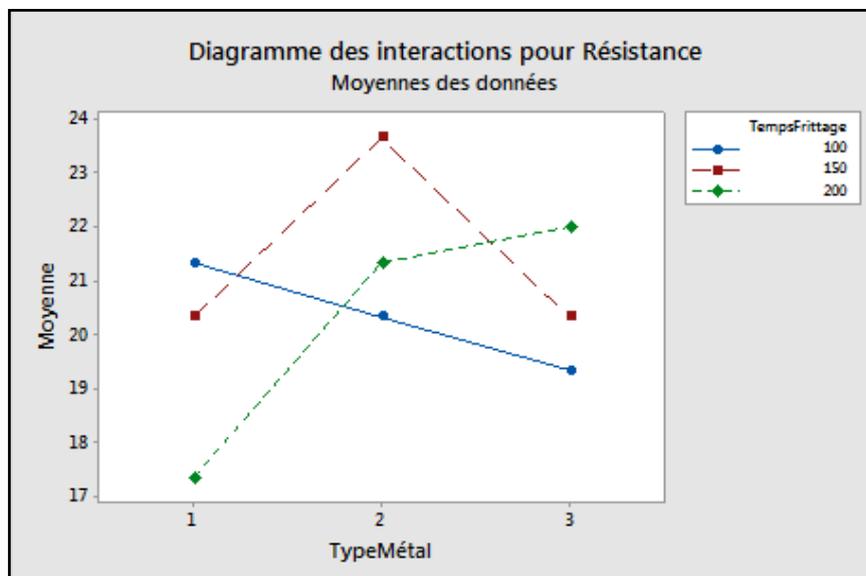


Figure IV-12. Exemple d'un diagramme des interactions.

Dans ce diagramme des interactions, les lignes ne sont pas parallèles. Cet effet d'interaction indique que la relation entre le type de métal et la résistance dépend du temps de frittage. Par exemple, si vous utilisez le type de métal 2, le temps de frittage 150 est associé à la

plus forte valeur de résistance moyenne. En revanche, si vous utilisez le type de métal 1, c'est le temps de frittage 100 qui est associé à la plus forte valeur de résistance moyenne.

#### IV.4.5.3 Diagramme de Pareto

Le diagramme de Pareto montre les valeurs absolues des effets normalisés, en les classant de la plus élevée à la plus faible. Le diagramme trace également une ligne de référence pour indiquer quels effets sont statistiquement significatifs.

La ligne de référence indiquant la signification statistique dépend du seuil de signification (noté  $\alpha$  ou alpha). A moins que vous ne précisiez une méthode de sélection pas à pas définissant une valeur alpha, le seuil de signification est égal à 1 moins le niveau de confiance défini pour l'analyse.

Le diagramme de Pareto utilisé pour déterminer la valeur et l'importance des effets. Sur le diagramme de Pareto, les barres qui coupent la ligne de référence sont statistiquement significatives. Par exemple, dans le diagramme de Pareto ci-dessous, les barres qui représentent les facteurs C, B et BC coupent la ligne de référence à 2,31. Ces facteurs sont statistiquement significatifs au seuil 0,05 avec les termes du modèle actuel.

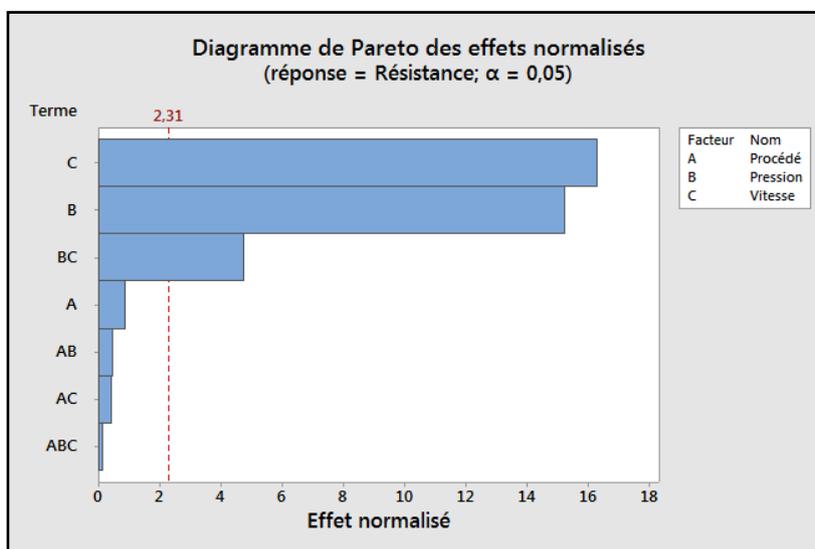


Figure IV-13. Exemple d'un diagramme de pareto.

Étant donné que le diagramme de Pareto affiche la valeur absolue des effets, vous pouvez déterminer quels effets sont importants, mais pas quels sont ceux qui augmentent ou réduisent la réponse.

#### IV.4.6 Validation des hypothèses et recherche de solutions au problème

L'analyse des résultats d'essais permet d'identifier une combinaison optimale des facteurs qui n'a pas forcément fait l'objet d'un essai dans le plan. Il faudra alors tester la combinaison optimale, qui n'a pas été faite dans le plan d'expériences, ce qui arrive fréquemment. Avec cet essai, on rejettera ou pas le modèle proposé.

De plus, quand on arrive à l'étape de l'analyse finale, il faut savoir si les résultats obtenus par l'analyse sont plausibles ou non.

Dans l'essai de validation, soit l'essai confirme les informations :

- Si oui, le plan d'expériences aura joué son rôle et permet de mettre en évidence les facteurs influents et / ou d'optimiser la réponse.
- Si non, il faudra alors examiner les conditions dans lesquelles ont été effectuées les expériences et vérifier si des facteurs influents n'ont pas été oubliés ou s'il ne se cache pas un effet d'interaction entre deux facteurs ou encore d'autre choses.

A ce stade, il faut décider en collaboration avec l'expérimentateur quelles sont les nouvelles stratégies à entreprendre. Les conclusions obtenues seront capitalisées dans des rapports de Synthèse dans lesquels devront apparaître les influences mises en évidence, la solution optimale retenue et les perspectives.

# **Conclusion**

## **générale**

## Conclusion générale

L'EC est déjà connue comme un procédé efficace d'élimination de la coloration et des polluants contenus dans les rejets de l'industrie textile, et aussi pour l'élimination des polluants solubles et des colloïdes contenus dans l'eau usée. Malgré les nombreux travaux publiés sur ce sujet couvrant un large spectre de type d'effluents traités par des réacteurs de différents types et opérant dans des conditions très différentes, reste l'électrocoagulation (EC) par un réacteur électrochimique à électrodes rotatives une nouvelle technique plus efficace de traitement et économique.

Notre travail de recherche est consacré à la conception d'une installation expérimentale qui permet d'étudier les conditions de fonctionnement optimales du nouveau réacteur d'électrocoagulation à électrodes rotatives pour le traitement des eaux usées textiles, et l'effet de divers paramètres opérationnels tels que la vitesse de rotation, la densité de courant, le temps de fonctionnement, le type d'alimentation et la distance inter-électrodes sur l'efficacité d'élimination des polluants. En outre, la consommation de l'anode et d'énergie électrique, ainsi que les coûts d'exploitation dans les meilleures conditions.

La méthodologie des plans d'expériences et d'analyse de données va aider l'expérimentateur à exprimer au mieux son problème en lui proposant des stratégies expérimentales optimales en fonction des objectifs qu'il s'est fixé et des moyens dont il dispose. Les objectifs peuvent être d'explorer un domaine expérimental inconnu, d'isoler les facteurs influents, d'élaborer des modèles descriptifs ou prévisionnels des phénomènes étudiés, ou d'effectuer des optimisations.

# **Bibliographie**

1. **Shaolan, D., Zhengkun, L. et Wangrui.,** Overview of dyeing wastewater treatment technology, *Water resources protection*, vol. 26, pp.73 - 78, 2010.
2. **Yan Kelu . ,**"A Course in Dyeing and Finishing". Chinese ming press, 2005.
3. **Allegre, C., M.P. et Charbit, F.,** Treatment and reuse of reactive dyeing effluents. *Journal of Membrane Science*, vol. 269, pp. 15-34, 2006.
4. **Joseph Egli .,** Wastewater treatment in the textile industry, *Dyeing Printing Finishing* vol. 10, pp. 60 - 66, 2007.
5. **Sheng, H.L. et Ming, L.C.,** Treatment of textile wastewater by chemical methods for reuse, *Water research*, vol. 31, 1997.
6. **Ranganathan, K. et Sharma, D.C.,** Recycling of wastewaters of textile dyeing industries using advanced treatment technology and cost analysis—Case studies, *Resources, Conservation and Recycling*, vol. 50, pp. 306 – 318, 2007.
7. **Ramesh, B., P.A.K., S. R. et Prem Kumar, T.,** Textile Technology Cotton Textile Processing: Waste Generation and Effluent Treatment, *The Journal of Cotton Science*, vol.11, pp. 141 – 153, 2007.
8. **Zeng, K. et Wei, W.,** Industrial production and pollution control, *Chemical Industry Press*, vol. 4, pp.101 - 104, 2005.
9. **Li-yan, Fu., Xiang-hua, et Wen., Qiu-li Lu.,** Treatment of dyeing wastewater in two SBR systems, *Process Biochemistry*, vol. 36, pp. 1111 – 1118, 2001.
10. **Sheng-Jie, You., Dyi-Hwa, Tseng. et Jun-Yu, Deng.,** Using combined membrane processes for textile dyeing wastewater reclamation, *Desalination*, vol. 234, pp. 426 – 432, 2008.
11. **Picard, T.,** Contribution à l'étude des réactions aux électrodes en vue de l'application à l'électrocoagulation, PhD dissertation, Université de Limoges, Limoges, France ,2000.
12. **Zodi, s.,** Etude de l'épuration d'effluents de composition complexe par électrocoagulation et des couplages intervenants entre le traitement électrochimique et l'étape de séparation: application à l'industrie textile et papetière, PhD dissertation, Université de Lorraine, Nancy, France, 2012.
13. **Holt, P.K.,** Electrocoagulation : unraveling and synthesizing the mechanisms behind a water treatment process, PhD dissertation, Université de Sydney, Australia, 2002.
14. **Holt, P.K., Barton, G.W. et Mitchell, C.A.,** The future for Electrocoagulation as a localized water treatment technology, *Chemosphere*, vol. 59, pp. 355 - 367, 2005.
15. **Bennajah, M.,** Traitement des rejets industriels liquide par électrocoagulation / électroflotation en réacteur airlift, PhD dissertation, polytechnique de Toulouse, Toulouse, France, 2007.

16. **Bensaid, J.**, Contribution à la dépollution des eaux usées par électrocoagulation et par adsorption des hydroxydes d'aluminium, Thèse de doctorat d'état, Université Mohammed V - Agdal, Maroc, 2009.
17. **El Nemr, A.**, Non-conventional textile wastewater treatment. National institute of oceanography and fisheries, Alexandria, Egypt, 2011.
18. **khemis, M.**, Etude théorique et expérimentale du procédé d'électrocoagulation: application au traitement des effluents liquide hautement chargés en impuretés organiques et minérales, PhD dissertation, Université de Nancy, France, 2005.
19. **Kobyas, M., Can, O.T. et Bayramoglu, M.**, Treatment of textile wastewaters by electrocoagulation using iron and aluminum electrodes, Journal of Hazardous Materials, vol. 100, pp. 163 - 178, 2003.
20. **Mollah, M.Y.A. et al.**, Journal of Hazardous Materials, vol. 114 , pp.199 – 210, 2004.
21. **Peter, M.K. et al.**, Chemical Engineering journal, vol. 121, pp. 17 - 26, 2006.
22. **Ukiwe, L. et al.**, Chemical and electrocoagulation techniques in coagulation-flocculation in water and wastewater treatment-a review, International journal of research & reviews in applied sciences vol. 18, pp. 285 – 294, 2014.
23. **Khaled, B. et al.**, Investigation of electrocoagulation reactor design parameters effect on the removal of cadmium from synthetic and phosphate industrial wastewater, Arabian journal of chemistry, 2015.
24. **Chaturvedi, S.I.**, Electrocoagulation: a novel wastewater treatment method, International journal of modern engineering research, vol. 3, pp. 93 – 100, 2013.
25. **Chen, G.**, Electrochemical technologies in wastewater treatment, Separation and purification technology, vol. 38, pp. 11 – 41, 2004.
26. **Dalvand, A. et Mahmoodi, N.M.**, Dye removal, energy consumption and operating cost of electrocoagulation of textile wastewater as a clean process, CLEAN–Soil Air Water, vol. 39, pp. 665 – 672, 2011.
27. **Mouedhen, G. et Ayedi, H.**, Behavior of aluminum electrodes in electrocoagulation process, Journal of Hazardous Materials, vol. 150, pp. 124 – 135, 2008.
28. **Al Aji, B., Yavuz, Y. et Kopalal, AS.**, Electrocoagulation of heavy metals containing model wastewater using monopolar iron electrodes, Separation and purification technology, vol. 86, pp. 248 – 254, 2012.
29. **Vepsäläinen, M.**, Electrocoagulation in the treatment of industrial waters and wastewaters, PhD Thesis, VTT Technical Research Centre of Finland, 2012.
30. **Daneshvar, N. et al.**, “Decolorization of C.I. Acid Yellow 23 solution by electrocoagulation process: investigation of operational parameters and evaluation of specific electrical energy consumption (SEEC)”, Journal of Hazardous Materials, vol. 148, no. 3, pp. 566 – 572, 2007.

31. **Chen, X. et Chen, P.L.**, Investigation on the electrolysis voltage of electrocoagulation. Chemical Engineering journal,, vol. 57, pp. 2449 – 2455, 2002.
32. **Bard, A. et Faulkner, R.**, “Electrochimie, principe, méthodes et applications”. Masson edition, 78595, pp. 2 – 225, 1983.
33. **Avsar, Y., Kurt, U. et Gonullu, T.**, Comparison of classical and electrochemical processes for treating rose processing wastewater, Journal of Hazardous Materials, vol. 148, pp. 340 - 345, 2007.
34. **Bensadok, k.**, Procédé de traitement d’émulsions huile/eau et eau/huile- Cas particulier d’émulsions d’huile de coupe, Thèse de Doctorat d’Etat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumedienne, 2007.
35. **Cardot, C.**, les traitements de l’eau, Ellipses, Septembre 1999.
36. **Proux, C.**, Thèse de maître ès sciences, Université Laval, France, 2008.
37. **Albert, R.M.**, Mémoire de maîtrise ès sciences appliquées, École Polytechnique de Montréal, Montréal, Canada, 2006.
38. **Lin, C.J., et al.**, Journal of Environmental Engineering ,vol. 131, No. 3, pp. 491 - 495, 2005.
39. **Dobolyi, E.**, Water Research, vol.12, pp.1113 - 1116, 1978.
40. **Kuokkanen, V., Kuokkanen, T., JaakkoRämö. et Lassi, U.**, Recent applications of electrocoagulation in treatment of water and wastewater-A review, Green and Sustainable Chemistry, vol. 3, pp. 89 - 121, 2013.
41. **Lin, S. H., et Chen, M. L.**, Treatment of textile wastewater by chemical methods for reuse, Water Research, vol.31, No. 4, pp. 868, 1997.
42. **Gürses, A., Yalçın, M. et DoAr, C.**, Electrocoagulation of some reactive dyes: a statistical investigation of some electrochemical variables, Waste Management, vol.22, No. 5, pp. 491, 2002.
43. **Bayramoglu, M., Kobya, M., Can, O.T. et Sozbir, M.**, Operating cost analysis of electrocoagulation of textile dye wastewater, Separation and Purification Technology ,vol.37, No. 2, pp. 117 – 125, 2004.
44. **Phalakornkule, C., Polgumhang, S. et Tongdaung W.**, World Academy of Science, Engineering and Technology, pp. 33, 2009.
45. **Bani-Melham, K. et Smith, E.**, Grey water treatment by a continuous process of an electrocoagulation unit and a submerged membrane bioreactor system, Chemical Engineering journal, pp.198 - 199,et 201-210, 2010.
46. **Kobya, M., Demirbas, E., Dedeli, A. et Sensoy M.T.**, Treatment of rinse water from zinc phosphate coating by batch and continuous electrocoagulation processes, Journal of Hazardous Materials, vol.173, pp. 326 - 334, 2010.

47. **Maha, P., Lakshmi. et Sivashanmugam, P.**, Treatment of oil tanning effluent by electrocoagulation: influence of ultrasound and hybrid electrode on COD removal, Separation and purification technology, vol. 116, pp. 378 – 384, 2013.
48. **Chen, X., Chen, G. et Yue P. L.**, Separation of pollutants from restaurant wastewater by electrocoagulation, Separation and purification technology, vol. 19, pp. 65, 2000.
49. **Lin, S. H. et Peng, C. F.**, Treatment of Textile Wastewaters by Electrochemical Method, Water research, vol. 28, pp 276, 1994.
50. **Gurses, A., Yalcin, M. et Dogan, C.**, Electrocoagulation of Some Reactive Dyes; A Statistical Investigation of Some Electrochemical Variables, Waste Manage, vol. 22, pp. 491, 2002.
51. **Moreno, H., et al.**, Electrochemical reactions for electrocoagulation using iron electrodes, industrial & engineering chemistry research, vol. 48, pp.2275 – 2282, 2009.
52. **Gengec, E., et al.**, Optimization of baker's yeast wastewater using response surface methodology by electrocoagulation, Desalination, vol.286, no. (1), pp. 200 – 209, 2002.
53. **Linares-Hernández, I. et al.**, Influence of the anodic material on electrocoagulation performance, Chemical Engineering journal, vol. 148, pp.97 – 105, 2009.
54. **Bagga, A., Chellam, S. et Clifford, D.A.**, Evaluation of iron chemical coagulation and electrocoagulation pretreatment for surface water microfiltration, Journal of membrane science, vol. 309, pp. 82 – 93, 2008.
55. **Katal, R. et Pahlavanzadeh, H.**, Influence of different combinations of aluminum and iron electrode on electrocoagulation efficiency: Application to the treatment of paper mill wastewater, Desalination, vol.265, pp.199 – 205, 2011.
56. **Prasanna, D.B. et Sanjeev, C.**, Electrochemical Denitrification of Simulated Ground Water, Water research, vol. 39, pp. 4065 - 4072, 2005.
57. **Panizza, M., Bocca, C. et Cerisola, G.**, Water research, vol. 34, pp. 2601, 2000.
58. **Yang C.H., Lee C.C. et Wen T.C.**, Journal of applied electrochemistry, vol. 30, pp. 1043, 2000.
59. **Abdel-Gawad, S.A. et al.**, Removal of some pesticides from the simulated wastewater by electrocoagulation method using iron electrodes, International journal of electrochemical science, vol. 7, pp. 6654 - 6665, 2012
60. **cloudhary, A. et Mathur, S.**, Performance evaluation of non rotating and rotating anode reactor in electro coagulation process, in: international conference on advanced material technologies (ICAMT), Dadi institute of engineering and technology (DIET), Visakhapatnam, Andhra Pradesh, India, 2016.

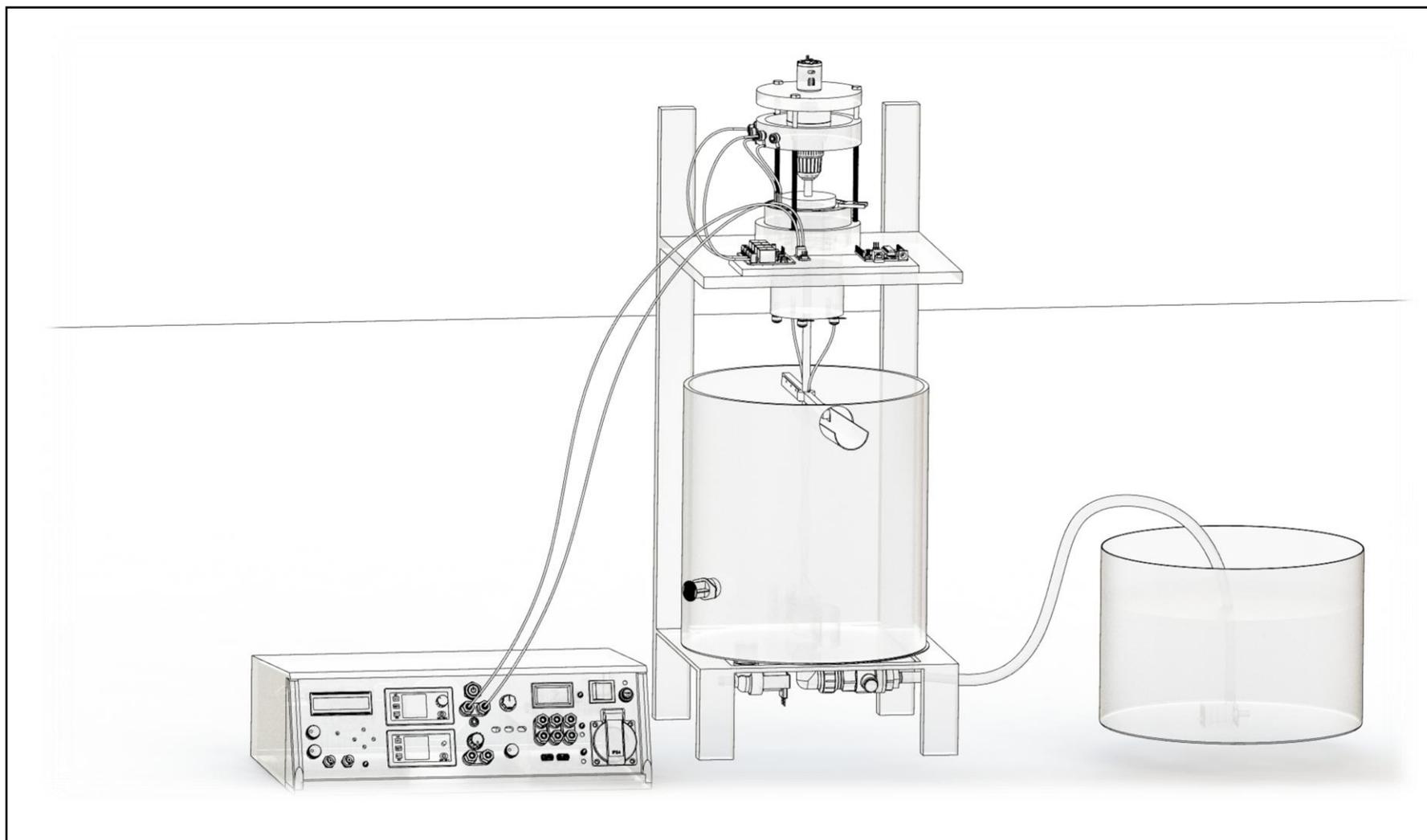
61. **Bazrafshan, E., Mohammadi, I., Ansari-Moghaddam, A. et Mahvi, A.H.**, Heavy metals removal from aqueous environments by electrocoagulation process-a systematic review, *Journal of environmental health science and engineering*, vol. 13, pp. 74, 2015.
62. **Helder Pereira de Carvalho, A, et al.**, Improvement of Methylene Blue removal by electrocoagulation/banana peel adsorption coupling in a batch system, *Alexandria Engineering Journal*, vol .54, pp. 777 – 786, 2015.
63. **Mollah, M., et al.**, Electrocoagulation. (EC)-science and applications. *Journal of Hazardous Materials*, vol.8, pp. 29 - 41, 2001.
64. **Crespilho, F. N., et Rezende, M. O. O.**, *Eletroflotação: Princípios e Aplicações*, 1<sup>a</sup> ed., Editora Rima, São Carlos , 2004.
65. **Daneshvar, N., Sorkhabi, H. A. et Kasiri, M. B.**, Decolorization of dye solution containing Acid Red 14 by electrocoagulation with a comparative investigation of different electrode connections, *Journal of Hazardous materials*, B112 ,pp. 55, 2004.
66. **Yilmaz .A. et al.**, Boron removal from geothermal waters by electrocoagulation, *Journal of Hazardous Materials*, vol.153, pp.146 – 151, 2008.
67. **Vasudevan S. , Lakshmi J., Jayaraj J. et Sozhan G.**, Remediation of phosphate contaminated water by electrocoagulation with aluminum, aluminum alloy and mild steel anodes, *Journal of Hazardous Materials*, vol .164, pp. 1480 – 1486, 2009.
68. **Ahmad, H., Lafi, W.K., Abushgair, K. et Assbeihat, J.M.**, Comparison of coagulation, electrocoagulation and biological techniques for the municipal wastewater treatment, *International journal of applied engineering research*, vol.11, pp. 11014 – 11024, 2016.
69. **Yang, Z. et al.**, The behavior of dissolution/passivation and the transformation of passive films during electrocoagulation: influences of initial pH, Cr (VI) concentration, and alternating pulsed current, *Electrochemical Acta*, vol.153, pp.149 – 158, 2015.
70. **Vasudevan, S., Lakshmi ., Sozhan, G.**, Effect of alternating and direct current in electrocoagulation process on the removal of cadmium from water, *Journal of hazardous materials*, vol.192, pp. 26–34, 2011.
71. **Khandegar, V., Saroha, A.K.**, An electrocoagulation for the treatment of textile industry affluent a review, *Journal of environment management*, vol.128, pp. 949 – 963, 2013.
72. **Yilmaz, A. et al.**, the investigation of parameters affecting boron removal by electrocoagulation method, *Journal of hazardous materials*, vol.125, pp.160 – 165, 2005.
73. **Eyvaz, M., Kirlaroglu, M., Aktas, T.S., Yuksel, E.**, The effects of alternating current electrocoagulation on dye removal from aqueous solutions, *Chemical Engineering journal*, 153, pp. 16 – 22, 2009.
74. **Espinoza-Quiñones, M. et al.**, Pollutant removal from tannery effluent by electrocoagulation, *Chemical Engineering journal*, vol. 151, pp. 59 – 65, 2009.

75. **Kobyas, M., Ciftci, C., Bayramoglu, M., and M.T. Sensoy,** Study on the treatment of waste metal cutting fluids using electrocoagulation, *Sep. Purif. Technol.*, vol.60, pp.285 – 291, 2007.
76. **Meunier, N., Drogui, P., Mercier, G., J. Blais.,** Treatment of metal-loaded soil leachates by electrocoagulation, *Separation and purification technology.* 67, pp. 110 – 116, 2009.
77. **Emsley, J.,** *Nature's building blocks: an A–Z guide to the elements*, Oxford University Press, UK, 2003.
78. **Zodi, S., Potier, O., Lapicque, F. et Leclerc, J.,** Treatment of the textile wastewaters by electrocoagulation: Effect of operating parameters on the sludge settling characteristics. *Separation and Purification Technology*, vol.69, N°. (1), pp. 29 – 36, 2009.
79. **Satish., Chaturvedi, I.,** Electrocoagulation: A Novel Waste Water Treatment Method, *International Journal of Modern Engineering Research*, Vol.3, Issue.1, pp .93 - 100, 2013.
80. **Moreno-Casillas H.A., et al.,** *Separation and Purification Technology*, vol .56, pp. 204, 2007.
81. **Martinez, D., Rodríguez, M .G. et Barrera-Diaz, C.,** A kinetic model that describes removal of chromium VI from rinsing waters of the metal finishing industry by electrochemical processes, *Water science and technology*, vol. 42, pp. 55 - 61 , 2000.
82. **Martinez, D. et al.,** Performance evaluation of an electrochemical reactor used to reduce Cr (VI) from aqueous media applying CFD simulations. *J. Clean, Prod* vol.34, pp. 120 - 124, 2012.
83. **Mameri, N. et al.,** *Separation and Purification Technology*, vol.24 (1-2), pp. 113 - 119, 2001.
84. **Pretorius, W. et al.,** *Water South Africa*, Vol.17.N°2, pp. 133 - 138, 1991.
85. **Goupy, J.,** *Introduction aux Plans d'expériences*, Dunod, Paris, 303 pages, 2001.
86. **Box G.E.P., Hunter, W.G. et Hunter J.S.,** «Statistics for Experimenters» deuxième édition, John Wiley and Sons, New York, 633 pages. 2005.
87. **Goupy, J.,** "Plans d'expériences". *Techniques de l'ingénieur. Traité Analyse Chimique et Caractérisation*, 230 page, pp. 1 - 20, 1992.
88. **Morineau, A. et Chatelin Y.M.,** *L'analyse statistique des données. Apprendre, comprendre et réaliser avec Excel*. Ellipses, 2005.
89. **Antony, J.,** Taguchi or Classical design of experiments: a perspective from a practitioner. *Sensor Review*, pp. 227 - 230, 2006.
90. **Venkateswarlu, G., Davidson, M.J. et Tagore, G.R.N.,** Influence of process parameters on the cup drawing of aluminum, *International Journal of Engineering Science and Technology*, pp. 41 - 49, 2010.

91. **Fotis, S., Besseris, G. et K. Alafodimos.**, Application of Taguchi's Experimental Design methodology for Product optimization in Food Engineering Mixtures. Proceedings 3rd International Scientific Conference (ERA-3), Aegina, Greece, September 2008.

92. **Benoist, D., Tourbier, Y. et Germain-Tourbier, S.**, Plans d'expériences : construction et analyse, Technique & documentation-Lavoisier, Ed. Paris, 1994.

# **Annexes**



*Annexe (1) : Modélisation en 3D de l'installation complet de l'électrocoagulation.*

## Résumé

Ce travail consiste à étudier la technique d'électrocoagulation ainsi que les conditions de fonctionnement d'un nouveau réacteur d'électrocoagulation (EC) à anode rotative pour le traitement des eaux usées textiles. L'influence des paramètres de fonctionnement tels que la distance entre les électrodes, la densité de courant, le type d'alimentation, le temps de séjours et la vitesse de rotation sur l'efficacité de l'élimination des contaminants a été planifiée pour être examinée. Et l'énergie électrique, ainsi que les coûts de l'exploitation dans des conditions optimales. L'utilisation de la méthodologie des plans des expériences aide l'expérimentateur à mieux comprendre les phénomènes étudiés et à solutionner les problèmes.

**Mots clés :** électrocoagulation ; réacteur à anode rotative ; eaux usées textiles ; plans d'expériences.

## Abstract

This work consists in studying the electrocoagulation technique as well as the operating conditions of a new rotating anode electrocoagulation (EC) reactor for the treatment of textile wastewater. The influence of operating parameters such as distance between electrodes, current density, type of power supply, residence time and rotation speed on the removal efficiency of contaminants has been planned for examination. And the electrical energy, as well as the costs of operating under optimal conditions. The use of the design of experiments methodology helps the experimenter to better understand the studied phenomena and to solve the problems.

**Key words :** electrocoagulation; rotated anode reactor; textile wastewater; experimental designs.

## ملخص

يرتكز هذا العمل على دراسة تقنية التخثير الكهربائي بالإضافة إلى ظروف التشغيل لمفاعل التخثير الكهربائي الجديد ذو مصعد دوار لمعالجة مياه الصرف النسيجية. تم التخطيط لفحص تأثير معالم التشغيل مثل المسافة بين الأقطاب الكهربائية، كثافة التيار، نوع مصدر الطاقة، وقت المعالجة وسرعة الدوران على الفعالية في إزالة الملوثات. وكذا الطاقة الكهربائية و تكاليف التشغيل في ظل الظروف المثلى. استخدام منهجية تصميم التجارب يساعد المجرى على فهم الظواهر المدروسة بشكل أفضل وحل المشكلات.

**الكلمات المفتاحية :** التخثير الكهربائي , مفاعل المصعد الدوار , مياه الصرف النسيجية , تصميم التجارب.