Optimisation du traitement physico-chimique des eaux d'encres

Salah Touil *

Université Hassan 1, Laboratoire d'Ingénierie des Procédés et Optimisation des Systèmes Industriels, LIPOSI Ecole Nationale des Sciences Appliquées, ENSA, 25000 Khouribga, Maroc

(reçu le 25 Septembre 2017 - accepté le 30 Septembre 2017)

Résumé - Les effluents d'encres doivent être traités avant rejet dans le milieu récepteur, le traitement physico-chimique est une technique de traitement efficace pour ces effluents. L'eau traitée respecte les normes marocaines de rejets, mais la forte consommation des réactifs lors du traitement est un point faible de cette technique. Dans cette étude, nous nous intéressons à l'optimisation du traitement physico-chimique par la combinaison des niveaux des facteurs susceptibles d'agir sur le traitement. Les réponses étudiées sont évidement la demande chimique en oxygène (DCO) et la turbidité. La méthode de conception expérimentale basée sur un modèle composite de 2ème ordre est employée. Les résultats obtenus ont permis de réaliser une réduction de la consommation du coagulant de 16.44 % et du floculant de 68.92 %.

Abstract - The ink effluents must be treated before discharge into the receiving environment, physico-chemical treatment is an effective treatment technique for these effluents. The treated water meets the Moroccan standards of rejects but the high consumption of the reagents during the treatment is a weak point of this technique. In this study, we focused on the optimization of the physico-chemical treatment by the combination of the levels of the factors likely to act on the treatment. The responses studied are of course the chemical oxygen demand (COD) and the turbidity. The experimental design method based on a 2nd order composite model is employed. The results obtained made it possible to obtain a reduction of the coagulant consumption of 16.44 % and the flocculant by 68.92 %.

Mots clés: Effluents d'encres - Coagulation - Floculation - Optimisation - plans d'expérience.

1. INTRODUCTION

Les activités industrielles génèrent, selon les types de fabrication, des rejets polluants continus ou discontinus d'une extrême diversité. La finalité du traitement des eaux résiduaires industrielles est essentiellement la protection du milieu naturel, le respect des normes de rejet édictées par la législation, la bonne gestion de l'eau en milieu industriel et la réutilisation de l'eau traitée en particulier pour le refroidissement et certains lavages.

Les limites de rejet sont déterminées en fonction des valeurs limites fixées au niveau national et des capacités d'acceptation du milieu récepteur, en l'occurrence le cours d'eau ou la station d'épuration municipale. La dépollution des eaux usées avant de les rejeter dans le milieu récepteur est obligatoire afin de ne pas perturber l'écosystème et toucher à la santé publique.

L'objectif est donc de conserver la qualité des ressources malgré l'activité humaine croissante.

Les sociétés spécialisées dans la fabrication et la transformation du papier et carton génèrent des débits variables des eaux résiduaires avec de fortes charges polluantes. Ces

^{*} salah.touil@uhp.ac.ma

rejets liquides, notamment les rejets de lavage des machines d'impression et des cuves de préparation de la colle d'amidon, nuisent à l'image de marque des sociétés surtout que les déchets solides sont recyclés presque à 100 % et les rejets gazeux sont pratiquement absents.

Les effluents liquides sont chargés de différents types d'encres utilisées pour l'impression des plaques (eaux d'encre). Les encres d'imprimerie contiennent des substances peu biodégradables (pigments, solvants ou autres adjuvants). Certains de ces produits d'encre représentent un danger pour l'environnement (eaux souterraines, sol et sous-sol, faune et flore) après rejet sans traitement ou déversement accidentel.

Conscientes du danger que représentent les effluents d'encre sur l'environnement, ces entreprises mettent généralement en place des stations de traitement physico-chimique des effluents d'encres. Le choix du traitement physico-chimique est dû à la faible biodégradabilité.

Le fonctionnement des stations d'épuration nécessite une optimisation périodique afin de gérer les fortes consommations des réactifs (coagulant, floculant) utilisés au cours du traitement chimique des effluents. Cette optimisation a pour but de satisfaire les normes de rejet et de minimiser les quantités des réactifs consommés. C'est dans cette perspective que s'insère notre travail.

La question qui se pose pour mettre en évidence la problématique générale est, comment minimiser la quantité des réactifs consommés en respectant les normes de rejet ? Par conséquent, comment mesurer le problème et ses solutions ?

2. MATERIEL ET METHODES

Le coagulant est un mélange de coagulants organiques et inorganiques en solution aqueuse de chez Derypol (Espagne) dont la masse volumique est $1.38~\rm g/cm^3$. Le floculent est un copolymère d'acrylamide cationique en solution aqueuse de chez Derypol (Espagne) x_1 dont la masse volumique est $1.2~\rm g/cm^3$. Le floculant est dilué $20~\rm fois$ comme précisé sur sa fiche technique.

2.1 Procédés de dépollution

L'eau se mélange avec un coagulant pour produire la déstabilisation ionique des colloïdes, et donc la coagulation ou union moléculaire des solides en suspensions. Une étape de correction du pH est nécessaire.

Une quantité de floculant est ajoutée complétant le traitement en obtenant des flocs parfaitement formés et facilement séparables. L'air comprimé est injecté dans le mélange générant des millions de microbulles qui impulsent les flocs formés au couronnement du flotteur. Les microbulles générées se fixent aux particules solides en leur permettant de flotter jusqu'en surface. Les boues d'encre s'accumulent en surface avant d'être évacuées par un grattoir tournant à pales.

Elles subissent ensuite une déshydratation au moyen d'un filtre presse avant un stockage dans une cuve de conditionnement agitée mécaniquement. Si nécessaire, une petite quantité de poly électrolyte est ajoutée pour optimiser la séparation solide – liquide et réduire au maximum le contenu d'humidité des boues résultantes. L'eau clarifiée étant extraite depuis le fond du flotteur par des vaisseaux communicants et déchargée par gravité dans un réservoir.

2.2 Etat actuel de la station de traitement

Un suivi de plusieurs jours de la station de traitement des effluents d'encre nous a permis de regrouper ses performances dans le **tableau 1**.

Paramètres	Entrée	Sortie
MES (mg/l)	8200	108
DBO ₅ (mg/l)	1760	111
T (°C)	16.8	
pН	8,86	7,16
DCO (mg/l)	20000	300

Tableau 1: Caractérisation de l'eau brute et l'eau traitée

Afin d'obtenir ces performances, une forte consommation des réactifs a été observée, ce qui a une conséquence sur le coût total du traitement. La consommation par mètre cube d'effluent traité est quasi-stable, avec une moyenne de 0.560 l soit 772.8 ppm de coagulant et 0.588 l soit 705.6 ppm de floculant.

Dans le but de minimiser cette forte consommation tout en respectant les normes de rejets [1], nous avons pensé à optimiser le traitement physico-chimique par l'application de la méthodologie des plans d'expérience.

3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

3.1 Méthodologie d'optimisation par plans d'expérience

Les plans d'expérience sont utilisés dans les études industrielles en recherche et développement (industries chimiques, pétrochimiques, pharmaceutiques, métallurgiques, mécaniques, automobiles,...). Le but est la recherche de l'expression d'un modèle décrivant les variations de la fonction réponse Y relative aux valeurs de k facteurs $x_1, x_2, ..., x_k$.

La modélisation d'une réponse se fait en choisissant des points expérimentaux, ainsi on définit une matrice de n lignes et k colonnes, où n est le nombre d'expériences et k est le nombre des effets ou des facteurs. L'utilisation de l'outil informatique est nécessaire afin de minimiser le nombre d'expériences à faire et de prédire la réponse avec un maximum de précision [2].

Toute l'analyse présentée dans cet article a été menée à l'aide du logiciel Nemrodw [3]. Ce logiciel constitue une aide à la conception des stratégies expérimentales optimales et l'analyse des plans d'expérience [4]. Comme tout logiciel très spécialisé, il présente l'avantage d'être rapidement utilisable pour traiter une étude menée d'un plan d'expérience [4].

Le plan d'expérience utilisé pour notre cas est un plan composite centré dont un polynôme due 2ème degré permettant de donner une bonne modélisation du phénomène étudié [4]. Les paramètres que nous avons eu l'intérêt de les optimiser dans la station d'épuration sont la demande chimique en oxygène, 'DCO' et la turbidité. Nous nous intéressons aux facteurs contrôlables qui agissent le plus fortement sur le traitement, à savoir, la dose du coagulant, la dose du floculant et le pH. Le modèle postulé est donc donné explicitement par:

$$Y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3 + b_{11} x_1^2 + b_{22} x_2^2 + b_{33} x_3^2$$

 b_0 , Effet moyen; b_1 , Effet du coagulant; b_2 : Effet de pH; b_3 : Effet du floculant; b_{12} , Interaction entre le coagulant et le pH; b_{13} : Interaction entre le coagulant et le floculant; b_{23} , Interaction entre le pH et le floculant; b_{11} : Effet quadratique du coagulant; b_{22} : Effet quadratique du pH; b_{33} : Effet quadratique du floculant.

Après introduction des intervalles des trois (03) facteurs et les deux (02) réponses dans le logiciel NemrodW, on aboutira à la matrice d'expérience donnée dans le tableau 2.

		Facteurs	Réponses		
Expérience	Coagulant (ppm)	pН	Floculant (ppm)	DCO (mg/l)	Turbidité (NTU)
1	500,0000	5,0000	200,0000	600,00	28,20
2	800,0000	5,0000	200,0000	6000,00	5000,00
3	500,0000	7,0000	200,0000	800,00	10,70
4	800,0000	7,0000	200,0000	6000,00	5000,00
5	500,0000	5,0000	500,0000	800,00	9,86
6	800,0000	5,0000	500,0000	6000,00	5000,00
7	500,0000	7,0000	500,0000	800,00	13,30
8	800,0000	7,0000	500,0000	6000,00	5000,00
9	500,0000	6,0000	350,0000	1200,00	2,25
10	800,0000	6,0000	350,0000	600,00	5000,00
11	650,0000	5,0000	350,0000	1000,00	126,00
12	650,0000	7,0000	350,0000	700,00	8,29
13	650,0000	6,0000	200,0000	800,00	229,00
14	650,0000	6,0000	500,0000	600,00	7,96
15	650,0000	6,0000	350,0000	600,00	51,20
16	650,0000	6,0000	350,0000	600,00	21,50
17	650,0000	6,0000	350,0000	400,00	14,30

Tableau 2: Matrice d'expériences

3.2 Exploitations des modèles

Les modèles obtenus permettront de cerner avec précision l'évolution de la DCO et de la turbidité en fonction des facteurs retenus par prédiction de l'évolution de chacune des réponses et l'influence des facteurs.

Les coefficients calculés permettent d'écrire les modèles de DCO et de turbidité. La limite de confiance ou signification est de 5 %. Les formules développées des modèles postulés pour les paramètres étudiés sont les suivantes:

DCO =
$$2040 x_1 + 1152.113 x_1^2 + 1102.113 x_2^2 + 952.113 x_3^2$$

Turbidité = $2493.569 x_1 + 2424.410 x_1^2$

Pour la réponse DCO, les résultats obtenus montrent que les effets significatifs sont l'effet du facteur coagulant et tous les effets quadratiques des trois (03) facteurs retenus. D'autre part, l'effet du facteur coagulant est plus important que les effets quadratiques. Pour la réponse turbidité, seul le facteur coagulant et son effet quadratique influencent d'une manière significative sur la turbidité.

Les résultats de l'analyse de la variance (ANOVA), montrent clairement que les modèles sont globalement explicatifs et ne présente pas de défaut d'ajustement. En conséquent, Les modèles peuvent être utilisé pour prédire les réponses dans n'importe quel point du domaine expérimental.

Les valeurs significatives des coefficients d'ajustement de R² et R²A, montrent que les deux modèles obtenus sont représentatifs de point de vue ajustement et prédiction. La figure suivante illustre les valeurs de ces coefficients.

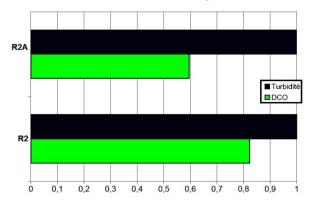


Fig. 1: Valeurs de R² et R²A des deux modèles

Les coefficients de corrélation linéaire multiple (R²) quantifient de manière claire la très bonne qualité de l'ajustement. Ces coefficients nous permettent de conclure que les modèles postulés permettent d'expliquer les phénomènes étudiés.

De même les coefficients de corrélation linéaire multiple ajustés (R²A) donnent une idée sur les ajustements des modèles, ce qui traduit la qualité de l'ajustement de l'estimation des coefficients de l'équation. L'étude de la distribution des résidus pour les deux réponses permet de juger de manière plus précise, expérience par expérience, la qualité de l'ajustement réalisé.

L'analyse des résidus montre clairement que les résidus sont bien répartis de part et d'autre de l'axe des abscisses et qu'ils sont bien alignés sur la droite d'Henry (figure 2). Cela confirme la normalité des résidus. Le modèle doit bien représenter les réponses mesurées.

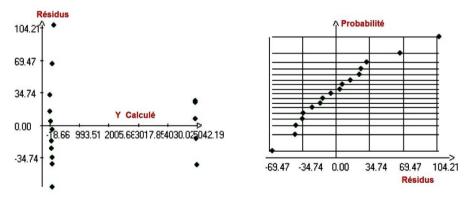


Fig. 2: Etude des résidus de la réponse (nuage de point - droite d'Henry)

L'étape finale consiste à rechercher les conditions optimales pour le problème posé, c'est-à-dire trouver les valeurs réelles du coagulant, du floculant et du pH amenant d'une part à satisfaire les normes de rejet et d'autre part de minimiser la consommation des réactifs.

Le logiciel NemrodW permet de prédire la réponse optimale désirée et de chiffrer les valeurs réelles des facteurs (Tableaux 3 et 4). Lors de cette étude, le choix basé sur les valeurs des normes de rejets a été accompli en fixant la désirabilité, c'est-à-dire la valeur cible désirée.

La fonction de désirabilité est choisie bilatérale avec tolérance pour les deux réponses. La valeur ciblée pour la DCO est 900 mg/l avec comme intervalle 0 à 1000 mg/l et celle de la turbidité est 30 NTU avec comme intervalle 0 à 500 NTU.

Variable	Facteur	Valeur
\mathbf{x}_1	Coagulant (ppm)	645.7764
\mathbf{x}_2	pН	6.3527
X 3	Floculant (ppm)	219.3032

Tableau 3: Coordonnées de l'optimum

Tableau 4: Désirabilité, caractéristiques du maximum

Réponse	Nom de la réponse	Valeur	Int. 95%	Di%	Poids
Y1	DCO (mg/l)	891.73	±296.29	99.08	1
Y2	Turbidité (NTU)	33.70	± 167.72	99.21	1
	Désirabilité		99.15		

L'analyse des résultats, avec une désirabilité de la DCO et la turbidité, nous aide à trouver les réglages des paramètres de traitement des effluents permettant d'avoir un rejet qui respecte les normes marocaines et de minimiser le coût du traitement.

Pour atteindre une DCO de 891.73, il faut 645.77 ppm de coagulant et 219.30 ppm de floculant à un pH de 6.35. Ce point est de plus situé dans le domaine expérimental donc il constitue bien la solution cherchée pour le problème.

Les surfaces de réponses et les courbes iso-réponse permettent de restituer de manière interprétable les équations des modèles comme illustrer sur les figures 3 et 4. Ces figures permettent de visualiser l'évolution de la DCO et la turbidité en fonction des facteurs retenus sur toute la plage expérimentale. On peut ainsi tirer directement à partir de ces graphiques, la valeur estimée du paramètre désiré, à n'importe quel point du domaine d'étude.

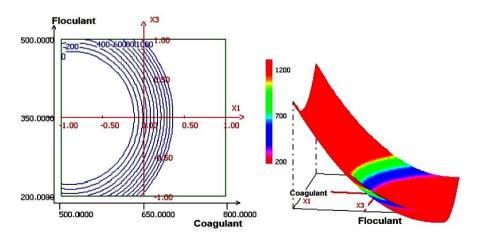


Fig. 3: Variation de la réponse DCO dans le plan coagulant, floculant Facteur fixé: pH = 6.3527

Le graphique de la figure 3 a permis de déterminer la zone où la réponse est proche de l'objectif fixé. Etant donné que l'intérêt de la coagulation floculation porte essentiellement sur la séparation des particules fines ou extra-fines et des colloïdes de la phase interstitielle par précipitation [5] ou par flottation, l'évolution de la DCO, peut être expliquée par la dominance de la fraction soluble de la DCO totale.

Une augmentation de la dose du coagulant de la borne minimale à la borne maximale s'accompagne d'une augmentation de la DCO. L'effet de la dose du floculant est peu marqué.

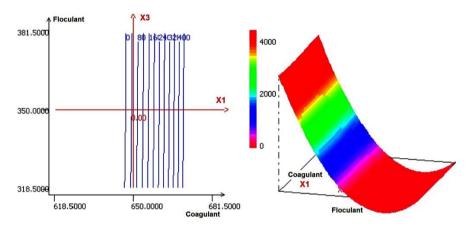


Fig. 4: Variation de la réponse turbidité dans le plan coagulant, floculant Facteur fixé: pH = 6.3527

La figure 4 montre que la turbidité ne dépend que du taux de coagulant. L'augmentation de la dose de ce dernier facilite l'obtention d'une faible turbidité. Mais au-delà d'une valeur limite, la dose du coagulant inverse son pouvoir en engendrant une stabilisation des particules en suspension traduite par l'augmentation de la turbidité.

Une étude financière est réalisée sous forme d'une comparaison avant et après optimisation. Ce calcul sur le revient monétaire relatif au gain réalisé au niveau du traitement chimique est nécessaire afin d'évaluer l'impact économique des résultats de cette optimisation. Le **tableau 5** représente la quantité de coagulant et de floculant ajoutés au cours du traitement chimique en mg/l d'effluent traité, et la consigne de pH fournie au capteur pH.

	, 44 1011411011114111411		or upres optimism
Facteur	Avant	Après	Taux
	optimisation	optimisation	réduction

645.77

6.35

219.30

16.44 %

68.92 %

772.8

6.50

705.6

Coagulant (ppm)

Floculant (ppm)

pН

Tableau 5: Paramètres du fonctionnement de la station avant et après optimisation

4. CONCLUSION

A travers les recherches et les expériences effectuées, nous avons essayé de répondre à la problématique posée en faisant le suivi des différents facteurs du traitement des effluents. Nous avons retenu trois (03) facteurs contrôlables (quantité de coagulant, pH et quantité de floculant). Nous avons appliqué sur ces facteurs la méthode des plans

d'expérience à l'aide du logiciel NemrodW. Le modèle choisi est un modèle de 2ème degré composite, qui fait intervenir toutes les interactions entre les facteurs.

Les résultats trouvés expérimentalement sont traités et analysés en se basant sur des critères statistiques de l'ANOVA et on a trouvé évidement que le modèle choisi est validé pour les trois (03) facteurs contrôlables désignés. Ceci nous indique qu'il y a possibilité d'optimiser la démarche du traitement pour baisser la consommation des réactifs (coagulant, floculant) et de diminuer ainsi le coût du traitement.

Les valeurs optimales des paramètres de traitement de l'effluent, pour avoir un rejet qui respecte les normes marocaines et minimiser le coût du traitement sont : Coagulant = 645.77 ppm; Floculant = 219.30 ppm et pH = 6.35. Les doses obtenues des réactifs nous permettront de réaliser une réduction de la consommation de 16.44 % pour le coagulant et 68.92 % pour le floculant.

A l'aboutissement de cette étude, une économie en coût de traitement est donc réalisée avec une eau clarifiée respectant les normes de rejet marocaines. Et enfin le modèle élaboré a été validé statistiquement et expérimentalement.

REFERENCES

- [1] Arrêté n° 1606-06 du 25 Juillet 2006 portant fixation des *Valeurs Limites Spécifiques de Rejet des Industries de la Pâte à Papier, du Papier et du Carton*', B.O N°5448 du 17 Août 2006.
- [2] B. Cheknane, S. Igoud, F. Zermane et F. Souahi, 'Biométhanisation des Eaux Usées pour la Production de l'Energie Renouvelable et la Protection de l'Environnement Etude d'Effet et Analyse Statistique des Données', Revue des Energies Renouvelables, ICRESD-07 Tlemcen pp. 91 95, 2007.
- [3] D. Mathieu, J. Nony, R. Phan-Than-Luu et A. Beal, 'Génération de Matrices d'Expérience en Fonction des Objectifs et Traitement des Réponses Expérimentales', Nemrod, Marseille, France, www.nemrodw.com, Version 2017.
- [4] W. Tinsson, 'Plans d'Expérience: Constructions et Analyses Statistiques, Mathématiques et Applications', Vol. 67, 532 p, Springer ISBN: 978-3-642-11471-7, 2010.
- [5] P. Guettier, J.P. Iwema, R. Mathian, D. Raby, A. Vachon and P. Vidou, 'L'Assainissement des Agglomérations: Techniques d'Epuration Actuelles et Evolutions', Etude Inter Agences N°27, Agences de l'Eau, Paris, France, 1994.