



(12) BREVET D'INVENTION

- (11) N° de publication : **MA 38903 B1** (51) Cl. internationale : **B01J 20/16; C02F 11/12; C02F 1/28**
- (43) Date de publication : **28.02.2018**

-
- (21) N° Dépôt : **38903**
- (22) Date de Dépôt : **10.03.2016**
- (71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE HASSAN II, PRESIDENCE, 19 RUE TARIK BNOU ZIAD CASABLANCA (MA)**
- (72) Inventeur(s) : **EL FALAKI KHADIJA ; EL MONTASSIR HASNA ; KARHAT YOUNES**
- (74) Mandataire : **HANANE NAHID**

-
- (54) Titre : **TRAITEMENT DE LIXIVIAT PAR LES BOUES ISSUES DES USINES DE TRAITEMENT D'EAU POTABLE**
- (57) Abrégé : L'invention concerne le traitement de lixiviat jeune et le lixiviat mature par adsorption sur les boues hydroxydes sèches issues de traitement des eaux potable. Ces boues sont des argiles silico-alumineuses, leur texture et leur composition permet leur utilisation comme adsorbant. La composition de lixiviat dépend de plusieurs paramètres dont la nature des déchets, le pH, le potentiel redox la nature et l'âge de la décharge, la méthode d'enfouissement, la nature du site, et les conditions climatique (la pluviométrie, l'humidité de l'air et la température). Le traitement de lixiviat par les boues d'eau potable, qui constituent un produit de traitement simple et peu couteux, a montré un abattement de la pollution organique.

Traitement de lixiviat par les boues issues des usines de traitement d'eau potable

Résumé :

L'invention concerne le traitement de lixiviat jeune et le lixiviat mature par adsorption sur les boues hydroxydes sèches issues de traitement des eaux potable. Ces boues sont des argiles silico-alumineuses, leur texture et leur composition permet leur utilisation comme adsorbant.

La composition de lixiviat dépend de plusieurs paramètres dont la nature des déchets, le pH, le potentiel redox la nature et l'âge de la décharge, la méthode d'enfouissement, la nature du site, et les conditions climatique (la pluviométrie, l'humidité de l'air et la température).

Le traitement de lixiviat par les boues d'eau potable, qui constituent un produit de traitement simple et peu couteux, a montré un abattement de la pollution organique.

Description :

L'invention concerne un procédé de traitement de lixiviat par adsorption sur les boues hydroxydes sèches issues de traitement des eaux potable comme adsorbant de lixiviat. Ces boues hydroxydes contiennent de la silice, de l'alumine et des phases minéralogique les classent dans la catégorie des argiles silico-alumineux.

Les boues sont des sous produit issues de traitement des eaux potables, nommées des boues hydroxyde, elles constituent des déchets pour les stations de potabilisation.

La qualité et la quantité des boues dépendent principalement de la qualité de l'eau, l'efficacité de traitement et des réactifs utilisés au cours du procédé de potabilisation.

Les boues résultant du traitement des eaux destinées à l'alimentation proviennent de l'extraction ou les purges effectuées au cours de la décantation et du lavage des filtres. Les MES contenues dans ces boues comprennent des matières présentes dans l'eau avant le traitement : plancton, matières minérales et organiques floculées, hydroxydes métalliques (fer, manganèse) et des matières ajoutées au cours du traitement : hydroxydes métalliques provenant du coagulant ainsi qu'éventuellement le charbon actif en poudre, bentonite... Dans le cas d'une décarbonatation à la chaux, elles peuvent également contenir une quantité importante d'hydroxydes d'aluminium et de silice, les hydroxydes de Fer, de calcium, de potassium et de magnésium ce qui peut conférer à la boue des propriétés physico-chimiques intéressantes.

Le caractère commun de toutes les boues est la nature liquide. Certaines d'entre elles sont chimiquement inertes. Les boues issues d'eau potable concentrent les matières minérales et organiques en suspension ainsi que les réactifs de traitement utilisés. La majeure partie des boues sont soit séchées et stockées aux stations de traitement, soit sont mise en décharge ou épandues dans les réseaux d'eau d'irrigation sans traitement préalable. Certaines expériences de réutilisation des boues d'eau potable en agriculture se sont avérées positives. Elles sont utilisées dans les usines de fabrication de ciment et de brique. Leur teneurs en coagulants ; aluminium et fer leurs permettent d'être utilisées comme coagulant des eaux usées, ils sont utilisés dans le traitement du phosphore dans les eaux usées et en tant qu'adsorbant pour le manganèse et le fluor.

L'analyse par fluorescences X de ces boues montre leur richesse en silice, aluminium, fer, magnésium, calcium et potassium.

Tableau 1: Analyse par fluorescences X des boues issues de traitement des eaux potables

Nom du Composé	SiO ₂	Al ₂ O ₃	P.a.f	Fe ₂ O ₃	MgO	CaO	K ₂ O	TiO ₂	Na ₂ O	SO ₃	P ₂ O ₅	MnO ₂
Conc%	37,5	30,4	17,6	4,38	3,13	3,02	2,25	0,429	0,408	0,378	0,162	0,142
Nom du Composé	Cl	BaO	SrO	ZnO	I	ZrO ₂	Rb	Br	Y ₂ O ₃	Ac	Nb	Somme
Conc%	0,0835	0,0277	0,021	0,015	0,0135	0,01	0,00813	0,00672	0,00407	0,00315	<<	100

Ces boues sont utilisées pour traiter le lixiviat (Figure 1), grâce à son caractère argile silico-alumineux, la boue constitue un adsorbant efficace pour le traitement de lixiviat. Des essais de caractérisation de lixiviat et de traitement par adsorption ont été menés.

Traitement de lixiviat par les boues sèches

Tableau 2 : Caractérisation du lixiviat jeune

Paramètres		Lixiviat	Norme de rejets
DCO (mg/l)	Dissous	63600	1200
	Total	91200	
DBO ₅ (mg/L)	Dissous	7400	500
	Total	20000	
Nitrates (mg/ L)	Dissous	100	
	Total	126	
Nitrites (mg/ L)	Dissous	0,9	
	Total	6,9	
Ion Ammonium (mg/ L)	Dissous	781	400
	Total	1064	
Orthophosphates (mg/ L)	Dissous	3,12	
	Total	4,13	
Azote total (mg/ L)	Total	1672	
MS (mg/ L)		70450	
MVS (mg/L)		16320	
Phosphore total (mg/ L)	Dissous	3,2	
	Total	4,8	
pH		4,11	5,5-8,5
Conductivité (mS/cm)		5,11	
Chlorure (mg/ L)		4970	

Le lixiviat étudié est récupéré directement des camions de collecte des déchets ménagers, donc ce lixiviat est jeune. Le lixiviat présente des variations considérables aussi bien en débit qu'en composition chimique c'est pourquoi il est difficile de déterminer avec précision ses propriétés.

Le lixiviat jeune étudié se caractérise par un pH acide (4,11), cette valeur correspond à la première phase de fermentation, la phase acide où le lixiviat est riche en composé organique volatiles. Le pH augmente au fur est à mesure du vieillissement de la décharge.

Le pH a un effet sur la mobilité des ions métalliques car il influe le nombre des charges négatives mises en solution.

Le lixiviat étudié se caractérise par des concentrations importante en DCO (91 200mg/L) dépassant la norme marocaine des rejets directs (500 mg d'O₂/L) cela peut être due à la nature des déchets générés et l'âge du lixiviat.

Cet effluent se caractérise aussi par une valeur de DBO₅ très élevée. Le rapport DBO₅/DCO (0,22) donne une information sur la biodegradabilité de lixiviat.

Les analyses ont révélé de fortes valeurs de la conductivité indiquant une forte minéralisation attribuable aux teneurs très élevés en chlorure (4970 mg/L) en phosphore (4,13 mg/L) en nitrites (6,93 mg/L), en nitrates (126,2 mg/L) et ions ammonium (1064 mg/L).

La valeur des matières sèches est de l'ordre de (70450 mg/L), les valeurs des matières volatiles sèches est de l'ordre de (16320 mg/L).

Cette caractérisation révèle que ce lixiviat est en première phase acide de biodégradation.

Le lixiviat est soumis à agitation dans une séries de réacteurs, des doses variables de boue sèche sont ajoutées afin de déterminer la dose optimale des boues qui permet le meilleur rendement d'élimination de la demande chimique en oxygène, puis on a procédé à l'optimisation du pH et du temps de contact nécessaire pour améliorer le rendement.

Le suivi de la DCO des solutions traitées a montré une diminution progressive au fur et à mesure de l'accroissement de la dose de boue sèche introduite jusqu'à une dose optimale de 4g/L puis elle commence à s'élever (Figure 2).

Taux de décoloration

A l'aide d'un spectrophotomètre UV, la sélection de la longueur d'onde maximale d'absorption de lixiviat brut (207nm) est effectuée. Le lixiviat traité est soumis à cette longueur d'onde et le taux de décoloration est calculé par la relation :

$$R(\%) = \frac{Abs_0 - Abs_t}{Abs_0} * 100$$

Avec Abs 0 et Abs t sont respectivement les absorbances à l'instant initial et à l'instant t.

La figure 3 montre que le traitement par les boues d'eau potable provoque la diminution de l'absorbance à la longueur d'onde (207nm) et par conséquent l'augmentation du taux de décoloration.

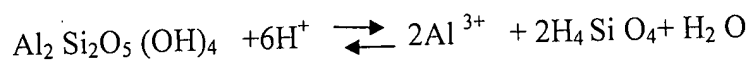
Effet du pH sur le traitement

Le pH présente un paramètre fondamental dans le déroulement de la réaction d'adsorption sur les boues vu qu'il influence la charge de surface des supports. Pour mettre en évidence l'effet de ce paramètre, on a réalisé des essais d'adsorption de lixiviat en présence d'une dose de boue de 4g/L. Le pH est ajusté dans une gamme de 4 à 12 (Figure 4).

Les meilleurs rendements sont obtenus pour des pH de 6, 10 et 11. Pour le lixiviat, il y a une neutralisation partielle des charges de la matière organique par adsorption sur la boue au pH 5 et 6, ce qui favorise l'élimination de la matière organique (Figure 4).

Dans les domaines de pH 6-8 les substances humiques s'adsorbent à la surface des floccs selon deux principaux mécanismes : l'un de type électrostatique entre le flocc chargé positivement et les acides humiques, l'autre par échange de groupement hydroxyde de floccs avec des ions humates, alors que pour des pH 4-5,5, les substances humiques sont neutralisées et précipitées par les formes solubles chargées positivement de l'aluminium.

L'augmentation de l'acidité favorise le ralarage des ions aluminium et des ions silicates de la matrice argileuse:



Le pH influence la capacité d'adsorption de la boue du fait qu'il modifie la distribution de la charge en surface. Il a été confirmé auparavant que pour un adsorbant riche en oxyde d'aluminium et de fer le maximum d'adsorption est atteint à des pH compris entre 3,5 et 6.

Traitement du lixiviat mature

Le lixiviat mature étudié est très chargé en matière organique avec une DCO de 27 000mg/l proche de celui de la décharge d'EL Kerma (Algerie) et de la décharge d'Akaouedo (Côte d'Ivoire) mais différent des autres décharges (Tableau 3). Cette différence peut être liée à l'âge, la nature et la quantité de déchets ainsi que les facteurs climatiques.

Tableau 3 : Comparaison de lixiviat mature étudié avec le lixiviat d'autres décharges

Décharges	Lixiviat mature	Moham-media	Marrakech	Fkih ben saleh	Agadir	Larache (Rmel)	Fes	Taza	El Jadida	Elkerma	Akaouedo (Cote d'Ivoire)	Etueffont (France)
DCO (mg/L)	27000	5058-69805	138000	18063	72000	63375	53200	5687,2	1005	28000	642 - 2739	1581

Le pH de lixiviat est de 7,65 cette augmentation par rapport au pH du lixiviat jeune (pH= 4) est due à la consommation des molécules organique acides, principalement les acides gras volatiles (AGV) par les microorganismes aérobies. L'aération du lixiviat permet la libération

du CO_2 par l'activité microbienne. Le CO_2 produit réagit avec l'eau en produisant l'ion bicarbonate HCO_3 qui tamponne le pH vers la neutralité (la dénitrification constatée au cours de l'essai peut également contribuer à l'augmentation du pH par la consommation de protons).

Traitement de lixiviat mature par les boues d'eau potable :

Pour les essais du traitement du lixiviat mature, nous avons procédé comme précédemment.

Le traitement de lixiviat mature par les boues d'eau potable consiste à un traitement par adsorption, la réduction de la DCO s'explique par l'insertion des molécules organiques entre les feuillets d'argile silico-alumineux, l'efficacité de ces boues dépend de leur minéralogie. Elles sont riches en silice (bon adsorbant), elles contiennent aussi des quantités importantes en aluminium et en fer ce qui permet de neutraliser les charges négatives des matières organiques contenues dans le lixiviat. La masse de boues de 2g/L permet la réduction de la DCO jusqu'à 10 000mg/L, ce qui représente un rendement d'élimination de 62,97% (figure 5). On remarque que la dose optimale pour le traitement de lixiviat mature est inférieure à la dose optimale pour le traitement de lixiviat jeune, cela peut être dû à l'âge et à la charge polluante de chaque lixiviat, la DCO du lixiviat jeune est de 91 200mg/l par rapport à la DCO du lixiviat mature qui est égale 27 000mg/L.

Effet du pH sur le traitement de lixiviat mature par les boues d'eau potable

Le pH optimal pour le traitement de lixiviat par les boues d'eau potable est le pH 6 qui donne un rendement d'élimination de la DCO de 85,2 % (Figure 6).

Cette étude a montré que le traitement de lixiviat par adsorption sur les boues d'eau potables a donné de bons rendements d'élimination de la DCO pour les deux types de lixiviats. Ces essais ont montré aussi que pour avoir un bon rendement il faut optimiser le pH et le temps de contact.

Revendications :

1-Procédé de traitement de lixiviat par adsorption caractérisé en ce que le lixiviat sera en contact avec une quantité des boues hydroxydes issues du traitement des eaux potables. Ces boues sont séchées et utilisées sans aucun traitement préalable.

2- Procédé de traitement de lixiviat par adsorption selon la revendication 1 caractérisé en ce que les boues renferment 37,5% de silice et 30,4 % de l'aluminium.

3- Procédé de traitement de lixiviat par adsorption selon les revendications 1 et 2 caractérisé en ce que les boues sont séchées à 105 °C, broyées et utilisées à l'état brute sans activation pour le traitement de lixiviat.

4- Procédé de traitement de lixiviat par adsorption selon les revendications de 1 à 3 caractérisé en qu'un litre de lixiviat mature à pH = 6 est traité avec de 2g des boues.

5-Procédé de traitement de lixiviat par adsorption selon les revendications 1 à 3 caractérisé en ce qu'un litre de lixiviat jeune à pH=6 est traité avec de 4g des boues.

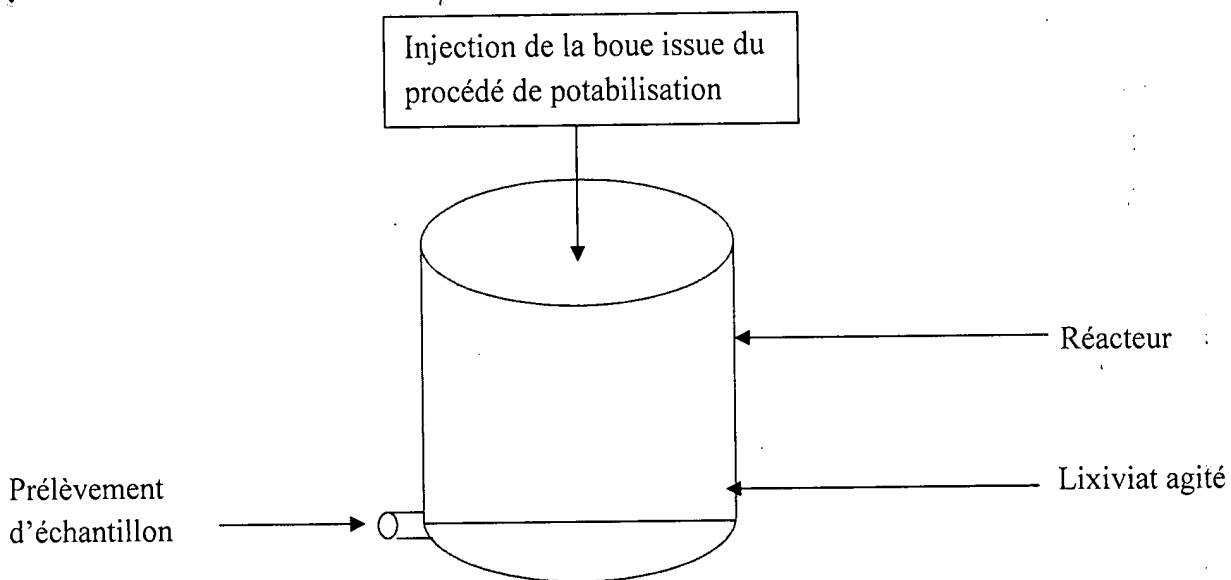


Figure 1 : traitement de lixiviat par adsorption sur les boues

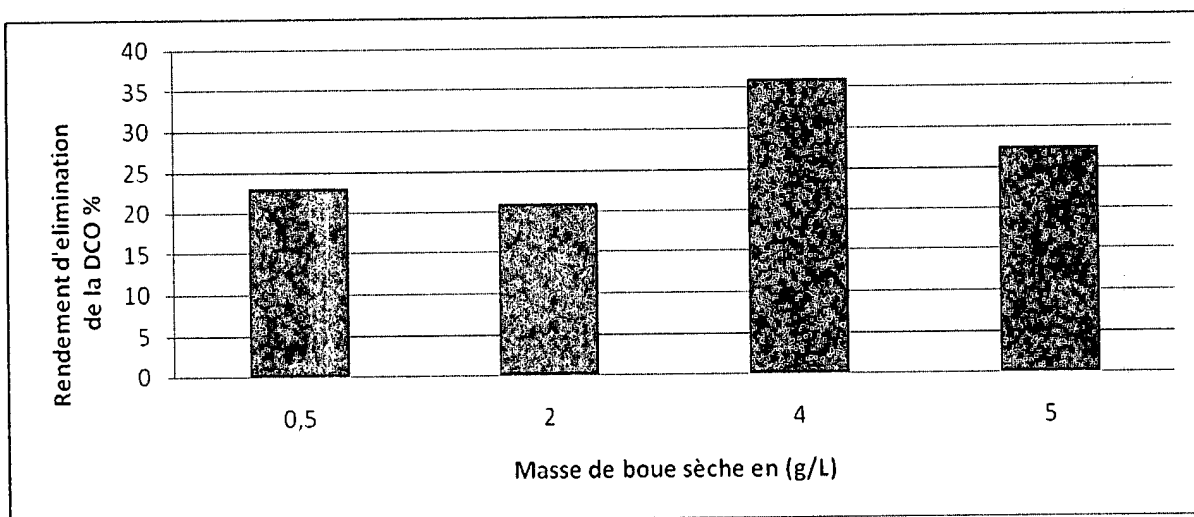


Figure 2 : Effet de la masse des boues sur le taux d'abattement de la DCO du lixiviat jeune

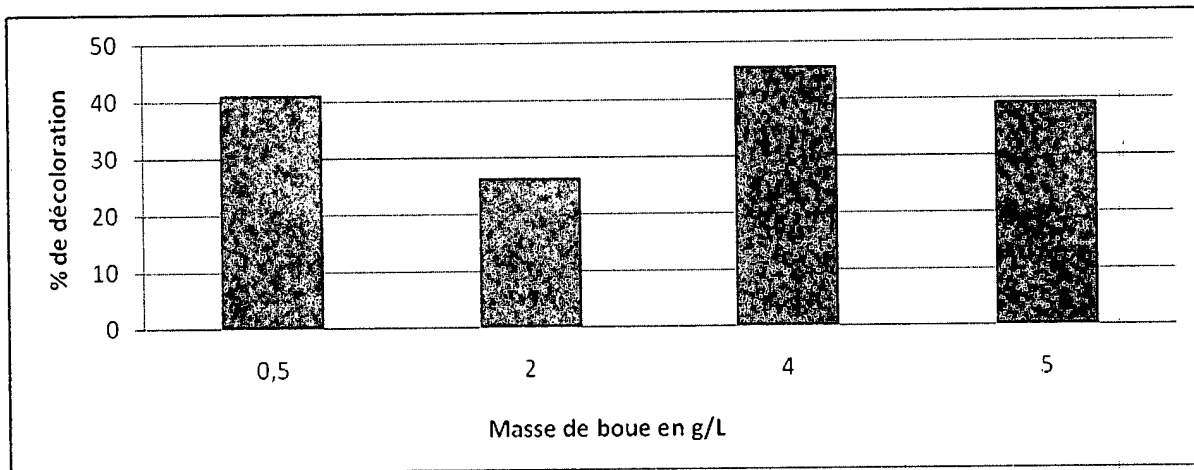


Figure 3: Effet de la masse des boues sur le taux de décoloration du lixiviat jeune

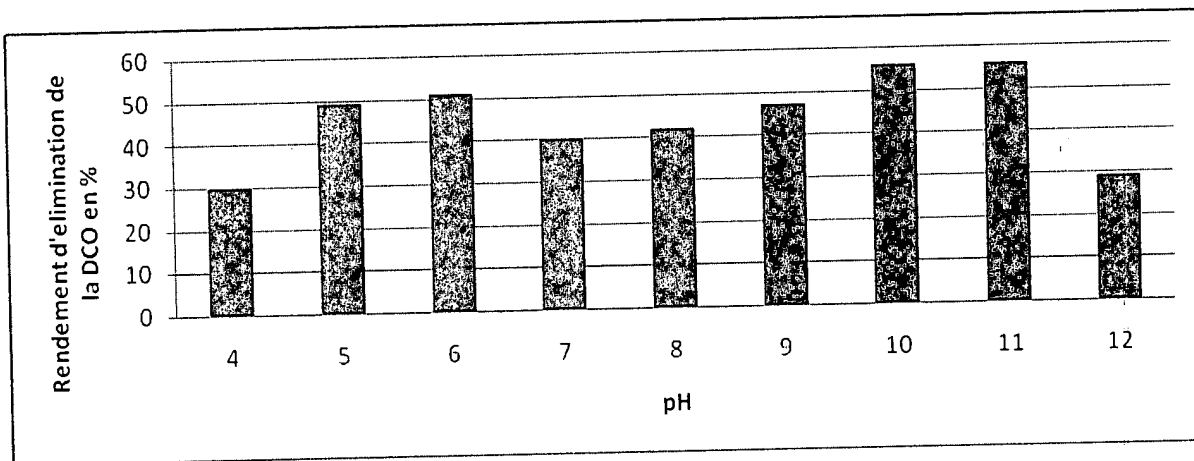


Figure 4 : Effet de pH sur le traitement de lixiviat jeune par les boues

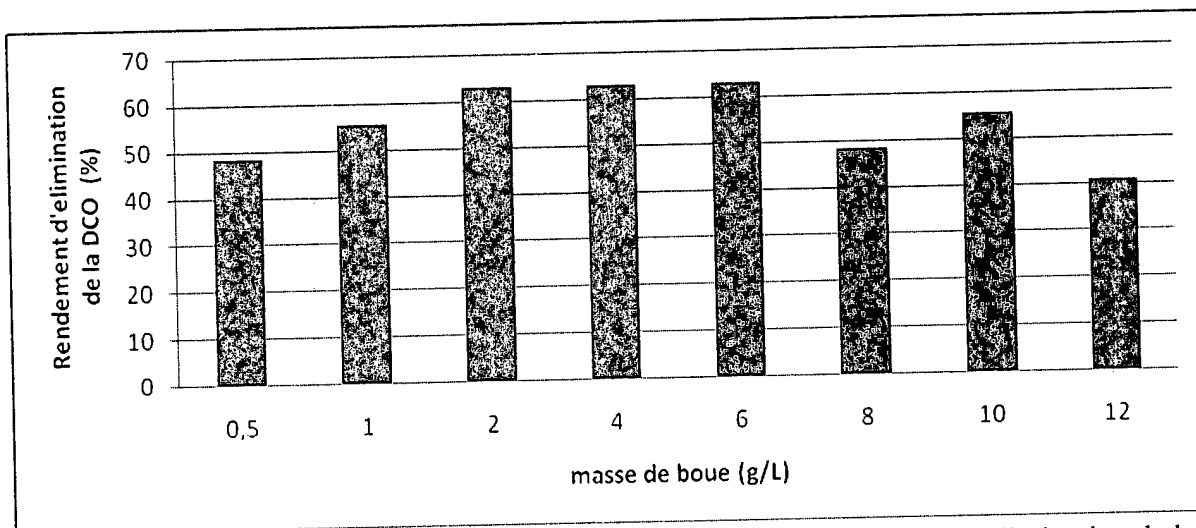


Figure 5 : Effet de la masse de boue d'eau potable sur le rendement d'élimination de la DCO de lixiviat mature

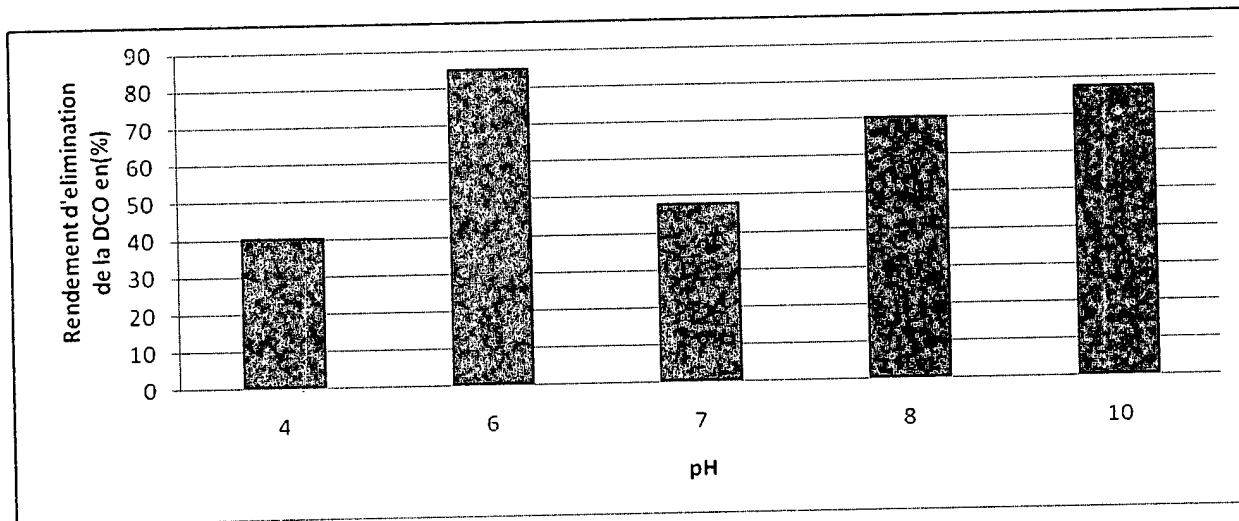


Figure 6 : Effet du pH sur l'adsorption de lixiviat mature par les boues d'eau potable

ROYAUME DU MAROC

OFFICE MAROCAIN DE LA PROPRIETE
INDUSTRIELLE ET COMMERCIALE



المملكة المغربية
المكتب المغربي
للملكية الصناعية والتجارية

**RAPPORT DE RECHERCHE DEFINITIF AVEC OPINION
SUR LA BREVETABILITE**

*Établi conformément à l'article 43.2 de la loi 17-97 relative à la
protection de la propriété industrielle telle que modifiée et
complétée par la loi 23-13*

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 38903	Date de dépôt : 10/03/2016
Déposant : UNIVERSITE HASSAN II DE CASABLANCA	
Intitulé de l'invention : TRAITEMENT DE LIXIVIAT PAR LES BOUES ISSUES DES USINES DE TRAITEMENT D'EAU POTABLE	
Classement de l'objet de la demande : CIB : C02F1/28, C02F11/12, B01J20/16	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants :	
Partie 1 : Considérations générales	
<input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport <input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité	
Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité	
<input type="checkbox"/> Cadre 3 : Remarques de clarté <input type="checkbox"/> Cadre 4 : Observations à propos de revendications modifiées qui s'étendent au-delà du contenu de la demande telle qu'initialement déposée <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: A. BRINI	Date d'établissement du rapport : 15/01/2018
Téléphone: (+212) 5 22 58 64 14	



Partie 1 : Considérations générales**Cadre 1 : base du présent rapport**

Les pièces suivantes servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Demande telle qu'initialement déposée
- Demande modifiée suite à la notification du rapport de recherche préliminaire :
- Revendications
5
 - Observations à l'appui des revendications maintenues
 - Observations des tiers suite à la publication de la demande
 - Réponses du déposant aux observations des tiers
 - Nouveaux documents constituant des antériorités :
 - Suite à la recherche complémentaire (Couvrant les documents de l'état de la technique qui n'étaient pas disponibles à la date de la recherche préliminaire)
 - Suite à la recherche additionnelle (couvrant les éléments n'ayant pas fait l'objet de la recherche préliminaire)

Partie 2 : Opinion sur la brevetabilité**Cadre 5: Déclaration motivée quant à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle**

Nouveauté (N)	Revendications 1-5	Oui
	Revendications aucune	Non
Activité inventive (AI)	Revendications 1-5	Oui
	Revendications aucune	Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-5	Oui
	Revendications aucune	Non

D1 : CN1603244A
D2 : CN1903754A
D3 : CN102626607A

1. Nouveauté (N) :

Aucun des documents susmentionnés ne divulgue les mêmes caractéristiques techniques telles que décrites dans les revendications 1-5, d'où celles-ci sont nouvelles conformément à l'article 26 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

2. Activité inventive (AI) :

Le document D1 qui est considéré comme étant l'état de la technique le plus proche de l'objet de la revendication 1 divulgue un procédé de préparation d'un adsorbant à partir des boues issues du traitement des eaux usées et son utilisation pour le traitement des eaux usées domestiques. Lesdites boues sont séchées à une température comprise entre 100-110°C, broyées pour obtenir

des particules de taille inférieure à 1 mm puis activées par immersion dans une solution d'acide sulfurique sous agitation. La boue est récupérée et séchée puis broyée avant d'être utilisée pour le traitement des eaux usées.

L'objet de la présente demande diffère de D1 en ce que les boues ne subissent aucun traitement d'activation.

Le problème que la présente demande se propose de résoudre peut être considéré comme étant la fourniture d'un procédé alternatif pour le traitement de lixiviat.

La solution ne semble pas être évidente pour les raisons suivantes :

Le document D2 divulgue un procédé de préparation de préparation d'un adsorbant à partir des boues issues du traitement des eaux usées et son réutilisation pour le traitement des eaux usées. Les boues sont séchées à 103°C pendant 24h, puis activées chimiquement par un mélange de solution contenant du chlorure de zinc et d'acide sulfurique. La matière solide subie ensuite une pyrolyse à 550°C pendant 2h, rincée en utilisant un mélange d'acide contenant du chlorure de zinc et lavée par de l'eau déminéralisée. Finalement, la boue est séchée à 103°C pendant 24h puis broyée.

Aucun document de l'art antérieur ne prévoit la préparation d'un adsorbant à partir des boues sans traitement par activation. Egalement, il n'y a aucune indication dans lesdits documents que la composition des boues comprend 37.5% de silice et 30.4% de l'aluminium.

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 implique une activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications 2-5 dépendent de la revendication 1 et satisfont donc en tant que telles aux exigences concernant l'activité inventive conformément à l'article 28 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

3. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention est susceptible d'application industrielle au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13, parce qu'il présente une utilité déterminée, probante et crédible.