PEOPLE'S DEMOCRATIC REPUBLIC OF ALGERIA MINISTRY OF HIGHER EDUCATION AND SCIENTIFIC RESEARCH

UNIVERSITY FARHAT ABBAS SETIF 1

FACULTY OF SCIENCES

DEPARTMENT OF CHEMISTRY

Thesis

Submitted in partial fulfilment of the requirements for the **Master's degree in**

CHEMISTRY

OPTION: Environmental Chemistry

Theme

Contribution to the decontamination of sludge from the wastewater treatment plant of the National Enterprise of Electrochemical Products ENPEC

Presented by: BOUCHEKOUM

Imane

Graduation date: 27/06/2026

Jury Members:

President: Pr. SELLOOM Djamel

Supervisor: Dr; ADDALA Abderazak

Examiner: Pr. ISSAADI Saifi

Guest member: Dr. Derafa Imad

2025/2026

Table of Contents

Table of Contents

I CHAPTER 1: THEORETICAL CONCEPTS AND DESCRIPTIONS OF THE HOST ORGANISATION 5

I.1 General Information on Wastewater 5

I.1.1 Definition of Wastewater 5

I.1.2 Origins of Wastewater 5

I.1.3 Characteristics of Industrial Effluents..... 6

I.1.4 Environmental Impact of Liquid Waste Discharge 8

I.2 Heavy Metals and Lead Toxicity..... 9

I.2.1 Heavy Metals 9

I.2.2 Lead (Pb) in the Environment: Sources and Persistence 11

I.2.3 Toxicological Impact and Bioaccumulation 11

I.2.4 Standards and Regulations (National and International) 13

I.2.5 Techniques Used to Remove Lead 17

I.3 Precipitation Using Hydroxides 20

I.3.1 Soda and Lime: The Most Common 20

I.3.2 The Main Precipitants 21

I.4 Introduction to NCEP (National Company for Electrochemical..... 24

Products) 24

I.4.1 Refining Unit 24

I.4.2 Electrolyte Unit 25

I.4.3 Battery Unit 28

I.4.4 Description of the On-Site Wastewater Treatment Plant (ENPEC) 32

Table of Contents

II CHAPTER 2: MATERIALS AND METHODS 35
II.1 Physicochemical Characterisation of Samples 35
II.1.1 pH Measurement 35
II.1.2 Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) 36
Table of Contents II.1.3 X-Ray Fluorescence Spectroscopy..... 38
II.2 Wastewater Sampling Methodology 39
II.2.1 Sampling Site 39
II.2.2 Sampling Points 39
II.2.3 Sampling Protocol 40
III CHAPTER 3: RESULTS AND DISCUSSION 43
III.1 Analysis of effluent samples prior to treatment (AAS) 43
III.2 A comparative study of the treatment of refining water using lime, soda (Imene Kecir thesis) and filtered lime water for the removal of lead 44
III.2.1 AAS analysis results (mg/L) 47
III.3 Preparation and saturation of filtered lime water 51
III.4 Study of Lime Reusability After Successive Extractions 53
III.4.1 A comparative study of the removal of lead from workshop effluent using limewater. 54
III.4.2 AAS analysis results (mg/L) 55
III.5 Structural and Elemental Characterisation of the Precipitates by XRF..... 57
III.5.1 Analysis of precipitates by X-ray fluorescence spectroscopy (XRF) 57
III.6 Valorisation of Sludge: Proposed Approaches..... 61
III.7 Conclusion 62

Abstract

This study investigates the decontamination of industrial wastewater generated by the wastewater treatment plant of the National Company for Electrochemical Products (NCEP) in Sétif, Algeria. The effluents, produced by the lead refining and battery manufacturing units, are characterised by extreme acidity and very high concentrations of lead (Pb^{2+}), reaching up to 148.84 mg/L far exceeding the Algerian discharge standard of 0.5 mg/L.

This work evaluates and compares three chemical precipitation approaches sodium hydroxide (NaOH), solid lime ($Ca(OH)_2$), and saturated filtered lime water applied to three raw effluent samples collected in 2026. The solid residues and filtrates were characterised using Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS) and X-Ray Fluorescence Spectroscopy (XRF).

Results demonstrate that solid lime generates up to 258 times more sludge than caustic soda due to massive gypsum formation, whilst NaOH produces a lead-rich precipitate (41.0 mass% Pb) suitable for recycling to the refining unit, but at a prohibitive cost (230 DZD/kg vs 17.42 DZD/kg for lime). Saturated filtered lime water emerged as the most promising approach, achieving residual Pb concentrations as low as 1.477 mg/L with virtually no sludge production.

Based on these findings, a two-stage treatment process is proposed: neutralisation of the acidic effluent with solid lime to pH 6.5–7, followed by selective lead precipitation using saturated lime water or a reduced quantity of NaOH. This approach combines operational simplicity, cost-effectiveness, and minimal sludge generation, offering an environmentally sound and practically applicable solution for the management of NCEP's industrial effluents.

Résumé

Cette étude porte sur la décontamination des eaux usées industrielles générées par la station d'épuration de l'Entreprise Nationale des Produits d'Électrochimie (ENPEC) de Sétif, en Algérie. Les effluents, produits par les unités de raffinage du plomb et de fabrication de batteries, se caractérisent par une acidité extrême et des concentrations très élevées en plomb

Abstract

(Pb^{2+}), atteignant jusqu'à 148,84 mg/L dépassant largement la norme algérienne de rejet fixée à 0,5 mg/L.

Ce travail évalue et compare trois approches de précipitation chimique l'hydroxyde de sodium (NaOH), la chaux solide ($Ca(OH)_2$) et l'eau de chaux saturée filtrée appliquées à trois échantillons d'effluents bruts collectés en 2026. Les résidus solides et les filtrats ont été caractérisés par spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA) et spectrométrie de fluorescence X (XRF).

Les résultats démontrent que la chaux solide génère jusqu'à 258 fois plus de boues que la soude caustique en raison d'une formation massive de gypse, tandis que le NaOH produit un précipité riche en plomb (41,0 % en masse de Pb) adapté au recyclage vers l'unité de raffinage, mais à un coût prohibitif (230 DZD/kg contre 17,42 DZD/kg pour la chaux). L'eau de chaux saturée filtrée s'est révélée être l'approche la plus prometteuse, réduisant les concentrations résiduelles en plomb à seulement 1,477 mg/L avec une production de boues quasi nulle.

Sur la base de ces résultats, un procédé de traitement en deux étapes est proposé : neutralisation de l'effluent acide par la chaux solide jusqu'à pH 6,5–7, suivie d'une précipitation sélective du plomb par l'eau de chaux saturée ou une quantité réduite de NaOH. Cette approche combine simplicité opérationnelle, rentabilité économique et minimisation des boues, offrant une solution environnementalement responsable et pratiquement applicable à la gestion des effluents industriels de l'ENPEC.

ملخص

تتناول هذه الدراسة إزالة التلوث من مياه الصرف الصناعية الناتجة عن محطة معالجة المياه التابعة للمؤسسة الوطنية للمنتجات الكهروكيميائية (ENPEC) بسطيف، الجزائر. تتميز هذه المياه، الصادرة عن وحدتَي تكرير الرصاص وتصنيع البطاريات، بحموضة شديدة وتركيزات مرتفعة جداً من الرصاص(Pb^{2+}) ، إذ بلغت 148,84 ملغ/لتر، متجاوزةً بكثير المعيار الجزائري المسموح به للتصريف المحدد بـ 0,5 ملغ/لتر.

تُقيّم هذه الدراسة وتُقارن بين ثلاثة أساليب للترسيب الكيميائي هيدروكسيد الصوديوم(NaOH) ، والجير الصلب ($Ca(OH)_2$)، وماء الجير المشبع المُرشَّح مطبَّقةً على ثلاث عينات من مياه الصرف الخام المأخوذة عام 2026. وقد خضعت

Abstract

المواد الصلبة الناتجة والمُرشَّحات للتوصيف باستخدام طيف الامتصاص الذري (AAS) وطيف الفلورة بالأشعة السينية (XRF).

أثبتت النتائج أن الجير الصلب يُنتج ما يصل إلى 258 مرة من الحمأة مقارنةً بالصودا الكاوية نظراً لتكوّن كميات ضخمة من الجبس، في حين يُنتج NaOH راسباً غنياً بالرصاص (41,0% كتلياً) قابلاً للتدوير نحو وحدة التكرير، غير أن تكلفته مرتفعة (230 دج/كغ مقابل 17,42 دج/كغ للجير). وقد تميّز ماء الجير المشبع المُرشَّح بوصفه الأسلوب الأكثر واعديةً، إذ خفّض تركيز الرصاص المتبقي إلى 1,477 ملغ/لتر مع إنتاج حمأة شبه معدومة.

استناداً إلى هذه النتائج، يُقترح اعتماد عملية معالجة ثنائية المرحلة: تعادل المياه الحمضية بالجير الصلب حتى pH 6,5–7، تليها ترسيب انتقائي للرصاص باستخدام ماء الجير المشبع أو كمية مخفّضة من NaOH. يجمع هذا الأسلوب بين البساطة التشغيلية والجدوى الاقتصادية وتقليص الحمأة، مما يُوفّر حلاً بيئياً مستداماً وقابلاً للتطبيق في إدارة المياه الصناعية لـ ENPEC.