

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SALAH BOUBNIDER, CONSTANTINE 03
FACULTE DE GENIE DES PROCEDES
DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCEDES DE L'ENVIRONNEMENT

N° d'ordre :... ..

Série :... ..

Mémoire

PRESENTE POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE MASTER
EN GENIE DES PROCEDES
OPTION : GENIE DES PROCEDE DE L'ENVIRONNEMENT

MODELISATION DU PROCESSUS DE COAGULATION-FLOCCULATION PAR PLAN D'EXPERIENCE

Présenté par :

- **HADJI Ikram**
- **DEBBACHE Ikram**

Dirigé par :

Mme ARRIS Sihem

Session : Juillet
2018-2019



Nous tenons à dire que nous avons réussie à réaliser ce modeste travail grâce à

‘Dieu’

Qui nous à donner le pouvoir, la santé, la volonté et le courage d’être arrivé jusqu’au là.

Nous remercions en

particulier notre encadreur

‘M^{me} *ARRIS SIHEM*’

Qui nous a honoré par son encadrement, sa direction, ses conseils et toutes ces remarques constructives pour le bon déroulement de notre travail.

Mes remerciements vont également à tous les membres du jury pour l’honneur qu’ils me font en acceptant de participer au jury.

Je remercie M^{elle} AYAT ASMA pour sa dévouement et son orientation durant toute la réalisation de ce projet .

A toute la promotion de Master 2 Génie de l’Environnement

Enfin, nous remercions tous ceux qui ont contribué de près Ou de loin à la réalisation de ce travail.



Dédicace

Je dédie ce travail :

*A mes chers parents ma mère et mon père pour leurs patiences
,leur amour ,leur soutien et leur encouragement .*

A mes sœurs :warda ,saïda ,dolly et amina

A mes frères :hassen et khaled

A mes chères amies :Nahla ,Sousou ,abbir ,Zina

Sans oublier mes camarades et tous les membres de ma famille





Dédicace

*Je dédie ce modeste travail à mes très chers **parents** qui m'ont toujours soutenu avec leur encouragement et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance, en hommage affectueux.*

*A mes frères **Samir** et **Ahmed***

*A mes sœurs **Souad** et **Zahra***

*A mon nièce **Assil***

*A mon neveu **Tedj Eddine***

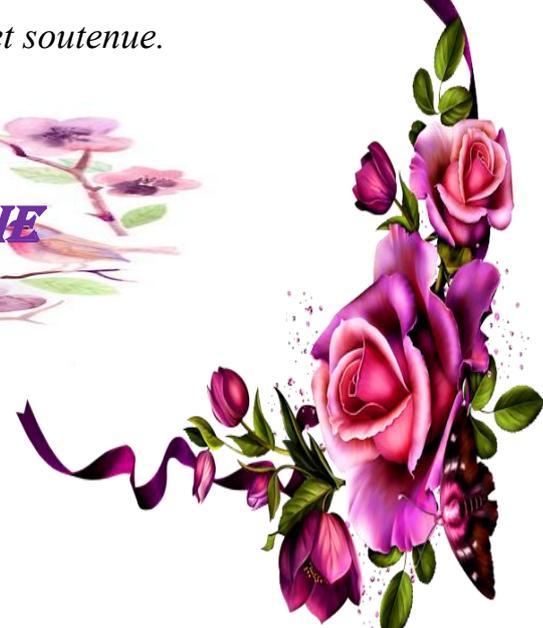
je vous souhaite un avenir plein de joie, de bonheur, de réussite et de sérénité. Je vous exprime à travers ce travail mes sentiments de fraternité et d'amour.

A mes cousins, mes cousines et toute ma famille

*A toutes mes amies : **Ahlem** et **Amel**.*

A toute mes amies de ma promotion.

Je remercie tous ceux qui m'ont aidé et soutenue.



IKRAM DEBBACHE

TABLE DES MATIERES

REMERCIEMANTS

DEDIDACE

LISTE DES FIGURES

LISTE DES TABLEAUX

LISTE DES ABREVIATIONS

Introduction générale..... 1

CHAPITRE I : GENERALITE SUR LES EAUX

I.1 INTRODUCTION 3

I.2 Le cycle de l'eau dans l'environnement3

I.3 Distribution de l'eau sur la planète4

I.4 Les eaux usées5

I.4.1 Les eaux usées domestiques5

I.4.2 Les eaux industrielles5

I.4.3 Les eaux pluviales5

I.5 Les principaux paramètres caractérisant les eaux usées6

I.6 Propriétés de l'eau6

I.6.1 Propriétés physiques7

I.7 Les paramètres de qualité des eaux7

I.7.1 Les paramètres organoleptiques7

I.7.1.1 Turbidité.....7

I.7.1.2 La couleur.....8

I.7.1.3 Goût et odeur.....8

I.7.2 Les paramètres physico-chimiques.....8

I.7.2.1 La température.....8

I.7.2.2 La dureté.....	8
I.7.2.3 Le pH	9
I.7.2.4 L'alcalinité	9
I.7.2.5 La conductivité	9
I.7.3 Les paramètre des substances indésirables	9
I.7.4 Les paramètres de substances toxiques.....	9
I.7.5 Les paramètres microbiologiques.....	10

CHAPITRE II : COAGULATION- FLOCCULATION ET DECANTATION

II.1 Coagulation et Flocculation.....	12
II.2 Les particules en suspension	12
II.3 Les particules colloïdales.....	12
II.4 Classification granulométrique des colloïdes	12
II.5 Les types de colloïdes.....	13
II.5.1 Les colloïdes hydrophiles	13
II.5.2 Les colloïdes hydrophobes	13
II.6 Théorie de la double couche	13
II.7 Le potentiel Zeta	14
II.8 La coagulation.....	15
II.8.1 Le principe du phénomène	15
II.8.2 Coagulants utilisés	15
II.8.3 Facteurs influençant la coagulation.....	17
II.9 Développement historique des bio-coagulants	21
II.10 Les coagulants naturels.....	21
II.11 Mécanisme de coagulation par les coagulants naturels.....	22
II.12 La flocculation	22
II.12.1 Le principe du phénomène	22
II.12.1.1 La flocculation péricinétique	23

II.12.1.2 La floculation orthocinétique	24
II.13 La decantation.....	24
II.13.1 Définition de la décantation.....	24
II.13.2 Les types de décantation.....	24
II.14 Le Plan d'expérience.....	24
II.14.1 Définition d'un plan d'expérience	24
II.14.2 Terminologie.....	25
II.14.3 Plans de surfaces et de réponse (RSM)	26
II.14.4 Plans composite centré	26
 CHAPITRE III : MATERIELS ET METHODES 	
III.1 Introduction	28
III.2 Produits utilisés	28
III.3 Matériels utilisés	30
III.3.1 JAR TEST	32
III.3.2 Optimisation du procédé de coagulation – floculation des effluents des eaux usées de STEP par analyse méthodologique de surface de réponse	34
 CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSION 	
IV.1 Introduction	36
IV.2 Partie A : FeCl ₃	38
IV.2.1 Analyse statistique et développement des modèles de régression.....	38
IV.2.1.1 Analyse du rendement de la turbidité	39
IV.2.1.2 Analyse du rendement de la DCO	42
IV.2.2 Optimisation du processus	44
IV.3 Partie B : cactus poudre.....	38
IV.3.1 Analyse statistique et développement du modèle de régression	46
IV.3.1.1 Analyse statistique du rendement de la turbidité	47
IV.3.1.2 Analyse du rendement de la DCO	49

IV.3.2 optimisation du processus	51
IV.4 Partie C : cactus liquide	53
IV.4.1 Analyse statistique et développement du modèle.....	53
IV.4.1.1 Analyse statistique du rendement de la turbidité.....	54
IV.4.1.2 Analyse statistique du rendement de la DCO.....	56
IV.4.2 Optimisation du processus	58
CHAPITRE V : CARACTERISATION DU CACTUS POUDRE.	
V.1 Introduction.....	63
V.2 Identification et dosage des fonctions de surface par la méthode de Boehm	63
V.3 Détermination du pH du point de zéro charge (pH _{pzc})	65
V.4 Indice iodique.....	66
V.5 Indice de bleu de méthylène	67
V.6 Indice de phénol	69
V.7 Analyse structurale par spectroscopie infrarouge (IR).....	70
Conclusion générale	72
Bibliographie	74
ANNEXES	
RESUME	

LISTE DES FIGURES

Figure I-1 : Cycle de l'eau [3].	4
Figure I-2 : Distribution de l'eau dans la planète [1].	4
Figure II-1 : L'état de surface des colloïdes selon la théorie de la double couche	14
Figure II-2 : Mécanismes et produits dérivés du sulfate d'aluminium lors de la coagulation.	17
Figure III-1 : Préparation du bio-coagulant (cactus poudre)	29
Figure III-2 : Préparation de bio-coagulant (cactus jus)	29
Figure III-3 : Balance analytique	28
Figure III-4 : pH mètre	30
Figure III-5 : Etuve	29
Figure III-6 : Agitateur	30
Figure III-7 : Spectrophotomètre infrarouge	29
Figure III-8 : Spectrophotomètre	31
Figure III- 9 : Jar-test	30
Figure III- 10 : Centrifugeuse	31
Figure III- 11 : Turbidimètre	32
Figure III- 13 : Conductimètre	31
Figure III - 14 : Réfrigérateur	32
Figure III- 15 : Jar-test	33
Figure III- 16 : Domaine d'étude	Error! Bookmark not defined.
Figure III- 17 : Les étapes suivies dans notre étude PEX	35
Figure IV- 1 : Optimisation de la dose du coagulant (a) : $FeCl_3$ et $AlSO_4$, (b) : cactus poudre, (c) : cactus jus	36
Figure IV-2 : Diagramme des effets et des interactions du rendement de la turbidité pour $FeCl_3$.	39
Figure IV-3 : Diagramme de parité pour la valeur expérimentale et prévue de l'élimination de la turbidité.	41
Figure IV-4 : Diagramme des effets et des interactions du rendement de la DCO de $FeCl_3$	42

Figure IV-5 : Variation du rendement en fonction de la dose du FeCl_3 et le pH (a et b) rendement de l'élimination de la turbidité, (c et d) rendement de l'élimination de la DCO...	44
Figure IV-6 : Diagramme des effets et interaction de la turbidité du cactus poudre.....	47
Figure IV-7 : Valeurs prédites vs valeurs expérimentales de l'élimination de la turbidité.....	48
Figure IV-8 : Diagramme des effets et des interactions du rendement de la DCO du cactus poudre.....	49
Figure IV-9 : Valeurs prédites vs valeurs expérimentales de l'élimination de la DCO par le cactus poudre.....	50
Figure IV-10 : Variation du rendement en fonction de la DCO et le pH, (a et b) rendement de L'élimination de la turbidité, (c et d) rendement de l'élimination de la DCO.....	51
Figure IV.11 : Diagramme des effets et interaction du rendement de la turbidité en utilisant le cactus jus.....	54
Figure IV-12 : Les valeurs prédites vs expérimentales de l'élimination de la turbidité par le cactus jus.....	56
Figure IV-13 : Diagramme des effets et interaction du rendement de DCO en utilisant le cactus jus.....	57
Figure IV-14 : Variation de la réduction de la turbidité et la DCO en fonction de la dose et pH, (a et b) : turbidité, (c et d) : DCO.....	59
Figure V-1 : Détermination des fonctions acides et basiques de surface.....	60
Figure V-2 : pH du point de charge zéro du cactus.....	61
Figure V-3 : Détermination d'indice de bleu méthylène.....	63
Figure V-4 : Spectre IR du cactus poudre.....	64

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I- 1: Les propriétés physiques de l'eau les plus intéressantes sont les suivantes	7
Tableau I- 2: Normes des substances indésirables.	9
Tableau I- 3: Les normes des substances toxiques	10
Tableau II- 1: La distance des séparant.....	15
Tableau II- 2: Dérivés des sels d'aluminium et de fer.	15
Tableau II- 3: Différents types des plans d'expériences.	25
Tableau III- 1: Produits utilisés.....	28
Tableau III- 2: Paramètres critiques	33
Tableau IV- 1: Caractérisation des eaux usées étudiées.....	36
Tableau IV- 2: Intervalle des doses des coagulants utilisés.	38
Tableau IV- 3: Domaine d'étude du FeCl ₃	38
Tableau IV- 4: plan d'expérience CCD de l'élimination de la turbidité et la DCO par FeCl ₃	38
Tableau IV- 5: ANOVA de la turbidité (%) (FeCl ₃).....	41
Tableau IV- 6: ANOVA de la DCO (%) (FeCl ₃).....	43
Tableau IV- 7: les valeurs optimales du FeCl ₃	46
Tableau IV- 8: Domaine d'étude du cactus poudre.	46
Tableau IV- 9: plan d'expérience CCD de l'élimination de la turbidité et la DCO par cactus poudre.	47
Tableau IV- 10: ANOVA de la TUR (%) (cactus poudre).....	48
Tableau IV- 11: ANOVA DCO (%) (cactus poudre).....	50
Tableau IV- 12: Les valeurs optimales du cactus poudre.....	52
Tableau IV- 13: Domaine d'étude du cactus jus.....	53
Tableau IV- 14: Plan d'expérience CCD de l'élimination de la turbidité et la DCO par cactus liquide.	54
Tableau IV- 15: Tableau ANOVA de la turbidité (%) (cactus jus)	55
Tableau IV- 16: ANOVA DCO (%) (cactus jus).....	57
Tableau IV- 17: Les valeurs optimales du cactus jus.....	60
Tableau IV- 18: Caractérisation des eaux usées après traitement par le cactus jus et poudre.	60
Tableau V- 1: Détermination de des fonctions de surface.....	64
Tableau V- 2: Détermination du pH _{pzc}	66
Tableau V- 3: Capacité d'adsorption de bleu de méthylène.	68
Tableau V- 4: Concentration du phénol résiduaire.	69

Introduction

générale

Introduction générale

La qualité de l'eau, à travers l'Histoire, a été un facteur important pour assurer le bien-être humain. Actuellement, un des problèmes environnementaux les plus graves est la pollution de l'hydrosphère, qui est menacée, pour une grande part, par l'activité humaine. Dans les pays développés et ceux en voie de développement, la qualité de cet élément vital est en détérioration à cause des déchets des industries chimiques déversés dans la nature.

Parmi les matières qui représentent un risque potentiel pour la nature figure les matières en suspensions, qui sont des micropolluants ; des métaux lourds des virus, des bactéries, lorsqu'ils sont rejetés en quantités très faibles, leur toxicité se développe par bioaccumulation.

Un certain nombre d'approches sont utilisées dans l'enlèvement des matières colloïdales (métaux lourds, virus, bactéries...) comme l'osmose inverse, le traitement à la chaux, l'échange d'ions, l'adsorption sur charbon actif. Cependant, un privilège particulier est accordé à l'utilisation des produits d'origine naturelle, d'où le choix du cactus, un produit naturel et abondant.

Dans ce contexte, le but du présent mémoire de master consiste à étudier la pertinence de l'utilisation du cactus en ces deux forme poudre et liquide dans le traitement des eaux usées de la station d'épuration de FERJIOUA. L'objectif spécifique de ce travail est de montrer les performances du cactus dans l'élimination des matières en suspension.

Le plan du présent travail est organisé en cinq chapitres, en plus d'une introduction et une conclusion générale, dont le premier constitue une généralité sur les eaux.

Le chapitre II : présente une introduction sur la coagulation floculation, suivi par la présentation étalée du procédé de la coagulation floculation. Par la suite une présentation des différents paramètres influençant la coagulation floculation ainsi que le plan d'expérience.

Le chapitre III : consacré à la description des matériels et des méthodes utilisés pour les expériences réalisées en laboratoire.

Dans le chapitre IV sont présentées les analyses et les interprétations des résultats obtenus lors de la réalisation des essais sur le Jar test, est réservé à la présentation des résultats de la modélisation.

Et le chapitre V sont présentées la caractérisation du cactus poudre.

A la fin une conclusion générale est présentée, ou seront rappelés les objectifs fixés et les résultats obtenus avec des recommandations.

Chapitre I :

Généralités sur

les eaux

I.1 INTRODUCTION

Compte tenu de tous les contaminants auxquels les eaux de surface sont exposées depuis le moment où elles tombent sous forme de précipitations jusqu'au moment où l'on s'en sert comme source d'approvisionnement, il est important de bien comprendre les caractéristiques de la source d'eau de surface pour être en mesure de fournir un approvisionnement continu en eau potable salubre.

La quantité d'eau disponible et la qualité de l'eau varient selon les saisons. Les événements météorologiques extrêmes, comme les fortes chutes de pluie et les sécheresses prolongées, influent également sur la quantité et la qualité des sources d'eau.

La compréhension de ces variations et de leur incidence sur le système de traitement est l'un des principaux facteurs pour un approvisionnement continu en eau potable salubre [1].

Au cours de ce chapitre, nous avons décrit brièvement les principales caractéristiques des eaux et les étapes conventionnelles de potabilisation d'une eau de surface dans une station de traitement.

I.2 Le cycle de l'eau dans l'environnement

Sur la terre l'eau est la seule substance qu'on trouve dans ses trois phases à l'état naturelle : solide (glace, neige), liquide (eau liquide) et gazeuse (vapeur). L'eau s'évapore, se condense et se précipite conventionnellement dans un cycle infini [2].

L'eau s'évapore à la surface des fleuves, des lacs, des mers et des océans, lorsque la quantité d'eau dans l'atmosphère devient suffisamment grande, la vapeur se condense sur les particules en suspension, dans l'air pour former les nuages, les nuages précipitent éventuellement sous forme de pluies, l'eau qui est libérée ruisselle vers les rivières et les fleuves [2].

En ayant une bonne compréhension de ce cycle, on peut mieux déterminer quelles sont les exigences relatives à la salubrité et au traitement qui s'appliquent à l'eau brute provenant de ces sources [1].

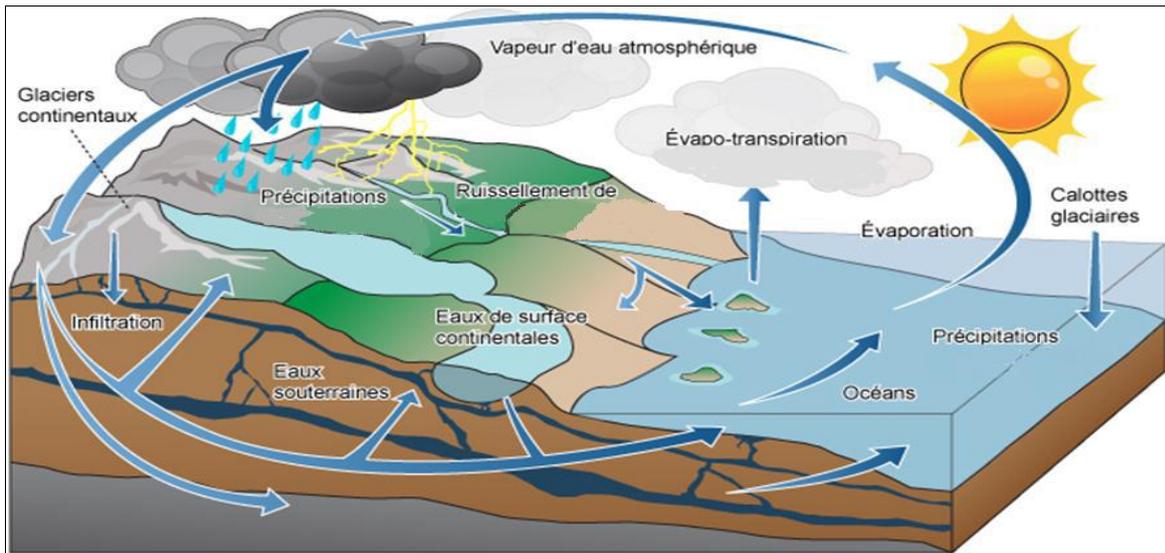


Figure I-1 : Cycle de l'eau [3].

I.3 Distribution de l'eau sur la planète

De toute l'eau de la Terre, seulement 3% est de l'eau douce, le reste (97%) étant de l'eau salée. L'eau douce est répartie comme suit : 68.7% dans les calottes glaciaires et les glaciers, 30.1 % en eaux souterraines et environ 0,3% en eaux de surface. De ce 0,3 %, 2 % se trouve dans les cours d'eau, 11 % dans les marécages et 87 % dans les lacs [1].

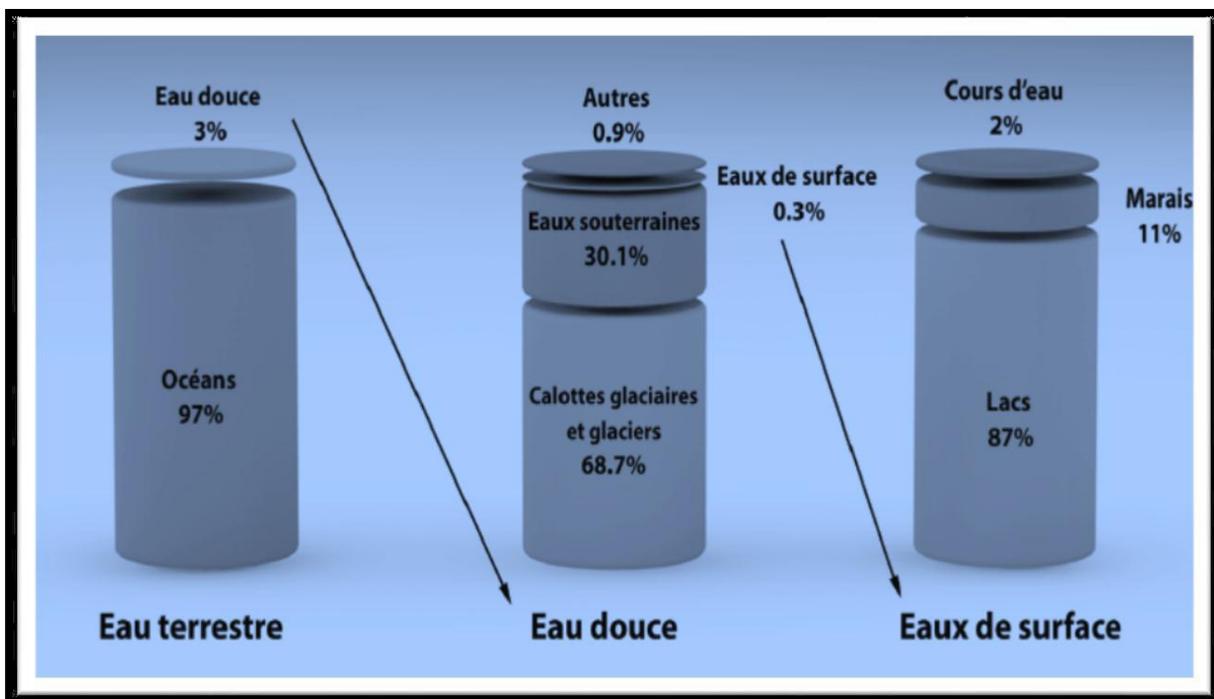


Figure I-2 : Distribution de l'eau dans la planète [1].

I.4 Les eaux usées

On distingue trois grandes catégories d'eaux usées : les eaux domestiques, les eaux Industrielles et les eaux pluviales [4] [5].

I.4.1 Les eaux usées domestiques

Elles proviennent des différents usages domestiques de l'eau. Elles sont essentiellement porteuses de pollution organique. Elles se répartissent en eaux ménagères, qui ont pour origine les salles de bains et les cuisines, et sont généralement chargées de détergents, des graisses, de solvants, de débris organiques, etc. Et en eaux de "vannes"; il s'agit des rejets des toilettes, chargées de diverses matières organiques azotées et de germes fécaux.

La pollution journalière produite par une personne utilisant de 150 à 200 litres d'eau est évaluée à:

- de 70 à 90 grammes de matières en suspension
- de 60 à 70 grammes de matières organiques
- de 15 à 17 grammes de matières azotées
- 4 grammes de phosphore
- plusieurs milliards de germes pour 100 ml [4] [5].

I.4.2 Les eaux industrielles

Elles sont très différentes des eaux usées domestiques. Leurs caractéristiques varient d'une industrie à l'autre. En plus de matières organiques, azotées ou phosphorées, elles peuvent également contenir des produits toxiques, des solvants, des métaux lourds, des micropolluants organiques, des hydrocarbures, ...etc. Certaines d'entre elles doivent faire l'objet d'un prétraitement de la part des industriels avant d'être rejetées dans les réseaux de collecte. Elles sont mêlées aux eaux domestiques que lorsqu'elles ne présentent plus de danger pour les réseaux de collecte et ne perturbent pas le fonctionnement des usines de dépollution [4] [5].

I.4.3 Les eaux pluviales

Peuvent, elles aussi, constituer la cause de pollutions importantes des cours d'eau, notamment pendant les périodes orageuses. L'eau de pluie se charge d'impuretés au contact de l'air (fumées industrielles), puis, en ruisselant, des résidus déposés sur les toits et les chaussées des villes (huiles de vidange, carburants, résidus de pneus et métaux lourds...). En outre, lorsque le système d'assainissement est dit "unitaire", les eaux pluviales sont mêlées aux eaux usées domestiques. En cas de fortes précipitations, les contraintes de préservation des installations d'épuration, peuvent imposer un déversement ("délestage") de ce mélange très pollué dans le

milieu naturel. Enfin, dans les zones urbaines, les surfaces construites rendent les sols imperméables et ajoutent le risque d'inondation à celui de la pollution [4] [5].

1.5 Les principaux paramètres caractérisant les eaux usées

Les principaux paramètres qui mesurent les matières polluantes des eaux usées domestiques sont :

- Les matières en suspension (MES) exprimées en mg/litre; Ce sont les matières non dissoutes contenues dans l'eau. Elles comportent à la fois des éléments minéraux et organiques [6].
- La demande biochimique en oxygène (DBO), exprimée en mg d'oxygène par litre. Elle exprime la quantité de matières organiques biodégradables présente dans l'eau [7]. Plus précisément, ce paramètre mesure la quantité d'oxygène nécessaire à la destruction des matières organiques grâce aux phénomènes d'oxydation par voie aérobie d'une manière biologique. Pour mesurer ce paramètre, on prend comme référence la quantité d'oxygène consommé au bout de cinq jours (DBO₅) [8].
- La demande chimique en oxygène (DCO), exprimée en mg d'oxygène par litre. Elle représente la teneur totale de l'eau en matières oxydables. Ce paramètre correspond à la quantité d'oxygène qu'il faut fournir pour oxyder par voie chimique ces matières [9].

Les teneurs en azote et en phosphore sont également des paramètres très importants.

Les rejets excessifs de phosphore et d'azote contribuent à l'eutrophisation des lacs et des cours d'eau. Ce phénomène se caractérise par la prolifération d'algues et la diminution de l'oxygène dissous, ce qui appauvrit la faune et la flore des eaux superficielles (cours d'eau, lacs, etc.).

Cette fragilité du milieu naturel a été prise en compte par la réglementation avec la notion de "zones sensibles".

Les eaux usées contiennent aussi des contaminants microbiologiques, bactéries, virus pathogènes et parasites. Le rejet des eaux usées à proximité de lieux de baignade ou de zone d'élevage de coquillages fait courir un risque pour la santé. Il doit faire l'objet de précautions particulières.

Pour quantifier globalement les matières polluantes contenues dans les eaux usées domestiques (et assimilées), on utilise comme unité de mesure "l'équivalent-habitant". La notion d'équivalent-habitant est utilisée pour quantifier la pollution émise par une agglomération à partir de la population qui y réside et des autres activités non domestiques.

Selon la définition de la directive européenne du 21 mai 1991 "relative au traitement des eaux urbaines résiduaires", un équivalent-habitant représente une DBO₅ de 60 g d'oxygène par jour [10].

A titre d'illustration, la quantité de matières polluantes produite par Paris représente 13,4 millions d'équivalents-habitants par jour. Cette notion sert aussi à déterminer la capacité de traitement d'une station d'épuration urbaine [11].

1 EH = 60 g de DBO₅/jour en entrée de la station soit 21,6 kg de DBO₅/an.

I.6 Propriétés de l'eau

Indispensable à la vie, catalyseur de nombreuses réactions chimiques, l'eau est également le principal agent d'érosion et de sédimentation et donc un facteur déterminant la formation des paysages. Le caractère banal de l'eau qui nous environne, fait parfois oublier que ce liquide qui nous est si familier, s'avère en réalité par ses propriétés si particulières à la fois le fluide le plus indispensable à la vie et celui dont la complexité est la plus remarquable [13].

I.6.1 Propriétés physiques

Tableau I- 1: Les propriétés physiques de l'eau les plus intéressantes sont les suivantes.

Propriété		Unité de mesure	Valeur	Référence
Chaleur massique		kJ/kg.c°	4.18	[1]
Chaleur latente		kJ/kg	2454	[14]
La masse volumique		g/cm ³	1	[15]
La viscosité	Dynamique	Pa.s	1,002 * 10 ⁻³	[16]
	Cinématique	m ² .s ⁻¹	1,007 * 10 ⁻⁶	[16]
La tension superficielle		N.m ⁻¹	72,8 * 10 ⁻³	[16]
la conductivité électrique		µs/m	4.2	[16]

I.7 Les paramètre de qualité des eaux

La qualité de l'eau peut être jugée par rapport à trois types de paramètres :

I.7.1 Les paramètres organoleptiques

Il s'agit de la saveur, de la couleur, de l'odeur et de la transparence de l'eau. Ils n'ont pas de signification sanitaire mais, par leur dégradation, peuvent indiquer une pollution ou un mauvais fonctionnement des installations de traitement ou de distribution [14].

I.7.1.1 Turbidité

La turbidité d'une eau est due à la présence des particules en suspension, notamment colloïdales : argiles, limons, grains de silice, matières organiques ...etc.

L'appréciation de l'abondance de ces particules mesure son degré de turbidité. Celui-ci sera d'autant plus faible que le traitement de l'eau aura été plus efficace [17].

Les mesures de turbidité sont de précieux indicateurs de la qualité de l'eau, tout comme les mesures bactériologiques. Des mesures de turbidité élevées ou une fluctuation des mesures peuvent indiquer un traitement inadéquat de l'eau ou un problème de qualité de l'eau. Exprimée en unité NFU (Nephelometric Formazine Unit) ou en unité NTU (Nephelometric Turbidité Unit), on obtient sur les eaux de surface des valeurs qui oscillent généralement entre 10 et 50 NTU, mais après de fortes précipitations on peut dépasser 100, voire 200 NTI [18].

I.7.1.2 La couleur

La couleur peut être due à certaines impuretés minérales (fer) mais le plus souvent à certaines matières organiques dissoutes (acides humiques, fulvique). Elle doit être éliminée pour rendre l'eau agréable à boire [17].

I.7.1.3 Goût et odeur

Le goût peut être défini comme : l'ensemble des sensations gustatives, olfactives et de sensibilité chimique commune perçue lorsque l'aliment ou la boisson est dans la bouche [16].

L'odeur peut être définie comme : l'ensemble des sensations perçues par l'organe olfactif en flairant certaines substances volatiles [17].

Dans le cas d'une eau potable, l'apparition ou le changement de goût et d'odeur peuvent être signe d'activité microbienne et de lacune dans le traitement ou de contamination dans le réseau de distribution. Par ailleurs, une eau traitée peut avoir un goût plus prononcé qu'une eau non potable du fait du chlore résiduel [17].

I.7.2 Les paramètres physico-chimiques

Il s'agit des caractéristiques de l'eau, ces caractéristiques sont en relation avec la structure naturelle de l'eau.

I.7.2.1 La température

La température est un paramètre important dans l'étude et la surveillance des eaux qu'elles soient souterraines ou superficielles. Pour que l'eau potable soit désaltérante, sa température doit se situer entre 8 et 15°C ; entre 20 et 25 °C, elle désaltère mal [14].

I.7.2.2 La dureté

La dureté a un caractère naturel lié au lessivage des terrains traversés et correspond à la teneur en calcium et en magnésium. La dureté s'exprime généralement en degré Français ou en milliéquivalents/l.

1°F= 4 mg/ l de Ca ou 2.43 mg/l de Mg ou 10 mg/ l de CaCO₃.

Les eaux de surface, généralement moins riches en acide carbonique et en oxygène dissous que les eaux souterraines, ont une dureté moins élevée que ces dernières [13].

I.7.2.3 Le pH

Plus il y a d'ions H^+ , plus l'eau est acide et plus le pH est bas. Le pH est habituellement donné sur une échelle de 0 à 14 [13].

I.7.2.4 L'alcalinité

L'alcalinité correspond à la capacité de l'eau de limiter ou, en termes plus techniques, de tamponner les variations du pH [1].

L'alcalinité d'une eau correspond à la présence de bases et de sels d'acides faibles. Dans les eaux naturelles, l'alcalinité résulte le plus généralement à la présence d'hydrogencarbonates, carbonates et hydroxydes [1].

I.7.2.5 La conductivité

D'une façon générale, la conductivité s'élève progressivement de l'amont vers l'aval des cours d'eau, les écarts sont d'autant plus importants que la minéralisation initiale est faible [17]. La conductivité électrique s'exprime en micro siemens/cm [14].

I.7.3 Les paramètres des substances indésirables

Pour les substances suivantes, les valeurs des concentrations doivent être inférieures ou égales aux valeurs indiquées dans le tableau ci-après :

Tableau I- 2: Normes des substances indésirables [18].

Substance	Valeur limite
Nitrates (NO_3)	0.1 mg/l
Ammonium (NH_4)	0.1 mg/l
Fer (Fe)	200 μ g/l
Manganèse (Mn)	50 μ g/l
Cuivre (Cu)	2 mg/l
Fluor (F)	1.5 mg/l
Hydrocarbures dissous ou émulsionnés	0.1 μ g/l

I.7.4 Les paramètres des substances toxiques

Pour les substances suivantes, les valeurs des concentrations doivent être inférieures ou égales aux valeurs indiquées dans le tableau ci-après :

Tableau I-3 : Les normes des substances toxiques [18].

Substances	Valeurs $\mu\text{g/l}$
Plomb	10
Cadmium	5
Mercure	1
Chrome	50
Cyanure	50
Arsenic	10
Nickel	20

I.7.5 Les paramètres microbiologiques

L'eau ne doit pas contenir de germes pathogènes en particulières Salmonelle et les Escherichia coli dans 5 litres d'eau prélevée, en Staphylocoques dans 100 ml d'eau prélevée. L'eau ne doit pas contenir de Coliformes streptocoques dans 100000 litres d'eau prélevée [18].

Chapitre II :
Coagulation
Floculation
Décantation

II.1 Coagulation et Floculation

La coagulation et la floculation sont au cœur du traitement de l'eau potable et usée. Il s'agit ici du traitement de clarification que nous effectuons sur une eau brute suivant le dégrillage et le dessablage [19].

II.2 Les particules en suspension

Les particules en suspension dans une eau de surface proviennent de l'érosion des terres, de la dissolution de substances minérales et de la décomposition de substances organiques. À cet apport naturel, il faut ajouter les déversements d'eaux d'égout domestiques, industrielles et agricoles. En général, la turbidité de l'eau est causée par des particules de matières inorganiques (particules de glaise et d'argile) alors que sa couleur est imputable à des particules de matières organiques et d'hydroxyde de métal (le fer, par exemple) [20].

II.3 Les particules colloïdales

Les particules colloïdales sont des matières inertes ou vivantes (argiles, hydroxydes métalliques, micro-organisme, fibres, pulpes, protéines, etc. ...) qui ont une taille très petite comprise entre 1nm et 1µm [21].

L'origine des colloïdes est très diverse. On peut citer l'érosion des sols, la dissolution des substances minérales, la décomposition des matières organiques, le déversement des eaux résiduaires urbaines et industrielles ainsi que les déchets agricoles [22].

II.4 Classification granulométrique des colloïdes

La classification par taille, est une étape importante, dans l'étude des colloïdes. Elle est considérée comme base dans le choix de la technique adéquate pour chaque classe de taille concernée. Quatre familles de particules sont généralement utilisées pour distinguer les différents contaminants des eaux usées urbaines [23].

- La fraction soluble composée de particules de tailles inférieures à 0,001 µm,
- La fraction colloïdale composée de particules de taille comprise entre 0.001 et 1 µm,
- La fraction sédimentable ou décantable composée de particules de taille supérieure à 100 µm.

II.5 Les types de colloïdes

Les particules colloïdales sont classées en deux catégories suivant leur comportement vis-à-vis de l'eau. Il s'agit des particules hydrophobes et hydrophiles [24].

II.5.1 Les colloïdes hydrophiles

Les hydrophiles sont des micromolécules complexes à nombre élevé d'atomes, et qui englobent la plupart des corps de la chimie organique [25].

Les particules hydrophiles déshydratées se dispersent spontanément dans l'eau et sont entourées de molécules d'eau qui préviennent tout contact ultérieur entre ces particules [26].

Parmi les substances de cette nature, on peut citer les protéines, les savons, la gélatine et la matière organique naturelle. Les colloïdes hydrophiles sont plus difficiles à déstabiliser que les solutions hydrophobes. En effet, il faut agir d'abord sur les molécules d'eau qui les entourent pour permettre leur agglomération [24].

II.5.2 Les colloïdes hydrophobes

Les hydrophobes sont des micelles ou agrégats de molécules simples, dissoutes et qui comprennent la plupart des corps de la chimie minérale [25].

Les particules hydrophobes ne sont pas entourées de molécules d'eau, leur dispersion dans l'eau n'étant pas spontanée. On doit la faciliter à l'aide de moyens chimiques ou physiques [26]. Ce sont en général des particules minérales telles que la silice et les argiles [21].

II.6 Théorie de la double couche

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 ce phénomène [27].

- **Théorie de Helmholtz** : une couche d'ions positifs recouvre intégralement la surface du colloïde et assure la neutralité de l'ensemble (couche fixée) ;
- **Théorie de Gouy-Chapman** : la couche d'ions positifs est inégalement répartie autour du colloïde ; la neutralité est obtenue à une plus grande distance (couche diffuse) ;
- **Théorie de Stern** : qui combine les deux théories précédentes et considère la formation d'une double couche : la première formée d'ions du liquide mais adhérente au colloïde, la seconde diffuse dans le liquide environnant.

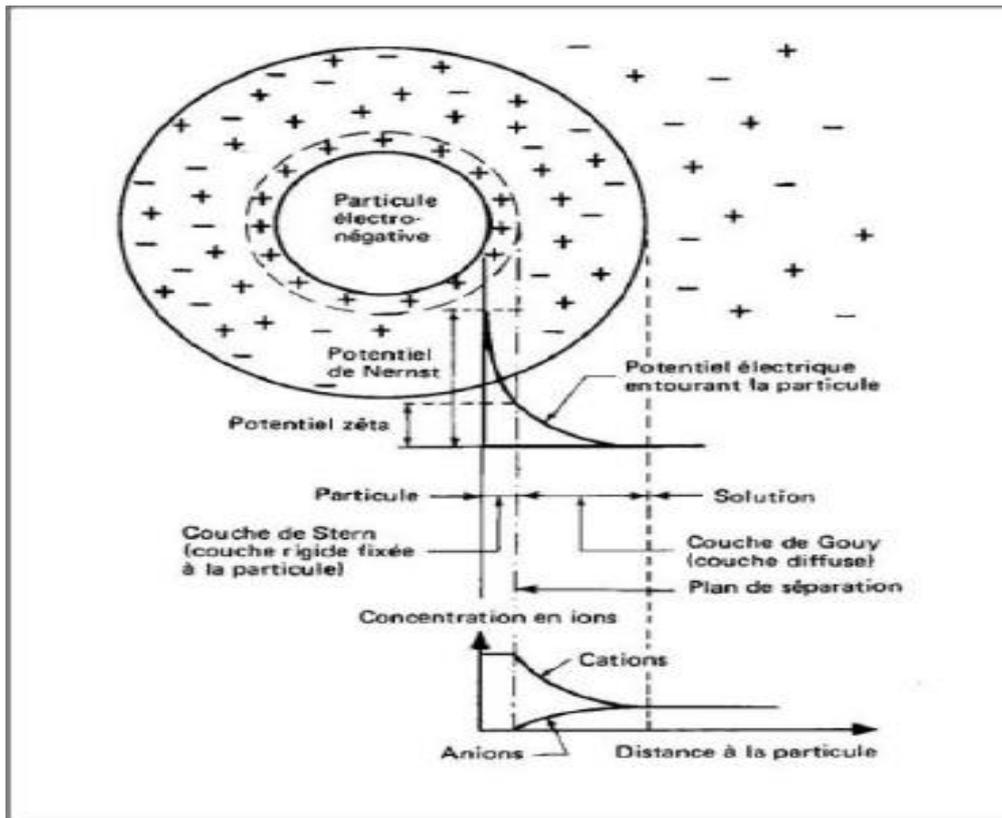


Figure II-1 : L'état de surface des colloïdes selon la théorie de la double couche.

II.7 Le potentiel Zeta

La limite entre la couche de STERN et celle de GOUY, définit le plan de cisaillement [28]. Le potentiel électrostatique mesuré au plan de cisaillement est appelé potentiel Zêta [26]. En pratique, il est négatif, plus la charge de la particule s'intensifie (négativement). Ainsi, au fur et à mesure qu'il diminue en valeur absolue, les particules peuvent s'approcher les unes des autres plus étroitement, ce qui accroît les probabilités de collision [29]. L'annulation du potentiel Zêta est l'objectif de la coagulation. Cela permet de déstabiliser les particules et de favoriser leurs agglomérations [30].

II.8 La coagulation

II.8.1 Le principe du phénomène

L'élimination des colloïdes passe par l'annulation du potentiel zêta afin d'annuler les forces de répulsion. Considérons deux particules colloïdales A et B. Entre ces deux particules, il existe des forces de répulsion électrostatiques, dues à la charge de surface, et des forces d'attraction intermoléculaires, dues aux interactions de Van der Waals. L'énergie potentielle de A et B varie donc en fonction de la distance les séparant [31].

Tableau II-1: la distance des séparant.

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

II.8.2 Coagulants utilisés

L'efficacité de la clarification dépend d'abord du coagulant utilisé. Les coagulants les plus efficaces sont des sels de métaux, à bases d'aluminium ou de fer. Ils sont cités dans le tableau II.2.

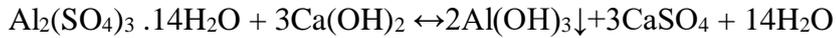
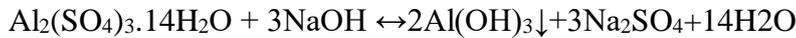
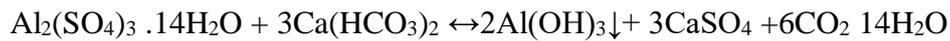
Tableau II-2 : Dérivés des sels d'aluminium et de fer.

Sels d'aluminium	Formule chimique	Sels de fer	Formule chimique
Sulfate d'aluminium (alun)	$Al_2(SO_4)_3$	Chlorure ferrique	$FeCl_3$
Chlorure d'aluminium	$AlCl_3$	Sulfate ferrique	$Fe_2(SO_4)_3$
Aluminate de sodium	$NaAlO_2$	Sulfate ferreux	$FeSO_4$

Les produits les plus utilisés sont les Sulfate d'aluminium et le chlorure ferrique. Ces coagulants, une fois introduits dans l'eau, forment des produits d'hydrolyse qui déterminent l'efficacité de la coagulation. Par exemple, lorsque le Sulfate d'aluminium est utilisé, plusieurs radicaux hydroxy-alumineux monomères ou polymères sont formés [32].

Ces produits complexes ont une solubilité qui varie avec le pH. Dans le cas de l'alun.

Les réactions suivantes décrivent comment est formé le précipité [26] :



L'hydrolyse de l'alun se traduit par la formation d'espèces différentes susceptibles d'intervenir dans la coagulation. Ces espèces interviennent selon différents mécanismes tels que représentés dans la **figure II.2** [33]. Ce schéma décrit les quatre différents mécanismes de la coagulation. En effet, l'hydrolyse de l'alun permet de former des radicaux hydroxy-alumineux (monomères) qui à leur tour forment le précipité $\text{Al}(\text{OH})_3$ ou des espèces poly cationiques. Les espèces poly cationiques agissent sur les particules colloïdales par compression, neutralisation et adsorption ce qui permet la formation de floccs. La formation de précipités $\text{Al}(\text{OH})_3$, voie principale en coagulation, implique des doses élevées d'alun et favorise l'emprisonnement des particules dans un précipité. Parallèlement à la formation de radicaux hydroxy-alumineux, il y a complexation avec des ligands contenus dans l'eau s'ils sont en quantité suffisante. Le degré de complexation varie en fonction du pH. La complexation avec des ligands expliquerait, dans plusieurs cas, la présence d'aluminium résiduel dans l'eau décantée.

Les précipités à base de fer sont formés de la même façon. Ils forment la base des floccs qui emprisonnent les particules colloïdales. L'efficacité de ces coagulants avec ou sans aide coagulant est selon le pH et la température de l'eau.

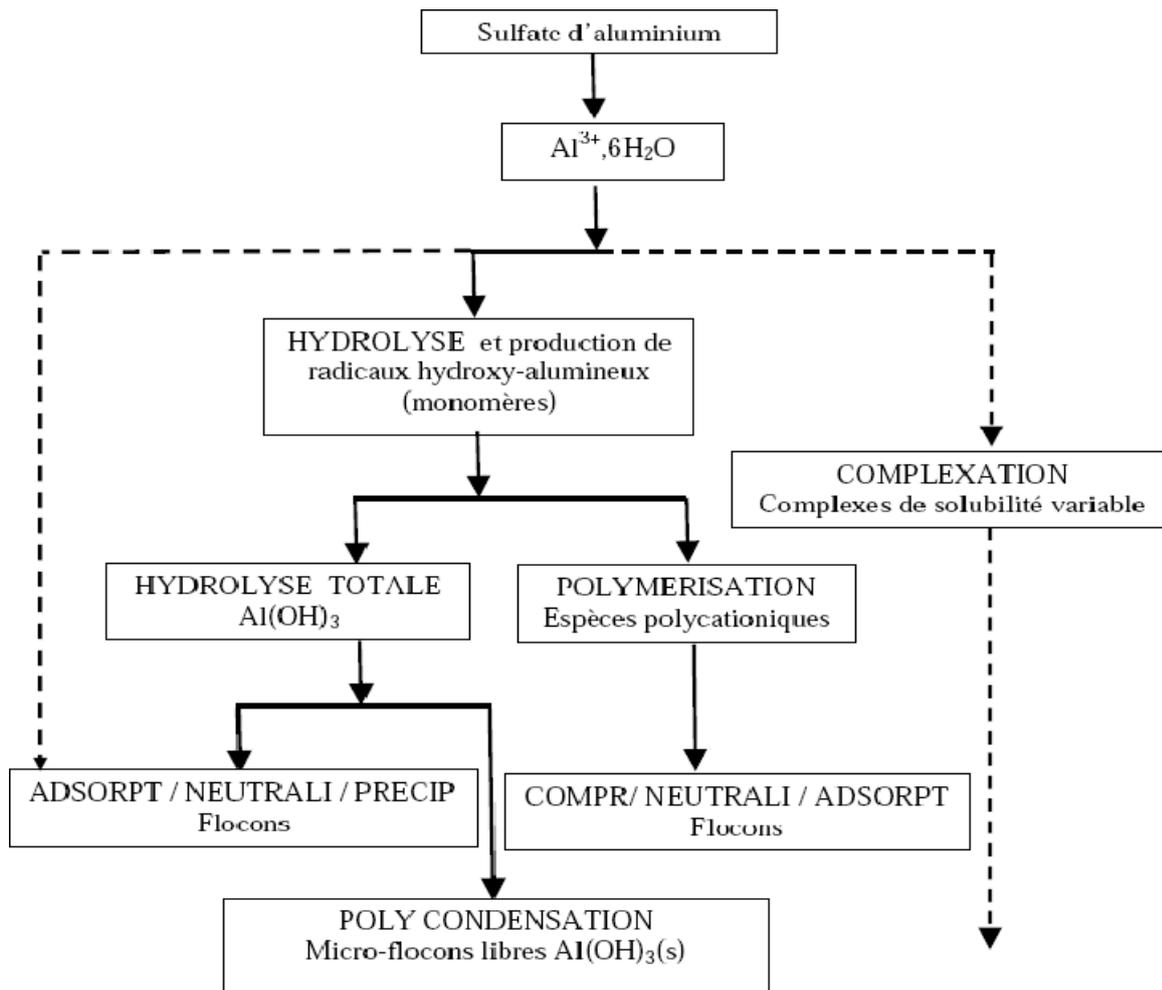


Figure II-2: Mécanismes et produits dérivés du sulfate d'aluminium lors de la coagulation.

II.8.3 Facteurs influençant la coagulation

Afin d'optimiser la coagulation, il faut tenir compte de plusieurs variables en interrelations, comme le pH, les sels dissous, la température de l'eau, le coagulant utilisé, les conditions de mélange, la turbidité et la couleur. Ces interrelations complexes interdisent actuellement toute approche théorique permettant de prédire quelles sont les concentrations optimales de coagulants [20].

- **Influence du pH :**

Le pH est la variable la plus importante à prendre en considération au moment de la coagulation. Pour chaque eau, il existe une plage de pH pour laquelle la coagulation a lieu rapidement, plage qui est fonction du coagulant utilisé, de sa concentration et de la composition

de l'eau à traiter. Lorsque la coagulation se produit hors de cette plage optimale, il faut soit augmenter la quantité de coagulant, soit se contenter d'une eau de moins bonne qualité [20].

Pour les sels d'aluminium et de fer, la plage de pH optimale s'étend de 5,5 à 7,8. Pour certaines eaux, il faut parfois corriger le pH à l'aide de divers produits (acides, chaux ou soude). Pour abaisser le pH, il est plus avantageux, dans certains cas, d'augmenter la quantité de coagulant. Lorsque le pH est optimal, les produits solubles d'aluminium ou de fer sont pratiquement inexistantes [20].

- **Influence des sels dissous :**

Les sels contenus dans une eau exercent les influences suivantes sur la coagulation et la floculation:

- a) modification de la plage de pH optimale,
- b) modification du temps requis pour la floculation,
- c) modification de la quantité de coagulant requis,
- d) modification de la quantité résiduelle de coagulant dans l'effluent.

On a constaté que l'addition d'ions sulfates, $(SO_4)^{2-}$, élargissait la plage de pH optimale vers l'acidité, alors que l'addition d'ortho phosphates, déplaçait sans l'élargir, la plage de pH optimale vers l'acidité.

À partir d'observations expérimentales, on peut par ailleurs affirmer que :

- a) La coagulation à l'aide de sels d'aluminium ou de fer est davantage affectée par les anions que par les cations. Ainsi, les ions sodium, calcium et magnésium exercent une influence minime sur la coagulation,
- b) Les anions élargissent vers l'acidité la plage de pH optimale. Cette influence est d'autant plus marquée que la valence des anions est élevée [20].

- **Influence de la température de l'eau :**

On dispose de peu d'informations en ce qui concerne l'influence de la température de l'eau sur la coagulation. Toutefois, l'expérience révèle que durant l'hiver, lorsque la température de l'eau avoisine 0°C, le floc se décante plus difficilement et a tendance à pénétrer plus profondément dans les filtres.

Une diminution de la température de l'eau entraîne une augmentation de sa viscosité; c'est ce qui explique les difficultés de décantation du floc. De plus, pour une même vitesse de filtration,

les forces de cisaillement qui s'exercent sur le floc sont plus importantes, ce qui en favorise le bris et l'entraînement dans le filtre. On constate en outre que la plage de pH optimale se rétrécit. On peut surmonter de diverses manières les difficultés dues à une diminution de la température de l'eau :

- a) On effectue la coagulation dans la plage de pH optimale pour cette eau à cette température.
- b) On augmente la quantité de coagulant, ce qui a pour effet d'accroître la probabilité de collisions entre les particules et d'élargir la plage de pH optimale.
- c) On augmente la turbidité de l'eau (par addition de glaise), afin d'alourdir le floc, ou on ajoute un aide-coagulant (silice activée ou poly électrolyte) pour alourdir et renforcer le floc [20].

- **Influence du coagulant :**

Le choix du coagulant peut influencer les caractéristiques de la coagulation - Ainsi, même si l'alun est le coagulant le plus fréquemment utilisé, il peut être avantageux de le remplacer par du sulfate ferrique. Ce dernier procure en effet à plusieurs eaux une plage de pH optimale plus large que celle due à l'alun de plus, pour un même pH élevé, le sulfate ferrique est moins soluble que l'alun. On ne peut choisir un coagulant et en déterminer la concentration optimale, pour une eau donnée, qu'après avoir effectué des essais en laboratoire. La théorie qui explique les différents mécanismes de déstabilisation des particules colloïdales n'est pas suffisamment développée pour qu'on puisse résoudre un problème aussi complexe. Cette théorie est cependant très utile aux moments de la planification des essais de laboratoire et de l'interprétation des résultats obtenus [20].

- **Influence du mélange :**

Au cours de la coagulation et de la floculation, on procède au mélange des produits chimiques en deux étapes. À la première étape, le mélange est énergique et de courte durée (60 s au maximum), c'est le mélange rapide. Ce mélange a pour but principal de disperser les produits dans la totalité du volume d'eau à traiter. On effectue le mélange rapide en injectant les produits chimiques dans une zone de forte turbulence ou en utilisant des équipements de mélange mécanique. Un mélange rapide inadéquat entraîne en général un accroissement de la quantité de produits chimiques nécessaires. À la deuxième étape, le mélange est lent et il a pour but de favoriser les contacts entre les particules de floc, de turbidité et de couleur. Cependant, le mélange doit être suffisamment énergique pour engendrer des différences de vitesse de l'eau dans le bassin, mais pas trop. En effet, si tel est le cas, les forces de cisaillement qui s'exercent

sur les particules de floc risquent de briser ce dernier, même si la durée du mélange dans un bassin de floculation peut n'être que de 10 min (elle varie en général de 30 à 60 min) [20].

- **Influence de la turbidité :**

La turbidité des eaux de surface est en grande partie due à la présence de particules de glaise dont le diamètre varie de 0,2 à 5,0 μm . Il s'agit donc là de grosses particules colloïdales qui peuvent se déposer naturellement. La coagulation de ces particules est assez facile à réaliser lorsqu'on maintient le pH dans sa plage optimale. On peut faire par ailleurs les constatations générales suivantes :

a) Il faut ajouter une concentration minimale de coagulant pour obtenir une certaine quantité de floc.

b) Lorsque la turbidité augmente, il faut augmenter la concentration de coagulant. L'augmentation de la quantité de coagulant ne varie toutefois pas de façon linéaire en fonction de l'augmentation de la turbidité.

c) Lorsque la turbidité est très élevée, la quantité de coagulant nécessaire est relativement faible, car la probabilité de collision entre les particules est très élevée. Par contre, lorsque la turbidité est faible, la coagulation est difficile.

d) La matière organique adsorbée sur les particules de glaise n'exerce aucune influence sur la quantité de coagulant nécessaire.

e) Lorsque la turbidité est due à des particules de diamètres variés il est plus facile d'effectuer la coagulation que lorsqu'elle est imputable à des particules de diamètres sensiblement égaux.

f) La coagulation d'une faible concentration de particules de glaise dépend principalement du coagulant et de la composition chimique de l'eau.

g) Il est toujours plus difficile de coaguler les eaux contaminées par des d'égout domestiques et industrielles, car elles exigent des concentrations coagulant plus importantes que les eaux non contaminées [20].

- **Coagulation de la couleur :**

Des études ont révélé que 90 % des particules responsables de la couleur avaient un diamètre supérieur à 3,5 nm, ces particules sont donc des particules colloïdales beaucoup plus petites que les particules de glaise responsables de la turbidité (rappelons que le diamètre des particules de glaise est de l'ordre 1 μm). La plupart des particules responsables de la couleur possèdent des charges négatives à leur surface, dont l'intensité dépend du degré d'ionisation et

du pH de l'eau. En résumé, on peut dire que les particules responsables de la couleur sont de nature organique, hydrophiles petites et chargées négativement. Les mécanismes qui permettent l'élimination de la couleur ne sont pas les mêmes que ceux utilisés pour celle de la turbidité. La quantité de coagulant requise est fonction de la couleur initiale: pour un pH optimal, la couleur résiduelle décroît proportionnellement avec l'augmentation de la quantité de coagulant utilisée. Le pH optimal pour l'élimination de la couleur varie entre 4 et 6, alors que le pH optimal pour celle de la turbidité varie entre 6,5 et 7,5. Le pH optimal pour l'élimination de la couleur étant faible, on doit, dans certains cas, le relever avant la filtration, afin de faire précipiter les composés de fer et d'aluminium, qui sont solubles à des pH faibles.

Après avoir été déstabilisées, les particules colloïdales ont tendance à s'agglomérer lorsqu'elles entrent en contact les unes avec les autres. Le taux d'agglomération des particules dépend de la probabilité des contacts et de l'efficacité de ces derniers [20].

II.9 Développement historique des bio-coagulants

Certaines études précédentes ont examiné un certain nombre de plantes en tant que désinfectant pour le traitement de l'eau, *Acrocalamus linn* (buch) (araceae) Racines, *Arnebia nobilis* Rachanger (Ratangot) (Boraginaceae) Racine, *Hypericum spp* (Gut ifera) plante entière, *Moringa oleifera* Moringaceae fruits, racines, écorce, tige de bois [34].

Les plantes indigènes ont traditionnellement été utilisées pour améliorer la qualité de l'eau dans de nombreux pays d'Afrique et d'Amérique latine, à savoir. Les graines de *Moringa* utilisées au Guatemala, les graines de pêche et les graines de haricot sont utilisées en Bolivie comme auxiliaires de coagulation pour clarifier l'eau. Il a été rapporté que des haricots secs (*vicia fave*) et des graines de pêcher (*persea vulgaris*) avaient été utilisés en Bolivie et dans d'autres pays pour le traitement de l'eau. De même, *Schoenoplectus tatora*, une plante aquatique, a été utilisée en Bolivie et au Pérou pour le traitement de la qualité de l'eau [35]. *Schoenoplectus tatora*, comme les quenouilles, est utilisé pour éliminer le phosphore et l'azote avant d'être rejeté dans les systèmes de drainage naturels [36].

II.10 Les coagulants naturels

Les coagulants naturels sont utilisés dans les traitements des eaux usées, notamment les polysaccharides microbiens, les amidons, les gélatine-galactomannanes, les dérivés de la cellulose, le chitosan, les colles et l'alginate. Les coagulants qui possèdent des caractéristiques naturelles supposées inoffensives pour la santé humaine, alors que l'existence de zests d'aluminium peuvent provoquer des maladies neurologiques et pathologiques. Les coagulants

naturels sont mélangés à certains coagulants artificiels consommés comme auxiliaires de coagulation. Leur efficacité en tant que coagulant clé reste à un stade précoce. Le processus de traitement de ces coagulants composés de molécules formant un pont, une adsorption et un équilibrage de charge. Les coagulants naturels sont capables de traiter les eaux usées conformément à la norme de rejet d'effluents [36].

II.11 Mécanisme de coagulation par les coagulants naturels

Le mécanisme de coagulation donnait à penser qu'il pouvait exister une interaction entre le polymère et les particules dissoutes dans une solution, du fait que le polymère naturel contient de nombreux groupes fonctionnels , chargés résidant dans leur chaîne polysaccharidique, tels que $-OH$, $-COOH$ et $-NH$. En général, le traitement par coagulant implique quatre étapes, telles que les mécanismes de pontage, la neutralisation de la charge, la compression double couche et le mécanisme de balayage-floc. Les coagulants naturels sont généralement composés de plusieurs macromolécules telles que des glucides, des protéines et des lipides. Dans de nombreux cas, les principaux composants sont le polymère de polysaccharides et d'acides aminés 27 Dans de nombreux cas pratiques, les polyélectrolytes cationiques sont les flocculants les plus prometteurs pour saper les particules contaminées.

L'interaction électrostatique fournit de fortes adsorptions qui neutralisent la surface des particules et pourraient éventuellement provoquer une inversion de charge. De plus, la floculation peut avoir lieu en raison de la réduction de la charge de surface des particules et de la diminution de la répulsion électrique entre elles [37]. De nombreuses études menées sur des polyélectrolytes à densité de charge maximale sont efficaces simplement car, à un dosage donné, ils ont une bonne capacité à fournir une charge supplémentaire à la coque des particules. De plus, lorsque le polyélectrolyte à densité de charge maximale absorbée sur des surfaces présentant une densité de sites potentiels relativement moins dense [37].

II.12 La floculation

II.12.1 Le principe du phénomène

La floculation a justement pour but d'augmenter la probabilité des contacts entre les particules, lesquelles sont provoquées par la différence de vitesse entre ces particules [26]

Ce phénomène est pour la formation de floes de taille plus importante .On utilise, pour ce faire des flocculants.

Comme pour la coagulation, il existe un certain nombre de paramètres à prendre en compte pour le bon fonctionnement de ce procédé. Le mélange doit être suffisamment lent afin d'assurer le contact entre les floccs engendrés par la coagulation. En effet, si l'intensité du mélange dépasse une certaine limite, les floccs risquent de se briser. Il faut également un temps de séjour minimal pour que la floculation ait lieu. La durée du mélange se situe entre 10 et 60 minutes [38].

L'expression de SMOLUCHOWSKY permet de comprendre ce phénomène. La formulation est la suivante [39]:

$$\ln \frac{N}{N_0} = -\frac{4}{\pi} \alpha \Omega G t \quad (\text{II.1})$$

Avec :

N et N_0 : nombre de particules colloïdales libres à l'instant t et t_0

α : facteur de fréquence de collision efficace,

Ω : volume de particules par volume de suspension,

G : gradient de vitesse,

t : temps de contact.

II.12.1.1 La floculation péricinétique

Liée à la diffusion brownienne (agitation thermique), où toutes les particules ont la même énergie cinétique et donc les plus petites ont les vitesses les plus élevées, d'où une plus grande probabilité de rencontre. La vitesse de floculation ou variation du nombre de particules agrégées au cours du temps est alors donnée par :

$$\frac{dn}{dt} = -\alpha \frac{8kT}{3\mu} n^2 \quad (\text{II.2})$$

n : nombre de particules par unité de volume,

α : fraction des chocs efficaces,

k : constante de Boltzmann,

T : température absolue.

Cette loi n'est valable que pour de petites particules dont la taille est inférieure à 10 μm . Elle décrit la formation du micro flocc, on y remarque l'influence de la « densité » de particules (n) et celle de la température [39].

II.12.1.2 La floculation orthocinétique

Liée à l'énergie mécanique dissipée dans la zone de floculation. L'efficacité de cette floculation qui permet d'obtenir un floc volumineux donc séparable. On constate que le gradient de vitesse est aussi un paramètre très important de la vitesse de floculation.

En floculation, le gradient de vitesse agit sur la probabilité de rencontre des micro-flocs, mais il n'est pas possible de l'augmenter exagérément. En effet, pour des valeurs trop élevées de G , le floc formé subit un cisaillement mécanique entraînant sa destruction. Les valeurs généralement admises pour G sont :

En coagulation : 400, voire 1 000 s,

En floculation : de l'ordre de 100 s et moins dès que le floc atteint une taille supérieure au millimètre [39].

II.13 LA DECANTATION**II.13.1 Définition de la décantation**

C'est un procédé utilisé pratiquement dans toutes les stations de traitement des eaux. Elle a pour but d'éliminer les particules en suspension dont la densité est supérieure à celle de l'eau. Les particules s'accumulent au fond du bassin de décantation d'où on les extrait périodiquement. L'eau clarifiée, située près de la surface, est dirigée vers l'unité de filtration [24]

II.13.2 Les types de décantation

- Décantation de particules discrètes,
- Décantation de particules floculantes,
- Décantation freinée,
- Décantation en compression de boue.

II.14 Le Plan d'expérience**II.14.1 Définition d'un plan d'expérience**

Le plan d'expérience est une technique qui permet de quantifier les effets de divers facteurs sur une réponse dans des domaines expérimentaux bien déterminés dans le but de les optimiser [40]. L'élaboration d'un plan d'expérience commence par l'extraction d'un nombre suffisant de combinaisons à partir du domaine d'étude, pour estimer avec une incertitude, à la fois minimale mais aussi homogène, les coefficients du modèle polynomiale en respectant les contraintes qui peuvent être liées à l'étude quel soit technique ou bien économique [41].

Il existe différents types des plans d'expériences, qui peuvent être regroupés en deux grandes familles [42] :

Tableau II-3 : Différents types des plans d'expériences.

Plans de criblage	Plans de modélisation
Plans à un facteur à la fois	Plans factoriels complets
Plans factoriels fractionnaires	Plans non conventionnels
Plans sursaturés	Plans composites centré
Plans factoriels complets	Plans de Doehlert
/	Plans de Box-Behnken
/	Plans de Roquemore
/	Plans D-optimaux
/	Plans de mélange
/	Plan de plaquette et Burmane

II.14.2 Terminologie

- **La réponse** : Une réponse consiste à une quantification des performances du système étudié [43].
- **Les facteurs** : les paramètres que l'on fait varier au cours des essais et sensés influencer sur la variation de la réponse (les variables que l'on désire étudier) [44].
- **Domaine d'un facteur** : Un facteur varie généralement entre deux bornes à savoir : la borne inférieure et la borne supérieure. Dans les plans d'expériences, un facteur varie entre le niveau bas (borne inférieure notée le plus souvent par -1) et le niveau haut (borne supérieure notée le plus souvent par +1), L'ensemble des valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, est appelé domaine d'un facteur ou bien domaine de variation [45] [44].
- **Domaine d'étude** : Un seul facteur est représenté par un axe orienté, et s'il y a deux facteurs, le second est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. Ce dernier est disposé orthogonalement au premier, la réunion des domaines de variations de chaque facteur définit le domaine d'étude [45] [44].
- **Interaction** : L'effet pour lequel l'influence apparente d'un facteur sur une variable de réponse dépend d'un ou de plusieurs facteurs. L'interaction indique une incohérence de l'effet principal d'un facteur sur la réponse selon le niveau d'un autre facteur [46].
- **Matrice d'expérience** : Une matrice d'expérience [44]. définit les essais à réaliser. Le terme essai est l'équivalent de point d'expérience lorsque l'on emploie la représentation

en tableau des plans d'expérience. Plusieurs autres appellations existent pour désigner un essai : traitement, combinaison, expérience...etc [42].

II.14.3 Plans de surfaces et de réponse (RSM)

Les plans de surface de réponse, ou plans de seconde degré [44], est une méthode d'optimisation qui a pour principal but l'évaluation des relations pouvant exister entre les différentes réponses, ainsi que les facteurs appelés (X_1 X_2 X_3 ... etc). Plusieurs plans factoriels sont employés par cette technique pour l'analyse des résultats à savoir le plan Box-Behnken et le plan composite centré [47].

II.14.4 Plans composites centré

Un outil précieux pour évaluer l'efficacité du processus de traitement. Les paramètres à optimiser sont le dosage du coagulant et le pH. Une conception RSM standard appelée conception composite centrale (CCD) est sélectionnée pour l'optimisation. Le choix de CCD est justifié par un certain nombre d'avantages tels que:

(i) Il peut être exécuté de manière séquentielle, ce qui signifie qu'il peut être partitionné naturellement en deux sous-ensembles de points.

Le premier sous-ensemble estime les effets d'interaction linéaires et à deux facteurs, tandis que le deuxième sous-ensemble estime les effets de courbure. Le second sous-ensemble n'a pas besoin d'être exécuté lorsque l'analyse des données des premiers points du sous-ensemble indique l'absence d'effets de courbure significatifs

(ii) La méthode CCD est efficace et souple, fournissant des informations suffisantes sur les effets des variables et sur l'erreur expérimentale globale avec un nombre minimal d'expériences.

La disponibilité de plusieurs variétés de capteurs CCD permet une utilisation dans différentes régions expérimentales d'intérêt et d'opérabilité. L'objectif de la présente étude est d'obtenir les valeurs optimales des paramètres de processus permettant une récupération maximale de l'eau avec une turbidité minimale à travers le RSM [48].

Chapitre III :

Matériels et

Méthodes

III.1 Introduction

Dans ce chapitre nous présentons les différentes procédures expérimentales adoptées avec l'ensemble du matériel et produits chimiques nécessaires à leurs réalisations, un bref aperçu sur les méthodes d'analyses est ainsi exposé.

III.2 Produits utilisés

Tableau III-1: Produits utilisés.

Nom du produit	Formule	Masse molaire	Manipulation
Chlorure ferrique	FeCl ₃	162.2 g/mol	Coagulant chimique
Sulfate d'aluminium	Al ₂ SO ₄	342 g/mol	Coagulant chimique
la ferroïne	C ₃₆ H ₂₄ FeN ₆ O ₂ ⁺	596.27g/mol	Indicateur coloré pour la mesure de la DCO
dichromate de potassium	K ₂ Cr ₂ O ₇	261.97 g/mol	DCO
Sulfate de mercure	HgSO ₄	269.65 g/mol	DCO
Sulfate d'argent	AgSO ₄	203.9308 g/mol	DCO
Acide chlorhydrique	HCl	36.46 g/mol	Ajustement du pH et Boehm
Hydroxyde de sodium	NaOH	39.997 g/mol	Ajustement du pH et Boehm
Acide ascorbique	C ₆ H ₈ O ₆	176,12 g/mol	Mesure de PO ₄ ²⁻
Réactif mixte	/	/	Mesure de PO ₄ ²⁻
Acide borique	H ₃ BO ₃	61,83 g /mol	Mesure des NH ₄ ⁺
Tasheiro	/	/	Indicateur coloré mesure des NH ₄ ⁺
Salysilate de sodium	C ₇ H ₅ NaO ₃	160.11g/mol	dosage des NO ₃ ⁻
Tartrate de sodium	C ₄ H ₄ O ₆ Na ₂	194.051g/mol	dosage des NO ₃ ⁻
Tartrate de potassium	KC ₄ H ₅ O ₆	188.177g/mol	dosage des NO ₃ ⁻
diphényle-carbazyde	/	/	Chrome
l'acide sulfurique	H ₂ SO ₄	93.079 g/mol	chrome
Chlorure de sodium	NaCl	58.4 g/mol	pH pzc
Phénol	C ₆ H ₆ O	94.111 g/mol	L'indice du phénol
l'iode	I	126.9g/mol	L'indice d'iode
bleu de méthylène	C ₁₆ H ₁₈ ClN ₃ S	319.85 g/mol	L'indice de bleu méthylène
bicarbonate de sodium	NaHCO ₃	84.007 g/mol	Boehm
carbonate de sodium	Na ₂ CO ₃	105.988 g/mol	Mesure des NH ₄ ⁺ et Boehm

Au cours de nos essais, nous avons utilisé comme bio-coagulant le cactus en poudre et liquide (jus dilué à 10%), ceux-ci ont été préparés comme suit :

▪ Cactus Poudre

Ce bio coagulant (**Figure III.1**) est obtenu après des traitements mécaniques et physiques: tels que le séchage après nettoyage des impuretés adsorbés sur la surface externe, le broyage, le tamisage pour avoir la forme poudre finale (voir **figure III.1**). Les produits obtenus sont utilisés comme bio-coagulant après quelques traitements, pour les eaux destinées à la consommation (faible turbidité) ainsi que pour les eaux usées (forte turbidité) .

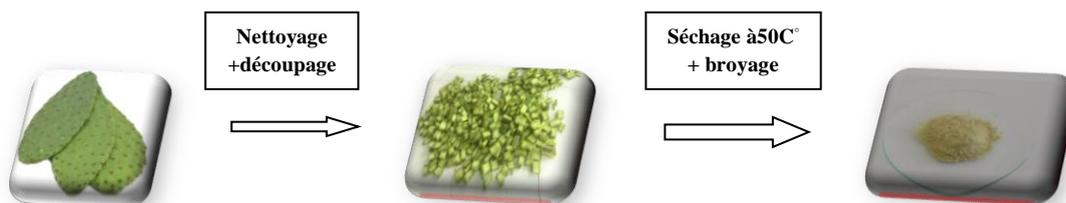


Figure III-1: Préparation du bio-coagulant (cactus poudre)

▪ Cactus Jus

Les feuilles lavées à plusieurs reprises avec de l'eau pour éliminer les particules sales, les cladodes de *Opuntia* ont été réalisées à la main: pelé de la garniture, couper en petits morceaux et mélanger en utilisant BLINDER, puis le jus a été stocké dans une bouteille en verre au réfrigérateur à 4C° pour une utilisation ultérieure; il est relativement stable et peut maintenir sa capacité de coagulation en dehors de tout système de stockage pendant plusieurs jours, le bio-coagulant est un liquide visqueux de couleur verte, **pH = 6,5**, miscible à l'eau, densité volumique **1,008 kg/l** et contient environ **96%** d'eau . Le jus de cactus utilisé lors de notre étude est dilué à 10%.

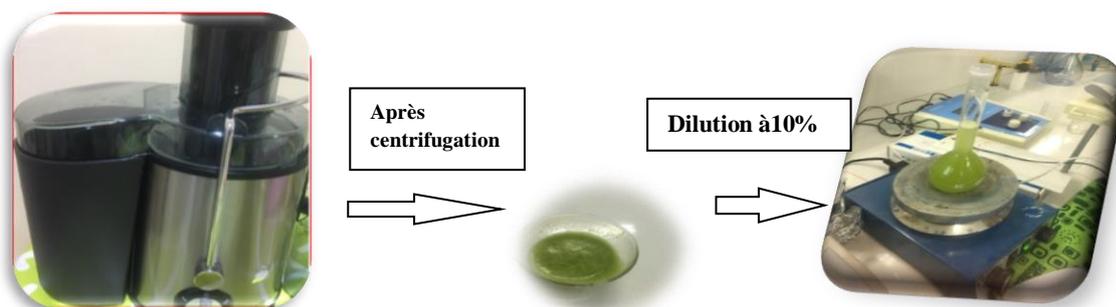


Figure III-2 : Préparation de bio-coagulant (cactus jus)

III.3 Matériels utilisées

1- Balance de précision
KERN (ALS 220-4N)



Figure III-3 : Balance analytique

2- pH mètre
JENWAY (3505 pH Mètre)



Figure III-4 : pH mètre

3- L'étuve
BINDER



Figure III-5 : Etuve

4- Les agitateurs
BANTE MS400 magnetic stirrer



Figure III-6 : Agitateur

5- Spectrophotomètre infrarouge

JASCO FT/IR-4600



Figure III-7 : Spectrophotomètre infrarouge

6- Spectrophotomètre

JASCO V-630



Figure III-8 : Spectrophotomètre

7- Jar-test

Wise Stir jar Tester



Figure III-9 : Jar-test

8- Centrifugeuse

SIGMA



Figure III-10 : Centrifugeuse

9- Turbidimètre

HANNA



Figure III-11 : Turbidimètre

10- Distillateur

S1



Figure III-12 : Distillateur

11- Conductimètre

HANNA



Figure III-13 : Conductimètre

12- Réfrigérateur

CONDOR



Figure III-14 : Réfrigérateur

III.3.1 JAR TEST

Une évaluation en laboratoire de la coagulation chimique et de la floculation a été réalisée à l'aide d'un appareil jar test de marque Wise Stir, un appareil classique à 6 postes, tous entraînés en rotation par tour de vitesse variable, mais limite de 20 à 230 tr/min. Le processus expérimental comportait trois étapes: un premier mélange rapide, suivies d'un mélange lent, puis d'une étape de décantation finale.

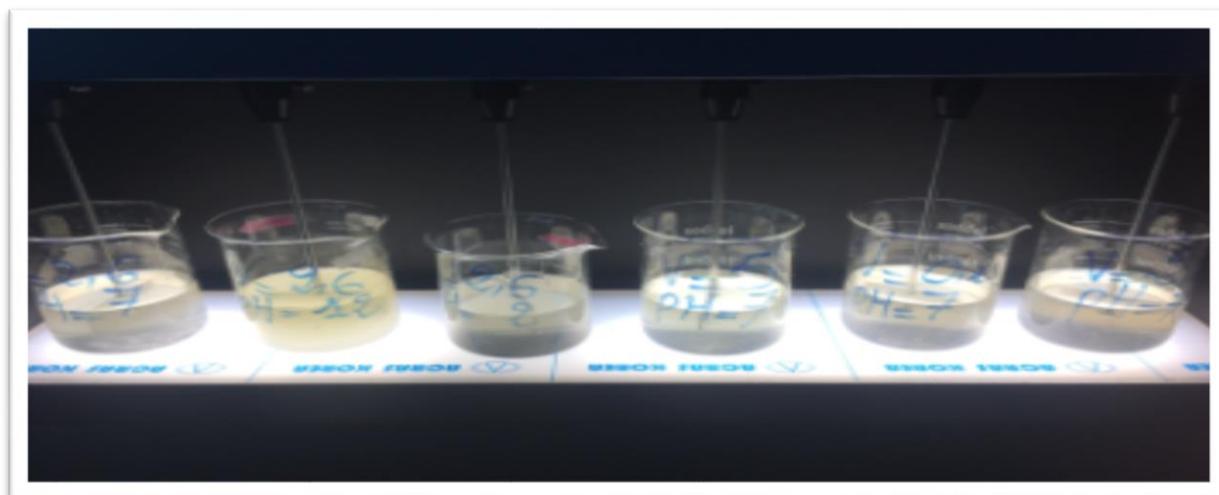


Figure III- 15 : Appareil de jar-test

Ces expériences ont été réalisées dans des béchers de 1000 ml en utilisant le protocole standard de la coagulation ;floculation et décantation après avoir ajusté le pH de la solution par HCL :1N ou NaOH : 1N .Nous ajoutons l'un des coagulants choisis pour cette étude $FeCl_3$ (utilisés pour comparer les résultats) et le cactus en ces deux états (liquide et poudre) l'agitation est rapide dans cette étape dans un temps court ,tandis que la phase de la floculation se fait à un temps assez important. Une lente agitation puis les échantillons doivent reposer pour la décantation des floes. Les paramètres du processus ont été tabulés dans le tableau suivant :

Tableau III-2: Paramètres critiques

Paramètres critiques	valeurs
Vitesse d'agitation rapide (rpm)	160
Durée de l'agitation rapide (min)	5
Vitesse d'agitation lente (rpm)	45
Durée de l'agitation lente (min)	25
Temps de décantation (min)	30

Après avoir prélever le surnageant, les deux paramètres de la pollution doivent être mesuré : La turbidité par un turbidimètre et la DCO doit être déterminé par la méthode standard (ANNEXE 1)

Les Rendement des deux paramètres ont été calculés comme suit :

$$\mathbf{TUR(\%) = \frac{TUR_0 - TUR_f}{TUR_0} * 100} \quad \text{(III.1)}$$

- TUR_0 : la turbidité initiale (NTU).
- TUR_f : la turbidité finale (NTU).

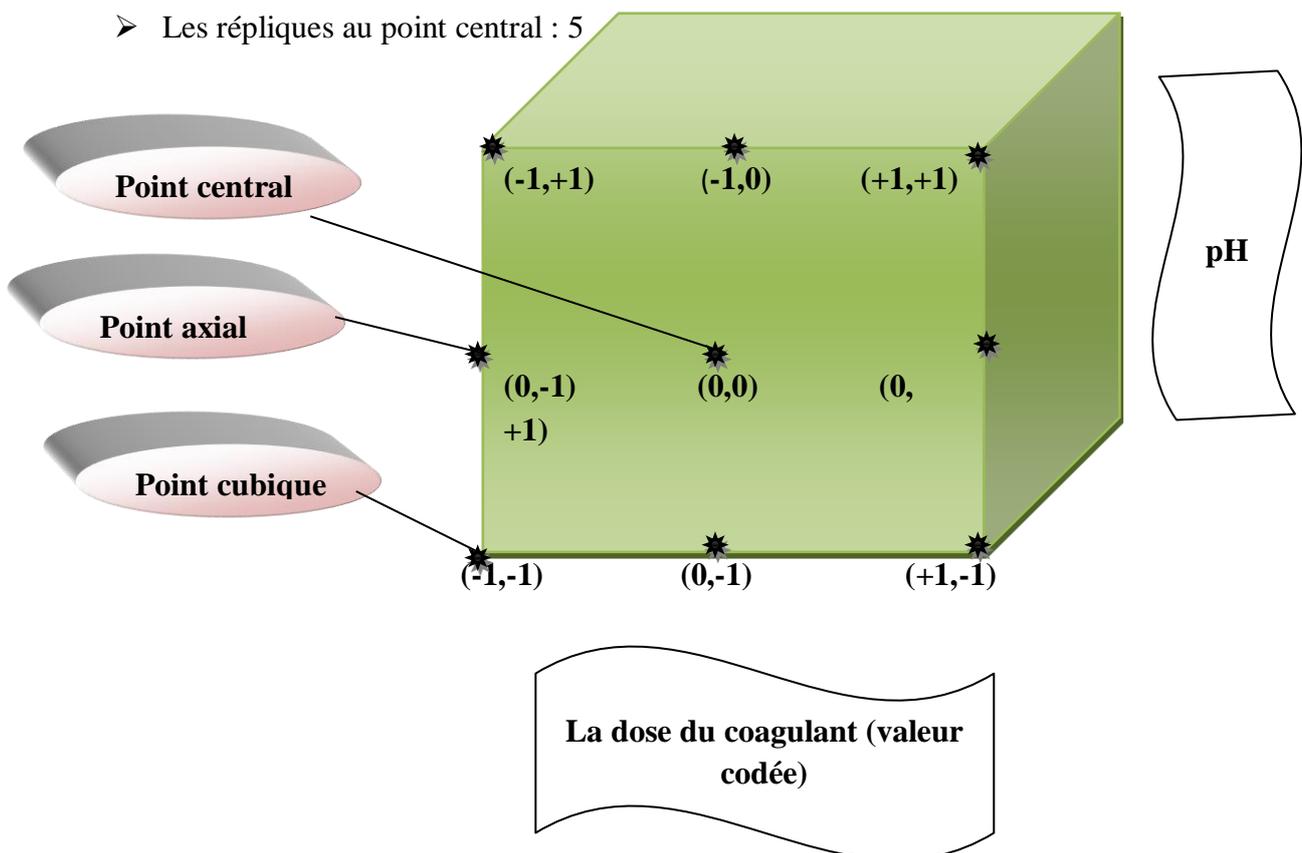
$$DCO(\%) = \frac{DCO_0 - DCO_f}{DCO_0} * 100 \quad (III.2)$$

- DCO_0 : demande chimique en oxygène initiale.
- DCO_f : demande chimique en oxygène finale.

III.3.2 Optimisation du procédé de coagulation – floculation des effluents des eaux usées de STEP par analyse méthodologique de surface de réponse

Un plan de surface de réponses CCD (central composite design) de 13 expériences a été employé pour l'optimisation multi objective du procédé:

- 2^2 plans factoriels complets (points cubiques): 4
- Points axiaux : 4
- Les répliques au point central : 5



La figure III.16 : le domaine d'étude de plan d'expérience.

Le calculateur statistique Minitab version (16) a été utilisé pour la regression et l'obtention des modèles quadratique et l'analyse statistique et graphique des données.

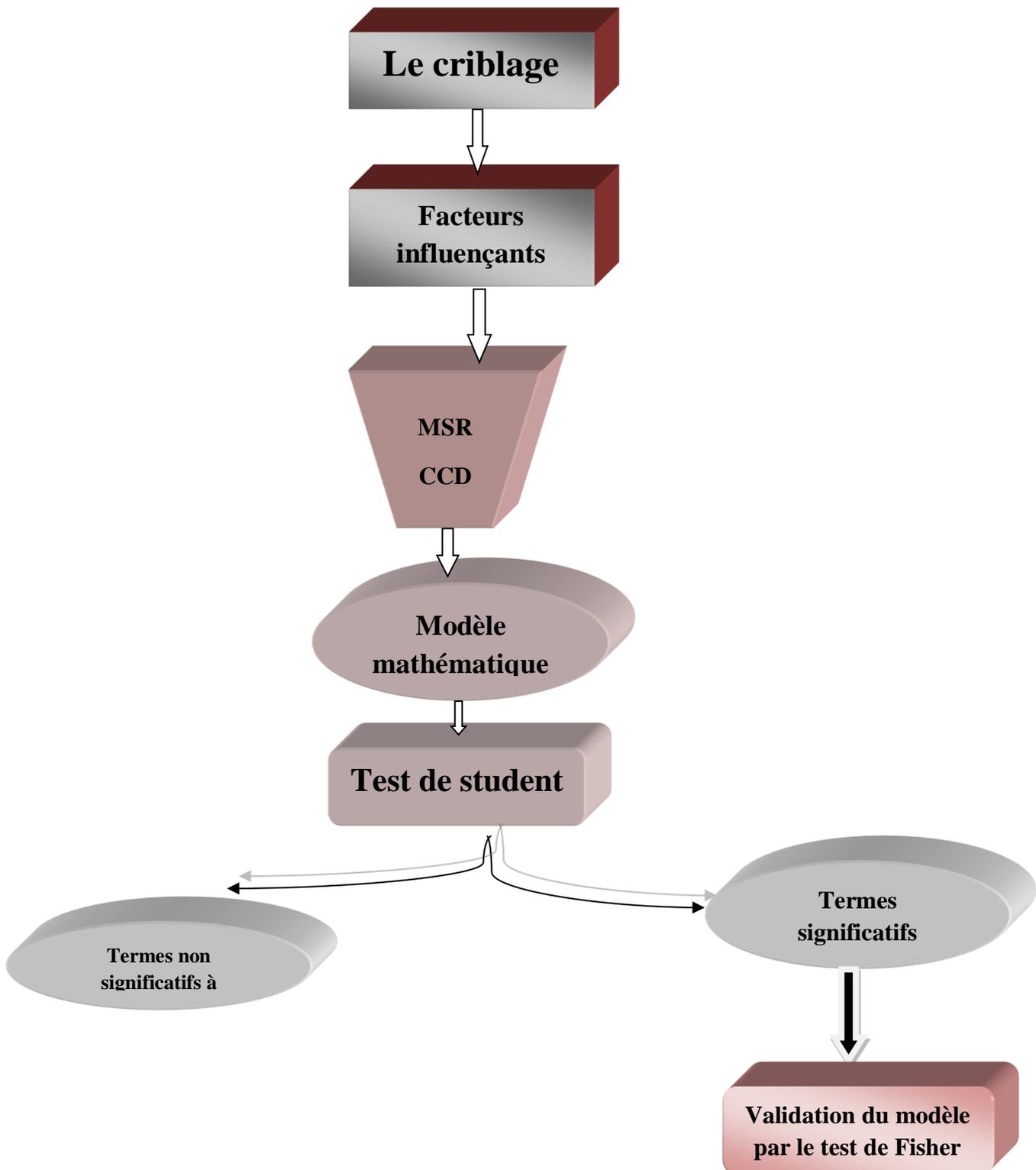


Figure III-16 : Les étapes suivies dans notre étude PEX.

Chapitre IV :

Résultats et

discussion

IV.1 Introduction

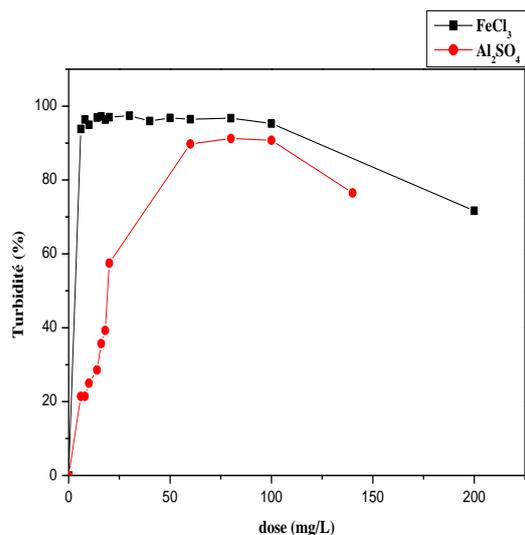
Nos travaux expérimentaux ont été effectués au niveau du laboratoire de recherche scientifique (LIPE) de la faculté du génie des procédés, université Salah BOUBNIDER, Constantine. Tandis que la caractérisation de notre échantillon prélevé de la station d'épuration de FERJIOUA a été élaborée au niveau du laboratoire de la station, les résultats obtenus sont présentés dans le tableau IV.1.

Tableau IV- 1: Caractérisation des eaux usées étudiées.
Eau prélevée de la station le : 08 Mars 2019.

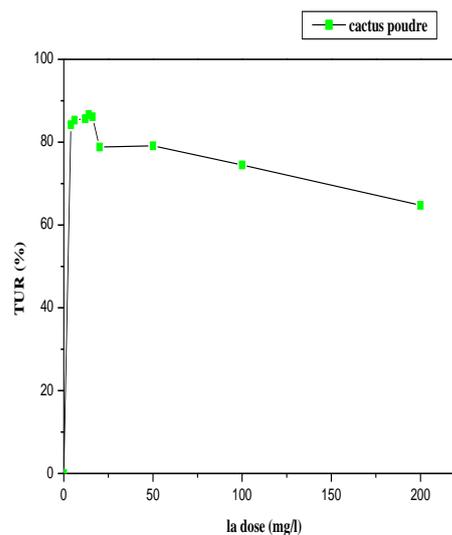
Paramètre	Valeur
pH	7,60
T (C°)	14,7
Conductivité (µs/cm)	1961
O ₂ dissous (mg /L)	9,17
PO ₄ ⁻ (mg /L)	0,626
N-NO ₃ ⁻ (mg /L)	0,91
MES (mg /L)	338
N-NH ₄ ⁺ (mg /L)	2,7
DCO (mg /l O ₂)	602,88
DBO ₅ (mg /l O ₂)	100

Une étude préliminaire sur l'effet du type et de la dose du coagulant (FeCl₃, Al₂SO₄, cactus poudre, cactus liquide) a été réalisée afin de déterminer les facteurs les plus critiques et leur région d'intérêt (domaine d'étude) dont le but est de pouvoir appliquer le plan d'expérience (DOE). Les graphiques ci-dessous (**figure IV.1**) représentent la variation de la turbidité en fonction de la masse des coagulants utilisés.

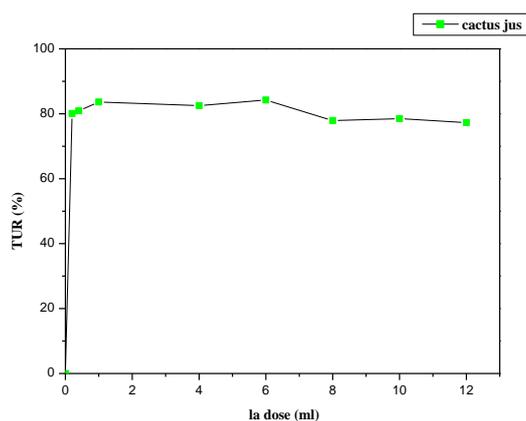
D'après les résultats obtenus, on remarque que l'addition des coagulants industriels ou bio coagulants provoque la diminution de la valeur de la turbidité, et chaque coagulant utilisé à une dose optimale au-delà duquel en augmentant la concentration du coagulant, la turbidité augmente ce qui induit la diminution du rendement.



(a)



(b)



(c)

Figure IV-1: Optimisation de la dose du coagulant (a) : FeCl₃ et AlSO₄, (b) : cactus poudre, (c) : cactus jus.

Cette étude nous a permis de fixer les deux bornes (niveau haut et niveau bas), par conséquence le domaine de notre étude. Le tableau suivant regroupe les gammes et les valeurs (réelles et codées) obtenues pour la conception de notre matrice expérimentale (PEX) des trois coagulants choisis : FeCl₃, cactus poudre et le cactus jus.

Tableau IV- 2: Intervalle des doses des coagulants utilisés.

Coagulant utilisé	Niveau -1	Niveau+1
FeCl₃ (mg/L)	10	30
Cactus poudre (mg/L)	10	40
Cactus jus (ml/L)	0.4	10

La présentation de nos résultats dans ce chapitre est répartie en trois parties distinctes :

Partie A : les résultats de l'utilisation du FeCl₃ poudre, le coagulant le plus utilisé dans les unités de traitement des eaux.

Partie B : les résultats du cactus poudre, un bio coagulant, dont le pouvoir de réduire les matières colloïdales a déjà été testé.

Partie C : les résultats du cactus liquide (jus dilué à 10%).

IV.2 Partie A : FeCl₃

On commence par appliquer le CCD au cas du coagulant.

IV.2.1 Analyse statistique et développement des modèles de régression

La gamme et les niveaux des variables expérimentales étudiées dans cette étude sont présentés dans le **tableau IV.3**.

Tableau IV- 3: Domaine d'étude du FeCl₃.

Variables	Variables codées et réelles		
	-1	0	+1
dose du coagulant m (mg/L)	10	20	30
pH	5	6.5	8

La matrice de conception expérimentale lors de l'utilisation du FeCl₃ est résumée dans le tableau IV.4 qui englobe aussi les valeurs expérimentales et les valeurs prédites par le modèle quadratique des deux réponses étudiées le rendement de l'élimination de la turbidité TUR(%) et la réduction de la demande chimique en oxygène DCO(%).

Tableau IV- 4: plan d'expérience CCD de l'élimination de la turbidité et la DCO par FeCl₃.

EXP	Dose(m) (mg /L)	pH	Elimination de la turbidité (%)		Elimination de la DCO(%)	
			expérimentale	Prédite	expérimentale	Prédite
1	-1	-1	28.92	23.793	10.93	6.089
2	+1	-1	50.36	45.263	43.26	37.055
3	-1	+1	38.72	36.250	28.25	29.049
4	+1	+1	63.20	60.760	50.20	49.635
5	-1	0	49.30	56.896	39.30	43.341
6	+1	0	72.35	79.886	62.35	69.118
7	0	-1	49.30	59.522	39.34	50.384
8	0	+1	68.59	73.499	68.39	68.154
9	0	0	96.89	93.385	87.22	85.042
10	0	0	96.26	93.385	87.56	85.042
11	0	0	96.45	93.385	87.00	85.042
12	0	0	96.23	93.385	87.12	85.042
13	0	0	96.23	93.385	87.12	85.042

IV.2.1.1 Analyse du rendement de la turbidité

Basé sur le plan d'expérience (CCD) présenté dans le **tableau IV.4** la méthodologie des surfaces des réponses a été appliquée pour développer une équation polynomiale de régression et trouver une relation entre la sortie (les réponses) et l'entrée (facteurs indépendants).

Le modèle de la surface de réponse du second ordre pour l'élimination de la turbidité est donné comme suit :

$$\text{TUR (\%)} = 93.385 + 11.495 * m + 6.988 * \text{pH} - 24.994 * m^2 - 26.874 * \text{pH}^2 + 0.76 * m * \text{pH} \quad (\text{IV.1})$$

Avec: $R^2=0.952$.

Les coefficients a_0 , a_1 , a_2 , a_{12} ont un signe positif, cela indique que l'effet de ces termes est synergétique, par contre, les coefficients a_{11} et a_{22} ont des signes négatifs ce qui indique l'effet anagonistique.

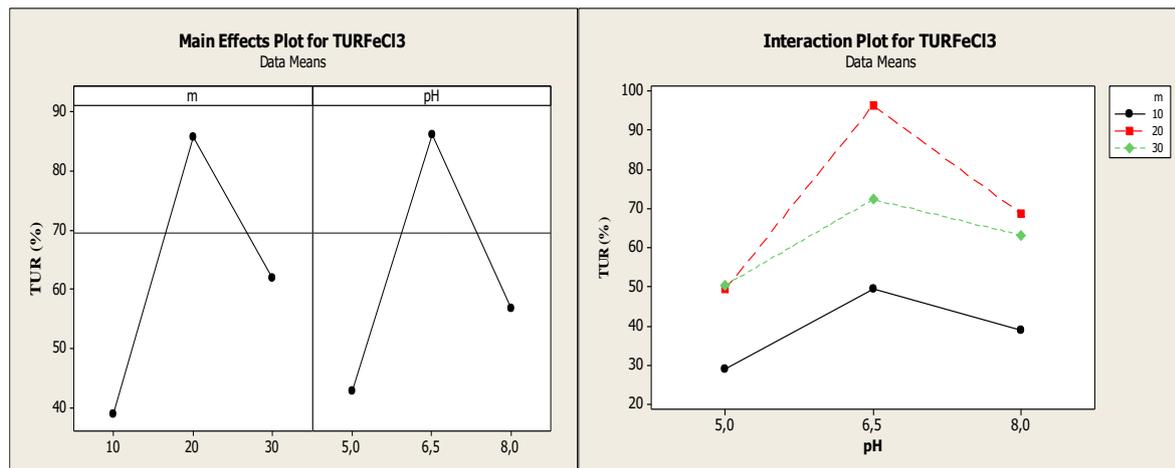


Figure IV-2 : Diagramme des effets et des interactions du rendement de la turbidité pour FeCl_3 .

La figure IV-2 montre clairement que les paramètres : la dose et le pH sont influençant sur le procédé de la coagulation. On remarque que la dose et le pH ont un effet très significatif. Tandis que l'interaction n'a pas d'effet sur le rendement de l'élimination des matières en suspension, car les courbes de l'interaction sont presque parallèles.

L'adéquation du modèle a également été justifié par ANOVA (tableau IV.5), les valeurs de $p=0.000$ ($p<0.05$) pour la régression du modèle implique que ce modèle polynomial d'un second ordre est significatif.

Le manque d'ajustement (lack of fit) aussi a été calculé à partir des erreurs expérimentales (erreur pure) et résiduels « lack of fit (l'erreur d'ajustement) ; erreur pure très faible d'après ANOVA » implique la signification de la corrélation du modèle entre les variables et la réponse du processus de l'élimination de la turbidité.

Tableau IV- 5: ANOVA de la turbidité (%) (FeCl_3).

Source	DDL	Somme de carré	Carrés moyens	Fobs	P-value
Liaison	5	7093.23	1418.65	28.09	0.000
Linéaire	2	1085.83	542.92	10.75	0.007
M	1	792.81	792.81	15.70	0.005
pH	1	293.02	293.02	5.80	0.047
Carrée	2	6005.09	3002.55	59.45	0.000
m*m	1	4010.37	1725.40	34.16	0.001
pH*pH	1	1994.73	1994.73	39.50	0.000
Interaction	1	2.31	2.31	0.05	0.837
m*pH	1	2.31	2.31	0.05	0.837
Erreurs résiduelle	7	353.53	50.50		
Manque d'ajustement	3	353.21	117.74	1475.03	0.000
Erreurs pure	4	0.32	0.08		
Totale	12	7446.77			

$R^2 = 0.952$, R^2 ajusté = 0.918 .

Pour qu'un modèle soit fiable, la réponse doit être prédite avec une précision raisonnable par le modèle aux données expérimentales, la figure IV.3 compare les valeurs expérimentales du rendement de l'élimination de la turbidité avec les valeurs prédites obtenues par le modèle. La figure indique un bon accord entre les valeurs expérimentale est prédite.

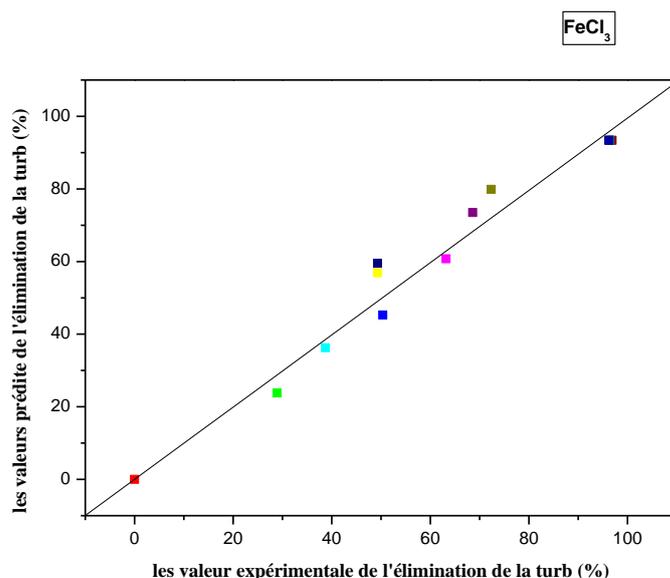


Figure IV-3 : Diagramme de parité pour la valeur expérimentale et prévue de l'élimination de la turbidité.

La valeur de R^2 proche de 1 ($R^2=0.952$) confirme la validité du modèle quadratique aux données expérimentales. Aussi un accord raisonnable avec R^2 -ajusté est nécessaire, selon les résultats de l'ANOVA, la valeur de R^2 -ajusté = 0.918 confirme la précision du modèle.

IV.2.1.2 Analyse du rendement de la DCO

Les expériences de coagulation /floculation de la réduction de la DCO sont présentées dans le tableau IV.4. L'équation suivante est le modèle de régression obtenu d'après les résultats expérimentaux:

$$\text{DCO (\%)} = 85.089 + 12.055 * m + 8.885 * \text{pH} - 28.812 * m^2 - 25.772 * \text{pH}^2 - 2.595 * m * \text{pH} \quad (\text{IV.2})$$

Avec $R^2 = 0.967$.

Les termes a_0 , a_1 , a_2 , a_{11} et a_{22} sont des termes significatifs ($P < 0,05$), cela indique que la dose du FeCl_3 , le pH sont les facteurs clés de la réduction de la DCO. L'interaction des facteurs n'a pas d'effet ($p=0.431 > 0.05$).

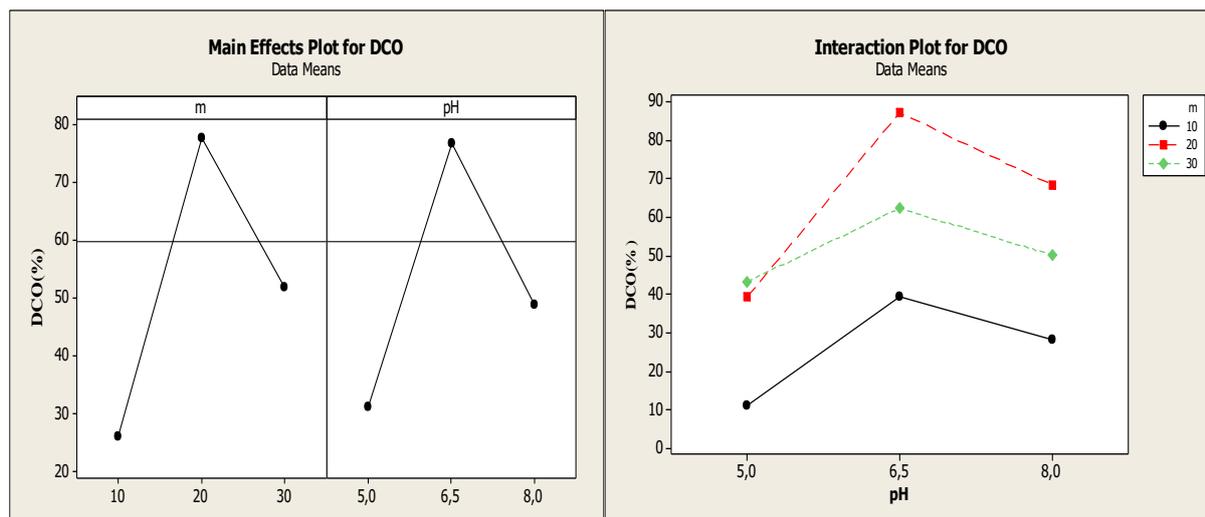


Figure IV-4: Diagramme des effets et des interactions du rendement de la DCO de FeCl₃.

D’après les diagrammes représentés si dessus on observe la signification des deux facteurs étudiés alors que l’interaction a un faible effet.

Tableau IV- 6: ANOVA de la DCO (%) (FeCl₃)

Source	DDL	Somme de carré	Carrés moyens	Fobs	P-value
Liaison	5	8152.99	1630.60	42.18	0.000
Linéaire	2	1470.31	735.16	19.02	0.001
M	1	996.65	996.65	25.78	0.001
pH	1	473.66	473.66	12.25	0.010
Carrée	2	6655.74	3327.87	86.08	0.000
m*m	1	4821.26	2292.78	59.31	0.000
pH*pH	1	1834.48	1834.48	47.31	0.000
Interaction	1	26.94	26.94	0.70	0.431
m*pH	1	26.94	26.94	0.70	0.431
Erreurs résiduelle	7	270.62	38.66		
Manque d’ajustement	3	270.44	90.15	1973.40	0.000
Erreurs pure	4	0.18	0.05		
Totale	12				

$R^2 = 0.967, R^2_{\text{ajusté}} = 0.944.$

L’essai statistique du modèle a été réalisé avec le test statistique de Fisher pour l’analyse de variance (ANOVA). Les résultats de l’ANOVA pour la réduction de la DCO sont présentés dans le tableau IV.6. La régression quadratique montre que le modèle était significatif, car la

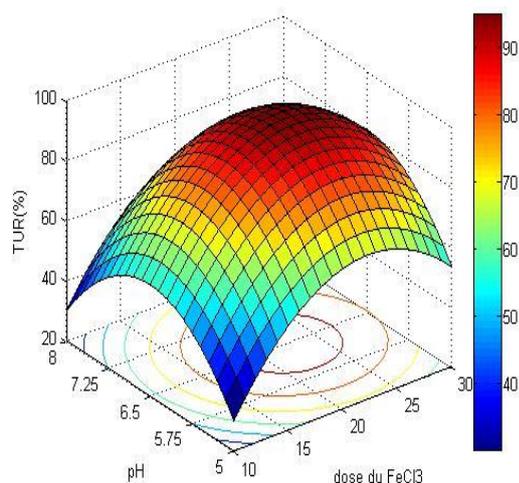
valeur de F statistique (le rapport carré moyen dû à la régression sur le carré moyen sur l'erreur réelle) de 42.18 était supérieure à $F_{5,7}$ (3.97). La valeur du coefficient de corrélation ($R^2 = 0,967$) indique que le modèle empirique ne peut expliquer que 3.3% de la variation totale. La valeur p ($p < 0,0001$) de l'équation (IV.2) implique également que le modèle polynomial du second ordre correspond bien aux résultats expérimentaux.

IV.2.2 Optimisation du processus

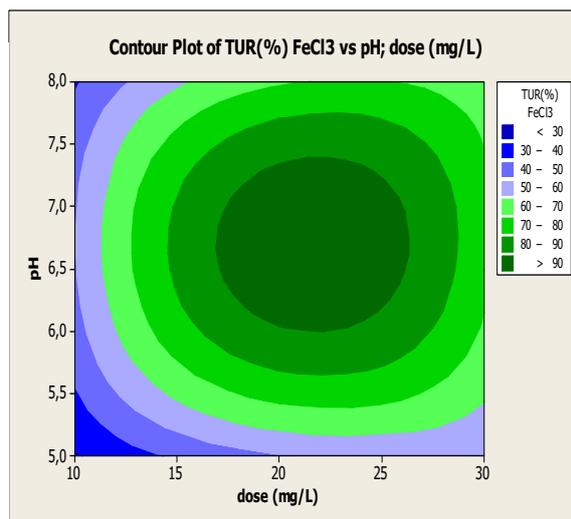
Pour montrer les conditions opératoires optimales correspondant à chaque réponse de traitement par coagulation/floculation/ décantation, des graphiques 3D avec leurs contours ont été représentées dans la figure (IV.5).

On remarque une colline claire et allongée le long de l'axe du pH et l'axe de la dose sur les graphiques des surfaces de réponse tridimensionnelles du modèle quadratique pour l'élimination de la turbidité et la DCO.

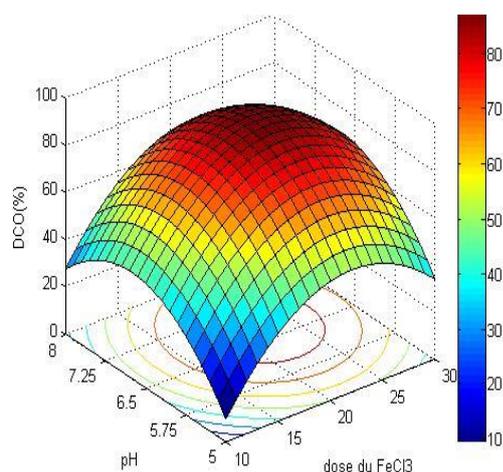
Les graphiques 3D montrent clairement que la réduction de la DCO et la turbidité s'augmente progressivement avec le dosage du FeCl_3 et le pH, lorsque les dosages du FeCl_3 et du pH atteignent une certaine valeur, augmenter davantage le dosage et le pH n'améliore pas l'efficacité de la réduction de la DCO et la turbidité. Ce comportement suggère que la rupture du floc est due à une inversion de charge et à une dispersion en cas de surdosage [49].



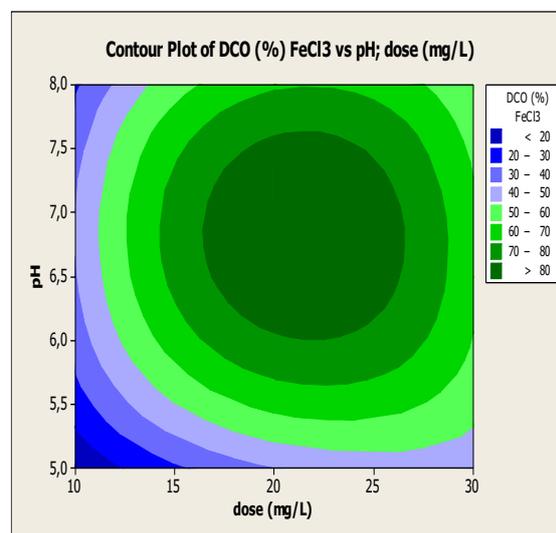
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure IV-5: variation du rendement en fonction de la dose du FeCl_3 et le pH (a et b) rendement de l'élimination de la turbidité, (c et d) rendement de l'élimination de la DCO.

Pratiquement les mêmes conditions optimales de pH et dose donnent des R_{\max} de TUR et DCO.

Les contours circulaires centrés montrent un bon choix du domaine d'étude, d'après les contours montrés dans la figure IV-5 (b),(d). On peut atteindre un rendement d'élimination de la turbidité et de la DCO supérieur à 80 % à des valeurs de 15mg/L jusqu'à 26 mg/L de FeCl_3 et un pH de : 5.5 jusqu'à 7.5. Par contre le rendement ne dépasse pas les 40 % à des doses de [10 – 15] mg/L et un pH de [5 – 5.5] aussi pour des valeurs de FeCl_3 inférieures à 12mg/L et un pH supérieures à 7.5.

Les Valeurs optimales

En utilisant l'optimiser de Minitab, on réalise une optimisation mono objective pour détermine l'optimum correspondant à chaque réponse ensuite une optimisation multi objective pour avoir les conditions qui optimisent les deux réponses au mêmes temps.

Tableau IV- 7: les valeurs optimales du FeCl₃.

	pH optimal	Dose optimale	Valeur du modèle	Valeur expérimentale	Erreur
TUR(%)	6.697	22.32	95.18	95.03	0.15
DCO(%)	6.75	22.12	87.15	88.03	-0.88
TUR+DCO	6.72	22.12	TUR :95.16 DCO :87.15	/	/

Une confirmation des résultats en appliquant la dose de coagulant et le pH (conditions optimales. Comme le montre le tableau IV.7, l'élimination de la turbidité et la DCO obtenus expérimentalement sont proches de ceux estimés à l'aide du modèle.

IV.3 PARTIE B : cactus poudre

On applique le CCD au cas du bio coagulant poudre.

IV.3.1 Analyse statistique et développement du modèle de régression

Nous avons étudié l'influence des deux facteurs choisis : la dose du bio coagulant cactus poudre (m) et le pH initial de la solution (pH), sur le rendement des deux importantes réponses qui sont la réduction de la turbidité TUR(%) et l'élimination de la demande chimique d'oxygène DCO(%).

Les niveaux des variables investigués dans cette étude qui sont : la dose du bio coagulant et le pH de la solution sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau IV- 8: Domaine d'étude du cactus poudre.

Variable	Valeurs codées et réelles		
	-1	0	+1
la dose du coagulant m (mg/L)	10	25	40
pH	2	7	12

Les résultats des expériences de coagulation/floculation/décantation qui ont été conçues en utilisant le plan CCD, et les valeurs des rendements de l'élimination de la turbidité et la DCO prédites par le modèle sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau IV- 9: plan d'expérience CCD de l'élimination de la turbidité et la DCO par cactus poudre.

EXP	Dose(m) (mg/L)	pH	Elimination de la turbidité (%)		Elimination de la DCO(%)	
			Expérimentale	prédite	expérimentale	prédite
1	-1	-1	36.5	35.42	18.5	16.45
2	+1	-1	45.0	42.64	20.5	22.31
3	-1	+1	90.27	89.66	91	82.95
4	+1	+1	97.64	95.74	95.20	91.01
5	-1	0	76.11	77.79	43.62	53.7
6	+1	0	80.20	84.45	58.3	60.66
7	0	-1	41.50	44.93	38	38.22
8	0	+1	96.11	98.61	93	105.82
9	0	0	88.20	87.03	78.25	76.02
10	0	0	87.6	87.03	78.63	76.02
11	0	0	88.10	87.03	78.02	76.02
12	0	0	88.20	87.03	78.16	76.02
13	0	0	89.00	87.03	79.5	76.02

II.3.1.1 Analyse statistique du rendement de la turbidité

L'équation suivante est un modèle de régression fournis par le plan expérimental précédant:

$$\text{TUR (\%)} = 87.03 + 3.32 * m + 26.83 * \text{pH} - 5.9 * m^2 - 15.25 * \text{pH}^2 - 0.28 * m * \text{pH} \quad (\text{IV.3})$$

Les diagrammes des effets et interaction sont présents dans la figure IV. 6

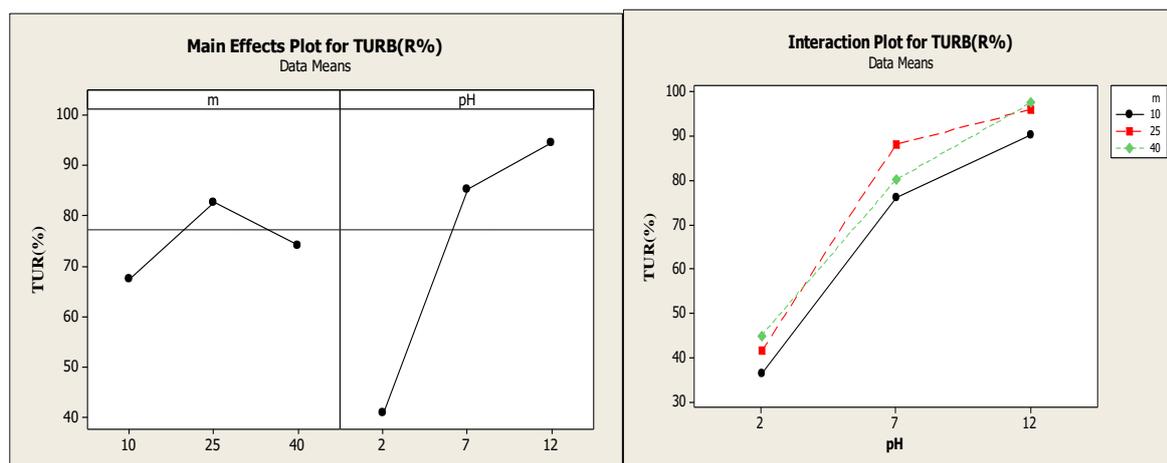


Figure IV.6 : Diagramme des effets et interaction de la turbidité du cactus poudre.

On remarque que la dose du bio coagulant (cactus poudre) et le pH ont un effet significatif sur l'élimination de la turbidité par contre l'effet de l'interaction et presque nulle.

Pour pouvoir évaluer la qualité de l'ajustement on a recouru à l'analyse de la variance ANOVA.

Le tableau IV.10 regroupe les résultats fournis par ANOVA pour la première réponse étudiée TUR(%)

Tableau IV- 10: ANOVA de la TUR (%) (cactus poudre).

Source	DDL	Somme de carré	Carrés moyens	Fobs	P-value
Liaison	5	5474.62	1094.92	132.72	0.000
Lineaire	2	4387.64	2193.82	265.92	0.000
M	1	66.40	66.40	8.05	0.025
pH	1	4321.24	4321.24	523.79	0.000
Carrée	2	1086.66	543.33	65.86	0.000
m*m	1	443.74	96.38	11.68	0.011
pH*pH	1	642.93	642.93	77.93	0.000
Interaction	1	0.32	0.32	0.04	0.850
m*pH	1	0.32	0.32	0.04	0.850
Erreurs résiduelle	7	57.75	8.25		
Manque d'ajustement	3	56.74	18.91	75.05	0.001
Erreurs pure	4	1.01	0.25		
Totale	12	5532.37			

$R^2=0.989$, R^2 ajusté= 0.982

La valeur de $F=132.72$ (avec $p\text{-value}<0.001$) qui est supérieure de $F_{\text{crit}}=3.97$, implique la signification de la corrélation du modèle entre les variables et la réponse (la turbidité) du processus.

La valeur de R^2 proche de 1 est désirable et assure un ajustement satisfaisant du modèle quadratique aux données expérimentales. Aussi un accord raisonnable avec R^2 ajusté est nécessaire. Selon ANOVA, la valeur de $R^2=0.989\%$ et R^2 ajusté= 0.982% confirme la précision du modèle.

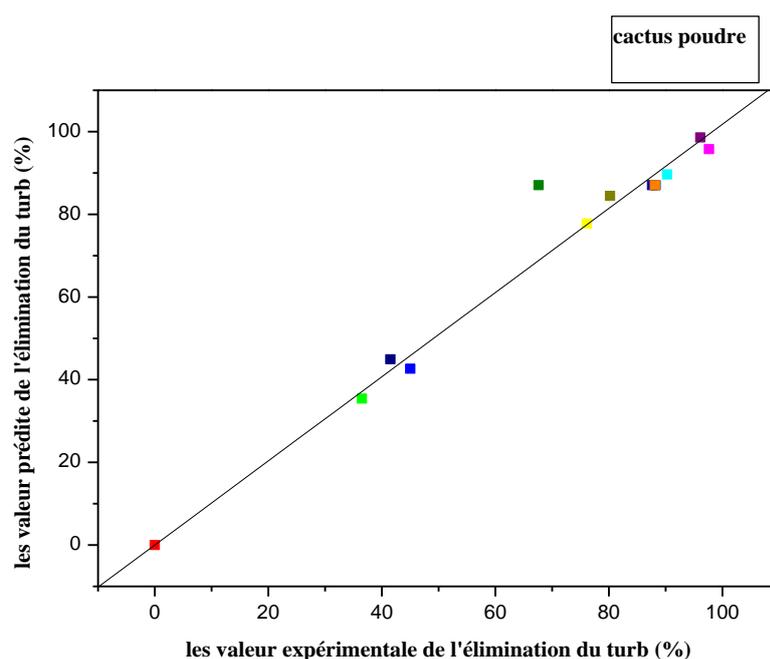


Figure IV-7 : valeurs prédites vs valeurs expérimentales de l'élimination de la turbidité.

En appliquant un graphique de diagnostique, tel que le graphique des valeurs prédites par rapport aux valeurs réelles, la figure IV.7 indique un bon accord entre les valeurs expérimentales et les valeurs prédites de l'élimination de la turbidité.

II.3.1.2 Analyse du rendement de la DCO

Les résultats établis dans le tableau IV.9, peuvent nous fournir le modèle de la régression de la deuxième réponse étudiée (DCO) suivant :

$$\text{DCO} = 76.02 + 3.48 * m + 33.80 * \text{pH} - 18.83 * m^2 - 3.99 * \text{pH}^2 + 0.55 * m * \text{pH} \quad (\text{IV.4})$$

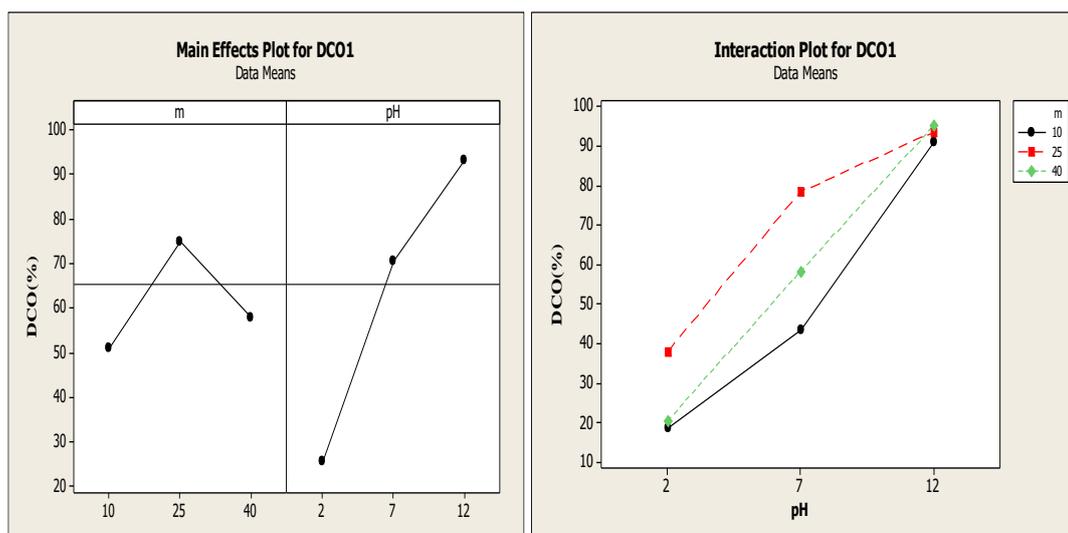


Figure IV.8 : Diagramme des effets et des interactions du rendement de la DCO du cactus poudre.

D’après les diagrammes représentés si dessus on observe la signification des deux facteurs étudiés alors que l’interaction a un faible effet.

Tableau IV- 11: ANOVA DCO (%) (cactus poudre).

Source	DDL	Somme de carré	Carrés moyens	Fobs	P-value
Liaison	5	8311.89	1662.38	30.71	0.000
Linéaire	2	6927.30	3463.65	64	0.000
M	1	72.66	72.66	1.34	0.285
pH	1	6854.64	6854.64	136.65	0.000
Carrée	2	1383.38	691.69	12.78	0.005
m*m	1	1339.25	980.04	18.11	0.004
pH*pH	1	44.13	44.13	0.82	0.397
Interaction	1	1.21	1.21	0.02	0.885
m*pH	1	1.21	1.21	0.02	0.885
Erreurs résiduelle	7	378.86	54.12		
Manque d’ajustement	3	377.44	125.81	353.24	0.000
Erreurs pure	4	1.42	0.36		
Totale	12	8690.76			

$R^2 = 0.956$, R^2 ajusté = 0.925.

D'après le tableau ANOVA, les coefficients des effets a_0 , a_2 et a_{11} ont des valeurs de p-value <0.05 ce qui montre la signification de ces termes, tandis que les termes : a_1 , a_{22} et a_{12} ont une valeur de $p > 0.05$ qui sont respectivement 0.285, 0.397 et 0.885 cela implique l'élimination de ces termes.

La valeur du coefficient de corrélation ($R^2=0.956$) indique que juste 4.4% de la variation totale n'a pas pu être expliquée par le modèle empirique. Aussi un autre critère de validation de notre modèle est la valeur de $F_{obs} = 30.7$ est supérieure de la valeur $F_{crit} (3.97)$.

Le graphique des valeurs prédites par rapport aux valeurs actuels du rendement de l'élimination de la DCO est présenté dans la figure IV.9 .on remarque les valeurs réelles sont réparties relativement près de la droite de la première bissectrice.

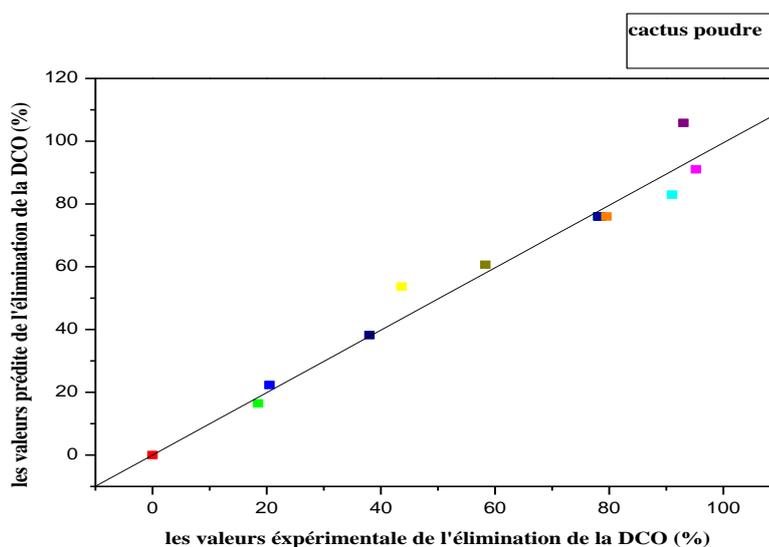


Figure IV-9 : valeurs prédites vs valeurs expérimentales de l'élimination de la DCO par le cactus poudre.

IV.3.2 optimisation du processus

Les parcelles de surface déterminées par les équations (IV.3) et (VI.4) du rendement de l'élimination de la turbidité et la DCO conçus par le Matlab sont montrées dans la figure IV.10 avec les tracés des contours correspondants.

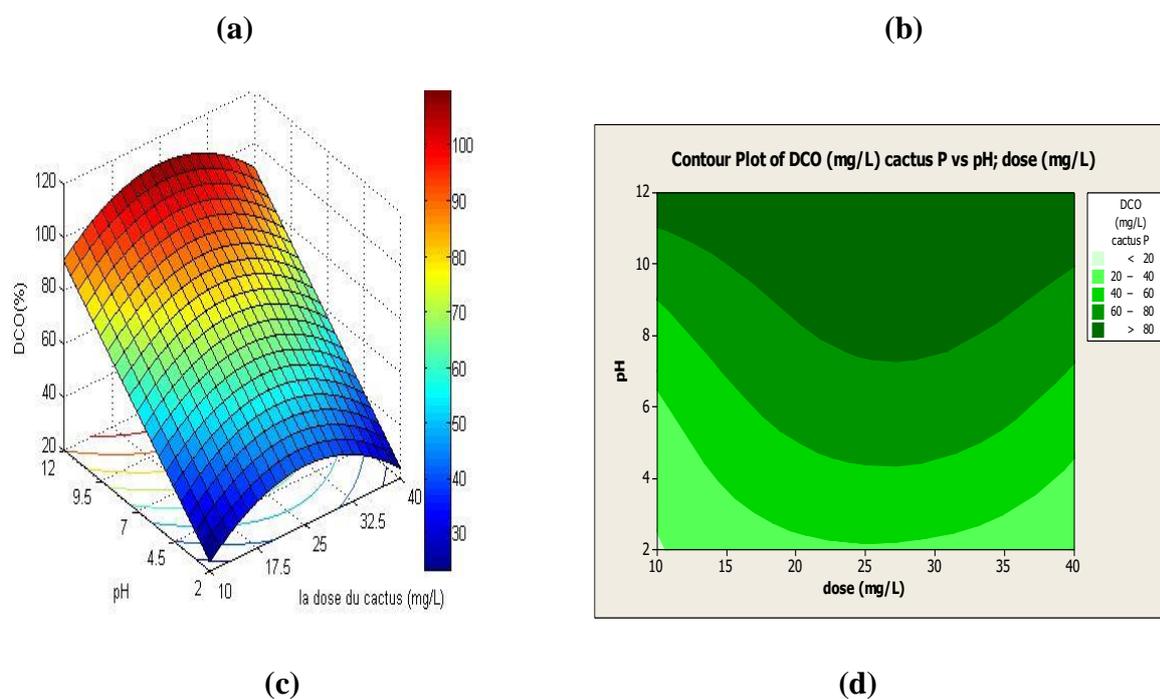


Figure IV-10 : variation du rendement en fonction de la DCO et le pH, (a et b) rendement de l'élimination de la turbidité, (c et d) rendement de l'élimination de la DCO.

Les graphiques de réponse montrent un pic clair, ce qui implique que les conditions optimales pour obtenir les valeurs maximales des réponses sont attribuées au pH et au dosage dans l'espace de conception.

Le pH et la dose du coagulant jouent un rôle important dans le processus de coagulation/floculation. Comme le montre la figure IV.10 le pourcentage maximum d'élimination de la turbidité en utilisant le cactus poudre est de plus de 90% est atteint à des doses de cactus poudre comprises entre 15mg/L et 30 mg/L et un pH compris entre 8 et 12 ; ainsi pour l'élimination de la DCO atteint un rendement qui dépasse les 80% dans l'intervalles [17.5-35] mg/L et un pH de [9-12].

On remarque que l'élimination de la turbidité et la DCO diminuera avec l'augmentation supplémentaire du dosage du coagulant et la diminution du pH.

Les Valeurs optimales

En utilisant l'optimiser de Minitab, on réalise une optimisation mono objective pour détermine l'optimum correspondant à chaque réponse ensuite une optimisation multi objective pour avoir les conditions qui optimisent les deux réponses au mêmes temps.

Tableau IV- 12: Les valeurs optimales du cactus poudre.

	pH optimal	Dose optimale	Valeur du modèle	Valeur expérimentale	Erreur
TUR(%)	11.3939	28.7879	99.2338	98.33	0.9
DCO(%)	12	26.6667	106.0400	96.55	9.49
TUR+DCO	11.3939	26.6667	TUR : 99.1022 DCO : 102.8460	/	/

L'erreur estimée pour le rendement de la turbidité est acceptable, par contre l'erreur estimée pour la DCO est grande.

IV.4 PARTIE C : Cactus liquide

On applique le CCD au cas du bio coagulant cactus liquide.

IV.4.1 Analyse statistique et développement du modèle

Dans cette partie le jus de cactus dilué à 10% a été utilisé comme bio coagulant, les résultats expérimentaux du rendement de la réduction de la turbidité et notamment la DCO par coagulation/floculation/décantation sont montrés dans le tableau ci-dessous

Tableau IV- 13: domaine d'étude du cactus jus.

Variables	Variables codées et réelles		
	-1	0	+1
le volume du coagulant V (ml/L)	0.4	5.2	10
pH	2	7	12

Tableau IV- 14: Plan d'expérience CCD de l'élimination de la turbidité et la DCO par cactus liquide.

EXP	Dose(V) (ml)	pH	Elimination de la turbidité (%)		Elimination de la DCO(%)	
			expérimentale	Prédite	Expérimentale	Prédite
1	-1	-1	27.35	36.909	27.75	34.976
2	+1	-1	10.41	13.256	45.20	46.235
3	-1	+1	93.97	93.226	92.10	91.001
4	+1	+1	90.25	82.792	89.80	82.510
5	-1	0	69.52	60.705	65.40	59.273
6	+1	0	39.05	43.662	54.40	60.656
7	0	-1	54.92	42.515	65.00	56.739
8	0	+1	97.24	105.442	94.50	102.889
9	0	0	69.05	69.617	76.40	76.098
10	0	0	68.63	69.617	76.01	76.098
11	0	0	68.63	69.617	76.01	76.098
12	0	0	68.87	69.617	76.30	76.098
13	0	0	68.70	69.617	75.90	76.098

II.4.1.1 Analyse statistique du rendement de la turbidité

L'équation suivante est le modèle de régression de la turbidité en utilisant le cactus jus :

$$\text{TUR (\%)} = 69.61 - 8.52*v + 31.46*\text{pH} - 17.43*v^2 + 4.36*\text{pH}^2 + 3.30 \quad (\text{IV.5})$$

Les diagrammes des effets et interaction sont présentés dans la figure IV.11

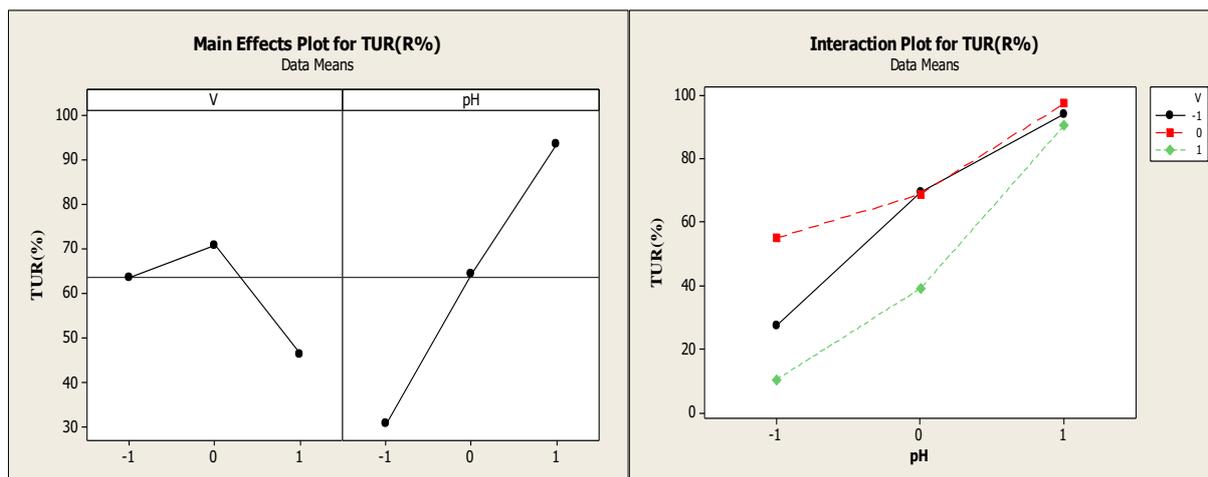


Figure IV.11 : Diagramme des effets et interaction du rendement de la turbidité en utilisant le cactus jus.

On remarque que la dose du bio coagulant (cactus jus) et le pH ont un effet significatif sur l'élimination de la turbidité par contre l'effet de l'interaction et presque nulle (les droites sont en parallèles).

Pour pouvoir évaluer la qualité de l'ajustement on a recouru à l'analyse de la variance ANOVA. Tableau IV- 15:

Tableau ANOVA de la turbidité (%) (cactus jus)

Source	DDL	Somme de carré	Carrés moyens	Fobs	P-value
Liaison	5	7257.20	1455.04	21.24	0.000
Linéaire	2	6375.36	3187.68	46.54	0.000
M	1	435.71	435.71	6.36	0.040
pH	1	5939.65	5939.65	86.72	0.000
Carrée	2	856.14	428.07	6.25	0.028
m*m	1	803.59	839.36	12.26	0.010
pH*pH	1	52.55	52.55	0.77	0.410
Interaction	1	43.69	43.69	0.64	0.451
m*pH	1	43.69	43.69	0.64	0.451
Erreurs résiduelle	7	479.43	68.49		
Manque d'ajustement	3	479.29	159.76	4829.65	0.000
Erreurs pure	4	0.13	0.03		
Totale	12	7754.62			

$R^2 = 0.938$, R^2 (ajusté) = 0.894.

Le test statistique du modèle a été réalisé par le test de Fisher pour l'analyse de la variance (ANOVA). Le test montre que le modèle était significatif, car la valeur de Fstatistique (rapport du carré moyen dû à la régression à l'erreur moyenne) de 21.24 était supérieure à $F_{5,7}(3.97)$. La valeur du coefficient de corrélation ($R^2 = 0,938$) indique que le modèle empirique ne peut expliquer que 6.2% de la variation totale [50]. La valeur p ($p < 0,0001$) implique également que le modèle polynomial du second ordre correspond bien aux résultats expérimentaux.

Notre modèle obtenu pour les variables d'exploitation est satisfaisant à mesure que le graphe des valeurs prédites par rapport aux valeurs réelles se rapproche le long d'une ligne droite, comme indiqué sur la figure IV. 12.

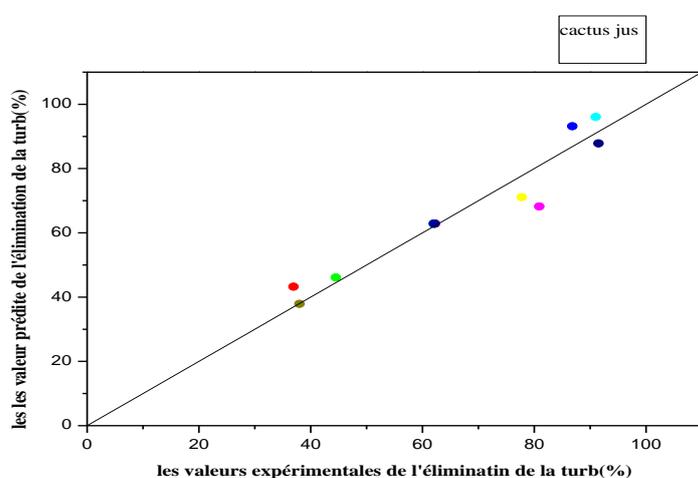


Figure IV-12: **Les valeurs prédites vs expérimentales de l'élimination de la turbidité par le cactus jus.**

II.4.1.2 Analyse statistique du rendement de la DCO

Le CCD présenté ci-dessus a permis la mise au point des équations mathématiques dans lesquelles chaque réponse $Y = f(X)$ était évaluée en fonction de la dose et du pH, et calculée comme la somme d'une constante, de deux effets linéaires, des deux effets quadratiques et d'un effet d'interaction. Les résultats du modèle ajusté pour l'élimination de la DOC sont donnés dans l'équation (IV.6)

$$\text{DCO (\%)} = 76.098 + 0.69 * V + 23.075 * \text{pH} - 16.134 * V^2 + 3.716 * \text{pH}^2 - 4.937 * V * \text{pH} \quad (\text{IV.6})$$

Les diagrammes des effets et interaction sont présentés dans la figure IV. 13

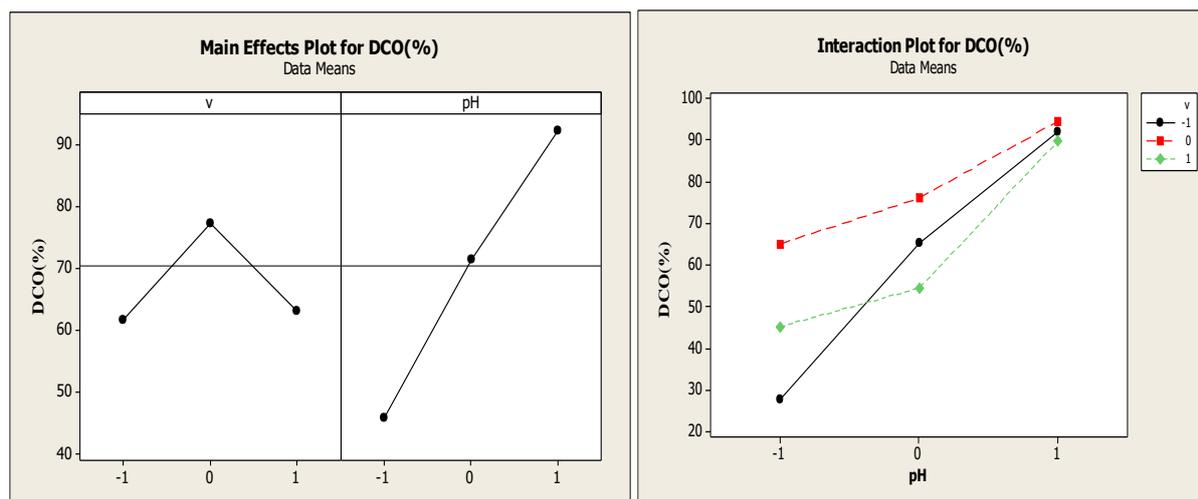


Figure IV.13 : Diagramme des effets et interaction du rendement de DCO en utilisant le cactus jus.

D'après les diagrammes représentés si dessus on observe la signification des deux facteurs étudiés alors que l'interaction a un faible effet.

Tableau IV- 16: ANOVA DCO (%) (cactus jus).

Source	DDL	Somme de carré	Carrés moyens	Fobs	P-value
Liaison	5	5453.25	1090.65	140.96	0.000
Linéaire	2	4387.64	2193.82	283.54	0.000
M	1	66.40	66.40	8.58	0.022
pH	1	4321.24	4321.24	558.49	0.000
Carrée	2	1065.29	532.64	68.84	0.000
m*m	1	431.92	92.70	11.98	0.011
pH*pH	1	633.37	633.37	81.86	0.000
Interaction	1	0.32	0.32	0.04	0.845
m*pH	1	0.32	0.32	0.04	0.845
Erreurs résiduelle	7	54.16	7.74		
Manque d'ajustement	3	54.16	18.05		
Erreurs pure	4	0.00	0.00		
Totale	12				

$R^2=0.925$, R^2 ajusté = 0.872.

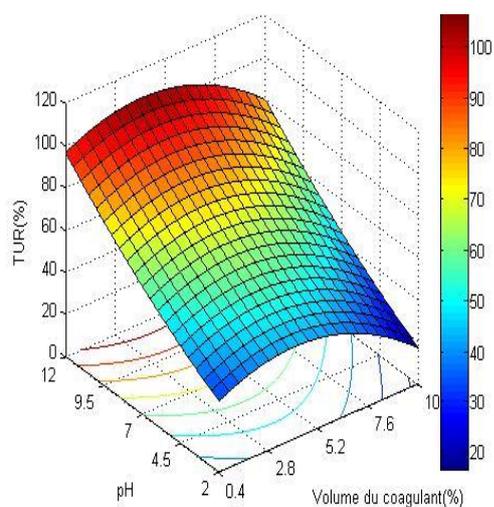
Dans ce cas, d'après l'analyse de la variance, la valeur F calculée est supérieure à la valeur tabulée ($F_{tab} = 3,97$). Cela signifie que le modèle de réponse obtenu est validé d'un point de vue statistique et constitue un bon prédicteur des données expérimentales. De plus, la valeur R^2

est de 0.925, ce qui est souhaitable. Cela implique que plus de 92.58% de l'écart de données peut être expliqué par les modèles empiriques développés. De plus, la valeur R^2 prédite est en accord avec les statistiques ajustées $R^2_{\text{ajusté}}=0.894$. Cela signifie que des termes significatifs ont été inclus dans le modèle empirique.

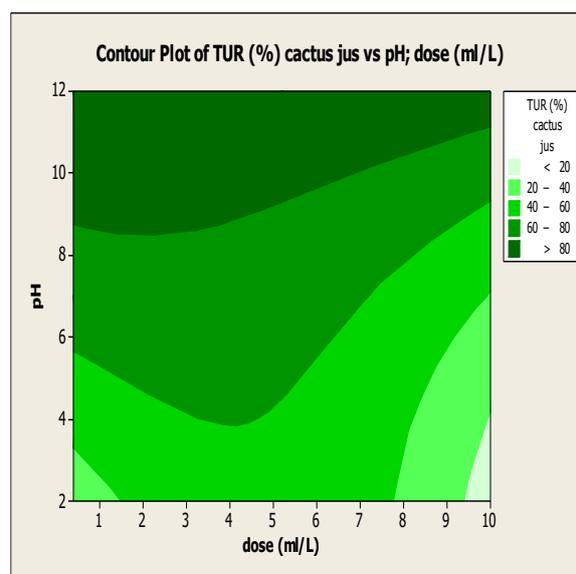
IV.4.2 Optimisation du processus

Les tracés de surface de réponse pour le cactus jus et des contours semis circulaires de l'élimination de la turbidité et la DCO sont illustrés dans la figure IV.14. Les parcelles ont une forme approximativement symétrique.

Les profils curvilignes obtenus pour la TUR(%) et la DCO sont conformes aux modèles quadratiques. Les deux réponses étudiées diminuent significativement avec la diminution du pH.



(a)



(b)

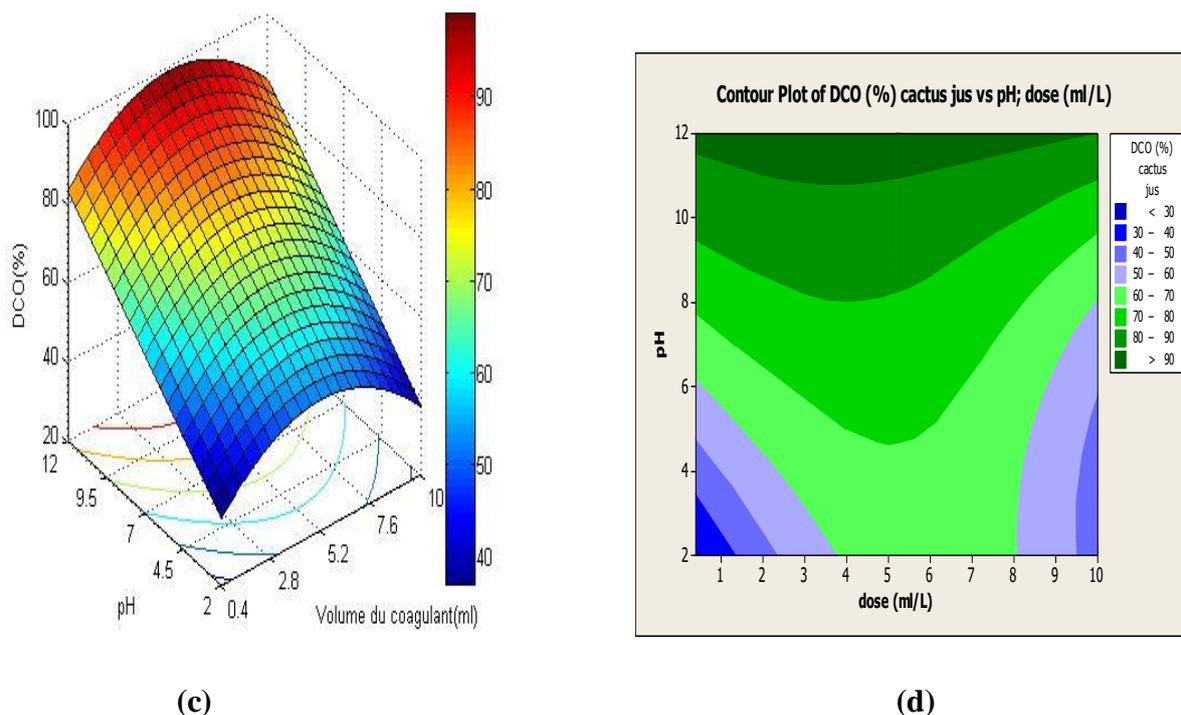


Figure IV-14 : Variation de la réduction de la turbidité et la DCO en fonction de la dose et pH, (a et b) : turbidité, (c et d) : DCO.

On remarque que pratiquement les mêmes conditions optimales de pH et dose donnent des rendements maximaux de TUR et DCO.

L'élimination de la turbidité, (c et d) rendement de l'élimination de la DCO.

Les graphiques de réponse montrent un pic clair, ce qui implique que les conditions optimales pour obtenir les valeurs maximales des réponses sont attribuées au pH et au dosage dans l'espace de conception.

Le pH et la dose du coagulant jouent un rôle important dans le processus de coagulation/floculation. Comme le montre la figure IV.14 le pourcentage maximum d'élimination de la turbidité en utilisant le cactus jus est de plus de 80% est atteint à des doses de cactus jus comprises entre 1ml/L et 7 ml/L et un pH compris entre 5 et 7 ; ainsi pour l'élimination de la DCO atteint un rendement qui dépasse les 90% dans l'intervalle [2-8] ml/L et un pH de [6.3-7.5].

On remarque que l'élimination de la turbidité et la DCO diminuera avec l'augmentation supplémentaire du dosage du coagulant et la diminution du pH.

Les Valeurs optimales

En utilisant l'optimiser de Minitab, on réalise une optimisation mono objective pour détermine l'optimum correspondant à chaque réponse ensuite une optimisation multi objective pour avoir les conditions qui optimisent les deux réponses au mêmes temps.

Tableau IV- 17: les valeurs optimales du cactus jus.

	pH optimal	Dose optimale	Valeur du modèle	Valeur expérimentale	Erreur
TUR(%)	12	4.4727	105.8322	99.14	6.6922
DCO(%)	12	4.5697	103.1686	98.86	4.3086
TUR+DCO	12	4.4727	TUR :105.8322 DCO :103.1622	/	/

Une confirmation des résultats en appliquant la dose de coagulant et le pH (conditions optimales. Comme le montre le tableau IV.17, l'élimination de la turbidité et la DCO obtenus expérimentalement sont proches de ceux estimés à l'aide du modèle.

Tableau IV- 18: caractérisation des eaux usées après traitement par le cactus jus et poudre.

D'après le tableau ci-dessus, nous remarquons un abaissement important des paramètres

Paramètre	cactus poudre	Rendement de l'élimination (%)	Cactus jus	Rendement de l'élimination (%)
pH	11.9	/	11.8	/
T (C°)	21	/	21	/
Conductivité (µs/cm)	1541	/	1800	/
O ₂ dissous (mg /L)	/	/	/	/
PO ₄ ⁻² (mg /L)	0.123	80.35	0.153	75.55
N-NO ₃ ⁻ (mg /L)	0.310	65.93	0.327	64.06
MES (mg /L)	16	95.26	5.2	98.46
N-NH ₄ ⁻ (mg /L)	0.007	99.74	0.009	99.66
DCO (mg /l O ₂)	34	94.36	39	93.53
DBO ₅ (mg /l O ₂)	/	/	/	

de la pollution, un rendement de réduction de l-ortho-phosphate qui dépasse les 75 % dans le cas du cactus liquide et 80% en utilisant le cactus poudre. L'élimination de MES a connu un rendement plus fort qui dépasse les 95%, les N-NO₃⁻ ont été réduits à 64%. Tandis que les N-NH₄⁻ n'ont resté que des traces (R>99%). En comparant les résultats obtenus dans le cas du cactus poudre et ceux du cactus jus, nous remarquons que ceux du cactus poudre sont les meilleurs. En conclusion, le cactus soit poudre soit jus peut remplacer les coagulants conventionnels qui génèrent des produits toxiques.

Chapitre V :
CARACTERISATION
DU
CACTUS POUDRE

V.1 Introduction

La caractérisation quantitative et qualitative de support est très importante, car elle nous donne des informations indispensables à la compréhension des interactions mises en jeu dans le phénomène d'adsorption.

Suivant les moyens disponibles nous avons considéré les analyses de caractérisation suivantes:

- Les fonctions de surface par la méthode de Boehm,
- Le pH charge Zéro pH_{PZC} ,
- L'indice iode,
- L'indice phénol,
- L'indice du bleu de méthylène ;
- L'infrarouge.

V.2 Identification et dosage des fonctions de surface par la méthode de Boehm

Le dosage des fonctions de surface a été effectué selon la méthode de Boehm qui correspond au titrage acido-basique des groupements fonctionnels de surface .pour cela nous avons procédé comme suit:

- 1- Des échantillons de 1 g de cactus mis en contact avec quatre solutions de Na_2CO_3 , $NaHCO_3$, $NaOH$ et HCl de concentrations égale à 0.1 M
- 2- Mettre ces solutions sous une agitation (simple avec des barreaux magnétiques) à 150 tr/min pendant 96 heures
- 3- Après l'agitation nous avons centrifugés les solutions considérées.
- 4- Titrage de 10 ml du filtrat par une base forte ou un acide fort (HCl ou $NaOH$) avec l'ajout de quelques gouttes de phénolphtaléine ou méthyle orange, afin de doser l'excès de base ou d'acide.

Cette méthode permet de calculer l'acidité ou l'alcalinité totale d'un matériau adsorbant, en faisant la somme respective des groupements fonctionnels acides et basiques. Le nombre de site des divers fonctions acides est calculé en considérant que:

- NaHCO₃ neutralise les groupes carboxyliques.
- Na₂CO₃ neutralise les groupes carboxyliques et lactones.
- NaOH neutralise les groupes carboxyliques, lactones et phénoliques [51].

La méthode de calcul utilisé pour la détermination de la quantité des fonctions à la surface d'un adsorbant, varie en fonction de la méthode de titrage utilisée, nous avons utilisé la méthode de titrage volumique.

Après le titrage on note le volume puis on calcule le nombre de mole des fonctions par l'équation suivante [52] :

$$\text{Groupe fonctionnel } \left(\frac{\text{mmol}}{\text{g}}\right) = \frac{(N \times V)_{\text{titr}}}{M} \times \frac{V_{\text{initial}}}{V_f} \quad (\text{V.1})$$

Avec :

N_{titr} : Normalité de la solution utilisée pour le titrage direct.

V_{titr} : volume de la solution utilisé pour le titrage.

V_f : le volume des filtrats pris du volume de la solution (10ml).

V_{initiale} : volume de la solution mélangée avec le solide 50ml.

Lors de la quantification des groupements acides et basique à la surface de notre matériau, nous avons obtenu les résultats représentés sur le tableau ci-dessous :

Tableau V- 1: Détermination de des fonctions de surface.

Type de fonction	Concentration (mmol/g)
Groupement basique	0.1507
Groupement acide	0.2300
Groupement carboxylique	0.0568
Groupement phénolique	0.1615
Groupement lactonique	0.0117

D'après le tableau précédent on note que le cactus est de caractère acide, car le nombre de groupement acide à la surface de cactus (0.23mmol/g) est supérieur à celui du groupement basique (0.1507mmol/g).

Pour les groupements acides, il est remarqué que les groupements phénoliques constituant la plus grande partie par rapport aux groupements carboxyliques et lactoniques dont la présence est assez faible.

Cette valeur confirme le caractère légèrement acide pour le résultat obtenu par la méthode de dosage des fonctions de surface (fonction acides avec 0.23mmol/g supérieures aux fonctions basiques avec 0.1507mmol/g).

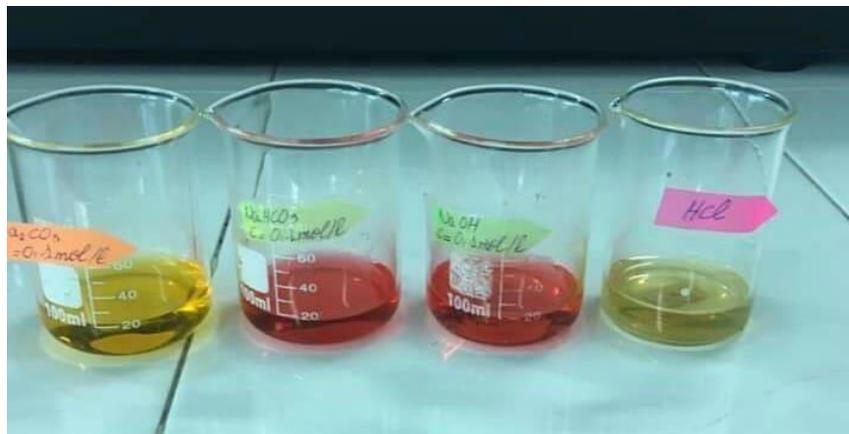


Figure V-5 : Détermination des fonctions acides et basiques de surface.

V.3 Détermination du pH du point de zéro charge (pH_{pzc})

C'est le pH de la solution en équilibre avec le matériau, et qui correspond à une densité de charge électrique totale nulle [53]. Ce paramètre est très important dans les phénomènes d'adsorption, surtout quand des forces électrostatiques sont impliquées dans les mécanismes de rétention

Mode opératoire

- On prépare des solutions de NaCl de 0.1 N à différents pH_i variant de 2 à 12 ajusté par le NaOH ou HCl et de volume de 20 ml,
- Introduire une masse de 0.1 g dans chaque solution,
- Agiter pendant 24 heures,
- Centrifuger les solutions,
- Mesurer le pH final du surnageant,
- Porter sur un graphe $\Delta\text{pH} = f(\text{pH}_i)$ ou $\Delta\text{pH} = (\text{pH}_f - \text{pH}_i)$. L'intersection de la courbe avec l'axe des x qui passe par le zéro nous donne le point isoélectrique [54].

Tableau V- 2: Détermination du pH_{pzc}

pH_i	2	4	6	8	10	12
pH_{final}	2.01	3.81	6.88	7.13	7.25	11.73
$pH_{final}-pH_i$	0.01	-0.19	0.88	-0.87	-2.75	-0.27

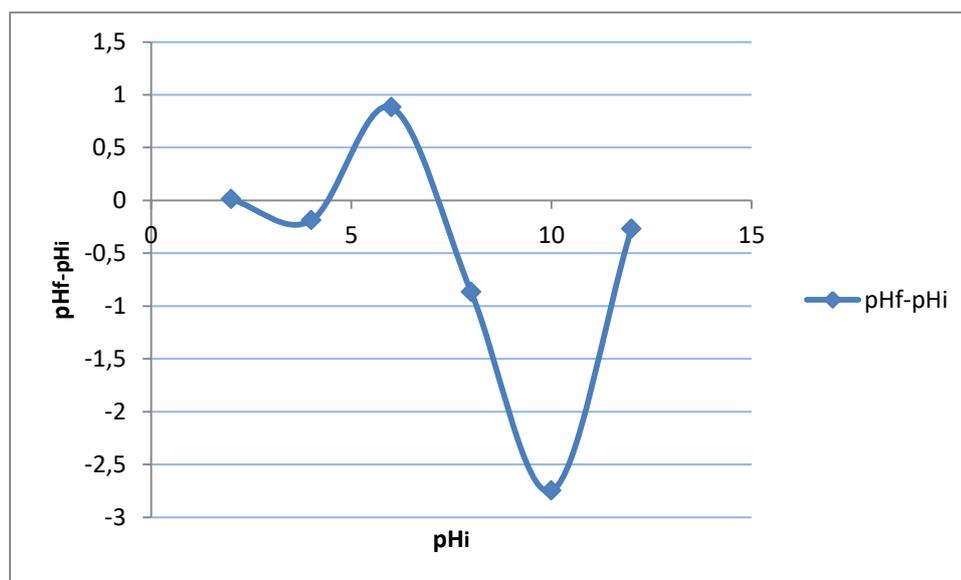


Figure V-6 : pH du point de charge zéro du cactus.

D'après cette figure le point où le $pH_{final}-pH=0$ est presque égale à 7.2, donc $pH_{pzc}=7.2$

Si : $pH < pH_{pzc} \rightarrow$ la surface devient chargée positivement, la concentration des ions H^+ est élevée, cela entraîne normalement une diminution de l'adsorption.

Si : $pH > pH_{pzc} \rightarrow$ la surface de l'adsorbant est chargée négativement et favorise l'adsorption cela est due à la force électrostatique d'attraction accrue

V.4 Indice iodique

Quantité de mono chlorure d'iode, exprimée en grammes d'iode adsorbée par g du support.

Dans notre cas : le cactus.

L'indice d'iode permet de mesurer le contenu des micropores d'un adsorbant. Cet indice de rétention caractérise les zones accessibles à toute particule de taille inférieure ou égale à cette molécule d'iode. En particulier les mini-micropores accessibles aux petites particules responsables des goûts ou des odeurs [55].

Selon la méthode retrouvée, on réalise deux essais :

- Le premier à blanc ou on met 10ml d'une solution d'iode de 0.1 N dans un bécher et on dose par une solution de thiosulfate de sodium de 0.1N, en présence de quelque gouttes d'une solution d'amidon comme indicateur jusqu'à la disparition de la couleur.
- Le deuxième essai consiste à ajouter 0.2 g du cactus dans un bécher qui contient 15 ml d'une solution d'iode 0.1 N avec agitation pendant 4 min. Après, on centrifuge et on dose 10 ml du filtrat (qui contient l'iode) à la solution de thiosulfate de sodium de 0.1N en présence de deux gouttes d'une solution d'amidon [55].

L'indice d'iode peut être calculé par la formule suivante :

$$I_d = \frac{(V_b - V_s)N(126.9)\left(\frac{15}{10}\right)}{m} \quad (V-2)$$

Avec :

$V_b - V_s$: différence du résultat de titrage de l'essai blanc et de l'essai avec le cactus en (ml de thiosulfate de sodium (0.1 N)

N : normalité de la solution de thiosulfate de sodium en (N)

126.9 : la masse atomique d'iode

m : la masse de l'absorbant en (g)

D'après le calcul nous avons trouvé :

$$I_d = 233.179 \text{ mg/g}$$

D'après le résultat on observe que notre biosorbant, le cactus, est microporeux car il donne une capacité maximale de rétention en iode assez importante.

V.5 Indice de bleu de méthylène

L'indice de bleu de méthylène (MB) (en mg/g) peut être mesuré pour quantifier les mésopores et les macropores [56].

Il est synonyme d'une capacité d'adsorption forte pour de grosses molécules. L'indice de bleu de méthylène est défini comme étant le volume, en millilitre, de solution standard de bleu de méthylène décoloré par 1 g du cactus. L'indice de bleu de méthylène ou la capacité d'adsorption est calculé à l'aide de la relation ci-après :

$$Q_{BM} = \frac{(C_i - C_f)V}{m_{BM}} \quad (V.3)$$

C_i : concentration initiale de la solution de bleu de méthylène 50 mg/l

C_e : concentration résiduelle de la solution de bleu de méthylène

V : volume de la solution de bleu de méthylène 50ml

m : la masse du cactus 1g

Les résultats obtenus sont représentés sur le tableau suivant :

Tableau V- 3: Capacité d’adsorption de bleu de méthylène.

t (min)	5	10	15	30	60	90	120
Abs	0.5645	0.5446	0.5199	0.5042	0.5377	0.5141	0.5354
Crès (mg/g)	31.7099	30.6811	29.4066	28.5964	30.3250	29.1073	30.2064
Q (mg/g)	0.9146	0.9659	1.0296	1.0702	0.9837	1.0446	0.9897
R(%)	36.5802	38.6378	41.1868	42.8072	39.35	41.7854	39.5872

D’après les résultats on remarque qu’il y a une bonne rétention du bleu de méthylène par le cactus, le rendement maximal atteint les 42.8072 %, son Indice est donné par la valeur de la capacité d’équilibre :

$$I_{\text{bleu de méthylène}} = 1.0702 \text{ mg/g}$$



Figure V- 7: Détermination d’indice de bleu méthylène

Le cactus peut être utilisée pour l’élimination des molécules de grandes tailles car il possède dans sa structure interne un taux de macrospores non négligeable.

V.6 Indice de phénol

Ce paramètre de rétention permet d'évaluer l'existence de mésopores ou non, sur la surface du cactus. Le phénol est la molécule modèle pour le considéré [57].

Mode opératoire

- Dans un bécher, on met 1 g du cactus,
- On ajout 500 ml d'une solution de phénol à 20mg/l,
- On agite pendant 2 heures,
- Après l'agitation on procède à la centrifugation de l'échantillon on pour la séparation des deux phases solide-liquide,
- On mesure l'absorbance des filtrats contenant la quantité du phénol résiduelle,
- On calcule la concentration finale du,

D'après la courbe d'étalonnage, on trouve que : $C_f = 67.53 \text{ mg/l}$

On remarque que $C_f < C_i$ $67.53 \text{ mg/l} < 200 \text{ mg/l}$

Donc le cactus adsorbe bien le phénol.

Tableau V- 4: Concentration du phénol résiduaire.

t (min)	1	2	3	4	5	10	15	30	60	90	120
C (mg/l)	85.83	90	88.99	87.21	89.09	89.32	65.82	69.33	69.01	67.39	67.53

V.7 Analyse structurale par spectroscopie infrarouge (IR)

Les spectres d'analyse par infrarouge du cactus poudre se représenté sur la figure suivante :

- Cactus poudre

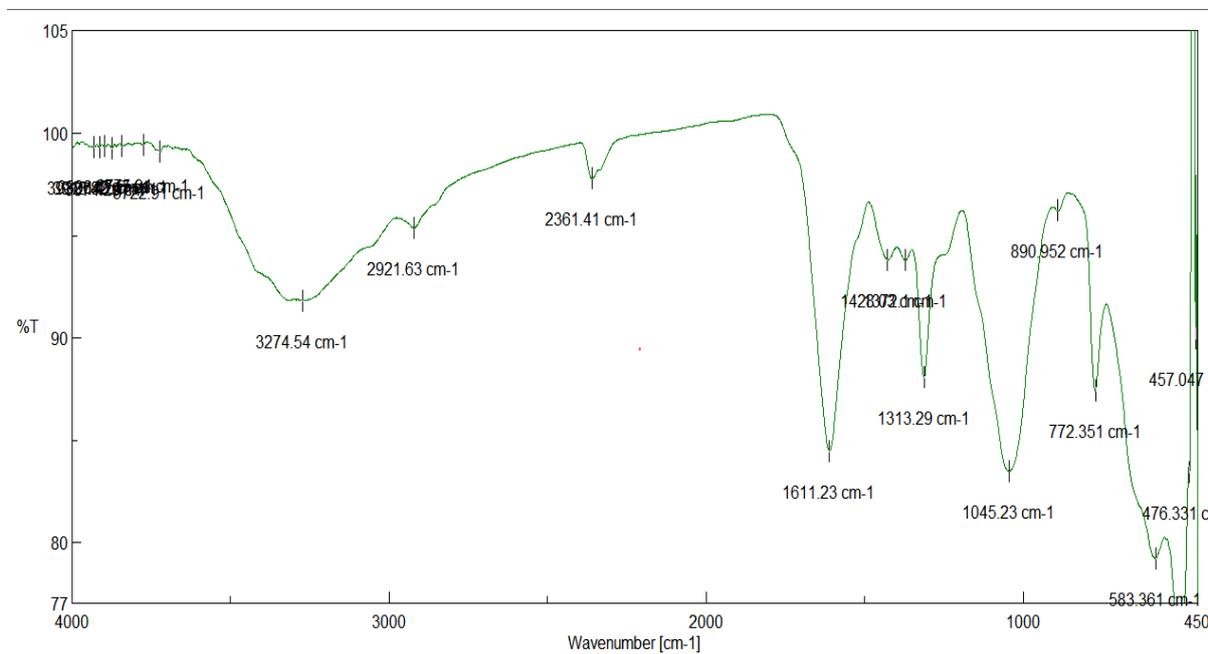


Figure V- 8: spectre IR du cactus poudre

Les spectres IR de 450 à 4 000 cm^{-1} du cactus poudre séchées ont été utilisés pour obtenir des informations sur la nature des groupes fonctionnels à la surface du biocoagulant. Les spectres présentés à la (figure V.4) montrent des bandes larges et superposées d'environ 3600 à 3200 cm^{-1} , ce qui peut être dû au chevauchement des vibrations d'étirement O – H et N – H. La bande à 2921 cm^{-1} et la bande à 2361 cm^{-1} sont dues à la vibration d'étirement asymétrique de CH₂ et à la vibration d'étirement symétrique de –CH₃, respectivement, d'acides aliphatiques. La bande de vibration à l'étirement à 1611 cm^{-1} est due à l'étirement asymétrique de la double liaison COO carboxylique de fonctions carboxylates déprotonées la bande à 1428 cm^{-1} est d'étirement phénolique -OH. Les pics observés à 1313 cm^{-1} , qui reflètent les vibrations d'étirement des groupes carboxyliques ioniques symétriques ou asymétriques (–COOH) de la pectine. La bande à 1045 cm^{-1} pourrait être due à la vibration de –C – O – C et de –OH de polysaccharides [30]. L'étirement S – O a été identifié à 890 cm^{-1} . Des pics dans la région des nombres d'ondes inférieurs à 800 cm^{-1} pourraient être attribués à des bio ligands contenant de l'azote [58].

Ces résultats indiquent que les cactus séchés contiennent divers groupes fonctionnels tels que des groupes carboxyle, hydroxyle, sulfate, phosphate, aldéhydes, cétones et autres groupes chargés.

Conclusion générale

Conclusion générale

Le présent travail avait deux objectifs principaux. Le premier concerne l'étude de performance du cactus en état poudre et liquide par coagulation/floculation/décantation, dans l'élimination de la matière colloïdale et la DCO, dans une eau usée issue de la station d'épuration de FERJIOUA. Le second objectif consiste en la modélisation du processus par la méthodologie de surface de réponse et l'optimisation des conditions favorables à une élimination maximale, deux paramètres ont été étudiés, soient le pH et la dose du bio coagulant.

Les résultats obtenus dans cette étude permettent de tirer les conclusions suivantes :

Le cactus soit poudre ou liquide, a montré une grande efficacité dans l'élimination de la turbidité et la DCO. Cette efficacité augmente avec l'augmentation du pH.

La modélisation pour l'élimination de la turbidité et la DCO a prouvé qu'une augmentation de la quantité du bio coagulant peut influencer négativement la fixation des particules en suspension sur le biomatériau.

Les conditions opérationnelles optimales sont les suivantes: pour le cactus poudre un $\text{pH} = 11.5$ et une dose de 26.5 mg/L , alors que pour le cactus liquide on a trouvé un pH égale à 12 et un volume de 4.5 ml/L . En appliquant ces valeurs de paramètre, l'élimination maximale la turbidité et la DCO a été prédite et confirmée expérimentalement.

Le plan de l'expérience (DoE) et la méthodologie de la surface de réponse (RSM) se sont révélées être une méthode efficace pour l'optimisation du processus de coagulation / floculation en vue d'une élimination maximale des eaux de station.

Les modèles des réponses développés ont été testés à l'aide de l'analyse de variance (ANOVA). Le pH présente l'effet le plus fort par contre l'effet de la dose a une faible signification, l'interaction des deux variables étudiés n'a aucun effet sur les deux réponses.

Cette étude ouvre certains nombre de perspectives relatives à la recherche et la mise au point des coagulants naturels applicables au traitement des eaux usées et même aux eaux destinées à la consommation. Quelques recommandations intéressantes pour compléter le présent travail sont proposées ci-après:

- Étudier l'influence de la température et de la force ionique sur la performance de la coagulation-floculation.
- Étudier la performance du cactus pour d'autres polluants (métaux lourds...).
- Mesurer le potentiel zêta du mélange durant les processus de coagulation-floculation et de décantation.
- Effectuer des analyses chimiques qui permettent de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu.
- Effectuer des essais sur des eaux usées industrielles (autres rejets).

Bibliographie

Bibliographie

- [1] **Le Conseil interministériel fédéral de formation sur la qualité de l'eau.**, : « Qualité de l'eau 101 : Introduction aux microsystèmes d'approvisionnement en eau potable », Catalogue : A22-542/2011-PDF, Canada. **2011.**
- [2] **SAADI.H ET HAMIDI.A.** « Etude bibliographique sur les analyses physicochimiques et bactériologiques des eaux potables ». Mémoire de Licence en Technologie et Traitement des Eaux, Département d'Hydraulique, Faculté de Technologie. Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen. **2011**
- [3] <http://www.cima.ualg.pt> (consulté le 01/05/2015)
- [4] **La Mer, V. K.** Coagulation symposium - Introduction. *Journal of Colloid Science*, 19, (1964) 291.
- [5] **La Mer, V. K. and Healy, T. W.** The role of filtration in investigating flocculation and redispersion of colloidal dispersions. *Journal of Physical Chemistry*, 67, (1963) 2417-2420.
- [6] **Lartiges, B.** Déstabilisation d'une suspension de silice colloïdale par un sel d'aluminium. Relation entre les phénomènes de surface, la structure et la granulométrie des floccs. Docteur Docteur de l'INPL, Institut National Polytechnique de Lorraine 1994 1-131.
- [7] **Prausnitz, J. M. Lichtenthaler, R. N. and Azevedo, E G.** *Molecular Thermodynamics of Fluid-Phase Equilibria* 3rd Edition. (Prentice-Hall inc. Edition). New Jersey (1999).
- [8] **Singh, R. P., Tripathy, T., Karmakar, G. P., Rath, S. K., Karmakar, N. C., Pandey, S. R., Kannan, K., Jain, S. K., and Lan, N. T.** Novel biodegradable flocculants based on polysaccharides. *Current Science*, 78, (2000) 798-803.
- [9] **Sposito, G.** *The chemistry of soils.* (Oxford university press Edition). New-York (1989).
- [10] **Hens, M. and Merckx, R.** Functional characterization of colloidal phosphorus species in the soil solution of sandy soils. *Environmental Science & Technology*, 35, (2001) 493-500.
- [11] **Mattson, S.** Cataphoresis and the electrical neutralization of colloidal material. *Journal of Physical Chemistry B*, 32, (2008) 1532-1552.
- [12] https://www.actu-environnement.com/ae/dictionnaire.../equivalent_eh.php45 (5 juin 2019).
- [13] **LOUNNAS.A.** « Amélioration des procédés de clarification des eaux de la station

hamadi-kroma de Skikda ». Mémoire de Magister, département des sciences fondamentales, faculté des sciences, Université Skikda. **2009**

[14] <http://www-energie2.arch.ucl.ac.be/transfert%20de%20chaleur/3.1.html> (consulté le 23/2/2015)

[15] **DEGREMENT.** Mémento technique de l'eau, Tome1, Paris. édition Lavoisier, **2005**

[16] **RODIER.J. :** Analyse de l'eau, Dunod, Paris. **1999**

[17] **SANTE CANADA.:** « Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada : document technique - La turbidité. Bureau de la qualité de l'eau et de l'air, Direction générale de la santé environnementale et de la sécurité des consommateurs, catalogue H1449/2013F- PDF), Ottawa **2012**

[18] **CHERIF.L.:** « Influence de la coagulation floculation et la décantation sur le traitement des eaux saumâtres ». Mémoire de Master en Hydraulique. Option : Eau, sol et aménagement, Département d'Hydraulique, Faculté de Technologie. Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen. **2012.**

[19] **Xavier L.** Guide pratique des stations de traitement des eaux, Édition Eyrolles, **2011** , 266p.

[20] **Raymond Desjardins** Le traitement des eaux :2ème édition revue et améliorée Broché – 20 octobre 1999 .

[21] **BoursaliI :** Etude expérimentale de la coagulation-floculation par le sulfate ferrique et le chlorure ferrique des matières en suspension .Mémoire d'ingénieur d'états en géologie ; Département des sciences de la terre et de l'univers. Faculté des sciences de la nature et de la vie et des sciences de la terre et de l'univers ; Université AbouBekrBelkaïd, Tlemcen, Juin 2011.

[22] **Cardot G.:** Génie de l'environnement ; Les traitements de l'eau Procédés physico-chimiques et biologiques cours et problèmes résolus, Edition Ellipse, février 2005 .

[23] **Ricrert D.A. and Hunter J.V.** colloidal natterin watersard secondary effluents «Journal WPCF.44 (1972) :134-139.

- [24] **EzzianeS.**: Traitement des eaux de rejets de l'unité CERAMIT « TENES », Mémoire de Magister, Département de génie des procédés ,Faculté des sciences et sciences de l'ingénieur ; Université Hassiba Ben Bouali,Chlef . **2007** <http://www.ing-dz.com>.
- [25] **Kettab A.** : Traitement des eaux (les eaux potables) ;Office des publications universitaires (OPU),Alger . **1992**
- [26] **DesjardinsR .:** Traitement des eaux ; Edition de l' école polytechnique de Montréal ,2^{ème} édition revue et améliorée . **1997**
- [27] **Buffle J., Wilkinson K. J., Fillella M., Zang J.** A generalized description of aquatic colloidal interactions: the three-colloidal component approach. Environmental Science & Technology, 32(1998): 2887-2899.
- [28] **LAKHDARLB.**: «Effet de la coagulation-floculation sur la qualité des eaux épurées de la STEP de Ain El Houtz ». Mémoire de Magister, Spécialité : Chimie, Option :Chimie inorganique et environnement. Faculté des Sciences, Département de chimie,Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen **2011**.
- [29] **SELKA.K.**: « Etude de l'influence des particules argileuses sur le traitement de coagulation floculation ».Mémoire de Master en Hydraulique, Option : Technologies de Traitement des eaux, Faculté de Technologie, Université de Abou Bekr Belkaid, Tlemcen **2013**.
- [30] **DESJARDINS.C.:** « Simulation et étude au laboratoire de la floculation lestée (ACTFILO) à l'aide d'une procédure modifiée de Jar test ». [Mémoire pour l'obtention de diplôme de maîtrise des sciences appliquées], Département des Génies Civil, Géologiques et des Mines, Université de Montréal. **1999**.
- [31] **COURS Mme ARRIS.S** . faculté de génie des procédés , département de génie des procédés de l'environnement , université Salah Boubnider , Constantine 03 ,2017.
- [32] **LENGO, K.M.** Effets comparés de divers coagulants sur l'enlèvement de la matière organique des eaux à potabiliser - influence de la préhydrolyse. Mémoire de maîtrise - Département de Génie Civil. École Polytechnique de Montréal. (1994)

- [33] **TARDAT-HENRY, M.** Évolution des dérivés de l'aluminium utilisés comme agents de coagulants. Sciences et Techniques de l'Eau. (1989) 297-304.
- [34] **Jahn, S.A.A.** Studies on natural water coagulants in the Sudan, with special reference to *Moringa oleifera* seeds. (1981). WaterSA (L2): 90-97.
- [35] **Kebreab. A.** Ghebremichael Moringa seed and Pumice as alternative natural materials for Drinking water treatment, Ph.d thesis, KTH, Sweden, ISRNKTHLWR/Phd (2004) 1013-SE pp156.
- [36] Biocoagulants for Water and Waste Water Purification:a Review], International Review of Chemical Engineering (I.RE.CH.E.), Vol. 2, N. 3 May 2010 Extracted by CEAM 2009.
- [37] Miller, s.M; Fugate, EJ; craver , V.O; Smith, J.A and Zimmerman, J.B (2008) Toward understanding the efficacy and Mechanism of *Opuntia* spp as a natural Coagulant for potential application in water treatment, *Environ Sci Technol* 42 (12) 04274-4279
- [38] **Hernández De León H.R.,:** Supervision et diagnostic des procédés de production d'eau potable, Mémoire pour l'obtention de diplôme de Docteur de l'Institut National des Sciences Appliquées de Toulouse.
- [39] <https://www.suezwaterhandbook.fr/eau-et-generalites/processus-elementaires-du-genie-physico-chimique-en-traitement-de-l-eau/coagulation-floculation/generalites>.
- [40] **Fadil,M.,Farah,A.,Ihssane,B.,Haloui,T.,Rachiq,S.** Optimization of parameters influencing the hydrodistillation of *Rosmarinus officinalis* L. by response surface methodology. *J. Mater. Environ. Sci.*,(2015); 6 (8), 2346-2357.
- [41] **Rabier,F.** Modélisation par la méthode des plans d'expériences du comportement dynamique d'un module IGBT utilisé en traction ferroviaire. Thèse de Doctorat en Génie Mécanique. Ecole doctorale matériaux – structure – mécanique,181. **2007.**
- [42] **Goupy.J.** Plans d'expériences pour surfaces de réponse.Edition : DUNOD.paris : 13-15. **1999.**
- [43] **Benoist D., Tourbier Y., Germain-Tourbier S.** Plans d'expériences: construction et analyse. Edition : Téchenique & Documentation-Lavoisier.paris:32p. **1994.**
- [44] **Goupy.J.** Les Plans d'expériences. Edition : Revue MODULAD . **2006.**
- [45] **Aruoma, O. I., Landes, B., Ramful-Baboolall, D., Bourdon, E., Neergheen-Bhujun, V., Wagner, K.-H., & Bahorun, T.** Functional benefits of citrus fruits in the

management of diabetes. Preventive medicine, (2012); 54, S12-S1.

[46] **Karam,S.** Application de la méthodologie des plans d'expériences et de l'analyse de données à l'optimisation des processus de dépôt. Thèse de Doctorat de Electronique des hautes fréquences et optoélectroniques, faculté de des Sciences et Techniques, 14p. **2004.**

[47] **Priya, V. and V. Sashi .**"Pectinase enzyme producing Microorganisms." International Journal of Scientific and Research ,(2014);Publications4(3): 2250-3153.

[48] introduction aux plans d'expériences, jacques Goupy, lee Creighton, 4ième édition , DUNOD Paris 2009.

[49] Biocoagulants for Water and Waste Water Purification:a Review], International Review of Chemical Engineering (I.RE.CH.E.), Vol. 2, N. 3 May 2010 Extracted by CEAM 2009.

[50] Optimization of coagulation–flocculation process for papermaking-reconstituted tobacco slice wastewater treatment using response surface methodology§ Yufeng Wanga et al 2012.

[51] Zhang,B,Xiong,B,Yu ,D ,et Jia,X. Mechanism of wetsewagesludgepyrolysis in a turbularfurnace .International journal of hydrogenenergy ,p 36 (1) 355-363(2011).

[52] **Meysam farahani ,Siti Rozaimah Sheikh Abdullah,Soraya Hosseini, Shahed Shojaeipour ,Mehdi Kashisaz .** Article 2011 3rd International Conference on Environnemental,Science and Information Application Technology (ESIAT 2011).

[53] **Khelfaoui Amel.** Étude expérimentale des polluants organiques et innorganiques pour des matériaux naturels : application aux peaux d'orange et de banane, thèse doctorat, p 12, (2012).

[54] **Y.Miyah, A.Lahrichi ,M. Idrissi ,** Assesement of adsorption kinetics for removal potential of crystal violet dye from aqueous solution by waste materials of Daucus carota , J.SAUDI Chem.Soc, (2011).

[55] **Gregorio Crini , Pierre –Marie Badot .** Traitement et épuration des eaux industrielles polluées. (2007).

[56] **Mr. Mouhamed Lamine BA.** Adsorption des métaux lourds dans des eaux usées par des charbons actifs préparés à partir de biomasse locales, (2008).

[57] **Belkebir Zohra.** Valorisation des déchets agro-alimentaires cas des grignons

d'olives.mémoire de magister.(2007).

ANNEXE

ANNEXE 1

Protocole standard de la DCO

Solution de digestion pour la méthode à bas niveau

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, verser 100 ml de la solution de digestion pour la méthode à haut niveau dans 800 ml d'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

Réactif acide

Dans une bouteille d'acide sulfurique dont le poids d'acide est connu, verser 5,50 g d' Ag_2SO_4 par kg d'acide sulfurique. Par exemple, pour une bouteille contenant 2,5 litres ou 4,6 kg d'acide sulfurique, un poids de 25,23 g d' Ag_2SO_4 est alors ajouté. Laisser reposer 1 à 2 jours pour que l' Ag_2SO_4 soit complètement dissous.

La solution doit être conservée à l'obscurité.

Solution d'acide sulfurique 9 N

Diluer 250 ml de H_2SO_4 dans environ 600 ml d'eau. Laisser refroidir et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

ANNEXE 2

Courbe d'étalonnage de phénol

Une série d'échantillons a été préparé en vue de l'établissement de la courbe d'étalonnage à partir de la solution mère. Cette dernière comprendra les concentrations suivantes : 10 mg/l, 20mg/l, 30mg/l, 40 mg/l, 50 mg/l.

L'analyse par l'UV à une longueur d'onde 269 nm a donné les résultats suivants :

Concentration (mg/l)	Absorbance
10	0,16
20	0,288
30	0,41
40	0,59
50	0,72

Ces résultats nous mènent à tracer la courbe suivante :

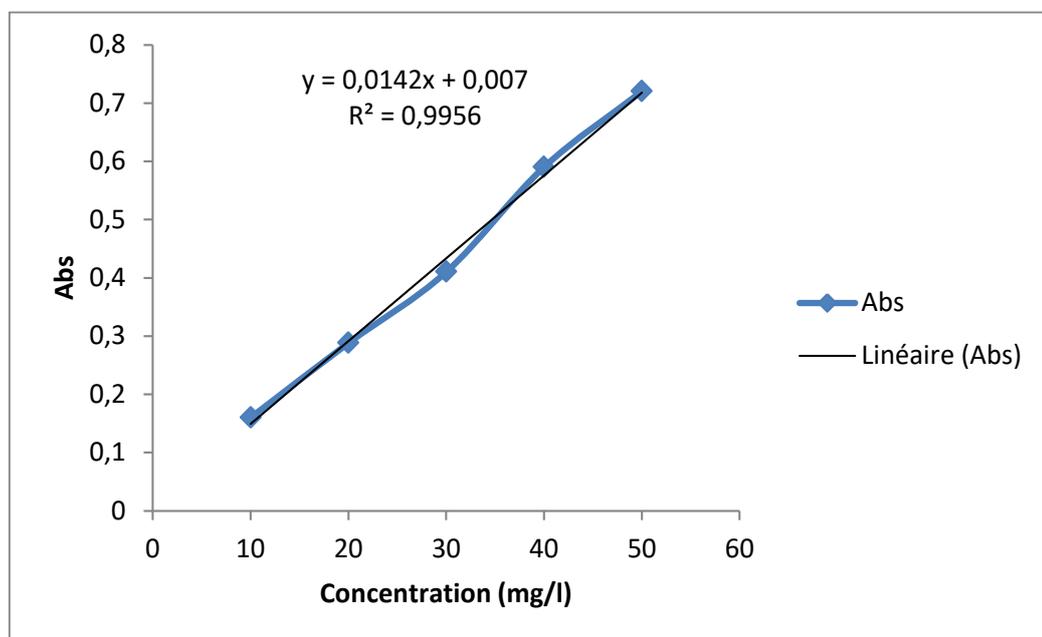


Figure 1 : courbe d'étalonnage du phénol

ANNEXE 3

Courbe d'étalonnage de bleu de méthylène

Une série d'échantillon on a été préparé en vue de l'établissement de la courbe d'étalonnage à partir de la solution mère. Cette dernière comprendra les concentrations suivantes : 5, 10, 20, 30, 40, 50 mg/l successivement.

L'analyse par l'absorption UV-visible avec une λ_{\max} = 664,5 nm, a donné les résultats suivant :

Concentration (mg/l)	Absorbance
0.5	0,0698
1	0,135
2	0,3159
3	0,5248
4	0,6887
5	0,9507

La régression linéaire des données expérimentales de la courbe d'étalonnage pour le bleu de méthylène :

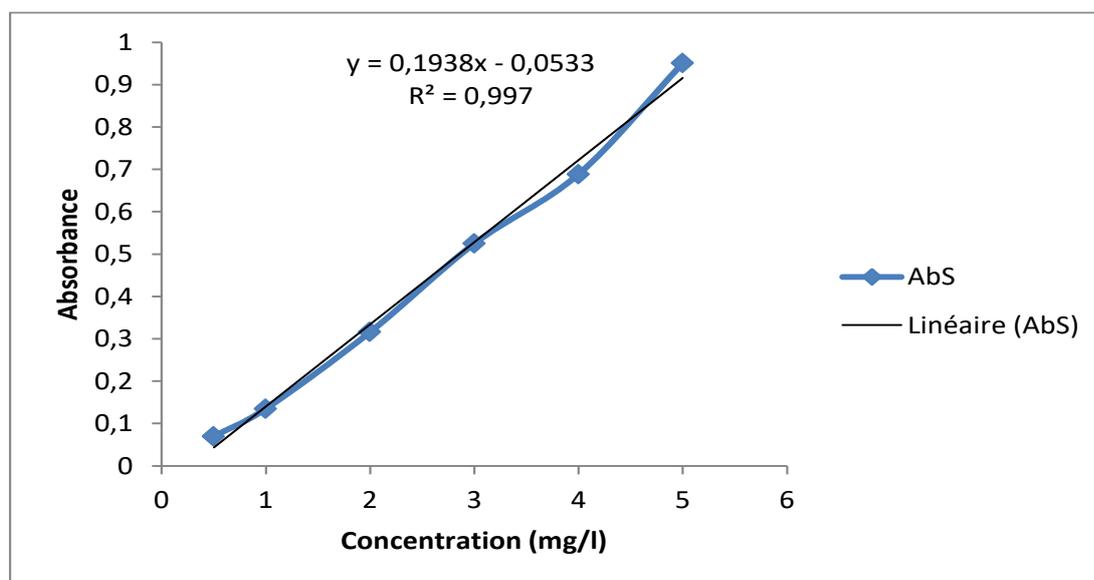


Figure 2 : La courbe d'étalonnage de bleu de méthylène.

ANNEXE 4

Détermination de la demande biochimique en oxygène

La DBO₅ est la masse d'oxygène moléculaire (exprimée en mg) utilisé par les microorganismes pour dégrader en cinq jours à 20°C et à l'obscurité les matières oxydables contenues dans un litre d'eau. Elle varie considérablement selon l'origine de l'eau. La DBO₅ peut être mesurée par une méthode chimique, par exemple en utilisant un kit colorimétrique, ou par une méthode physicochimique en utilisant un oxymètre. Seul ce dernier protocole est indiqué ici.

Matériels :

- Ballon jaugé
- Bouteilles d'incubation (300ml) + oxytop.
- Système d'agitation.

Réactifs :

- Inhibiteur de nitrification.
- Pastille d'hydroxyde de potassium.

Mode opératoire :

- Prendre le pH de l'échantillon.
- Choisir la gamme de mesure ou la DBO₅ peut être évaluée à environ 80% de la DCO.
- Mesure la quantité désirée avec le ballon jaugé de trop plein et verser dans la bouteille propre.
- Introduire l'agitateur magnétique dans chaque bouteille.
- Ajouter nombre de gouttes adéquates de l'inhibiteur.
- Mettre 2 pastilles d'hydroxyde potassium dans chaque bouchon intérieur.
- Visser sans fermer hermétiquement le bouchon.
- Mettre sur le système d'agitation à 20 C°.
- Laisser s'établir l'équilibre pendant 30min et fermer hermétiquement le bouchon.
- Relever la valeur après 5 jours (système oxytop).

ANNEXE 5

Détermination des orthophosphates (PO_4^{3-})

Principe :

Les ions orthophosphates en milieu acide et en présence de molybdate d'ammonium et le tartrate double d'antimoine et de potassium forment un complexe. Après réduction par l'acide ascorbique donne un complexe coloré bleu.

Appareillage :

-Spectrophotomètre UV visible.

Réactifs :

- Réactif mixte :

- A : Heptamolybdate d'ammonium (13g) + Eau distillé (100ml).

-B : Tartrate d'antimoine (0.35g) + Eau distillé (100ml).

-C : Acide sulfurique (150ml) + Eau distillé (150ml).

A+B+C+ Eau distillé (500ml).

- Acide ascorbique à 10% :

-Acide ascorbique (10g).

-Eau distillé (100ml).

Mode opératoire :

- Introduire dans une fiole 40ml d'eau à analyser.
- Ajouter 1 ml d'acide ascorbique.
- Ajouter 2 ml du réactif mixte.
- Compléter jusqu'à 50 ml.
- Attendre 10 mn pour le développement de la couleur bleu.
- Effectuer la lecture à une longueur d'onde de 880 nm.

ANNEXE 6**Dosage des nitrates (NO_3^-) par colorimétrie****(Méthode au salicylate de sodium)****Principe :**

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

Appareillage :

-Spectrophotomètre UV visible.

-Etuve.

Réactifs :

-Solution de salicylate de sodium à 0.5% (Renouvelable toutes 24 h).

-Solution d'hydroxyde de sodium à 30%.

- H_2SO_4 concentré

-Tartrate double de sodium et de potassium :

- Hydroxyde de sodium NaOH 400g.
- Tartrate de sodium et de potassium 60g.
- Eau distillé 1000ml.

Laisser refroidir avant de compléter à 1000ml.

Mode opératoire :

-Prendre 10ml d'échantillon à analyser.

-Ajouter 2à 3 gouttes de NaOH 30%.

-Ajouter 1ml de salicylate de sodium.

-Evaporer à sec à l'étuve 75-80 C°, laissé refroidir.

-Reprendre le résidu avec 2 ml d' H_2SO_4 , laisser reposer 10mn.

-Ajouter 15 ml d'eau distillé.

-Ajouter 15 de tartrate double de sodium et de potassium puis passer au Spectrophotomètre à 420nm.

La teneur en nitrate est donnée directement en mg/l.

ANNEXE 7

Dosage de l'azote ammoniacal (NH_4^+)

Principe :

Parmi les méthodes de dosage de l'ammoniac celle utilisant une distillation au préalable ou pendant cette distillation l'échantillon est tamponné à un pH de 9.5 par un alcalin caustique NaOH, KOH ou les carbonates d'acide borique (H_3BO_3) sous forme de borate d'ammonium $(\text{NH}_4)_3\text{BO}_3$.

L'ammoniac est ainsi mesuré par un titrage acido-basique par addition d'un acide fort (acide sulfurique (H_2SO_4) de 0.1 N) en présence d'indicateur de Tashiro qui vire du vert au rose.

Appareillage :

-Dispositif de distillation.

Réactif

-Carbonate de sodium (100g/L).

-Acide borique (10g/L).

-Acide sulfurique (0.1N).

-Indicateur de Tashiro.

Mode opératoire :

-Introduire la prise d'essai 200ml dans le ballon de l'appareil de distillation.

-Ajouter 20 ml de la solution de carbonate de sodium

-Admettre la vapeur durant au moins 20mn dès l'apparition de la 1^{ère} goutte en recueillant le distillat dans 5 ml de solution d'acide borique avec l'addition de quelque goutte de l'indicateur.

-Titration avec la solution d'acide sulfurique ; on note le volume V_1

-Effectuer, un essai à blanc (témoin) dans les mêmes conditions que le dosage.

La teneur en azote ammoniacal, exprimée en milligrammes de NH_4^+ par litre est donnée par l'expression :

$$\text{NH}_4^+ = 1000 \times \frac{T \times (V_1 - V_0) \times 18}{V_0}$$

V_1 : volume (ml) de solution en acide sulfurique utilisé pour le dosage.

V_2 : volume (ml) de solution en acide sulfurique utilisé pour le témoin.

V_0 : volume (ml) de la prise d'essai (200ml)

T : Titre de la solution d'acide sulfurique utilisée (0.1N)

Liste d' abréviations

DBO : La Demande Biochimique en Oxygène

DBO₅ : La Demande Biochimique en Oxygène à 5 jours.

DCO : La Demande Chimique en Oxygène.

MES : Matière En Suspension

TUR : La Turbidité

pH : Potentiel de Hydrogéné.

CCD : Plan Composite Centré

PEX : Plan d'expérience

DDL : Degré De Liberté

R : Rendement

ppm : Partie par million

tr/min : Tour par minute

g/mol : gramme par mole

NTU : Unité Néphélométrique de Turbidité

µg /L : microgramme par litre

°C : Degré Celsius

µm : micromètre

µS/cm : microsiemens par centimètre

mg /l : milligramme par litre

T : Température

Introduction générale

La qualité de l'eau, à travers l'Histoire, a été un facteur important pour assurer le bien-être humain. Actuellement, un des problèmes environnementaux les plus graves est la pollution de hydrosphère, qui est menacée, pour une grande part, par l'activité humaine. Dans les pays développés et ceux en voie de développement, la qualité de cet élément vital est en détérioration à cause des déchets des industries chimiques déversés dans la nature.

Parmi les matières qui représentent un risque potentiel pour la nature figure les matières en suspensions, qui sont des micropolluants ; des métaux lourds des virus, des bactéries, lorsqu'ils sont rejetés en quantités très faibles, leur toxicité se développe par bioaccumulation.

Un certain nombre d'approches sont utilisées dans l'enlèvement des matières colloïdales (métaux lourds, virus, bactéries....) comme l'osmose inverse, le traitement à la chaux, l'échange d'ions, l'adsorption sur charbon actif. Cependant, un privilège particulier est accordé à l'utilisation des produits d'origine naturelle, d'où le choix du cactus, un produit naturel et abondant.

Dans ce contexte, le but du présent mémoire de master consiste à étudier la pertinence de l'utilisation du cactus en ces deux forme poudre et liquide dans le traitement des eaux usées de la station d'épuration de FERJIOUA. L'objectif spécifique de ce travail est de montrer les performances du cactus dans l'élimination des matières en suspension.

Le plan du présent travail est organisé en cinq chapitres, en plus d'une introduction et une conclusion générale, dont le premier constitue une généralité sur les eaux.

Le chapitre II : présente une introduction sur la coagulation floculation, suivi par la présentation étalée du procédé de la coagulation floculation. Par la suite une présentation des différents paramètres influençant la coagulation floculation ainsi que le plan d'expérience.

Le chapitre III : consacré à la description des matériels et des méthodes utilisés pour les expériences réalisées en laboratoire.

Dans le chapitre IV sont présentées les analyses et les interprétations des résultats obtenus lors de la réalisation des essais sur le Jar test, est réservé à la présentation des résultats de la modélisation.

Et le chapitre V sont présentées la caractérisation du cactus poudre.

A la fin une conclusion générale est présentée, ou seront rappelés les objectifs fixés et les résultats obtenus avec des recommandations.

ملخص

التخثر - التلبد هو تقنية مجربة لمعالجة المياه العادمة ذات المحتوى العالي من المواد الصلبة العالقة. في هذه الدراسة ، تم تطبيق التصميم المركزي المركب لسطح المركب (CCFD) ومنهجية سطح الاستجابة (RSM) لتحسين متغيري التشغيل الأكثر أهمية جرعة المخثر (مسحوق الصبار والسائل) و الأس الهيدروجيني. ، في عملية التخثر/ تلبد معالجة مياه الصرف الصحي العادمة بإزالة عالية من التعكر والطلب على الأكسجين الكيميائي هي الأهداف الرئيسية التي يتعين تحقيقها من خلال العملية المدروسة. تأثير الأس الهيدروجيني مهم للغاية ، في حين أن جرعة التخثر لها تأثير ضعيف ، بينما لا يوجد تأثير تفاعل. تم تطوير النماذج التربيعية لمتغيرات الاستجابة ، وهي إزالة التعكر و COD ، بناءً على قيمة معامل التحديد العالي (R^2) الذي تم الحصول عليه من تحليل التباين (ANOVA). لكل نموذج. الظروف المثلى لجرعات التخثر ودرجة الحموضة هي على التوالي 29.5 ملغ /ل و 11.5 لمسحوق الصبار ، و 4.24 مل /ل و 12 للصبار السائل ، حيث يتم التخلص من أكثر من 99 ٪ من التعكر والطلب على الأكسجين الكيميائي.

الكلمات المفتاحية: التخثر / التلبد ، التعكر ، الصبار ، تحليل التباين ، التصميم التجريبي.

Abstract

La coagulation – floculation est une technique éprouvée pour le traitement des eaux usées à haute teneur en matières en suspension. Dans cette étude, la conception centrée sur la surface composite centrale (CCFD) et la méthodologie de surface de réponse (RSM) ont été appliquées pour optimiser les deux variables de fonctionnement importantes: dosage du coagulant (cactus poudre et liquide) et du pH, dans le processus de coagulation – floculation du traitement des eaux usées de la STEP de FERJIOUA. Les eaux usées traitées avec une élimination élevée de la turbidité et la demande chimique en oxygène qui sont les principaux objectifs à atteindre par le processus étudié. L'effet du pH est très significatif, tandis que la dose du coagulant avait un faible effet, alors qu'il n'y a pas un effet d'interaction. Des modèles quadratiques ont été développés pour les variables de réponse, à savoir l'élimination de la turbidité et la DCO, sur la base de la valeur du coefficient de détermination élevé (R^2) obtenue à partir de l'analyse de variance (ANOVA) de chaque modèle. Les conditions optimales pour le dosage du coagulant et le pH sont respectivement de 29.5 mg L⁻¹ et 11.5 pour le cactus poudre, et de 4.24 ml L⁻¹ et 12 pour le cactus liquide, où plus de 99% d'élimination de la turbidité et la DCO.

Mots clés: coagulation/floculation, turbidité, cactus, ANOVA, plan d'expérience.