



Université Constantine 3
Faculté de Génie des Procédés
Département de Génie de l'Environnement

EXTRACTION ET VALORISATION DES PRODUITS ACTIFS DES PLANTES
NATURELLES EN TANT QUE BIO COAGULANTS UTILES DANS
L'AMELIORATION DE QUALITE DES EAUX

THÈSE

Pour l'Obtention du Diplôme en
Doctorat en Science en Génie des Procédés
en Génie de l'Environnement

Par
Abderrezzaq BENALIA

Année Universitaire

2022-2023



Université Constantine 3
Faculté de Génie des Procédés
Département de Génie de l'Environnement

N° de Série :
N° d'Ordre :

EXTRACTION ET VALORISATION DES PRODUITS ACTIFS DES
PLANTES NATURELLES EN TANT QUE BIO COAGULANTS
UTILES DANS L'AMELIORATION DE QUALITE DES EAUX

THÈSE

Pour l'Obtention du Diplôme en
Doctorat en Science en Génie des Procédés
en Génie de l'Environnement

Par Mr
BENALIA Abderrezzaq

- Jury -

Mustapha CHIKHI	Président	Professeur	Université Constantine 3
Kerroum DERBAL	Directeur	Professeur	ENP Constantine
Nawel OUTILI	Examineur	Professeur	Université Constantine 3
Meriem ZAMOUCHE	Examineur	MCA	Université Constantine 3
Ouasil SAOULI	Examineur	MCA	ENP Constantine
Ali ZAZOUA	Examineur	Professeur	Université de Jijel

Année Universitaire

2022-2023

REMERCIEMENTS

Ce travail de recherche a été réalisé au Laboratoire de l'Ecole nationale polytechnique Constantine.

Je tiens à remercier Monsieur Derbal kerroum, Professeur à ENPC qui a dirigé cette thèse. Quoi dire, une personne exceptionnelle qui a su me soutenir tout au long de mon travail, toujours disponible à aider, prêt à m'épauler et encourager dans les moments difficiles.

Je remercie tout particulièrement Monsieur Anotonio Pizzi, Professeur à Université de Nancy, France. Je tiens à lui exprimer mes remerciements pour son immense soutien dans les moments les plus difficiles. Je lui dois également une profonde gratitude pour son aide pendant la réalisation des essais et des analyses au laboratoire, pour ses conseils et surtout pour son amitié.

Je tiens à adresser mes vifs remerciements à Monsieur Chikhi Mustapha, Professeur à la faculté de génie des procédés Constantine 3, ainsi que Madame Outili Nawel, Professeur à l'Université de Constantine 3 pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail.

Je tiens à témoigner ici ma respectueuse reconnaissance à Madame Zamouche Meriem, Maitre de conférence classe A émérite à l'Université de Constantine 3, faculté de génie des procédés, et à Monsieur Ali Zazoua, Professeur à l'Université de Jijel, pour l'intérêt qu'ils ont porté à mon travail en acceptant d'examiner ce mémoire et de faire partie de ce jury.

Je remercie également le professeur Saouili Ouacil pour avoir accepté de juger ce travail.

Je tiens à remercier aussi Monsieur Zehioua Raouf.

Un grand merci à mon frère Batouche Khaled pour leur amitié et les bons moments passés ensemble.

Je tiens à remercier tout particulièrement et à témoigner toute ma reconnaissance à Monsieur Antonio Panico, Madame Khalfaoui Amel, Monsieur Raouf Bouchareb, Madame Siham Amirou, Mlle Samira Bouabid, Madame Latifa, Madame Bendali, Madam Khirdine, Mlle Boutamine Zineb pour l'aide.

Je tiens à exprimer ma gratitude à Monsieur le doyen de la faculté de génie des procédés.

Je tiens à remercier tous les enseignants de la faculté de génie des procédés.

Je tiens à remercier aussi l'équipe du laboratoire ENPC (Hala, Sabah, Asma, Omaima, Kamel, Imen,.....).

Je remercie évidemment l'équipe du laboratoire d'hygiène et sécurité Sidi Mabrouk, Constantine. je les remercie de tout cœur pour leurs aides et leur soutien quotidien, pour ses conseils.

Enfin, un immense merci va à ma famille pour m'avoir supporté et encouragé dans les moments parfois désespérés tout au long de ce travail.

DEDICACE

Je dédie ce travail à :

A mon père,

A ma mère,

A mes frères et sœurs,

A toute ma famille,

A toute mes amis

TABLE DES MATIERES

LISTE DES FIGURES.....	i
LISTE DES TABLEAUX.....	4
LISTE DES ABREVIATIONS.....	ix
RESUME	
INTRODUCTION GENERALE.....	1
CHAPITRE I	
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE.....	4
1.1. Introduction.....	4
1.2. Le mécanisme des coagulants naturels.....	5
1.2.1. Adsorption et neutralisation des charges.....	5
1.2.2. Adsorption et pontage.....	5
1.3. Les facteurs influençant le procédé de coagulation floculation.....	6
1.3.1. Effet de pH sur la coagulation.....	6
1.3.2. Effet de la dose du coagulant.....	6
1.3.3. Effet du type de coagulant.....	7
1.3.4. Effet de la température.....	7
1.3.5. Effet de la turbidité initiale.....	8
1.3.6. Effet de la vitesse de coagulation.....	8
1.3.7. Effet de la vitesse de floculation.....	9
1.3.8. Effet du temps coagulation et floculation.....	9
1.3.9. Effet du temps de décantation.....	9
1.3.10. Effet des particules colloïdales.....	10
1.3.11. Effet du potentiel Zeta.....	10
1.3.12. Effet de la densité de l'extrait.....	11
1.3.13. Effets des acides humiques.....	11
1.4. Les types des coagulants naturels d'origine végétale.....	11
1.5. Effet des coagulants organiques sur la qualité des eaux.....	14
1.5.1. Effet des coagulants organiques sur paramètres physico-chimique des eaux	14
1.5.2. Effet des coagulants organiques sur l'élimination des métaux lourds.....	19

1.5.3. Effet des coagulants organiques sur la qualité bactériologique des eaux (la désinfection par bio-coagulant)	26
1.6. La durabilité des coagulants naturels.....	32
1.6.1. La durabilité environnementale.....	32
1.6.2. La durabilité technique.....	33
1.6.3. L'économie des coagulants organiques.....	34
1.7. Conclusion.....	34

CHAPITRE II

EXTRACTION ET PURIFICATION DES AGENTS COAGULANTS.....	35
2.1. Introduction.....	35
2.2.Extraction solide-liquide.....	36
2.3.Les méthodes d'extraction.....	36
2.3.1. Extraction par solvant.....	37
2.3.2. Extraction par ultrasons	37
2.4. Les paramètres influençant l'extraction des agents coagulants.....	38
2.4.1. Effet de la température.....	38
2.4.2. Effet de pH.....	38
2.4.3. Effet de la vitesse de réaction.....	39
2.4.4. Effet du temps d'extraction.....	39
2.4.5. Effet du solvant sur le rendement d'extraction des agents coagulants et sur la coagulation.....	39
2.5. Méthodes de purification des agents coagulants.....	40
2.5.1. La dialyse.....	40
2.5.2. La lyophilisation.....	41
2.5.3. L'échange d'ions.....	42
2.5.4. Electrophorèse.....	43
2.5.5. Filtration.....	44
2.5.6. Centrifugation.....	44

CHAPITRE III

PLAN D'EXPERIENCE.....	46
3.1.Introduction.....	46
3.2.Niveaux de facteurs codés.....	46

3.3.Types de plans d'expérience.....	46
3.3.1. Les plans factoriels.....	47
3.3.2. Les plans d'optimisation.....	48
3.4. Analyse de variance (<i>Anova</i>)	52
3.4.1. Le coefficient de détermination (R^2)	52
3.4.2. Le coefficient de détermination (R^2 ajusté)	53
3.4.3. Évaluation de la signification des modèles.....	53
3.4.4. Type d'analyse de variance.....	54

CHAPITRE IV

PROCEDURES EXPERIMENTALES.....	55
4.1. Introduction.....	55
4.2. Choix du bio-coagulant.....	55
4.3. Extraction et purification des agents coagulants.....	56
4.3.1. Préparation de la forme poudre du coagulant.....	56
4.3.2. Préparation de la forme liquide du coagulant.....	57
4.4. Caractérisation des bio-coagulants (Aloe vera et Acorn)	62
4.4.1. Caractérisations du coagulant poudre.....	62
4.4.2. Caractérisations du coagulant liquide.....	62
4.5. Méthodes d'analyses.....	62
4.5.1. Les analyses physico-chimiques et métaux lourds.....	62
4.5.2. Les analyses bactériologiques.....	63
4.6. Protocole expérimentale.....	63
4.6.1. Description de jar test.....	63
4.6.2. Utilisation des différents bio-coagulants pour le traitement des eaux.....	64
4.7. Pilote de coagulation –floculation- décantation.....	74
4.7.1. Principe de fonctionnement du pilote.....	74
4.7.2. Application des résultats de jar test de la partie B sur le pilote.....	76

CHAPITRE V

RESULTATS ET DISCUSSIONS.....	78
5.1. Introduction.....	78
5.2. Caractérisation des bio-coagulants poudres.....	79

5.2.1. Spectrophotométrie infrarouge à transformée de Fourier.....	79
5.2.2. Analyse de diffraction des rayons X (DRX)	81
5.2.3. Analyse de MEB.....	82
5.2.4. Potentiel zêta.....	83
5.3. Effet de différents solvants sur le rendement des coagulants organiques : application aux traitements des eaux potables.....	83
5.3.1. Effet de la dose du bio-coagulant sur l'élimination de la turbidité pour différent solvants.....	83
5.3.2. Effet de la dose du bio-coagulant sur le pH.....	87
5.3.3. Effet de la dose du bio-coagulant sur la salinité, la conductivité, l'alcalinité totale, la dureté totale et la matière organique oxydable.....	89
5.3.4. Effet du pH sur la réduction de la turbidité.....	92
5.3.5. Conclusion.....	94
5.4. Optimisation et modélisation de la bio-coagulation utilisant la méthode de surface de réponse : étude sur le jar test et le pilote de coagulation floculation décantation.....	95
5.4.1. Optimisation et modélisation de la turbidité de l'eau potable.....	95
5.4.2. Analyse de variance (Test d'Anova)	100
5.4.3. Caractérisation physiques et chimiques des eaux traitées aux conditions optimales.....	101
5.4.4. Application sur le pilote de la coagulation floculation décantation.....	102
5.4.5. Comparaison des résultats obtenus par le jar test et le pilote.....	104
5.4.6. Conclusion.....	105
5.5. Etudes des paramètres influençant l'extraction et purifications des protéines de l'Aloe Vera et l'Acorn : application aux traitements des eaux potables et eaux usées industrielles.....	106
5.5.1. Utilisation des coagulants poudres pour le traitement des eaux potables et des eaux usées industrielles.....	106
5.5.2. Etudes des paramètres influençant l'extraction et purifications des protéines de l'Aloe Vera et l'Acorn : application aux traitements des eaux potables et eaux usées industrielles.....	111
5.6. Optimisation et modélisation du processus d'extraction des agents coagulants : Application aux traitements physiques chimiques et bactériologiques des eaux potables.....	119

5.6.1. Optimisation et modélisation du processus d'extraction des agents coagulants.....	119
5.6.2. Résultats de l'ANOVA.....	122
5.6.3. Application aux traitements physiques chimiques et bactériologiques des eaux potables.....	126
5.7. Elimination des métaux lourds par bio-coagulation.....	131
5.7.1. Optimisation et modélisation de la coagulation des métaux lourds.....	131
5.7.2. Analyse de variance (Test d'Anova)	136
5.7.3. Optimisation et validation.....	140
5.7.3. Conclusion.....	141
CONCLUSION GENERALE.....	142
BIBLIOGRAPHIE	145
LISTE DES ANNEXES	
Annexe A : Caractérisations du coagulant poudre.....	164
Annexe B : Caractérisations du coagulant liquide.....	167
Annexe C : Méthodes d'analyses.....	171

LISTE DES FIGURES

Figure 1.1 : Adsorption et neutralisation des charges.....	5
Figure 1.2 : Adsorption et pontage.....	6
Figure 1.3 : Nombre de publications de recherche sur les coagulants naturels dans les eaux potable et les eaux usées.....	12
Figure 1.4 : Exemple de coagulants naturels à base de feuilles.....	13
Figure 1.5 : Exemple de coagulants naturels à base de graines.....	13
Figure 1.6 : Exemple de coagulants naturels à base de déchets de fruit.....	13
Figure 1.7. Exemple de coagulants naturels à base de fruit.....	14
Figure 1.8 : Présentation des métaux lourds dans le tableau périodique.....	19
Figure 1.9 : Source des éléments traces métalliques	20
Figure 1.10 : Les sources anthropiques de la pollution des métaux lourds.....	21
Figure 2.1 : Extraction et purification des agents coagulants à bases des plantes...	36
Figure 2.2 : Appareil d’ultrasons : Bain à ultrasons (a), ultrasoniseur (b).....	37
Figure 2.3 : Principe de dialyse.....	41
Figure 2.4: Lyophilisateur.....	42
Figure 2.5 : Appareil d’Electrophorèse (a)Schéma de montage (b) Electrophorèse sur gel.	43
Figure 2.6 : Mécanisme de filtration.	44
Figure 2.7 : Principe de la centrifugeuse.....	45
Figure 2.8 : Centrifugeuse.....	45
Figure 3.1 : Plans factoriels complets : (a) deux facteurs et deux niveaux (2^2) ; (b) deux facteurs et trois niveaux(3^2)	47
Figure 3.2 : Plans composite centré pour deux facteurs à trois niveaux.....	49
Figure 3.3 : Plans de Box-Behnken pour trois facteurs à trois niveaux	51
Figure 4.1 : Les différentes procédures expérimentales.....	55
Figure 4.2 : Source des coagulants naturels : (a) Aloe vera, (b) arbre de chêne et (c) feuille de chêne (Acorn)	56
Figure 4.3 : Préparation de la forme poudre du coagulant.....	56
Figure 4.4 : Préparation du coagulant liquide utilisant différents solvants.....	57
Figure 4.5 : Extraction et purification de l’agent coagulant (protéines).....	58

Figure 4.6 : Extraction et purification des agents coagulants.....	60
Figure 4.7: Jar test (Selecta-Flucomatica)	64
Figure 4.8 : Point d'échantillonnage.....	69
Figure 4.9 : Pilote de coagulation -floculation -décantation (Modèle : PIGNAT,TPC/3000, code : N° 215 02 019,France)	75
Figure 4.10 : Bac d'alimentation.....	76
Figure 5.1 : Spectre infrarouge de l'Aloe Vera.....	79
Figure 5.2 : Spectre infrarouge de l'Acorn.	80
Figure 5.3 : les courbes DRX pour les feuilles de l'Acorn et l'Aloe vera.....	82
Figure 5.4 : Analyse de MEB de feuilles d'Acorn (a,b,c) et d'Aloe vera (d,e,f)....	82
Figure 5.5 : Potentiel zêta de l'Aloe vera et l'Acorn.....	83
Figure 5.6 : Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC en poudre ; (b) AV en poudre.....	84
Figure 5.7 : Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-H ₂ O ; (b) AV-H ₂ O.	84
Figure 5.8 : Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-NaCl; (b) AV-NaCl.	84
Figure 5.9: Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-HCl ; (b) AV-HCl.	85
Figure 5.10 : Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-NaOH; (b) AV-NaOH.	85
Figure 5.11 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC en poudre ; (b) AV en poudre.	87
Figure 5.12 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC-H ₂ O ; (b) AV-H ₂ O.	88
Figure 5.13 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC-NaCl ; (b) AV-NaCl.	88
Figure 5.14 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC-HCl ; (b) AV-HCl.	88
Figure 5.15 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC-NaOH; (b) AV-NaOH.	89
Figure 5.16 : Effet du pH sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC et AV en poudre ; (b) AC-H ₂ O et AV-H ₂ O.	93

Figure 5.17 : Effet du pH sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-NaCl ; (b) AV-NaCl.	93
Figure 5.18 : Effet du pH sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-HCl ; (b) AV-HCl.	94
Figure 5.19 : Effet du pH sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-NaOH; (b) AV-NaOH.	94
Figure 5.20 : Diagramme de contour de réduction de la turbidité utilisant l'Aloe vera à : (a) temps de décantation (TD=60min) t, (b) pH=8, (c)dose du coagulant (DC=1,025mL/L).	97
Figure 5.21 : Diagramme de contour de réduction de la turbidité utilisant l'Acorn à : (a) temps de décantation (TD=60min) t, (b) pH=8, (c)dose du coagulant (DC=0,05mL/L).	98
Figure 5.22 : Diagramme de surface de réduction de la turbidité (Rt) utilisant l'Aloe vera à : (a) temps de décantation (TD=60min) t, (b) pH=8, (c)dose du coagulant (DC=1,025mL/L).	99
Figure 5.23 : Diagramme de surface de réduction de la turbidité utilisant l'Acorn à : (a) temps (a) temps de décantation (TD=60min) t, (b) pH=7, (c)dose du coagulant (DC=0,05mL/L).	99
Figure 5.24 : Distribution des résidus en fonction des valeurs ajustées (réduction de la turbidité) (a) Aloe vera et (b) Acorn.	100
Figure 5.25 : Droite de Henry des valeurs résiduelle de la turbidité (a) Aloe vera et (b) Acorn.	100
Figure 5.26 : Effet du temps de décantation sur : (a) la turbidité et (b) les MES....	103
Figure 5.27 : Effet du temps de décantation sur : (a) l'alcalinité totale et (b) la dureté totale.	104
Figure 5.28 : Effet du temps de décantation sur la matière organique oxydable...	104
Figure 5.29 : Effet de la concentration de bio-coagulant sur la turbidité résiduelle et l'efficacité de l'élimination de la turbidité utilisant la poudre de l'Acorn et d'Aloe vera	107
Figure 5.30 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau utilisant : Acorn (a) et Aloe vera (b).	108
Figure 5.31 : Effet du pH sur (a) la turbidité résiduelle et (b) la réduction de la turbidité.	109

Figure 5.32 : Effet du pH sur l'élimination de la DCO et des MES en utilisant 180 mg/L et 35 mg/L de la poudre d'Aloe vera et d'Acorn, respectivement.....	110
Figure 5.33 : Diagramme des effets principaux pour l'Acorn.....	111
Figure 5.34 : Diagramme des effets principaux pour l'Aloe vera.....	112
Figure 5.35 : Variation de la concentration des protéines de l'Acorn en fonction des expériences étudiées.	114
Figure 5.36 : Variation de la concentration des protéines de l'Aloe vera en fonction des expériences étudiées.	114
Figure 5.37 : Effet de la dose du coagulant (protéine) sur l'élimination de la turbidité dans les eaux huileuses industrielles (a et b) et les eaux potables (c et d).	115
Figure 5.38 : Distribution des résidus en fonction des valeurs ajustées pour : les protéines (a,b),les sucres totaux (c,d),les polyphénols (e,f).	124
Figure 5.39 : Droite de Henry des valeurs résiduelle de : protéines (a,b), sucres totaux (c,d) et polyphénols (e,f).	125
Figure 5.40 : Effet de la dose de l'agent coagulant sur la réduction de la turbidité (a) les protéines, (b) les sucres totaux et (c) les polyphénols.	128
Figure 5.41 : Effet de la dose de l'agent coagulant sur la réduction des coliformes totaux (a) les protéines, (b) les sucres totaux et (c) les polyphénols.....	129
Figure 5.42 : Diagramme des effets des principaux sur l'élimination des métaux lourds.....	134
Figure 5.43 : Diagramme de contour du zinc (a,b), du fer (c,d), du cuivre (e,f) et du chrome VI(g,h).	136
Figure 5.44 : Distribution des résidus en fonction des valeurs ajustées : (a)Zn (AV-H ₂ O), (b)Zn (AC-H ₂ O),(c)Fe (AV-H ₂ O), (d)Fe (AC-H ₂ O), (e)Cu (AV-H ₂ O), (f)Cu (AC-H ₂ O), (g)Cr (AV-H ₂ O), (h)Cr (AC-H ₂ O).	139
Figure 5.45 : Droite de Henry des valeurs résiduelle du zinc ((a) Aloe vera, (b) Acorn), du fer ((c) Aloe vera, (d)Acorn),du cuivre ((e) Aloe vera, (f)Acorn) et du chrome VI((g) Aloe vera, (h)Acorn).	140

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1.1 : Effet des différents coagulants naturels sur la réduction de la turbidité.....	17
Tableau 1.2 : Effet des différents coagulants naturels sur la DCO, MES, MO, TAC, TH et conductivité.....	18
Tableau 1.3 : Effets de quelques métaux lourds sur la santé humaine.....	22
Tableau 1.4 : Normes des éléments traces métalliques les eaux.....	23
Tableau 1.5 : Avantages et inconvénients de quelques procédés d'élimination des éléments traces métalliques	23
Tableau 1.6 : Elimination des métaux lourds par bio-coagulation.....	26
Tableau 2.1 : Effet des bio-coagulants sur la réduction la turbidité utilisant la méthode d'extraction par solvant.....	40
Tableau 3.1 : Matrices expérimentales pour l'application de plan composite centré pour deux facteurs.....	49
Tableau 3.2 : Plan de Box-Behnken pour trois facteurs à trois niveaux.....	51
Tableau 4.1 : Distribution statistique des données expérimentales.....	58
Tableau 4.2 : Plan fractionné avec 8 facteurs.....	59
Tableau 4.3 : Niveaux des facteurs.....	60
Tableau 4.4 : Valeurs des facteurs pour chaque expérience.....	61
Tableau 4.5 : Caractéristiques de l'eau brute de station de traitement d'eau potable (Oued El Athmania) au long d'application des différents formes du coagulant.....	65
Tableau 4.6 : Caractérisations physico-chimiques de l'eau brute.....	66
Tableau 4.7 : Plan de Box-Behnken (PBB) avec trois facteurs.....	67
Tableau 4.8 : Qualité des échantillons d'eau.....	69
Tableau 4.9 : Caractérisation physico-chimiques et microbiologiques de l'eau brute.....	70
Tableau 4.10 : Les conditions expérimentales.....	71
Tableau 4.11 : Niveau des facteus.....	73
Tableau 4.12 : Plan d'expérience en valeurs réelles.....	74
Tableau 5.1 : Groupes fonctionnels actifs dans l'Aloe Vera et l'Acorn.....	80

Tableau 5.2 : Caractéristiques de l'eau brute traitée pour la dose optimale de chaque coagulant utilisé (AC-poudre, AC-H ₂ O, AC-NaCl, AC-HCl et AC-NaOH).	90
Tableau 5.3 : Caractéristiques de l'eau brute traitée pour la dose optimale de chaque coagulant utilisé (AV-poudre, AV-H ₂ O, AV-NaCl, AV-HCl et AV-NaOH).....	90
Tableau 5.4 : Résultats de (PBB) en termes d'efficacité d'élimination de la turbidité utilisant les deux bio-coagulants (Aloe vera et Acorn).....	95
Tableau 5.5 : Les conditions optimales.....	101
Tableau 5.6 : Les paramètres physico-chimiques des eaux traitées par AC-ED et AV-ED.....	101
Tableau 5.7 : Caractérisation des eaux potables avant et après le traitement sur le jar test et le pilote de coagulation floculation décantation utilisant les bio-coagulants.	105
Tableau 5.8 : Caractéristiques de l'eau traitée par l'application de différents procédés de traitement des eaux usées huileuses.....	110
Tableau 5.9 : les conditions optimales obtenues vis-à-vis l'extraction maximale des protéines.	114
Tableau 5.10 : Effet de la dose optimale du coagulant (protéine) sur la qualité des eaux potable et des eaux usées industrielles.	117
Tableau 5.11 : Résultats de (PBB) en termes de concentration des agents coagulants extraire (protéines, sucre totaux et polyphénols) utilisant l'Aloe vera comme matière première.	119
Tableau 5.12 : Résultats de (PBB) en termes de concentration des agents coagulants extraire (protéines, sucre totaux et polyphénols) utilisant l'Aloe vera comme matière première.	120
Tableau 5.13 : Coefficient de détermination (R ² and R ² ajusté).....	122
Tableau 5.14 : Analyse d'Anova (Test de P)	123
Tableau 5.15 : Conditions prédites et expérimentaux.....	126
Tableau 5.16 : Caractérisations de l'eau avant et après le traitement par les agents coagulants aux concentrations optimales.	130
Tableau 5.17 : Résultats de (PCC) du zinc, du fer par les deux bio-coagulants (Aloe vera et Acorn)	131

Tableau 5.18 : Résultats de (PCC) du cuivre et du chrome (VI) par les deux bio-coagulants (Aloe vera et Acom)	132
Tableau 5.19. Coefficient de détermination (R^2 and R^2 ajusté).....	136
Tableau 5.20 : Analyse de variance (Test de P)	137
Tableau 5.21 : Optimisation et validation.....	141

LISTE DES ABREVIATIONS

AC	:Acorn
AHA	: Acides haloacétiques
Al(OH) ₃	: Hydroxyde d'aluminium
Al ₂ (SO ₄) ₃	:Sulfate d'aluminium
AlCl ₃	: Chlorure d'aluminium
ANOVA	: <i>Analysis of variance</i>
ASR	: Bactéries anaérobies sulfite-réductrices
AV	: Aloe Vera
B _{ii}	: Coefficients du modèle
C ₀	: Concentration initiale du métal
Cd	: Cadmium
Cf	: Coliformes fécaux
C _i	: Concentration de l'ion i
Cr	: Chrome
Ct	: Coliformes totaux
Cu	: Cuivre
D	: Constante diélectrique du milieu.
DBO ₅	: Demande biologique en oxygène
DC	: Dose du coagulant
DCO	: Demande chimique en oxygène
DRX	: Diffractomètre des rayons X
E	: Potentiel redox
E.D	: eau distillé
E _a	: Energie d'activation
EDTA	: Éthylène Diamine Tétra-Acétique
ER	: Force de répulsion électrostatique
F°	: degré français
Fe	: Fer
Fe(OH) ₃	: Hydroxyde de fer
Fe ₂ (SO ₄) ₃	: Sulfate ferrique
FeCl ₃	: Chlorure ferrique

<i>FTIR</i>	: <i>Fourier Transform Infrared</i>
HOCl	: Acide hypochloreux
I	: Force ionique
k	: Constante de Boltzmann
K	: Nombre de facteurs
M.O	: matière organique oxydable
MEB	: Microscopie électronique à balayage
MES	: matières en suspension
MM	: Les matières minérales
MPUV	: Lampes à moyenne pression
MS	: matière sèche des boues
MSR	: Méthode de surface de réponse
MVS	: Matières volatile en suspension
NaOCl	: Hypochlorite de sodium
NCl ₃	: trichloramine
NH ₂ Cl	: monochloramine
NH ₄	: Azotes ammoniacal
NHCl ₂	: dichloramine
Ni	: Nickel
NK	: Azotes Kjeldhal
NO ₃ ⁻	: nitrates
NPP	: Technique des tubes multiples
NTU	: Nephelometric turbidity units.
Pa	: pascal
Pb	: Plomb
PBB	: Plan de Box-Behnken
PCC	: Plan de composite centré
Pcz	: Point de charge zéro
PH	: potentiel hydrogène
ppm	: partie par million
<i>PRESS</i>	: <i>Residual sum of squares</i>
Pt	: phosphor total
Pt Co	: palatine cobalt

Pz	: potentiel zêta
Q _v	: débit volumique
R	: constante des gaz parfaits
R.S	: Résidu sec
R ²	: Coefficient de détermination
RPM	: Rotation par minute
S	: second
SPD	: sous-produits de désinfection
T	: Température
t	: temps
TA	: Temps d'agitation
TAC	: Titre Alcalimétrique Complet
TC	: Temps de décantation
TDS	: Total de solides dissous
TH	: dureté totale
THM	: Trihalomethanes
TM	: Temps de macération
TU	: Turbidité
TUV	: Lampes à basse pression
U	: Mobilité de la particule
UV	: Ultraviolet
V	: volume
VUV	: Ultraviolet sous vide
x _i	: Variables du modèle
Y	: réponse du modèle
Z _i	: Valence de l'ion i
Zn	: Zinc
μ	: Viscosité dynamique du liquide
μs/cm	: micro siemens par centimètre

Résumé

Ce travail de recherche concerne la valorisation des bio-coagulants à base des feuilles des plantes (Acorn et Aloe Vera) dans le procédé traitement des eaux par coagulation floculation. Plusieurs paramètres de l'eau ont été évalués et améliorés après le traitement par les bio-coagulants à savoir la turbidité, les MES, la DCO, la matière organique oxydable, le zinc, le cuivre, le fer, le chrome (VI), les coliformes totaux, ... etc. Les résultats obtenus ont été très importants. L'utilisation des solvants comme l'eau distillé, HCl, NaCl et NaOH ont un effet remarquable et variable sur le rendement de la coagulation, les résultats obtenus après le traitement par les coagulants AV-H₂O, AC-H₂O, AV-HCl, AC-HCl, AV-NaOH, AC-NaOH, AV-NaCl et AC-NaCl montrent bien que la turbidité, le pH, l'alcalinité totale, la dureté totale, la conductivité et la salinité répondent aux normes de qualité des eaux potables selon la réglementation algérienne.

Concernant l'optimisation et la modélisation du procédé de coagulation, le pH, le temps de décantation et la dose du coagulant ont été considérés comme facteurs influençant le pourcentage d'élimination en turbidité. Les valeurs de R² (98,45% et 98,24%) et R² ajusté (95,67% et 95,09%) pour l'Aloe vera et de l'Acorn, respectivement montrent que les modèles sont d'excellentes qualités. Lors de l'application des résultats d'optimisation sur le pilote de coagulation floculation décantation, le pourcentage de réduction en turbidité était de 93,26 et 88,59% en utilisant Aloe vera et Acorn, respectivement. Ainsi que tous les paramètres évalués (pH, turbidité, alcalinité totale, dureté totale, matière organique, MES et salinité) sont conformes aux normes algériennes pour les eaux potables après utilisation du jar test et le pilote de coagulation floculation.

De même pour les eaux usées industrielles de Sonatrach, les résultats obtenus après le traitement par la poudre d'Aloe vera et d'Acorn ont été très importants. Les efficacités maximales de réduction obtenues avec l'Acorn étaient de 90,60%, 89,68% et 99,22%, pour la turbidité, les MES et la DCO, respectivement, tandis qu'avec l'Aloe vera, elles étaient de 93,64%, 87,61% et 94,31%, respectivement pour les mêmes paramètres. La qualité des eaux potables et des eaux usées industrielles de Sonatrach a également été évaluée avant et après traitement avec des protéines de l'Aloe vera et de l'Acorn, et plusieurs paramètres de l'eau ont été mesurés, dans ce cas les concentrations maximales en protéines extraites étaient appliquées pour le traitement des eaux. Les turbidités résiduelles des eaux potables et des eaux huileuses industrielles étaient de 4,82 ; 5,85 ; 4,25 et 9,40 NTU lors de l'utilisation des protéines de l'Acorn et de l'Aloe vera,

respectivement. Ainsi que la réduction maximale en DCO, en MES et en matière organique étaient de 97,39%, 96,39%, 99,27%, 89, 86%, 40% et 46,28% pour l'Aloe vera et l'Acorn, respectivement.

Dans le but d'identification des différents agents coagulants, ainsi que d'optimisation et modélisation du processus d'extraction des agents coagulants (protéines, sucres totaux et polyphénols), quatre paramètres influençant le processus d'extraction ont été considérés, qui sont le pH, la température, le temps d'agitation et le temps de macération. Les coefficients de détermination ($R^2 \geq 97\%$) et les courbes de résidus révèlent que les modèles développés sont validés. Les conditions optimales d'extraction des protéines, des polyphénols et des sucres totaux ont été appliquées pour améliorer la qualité des eaux potables d'Oued El Athmania. Les résultats obtenus montrent que tous les paramètres mesurés (turbidité, pH, MES, matière organique et l'alcalinité totale) correspondent les normes algériennes, ainsi que les agents coagulants (protéines, sucres totaux et polyphénols) éliminent les coliformes totaux avec des pourcentages très importants entre 96,42% et 100%. Par la suite, un traitement par bio-coagulation a été réalisé sur une eau synthétique pour éliminer des métaux lourds en utilisant le plan de composite centré (PCC). Les résultats obtenus montrent que la dose du coagulant et concentration initiale du métal ont été influencés sur le pourcentage d'élimination en métaux lourds, ainsi que les valeurs des R^2 obtenus confirment la validité de tous les modèles mathématiques, dans cette étude, le pourcentage de réduction maximale en zinc, en cuivre, en fer et en chrome (VI) était respectivement de 83,80%; 99,98%; 98,58% et 99,97% pour Aloe vera et 99,80%; 98,96%; 98,98% et 99,96% pour Acorn.

Dans cette étude, la caractérisation des bio-coagulants (DRX, FTIR et MEB,..etc) ont prouvé la présence des substances actifs responsables la coagulation à savoir les acides carboxyliques, les protéines, les amines et les amides.

Mots clés : Bio-coagulants, Agents coagulants, Extraction, Modélisation, Optimisation, Jar test, Pilote ; Traitement des eaux.

Abstract

This research work concerns the valorization of bio-coagulants based on plant leaves (*Acorn* and *Aloe Vera*) for water treatment by coagulation flocculation. Several water parameters were evaluated and improved after the treatment with bio-coagulants, namely turbidity, suspended solids, chemical oxygen demand, organic matter, zinc, copper, iron, chromium (VI), total coliforms,...etc. The results obtained were very of considerable interest. The use of solvents such as distilled water, HCl, NaCl and NaOH have a remarkable and variable effect on the coagulation yield. The results obtained after treatment with the coagulants AV-H₂O, AC-H₂O, AV-HCl, AC-HCl, AV-NaOH, AC-NaOH, AV-NaCl and AC-NaCl show that turbidity, pH, total alkalinity, total hardness, conductivity and salinity meet the quality standards for drinking water according to the Algerian standard.

Concerning the optimization and modeling of the coagulation process, the pH, the settling time and the coagulant dose were considered as factors influencing the turbidity removal efficiency. The R² values (98.45% and 98.24%) and R²adjusted (95.67% and 95.09%) for *Aloe vera* and *Acorn*, respectively, show that the models are of excellent quality. When applying the optimization results on the pilot, the turbidity removal was 93.26 and 88.59% using *Aloe vera* and *Acorn*, respectively. All the evaluated parameters (pH, turbidity, total alkalinity, total hardness, organic matter, TSS and salinity) also conform to the Algerian standards for drinking water after the jar test and the pilot.

Similarly, for the industrial wastewater of Sontarcach, the results obtained after the treatment with *Aloe vera* powder and *Acorn* were of interest. The maximum reduction efficiencies obtained with *Acorn* were 90.60%, 89.68% and 99.22%, for turbidity, TSS and COD, respectively, while with *Aloe vera*, they were 93.64%, 87.61% and 94.31%, respectively.

The quality of drinking water and industrial wastewater were also evaluated before and after treatment with proteins of *Aloe vera* and *Acorn*, and several water parameters were measured, in this case the maximum proteins extraction yield was applied for the water treatment. The residual turbidities of drinking water and industrial oily water were 4.82; 5.85; 4.25 and 9.40 NTU when using the proteins of *Acorn* and *Aloe vera*, respectively. The maximum reduction in COD, TSS and organic matter were

97.39%, 96.39%, 99.27%, 89.86%, 40% and 46.28% for *Aloe vera* and *Acorn*, respectively.

In order to identify the different coagulating agents, as well as to optimize and model the extraction process of the coagulating agents (proteins, total sugars and polyphenols), four parameters influencing the extraction process were considered, which were the pH, temperature, agitation time and maceration time. The coefficients of determination ($R^2 \geq 97\%$) and the residue curves showed that the models developed are valid. The optimal extraction conditions for proteins, polyphenols and total sugars were applied to improve the quality of Oued El Athmania drinking water. The results obtained show that all the measured parameters (turbidity, pH, TSS, organic matter and total alkalinity) correspond to the Algerian standards, as well as the coagulating agents (proteins, total sugars and polyphenols) eliminate the total coliforms at high percentages, between 96.42% and 100%. Subsequently, a coagulation treatment was carried out on synthesis water to remove heavy metals by using a centered composite design (CCD). The results obtained showed that the coagulant dose and initial metal concentration influenced the percentage of heavy metal removal, as well as the R^2 values obtained confirm the validity of all mathematical models. In this research work, the maximum reduction efficiency in zinc, copper, iron and chromium (VI) was respectively 83.80%; 99.98%; 98.58% ; 99.97% for *Aloe vera* and 99.80%; 98.96%; 98.98% ; 99.96% for *Acorn*.

In this study, the characterization of bio-coagulants (XRD, FTIR and SEM, etc.) proved the presence of active substances responsible for coagulation such as carboxylic acids, proteins, polysaccharides, amines and amides.

Keywords: Bio-coagulants, coagulating agents, extraction, modeling, optimization, Jar test, pilot, water treatment.

الملخص

يتعلق هذا العمل البحثي بتثمين مواد التخثر الحيوية المعتمدة على أوراق النبات (البلوط والصبار) في عملية معالجة المياه عن طريق التلبد التخثر. تم تقييم العديد من معاملات المياه وتحسينها بعد المعالجة بالمخثرات الحيوية، وهي التعكر، المواد الصلبة العالقة، COD، المواد العضوية القابلة للاكسدة، الزنك، النحاس، الحديد، الكروم (VI)، والقلولون الكلي، إلخ. النتائج التي تم الحصول عليها كانت مهمة جدا. استخدام المذيبات مثل الماء المقطر، HCl، NaCl و NaOH له تأثير ملحوظ ومتغير على ناتج التخثر، والنتائج التي تم الحصول عليها بعد المعالجة بمخثرات AC-H₂O، AV-H₂O، AC-HCl، AV-HCl، AC-NaOH، AV-NaOH، AC-NaCl و AV-NaCl، تظهر أن العكارة، درجة الحموضة، القلوية الكلية، الصلابة الكلية، التوصيل والملوحة تتوافق مع معايير جودة مياه الشرب وفقاً للمعايير الجزائرية.

فيما يتعلق بتحسين ونمذجة عملية التخثر، تم اعتبار الأس الهيدروجيني ووقت الاستقرار وجرعة التخثر من العوامل المؤثرة في النسبة المئوية لإزالة التعكر. تظهر قيم R² (98.45% و 98.24%) و R² المعدلة (95.67% و 95.09%) للصبار والبلوط، على التوالي، أن النماذج ذات جودة ممتازة. عند تطبيق نتائج التحسين في آلة التخثر والتلبد تحت الوضع المستمر (pilote)، كانت النسبة المئوية لخفض التعكر 93.26 و 88.59% باستخدام الصبار والبلوط، على التوالي. بالإضافة إلى جميع المعلمات التي تم تقييمها (الأس الهيدروجيني، العكارة، القلوية الكلية، الصلابة الكلية، المادة العضوية، MES والملوحة) تتوافق مع المعايير الجزائرية لمياه الشرب بعد اختبار التخثر والتلبد.

الشيء نفسه بالنسبة لمياه الصرف الصناعي في سوناطراك، كانت النتائج التي تم الحصول عليها بعد المعالجة باستخدام الصبار ومسحوق البلوط مهمة جداً. كانت كفاءات التخفيض القصوى التي تم الحصول عليها باستخدام البلوط 90.60% و 89.68% و 99.22% للعكارة و المواد العالقة و الطلب على الاكسجين الكيميائي على التوالي، بينما كانت مع الصبار 93.64% و 87.61% و 94.31% على التوالي لنفس المعلمات.

تم أيضاً تقييم جودة مياه الشرب ومياه الصرف الصناعي من سوناطراك قبل وبعد المعالجة ببروتينات الصبار و البلوط، وتم قياس العديد من معايير المياه، وفي هذه الحالة تم تطبيق التركيزات القصوى في البروتينات المستخرجة لمعالجة المياه. بلغت نسبة العكارة المتبقية لمياه الشرب والمياه الصناعية الزيتية 4.82؛ 5.85؛ 4.25 و 9.40 NTU عند استخدام بروتين البلوط و الصبار، على التوالي. بالإضافة إلى الحد الأقصى للتخفيض في COD، MES والمواد العضوية 97.39%، 96.39%، 99.27%، 89.86%، 40% و 46.28% بالنسبة للصبار و البلوط، على التوالي.

من أجل تحديد المخثرات المختلفة، وكذلك لتحسين ونمذجة عملية استخراج التخثر (البروتينات والسكريات الكلية والبوليفينول)، تم النظر في أربعة عوامل تؤثر على عملية الاستخراج، وهي درجة الحموضة ودرجة الحرارة ووقت التحريك ووقت النقع. تُظهر معاملات التحديد ($R^2 < 97$) والمنحنيات المتبقية أن النماذج التي تم تطويرها قد تم التحقق من صحتها. تم تطبيق الشروط المثلى لاستخراج البروتينات والبوليفينول والسكريات الكلية لتحسين جودة مياه الشرب لمحطة وادي العثمانية. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن جميع المعلمات المقاسة (العكارة، الأس الهيدروجيني، MES، المادة العضوية و القلوية الكلية) تتوافق مع المعايير الجزائرية، وكذلك المواد المخثرة (البروتينات والسكريات الكلية و البوليفينول) تقضي على القلولونات الكلية بنسب عالية جداً. بين 96.42% و 100% بعد ذلك، تم إجراء معالجة تخثر حيوي على المياه الاصطناعية للتخلص من المعادن الثقيلة باستخدام المخطط المركب المركز أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن جرعة التخثر والتركيز الأولي للمعدن قد أثرت على نسبة التخلص

من المعادن الثقيلة ، وكذلك قيم R^2 التي تم الحصول عليها تؤكد صحة جميع النماذج الرياضية ، في هذه الدراسة كانت نسبة الحد الأقصى للتخفيض في الزنك ،النحاس ،الحديد ،الكروم (VI) على التوالي 83.80 % ؛ 99.98 % ؛ 98.58 % و 99.97 % للصبان و 99.80 % ؛ 98.96 % ؛ 98.98 % و 99.96 % للبلوط في هذه الدراسة، أثبت توصيف المخثرات الحيوية (DRX ، FTIR و MEB ، إلخ) وجود المواد الفعالة المسؤولة عن التخثر ، مثل الأحماض الكربوكسيلية والبروتينات والأمينات والأميدات.

الكلمات المفتاحية: المخثرات الحيوية، المخثرات، الاستخراج، النمذجة ، التحسين ، اختبار التخثر و التلبد ؛ معالجة المياه.

INTRODUCTION GENERALE

INTRODUCTION GENERALE

Le travail de recherche entrepris dans le cadre de cette thèse de doctorat concerne en une étude expérimentale de procédé de coagulation-floculation utilisant les feuilles de deux plantes algériennes qui sont l'Acorn et de l'Aloe Vera.

La coagulation a pour but la détermination des conditions optimales de la coagulation floculation à savoir la dose du bio-coagulant et le pH. Dans le but de réduire la turbidité et d'autres paramètres de l'eau comme la demande chimique en oxygène (DCO), les matières en suspensions (MES), la matière organique oxydable, les éléments bactériologiques (coliformes totaux) et les métaux lourds (zinc, fer, cuivre et chrome) ,...etc , trois types d'eau ont été utilisés comme (i) les eaux destinées à la consommation d'Oued El Athmania, Mila, (ii) les eaux usées industrielles de Sonatrach, Ain Amenas, et (iii) les eaux synthétiques chargées en métaux lourds préparées en laboratoire. Ce travail a été réalisé en six étapes :(1) la première étape c'est les caractérisations physiques et chimiques des bio-coagulants (FTIR,DRX,MEB,...etc); (2) la deuxième étape c'est l'amélioration de la qualité des eaux potables utilisant différents formes du coagulant (poudre et liquide) dans ce cas, différents solvants tels que : l'eau distillée , NaCl , NaOH et HCl ont été utilisés comme activateurs chimiques pour extraire les composants actifs de la plante Aloe vera et Acorn; (3) la troisième étape c'est l'optimisation et la modélisation de processus du bio-coagulation utilisant la méthode de surface de réponse (MSR), dans cette partie le plan de Box Behnken (PBB) a été opté pour évaluer la turbidité de l'eau potable en fonction de trois paramètres notant le pH, la dose du coagulant (AV-H₂O, AC-H₂O) et le temps de décantation, les conditions optimales obtenues après le processus d'optimisation ont été appliquées sur le pilote de coagulation floculation décantation; (4) la quatrième étape concerne l'études des paramètres influençant l'extraction et purifications des protéines de l'Aloe Vera et l'Acorn: application aux traitements des eaux usées industrielles de Sonatrach et les eaux potables d'Oued El Athmania. Cette étude a été réalisée en deux étapes : l'extraction des protéines contenues dans les feuilles de l'Acorn et de l'Aloe vera après la détermination des principaux facteurs influençant l'extraction et la purification de l'agent coagulant en utilisant un plan fractionnaire avec 8 facteurs (pH, température, temps de d'agitation, temps de macération,...etc), ensuite, la qualité de l'eau a été évaluée avant et après traitement par

l'extrait protéique coagulant, et plusieurs paramètres de l'eau ont été mesurés, à savoir : la turbidité, les MES, le pH, la DCO,...etc; (5) la cinquième étape c'est l'optimisation et la modélisation du processus d'extraction des agents coagulants : Application aux traitements des eaux. Dans cette étude, le plan Box-Behnken (PBB) a été choisi comme méthodologie expérimentale pour optimiser et modéliser la concentration des protéines, des sucres totaux et des polyphénols extraites à partir de l'Aloe vera et de l'Acorn. Selon le PBB quatre facteurs ont été considérés comme facteurs principaux comme le pH, la température, le temps de macération et le temps d'agitation. Les conditions optimales d'extraction des agents coagulants considérés ont été appliqués sur un jar test, plusieurs paramètres de l'eau ont été mesurés à savoir le pH, la turbidité, l'alcalinité totale, les MES, la quantité des boues produites, les coliformes totaux,...etc; (6) la sixième étape c'est l'étude de l'effet des coagulants organiques sur la réduction de quelque métaux lourds (éléments traces métalliques) comme le zinc, le fer, le cuivre et le chrome. Dans cette partie, le plan composite central avec deux facteurs (la dose du bio-coagulant et la concentration initiale de chaque métal) a été utilisé comme méthodologie expérimentale, notant que le nombre total d'expériences était de 13.

Afin d'apporter une contribution à ces objectifs et problématiques, nous proposons les chapitres suivants, en plus d'une introduction générale et une conclusion générale, dont le premier chapitre constitue une revue bibliographique, rappelant le mécanisme des coagulants et les facteurs influençant le procédé de coagulation floculation, ainsi que les types des coagulants naturels d'origines végétales. De plus une présentation des effets des coagulants organiques sur la qualité des eaux, finalement on termine le chapitre par vue générale sur la durabilité des coagulants naturels.

Le chapitre II présente une introduction sur l'extraction et purification des agents coagulants, suivi par la présentation d'extraction solide-liquide et les méthodes d'extraction, par la suite une présentation des paramètres influençant l'extraction des agents coagulants ainsi que les différentes méthodes de la purification des agents coagulants.

Le chapitre III est consacré au plan d'expérience on commençant par une introduction sur le plan d'expérience, suivi par la présentation des niveaux de facteurs codés et les types des plans d'expérience, ainsi que l'analyse de variance.

Le chapitre IV consiste en premier lieu une présentation détaillé des protocoles d'extraction et purification des agents coagulants suivie par les méthodes utilisées pour la caractérisation des coagulants considérés (poudre et liquide), ainsi à une présentation

de différentes méthodes d'analyses utilisées lors de la réalisation de partie expérimentale et de protocole expérimental de jar test et de pilote de coagulation floculation décantation.

Dans le chapitre V on a présenté les résultats de caractérisation des coagulants poudre et liquide comme le FTIR, DRX, MEB, la concentration des protéines, des sucre totaux, des polyphénols,...etc, ainsi que les analyses et les interprétations des résultats obtenus lors de la réalisation des essaies sur le Jar test et sur le pilote de coagulation floculation décantation.

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

CHAPITRE I
REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

1.1. Introduction

Actuellement, en Algérie et comme dans de nombreux pays du monde, les coagulants inorganiques à base d'Aluminium ou de fer sont les plus utilisés dans les stations de traitement d'eau potable [1–3]. Leur utilisation a pour but l'élimination des matières en suspension et colloïdales, la réduction de la turbidité, l'élimination de la couleur et des microorganismes dans certains cas. L'ajout de coagulants, qui sont des sels métalliques trivalents (Al_2SO_4 ou FeCl_3) dans l'eau brute, permet d'obtenir un précipité appelé floc ($\text{Al}(\text{OH})_3$ ou $\text{Fe}(\text{OH})_3$) à pH neutre ou acide [4]. Les floes formés piègeraient les particules négatives pour faciliter leur séparation pendant la phase de prise [4,5].

Malgré les performances et la rentabilité de ces coagulants inorganiques, ils nécessitent dans plusieurs cas des ajustements du pH et de l'alcalinité [6,7]. De plus, lorsque le sulfate d'aluminium est utilisé comme coagulant, un surdosage de celui-ci, une utilisation inefficace du coagulant ou un problème dans la chimie du processus de traitement peuvent produire un niveau élevé de concentration d'aluminium dissous dans l'eau traitée [1,4]. Leur concentration résiduelle libre dans l'eau peut produire différentes maladies telles que la maladie d'Alzheimer, des maladies neurotoxiques et le cancer [8–10].

Notons également que les inconvénients de l'utilisation de coagulants inorganiques peuvent affecter les boues produites. Elles sont chargées de métaux comme l'aluminium et le fer. Dans plusieurs cas, ces boues sont stockées sans traitement dans des stations de traitement d'eau potable. Après une période de stockage limitée, ces boues peuvent être une source de problèmes environnementaux [11,12].

Sur la base de ces différents inconvénients de l'utilisation de coagulants inorganiques, de nombreuses études ont été récemment menées pour rechercher des coagulants naturels durables et écologiques comme alternative aux coagulants inorganiques utilisés dans le processus de coagulation-floculation pour le traitement de l'eau potable [3]. Ces coagulants organiques ont été préparés sur la base de plusieurs matières végétales en fonction de la disponibilité et de l'efficacité du traitement, telles que

Moringa oleifera [13,14], Cactus [15], Citrus fruit peel[16], Plantago Ovata [17,18], Fava bean [19], Chitosan[20],

1.2. Le mécanisme des coagulants naturels

Le mécanisme de coagulation des coagulants organiques diffère de celui des coagulants minéraux, car ils ne forment pas de précipités d'hydroxyde dans l'eau, l'objectif de ce mécanisme étant la déstabilisation des particules colloïdales par : (1) l'adsorption et la neutralisation des charges, (2) l'adsorption et le pontage[21,22].

1.2.1. Adsorption et neutralisation des charges

En ce qui concerne l'adsorption et la neutralisation, certaines espèces chimiques de charges opposées sont adsorbées par la surface résultant de la réduction de l'étendue de l'interaction de la double couche répulsive entre les particules colloïdales. Le fait que les ions puissent être adsorbés au-delà du point de neutralisation de la charge peut s'expliquer par une prédominance des interactions chimiques sur les effets de répulsion électrostatique dans certains cas (Figure (1.1))[22–24].

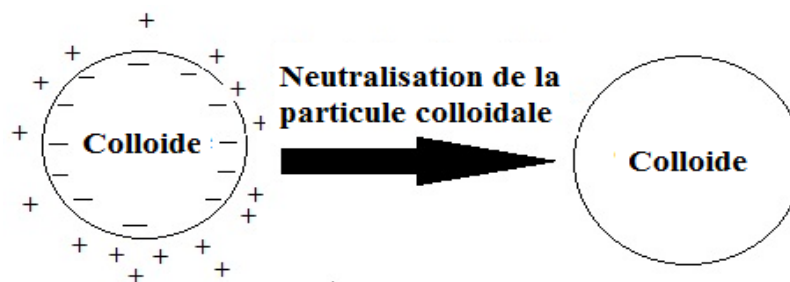


Figure 1.1 : Adsorption et neutralisation des charges

1.2.2. Adsorption et pontage

Selon la Figure (1.2), plusieurs composés naturels tels que : la cellulose, les protéines, l'amidon et les polysaccharides sont caractérisés par leur poids moléculaire élevé et, de plus, ont de multiples charges électriques tout au long de leurs chaînes d'atomes. Ces composés ont un poids moléculaire élevé et une longue longueur de chaîne et sont capables de déstabiliser des particules colloïdales chargées négativement[23,25]. Plusieurs chercheurs ont développé une théorie des ponts chimiques qui semble convaincante pour expliquer le comportement observé de ces composés [22]. Le phénomène est décrit par la formation de ponts entre les particules colloïdales via les molécules coagulantes, les sites libres de plusieurs molécules coagulantes s'accrochent à

la même particule colloïdale, la liaison des coagulants à la particule peut résulter de liaisons hydrogène, de l'attraction coulombienne, des forces de Van der Waals ou de l'échange d'ions [23,26].

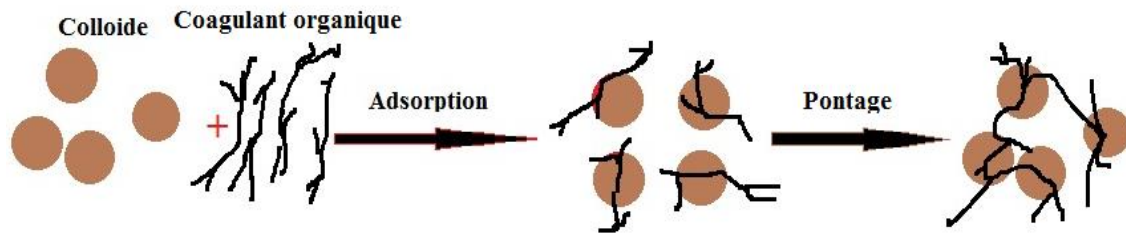


Figure 1.2 : Adsorption et pontage

1.3. Les facteurs influençant le procédé de coagulation floculation

Plusieurs paramètres influençant le procédé de coagulation floculation à savoir : le pH, la dose du coagulant, le type du coagulant, la température, la turbidité initiale, particules colloïdales, le temps de coagulation, le temps de floculation, la vitesse de coagulation et floculation, le temps de décantation, le potentiel Zeta, la densité de l'extrait et les acides humiques.

1.3.1. Effet de pH sur la coagulation

Le pH est un paramètre très important pour le fonctionnement optimal de tel coagulant minéral ou naturel[27], donc la détermination de la valeur optimale de ce paramètre est nécessaire[28] .

Plusieurs chercheurs ont confirmé l'effet du pH sur l'amélioration du procédé de coagulation utilisant différents types du coagulants organiques (*Moringa oleifera* [29], Acorn[2], Fava bean[19]...), et minérales (sulfate d'aluminium [7], chlorure ferrique [30], sulfate de ferrique[3], chlorure de polyaluminium[31]....

1.3.2. Effet de la dose du coagulant

Le dosage du coagulant est un paramètre important dans le processus de bio-coagulation car son efficacité dépend de l'interaction entre l'agent coagulant et les particules colloïdales présents dans l'eau [32,33].

L'addition de coagulant a provoqué la diminution de la turbidité et d'autres paramètres de l'eau à savoir les MES et la demande chimique en oxygène (DCO),... Cela peut être expliqué du fait que les particules du coagulant déstabilisent les colloïdes chargés négativement présents dans l'eau à traiter, en neutralisant les charges qui génèrent les forces de répulsion entre les colloïdes. La surdose en coagulant provoque la ré-

stabilisation des particules colloïdales et empêche la formation des ponts inter-particulaires et on aura donc une eau très chargée en coagulant avec une mauvaise clarification. Les coagulants minéraux qui sont habituellement fortement acide ont tendance à abaisser le pH de l'eau. La concentration optimale du coagulant a été déterminée au laboratoire utilisant le jar test comme technique expérimentale [1].

1.3.3. Effet du type de coagulant

Lors de la séparation d'un mélange liquide/solide par le procédé de coagulation-floculation, le choix du coagulant est très large et très important, son influence est grande sur les procédés de séparations utilisées (filtration, décantation, flottation) et pour minimiser le volume des boues produites.

Des coagulants organiques et inorganiques sont disponibles. La connaissance de leurs structures et des mécanismes d'interaction avec les minéraux sont nécessaires afin d'optimiser les procédés nécessaires[4].

1.3.4. Effet de la température

La température est un facteur très important dans le procédé de coagulation floculation [34,35], une température basse entraînant une augmentation de la viscosité de l'eau ralentit la décantation des floes avec faible solubilité des coagulants[36]. Selon Feng et al, la basse température a exercé un effet négatif significatif sur le taux d'agglomération des floes[34].

D'autres études ont été effectuées sur l'effet de la température sur la plage du pH optimal, c'est-à-dire qu'avec l'augmentation de la température, le pH de coagulation devrait être légèrement augmenté. Ceci est également lié à la stœchiométrie de la coagulation, qui est également influencé par la température. Les résultats obtenus par Guan et al, montrent que le rendement d'élimination de la turbidité a été améliorée en augmentant la température de l'eau dans la gamme de pH de 6 à 9, où la réduction maximale de la turbidité était de 66,20% et 76,06% pour les températures 10 C° et 18 C°, respectivement [37].

Nous savons que la diminution de la température ralentit la vitesse des réactions chimiques, selon la loi d'Arrhenius entre la température et la constante de vitesse K [38]:

$$K = Ae^{-\frac{E_a}{RT}} \quad (1.1)$$

Où A : facteur de fréquence ou facteur pré exponentiel

E_a : énergie d'activation (Joule)

R : constante des gaz parfaits (Joule/mol.k)

T : température (k)

1.3.5. Effet de la turbidité initiale

La turbidité est aussi un paramètre qui affecte le rendement de la coagulation floculation[39],d'où l'augmentation de la concentration en particules colloïdales doit être suivie par l'augmentation de la dose du coagulant utilisée[1].

L'influence de la turbidité initiale a également été noté, puisque l'augmentation de la turbidité initiale a augmenté l'efficacité de la coagulation[40]. L'eau à faible turbidité est généralement difficile à coaguler en raison de la faible concentration de particules stables et parfois de la turbidité est ajoutée artificiellement (addition d'argiles) à l'eau pour former des grumeaux plus lourds qui peuvent se stabiliser[40].

Plusieurs études ont été effectuées des études sur l'effet de la turbidité initiale de l'eau sur le fonctionnement de la coagulation, à titre exemple, Odiyo et al ont trouvé que la plus rendement de coagulation a été observée dans les eaux de fortes charges initiales (380 NTU) avec une pourcentage d'élimination de 71% , l'activité de la coagulation a été diminuée avec la diminution de la turbidité initiale (65 NTU) , dans ces cas la réduction maximale en turbidité été de 34,3 % [41].

Une autre expérience a été menée par Nkurunziza et al. Il a été observé que le Moriga oleifera n'est pas un bon coagulant pour l'eau brute à faible turbidité (50 NTU) par rapport à une turbidité élevée (450 NTU), notant que l'élimination de la turbidité obtenue était de 88,06% et 99,80% pour 50 NTU et 450 NTU, respectivement. Les dosages optimaux étaient de 150 mg/L pour 50 NTU et de 125 mg/L pour 450 NTU, ce qui indique que le dosage optimal diminue lorsque le niveau de la turbidité augmente [39].

1.3.6. Effet de la vitesse de coagulation

La vitesse de coagulation est l'un des facteurs importants pour obtenir une meilleure élimination des polluants des eaux pendant le processus de coagulation-floculation [27] Après l'addition du coagulant dans l'eau à traiter, on procède à une agitation rapide pour la dispersion du coagulant et l'homogénéisation de la solution finale (eau – coagulant). [40].Mais une agitation intense empêche l'agrégation des particules, tandis qu'une agitation prolongée, permet l'effraction des liaisons entre coagulant et la surface des particules colloïdales, et le rabattement ultérieur des segments étendus sur la surface des particules ;

Dans les expériences réalisées par Zheng et al , les effets de la vitesse d'agitation entre 50-600 rpm sur le rendement d'élimination de la turbidité et de la DCO ont été effectuées , dans cette étude , à 100 rpm d'agitation l'efficacité d'élimination était de 99,5 % et 73,5 % pour la turbidité et la DCO respectivement [27].

1.3.7. Effet de la vitesse de floculation

Dans le processus de floculation, le mélange lent est un élément clé pour obtenir les meilleures performances. Muyibi et al, ont été étudiées l'influence de la vitesse de floculation , dans cette étude le gradient optimal de vitesse de mélange lent enregistré était de 20 rpm et 40 rpm pour les eaux à faible et forte turbidité, respectivement[40].

1.3.8. Effet du temps coagulation et floculation

Lors du processus de coagulation floculation, un temps adéquat doit être fourni pour permettre la formation des particules de taille suffisamment grandes pour permettre leurs éliminations efficace dans le processus de décantation. Le temps de formation des floes (temps de floculation) est l'un des paramètres de fonctionnement très préoccupants pour toute station de traitement[42].

Plusieurs chercheurs ont étudiés l'influence du temps de coagulation et floculation sur le rendement d'élimination de la turbidité [35,40,43].Selon Mhaisalker et al., on observe que le temps de mélange rapide (temps de coagulation) augmente avec la turbidité de l'eau brute.

1.3.9. Effet du temps de décantation

Dans des conditions opératoires optimisées, à savoir le pH et le dosage du coagulant, l'effet du temps de décantation sur les performances de coagulation-floculation a été analysé. Le moment auquel le niveau de turbidité et/ou MES devient stagnant ou minimal est considéré comme le temps de décantation optimal [44].

L'étude réalisé par Bhatia et al, montre l'effet du temps de décantation (30-150 minutes) sur le rendement de coagulation utilisant *Moringa oleifera* comme coagulant principale , dans cette étude le pourcentage d'élimination des matières en suspension été de 90.09 % pour un temps de 114 min[45].Dans une autre étude, le temps de décantation optimal a été sélectionné en fonction de la combinaison eaux usées-coagulant et de la turbidité résiduelle minimale obtenue au dosage optimisé. L'effet de la sédimentation sur la turbidité résiduelle a été étudié sur une plage de 30 à 360 minutes. Les temps de décantation optimisés pour la réduction de la turbidité ont été observés à 240, 60 et 120

min pour les combinaisons : eaux usées riche en colorant - *Moringa oleifera* , eaux usées riche en amidon - *Moringa oleifera* et eaux usées d'une industrie textile- *Moringa oleifera* respectivement[44].

1.3.10. Effet des particules colloïdales

D'un point de vue dimensionnel, il existe un seuil approprié pour la coagulation. Pour les particules de taille inférieure à 1 micron, les forces de surface deviennent dominantes par rapport aux forces de masse. Dans ces conditions, un état de dispersion stable existe en raison de l'effet combiné du mouvement brownien [35]. De même, il s'avère que le nombre des charges électriques des particules colloïdales a un effet important sur le procédé de coagulation. Ce processus est très difficile lorsque la concentration de colloïde est faible car le taux de contact interparticulaire peut être réduit[1].

Les résultats obtenus par Zhu et al. montrent que la distribution de la taille des particules peut être très utile pour concevoir un système de traitement par filtration approprié pour traiter davantage le lisier de porc après les processus de coagulation/floculation et de décantation [43].

1.3.11. Effet du potentiel Zeta

Le potentiel zêta est une mesure de la charge de surface totale de toutes les particules et colloïdes présents dans l'eau [46]. Ce potentiel a un maximum à la surface de la particule et diminue en s'éloignant de la surface, cette diminution étant influencée par la nature de la couche diffuse, le nombre et le type d'ions dans la solution [46,47].

Le potentiel Zêta est défini par l'équation :

$$\eta = \frac{4\pi\mu U}{D} \quad (1.2)$$

μ : viscosité dynamique du liquide ($\text{Kg.m}^{-1}\text{s}^{-1}$) ;

D : constante diélectrique du milieu ;

U : mobilité de la particule (m/s).

Selon Jefferson et al. La plupart des particules colloïdales dans les eaux naturelles sont chargés négativement et possèdent un potentiel zêta compris entre -14 et -30 mV. Ces charges de surface donnent lieu à des forces répulsives qui empêchent l'agrégation et donnent lieu à un système stable [48].

1.3.12. Effet de la densité de l'extrait

Les résultats obtenus par Hussain et al, montrent clairement la densité de l'extrait optimale était de 1,8 g/cm³, avec une activité coagulante d'ordre 78 et 82 % pour une turbidité initiales 67 et 75%, respectivement. Cela implique qu'avec l'augmentation des densités de l'extrait de 1,2 à 1,8 g/cm³, la concentration de substances actives dans l'extrait coagulant augmente également, ce qui maximise l'activité de coagulation. Par contre, au-delà de 1,8 g/cm³ l'activité de coagulation de l'extrait commence à décliner. Il est possible qu'en augmentant davantage la densité, l'extrait de pine noire contribue lui-même à la turbidité et entraîne finalement une réduction du rendement de la coagulation[49].

1.3.13. Effets des acides humiques

Les acides humiques sont les principaux composés organiques qui affectent le processus de coagulation, et leur élimination a suscité un grand intérêt de la part des chercheurs en raison du potentiel de formation de trichlorométhane dans le processus de désinfection (chloration)[50].

Les résultats obtenus par Bahman Ramavandi confirment l'effet de l'acide humique sur l'élimination de la turbidité utilisant le *Plantago ovata* comme coagulant organique, dans cette étude la présence d'une petite quantité d'acide humique (0,5 et 1 mg/L) a modérément amélioré l'élimination de la turbidité initiales de l'eau (100 et 300 NTU). La présence d'une concentration relativement élevée des substances humiques (41 mg/L) donne des floccs volumineux, entraînant une turbidité élevée de l'eau après le traitement par coagulation[51].

Selon la littérature, la coagulation des eaux chargées en turbidité en présence d'une faible concentration des acides humiques s'explique par plusieurs mécanismes à savoir la précipitation, la neutralisation des charges, l'adsorption et pontages, etc.

Dans des conditions différentes, les différents mécanismes ou leur combinaison peuvent être dominants. En raison de la concentration moléculaire élevée de l'acide humique et de la charge positive élevée, la neutralisation de la charge et l'agrégation par pontage peuvent jouer un rôle plus important[52,53].

1.4. Les types des coagulants naturels d'origines végétales

Les inconvénients associés à l'utilisation des coagulants minéraux ont motivé la recherche des coagulants organiques non toxiques et biodégradables, dont on dit généralement qu'ils sont plus respectueux de l'environnement en termes de production et d'utilisation.

Historiquement, les coagulants organiques ont été utilisés par les femmes rurales du Soudan, où elles traitaient l'eau potable avec des graines de poudre de *Moringa oleifera* [54], après cela, plusieurs études ont été réalisées sur l'application des bio-coagulants dans le domaine de traitement des eaux usées, potables et industrielles comme le montre le nombre de publication (Figure (1.3)).

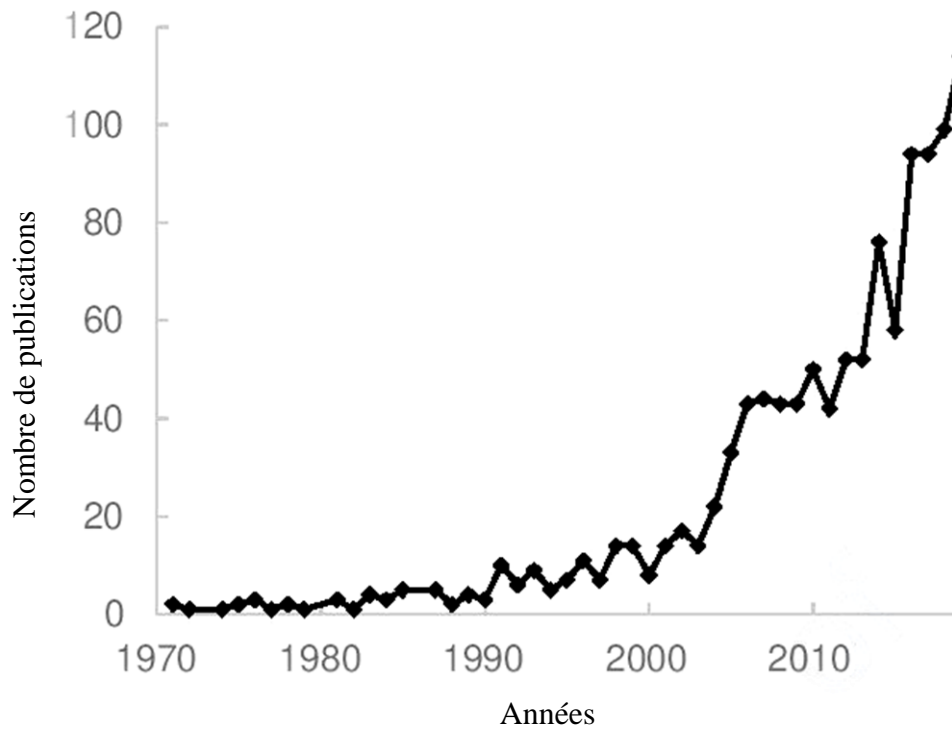


Figure1.3 : Nombre de publications de recherche sur les coagulants naturels dans les eaux potable et les eaux usées[21].

À ce jour, la recherche sur les coagulants naturels à base de plantes s'est concentrée sur quatre types : graines, déchets de fruits (pelures, graines), fruits, feuilles. Les informations de base et les propriétés physicochimiques de divers coagulants végétaux donnent un aperçu de leurs propriétés et des composants actifs responsables la coagulation [55].



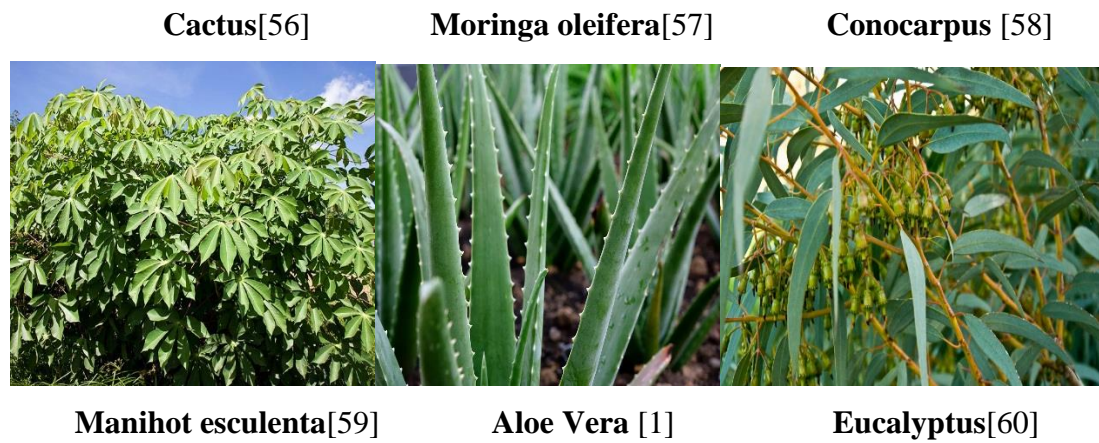


Figure 1.4 : Exemple de coagulants naturels à base de feuilles

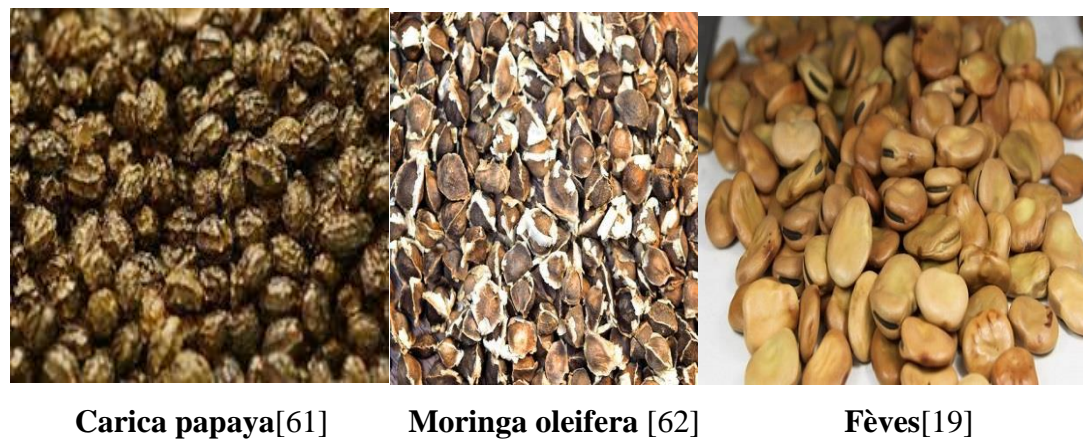


Figure 1.5 : Exemple de coagulants naturels à base de graines



Figure 1.6 : Exemple de coagulants naturels à base de déchets de fruit



Acorn[64]

Chestnut[64]

Figure 1.7. Exemple de coagulants naturels à base de fruit

1.5. Effet des coagulants organiques sur la qualité des eaux

L'eau polluée peut avoir, avant traitement, des caractéristiques physiques, chimiques et biologiques variables. Pour faire face à ces variations, la conception de la station peut faire appel à plusieurs procédés de traitement [4]. En général, il y a trois types d'eau ; (1) les eaux usées qui sont chargées avec une DCO élevée, des teneurs en phosphate, des microorganismes, des MES ...; (2) les eaux industrielles chargées avec des métaux lourds, et enfin les eaux de surface et souterraines, qui représentent généralement la principale source d'eau potable qui sont caractérisé par la turbidité, TAC, TH, conductivité, salinité, les éléments bactériologies...etc.. pour éliminer les différents polluants des eaux cité ci-dessus , plusieurs processus chimiques, physiques et biologiques peuvent être appliqués [65]. Parmi ces méthodes, le procédé de coagulation-floculation à base des coagulants naturels d'origine végétales [6,26].

1.5.1. Effet des coagulants organique sur paramètres physico-chimique des eaux

a. Définitions

➤ La turbidité

La turbidité de l'eau est causée par des matières colloïdales ou des particules en suspension qui empêchent la transmission de la lumière dans l'eau. Elle peut être causée par des matières organiques ou minérales ou une combinaison des deux. Les microorganismes (virus, bactéries et protozoaires) sont généralement attachés aux particules, plusieurs études montrent une augmentation du risque d'infections gastro-intestinales en corrélation avec une forte turbidité et des épisodes de turbidité dans la distribution. Cela

peut être dû au fait que la turbidité agit comme un indicateur des sources possibles de contamination microbienne[66].

La turbidité est également un élément important à prendre en considération lorsque des décisions d'investissement sont prises concernant les sources et les procédés de traitement des eaux, et elle doit être identifiée dans le plan de sécurité de l'eau comme un danger qui doit être contrôlé. Parmi les techniques utilisées pour la réduction de la turbidité on cite : la coagulation floculation, la filtration, la décantation, l'adsorption,...etc[1]. L'objectif devrait être de produire une eau dont la turbidité est au moins inférieure à 5 NTU pour les eaux destinées à la consommation[67].

➤ **Les matières en suspensions**

Les matières en suspensions (MES) sont la principale cause de la détérioration de la qualité de l'eau, entraînant une augmentation des coûts de traitement de l'eau et la dégradation écologique du milieu aquatique. Les changements physiques causés par les MES comprennent une diminution de la pénétration de la lumière, des changements de température et de canal, le remplissage des réservoirs avec des sédiments solides. De plus, les MES contiennent des matières organiques en suspension qui consomment de l'oxygène dissous[68].

L'élimination des matières en suspension est effectuée par le procédé de coagulation floculation utilisant des coagulants chimiques à base de fer ou d'aluminium comme le sulfate d'aluminium et le chlorure ferrique[69].

➤ **L'alcalinité et la dureté totale**

L'alcalinité est une mesure de la capacité de l'eau à neutraliser les acides. Elle est généralement conférée par les composants bicarbonate (HCO_3^-), carbonate (CO_3^{2-}) et hydroxyde (OH^-) d'une eau naturelle ou traitée, elle est déterminée par titrage avec un acide minéral fort (HCl ou H_2SO_4) jusqu'au point final de la réaction acide-base.

Dans les eaux souterraines, les espèces carbonatées sont prédominantes et un point final d'environ pH 4,5 marque la consommation de bicarbonate en solution. Le point final peut être déterminé en utilisant un indicateur coloré. Le dosage en présence de méthylorange permet d'évaluer la concentration de bicarbonate, carbonate et hydroxyde, la somme de ces ions représente l'alcalinité totale (TAC). L'alcalinité partielle ou le titre alcalimétrique (TA) mesure la teneur en hydroxyde (OH^-) et en carbonates (CO_3^{2-}) utilisant phénolphthaléine comme indicateur coloré[70,71].

La dureté de l'eau est la concentration totale d'ions magnésium (Mg^{2+}) et calcium (Ca^{2+}) dans un échantillon d'eau et est exprimée en concentration de carbonate de calcium

(CaCO₃). La valeur élevée de la dureté totale (TH) est due à l'incrustation sur les systèmes d'approvisionnement en eau (tuyaux) pour la distribution. Les valeurs modérées de TH sont utiles pour protéger les systèmes de plomberie contre la corrosion. Une dureté totale de 100 mg/L permet un bon contrôle de la corrosion et constitue la limite généralement acceptable. La dureté totale est généralement classée comme douce (0-60 mg/L), modérément dure (60-120 mg/L), dure (120-180 mg/L) et très dure (>180 mg/L)[71].

➤ **Le pH, Conductivité et Salinité**

Le pH est une mesure de la concentration d'ions hydrogène dans une solution et est également appelé degré d'acidité, le pH est un paramètre très important dans les traitements des eaux car certains procédés et techniques de traitement doivent être réalisés avec un pH spécifique pour être efficaces. Lorsque le pH d'un échantillon change, plusieurs procédés de précipitation et sorption peuvent se produire et modifier la composition chimique et la cinétique de réaction de l'échantillon, ainsi les procédés biologiques sont également influencés par son pH[4,70].

La conductivité électrique (CE) est une caractéristique électro physique, qui est considérée comme une estimation de la capacité des substances à transporter de courant électrique. Il est généralement lié à la concentration totale de soluté et peut être utilisé comme expression quantitative de la concentration de sel dissous dans l'eau, bien qu'il soit également affecté par la mobilité, la valence et la concentration relative des ions individuels présents dans la solution. La détermination de la CE est généralement mesurée[72].

Le terme salinité fait référence à la présence des principaux solutés inorganiques dissous, essentiellement le calcium (Ca²⁺), le magnésium (Mg²⁺), le sodium (Na⁺), les chlorures (Cl⁻), les sulfates (SO₄²⁻) et les bicarbonates (HCO₃⁻) dans des échantillons aqueux [2].

➤ **La matière organique oxydable (MO)**

Les matières organiques sont des substances oxydables qui ont besoin d'une certaine quantité d'oxygène pour se décomposer. Elles appauvrissent le milieu naturel en oxygène, c'est pourquoi elles sont considérées comme des polluants. Nous utilisons l'agent oxydant permanganate de potassium (KMnO₄) pour oxyder les molécules présentes dans l'eau, dans des conditions spécifiques. La matière organique de l'eau provient des déchets agricoles, domestiques ou industriels. Leur présence contribue à l'apparition de nombreuses maladies (choléra, gastro-entérite, etc.) et leur décomposition peut conduire à l'asphyxie chez les animaux aquatiques[73].

➤ **la demande chimique en oxygène (DCO)**

La DCO est une mesure de l'équivalent en oxygène de la matière organique dans un échantillon d'eau qui est susceptible d'être oxydée par un oxydant chimique fort. La DCO est largement utilisée comme mesure de la sensibilité à l'oxydation des matières organiques et inorganiques présentes dans les eaux, dans les déchets municipaux et industriels. Le test DCO des eaux naturelles donne la quantité totale d'oxygène nécessaire pour oxyder un déchet en dioxyde de carbone (CO₂) et en eau. [74]. Des niveaux de DCO plus élevés signifient qu'il y a plus de matière organique oxydable dans l'échantillon, ce qui réduit les niveaux d'oxygène dissous (OD). Une réduction de l'OD peut conduire à des conditions anaérobies, ce qui est délétère pour les formes de vie aquatiques supérieures, en plus l'apparition de nombreuses maladies (choléra, gastro-entérite,..etc). Les concentrations de DCO observées dans les ressources en eau de surface vont généralement de 20 mg/L ou moins dans les eaux non polluées à plus de 200 mg/L dans les eaux recevant des effluents. Les eaux usées industrielles peuvent avoir une DCO allant de 100 mg/L à 60 000 mg/L [75].

b. Evaluation de la qualité physico-chimique de l'eau après le traitement par bio-coagulation (les travaux réalisés)

Les coagulants naturels comme le Moringa Oleifera, Banane, Pine noire, Aloe vera, Fava bean, Cactus,..etc ont été utilisés pour éliminer la turbidité, la demande chimique en oxygène (DCO), les matières en suspension (MES), ainsi que leurs effets sur l'alcalinité totale (TAC), la dureté totale (TH), la matière organique oxydable (MO), la conductivité (voir Tableau (1.1) et (1.2)). L'efficacité de l'élimination des différents polluants est considérablement influencée par les composants actifs des coagulants naturels tels que les protéines ; les polyphénols, les polysaccharides, les amidons et la cellulose.

Tableau 1.1 : Effet des différents coagulants naturels sur la réduction de la turbidité

Coagulant	Dose optimale	Turbidité initiale (NTU)	Réduction de la turbidité (%)	Années	Références
Pine noire	0,1mL/L	13	84,77	2019	[2]
	0,5mL/L	67	55	2019	[49]
	0,5mL/L	75	62	2019	[49]
Cactus	1500mg/L	500	97	2018	[15]
	33mg/L	214	96	2017	[76]
	10mg/L	160	84,43	2015	[1]
	6mg/L	9,5	49,78	2015	[1]
	1mL/L	9,5	53,05	2015	[1]
	55 mg/L	29	89,4	2020	[77]

Dolichos lablab	100mg/L	100	88,9	2011	[78]
	100mg/L	35	60,85	2011	[78]
	0,6mL/L	62	98,84	2018	[79]
Fava bean	0,25mL/L	20	38	2015	[19]
	0,25mL/L	45	54	2015	[19]
Jatropha curcas seeds	120mg/L	500	99	2013	[80]
Moringa Oleifera	100mg/L	100	94,1	2011	[78]
	100mg/L	25	60	2011	[78]
	50mg/L	146	83,7	2010	[81]
	50mg/L	131	84,9	2010	[81]
	50 mg/L	29	88,7	2020	[77]
Banana pith	0,1kg/m ³	279	98,56	2016	[82]
	0,6mL/L	62	98,14	2018	[79]
pearl millet (Pennisetum glaucum)	80mg/L	200	99,2	2019	[83]
black-eyed pea (Vigna unguiculata)	20mg/L	200	97,6	2019	[83]
Citrus Microcarpa	30mg/L	29,8	75,6	2019	[16]
Citrus Aurantiifolia	60mg/L	20,1	74	2019	[16]
Cicer arietinum	100mg/L	95	95,89	2011	[78]
	100mg/L	31	71,29	2011	[78]
Peanut seeds	20mg/L	200	31,5	2013	[84]

Tableau 1.2 : Effet des différents coagulants naturels sur la DCO, MES, MO,TAC,TH et conductivité

Coagulant	Paramètre	Unité	Dose optimale	Valeur initiale	Valeur résiduelle	Années	Références
Aloe Vera	DCO	mg/L	5ml/L	502,6	238,23	2017	[85]
Cactus	DCO	mg/L	80mg/L	162	14,58	2019	[15]
	DCO	mg/L	3g/L	7693	1677,07	2015	[56]
	MO	mg O ₂ /L	10 mg/L	12,2	11,6	2015	[1]
Moringa Oleifera	DCO	mg/L	100 mg/L	1728	33,52	2020	[86]
	MES	mg/L	100mg/L	2063	7,63	2020	[86]
	TAC	mgCaCO ₃ /L	100mg/L	200	2	2007	[87]
	TAC	mgCaCO ₃ /L	60mg/L	125	75	2020	[13]
	TH	mgCaCO ₃ /L	60mg/L	85	70	2020	[13]
	Conductivité	µs/cm	60mg/L	230	750	2020	[13]
Banane	DCO	mg/L	0.1g/L	160	73.12	2016	[82]
	MES	mg/L	0.1g/L	252	10	2016	[82]
Salviaed hispanica	DCO	mg/L	400 mg/L	63.5	38.25	2019	[88]
graines de gombo (Okra)	MES	mg/L	100 mg/L	76.9	0.007	2015	[89]

1.5.2. Effet des coagulants organique sur l'élimination des métaux lourds

a. Définition

Les éléments traces métalliques (métaux lourds) sont généralement définis comme des métaux ayant un poids, une densité ou un numéro atomique relativement élevés. Les métaux lourds sont classés comme éléments traces non essentiels (Figure (1.8)) tels que : plomb, cadmium, cuivre, zinc, manganèse, etc. Parmi les plus toxiques figurent le plomb et le cadmium. Ils sont dangereux pour l'environnement car ils ne sont pas dégradables, et même si les éléments traces métalliques sont généralement présents à l'état de traces, ils restent très dangereux car leur toxicité se développe par bioaccumulation dans les organismes [90].

Le tableau périodique des éléments chimiques est présenté avec des annotations. Les métaux lourds sont indiqués en bleu (Al, Si, P, S, Cl, Ar, Ga, Ge, As, Se, Br, Kr, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Xe, Cs, Ba, La, Hf, Ta, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Hg, Ti, Pb, Bi, Po, At, Rn). Les métalloïdes sont indiqués en rouge (B, C, N, O, F, Ne, Al, Si, P, S, Cl, Ar, Ga, Ge, As, Se, Br, Kr, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Tc, Ru, Rh, Pd, Ag, Cd, In, Sn, Sb, Te, I, Xe, Cs, Ba, La, Hf, Ta, W, Re, Os, Ir, Pt, Au, Hg, Ti, Pb, Bi, Po, At, Rn). Les lanthanides sont indiqués en vert (Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu) et les actinides en violet (Th, Pa, U, Np, Pu, Am, Cm, Bk, Cf, Es, Fm, Md, No, Lr).

1 H 1.007																	2 He 4.00
3 Li 6.941	4 Be 9.012											5 B 10.81	6 C 12.01	7 N 14.00	8 O 15.99	9 F 18.99	10 Ne 20.18
11 Na 22.99	12 Mg 24.30											13 Al 26.98	14 Si 28.08	15 P 30.97	16 S 32.06	17 Cl 34.45	18 Ar 39.94
19 K 39.09	20 Ca 40.08	21 Sc 44.95	22 Ti 47.8	23 V 50.94	24 Cr 51.99	25 Mn 54.93	26 Fe 55.84	27 Co 58.93	28 Ni 58.69	29 Cu 63.54	30 Zn 65.41	31 Ga 69.72	32 Ge 72.64	33 As 74.92	34 Se 78.96	35 Br 79.90	36 Kr 83.79
37 Rb 85.47	38 Sr 87.62	39 Y 88.90	40 Zr 91.22	41 Nb 92.91	42 Mo 95.94	43 Tc (98)	44 Ru 101.07	45 Rh 102.90	46 Pd 106.42	47 Ag 107.86	48 Cd 112.41	49 In 114.82	50 Sn 118.71	51 Sb 121.76	52 Te 127.60	53 I 126.90	54 Xe 131.29
55 Cs 132.9	56 Ba 137.33	57 La 138.9	72 Hf 178.49	73 Ta 180.95	74 W 183.84	75 Re 186.21	76 Os 190.23	77 Ir 191.22	78 Pt 195.08	79 Au 196.96	80 Hg 200.59	81 Tl 204.38	82 Pb 207.2	83 Bi 208.98	84 Po (209)	85 At (210)	86 Rn 222
87 Fr (223)	88 Ra (226)	89 Ac (227)	104 Rf (261)	105 Db (262)	106 Sg (266)	107 Bh (264)	108 Hs (277)	109 Mt (268)	110 Ds (271)	111 Rg (272)							
Lanthanides		58 Ce 140.11	59 Pr 140.90	60 Nd 144.24	61 Pm (145)	62 Sm 150.36	63 Eu 151.96	64 Gd 157.25	65 Tb 158.92	66 Dy 162.5	67 Ho 164.93	68 Er 167.26	69 Tm 168.93	70 Yb 173.04	71 Lu 174.96		
Actinides		90 Th 232.04	91 Pa 231.04	92 U 238.03	93 Np (237)	94 Pu (244)	95 Am (243)	96 Cm (247)	97 Bk (247)	98 Cf (251)	99 Es (252)	100 Fm (257)	101 Md (258)	102 No (259)	103 Lr 262		

Figure 1.8 : Présentation des métaux lourds dans le tableau périodique[91].

b. Sources des éléments traces métalliques

Il existe différentes sources qui conduisent à la pollution par les éléments traces métalliques dans l'environnement. Elles peuvent être divisées en deux grandes catégories : les sources anthropiques (humaines) et les sources naturelles.

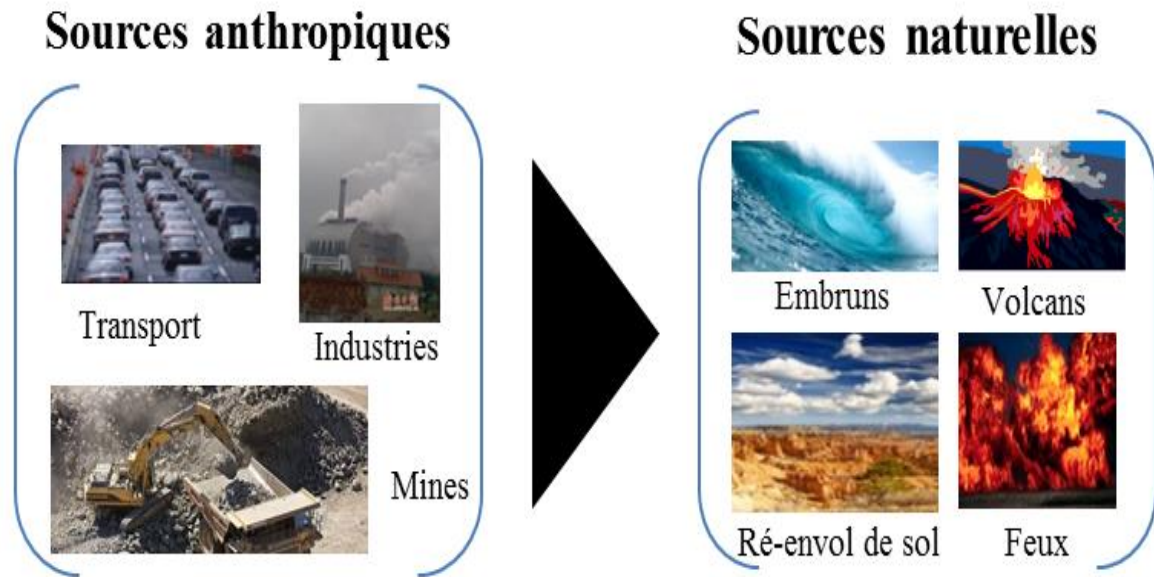


Figure 1.9 : Source des éléments traces métalliques [92]

➤ Sources anthropiques

Diverses sources résultant de différentes activités anthropiques entraînent une augmentation des éléments traces métalliques dans l'environnement, et les organismes peuvent être exposés à des niveaux de métaux lourds dépassant leurs limites admissibles. Les différentes sources anthropiques sont présentées à la Figure (1.10).

Les sources agricoles (Les engrais organiques et inorganiques) sont la principale source de pollution par les éléments traces métalliques. Les biocides contiennent des proportions variables de métaux lourds tels que Ni, Cd, Pb, Cr et Zn [93].

Paul et al, rapporte que l'utilisation incontrôlée de pesticides et d'engrais contenant des éléments traces métalliques dans les terres agricoles a entraîné une contamination des eaux souterraines et de surface par les éléments traces métalliques. Cela les fait même apparaître dans l'eau potable[94].

Les sources industrielles de pollution par les métaux lourds proviennent de processus tels que la fonte, la finition et le recyclage des métaux, ainsi que le transport du minerai. Le processus d'extraction libère également des métaux dans l'environnement. La contamination par les éléments traces métalliques du sol et des organismes aquatiques est également due à l'érosion des déchets miniers, au transport des métaux bruts et à la lixiviation des métaux dans les plans d'eau[95]. Les eaux usées domestiques, les déchets solides et les eaux usées non traitées de l'industrie font polluer principalement les masses d'eau et les sols[92,93].

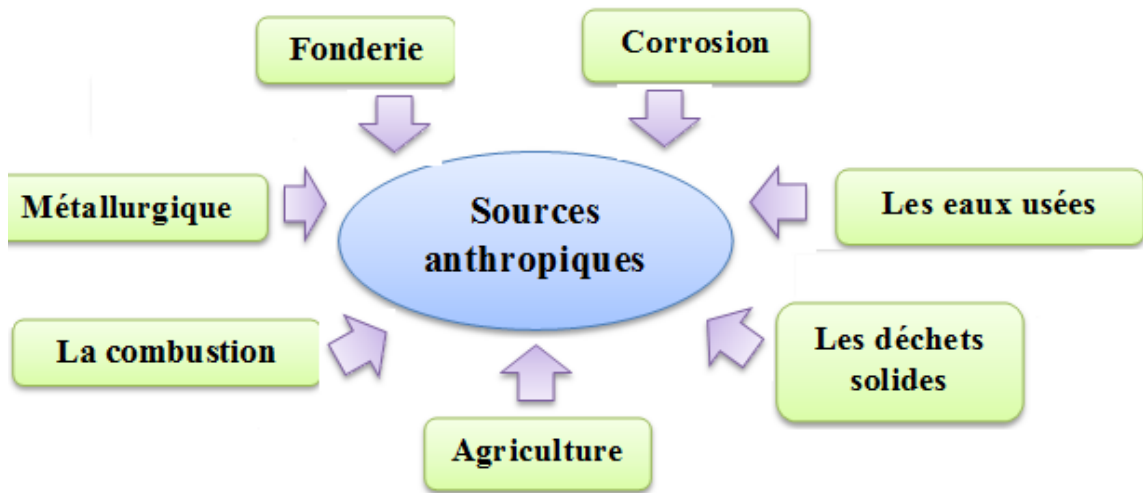


Figure 1.10 : Les sources anthropiques de la pollution des métaux lourds

➤ Sources naturelles

Les éléments traces métalliques ont des origines naturelles dans la croûte terrestre et sont naturellement présents dans les sols en raison des intempéries. Par conséquent, les roches mères géologiques sont une source majeure de métaux lourds, dont la concentration et la composition varient sur Terre en fonction du type de roche et des conditions environnementales. Dans le sol, les roches sédimentaires ont moins de sources de métaux lourds que les roches ignées. En revanche, les volcans ont des niveaux beaucoup plus élevés de métaux lourds (plomb, manganèse, nickel, aluminium, zinc, etc.) [93,95]. Selon Jozef, les émissions mondiales de divers métaux lourds proviennent principalement de diverses sources, notamment la poussière du vent, les particules volcaniques, les incendies de forêt, la végétation et le sel marin [96].

c. Toxicité des métaux lourds

Certains des éléments traces métalliques toxiques comme le fer, l'aluminium, le nickel, le chrome, l'arsenic, le zinc, le cuivre, le plomb, le cadmium, etc. qui induisent des effets dangereux et toxiques sur l'environnement vivant.

Les éléments traces métalliques tels que Zn^{2+} , Cu^{2+} , $Cr(VI)$, Pb^{2+} et Al^{3+} réagissent avec les particules biologiques dans le corps pour former des composés toxiques qui sont vitaux pour la santé. Les propriétés de toxicité dépendent de ce degré élevé de bioamplification et de concentration. Les ligands et les états d'oxydation jouent un rôle crucial dans la biodisponibilité des éléments traces métalliques. Lorsque la concentration de métaux lourds dépasse la limite autorisée, ils deviennent des métaux toxiques s'ils interfèrent avec le métabolisme des cellules [97]. La toxicité des métaux peut entraîner

une altération des fonctions cérébrales et nerveuses, des dommages au sang, aux poumons, aux reins et à d'autres organes, entraînant une faiblesse, une perte de mémoire, des allergies et une augmentation de la pression artérielle. La mort cellulaire est également due à la formation de radicaux libres, responsables du stress oxydatif. En raison de ces effets, les autorités sanitaires du monde entier se multiplient et certains régulateurs ont introduit des restrictions autorisées sur les effluents de métaux lourds[98,99]. En raison de la présence d'effets critiques dans les eaux, les chercheurs se sont également concentrés sur le développement de procédés et techniques de traitement[74,100].

Le Tableau (1.3) illustre les effets potentiels de quelques éléments traces métalliques sur la santé humaine.

Tableau 1.3 : Effets de quelques métaux lourds sur la santé humaine

Eléments traces métalliques	Effet toxique
Ion de cuivre	Cancer des voies respiratoires, estomac et irritation intestinale, manque de sang et Maladie du foie
Ion de zinc	Crée certains problèmes comme des vertiges , des douleurs, des inflammations de la peau, de la fièvre, des vomissements et de l'anémie ,dépression, léthargie, signes neurologiques et augmentation de la soif [100].
Ion de fer	provoquer la sidérose, pneumoconiose
Ion de chrome	Inflammations cutanées, lésions hépatiques et rénales, et la création d'ulcère , alopecie[74].
Ion d'Aluminium	la maladie d'Alzheimer, les maladies neurotoxiques et le cancer[8–10].
Ion de plomb	Endommagement du cerveau en développement du nourrisson, insuffisance rénale, atteinte des organes des sens et du système circulatoire, perte de la fonction musculaire volontaire.
Ion de cadmium	inhibe le contrôle du calcium dans les systèmes biologiques, Insuffisance rénale, cancérigène pour l'homme, ostéomalacie, maladies gastro-intestinales, anomalies congénitales, anémie, affaiblit l'os, maladie respiratoire.

d. Normes des éléments traces métalliques dans l'eau

Le problème de la réduction des éléments traces métalliques est devenu sensible car leur activité est généralement très faible. Cependant, certains métaux qui les accompagnent presque toujours, comme le fer ou le manganèse, peuvent être tolérés à des doses plus élevées.

Le Tableau (1.4) représente les normes de quelques éléments traces métalliques contenant dans les eaux potables et les eaux usées industrielles, selon les normes algériennes en mg/L.

Tableau 1.4 : Normes des éléments traces métalliques dans les eaux

Elément	Concentration en mg/L	
	Les eaux potables [67]	Les eaux usées industrielles[101]
Cr total	0,05	0,5
Fe totale	0,3	3
Al	0,2	3
Cu	2	0,5
Zn	5	3
Cd	0,003	0,2
Pb	0,01	0,5
Hg	0,006	0,01

e. Traitement des eaux chargées en métaux lourds

Les procédés d'élimination des éléments traces métalliques des eaux usées comprennent de nombreux processus tels que l'adsorption, la précipitation chimique, la flottation, la coagulation chimique, l'échange d'ions, le système microbien, les procédés électrochimiques, les procédés d'oxydation avancée et les bioréacteurs à membrane[74,98]. Les méthodes mentionnées ci-dessus sont classées en trois grandes catégories : physique, chimique et biologique. Les procédés de traitement sont appliqués en fonction de la nature des métaux lourds, chaque procédé présente certains avantages et inconvénients qui sont décrits dans le Tableau (1.5).

Tableau I.5 : Avantages et inconvénients de quelques procédés d'élimination des éléments traces métalliques [90,98,102]

Procédés	Avantages	Inconvénients
adsorption	Conditions de fonctionnement faciles, faible cout, capacité élevée de fixation des métaux, large gamme de pH.	Production de déchets
Précipitation chimique	fonctionnement simple et facile, faible coût d'investissement.	Production de boues chargées en métaux, un coût opérationnel supplémentaire pour l'élimination des boues, inefficace pour le traitement de l'eau à faible concentration de métaux lourd
Echange d'ions	Efficacité d'élimination et capacité de traitement élevées, cinétique rapide.	Coût élevé dû aux résines synthétiques, régénération des résines entraîne une grave pollution secondaire.
Coagulation floculation chimiques	Élimination de la turbidité, DCO, MES en plus de l'élimination des métaux lourds, production de boue avec une bonne décantation.	Augmentation du volume de boue généré.
Techniques électrochimiques	rapide et bien maîtrisée, nécessitant moins de produits chimiques, offrant une bonne efficacité de réduction et produisant moins de boues.	investissement initial élevé et alimentation électrique coûteuse.
Filtration membranaire	Sélectivité de séparation élevée des métaux lourds, ainsi l'élimination de la turbidité, la	Coût opérationnel élevé dû à l'encrassement de la membrane, Complexité du procédé

	couleur et les éléments bactériologies	
--	-------------------------------------------	--

Bien que toutes les procédés ci-dessus puissent être utilisées pour traitement des eaux contenant des métaux lourds, il est important de souligner que le choix de la procédé la plus appropriée dépend de la concentration initiale en métaux, de la composition des eaux brutes, de l'investissement en capital et des coûts d'exploitation. , flexibilité et fiabilité d'installation, et impact environnemental[103].Mais pour un traitement efficace, la séquence de plusieurs techniques est utilisée pour l'élimination des éléments traces métalliques [100].

f. Effet de la coagulation sur la réduction des éléments traces métalliques dans l'eau

La coagulation-floculation peut être utilisée pour traiter les eaux usées contenant des éléments traces métalliques. Généralement, le processus de coagulation déstabilise les particules colloïdales par l'ajout d'un coagulant et facilite la décantation. L'approche générale de ce procédé implique un ajustement du pH et implique l'ajout des coagulants chimiques (à base de fer ou d'aluminium) pour surmonter les forces répulsives entre les particules et éliminer différents ions métalliques dans l'eau. cette technique présente des inconvénients telles que l'augmentation du volume des boues, production des boues chargées en aluminium ou de fer, production des ions métalliques (Fe^{+3} , Al^{+3} ,...) dans les eaux traités[76,90].

Pour surmonter ces problèmes, la bio-coagulation peut être une meilleure alternative que la coagulation traditionnelle car elle élimine les particules colloïdales, ne produit qu'une petite quantité de boues et est biodégradable, de sorte que l'eau traitée est exempte de métaux (Fer et aluminium)[103,104].

L'efficacité de la réduction des éléments traces métalliques dépend souvent des conditions de coagulation, de la nature de l'eau brute et du type de coagulants (agents coagulants), et la méthode d'extraction des agents coagulants. Le taux de réduction des ions métalliques lourds dans les eaux pendant la coagulation dépend principalement de pH, la concentration de métal, l'état de valence du métal lourd et la température de l'eau[93].

Plusieurs chercheurs ont proposé une technique de coagulation floculation utilisant les bio-coagulants (*Moringa oleifera*, *Cactus*, *Banane*,...etc) pour éliminer les métaux lourds indésirables à savoir le zinc, le plomb, le fer, le nickel et le cuivre (voir Tableau (1.6)).

Tableau 1.6 : Elimination des métaux lourds par bio-coagulation

Coagulant	Dose optimale	Métal	Valeur initiale (mg/L)	Réduction (%)	Années	Références
Cactus	33 mg/L	Cu	0,09	90	2017	[76]
	33 mg/L	Fe totale	2,61	87,73	2017	[76]
	33 mg/L	Cr totale	0,094	91,84	2017	[76]
	33 mg/L	Zn	0,36	91,66	2017	[76]
	33 mg/L	Ni	0,03	33,33	2017	[76]
	33 mg/L	Mn	0,15	60	2017	[76]
Moringa Oleifera	10 g/L	Cu	0,4	88,86	2018	[104]
	5 g/L	Fe totale	1	69,99	2018	[104]
	15 g/L	Cr totale	1	93,73	2018	[104]
	400 mg/L	Pb	6	80	2012	[105]
	400 mg/L	Cd	0,5	60	2012	[105]
	400 mg/L	Cr totale	0,5	50	2012	[105]
	400 mg/L	Zn	0,5	50	2012	[105]
Banana pith	0,1g/L	Cu	0,149	100	2016	[82]
	0,1g/L	Fe totale	19,22	92	2016	[82]
	0,1g/L	Cr totale	0,323	100	2016	[82]
	0,1g/L	Zn	0,63	80,95	2016	[82]
	0,1g/L	Pb	0,194	100	2016	[82]
Gombo	0,5 g/L	Cu	0,5	44	2012	[106]
	0,5 g/L	Ni	6,2	74	2012	[106]
	0,5 g/L	Cr totale	0,9	45	2012	[106]
	0,5 g/L	Zn	16,8	20	2012	[106]
	0,5 g/L	Cd	2,4	99	2012	[106]

1.5.3. Effet des coagulants organiques sur la qualité bactériologique des eaux (la désinfection par bio-coagulant)

a. Introduction

L'eau ne doit pas contenir de micro-organismes, d'agents pathogènes ou de virus susceptibles de provoquer une contamination biologique et de provoquer des épidémies. La présence de coliformes totaux et fécaux ou de streptocoques totaux et fécaux indique une contamination fécale de l'eau. La présence d'autres coliformes, Clostridium indique ce type de contamination. Dans les deux cas, des mesures doivent être prises pour interdire l'utilisation de l'eau ou assurer son traitement.

Afin d'éliminer les différents types de micro-organismes, l'eau doit être désinfectée avec différents désinfectants avant son consommation comme eau potable.

b. La désinfection

La désinfection est généralement la dernière étape du cycle de réutilisation de l'eau. Dernière barrière contre les micro-organismes pathogènes, son efficacité est essentielle

pour préserver la santé publique. C'est sans doute l'étape la plus importante dans la production d'eau potable. Les maladies d'origine hydrique (diarrhée, choléra, typhoïde, amibiase et schistosomiase) et la mortalité restent un problème dans de nombreux pays. Ces maladies augmentent considérablement la morbidité et la mortalité dans les pays en développement. L'élimination efficace des micro-organismes pathogènes de l'eau potable est essentielle pour lutter contre ces maladies et a contribué de manière significative à la réduction de la mortalité mondiale au cours du siècle dernier [107].

La désinfection de l'eau potable comprend généralement des processus de traitement de l'eau à barrières multiples tels que la coagulation floculation, la décantation et la filtration, ainsi que des processus chimiques tels que pré-oxydation (pré-ozonation) et la chloration. Le processus de désinfection a deux objectifs principaux : la désinfection primaire est utilisée pour éliminer ou inactiver les contaminants microbiens dans l'approvisionnement en eau brute et pour fournir des résidus dans le système de distribution. La désinfection de l'eau potable est le sujet le plus important dans la purification de l'eau, bien que la production d'eau stérile pour les applications médicales, biologiques et de sécurité alimentaire soit également très importante[108].

c. Type de désinfection

Les méthodes de désinfection peuvent être classées en plusieurs catégories : (1) les systèmes chimiques à base de chlore, d'ozone, de ferrate, d'iode, de brome, de peroxyde d'hydrogène et de permanganate de potassium ; (2) les moyens physico-chimiques tels que la photocatalyse au dioxyde de titane (TiO_2) [109] ; (3) la désinfection électrochimique [107] ;(4) les traitements physiques tels que l'irradiation ultraviolette, l'ultrason, les champs électriques pulsés, la désinfection par renforcement magnétique [110,111] ; (5) La désinfection par les procédés membranaires [112] ; (6) la désinfection par biomatériaux [113].

Alors que le chlore, l'ozone et l'irradiation ultraviolette se sont imposés comme des procédés de traitement de l'eau. Mais les autres méthodes de désinfection ne répondent pas aux exigences de la désinfection primaire et résiduelle de l'eau potable, par exemple, l'utilisation de la photocatalyse au TiO_2 , des champs électriques pulsés de haute intensité et de la lumière ultraviolette ne génère pas de désinfection résiduelle[107].

➤ La désinfection par chlore (Chloration)

Le chlore est le désinfectant le plus utilisé dans les stations de potabilisation. Il est principalement utilisé sous forme de gaz ou de solution d'hypochlorite (hypochlorite de sodium ou hypochlorite de calcium).

L'efficacité du désinfectant est généralement exprimée par la concentration du désinfectant (C) et le temps de contact (t) nécessaire pour inactiver un certain pourcentage de microorganisme dans des conditions spécifiques (température et pH). La relation entre la concentration de désinfectant et le temps de contact est donnée par la loi de Watson's[111].

$$K=C^n t \quad (1.3)$$

K : constante pour un microorganisme donné exposé à un désinfectant dans des conditions spécifiques ((mg/L)ⁿ. min) ;

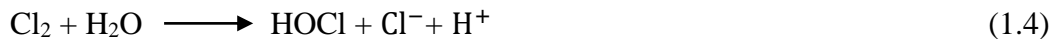
C : la concentration du désinfectant (mg/L) ;

n : Coefficient qui caractérise le type de désinfectant ;

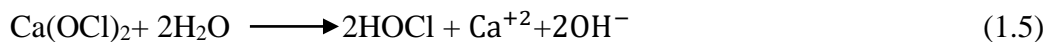
t : le temps de contact (min)

Le chlore gazeux et les hypochlorites réagissent rapidement dans l'eau pour former de l'acide hypochloreux (HOCl), qui est le produit actif dans la désinfection[4] :

Réaction du chlore gazeux (Cl₂)



Réaction de l'hypochlorite de calcium (Ca(OCl)₂)



Réaction de l'hypochlorite de sodium (NaOCl)



L'acide hypochloreux (HOCl) se dissocie dans l'eau selon la réaction suivante :



HOCl et OCl⁻ sont tous deux considérés comme du chlore libre disponible. La combinaison de HOCl avec les composés azotés inorganiques (ammoniac, nitrites et nitrates) et organiques (protéines et les acides aminés) conduit à la formation de chloramines qui sont combinées avec le chlore disponible. Le HOCl réagit avec un composé azoté et forme des chloramines (monochloramine, dichloramine et trichloramine) selon les réactions suivantes:



Ces trois réactions 7,8 et 9 dépendent de pH, de la température, du temps de contact, et du rapport (chlore/azote) [4].

Plusieurs sous-produits de désinfection (SPD) sont formés à la suite de la réaction du chlore avec la matière organique naturelle (les acides humiques et fulviques) et les cellules d'algues. Les SPD comprennent les trihalomethanes THM (chloroforme, bromodichlorométhane, dibromochlorométhane, bromoforme), et les acides haloacétiques AHA (acide monochloroacétique, acide monobromoacétique, acide dichloroacétique,..etc) et les haloacétonitriles.

Certains SPD sont suspectés d'être mutagènes/cancérogènes ou tératogènes. Il existe un lien potentiel entre la chloration de l'eau potable et un risque accru de cancer de la vessie, des reins et du côlon. L'exposition à des niveaux élevés d'AHA dans l'eau potable augmente le risque de cancer chez les animaux et les humains. Il existe également la possibilité d'une association entre la chloration de l'eau et un risque accru de maladies cardiovasculaires. En Australie, une augmentation des malformations congénitales était associée de manière significative au fait de vivre dans des zones où les niveaux de THM bromés dans l'eau des piscines étaient élevés. Les nageurs peuvent être exposés aux SPD (THM, AHA, halones, etc.) par absorption cutanée ou inhalation. Les AHA sont principalement absorbés par l'ingestion accidentelle d'eau de piscine. La trichloramine volatile (NCl_3) peut également être présente dans l'eau des piscines et peut entraîner des problèmes respiratoires, notamment de l'asthme [111].

Le chlore est le produit de désinfection le plus couramment utilisé dans le traitement de l'eau en raison de ses propriétés bactéricides et virucides éprouvées, et ses propriétés résiduelles lui permettent de conserver ces propriétés de désinfection dans le temps. La qualité finale est particulièrement importante car elle assure l'assainissement du réseau de distribution jusqu'au point de service pour chaque consommateur. En revanche, l'ozone, qui a un pouvoir désinfectant supérieur au chlore, n'a pas de pouvoir résiduel et n'est jamais utilisé pour la désinfection finale.

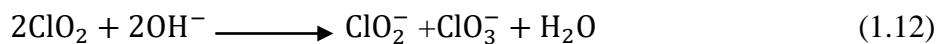
➤ La désinfection par dioxyde de chlore

L'utilisation du dioxyde de chlore (ClO_2) comme désinfectant dans le traitement des eaux potables est de plus en plus courante, car il forme beaucoup moins de THM et d'AHA que le chlore libre, et il ne réagit pas avec l'azote pour former des chloramines [4]. Les procédés de fabrication du ClO_2 sont basés sur la réaction suivante :



Le dioxyde de chlore est généralement un désinfectant plus puissant que le chlore pour inactiver les pathogènes bactériens et viraux et les parasites protozoaires dans les eaux usées et les eaux potables. Le ClO_2 inactive les pathogènes bactériens en perturbant la membrane externe des bactéries ou en interférant avec la synthèse des protéines. Pour les agents pathogènes viraux, la cible de la létalité du ClO_2 peut être l'enveloppe protéique ou le génome viral[111].

Le dioxyde de chlore est rapidement réduit dans l'eau pour former deux sous-produits de désinfection, le chlorite (ClO_2^-) et chlorate (ClO_3^-) :



➤ **La désinfection par ozone (O_3)**

L'ozone O_3 a d'abord été introduit en tant qu'agent oxydant puissant pour éliminer le goût, la couleur et les odeurs, et pour oxyder le fer et le manganèse. Plus tard, en 1893, il a été utilisé pour la première fois comme désinfectant pour inactiver les agents pathogènes[26]. L'intégration de l'ozone dans les systèmes de traitement biologique est également très utile pour l'élimination des composés organiques persistants tels que les produits chimiques industriels, les perturbateurs endocriniens et les produits pharmaceutiques. La pré-ozonation réduit également le potentiel de formation de trihalométhane (THM) et favorise la coagulation des particules pendant le traitement de l'eau. Cependant, l'ozone décompose les composés complexes en composés plus simples de faible poids moléculaire tels que les aldéhydes, les acides organiques et les cétones, qui peuvent servir de substrats pour la croissance microbienne dans les systèmes de distribution d'eau[114]. L'ozone est un puissant désinfectant qui n'interagit pas avec l'ammoniac et dont l'efficacité n'est pas contrôlée par le pH. Cependant, l'ozone est plus cher que le chlore et ne laisse aucun résidu dans l'eau. L'utilisation de l'ozone comme désinfectant primaire est parfois combinée à une post chloration pour maintenir un résidu de chlore[109,115].

L'ozone inactive les micro-organismes par la production de radicaux libres hydroxyle et superoxyde. L'ozone affecte la perméabilité, l'activité enzymatique et l'ADN des cellules bactériennes où les résidus de guanine ou de thymine semblent être les cibles les plus sensibles. Chez les virus, l'ozone endommage l'enveloppe protéique ou le noyau d'acide nucléique [111].

➤ **La désinfection par ultraviolet**

Le traitement par UV est un procédé de désinfection rentable pour l'eau potable, mais il peut avoir des effets négatifs sur la qualité de l'eau dans les réseaux de distribution[116]. Le spectre UV est divisé en quatre régions : l'UV sous vide (100-200 nm VUV) , UV-C (200-280 nm), UV-B (280-315 nm), et UV-A (315-400 nm). Les rayons UV-B et UV-C sont principalement utilisés pour détruire les micro-organismes. Bien que les VUV puissent désinfecter les micro-organismes, il n'est pas efficace de les utiliser pour la désinfection de l'eau car ils se dissipent rapidement dans l'eau sur de très courtes distances. Les UV sont également connus pour briser les liaisons de carbone organique totale[116,117]. Deux techniques différentes d'irradiation UV sont utilisées pour la désinfection de l'eau : les lampes à basse pression (lampes Philips "TUV"), avec émission quasi monochromatique à 253,7, et les lampes à moyenne pression (MPUV) avec émission polychromatique. Dans ce dernier cas, il est encore plus complexe de déterminer la fluence UV microbienne, car les longueurs d'onde interviennent différemment dans l'inactivation des micro-organismes[117]. La raie de 253,7 nm peut entraîner l'inactivation de micro-organismes tels que protozoaires, bactéries, virus, champignons et algues[118]. Les systèmes UV ne peuvent pas garantir la sécurité biologique de l'eau du robinet car l'effet de l'irradiation UV ne peut pas être maintenu dans tout le système de distribution[116,117] .

La désinfection de l'eau par rayonnement UV dépend de plusieurs facteurs à savoir les caractéristiques de l'eau brute, la longueur d'onde des UV et la dose appliquée[118].

➤ **La désinfection par procédés membranaires**

Les membranes sont des barrières de filtration semi-perméables qui séparent physiquement l'eau des bactéries potentiellement pathogènes. La taille des pores définit différents procédés : la microfiltration bloque les particules supérieures à quelques dixièmes de micron et convient donc à l'élimination des vers et de la plupart des bactéries ; pour les virus, en revanche, il faut mettre en œuvre l'ultrafiltration (pouvoir de coupure d'environ 10-8 µm) [119].

➤ **La désinfection par biomatériaux**

Se fait par un agent antimicrobien actif ajouté à l'eau réagit avec les éléments bactériologiques existant dans l'eau.

Beaucoup des bio-matériaux sont utilisées comme des coagulants organiques ayant un effet sur la qualité bactériologiques des eaux destinée à la consommation , c'est-à-dire

élimination des différents types des bactéries et virus présent dans l'eau tels que les coliformes, les streptocoques, l'*Escherichia coli*,..

Les graines de *Moringa oleifera* ont été signalées comme un substitut écologique aux désinfectants largement utilisés. Suarez et al ont identifié et caractérisé un polypeptide cationique dans les graines de *Moringa oleifera* qui élimine la turbidité de l'eau. De plus, on a découvert qu'il avait une activité antibactérienne, capable d'éliminer plusieurs agents pathogènes humains d'origine hydrique de l'eau [120]. Broin et al ont testé le potentiel des protéines floculantes purifiées à partir de graines de *Moringa oleifera* pour l'agrégation bactérienne dans le traitement de l'eau [121]. Madsen et al. ont observé une élimination bactérienne de 90 à 99,99 % avec les graines de *Moringa oleifera* comme coagulant lors des procédés de purification d'eau traditionnellement utilisés au Soudan [122]. Ghebremicha el et al ont testé les propriétés antibactériennes de protéines purifiées à partir d'extraits de *Moringa oleifera* par des techniques d'échange d'ions pour le traitement de l'eau potable en tant que coagulants et floculants combinés avec le sulfate d'aluminium, dans cette étude le pourcentage d'élimination en *Escherichia coli* est autour de 65% [123]. Selon Poumaye et al. le coagulant à base de *Moringa oleifera* a permis d'éliminer 95%, 62% et 47% de *Clostridium*, streptocoques, et *Escherichia coli*, respectivement [124]. Ainsi que l'utilisation de *Carica papaya* comme coagulant organique fait réduire le nombre des *E. Coli* présente dans l'eau à traité avec un pourcentage de réduction d'environ 88 % [125].

1.6. La durabilité des coagulants naturels

Dans le contexte des processus de traitement des eaux usées et eaux potables par bio coagulants, la durabilité peut être considérée à partir de l'intégration des aspects environnementaux, techniques, économiques [21,126].

1.6.1. La durabilité environnementale

- ❖ L'utilisation des bio-coagulants qui pourraient réduire le volume des boues et ne pas contribuer à la toxicité des boues pourrait intéresser les services des eaux [127]. Les boues organiques générées par les coagulants naturels pourraient offrir une durabilité environnementale si elles pouvaient être réutilisées à d'autres fins, comme dans l'industrie du génie civil (béton, ciment et mortier), les utilisations agricoles et terres, et dans les station de traitement des eaux usées [128].
- ❖ la pureté des composés actifs des coagulants organiques peut être élevée pour réduire

et éliminer les impuretés [129].

- ❖ Les résidus des bio-coagulants sont considérés comme des substances organiques qui pourraient éventuellement interagir avec les désinfectants (provenant du processus de désinfection en aval) pour former des sous-produits de désinfection cancérigènes [130]. Par conséquent, des précautions doivent être prises lors de l'utilisation de coagulants végétales si un processus de désinfection en aval est disponible.

1.6.2. La durabilité technique

a. Efficacité du traitement

Les coagulants organiques ont fait leurs preuves dans l'élimination des particules colloïdales et des matières en suspension (MES) dans l'eau polluée[2]. Une sélection appropriée de coagulants organiques peut conduire à des performances de coagulation prometteuses, qui sont présentées comme une alternative aux coagulants inorganiques.

b. Disponibilité de matière première végétale

Benalia , et al ; Bachmann et al; Chang et al ont montrés que les coagulants organiques sont des sources fiables et facilement disponibles et peuvent être obtenus de diverses sources à savoirs : les déchets naturels , les microorganismes,...[1,2].

c. La compatibilité avec les autres procédés de traitement

La compatibilité des coagulants naturels avec les autres procédés de traitement des eaux telles que la décantation, la filtration, la microfiltration...,

d. Stabilité du produit

Lors de l'extraction ,de la purification, du stockage et du transport des coagulants organiques, de nombreux facteurs affectent la performance et l'efficacité de ces matériaux, parmi lesquels: la température de réaction , le pH , le temps de macération, le temps de stockage, les effets microbiennes; Par exemple, la température de stockage doit être basse pour éviter la dégradation des différents composés actifs responsables la coagulation tels que les tanins, les polyphénols, l'amidon, les protéines, les polysaccharides[131].

e. La toxicité des coagulants naturels sur l'homme et l'environnement

Les bio-coagulants sont généralement considérés comme non toxiques en raison de leurs

d'origine naturelle. Toutefois, l'étude toxicologique des coagulants organiques et son effet plus large sur les organismes vivants demeure peu clair. Cela est particulièrement intéressant pour les coagulants naturels modifiés puisqu'il implique la greffe de produits chimiques sur le coagulant à savoir les acides et les bases. Une évaluation plus détaillée de la toxicité des coagulants naturels sur l'homme et l'environnement est nécessaire pour confirmer l'utilisation sécuritaire de ce type de coagulants[21] .

1.6.3. L'économie des coagulants organiques

Concernant l'économie des coagulants naturels, Il est difficile de convertir les avantages de l'utilisation de coagulants naturels tels que la production de boues moins importante sans ajustement du pH en avantages-coûts, car la plupart des demandes de remboursement ont été faites sur la base d'observations à l'échelle du laboratoire. Une application industrielle des coagulants naturels sur le pilote de coagulation floculation ou au niveau de station de traitement est nécessaire pour justifier la réduction des coûts indirectement liée aux avantages de l'utilisation de coagulants naturels.

Une autre façon d'améliorer l'économie de l'utilisation de coagulants naturels est de les hybrider avec d'autres coagulants pour réduire la consommation et le coût. Par ailleurs, l'exploration des multiples fonctions des coagulants naturels peut également réduire le coût global, car de plusieurs procédés de traitement (la coagulation, l'adsorption, la désinfection) peuvent être exécutées avec une seule matière végétale dans l'unité de traitement.

1.7. Conclusion

L'efficacité de la clarification dépend avant tout des coagulants utilisés. Le choix des coagulants pour le traitement de l'eau potable doit tenir compte de l'innocuité, de l'efficacité et du coût du coagulant. Le type et la dose de coagulant peuvent affecter :

- La qualité de l'eau clarifiée.
- La qualité de floculation, décantation, et la filtration.
- Le cout de fonctionnement.

CHAPITRE II

EXTRACTION ET PURIFICATION DES AGENTS COAGULANTS

CHAPITRE II

EXTRACTION ET PURIFICATION DES AGENTS COAGULANTS

2.1. Introduction

L'extraction est une opération qui consiste à séparer certains composés d'un organisme (animal ou végétal) selon diverses méthodes et techniques développées avec l'amélioration de la chimie moderne. Elle est utilisée pour extraire sélectivement un ou plusieurs composés d'une matière première, en fonction de ses propriétés chimiques ou physiques [132]. Il existe plusieurs méthodes d'extraction des substances naturelles des plantes, parmi lesquelles les techniques d'extraction traditionnelles (infusion, décoction ou macération) [132,133], les techniques d'extraction modernes (hydrodistillation, CO₂ supercritique, centrifugation) [134],...etc. Il est important d'identifier et de choisir correctement la méthode d'extraction et de purification et de connaître la composition des matières premières, ainsi que les produits finaux souhaités (protéines, polyphénols, huiles végétales, huiles essentielles et sucres totaux) [135] et leurs activités et applications dans les différents domaines : médicaux (préparation de médicaments) [136], parachimies (cosmétiques) [137], et environnemental (traitement des sols, traitement des eaux) [138,139].

Plusieurs chercheurs s'intéressent à l'activité environnementale des plantes en relation avec le traitement des eaux après l'extraction de leurs substances actives responsables du processus de coagulation floculation. Les principaux avantages des coagulants végétaux résident dans leur caractère renouvelable (matières premières facilement obtenues), leur biodégradabilité, leur non-toxicité et leur rentabilité relative (traitement des boues et coût du coagulant) [140]. En général, l'extraction et la purification des coagulants organiques à base de plantes se fait en trois étapes (Figure (2.1)). La première étape consiste à un prétraitement de l'échantillon (plante), un nettoyage, un séchage à basse température pour éviter la dénaturation des composants actifs responsables la coagulation [141], un broyage pour réduire la taille des particules et un tamisage pour obtenir une poudre fine homogène. Dans la deuxième étape, les composés ayant une activité coagulante sont extraits en utilisant différentes méthodes d'extraction à savoir l'extraction par ultrasons [80], extraction par solvants, ...etc.

La troisième étape est la purification, les agents actifs ont été purifiés et caractérisés à l'aide de différentes techniques, à savoir : la dialyse, l'ultrafiltration, la filtration, la lyophilisation, la précipitation chimique, l'échange d'ions, l'électrophorèse [51,142,143]. Ces composants actifs peuvent être : des sucres totaux, des protéines, des flavonoïdes, des tanins, des composés phénoliques totaux ou des celluloses, selon la plante utilisée comme coagulant [19,144–146]. Plusieurs études ont déjà recherché des composés actifs capables de contribuer à la coagulation pour le traitement des eaux potables, des eaux usées et des eaux usées industrielles. Selon Rasool et al., l'agent coagulant est un polysaccharide pour les feuilles d'*Ocimum basilicum*[147]. Ndabigengesere et al., Taiwo et al., Bouchareb et al., ont suggéré que le composant actif des graines de *Moringa Oleifera* est la protéine [148–150]. Ainsi, Bello et al., ont utilisé le tanin de *Picea abies* comme coagulant pour la clarification de l'eau [151].

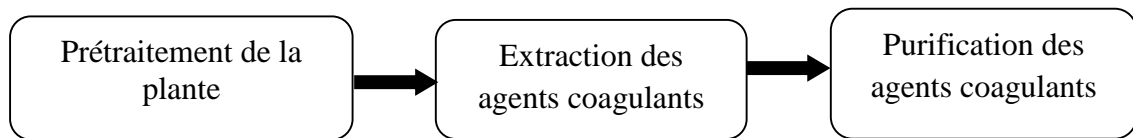


Figure 2.1 : Extraction et purification des agents coagulants à bases des plantes [2,145].

2.2.Extraction solide-liquide

L'extraction solide-liquide est une opération de transfert de matière entre une phase contenant la matière brute "solide" à extraire et un solvant d'extraction "liquide". L'objectif de cette technique est d'extraire les composants mélangés au solide (les agents coagulants) dans le solvant [152].

Le procédé d'extraction solide-liquide est régi par trois mécanismes de base: la pénétration de la matière solide par l'extracteur, la diffusivité de l'analyte dans l'espace extérieur et la solubilité de l'analyte dans l'extractant [153].

2.3. Les méthodes d'extraction

On dispose plusieurs techniques permettant d'extraire les agents coagulants. Parmi elles on compte : l'extraction par ultrasons, l'extraction à l'aide des solvants (organiques et inorganiques), en plus, il existe plusieurs protocoles d'extraction des protéines, des sucres, des polyphénols....etc, qui sont responsable aux procédés de coagulation floculation. Cependant, aucune d'entre elles n'est considérée comme une méthode standard car l'efficacité de ces techniques dépend de chaque cas. Par exemple, le résultat

de chaque extraction peut varier en fonction des paramètres d'entrée (pH et la température ...), la nature du solvant, la matière première végétale, et du produit désiré extrait (agent coagulant).

2.3.1. Extraction par solvant

L'extraction par solvant est le processus par lequel un composé passe d'un solvant à un autre en raison de la différence de solubilité ou de coefficient de distribution entre ces deux solvants non miscibles (ou légèrement solubles). Par rapport aux autres méthodes de séparation, elle donne un meilleur effet de séparation que la précipitation chimique, un degré de sélectivité plus élevé et un transfert de masse plus rapide que la méthode d'échange d'ions. Par rapport à la distillation, l'extraction par solvant présente des avantages tels qu'une faible consommation d'énergie, une grande capacité de production, une action rapide, un fonctionnement continu facile et une facilité d'automatisation [154].

2.3.2. Extraction par ultrasons

L'extraction par ultrasons peut être réalisée à l'aide d'un bain à ultrasons ou d'une sonde à ultrasons. Le mécanisme d'extraction assistée par ultrasons implique la destruction des tissus végétaux par des ondes ultrasonores, qui se propagent dans les cellules végétales sous forme de vibrations mécaniques et provoquent des cycles d'expansion et de compression lors de leur passage dans le milieu d'extraction. Ces effets mécaniques entraînent une dégradation de la paroi cellulaire, la libération du contenu cellulaire, une plus grande pénétration du solvant dans le matériel végétal, un transfert de masse accru et donc des taux d'extraction améliorés [2].

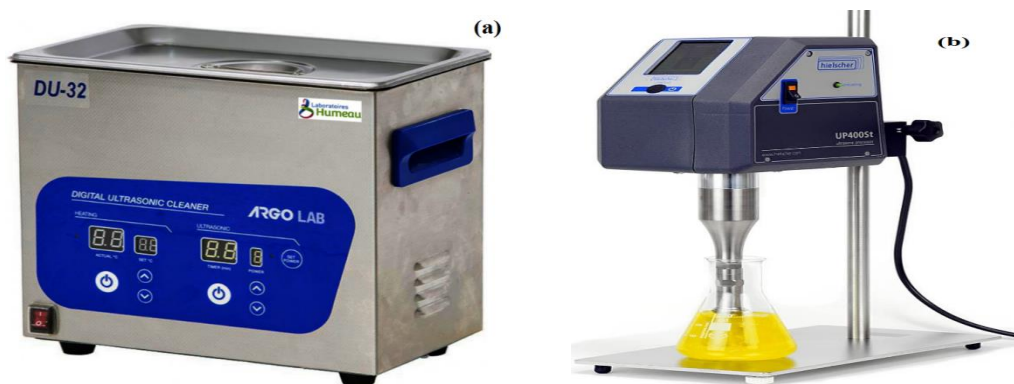


Figure 2.2 : Appareil d'ultrasons : Bain à ultrasons (a), ultrasoniseur (b)

L'utilisation de l'assistance ultrasonique lors de l'extraction du coagulant peut réduire le temps d'extraction pour atteindre des pourcentages d'élimination de la turbidité comparables par rapport aux méthodes d'extraction traditionnelles. Cependant, d'un point de vue écologique, la méthode d'extraction traditionnelle est moins coûteuse que la méthode d'extraction assistée par ultrasons car son fonctionnement nécessite moins d'énergie [80].

2.4. Les paramètres influençant l'extraction des agents coagulants

Il existe plusieurs paramètres influant le rendement d'extraction des agents coagulants comme le pH, la température, la vitesse de réaction, la concentration du solvant, la nature du solvant, le temps de contact entre la matière végétale et le solvant, le rapport liquide solide (solvant/plante). Donc, il est important d'identifier et sélectionner correctement les facteurs qui affectent l'opération d'extraction des agents coagulants.

2.4.1. Effet de la température

L'extraction des agents coagulants sont affectés par la température. À basse de température, leur activité est inhibée, les modifications structurales sont dites discrètes et la dénaturation est réversible. Bien que les liaisons hydrogène soient rompues à haute température (cuisson, stérilisation, etc.), les coagulants ne peuvent pas restaurer leur conformation native et la dénaturation est irréversible [155,156].

2.4.2. Effet de pH

En général, le rendement d'extraction de l'agent coagulant est meilleur à pH très alcalin qu'à pH acide. En fait, un pH très alcalin peut entraîner une dissociation et une dégradation de l'agent coagulant. Le but de la solubilisation est de transférer la plupart des agents coagulants de la matière première végétale vers la phase aqueuse. À titre exemple les protéines ont une charge neutre à pHi (pH isoélectrique). Dans les protéines, à ce pH, une forte répulsion électrostatique se produit entre les groupements ionisés, ce qui favorise la dénaturation de ces macromolécules [155].

2.4.3. Effet de la vitesse d'agitation

L'agitation assure l'homogénéisation du milieu du point de vue de la composition du milieu et de la température.

2.4.4. Effet du temps d'extraction

Consiste à laisser séjourner la poudre du coagulant ajouté dans le solvant après l'étape d'agitation et d'homogénéisation afin de permettre au phénomène d'extraction de se produire. Le temps de macération influence le processus d'extraction, la quantité des agents coagulants augmente avec le temps d'extraction, ainsi que la concentration maximale est obtenue à un moment donné, qui est le temps de macération optimal [133]. Cette augmentation peut être justifiée par l'augmentation de la solubilisation de l'agent coagulant contenue dans la plante [1].

2.4.5. Effet du solvant sur le rendement d'extraction des agents coagulants et sur la coagulation

L'utilisation de différents solvants a été rapportée dans diverses études pour extraire les agents coagulants à base de plantes. L'extraction avec de l'eau distillée (H_2O) est évidemment le choix le plus approprié en raison de son abondance et de sa rentabilité [157]. Pour améliorer le rendement d'extraction, plusieurs solutions ont été utilisées dans le procédé d'extraction tels que les solutions salines ($NaCl$, KCl , $BaCl_2$, $MgCl_2$) [2,56,158,159], les acides et les bases [2]. L'efficacité de l'élimination de la turbidité est considérablement influencée par les agents coagulants. Le Tableau (2.1) montre l'effet de certains coagulants organiques sur le pourcentage d'élimination de la turbidité utilisant plusieurs solutions comme agents extracteurs.

Les différentes solutions ont un effet remarquable et variable. L'amélioration de l'activité de coagulation de l'extrait peut être démontrée en augmentant la concentration des agents coagulants, par exemple, lors de l'utilisation de sel, cette amélioration est due à l'augmentation de la concentration du sel, expliquée par la théorie de Debye-Hacker (pouvoir solvant croissant) à faible teneur en sel, la solubilité des agents coagulants dans l'eau augmente [160]. Le principe de John Gamble Kirkwood (pouvoir solvant décroissant) a également révélé l'effet de relargage de sorte, où de fortes concentrations de sel réduisent la solubilité des agents coagulants dans l'eau [160]. L'effet de salage (relargage de sorte) peut également être dû à la déshydratation des agents coagulants par l'ajout de sel [141].

Megersa et al, ont révélé que la faible augmentation de la force ionique du sel entraîne la rupture des liaisons à savoir la liaison protéine-protéine, ce qui augmente la solubilité et améliore l'activité de coagulation de *Moringa oleifera* [157].

Tableau 2.1 : Effet des bio-coagulants sur la réduction la turbidité utilisant la méthode d'extraction par solvant

Coagulant organique	Solution	Turbidité initial (NTU)	Reduction de la turbidité (%)	Références
Cactus	NaCl	7,76	Environ de 80	[56]
	H ₂ SO ₄	9,5	66,31	[1]
	NaOH	9,5	89,26	[1]
	Eau distillée	7,76	27,68	[56]
	BaCl ₂	7,76	78,43	[56]
Moringa Oleifera	KCl	1674	83	[161]
	NaCl	1674	89	[161]
	Eau distillée	1674	45	[161]
	CaCl ₂	25,3	57,9	[162]
Chestnut	Eau distillée	35	Environ de 80	[64]
Fava bean	Eau distillée	20	38	[19]
		45	54	[19]
		90	48	[19]
Graines de Jatropha curcas	NaCl	500	99,4	[80]
	NaOH	500	91,4	[80]
	Eau distillée	500	99	[80]
Graine de Phaseolus vulgaris	NaOH	500	Environ de 85	[163]
	NaCl	500	Supérieur à 85	[163]
Strychnos potatorum	NaOH	500	Environ de 93	[163]
	NaCl	500	Supérieur à 95	[163]
Gel d'Aloe Vera	Eau distillée	186,8	72	[164]

2.5. Méthodes de purification des agents coagulants

Les études précédentes ont suggéré plusieurs méthodes pour le procédé de purification des agents coagulants telles que l'échange d'ions [51], la dialyse[165], la lyophilisation [166], la filtration[80], et la centrifugation [166],.... , qui sont considérées comme des méthodes efficaces de purification des extraits et qui peuvent être incorporées dans une installation de mise à l'échelle pour le traitement des eaux[167].

2.5.1. La dialyse

La dialyse est une technique de laboratoire couramment utilisée pour la purification, la concentration ou le fractionnement de macromolécules telles que les protéines, les glucides, ...etc. Ce processus est utilisé pour éliminer le sel ou réduire la concentration en sel d'une solution. Des membranes semi-perméables sont utilisées pour contenir des substances actives cibles (protéines, sucres, polyphénols,..etc) [168]. La substance cible

en solution est placée dans un tube de dialyse, qui est scellé et placé dans un grand récipient (généralement de l'eau pure) comme illustré sur la Figure (2.3).

Les molécules suffisamment petites pour passer à travers le tube (généralement des sels et d'autres petites molécules) ont tendance à entrer et sortir du sac de dialyse dans le sens d'une concentration décroissante. Les molécules plus grosses (sucres, etc.) avec une taille significativement plus grande que le diamètre des pores sont retenues dans le sac de dialyse [168,169].

Cette technique a été utilisée pour purifier l'agent coagulant de *Moringa oleifera*, c'est-à-dire le surnageant a été dialysé dans des membranes pendant 24-36 h contre de l'eau distillée jusqu'à visualisation du précipité [165].

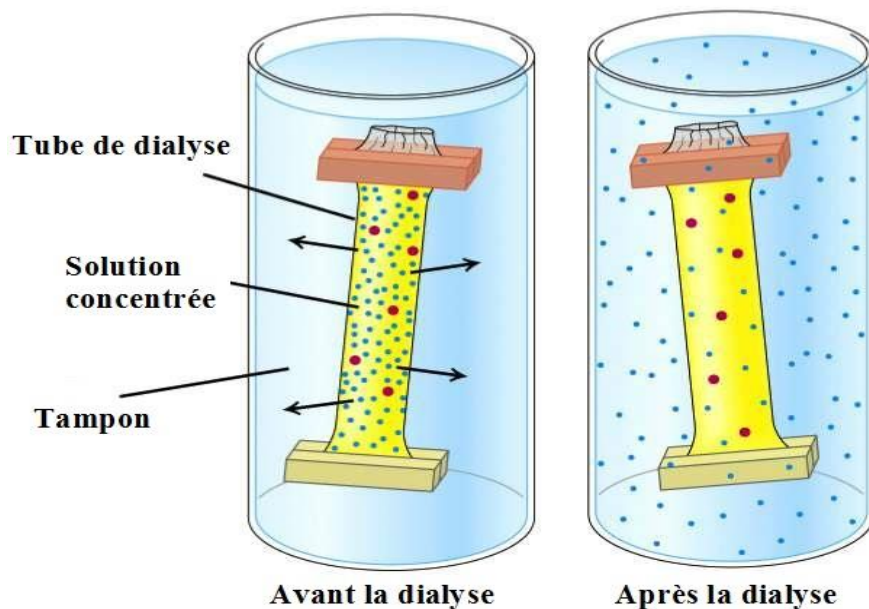


Figure 2.3 : Principe de dialyse

2.5.2. La lyophilisation

La lyophilisation, ou séchage à froid, est un procédé qui consiste à éliminer l'eau ou d'autres solvants contenue dans un produit, afin de le rendre stable à température ambiante et ainsi faciliter sa conservation. Ce processus utilise le phénomène de sublimation pour préserver l'aspect initial du produit. Les solvants contenus dans le produit (comme H₂O) passent directement de l'état solide à l'état gazeux sans passer par la phase liquide [170]. Selon Grossmann et al, lyophilisation a été effectuée pour éliminer l'eau. Les différentes parties de la solution du coagulant ont été lyophilisées à l'aide d'un lyophilisateur (Figure (2.4)). Premièrement, les échantillons ont été séchés pendant 24 h à T=-10 °C et p=10 Pa.

Ensuite, pour éliminer l'eau adsorbée, la température a été augmentée pendant 24 h supplémentaires à $T=20\text{ }^{\circ}\text{C}$ et la pression a été abaissée à $p=1\text{ Pa}$, ce qui a permis d'obtenir un extrait de protéines solubles lyophilisé [166].



Figure 2.4: Lyophilisateur

2.5.3. L'échange d'ions

L'échange d'ions utilise principalement un matériau synthétique, à savoir les échangeurs d'ions, comme sorbant, pour adsorber les ions précieux. Dans l'industrie biologique, l'échangeur d'ions classique est la résine échangeuse d'ions. La méthode d'échange d'ions présente des avantages, tels qu'un faible coût, un équipement simple, une opération facile et une utilisation nulle ou faible de solvants organiques. Elle présente cependant des inconvénients, tels qu'un long cycle de production, une qualité de produit parfois médiocre et d'importantes variations de pH au cours du processus de production [154]. Concernant la bio-coagulation, une résine échangeuse de cations et d'anions a été utilisée pour déterminer la nature de la charge portée par la protéine active de coagulation.

Sanchez et al, ont étudié l'impact du degré de purification des protéines par la chromatographie d'échange d'ions sur le rendement de la coagulation. Il est intéressant de noter que le processus d'échange d'ions a conduit à la production d'un coagulant plus purifié contenant des protéines coagulantes plus actives. Cela indique que le processus de purification peut produire un coagulant naturel avec une proportion plus élevée de composés de coagulation actifs, ce qui entraîne par la suite une meilleure performance, même à un dosage optimal plus faible [142].

2.5.4. Electrophorèse

L'électrophorèse désigne la migration de molécules et de particules chargées sous l'action d'un champ électrique. Au cours de ce processus, la substance se trouve généralement dans une solution aqueuse et les molécules chargées migrent vers l'électrode de charge opposée. En raison de leurs charges et masses différentes, les différentes molécules et particules du mélange migrent à des vitesses différentes et sont donc séparées en différentes parties. La mobilité électrophorétique (en tant que mesure de la vitesse de migration) est un paramètre caractéristique et crucial de chaque molécule chargée [171]. La mobilité d'une particule ionique est déterminée par la forme, la charge et la taille de la particule, ainsi que par la température pendant la séparation, et elle est constante dans des conditions électrophorétiques déterminées. Les conditions électrophorétiques sont caractérisées par des paramètres tels que le courant, la tension, la puissance, la force ionique, le pH, la viscosité, la taille des pores, etc. qui décrivent le milieu dans lequel les particules se déplacent [172].

En tant qu'outil analytique, l'électrophorèse est une technique simple et relativement rapide. Elle est principalement utilisée pour l'analyse et la purification de grosses molécules telles que les polyphénol et protéines [171],

Cette technique a été utilisée par Taiwo et al, pour purifier les agents coagulants de *Moringa oleifera*. Dans cette étude, la pureté et les poids moléculaires protéines ont été analysés par électrophorèse sur gel de sulfate de sodium dans des conditions déterminées [149].

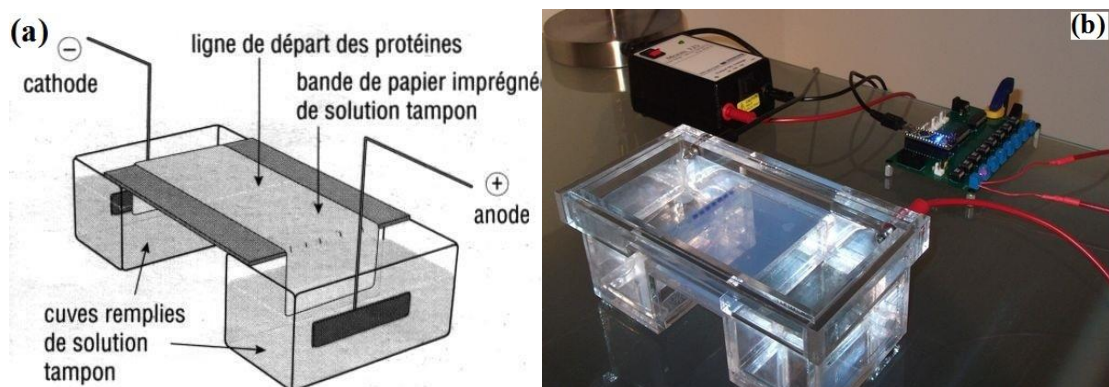


Figure 2.5 : Appareil d'Electrophorèse (a)Schéma de montage (b) Electrophorèse sur gel.

2.5.5. Filtration

La filtration est un moyen mécanique de séparer les solides d'une suspension liquide par l'intermédiaire d'un milieu poreux ou d'un écran qui permet au liquide de passer tout en retenant les solides [170].

Le procédé de filtration est connu depuis longtemps, il est utilisé pour la purification des agents coagulants par différents chercheurs tels que Abidin et al ,Bouchareb et al [150,173]. Après l'extraction de l'agent coagulant actif par l'une des méthodes d'extraction, le mélange (liquide/solide) est filtré par filtre spécifique (comme le filtre 0.45 μm) [174], le filtrat obtenu est utilisé comme coagulant organique.

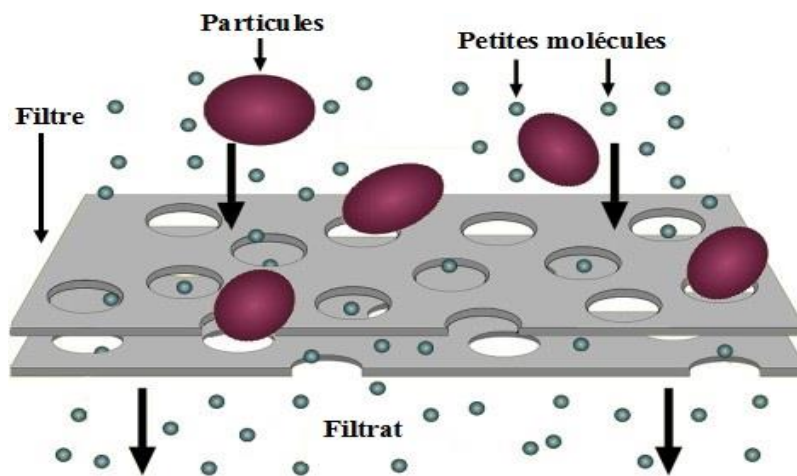


Figure 2.6 : Mécanisme de filtration.

2.5.6. Centrifugation

La centrifugation est un processus mécanique dans lequel un échantillon est centrifugé avec une force spécifique pendant un temps spécifique pour forcer les particules en solution à se déposer au fond d'un tube à centrifuger (voir Figure (2.7)). Les centrifugeuses varient en nombre de tubes, en taille, en capacité et en vitesse [175]. Pour fonctionner efficacement, la centrifugeuse doit être équilibrée, c'est-à-dire que le nombre et le poids des échantillons autour de la circonférence du rotor sont égaux. Un tube "factice" contenant uniquement de l'eau peut être ajouté pour s'assurer que la centrifugeuse est équilibrée avant de fonctionner (Figure (2.8)) [175].

Selon l'étude de Baptista et al, les agents coagulants de Moringa ont été séparés et purifiés à l'aide de centrifugeuse à 15000 tours/minute pendant 40 minutes [165].

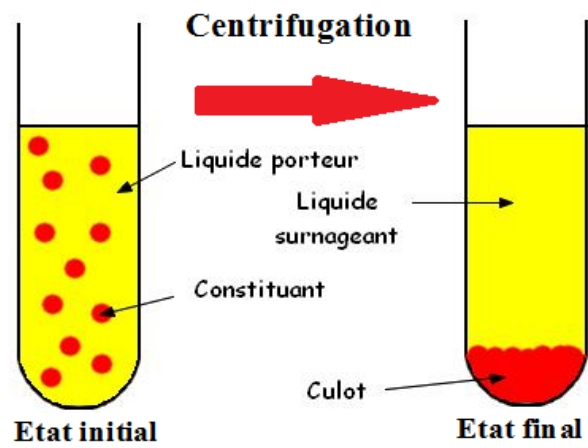


Figure 2.7 : Principe de la centrifugeuse



Figure 2.8 : Centrifugeuse

CHAPITRE III
PLAN D'EXPERIENCE

CHAPITRE III

PLANS D'EXPERIENCE

3.1.Introduction

La conception expérimentale est une approche scientifique permettant de mener des recherches de manière objective et contrôlée afin de maximiser la précision et de tirer des conclusions spécifiques sur des énoncés hypothétiques. Généralement, l'objectif est de déterminer l'effet d'un facteur ou d'une variable indépendante sur une ou plusieurs réponses [176].

La conception expérimentale (plans d'expériences) est de plus en plus populaire dans les laboratoires industriels et de recherche. En fait, ils peuvent mieux simuler, modéliser et optimiser des phénomènes aléatoires, nécessitant souvent un petit nombre d'expériences. Elle s'inscrit dans une démarche continue d'amélioration de la qualité ou de la productivité. Le terme plan factoriel est défini comme un plan expérimental dans lequel des combinaisons de niveaux de facteurs sont définies comme des séries.

3.2.Niveaux de facteurs codés

Les plans d'expérience sont généralement écrits sous la forme de variables codées. Par exemple, dans le cas de plans qui ne nécessitent que deux valeurs d'une variable (plans dits "à deux niveaux"), les valeurs des facteurs sont généralement données sous la forme d'une série de +1 et (-1). Pour les plans à plus de deux niveaux, la valeur indique la taille relative des niveaux, par exemple, dans un plan composite central circonscrit à deux facteurs, les trois niveaux codés sont -1, 0, +1. Supposons que les facteurs soit le pH et la température et que l'intervalle à étudier soit de 2 à 12 pour le pH et de 40 à 100 °C pour la température, les points de conception requis seraient alors : 2, 7, 12 et 40, 70, 100 °C pour le pH et la température, respectivement.

3.3.Types de plans d'expérience

Bien qu'il existe de nombreux types des plans, ils se distinguent par le modèle résultant (linéaire ou quadratique, sans ou avec interactions), les contraintes sur les niveaux des facteurs et l'objectif de l'étude (Criblage, optimisation). De nombreux plans font varier

les facteurs indépendamment les uns des autres, éliminant ainsi les corrélations entre les facteurs [177].

3.3.1. Les plans factoriels

Les plans factoriels se divisent en deux catégories : les plans factoriels complets et les plans factoriels fractionnaires, qui ont tous deux niveaux pour chaque facteur (n) et sont couramment utilisés dans le processus de sélection en raison de leurs aspects économiques [178]. Vous pouvez utiliser un plan factoriel complet pour combiner chaque facteur au niveau du plan en combinaisons L^n , où n est le nombre de facteurs et L est le niveau du plan [179]. La Figure (3.1) illustre le modèle de plan factoriel à différents niveaux. D'autre part, les plans factoriels fractionnés n'évaluent qu'un sous-ensemble spécifique du plan complet. Étant donné que les plans factoriels fractionnés sont parmi les plus largement utilisés à des fins de sélection, ce plan permet d'évaluer un nombre relativement important de facteurs dans un petit nombre d'expériences en divisant le plan factoriel complet des combinaisons L^n en combinaisons L^{n-p} , où p représente le nombre de générateurs de plan indépendants choisis pour diviser le plan. Cependant, les plans fractionnaires ne permettent pas d'estimer séparément tous les effets principaux et les effets d'interaction car certains d'entre eux sont estimés ensemble [177].

Différents plans fractionnés peuvent être créés pour un grand nombre de facteurs. Par exemple, lorsque l'on considère sept facteurs, un plan factoriel demi-fraction avec $2^{7-1}=64$ expériences, un plan factoriel 1/4 avec $2^{7-2}=32$ d'expérience ou un plan factoriel fractionnaire 1/8 nécessitant seulement $2^{7-3}=16$ d'expérience sont tous possibles.

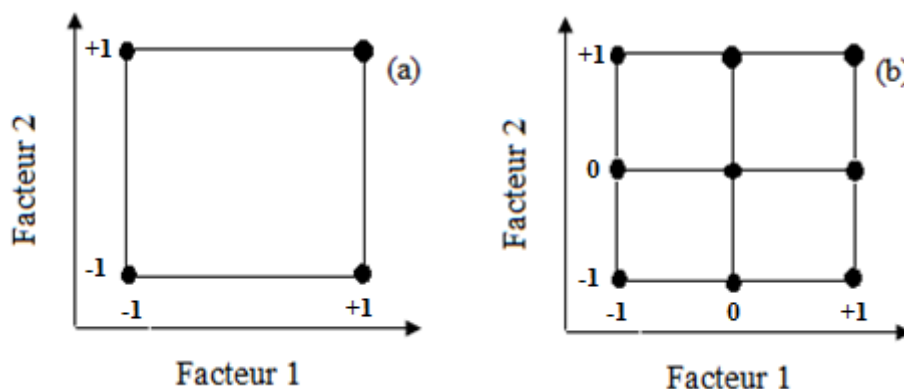


Figure 3.1 : Plans factoriels complets : (a) deux facteurs et deux niveaux (2^2) ; (b) deux facteurs et trois niveaux (3^2)

3.3.2. Les plans d'optimisation

Ils permettent de modéliser des surfaces de réponse de second ordre. Les plans les plus couramment utilisés dans cette étape sont le plan Box-Behnken et le plan composite central. Tous ces plans d'optimisation ont permis d'obtenir puis d'ajuster les données expérimentales avec un modèle polynomial de régression linéaire multiple pour caractériser la surface de réponse [178].

En général, la méthode de surface de réponse (MSR) est utilisée pour déterminer les plages optimales, elle est basée sur des techniques statistiques et utilisée pour déterminer si une condition de processus conduira à une valeur optimale d'une variable de réponse. Par le MSR, une équation polynomiale quadratique a été développée pour prédire la réponse en fonction des variables indépendantes impliquant leurs interactions [180].

$$Y_i = B_0 + \sum_{i=1}^k B_i X_i + \sum_{i=1}^k B_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^k B_{ij} X_i X_j \quad (3.1)$$

Y_i : la valeur prédite (la réponse) ;

K : nombre de facteur ;

β_0 : la valeur constante ;

$\beta_i, \beta_{ii}, \beta_{ij}$: les coefficients de régression (du modèle) à déterminer.

a. Plan de composite centré

En raison du plus grand nombre d'expériences à réaliser, l'exécution d'un plan factoriel complet avec des niveaux supérieurs à 2 peut affecter l'efficacité du plan lui-même. Il est donc important d'avoir un plan qui permet d'augmenter le nombre de niveaux sans avoir à faire toutes les combinaisons expérimentales. Selon Box et Wilson, le plan de composite centré (PCC) est apparu comme la solution pour surmonter ces problèmes. Le plan se compose de trois parties, un plan factoriel fractionnaire ou complet, des points pivot (axiaux) α ou étoile comme plan supplémentaire et un point central avec tous les facteurs définis sur 0 [181]. La Figure (3.2) illustre une conception composite centrée. On peut voir que le point factoriel et le point étoile sont équidistants du point central. Cela permet au plan de couvrir l'espace factoriel près du point central avec plus de points que les régions extérieures du plan factoriel.

Le PCC est un plan de symétrie de second ordre composé de deux parties : une factorielle $2k$ avec un ou plusieurs points centraux et une partie axiale. Les points de facteurs partiels fournissent l'effet linéaire principal et tous les effets itératifs par paires. De plus, les

résidus et l'erreur standard peuvent être calculés lorsque l'ajout de points centraux est pris en compte. Le point pivot permet d'estimer l'effet quadratique principal [182].

Les conceptions composites centrales complètes présentent les caractéristiques suivantes :

- Nécessitent un numéro d'expérience (N) selon la relation $N=2^k + 2k + nc$, où k est le nombre du facteur et nc est le numéro de réplique du point central ;
- α dépendent du nombre de variables et peuvent être calculés par la relation $\alpha=2^{k/4}$. pour deux, trois et quatre variables, elles sont, respectivement, de 1,41 ; 1,68 et 2,00
- Tous les facteurs sont étudiés en trois (-1, 0, +1) ou cinq niveaux (- α , -1, 0, +1, + α)

Le Tableau (3.1) présente les valeurs codées des matrices expérimentales pour l'application de ce plan composite centré pour deux facteurs

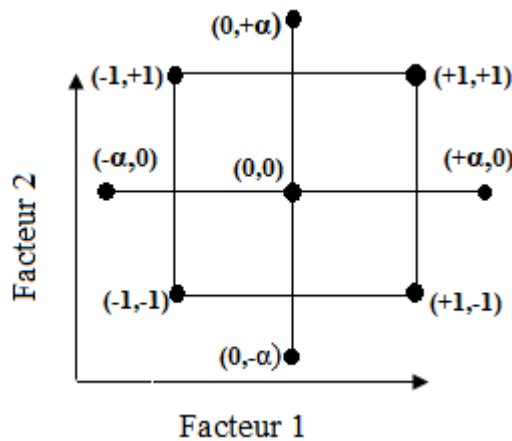


Figure 3.2 : Plans composite centré pour deux facteurs à trois niveaux.

Tableau 3.1 : Matrices expérimentales pour l'application de plan composite centré pour deux facteurs

(a) trois niveaux

Expérience	X ₁	X ₂
1	-1	-1
2	1	-1
3	-1	1
4	1	1

(b) cinq niveaux

Expérience	X ₁	X ₂
1	-1	-1
2	1	-1
3	-1	1
4	1	1

5	-1	0	5	-1,41	0
6	1	0	6	1,41	0
7	0	-1	7	0	-1,41
8	0	1	8	0	1,41
9	0	0	9	0	0

De nombreuses applications des plans composites centraux dans plusieurs domaines chimie pharmaceutique, traitement des eaux ,santé humaine ,biologie,...etc[183].

b. Plan de Box-Behnken

Un plan de Box-Behnken comporte trois niveaux ou plus et peut être appliqué à des problèmes comportant trois facteurs ou plus. Il n'y a pas de points factoriels ou extrêmes et le plan nécessite $2k(k-1) + n_c$ points où k est le nombre de facteurs et n_c est le nombre de points centraux. Dans les plans de Box-Behnken, tous les niveaux de facteurs doivent être ajustés uniquement à trois niveaux (-1, 0, +1) avec des intervalles équidistants entre ces niveaux. C'est moins que le plan composite central et, pour trois facteurs. L'utilisation de plans de Box-Behnken plutôt que de plans composites centraux a été encouragée par plusieurs chercheurs [184,185]. L'utilisation de Box-Behnken devrait être envisagée pour les systèmes à plus de deux facteurs où l'on sait que l'optimum se situe au milieu des plages de facteurs.

Dans de nombreux cas de recherche sur les produits naturels, il est courant de trouver des problèmes qui doivent être résolus à l'aide de modèles mathématiques ou d'un plan utilisant trois facteurs et trois niveaux ou plus. Box et Behnken ont proposé une classe particulière de plans fractionnaires à trois niveaux dont la spécification a été utilisée pour étudier les variables quantitatives, une découverte maintenant connue sous le nom de PBB[186].

Selon Bezerra et al., ce plan est plus efficace et économique que les autres plans à trois niveaux car il permet la sélection de points dans un arrangement factoriel à trois niveaux. La caractéristique de PBB est qu'il n'a pas de facteurs ou de points extrêmes [183], ce modèle nécessite moins de points qu'un PCC. La Figure (3.3) illustre le modèle PBB pour trois facteurs à trois niveaux. Le Tableau (3.2) présente les valeurs codées de l'application de plan de Box-Behnken pour trois variables à trois niveaux.

Le plan de Box-Behnken peut être utilisé pour étudier l'optimisation de différentes méthodes et procédés, notamment le processus d'extraction [187], le procédé de coagulation floculation [188], les méthodes chromatographiques, l'électrophorèse capillaire, les méthodes électrochimiques, le processus d'adsorption [184].

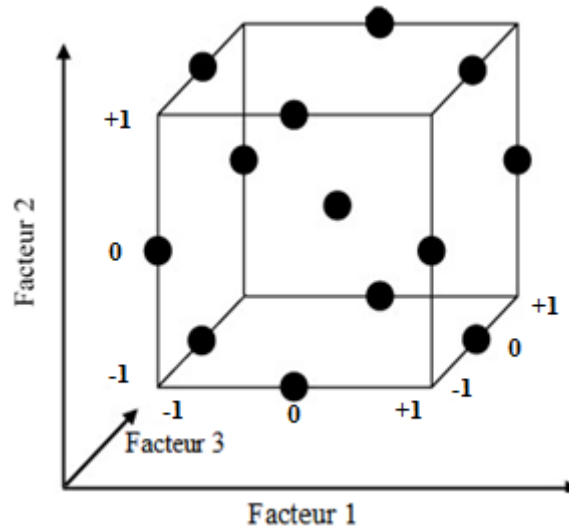


Figure 3.3 : Plans de Box-Behnken pour trois facteurs à trois niveaux.

Tableau 3.2 : Plan de Box-Behnken pour trois facteurs à trois niveaux.

Expérience	X ₁	X ₂	X ₃
1	-1	-1	0
2	1	-1	0
3	-1	1	0
4	1	1	0
5	-1	0	-1
6	1	0	-1
7	-1	0	1
8	1	0	1
9	0	-1	-1
10	0	1	-1
11	0	-1	1

12	0	1	1
13	0	0	0

3.4. Analyse de variance (ANOVA)

L'analyse de la variance permet de déterminer si les moyennes de trois groupes ou plus sont différentes. Les résultats de l'ANOVA résument la somme des carrés des résidus et des régressions ainsi que le test de Fisher (F) et la valeur de probabilité (P) et les coefficients de l'ANOVA correspondants (R^2 et R^2_{adj}).

3.4.1. Le coefficient de détermination (R^2)

Le coefficient de détermination (R^2) a été utilisé pour quantifier la force de la corrélation entre les valeurs observées et prédites, les valeurs les plus élevées (proche de 1) indiquant une meilleure corrélation [189]. Le coefficient de détermination a été calculé comme suit :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y}_l) \times (\hat{Y}_i - \bar{\hat{Y}}_l)}{\sqrt{\sum_{i=1}^n (Y_i - \bar{Y}_l)^2 \times \sum_{i=1}^n (\hat{Y}_i - \bar{\hat{Y}}_l)^2}} \quad (3.2)$$

où i est le numéro de la donnée,

\bar{Y}_l est la valeur observée,

\hat{Y}_i est la valeur prédite,

\bar{Y}_1 et $\bar{\hat{Y}}_l$ sont les moyennes de Y_i et \hat{Y}_i , respectivement.

a. Les avantages et les inconvénients de R^2

Étant donné les avantages et les inconvénients du calcul de R^2 dans les études empiriques, on peut se demander s'il est logique d'utiliser une seule mesure descriptive pour évaluer un modèle. Par exemple, d'un point de vue statistique, l'ensemble des données analysées n'est pas pertinent pour déterminer la pertinence du modèle considéré. Cependant, les spécialistes distinguent clairement l'étude des séries chronologiques et celle des données transversales.

En partant de ce phénomène connu, la question se pose de savoir s'il existe d'autres influences sur le R^2 qui trouvent leur origine dans les plans de recherche des études empiriques plutôt que dans les sujets de recherche [190].

3.4.2. Le coefficient de détermination (R^2 ajusté)

Le R^2 ajusté est utilisé dans la régression multiple pour voir la force ou l'efficacité de la variable indépendante expliquant la variable dépendante. Le R^2 ajusté indique que la variation des variables dépendantes est expliquée par toutes les combinaisons de variables indépendantes [189].

L'expression mathématique utilisée pour le calcul du coefficient de détermination ajusté (R^2 ajusté) est présenté ci-dessous :

$$R^2_{\text{ajusté}} = 1 - \frac{n-1}{n-k-1} (1 - R^2) \quad (3.3)$$

Avec : k est le nombre de paramètres dans le modèle.

n est le nombre d'observations dans l'échantillon

En revenant à la formule précédente, nous pouvons conclure que le R^2 ajusté est toujours égal ou inférieur au R^2 . Le coefficient de détermination ajusté peut être négatif pour deux raisons :

- ✚ Plus k est proche de n
- ✚ Plus le coefficient de détermination est faible.

3.4.3. Évaluation de la signification des modèles

Pour valider le modèle de surface de réponse d'un point de vue statistique, la signification du modèle de régression et le manque d'ajustement doivent être abordés. En général, la valeur F ou la valeur p sont couramment utilisées pour évaluer la signification des modèles [191].

a. Le test de Fisher F

Le test de Fisher F est simplement le rapport de deux variances. La variance est le carré de l'écart-type. Les écarts-types sont plus faciles à comprendre que les variances, car ils sont exprimés dans les mêmes unités que les données plutôt qu'au carré.

Les tests de Fisher F sont basés sur le rapport des carrés moyens. Le terme "carrés moyens" peut prêter à confusion mais il s'agit simplement d'une estimation de la variance qui tient compte des degrés de liberté utilisés pour calculer cette estimation [192].

Pour effectuer le test de signification, nous calculons la valeur de F, qui est défini comme

$$\text{suit : } F = \frac{\text{variation entre les moyennes des échantillons}}{\text{variation au sein des échantillon}} \quad (3.4)$$

b. La valeur de probabilité (P)

Sur la base de la valeur F, la valeur P est alors calculée. Plus la valeur F est grande et plus la valeur p est petite, plus le modèle de régression établi est significatif [193]. La plupart des modèles sont validés, si la valeur P est inférieure à 0,05 [194,195].

3.4.4. Type d'analyse de variance

Le type d'analyse à effectuer pour examiner les variations dépend du nombre de variables indépendantes prises en compte dans le cadre de l'étude. L'analyse de variance à sens unique ne concerne qu'une seule variable catégorielle, ou un seul facteur. Si deux facteurs ou plus sont impliqués, l'analyse est appelée analyse de variance à n voies (par exemple, à deux sens, à trois sens,...etc)[192].

CHAPITRE IV
PROCEDURES
EXPERIMENTALES

CHAPITRE IV

PROCEDURES EXPERIMENTALES

4.1. Introduction

Ce chapitre est réservé à la présentation des différentes procédures expérimentales réalisées dans le cadre de cette recherche et qui sont illustrées dans le diagramme ci-dessous (Figure (4.1)).

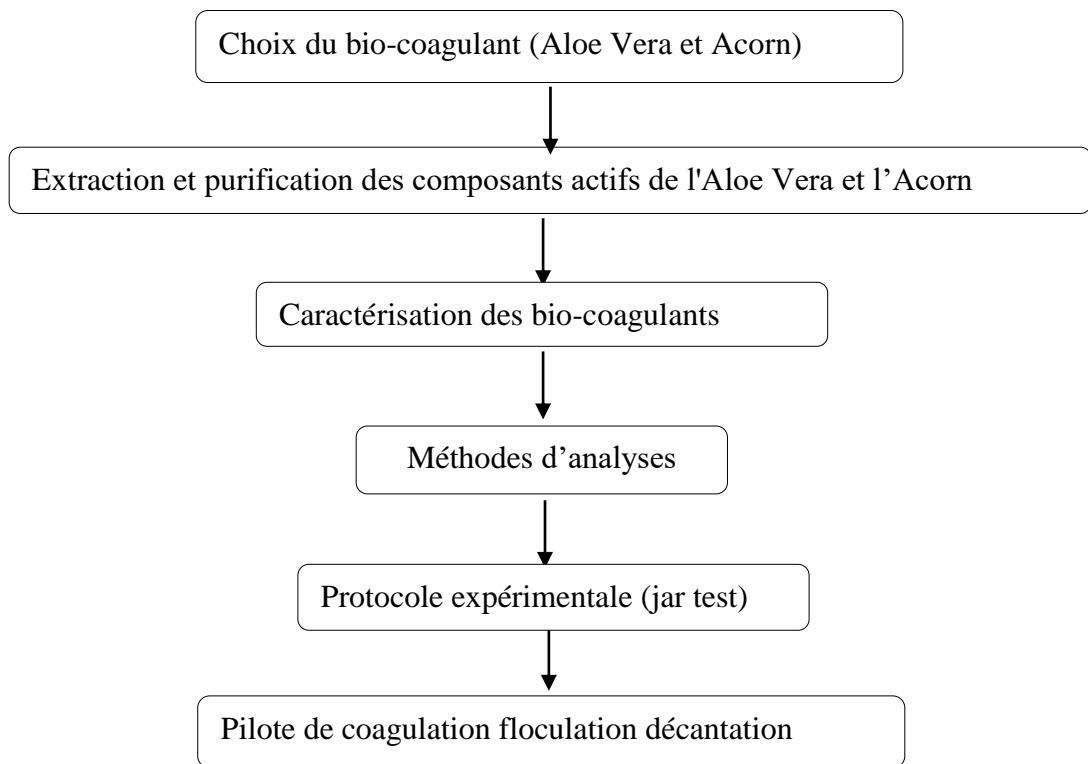


Figure 4.1 : Les différentes procédures expérimentales

4.2. Choix du bio-coagulant

La plupart des coagulants issus de plantes ne sont pas tous abordables en raison de leurs coûts et de leurs disponibilités dans certaines régions, ce qui rend le traitement de l'eau difficile à mettre en œuvre. La disponibilité toute l'année est également un facteur important à considérer. Cela nous amène à choisir deux plantes très abondantes en Algérie : L'Aloe vera et l'Acorn (*Quercus robur*). Les deux plantes ont été collectés dans des champs situés dans la ville de Mila, au nord-est de l'Algérie (voir Figure (4.2)).



Figure 4.2 : Source des coagulants naturels : (a) Aloe vera, (b) arbre de chêne et (c) feuille de chêne (Acorn)

4.3. Extraction et purification des agents coagulants

4.3.1. Préparation de la forme poudre du coagulant

Deux plantes algériennes communes ont été utilisées pour préparer les bio-coagulants : Les feuilles de l'Acorn et l'Aloe vera. Avant d'être utilisés comme coagulants organiques sous formes poudres, les deux plantes ont été traitées comme suit :

- i. Lavage à l'eau du robinet ;
- ii. Découpage à des petits morceaux ;
- iii. Séchage à une température relativement basse de 50°C pour éviter la décomposition des agents coagulants ;
- iv. Broyage ;
- v. Tamisage à travers un tamis à pores de 0,35 mm.

La Figure (4.3) ci-dessous illustre les différentes étapes nécessaires pour l'obtention de la forme poudre d'un coagulant avec une granulométrie inférieure de 0,35 mm.

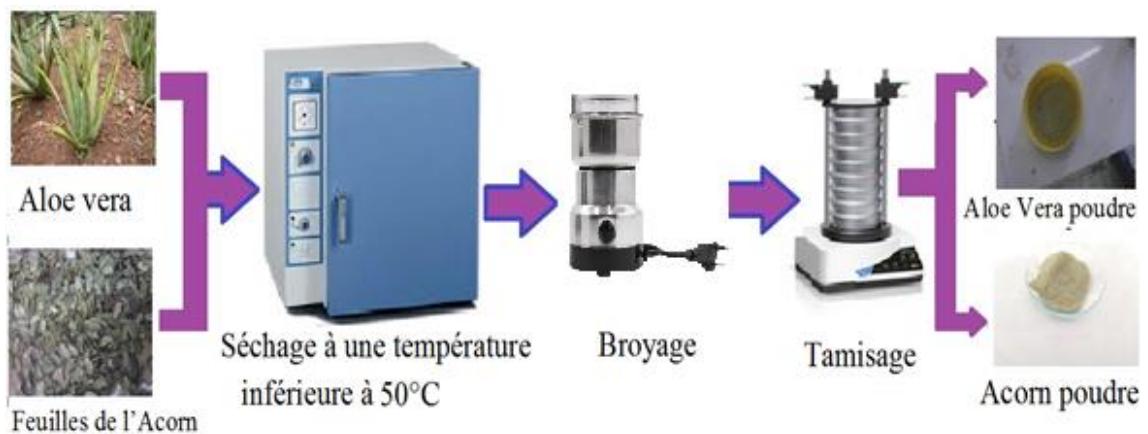


Figure 4.3 : Préparation de la forme poudre du coagulant

4.3.2. Préparation de la forme liquide du coagulant

a. Effet des différents solvants sur le rendement d'extraction des agents coagulants

En outre, de petites quantités de la poudre fine (25 g) ont été ajoutées à 1000 mL de différents solutions tels que eau distillée ; solution de NaCl (0,25, 0,5 et 1 M) ; solution de NaOH (0,025, 0,05 et 0,1 M) ; et solution de HCl (0,025, 0,05 et 0,1 M). La suspension a été agitée à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 20 min à 700 rpm afin d'accomplir l'extraction des agents coagulants actifs de l'Aloe vera et l'Acorn. Après 30 min de macération, le surnageant a été filtré à travers un papier filtre standard (Porosité < 8 μ m). Les solutions de filtrat ont été conservées en chambre froide à +/- 4 °C pour des utilisations ultérieures (préparations des bio-coagulants) (voir Figure (4.4)).

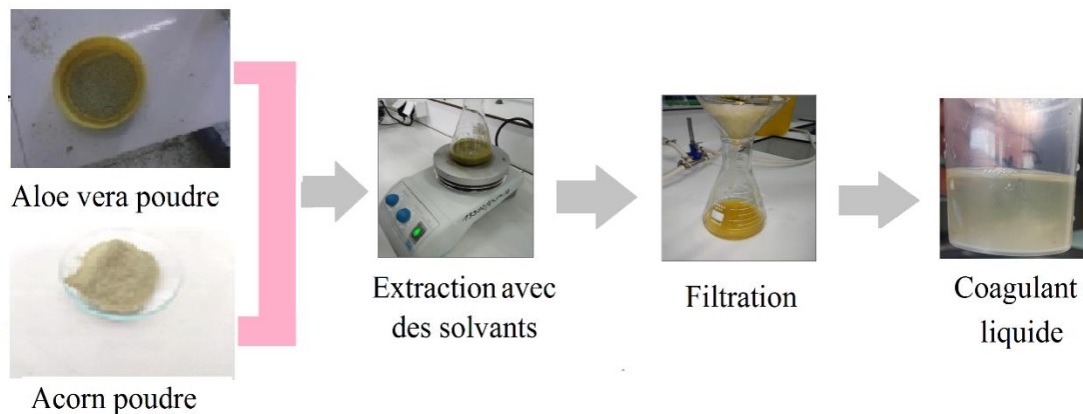


Figure 4.4 : Préparation du coagulant liquide utilisant différents solvants

b. Etude des paramètres influençant l'extraction et purification des agents coagulants (protéines)

Dans cette étude, on a opté à une méthode simple et directe dans laquelle l'extraction de l'agent coagulant (protéines) passe par plusieurs étapes comme le montre la Figure (4.5). L'étude s'est focalisée sur la recherche des paramètres influençant l'extraction de l'agent coagulant (protéines) des feuilles de la plante (Aloe vera et Acorn). Cette étape réalisée en débute par la procédure d'optimisation qui permet de sélectionner uniquement les paramètres les plus importants parmi un grand nombre de paramètres disponibles. Les paramètres énumérés ci-dessous sont considérés comme des variables d'entrée dans le plan d'expérience. Les plages et valeurs typiques des paramètres considérés ont été identifiées sur la base de recherches antérieures, comme illustré dans le Tableau (4.1) [25,196]. Il a été considéré que les protéines sont sensibles à leur environnement et

facilement dénaturées [197]. Cela signifie que leur structure peut être modifiée au point de leur faire perdre temporairement ou définitivement leur effet biologique (effet du pH, de la température, de vitesse d'agitation et du temps de macération,...etc.)[161,180,198]. Un autre facteur déterminant qui a été identifié mais non étudié c'est l'effet de la quantité initiale de coagulant en poudre sur le rendement d'extraction de l'agent coagulant. Dans cette étude, la masse du coagulant poudre a été fixé à 0,1 g pour 100 mL d'eau distillée.

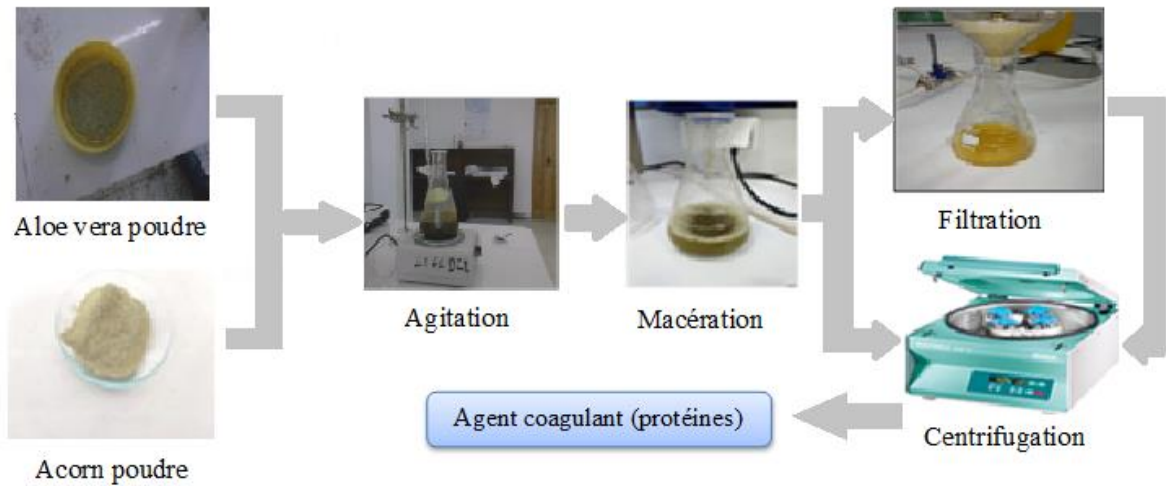


Figure 4.5 : Extraction et purification de l'agent coagulant (protéines)

Tableau 4.1 : Distribution statistique des données expérimentales

Paramètres (variables)	Unité	Minimum	Maximum
pH	/	2	12
Température	°C	20	60
Vitesse d'agitation	RPM	300	1500
Temps d'agitation	min	10	60
Temps de Macération	Hr	1	4
Filtration	/	sans	avec
vitesse de centrifugation	RPM	1000	4000
Temps de centrifugation	min	10	60

➤ Plan d'expérience utilisé

L'inconvénient du plan factoriel complet 2^n est qu'il nécessite de nombreux essais pour un nombre élevé de facteurs à étudier. L'expérimentation devient alors lourde, consommatrice de temps et de produits. Ainsi, un plan 2^5 nécessite 32 essais, un plan 2^6 nécessite 64 essais, un plan 2^7 nécessite 128 essais et ainsi de suite. Ces plans permettent

de calculer tous les effets principaux et les interactions, mais la plupart de ces interactions (celles qui impliquent plus de 2 facteurs) n'ont aucun intérêt dans ce travail de recherche. Dans cette étude, un plan 2^8 (8 effets et des interactions de 2^{ème} ordre impliquant 2 facteurs actifs) correspondent à 256 essais ce qui est difficile à réaliser. Un plan fractionné permet de réduire le nombre d'essais à réaliser ; ainsi, seule une fraction des essais du plan complet a été effectuée. Ainsi, seuls 16 essais ont été nécessaires suivant le plan 2^{8-4} pour étudier les effets des facteurs (8 facteurs) sur le rendement d'extraction des protéines. Dans cette étude, la matrice des effets calculée par le logiciel Minitab 18 pour un plan fractionné de 16 expériences est présentée dans le Tableau (4.2).

Tableau 4.2 : Plan fractionné avec 8 facteurs

N° Exp	pH	Température (°C)	Vitesse d'agitation (RPM)	Temps d'agitation (min)	Temps de macération (hr)	Filtration*	Vitesse de centrifugation (RPM)	Temps de centrifugation (min)
1	2	20	300	10	1	0	1000	10
2	12	20	300	10	1	1	4000	60
3	2	60	300	10	4	0	4000	60
4	12	60	300	10	4	1	1000	10
5	2	20	1500	10	4	1	4000	10
6	12	20	1500	10	4	0	1000	60
7	2	60	1500	10	1	1	1000	60
8	12	60	1500	10	1	0	4000	10
9	2	20	300	60	4	1	1000	60
10	12	20	300	60	4	0	4000	10
11	2	60	300	60	1	1	4000	10
12	12	60	300	60	1	0	1000	60
13	2	20	1500	60	1	0	4000	60
14	12	20	1500	60	1	1	1000	10
15	2	60	1500	60	4	0	1000	10
16	12	60	1500	60	4	1	4000	60
Min	2	20 C°	300 RPM	10 min	1 hr	0	1000 RPM	10 min
Max	12	60 C°	1500 RPM	60 min	4 hr	1	4000 RPM	60 min

* 0 signifie qu'il n'y a pas de filtration et 1 signifie que la filtration a été effectuée

c. Optimisation du processus d'extraction et purification des agents coagulants

selon plusieurs chercheurs, les composants actifs responsables de la coagulation peuvent être des protéines, des sucres totaux, des composés phénoliques totaux,...etc[147–151].

Nous allons maintenant nous intéresser à une autre application des plans d'expériences à trois niveaux, la recherche des paramètres qui influent l'opération de l'extraction des

agents coagulants (protéines, sucre totaux, polyphénols) à partir de feuilles d'Acorn et d'Aloe vera. Cette étape s'effectue en amont par la procédure d'optimisation, elle permet de sélectionner les seuls paramètres influents parmi un vaste échantillon de paramètres étudiés précédemment et seulement les quelques paramètres les plus importants seront gardés pour l'optimisation.

Dans cette étude, le plan Box-Behnken (PBB) a été utilisé comme méthodologie expérimentale en utilisant le logiciel de Minitab 18. Selon le PBB quatre facteurs ($k = 4$) ont été considérés, c'est-à-dire le pH, la température, le temps de macération et le temps d'agitation.

Pour extraire les agents coagulants actifs, 0,1 g du coagulant poudre (AC-poudre et AV-poudre) ont été ajoutés séparément à 100 mL d'eau distillée et mélangés par un agitateur magnétique. Cette extraction a été réalisée à un pH, température et temps d'agitation variables. Après la macération les solutions sont filtrés par des papiers filtres standards (Porosité $< 8 \mu\text{m}$), une fois les extraits sont récupérés on fait le dosage des protéines, des sucres totaux et des polyphénols (voir Tableau (4.3) et Figure (4.6)).

Tableau 4.3 : Niveaux des facteurs.

Paramètres	Unité	Min	centre	max
pH	/	2	7	12
Température	°C	20	40	60
Temps d'agitation	minutes	10	35	60
Temps de macération	heures	1	2,5	4

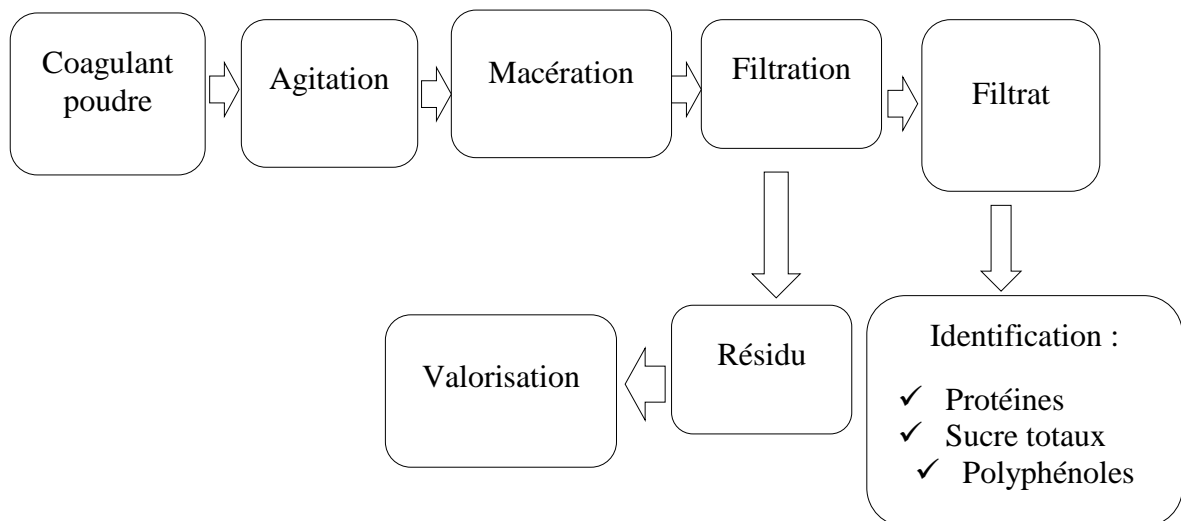


Figure 4.6 : Extraction et purification des agents coagulants.

➤ Conception du modèle mathématique

Le modèle mathématique polynomial du deuxième degré pour chaque agent coagulant a été réalisé, exprimé par l'équation suivante :

$$Y_i = B_0 + \sum_{i=1}^k B_i X_i + \sum_{i=1}^k B_{ii} X_i^2 + \sum_{\substack{j=2 \\ i \neq j}}^k B_{ij} X_i X_j \quad (4.1)$$

Avec Y_i est la variable de réponse (concentration de l'agent coagulant).

K : le nombre de facteurs ($K=4$).

β_0 : la valeur constante.

$\beta_i, \beta_{ii}, \beta_{ij}$: les coefficients de régression.

X_i : les paramètres étudiés

Le nombre total d'expériences était de 27, comme illustre le Tableau (4.4) ci-dessous

Tableau 4.4 : Valeurs des facteurs pour chaque expérience.

N° d'expérience	pH	Température (°C)	Temps d'agitation (min)	Temps de macération (Hr)
1	2	20	35	2,5
2	12	20	35	2,5
3	2	60	35	2,5
4	12	60	35	2,5
5	7	40	10	1
6	7	40	60	1
7	7	40	10	4
8	7	40	60	4
9	2	40	35	1
10	12	40	35	1
11	2	40	35	4
12	12	40	35	4
13	7	20	10	2,5
14	7	60	10	2,5
15	7	20	60	2,5
16	7	60	60	2,5
17	2	40	10	2,5
18	12	40	10	2,5
19	2	40	60	2,5
20	12	40	60	2,5
21	7	20	35	1
22	7	60	35	1
23	7	20	35	4

24	7	60	35	4
25	7	40	35	2,5
26	7	40	35	2,5
27	7	40	35	2,5

4.4. Caractérisation des bio-coagulants (Aloe vera et Acorn)

4.4.1. Caractérisations du coagulant poudre

Le spectre infrarouge des feuilles d'Aloe vera et d'Acorn a été obtenu par un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier (Code CHIMADZU : HI 98713, Chimadzu, Clujnapoca, Roumanie) dans la gamme 4000-500 cm^{-1} . La structure cristalline des bio-coagulants a été évaluée par le diffractomètre des rayons X de Bruker (D8-Discover, France) en utilisant du cuivre avec la longueur d'onde K Alpha (1,54 Å) à 40 kV et 30 mA avec une analyse par balayage, les spectres des feuilles d'Aloe vera et d'Acorn ont été obtenus dans la gamme 10°-90°. Les images de microscopie électronique à balayage (MEB) de l'Aloe vera et d'Acorn ont été acquises avec un microscope électronique à balayage (Hitachi TM3400, France). La charge de surface pour chaque coagulant a été mesurée par un zêta mètre (modèle Nano ZS, Malvern Instruments, UK). **N.B** : Les principes et méthodes de caractérisation sont détaillés en annexe A.

4.4.2. Caractérisations du coagulant liquide

Les différents extraits d'agents coagulants ont été caractérisés en termes de sucre totaux, de polyphénols et de protéines. Notant que leurs concentrations ont été déterminées par la méthode de Dubois et al [199] , Folin Ciocalteu [200] et Bradford [201], respectivement (voir annexe B).

4.5. Méthodes d'analyses

4.5.1. Les analyses physico-chimiques et métaux lourds

La turbidité a été mesurée à l'aide d'un turbidimètre de marque HANNA Code : HI 98713, Hanna instruments, Cluj-Napoca, Roumanie et les résultats sont exprimés par unité de turbidité néphélométrique (NTU). La teneur en matière organique oxydable, l'alcalinité, l'alcalinité totale, la dureté totale, les matières en suspension (MES) et la quantité des boues produites ont été déterminées selon les méthodes titrimétriques standard [202]. La salinité, la conductivité électrique, la température et le pH ont été mesurés par un

instrument multi-paramètres de type Jenway modèle 3540, Camlab, Cambridge, Royaume-Uni. La DCO a été mesurée à l'aide d'un Digital Reactor Block 200 (Jenway modèle 3540, Camlab, Cambridge, Royaume-Uni) [202]. Cependant les métaux lourds ; les concentrations du fer, zinc et cuivre ont été mesurées à l'aide de spectrophotomètre d'absorption atomique, par-ailleurs la concentration en chrome (VI) a été déterminé par la méthode titri-métriques standard [202].

N.B : Toutes les méthodes d'analyses et les appareils utilisés sont détaillés en annexe C.

4.5.2. Les analyses bactériologiques

La qualité bactériologique de l'eau présente un facteur très important qui doit être contrôlée lors de l'étude de traitement des eaux destinée à la consommation humaine. Dans ce cas la technique des tubes multiples (NPP) a été utilisé pour déterminer la quantité de plusieurs types des germes tels que les coliformes fécaux et totaux, les bactéries anaérobies sulfite-réductrices (ASR) et les Escherichia-coli (voir l'annexe C).

4.6. Protocole expérimentale

4.6.1. Description de jar test

Le jar-test est une simulation à petite échelle de ce qui se passe dans un pilote ou station de traitement lors de la coagulation-floculation. Ces tests permettent d'optimiser plusieurs paramètres, à savoir la dose du coagulant, le type du coagulant, le pH optimal, les temps de coagulation -floculation, la vitesse de coagulation-floculation, ainsi que le temps de décantation.

Un banc jar-test se compose de six béciers d'un litre de chacun, tous équipés d'un axe avec une lame rotative à l'extrémité de l'axe. L'axe est relié au même moteur afin que la même vitesse soit maintenue dans chaque bécier (voir la Figure (4.7))

Toutes les expériences de jar test passent par trois étapes :

- i. la coagulation**, qui nécessite une vitesse rapide car elle requiert l'ajout à différentes concentrations de bio-coagulant (Acorn ou Aloe Vera), lorsque l'eau est en contact effectif avec le bio-coagulant, les particules colloïdales vont déstabilisées, les charges répulsives s'annulent et les particules colloïdales peuvent s'attirées.
- ii. La floculation**, qui nécessite une vitesse plus lente que la coagulation pour permettre au bio-coagulant d'entrer complètement en contact avec le polluant (par

exemple, les particules colloïdales) sans casser les floccs formés. Elle nécessite aussi l'ajout des petites concentrations du flocculant, notons que dans cette étude l'Aloe vera et Acorn ont été utilisées comme coagulants/flocculant (aucun flocculant ajouté). Les particules de la suspension, auparavant déstabilisées, s'agglomèrent pour former des floccs de densité suffisante pour se décanter.

- iii. **Décantation**, dans cette étape la vitesse d'agitation est nulle pour permettre aux matières en suspension flocculées de se décanter. Une fois la décantation déterminée, le surnageant a été prélevé de chaque béccher pour effectuer les différents analyses nécessaires.



Figure 4.7: Jar test (Selecta-Flucomatica)

4.6.2. Utilisation des différents bio-coagulants pour le traitement des eaux

L'étude expérimentale de la bio-coagulation a pour but le choix du bio-coagulant, la détermination de la dose optimale du bio-coagulant et le pH optimal pour chaque bio-coagulant utilisé. Dans le but de réduire la quantité maximale de la turbidité et les autres paramètres comme la DCO, les MES, les coliformes taux, les métaux lourds,...etc. Dans cette étude expérimentale, trois types d'eau ont été utilisés et qui sont les suivants :

- Les eaux brutes de la station de traitement des eaux potables d'Oued el Athmania, Mila
- Les eaux industrielles de Sonatrach, Ain Amenas.
- Les eaux synthétiques.

Cette étude a été réalisée en 5 parties :

Partie A : Effet de différents solvants sur le rendement des coagulants organiques : application aux traitements des eaux potables.

Partie B : Optimisation et modélisation de la bio-coagulation en utilisant la méthode de surface de réponse.

Partie C : Etudes des paramètres influençant l'extraction et purifications des protéines de l'Aloe Vera et l'Acorn: application aux traitements des eaux potables et des eaux usées industrielles.

Partie D : Optimisation et modélisation du processus d'extraction des agents coagulants : Application aux traitements physiques chimiques et bactériologiques des eaux potables.

Partie E : Elimination des métaux lourds par bio-coagulation.

a. **Partie A :** Effet de différents solvants sur le rendement des coagulants organiques : application aux traitements des eaux potables.

➤ Origines et caractérisation des eaux brutes étudiées

L'eau brute a été collectée de la station de traitement d'eau potable Oued El Athmania (36° 49' 34,89" N, 6° 31' 11,81" E) située dans la ville de Mila, en Algérie. Le tableau IV.5 présente les principales caractéristiques de cette eau brute. Selon les résultats présentés dans le Tableau (4.5), tous les paramètres accomplissent la réglementation algérienne de l'eau potable à l'exception de la turbidité (13 NTU) qui est hors norme, étant supérieure à la valeur seuil (5 NTU).

Tableau 4.5 : Caractéristiques de l'eau brute de station de traitement d'eau potable (Oued El Athmania) au long d'application des différents formes du coagulant.

Parameters	Valeurs	Norme Algérienne [67]
pH	7,94	6,5–9
Température (°C)	21,1	25
Turbidité (NTU)	13	5
Alcalinité total (F°)	16	20
Dureté total (F°)	36,4	50
Salinité (g/l)	0,7	/
Conductivité électrique (µs/cm)	1244	2800
Matiere organic oxydable (mg O ₂ /L)	2,1	5

➤ Protocole de Jar test

Le Jar test (Selecta-Flucomatica) a été utilisé pour évaluer la performance du coagulant sous forme de poudre (AV-poudre et AC-poudre) et sous forme d'agent extrait des quatre types de solvant, à savoir l'eau distillée (AV-H₂O et AC-H₂O), la solution de HCl (AV-HCl et AC-HCl), la solution de NaOH (AV-NaOH et AC-NaOH) et la solution de NaCl (AV-NaCl et AC-NaCl). Pour réaliser les expériences, les béchers de 1000 mL ont été remplis de 500 mL d'eau brute et placés dans l'appareil de jar test. Pendant l'étape de coagulation, différentes concentrations de coagulant ont été ajoutées à chaque bécher et agitées pendant 3 minutes à 160 rpm. Pendant l'étape de floculation, la vitesse d'agitation a été réduite à 30 rpm pendant 20 minutes. Enfin, lors de l'étape de décantation, toutes les suspensions dans les béchers ont été laissées à décanter naturellement pendant 30 minutes. Après cela, le surnageant a été collecté dans chaque bécher pour effectuer les différentes analyses telles que : la turbidité, le pH, la salinité, la conductivité électrique, la dureté et l'alcalinité totale et la teneur en matière organique oxydable.

La turbidité a été exprimée en pourcentage d'élimination :

$$\checkmark \text{ Réduction de la turbidité(\%)} = \frac{(T_I - T_R) \times 100}{T_I} \quad (4.2)$$

Où T_I et T_R sont respectivement la turbidité initiale et la turbidité résiduelle.

b. Partie B : Optimisation et modélisation de la bio-coagulation en utilisant la méthode de surface de réponse

➤ Origines et caractérisation des eaux brutes étudiées

La caractérisation initiale de l'eau brute étudiée (station de traitement de l'eau potable d'Oued El Athmania, Mila) montre que tous les paramètres sont conformes à la réglementation algérienne de l'eau potable à l'exception de la turbidité (26,4 NTU), qui dépasse la valeur de la norme algérienne (5 NTU). Les valeurs obtenues sont rapportées dans le Tableau (4.6) suivant :

Tableau 4.6 : Caractérisations physico-chimiques de l'eau brute.

Paramètres	Valeurs	Normes Algériennes[67]
pH	7,7	6,5-9
Température (°C)	20,7	25
Turbidité (NTU)	26,4	5
Conductivité (µS/cm)	1244	2800

Salinité (mg/L)	0,7	/
Alcalinité totale (F°)	14,4	20
Dureté totale (F°)	36,4	50
Matière organique oxydable (mg O ₂ /L)	2,9	5
Matières en suspension (mg/L)	12	/

➤ Optimisation et modélisation de la bio-coagulation

Un plan de surface de réponse a été appliqué pour évaluer la turbidité de l'eau potable en fonction de trois paramètres qui sont la dose du bio-coagulant (AV-H₂O, AC-H₂O), le pH et le temps de décantation. Dans cette partie on a utilisé le logiciel de Minitab 18 pour appliquer le plan d'expérience de Box-Behnken (PBB) décrit comme suit :

$$Y_i = B_0 + \sum_{i=1}^k B_i X_i + \sum_{i=1}^k B_{ii} X_i^2 + \sum_{\substack{j=2 \\ i \neq j}}^k B_{ij} X_i X_j \quad (4.3)$$

Avec

Y_i : réponse (la réduction de la turbidité).

K : nombre de facteurs ($K=3$).

β_0 : valeur constante.

$\beta_i, \beta_{ii}, \beta_{ij}$: coefficients du modèle.

X_i : variables (X_1 : Le pH, X_2 : la dose du bio-coagulant et X_3 : le temps de décantation)

Ce plan a nécessité 15 expériences avec 3 points centraux, comme mentionné dans le Tableau (4.7).

Tableau 4.7 : Plan de Box-Behnken (PBB) avec trois facteurs.

Expérience	pH	Dose du bio-coagulant (ml/L)	Temps de décantation (min)
1	6	0,05	40
2	8	0,05	40
3	6	2	40
4	8	2	40
5	6	1,025	20
6	8	1,025	20
7	6	1,025	60
8	8	1,025	60
9	7	0,05	20

10	7	2	20
11	7	0,05	60
12	7	2	60
13	7	1,025	40
14	7	1,025	40
15	7	1,025	40
Min	6	0,05	20
Max	8	2	60
Centre	7	1,025	40

➤ **Jar test**

Le processus de coagulation-floculation-sédimentation a été réalisé à l'aide d'un équipement jar test (Selecta-Flucomatica) pour simuler, modéliser et évaluer la turbidité de l'eau potable en fonction des paramètres considérées précédemment utilisant deux coagulant organiques (AV-H₂O et AC-H₂O). Le jar test a été effectué selon la séquence d'opérations suivante :

- ✓ Remplir les six béchers (500mL) avec de l'eau brute.
- ✓ Fixer le pH selon la matrice des essais (voir Tableau (4.7)).
- ✓ Ajouter la concentration du bio-coagulant (voir Tableau (4.7)).
- ✓ Mélanger rapidement (160 rpm) pendant 3 minutes.
- ✓ Mélanger lentement (30 rpm) pendant 20 minutes.
- ✓ Laissez la suspension se déposer pendant un temps variable entre 20 et 60 minutes (voir Tableau (4.7)).
- ✓ Mesurer la turbidité de l'eau à partir du surnageant des six béchers.
- ✓ Calculer le taux d'efficacité d'élimination de la turbidité de l'eau en utilisant l'équation (4.2).

Dans cette partie, on a mesuré aussi le pH, la conductivité, la salinité, les MES, la quantité des boues produite, l'alcalinité totale, la dureté totale et la matière organique oxydable.

c. Partie C : Etudes des paramètres influençant l'extraction et purifications des protéines de l'Aloe Vera et l'Acorn : application aux traitements des eaux potables et eaux usées industrielles

➤ **Source et caractérisation des eaux brutes étudiées**

Les coagulants en poudre (AV-poudre et AC-poudre) et les protéines extraites de la poudre d'Aloe vera et d'Acorn ont été utilisés pour le traitement des eaux par coagulation. Deux types d'eau brute ont été utilisés :

- ✓ Le premier type d'eau est obtenu directement de la station de traitement d'eau potable d'Oued El Athmania, Mila (36° 27' 1.01" N ; 6° 15' 51.98" E).
- ✓ Le deuxième type est obtenu à partir des eaux usées huileuses, collectées de bassin alimenté par la fraction d'eau retirée par le pétrole brut à travers l'unité de séparation de l'usine de la compagnie pétrolière Sonatrach, Ain Amenas (28° 02' 18" N ; 9° 33' 54" E) opérant dans le sud Algérien (voir Figure (4.8)).



Figure 4.8 : Point d'échantillonnage

Les principales caractéristiques des échantillons d'eau sont reportées dans le Tableau (4.8).

Tableau 4.8 : Qualité des échantillons d'eau

Paramètres	Eau huileuse industrielle	Norme Algérienne[101]	Eau potable	Norme Algérienne[67]
Turbidité (NTU)	187	20	15,7	5
pH	9	6,5-8,5	7,75	6,5-9
Température (°C)	24,8	30	20,2	25
Matière organique (mgO ₂ /L)	17,5	/	2,1	5
MES (mg/L)	969	35	/	/
DCO (mg/L)	784,45	120	/	/
Alcalinité total (F°)	/	/	13,4	50
Salinité (g/L)	/	/	0,6	/
Conductivité (µs/cm)	/	/	782	2800

➤ Les tests expérimentaux appliqués au bio-coagulation

Les tests expérimentaux de coagulation-floculation ont été réalisés à l'aide de jar test (Selecta-Flucomatica). Le test consiste à déterminer la concentration optimale des coagulants en poudres (AV-Poudre et AC-Poudre) et des protéines extraites de l'Aloe vera et de l'Acorn. Une série de 6 béchers de 1000 mL d'eau (eaux destinées à la consommation et eaux usées huileuses) à traiter selon le protocole utilisé dans la partie A.

Dans cette partie, plusieurs paramètres de l'eau ont été déterminés :

- (1) pour l'eau potable on a déterminé le pH, la salinité, la conductivité électrique, la turbidité, l'alcalinité et la matière organique ;
- (2) pour les eaux usées industrielles on a déterminé le pH, la turbidité, la matière organique, les MES et la DCO

Les efficacités d'élimination de la turbidité, de MES et de la DCO ont été calculées à l'aide des formules (4.2), (4.4) et (4.5), respectivement.

$$\checkmark \text{ Réduction des MES(\%)} = \frac{(\text{MES}_I - \text{MES}_R) \times 100}{\text{MES}_I} \quad (4.4)$$

Où MES_I et MES_R sont les MES initiale et les MES résiduelle, respectivement.

$$\checkmark \text{ Réduction de la DCO(\%)} = \frac{(\text{DCO}_I - \text{DCO}_R) \times 100}{\text{DCO}_I} \quad (4.5)$$

Où DCO_I et DCO_R sont les DCO initiale et les DCO résiduelle, respectivement.

d. Partie D : Optimisation et modélisation du processus d'extraction des agents coagulants : Application aux traitements physiques, chimiques et bactériologiques des eaux potables.

➤ Origines et caractérisation des eaux brutes étudiées

Le travail a été entamé par une caractérisation des paramètres physico-chimiques et bactériologiques de l'eau brute de station de potabilisation d'Oued El Athmania (voir Tableau (4.9)).

Tableau 4.9 : Caractérisation physico-chimiques et microbiologiques de l'eau brute

Paramètres	Unité	Valeur	Norme algérienne [67]
pH	/	7,7	6,5-9
Température	°C	20,8	25

Turbidité	NTU	13,2	5
Conductivité	µs/cm	1244	2800
Alcalinité	F°	0	/
Alcalinité totale	F°	12	20
Dureté totale	F°	38	50
Matière organique oxydable	mg d'O ₂ /l	2,9	5
Matière en suspension	mg/l	12	/
Coliformes totaux	CT/100ml	700	00
Coliformes fécaux	CF/100ml	00	00
bactéries anaérobies sulfito-réductrices	ASR /20ml	00	00

➤ **Jar test**

Dans cette étude, la performance du mécanisme de coagulation-floculation a été déterminée à l'aide d'un jar test. Différentes concentrations des agents coagulants (protéines, sucres totaux et polyphénols) extraites à partir de l'Aloe vera et l'Acorn ont été ajoutées à des échantillons de 500 mL d'eaux destinées à la consommation. Les conditions expérimentales de jar test sont présentées dans le Tableau (4.10).

Tableau 4.10 : Les conditions expérimentales

Paramètres	Unité	Valeurs
Vitesse de coagulation	Rpm	160
Temps de coagulation	min	3
Vitesse de floculation	Rpm	30
Temps de floculation	min	20
Temps de décantation	min	30

Après le traitement par les différents agents coagulants (protéines, sucres totaux et polyphénols), plusieurs paramètres ont été mesurés à savoir la turbidité, le pH, la salinité, la conductivité, les matières en suspension, l'alcalinité totale et partielle, la teneur en matière organique, la quantité des boues produites et les coliformes totaux.

Notant que le pourcentage d'élimination de la turbidité, de MES et des coliformes totaux a été calculé à l'aide des équations (4.2), (4.4) et (4.6), respectivement.

$$\checkmark \text{ Réduction de CT(\%)} = \frac{(CT_I - CT_R) \times 100}{CT_I} \quad (4.6)$$

Où CT_I et CT_R sont la quantité des coliformes totaux initiale et résiduelle, respectivement.

Concernant les analyses bactériologiques, il faut stériliser tous les flacons et les matériels utilisés à l'aide d'un autoclave, il est conseillé d'utiliser des flacons en verre (Voir l'annexe c).

e. **Partie E** : Elimination des métaux lourds par bio-coagulation

➤ **Plan d'expérience**

Afin d'obtenir les conditions optimales pour la coagulation, une méthodologie de surface de réponse (MSR) a été utilisée. Grâce à la MSR, une équation polynomiale quadratique a été développée pour prédire la réponse en fonction des variables indépendantes et de leurs interactions [203].

$$Y_i = B_0 + \sum_{i=1}^k B_i X_i + \sum_{i=1}^k B_{ii} X_i^2 + \sum_{\substack{j=2 \\ i \neq j}}^k B_{ij} X_i X_j \quad (4.7)$$

Avec

Y_i : variable de réponse (Réduction du métal).

K : nombre de facteurs ($K=2$).

β_0 : valeur constante.

$\beta_i, \beta_{ii}, \beta_{ij}$: coefficients de régression.

X_i : paramètres étudiés

Dans cette étude, le plan composite central (PCC) a été utilisé comme méthodologie expérimentale en utilisant le logiciel Minitab 18 (Minitab, LLC, State College, Pennsylvania, USA). Selon le PCC avec deux facteurs ($k = 2$) à savoir la dose du coagulant (X_1) et la concentration initiale de chaque métal (X_2), le nombre total d'expériences était de 13. Le Tableau (4.11) montre les niveaux des variables indépendantes qui sont présentés en termes de l'unité de mesure (mg/L) et en valeurs

codées. Ces dernières ont été fixées à cinq niveaux : -1 (minimum), -0,25 (- α), 0 (central), +0,25 (+ α) et +1 (maximum).

Tableau 4.11 : Niveau des facteurs

Valeurs codées	Parameters	
	Dose du coagulant (mg/L)	Concentration initiale du métal C_0 (mg/L)
-1	5	2
-0,25	753,125	376,25
0	1002,5	501
+0,25	1251,875	625,25
+1	2000	1000

➤ **Protocole expérimental du processus de coagulation des métaux lourds**

Afin d'étudier l'effet des coagulants naturels (AV-H₂O, AC-H₂O) sur l'efficacité de l'élimination des ions métalliques, l'eau distillée contaminée avec des concentrations faibles et élevées de certains métaux lourds connus tels que le zinc, le cuivre, le fer et le chrome (VI). Un traitement basé sur un processus physico-chimique (bio-coagulation) a été réalisé à l'aide de jar test (Selecta-Flucomatica). Notant que tous les expériences ont été réalisées à pH neutre (pH=7).

Dans cette étude expérimentale, les étapes suivantes ont été considérées :

- Coagulation avec agitation rapide de 160 rpm pendant 3 minutes pendant lesquelles le bio-coagulant et la concentration connue du métal ont été introduits.
- Flocculation pendant 20 minutes avec une agitation à faible vitesse (30 rpm).
- Décantation pendant 30 minutes.
- Mesurer la concentration de métaux lourds par le spectrophotomètre d'absorption atomique (SAA) de tous les surnageant des béchers, chaque échantillon a été dilué avant d'être analysé par SAA. Le Tableau (4.12) montre les différentes doses de bio-coagulant (AV-H₂O, AC-H₂O) prises avec les différentes concentrations des métaux lourds.
- Calculer le pourcentage de réduction des métaux lourds (R) en utilisant l'équation (4.8).

$$R\% = \frac{(\text{concentration initiale} - \text{concentration résiduelle}) \times 100}{\text{concentration initiale}} \quad (4.8)$$

Tableau 4.12 : Plan d'expérience en valeurs réelles

Expérience	Dose du coagulant (mg/L)	Concentration initiale du métal C_0 (mg/L)
1	5	2
2	2000	2
3	5	1000
4	2000	1000
5	753,125	501
6	1251,875	501
7	1002,5	376,25
8	1002,5	625,25
9	1002,5	501
10	1002,5	501
11	1002,5	501
12	1002,5	501
13	1002,5	501

Le Tableau (4.12) montre la matrice du PCC avec 13 essais, où les quatre derniers sont des répliquas du point central.

4.7. Pilote de coagulation –floculation- décantation

Les résultats de jar test de la partie B ont été appliqués sur le pilote de coagulation – floculation- décantation.

4.7.1. Principe de fonctionnement du pilote

Le pilote de coagulation-floculation-décantation permet d'étudier trois types de traitements : (1) la coagulation-floculation ; (2) la décantation ; (3) coagulation-floculation- décantation. La Figure (4.9) ci-dessous montre les différents compartiments qui composent le pilote de coagulation, floculation et décantation.



Figure 4.9 : Pilote de coagulation -floculation -décantation (Modèle : PIGNAT,TPC/3000, code : N° 215 02 019,France))

- (a) Bac d'alimentation
- (b) Alimentation avec un débit (60-600L/Hr)
- (c) Bassin de coagulation (5L)
- (d) Bassin de floculation (40L)
- (e) Bassin de décantation (100L)
- (f) Recirculation des boues avec un débit (60-600L/Hr)
- (g) Stockage du coagulant (20L)
- (h) Stockage du floculant (20L)
- (i) Stockage de la solution de tampon (acide ou base) (20L)
- (j) Agitateur du bassin de coagulation (50-500 rpm)
- (k) Agitateur du bassin de floculation (50-500 rpm)
- (l) Pompe doseuse d'injection de coagulant avec un débit variable
- (m) Pompe doseuse d'injection de floculant avec un débit variable
- (n) Pompe doseuse d'injection de solution tampon (acide ou base) avec un débit variable
- (o) Pompe Recirculation des boues

(p) Bassin de clarification et prise d'échantillon

(q) Vidange du bassin de décantation

(r) Régulation du pH.

L'eau brute de la station de potabilisation d'Oued EL Athmania, Mila est conservée dans un bac d'alimentation sous agitation permanente grâce à une pompe centrifuge immergée (voir Figure (4.10)), puis alimentée pour subir un traitement utilisant un débitmètre mètre et une vanne de réglage dans le réacteur par une pompe centrifuge immergée.

La solution coagulante a été stockée dans un réservoir spécial d'une capacité de 20 litres puis acheminée vers le réacteur R_1 par une pompe péristaltique.

On a maintenu le réacteur R_1 sous agitation constante à l'aide d'un agitateur à hélice à vitesse variable (200 rpm). La vitesse de floculation du réacteur R_2 est de 50 rpm.

La décantation se fait de manière classique.



Figure 4.10 : Bac d'alimentation

4.7.2. Application des résultats de jar test de la partie B sur le pilote

Les essais sur le pilote de la coagulation-floculations ont été réalisées pour les bio-coagulants qui montrent une efficacité remarquable lors de la réalisation de jar tests.

Dans ce projet, les deux coagulants organiques AV-H₂O et AC-H₂O ont été considérées comme coagulants naturels commerciales et applicables aux stations de traitement ainsi au pilote car ce traitement montre une efficacité remarquable après les expériences de jar test (turbidité inférieur à 5 NTU).

A l'aide de notre pilote de coagulation floculation décantation le travail est désormais sur un volume ($V_{al}=150L$) d'eau brute pour chaque coagulant avec un débit d'alimentation ($Q_{al} = 150L/hr$). Pour l'injection du coagulant, on a disposé une pompe à débit variable. Le temps de séjours (t) de pilote est calculé par l'équation suivante :

$$t = \frac{V_{al}}{Q_{al}} \quad (4.9)$$

$$t = \frac{150}{150} = 1 \text{ hr.}$$

Pour que le pilote fonctionne dans des conditions optimales, Il faut déterminer le débit d'alimentation de chaque coagulant (Q_{AV} et Q_{AC}) à partir des doses obtenus dans la partie d'optimisation sur le jar test.

a. Application sur le pilote utilisant l'Acorn comme coagulant

La dose optimale du coagulant (AC-H₂O) et le volume de HCl (1 mol/L) pour ajuster le pH (pH=7) est de 0,05 ml /L et 3,6 mL, respectivement.

$$V_{AC} = 0,05V_{al} = 7,5 \text{ mL}$$

$$V_{HCl} = 3,6 V_{al} = 0,54 \text{ L}$$

Avec une dilution de (1/400) en obtient un volume total du coagulant $V_{AC} = 3\text{L}$. De plus une dilution de 4 fois pour l'acide (HCl) donne 2,16L.

$$\text{Donc : } Q_{AC} = \frac{V_{AC}}{t} = \frac{3}{1} = 3\text{L/hr} \quad (4.10)$$

$$Q_{HCl} = \frac{V_{HCl}}{t} = \frac{2,16}{1} = 2,16\text{L/hr} \quad (4.11)$$

b. Application au pilote utilisant l'Aloe Vera comme coagulant

D'après le jar test, le volume de NaOH (1mol/L) est de 1mL pour 1litre d'eau ainsi que la dose optimale de l'Aloe vera est de 1,025 ml/L.

Pour 150 litre d'eau brute, il faut préparer 153,025 mL du coagulant et 150 mL de NaOH

Après une dilution de 20 fois des deux solutions, on obtient : $V_{AV} = 3,0605 \text{ L}$, $V_{NaOH} = 3\text{L}$.

Selon des équations (4.12) et (4.13), on trouve :

$$Q_{AV} = \frac{V_{AV}}{t} = \frac{3,0605}{1} = 3,0605\text{L/hr} \quad (4.12)$$

$$Q_{NaOH} = \frac{V_{NaOH}}{t} = \frac{3}{1} = 3\text{L/hr} \quad (4.13)$$

Après avoir effectué tous les calculs des différents débits on met le pilote en marche et on suit l'évolution de la turbidité et d'autre paramètre de l'eau en fonction du temps de décantation.

CHAPITRE V
RESULTATS ET DISCUSSIONS

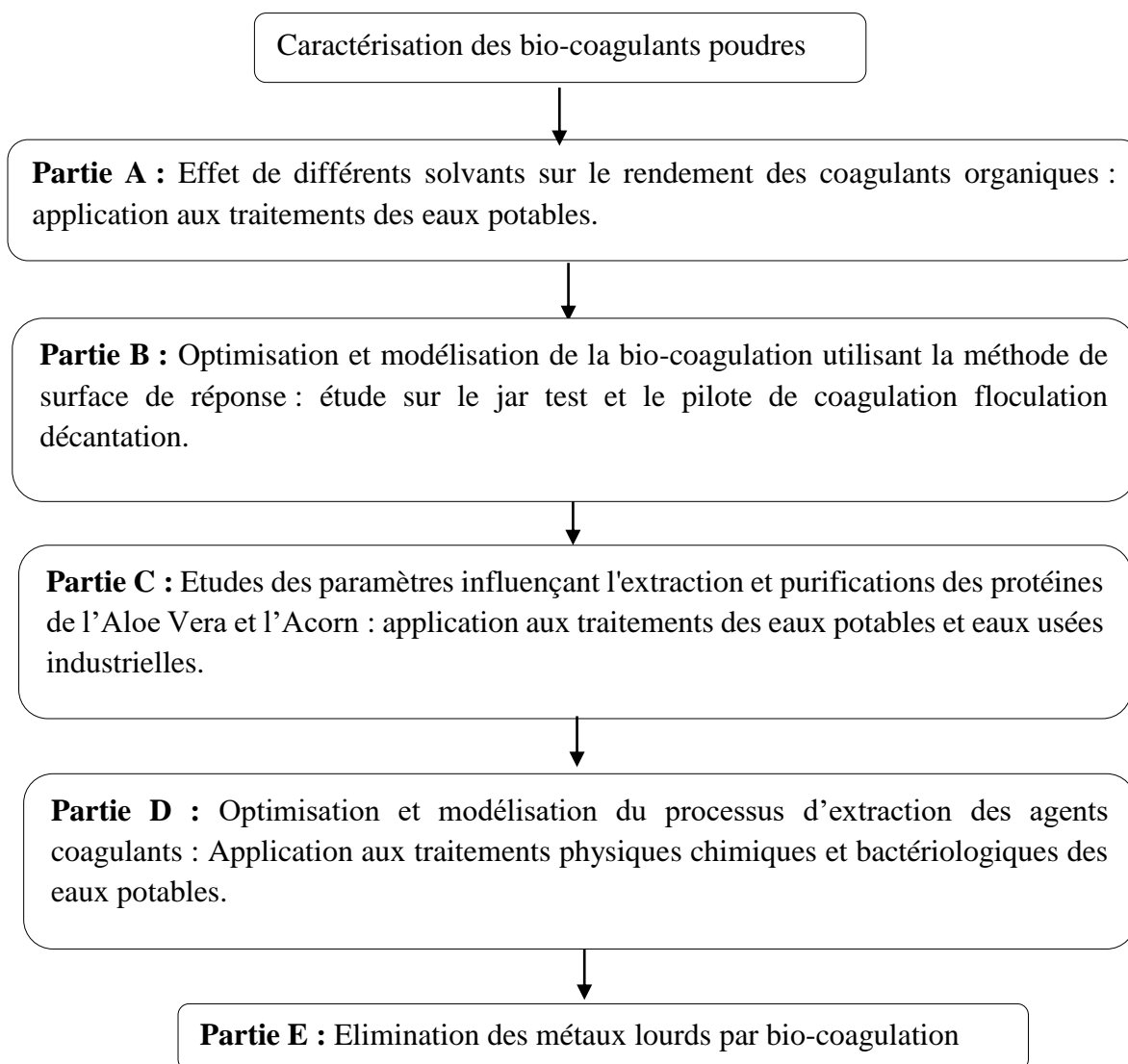
CHAPITRE V

RESULTATS ET DISCUSSIONS

5.1. Introduction

Dans ce chapitre seront présentés les résultats expérimentaux obtenus ainsi que leur discussion. En effet, comme mentionné auparavant, le programme expérimental réalisé a considéré l'étude expérimentale de la bio-coagulation lors de l'utilisation de deux coagulants organiques (Aloe vera et Acorn).

Ces résultats seront présentés comme indiqué dans le diagramme suivant :



5.2. Caractérisation des bio-coagulants poudres

5.2.1. Spectrophotométrie infrarouge à transformée de Fourier

Le spectre infrarouge de l'Aloe Vera et de l'Acorn a été obtenu dans la plage de longueur d'onde comprise entre 4000 et 500 cm^{-1} avec un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier.

Les Figures (5.1) et (5.2) montrent les spectres infrarouges de l'Aloe Vera et de l'Acorn, respectivement.

Les groupes fonctionnels actifs de l'Aloe Vera et l'Acorn sont présentés dans le Tableau (5.1).

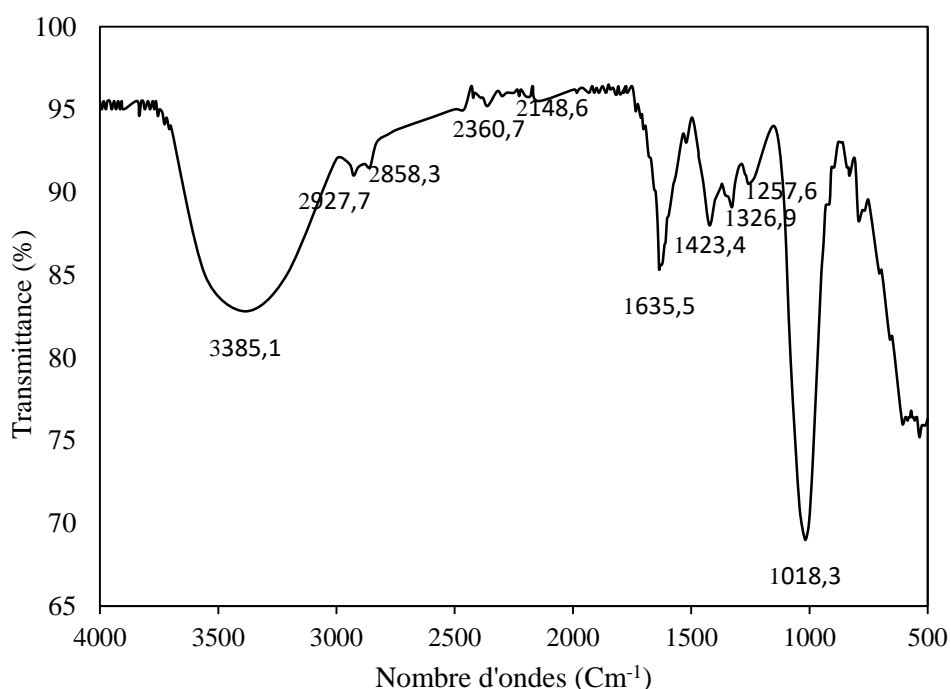


Figure 5.1 : Spectre infrarouge de l'Aloe Vera

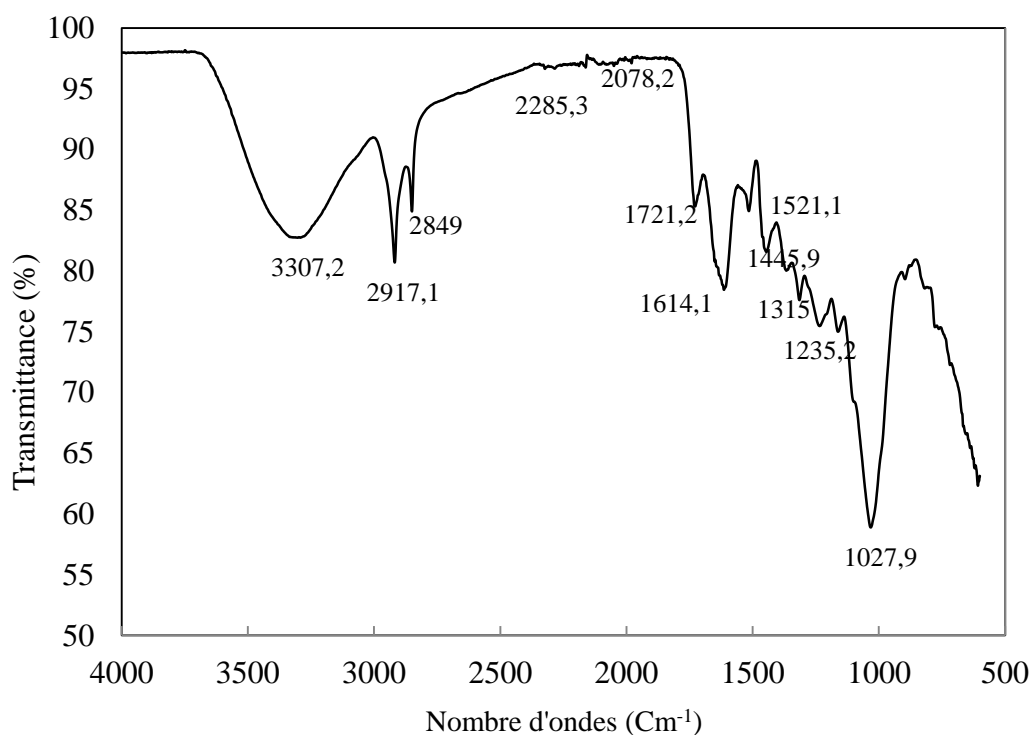


Figure 5.2 : Spectre infrarouge de l'Acorn.

Tableau 5.1 : Groupes fonctionnels actifs dans l'Aloe Vera et l'Acorn

Nombre d'ondes (cm ⁻¹)		Groupes fonctionnels actifs	Référence
Aloe Vera	Acorn		
3385,1	3307,2	Groupe Hydroxyl OH	[204–206]
2927,7	2917,1	Etirement asymétrique (CH ₂)	[15,207,208]
2858,3	2849,0	Etirement asymétrique (CH ₂)	[207,209]
2360,7	2258,3	C≡N	[2,141]
2148,6	2078,2	C≡C	[2,141]
/	1721,2	la fonction C=O des groupes esters	[44]
1635,5	1614,1	La fonction carbonyle C=O (amides primaire)	[144,210]
/	1521,1	C=C	[2]
1423,4	1445,9	CH ₃ amines aromatiques primaires	[144,210]
1326,9	1315	Groupe C-N ,amine primaire aromatique	[56,82,211]
1257,6	1235,2	stretch acide carboxylique COO	[211]
1018,3	1027,9	CO group	[144,212]

Les spectres infrarouges des feuilles d'Aloe vera et de l'Acorn (Figures 5.1 et 5.2) ainsi que les groupes fonctionnels actifs (tableau 5.1) confirment la présence de groupes fonctionnels

typiques des agents actifs responsables de la coagulation à savoir les groupes fonctionnels des protéines, des sucres totaux et des polyphénols à titre exemple , la fonction C=O des groupes esters à $1721,2 \text{ cm}^{-1}$ confirme la présence de protéines selon Padhiyar et al, [44]. Inversement, Magalhaes et al ont rapporté que la présence de protéines était également observée à $1635,5 \text{ cm}^{-1}$ et $1614,1 \text{ cm}^{-1}$ [213].

Au cours du processus de coagulation-floculation utilisant les deux bio-coagulants, les groupes fonctionnels (carboxyles, amides et esters) sont responsables de la déstabilisation des particules colloïdales et de la floculation, ainsi que de l'élimination de divers polluants organiques et inorganiques [68,138].

5.2.2. Analyse de diffraction des rayons X (DRX)

Une analyse aux rayons X (DRX) a été réalisée pour examiner les phases cristallines des bio-coagulants. Les phases possibles sont au nombre de trois, comme suit : amorphe, cristalline et semi-cristalline, selon la nature du matériau[214].

La Figure (5.3) montre les courbes de DRX pour les feuilles de l'Acorn et l'Aloe vera. Les feuilles de l'Acorn et l'Aloe vera présentent un pourcentage de cristallinité de 29,46% et 38%, respectivement.

Les pics entre 15 et 40 degrés pourraient être représentatifs de diverses substances telles que les lipides, les protéines, les sucres totaux,...etc[150,215]. Ces substances sont capables de dégrader divers polluants présents dans l'eau potable, les eaux usées et les eaux industrielles, tels que les polluants physiques (turbidité et MES), les polluants organiques (DCO, DBO₅, matière organique), les polluants biologiques (coliformes totaux) en utilisant un processus de coagulation floculation [215].

Des composants actifs similaires ont été trouvés dans d'autres coagulants naturels comme le *Moringa Oleifera* [150].

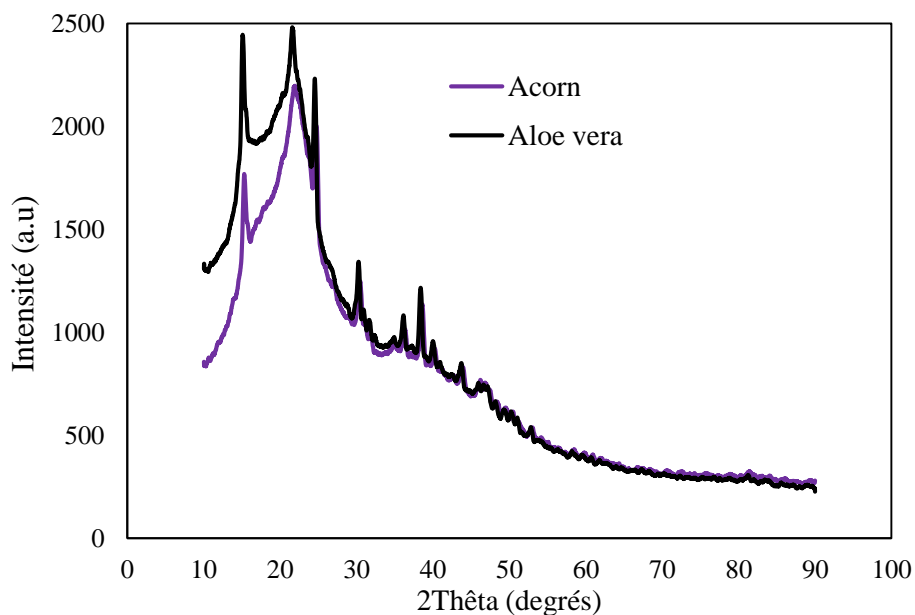


Figure 5.3 : les courbes DRX pour les feuilles de l'Acorn et l'Aloe vera.

5.2.3. Analyse de MEB

La Figure (5.4) montre la morphologie de surface des bio-coagulants et souligne qu'ils sont caractérisés par une nature hétérogène. Cette structure favorise le processus de coagulation, grâce à la présence de groupes fonctionnels tels que les amines, les amides et les acides carboxyliques[44]. La présence d'une structure fibreuse favorise l'adsorption et le pontage des polluants présents dans les eaux [216].

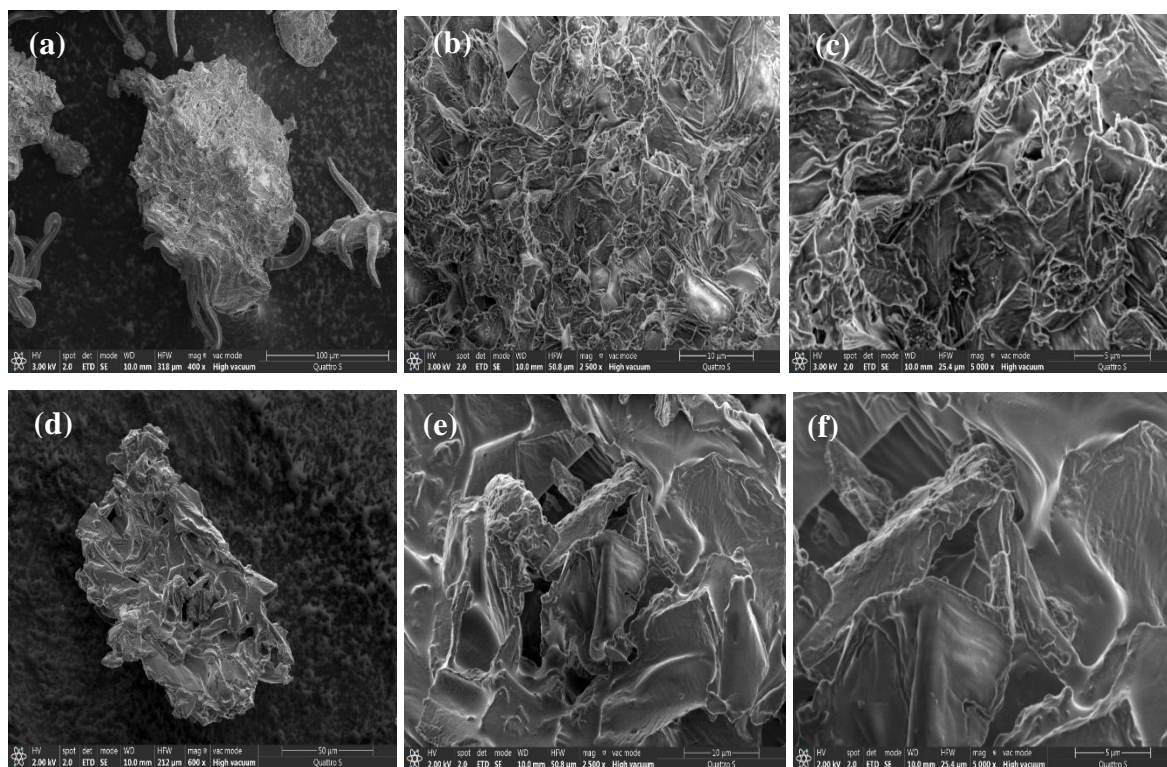


Figure 5.4 : Analyse de MEB de feuilles d'Acorn (a,b,c) d'Aloe vera (d,e,f).

5.2.4. Potentiel zêta

Le pH_{pcz} est un paramètre très important pour la caractérisation des biomatériaux car il permet de connaître la charge de surface d'un matériau en fonction du pH, le pH_{pcz} est un bon indicateur des propriétés chimiques et électroniques des groupes fonctionnels de surface. [217]. Le pH est l'un des paramètres cruciaux bien connus pour comprendre le procédé de coagulation. Les surfaces des matériaux sont principalement chargées positivement si le pH de coagulation est inférieur au pH_{pcz} et chargées négativement s'il est supérieur à cette valeur. Par conséquent, la coagulation des différents polluants (par exemple les métaux lourds) peut dépendre de manière significative du pH de l'eau [218–220].

Les tracés pH_{pcz} des poudres d'Aloe vera et d'Acorn sont présentés dans la Figure (5.5). Les valeurs de pH_{pcz} ont été montrées entre 4-5 et 5-6 pour l'Acorn et l'Aloe Vera, respectivement. Ceci indique clairement que lorsque le pH de l'eau $>pH_{pcz}$, la coagulation des ions positifs (comme le zinc, le fer, le cuivre, ... etc) est favorable [44], ceci confirme la charge de surface était négative, les principaux mécanismes directeurs sont supposés être l'adsorption et le pontage des particules [221].

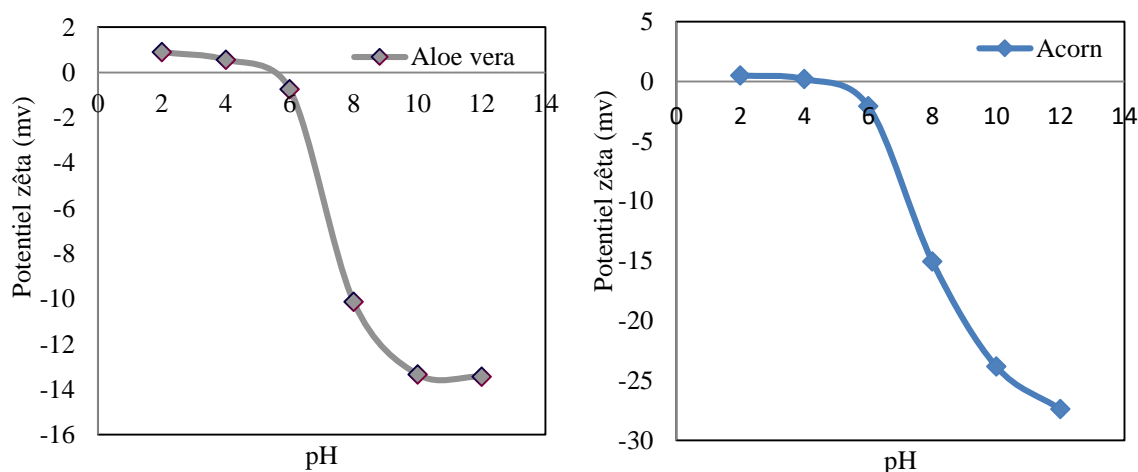


Figure 5.5 : Potentiel zêta de l'Aloe vera et l'Acorn.

5.3. Effet de différents solvants sur le rendement des coagulants organiques : application aux traitements des eaux potables

Dans cette sous-section, les résultats concernant l'effet de feuilles d'Aloe vera et d'Acorn comme poudre et comme agent coagulant extrait avec différents solvants sur les paramètres de qualité de l'eau potable sont présentés et discutés.

5.3.1. Effet de la dose du bio-coagulant sur l'élimination de la turbidité pour différents solvants.

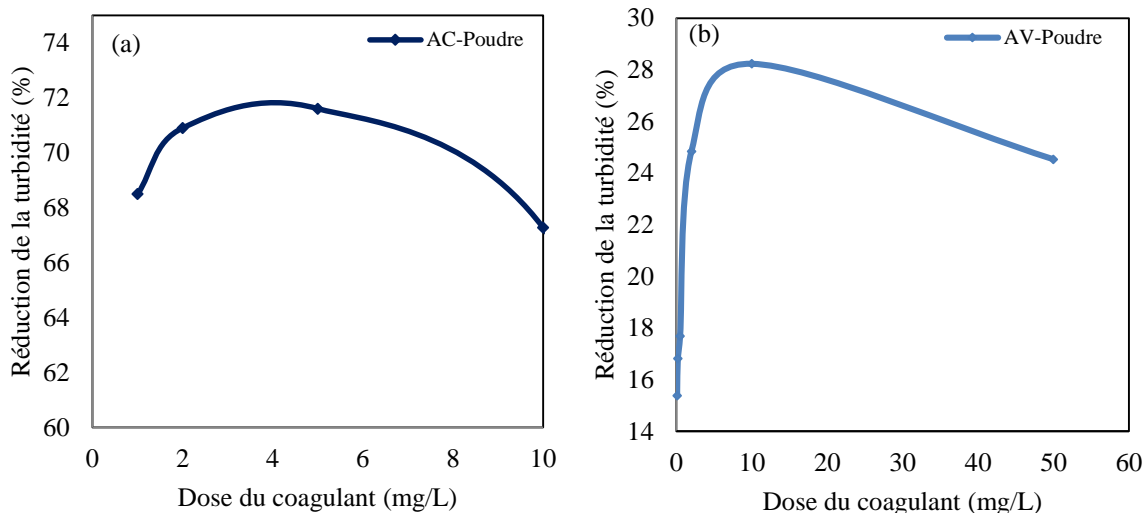


Figure 5.6 : Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC en poudre ; (b) AV en poudre.

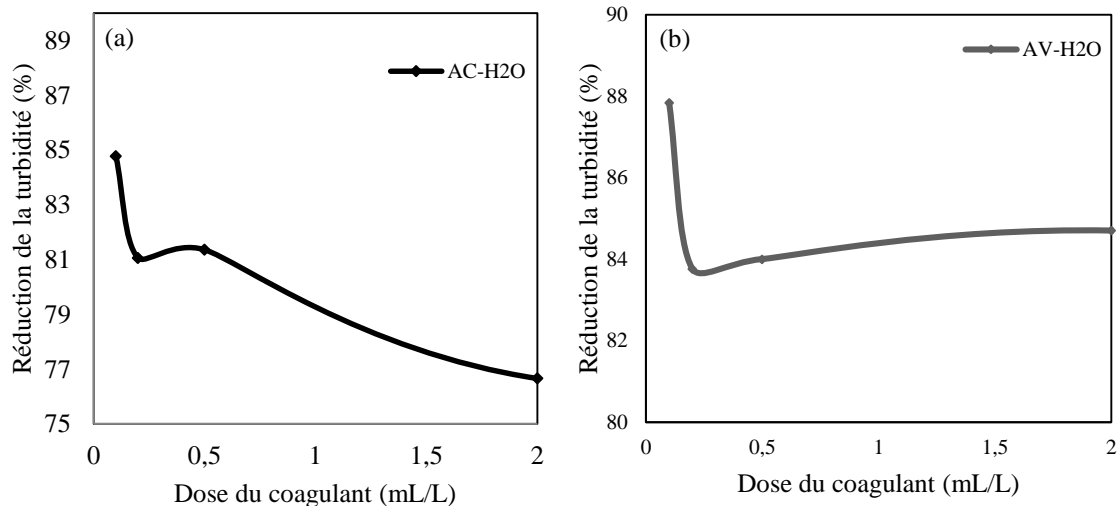


Figure 5.7 : Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-H₂O ; (b) AV-H₂O.

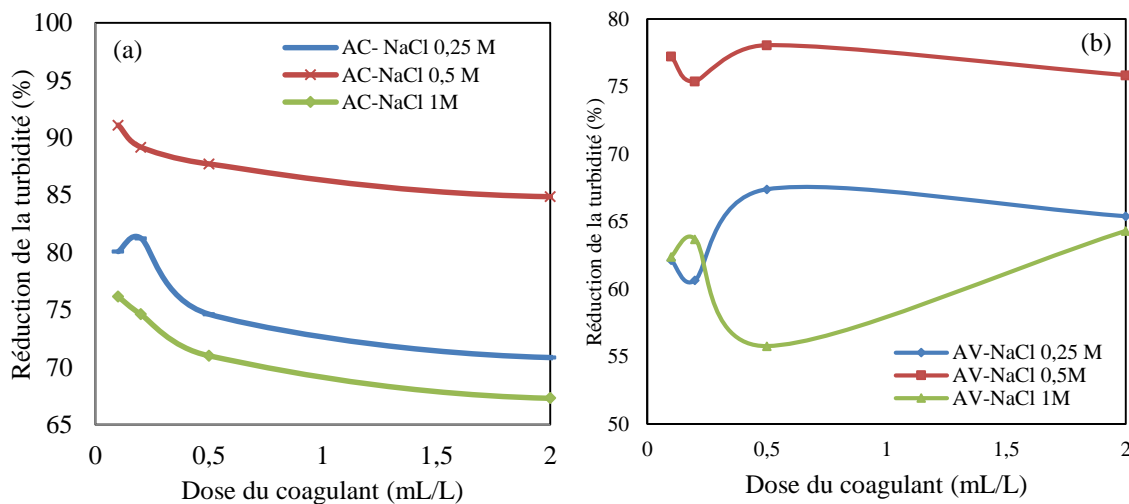


Figure 5.8 : Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-NaCl; (b) AV-NaCl.

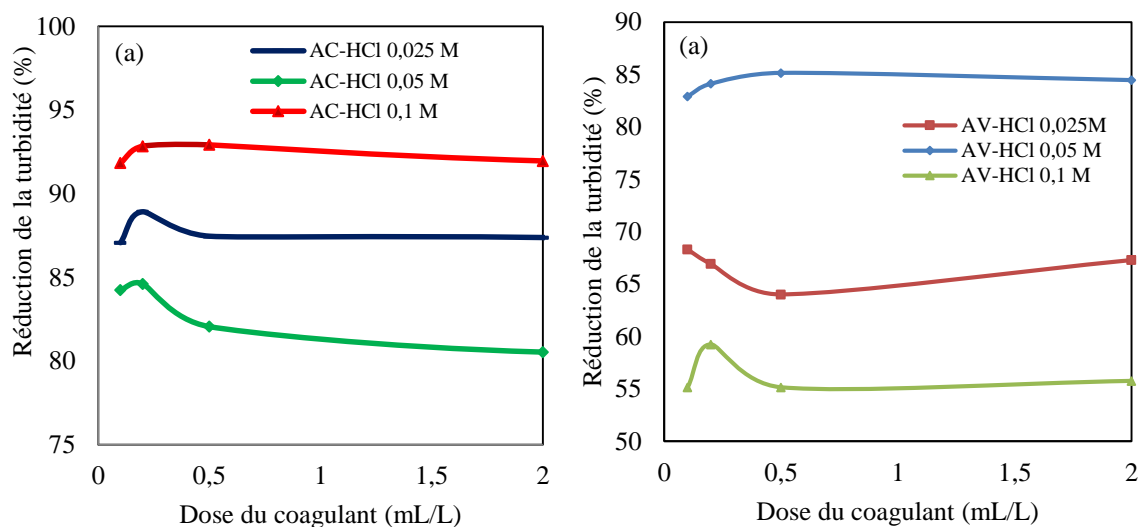


Figure 5.9: Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-HCl ; (b) AV-HCl.

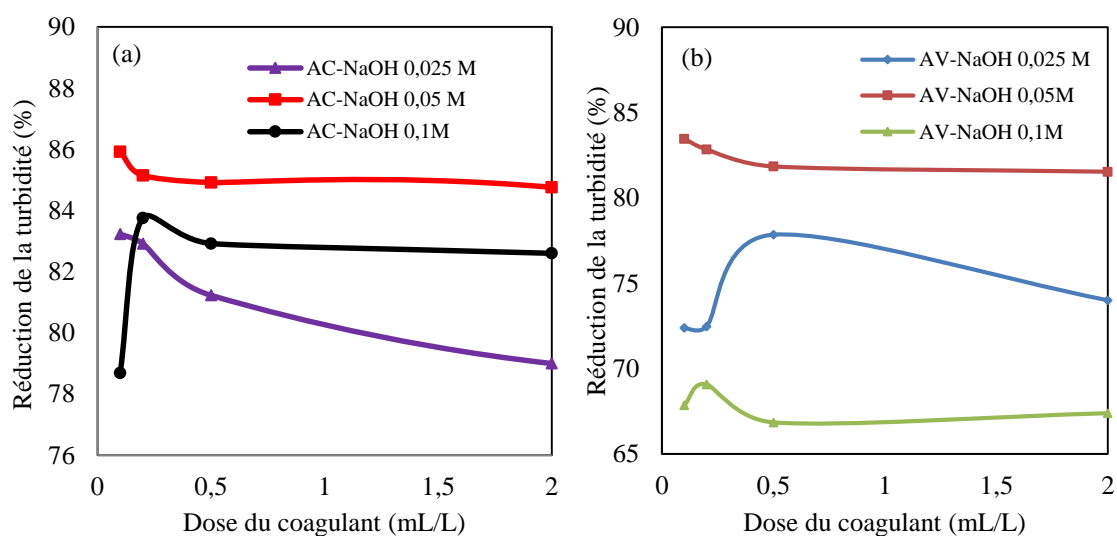


Figure 5.10 : Effet de la dose du coagulant sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-NaOH; (b) AV-NaOH.

Les Figures (5.6.a), (5.6.b), (5.7.a) et (5.7.b) montrent l'effet du coagulant AC-poudre, AV-poudre, AC-H₂O et AV-H₂O sur l'efficacité de l'élimination de la turbidité : L'efficacité la plus élevée était de 71,6%, 28,23%, 84,77% et 87,84% pour AC-poudre, AV-poudre, AC-H₂O et AV-H₂O, respectivement. Cette différence entre la poudre coagulante et l'agent coagulant extrait avec de l'eau distillée peut être expliquée en considérant la plus grande

mobilité et accessibilité de l'agent liquide par rapport à l'agent solide pour rencontrer les colloïdes.

Les Figures (5.8.a) et (5.8.b) montrent les effets du coagulant extrait avec des solutions de NaCl à différentes concentrations (0,25, 0,5 et 1 M) sur l'efficacité de l'élimination de la turbidité en fonction de la dose du bio-coagulant.

L'efficacité de l'élimination de la turbidité a augmenté lorsque la concentration de NaCl est passée de 0,25 M à 0,5 M. Ce résultat est lié à deux phénomènes, le premier est connu sous le nom de relargage (augmentation du pouvoir de solvation) [160], en ce sens qu'à des concentrations plus élevées de NaCl, une plus grande quantité d'agent coagulant est extraite des feuilles d'Acorn et d'Aloe vera et donc dissoute dans la solution du solvant d'extraction [1]. L'agent coagulant étant une protéine, lorsque la concentration en sel augmente, la solubilité de l'agent coagulant et donc sa concentration dans la solution augmentent également. Le deuxième phénomène est l'effet du sel (c'est-à-dire la force ionique) sur l'agrégation des particules [2,80,157] ; dans ce cas, une augmentation de la concentration en sel a conduit à une agrégation intense des particules en raison de la compression de la double couche. De plus, selon les Figures (5.8.a) et (5.8.b) au-delà de la concentration de 0,5 M de NaCl, l'efficacité d'élimination de la turbidité a diminué. Ceci peut être expliqué par deux approches : la première est la conséquence de "l'effet de relargage de sorte" par lequel la solubilité des protéines diminue avec la concentration en sel [2,80,157]. La seconde est le résultat de l'effet d'hydratation qui se produit lorsque la concentration est significativement élevée (c'est-à-dire 1 M NaCl) [222].

La valeur maximale de l'efficacité d'élimination de la turbidité (91,07% et 78,07%) a été obtenue pour l'agent coagulant AC-NaCl (0,5 M) et AV-NaCl (0,5 M), respectivement.

La Figure 5.9.a,b montre l'efficacité d'élimination de la turbidité obtenue avec le coagulant extrait des feuilles d'Acorn et d'Aloe vera avec des solutions de HCl à différentes concentrations (0,025, 0,05 et 0,1 M). Dans ce cas, l'élimination maximale de la turbidité était de 92,92% et 85,15% après le traitement par le coagulant : AC-HCl (0,1 M) et AV-HCl (0,05 M), respectivement.

Les Figures (5.10.a) et (5.10.b) montrent l'efficacité d'élimination de la turbidité pour les coagulants extraits des feuilles d'Acorn et d'Aloe vera en utilisant des solutions de NaOH (0,025, 0,05 et 0,1 M). Les extraits de l'Aloe vera et l'Acorn ont améliorés la qualité de l'eau en utilisant les constituants bioactifs de ces plantes qui ont donné 83,23%, 77,84%, 85,92%, 83,46%, 83,76% et 69,07% d'élimination de la turbidité pour le coagulant AC-NaOH 0,025

M, AV-NaOH 0,025 M, AC NaOH 0,05 M, AV-NaOH 0,05 M, AC-NaOH 0,1 M et AV-NaOH 0,1 M respectivement.

Dans cette étude, la concentration de NaOH de 0,05 M peut être considérée comme la concentration optimale utilisée pour l'extraction des composants actifs de l'Aloe Vera et l'Acorn afin d'améliorer la performance du processus de coagulation-floculation [80]. La diminution de l'élimination de la turbidité pour le coagulant AV-0,1 M NaOH et AC-0,1 M NaOH est due à la dénaturation de certains composants actifs qui sont responsable la coagulation et donc cela réduit la solubilité du coagulant (Aloe Vera et Acorn) [2,80].

Plusieurs articles de la littérature internationale ont confirmé l'effet positif des bio-coagulants sur la réduction de la turbidité de l'eau lorsqu'ils sont ajoutés sous forme de poudre ou d'extrait[15,150].

Une étude, menée par Gandiwa et al [77], a montré que l'utilisation de Moringa Oleifera et de Cactus Opuntia comme bio-coagulant sont amélioré la qualité de l'eau. Les auteurs ont démontré que la turbidité de l'eau a été réduite à 3,2 et 3 NTU respectivement, à partir de la valeur initiale de 29 NTU.

5.3.2. Effet de la dose du bio-coagulant sur le pH

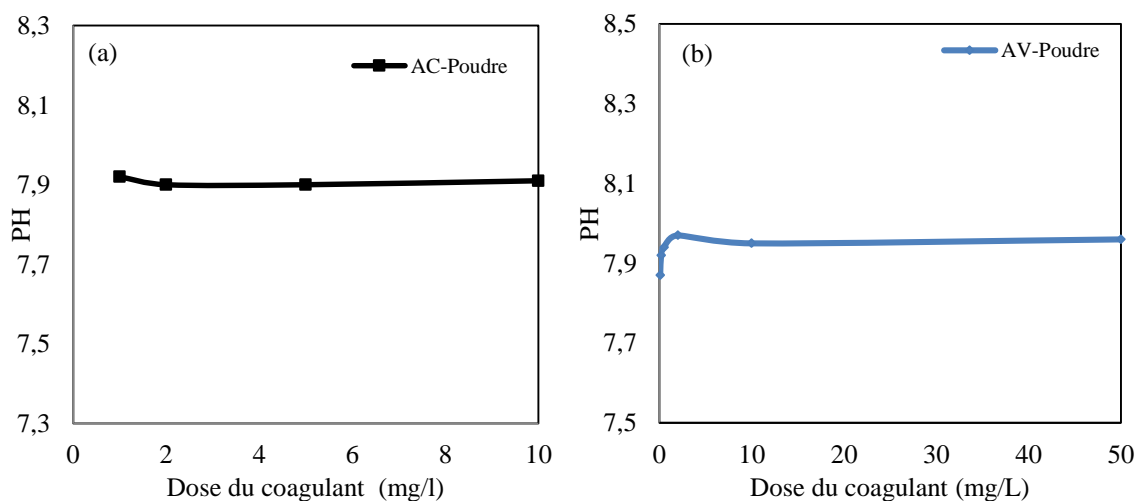


Figure 5.11 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC en poudre ; (b) AV en poudre.

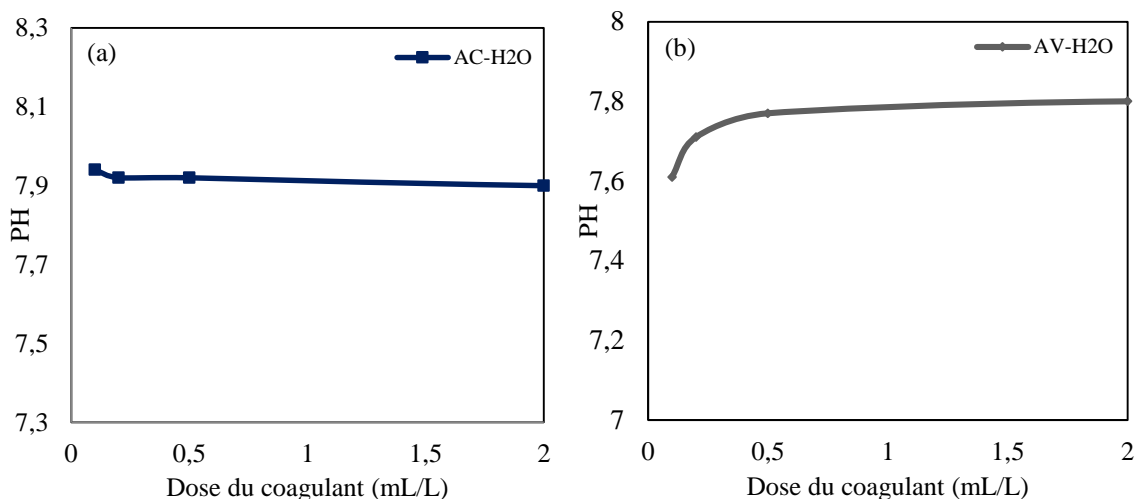


Figure 5.12 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC-H₂O ;
(b) AV-H₂O.

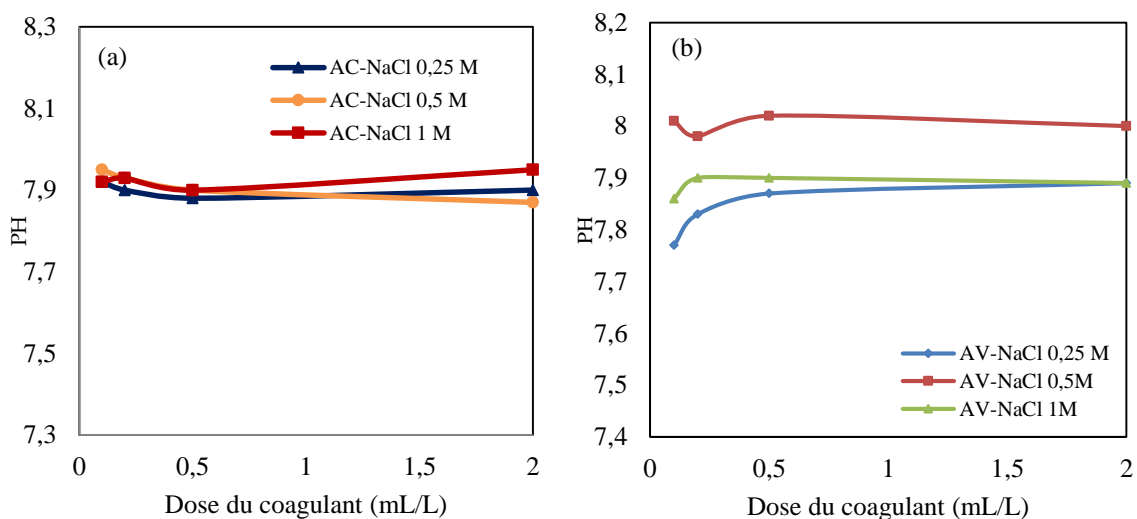


Figure 5.13 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC-NaCl ;
(b) AV-NaCl.

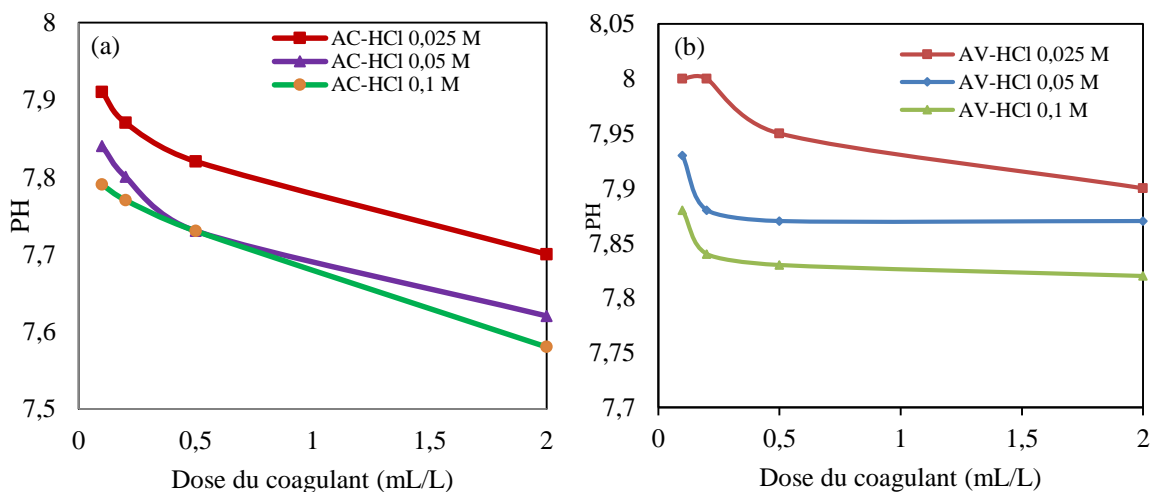


Figure 5.14 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC-HCl ;
(b) AV-HCl.

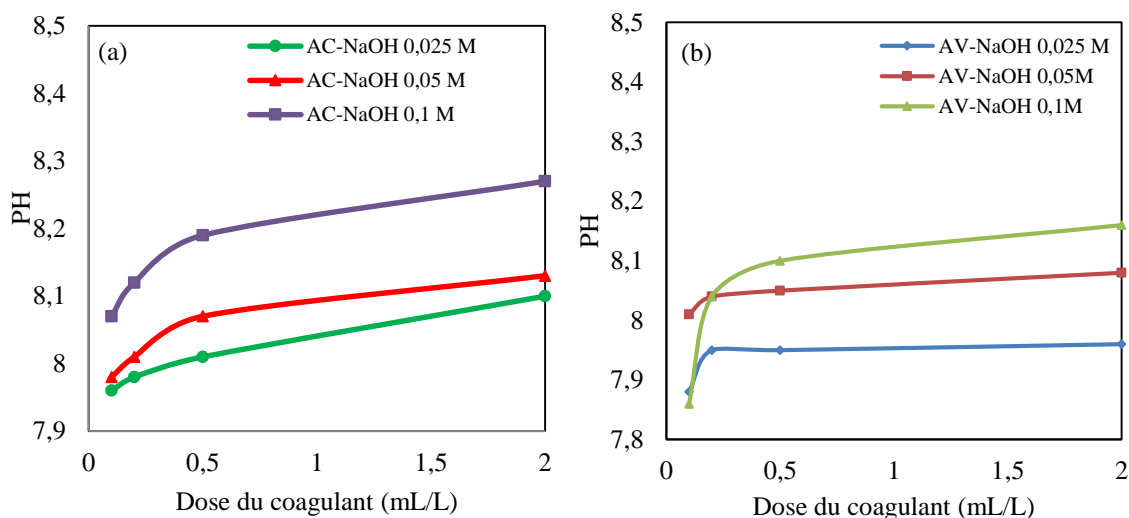


Figure 5.15 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau en utilisant : (a) AC-NaOH;
(b) AV-NaOH.

Les Figure (5.11), (5.12) et (5.13) montrent que les coagulants pour les essais, AC-poudre, AV-poudre, AC-H₂O et AV-H₂O, AC-NaCl (0,25 M, 0,5 M et 1 M) et AV-NaCl (0,25 M, 0,5 M et 1 M), affectent légèrement le pH de l'eau brute, ce qui peut être expliqué par la nature du solvant utilisé, ainsi que la nature organique du bio-coagulant [2].

La figure (5.14) confirme que lorsqu'une solution de HCl est utilisée comme solvant, en augmentant le dosage du coagulant, le pH de l'eau brute diminue jusqu'à un minimum (7,58), la diminution du pH étant liée à la libération de H⁺. D'autre part, le pH augmente proportionnellement au dosage du coagulant obtenu à partir de feuilles d'Acorn et d'Aloe vera avec des solutions de NaOH (voir Figure (5.15)). L'augmentation du pH s'explique par la nature du solvant utilisé (NaOH) qui provoque une libération de l'hydroxyde (OH⁻).

5.3.3. Effet de la dose du bio-coagulant sur la salinité, la conductivité, l'alcalinité totale, la dureté totale et la matière organique oxydable

Afin de voir l'effet de l'utilisation de coagulants préparés sur les valeurs de certains paramètres physico-chimiques de la qualité de l'eau, des mesures de la salinité, de la conductivité, de l'alcalinité totale (TAC), de la dureté totale (TH), ainsi que de la teneur en matière organique (MO) de l'eau traitée ont été effectuées. Les valeurs sont présentées dans

les Tableaux (5.2) et (5.3). On peut noter que seules les valeurs de ses paramètres correspondant aux dosages optimaux de coagulants ont été considérées.

Tableau 5.2 : Caractéristiques de l'eau brute et traitée pour la dose optimale de chaque coagulant utilisé (AC-poudre, AC-H₂O, AC-NaCl, AC-HCl et AC-NaOH).

	Dose optimale	Turbidité (NTU)	TAC (F°)	TH (F°)	MO (mg O ₂ /L)	Conductivité (µs/cm)	Salinité
Eau brute	0,0	13,0	16	34,6	2,1	1244	0,7
AC-poudre (mg/L)	5,0	3,69	16,1	34,4	3,8	1244	0,7
AC-H ₂ O (mL/L)	0,1	1,97	16,2	34,4	2,2	1246	0,7
AC-NaCl 0,25 M (mL/L)	0,2	2,44	16,2	34,4	2,1	1260	0,7
AC-NaCl 0,5 M (mL/L)	0,1	1,16	16,3	34,8	2,0	1260	0,7
AC-NaCl 1 M (mL/L)	0,1	3,10	16,3	34,8	2,4	1269	0,7
AC-HCl 0,025 M (mL/L)	0,2	1,44	15,4	34,2	2,8	1264	0,7
AC-HCl 0,05 M (mL/L)	0,2	2,00	15,0	31,8	2,8	1272	0,7
AC-HCl 0,1 M (mL/L)	0,5	0,92	13,4	30,0	3,0	1280	0,7
AC-NaOH 0,025 M (mL/L)	0,1	2,18	16,4	35,2	1,7	1264	0,7
AC-NaOH 0,05 M (mL/L)	0,1	1,83	16,6	35,8	2,3	1267	0,7
AC-NaOH 0,1 M (mL/L)	0,2	2,11	17,0	37,0	3,0	1274	0,7

Tableau 5.3 : Caractéristiques de l'eau brute et traitée pour la dose optimale de chaque coagulant utilisé (AV-poudre, AV-H₂O, AV-NaCl, AV-HCl et AV-NaOH).

	Dose optimale	Turbidité (NTU)	TAC (F°)	TH (F°)	MO (mg O ₂ /L)	Conductivité (µs/cm)	Salinité
Eau brute	0,0	13,0	16	34,6	2,1	1244	0,7
AV-poudre (mg/L)	10,0	9,33	16,4	34,5	3,4	1274	0,7
AV-H ₂ O (mL/L)	0,1	1,58	17,6	34,5	2,3	1288	0,7
AV-NaCl 0,25 M (mL/L)	0,5	4,24	14	34,6	2,5	1289	0,7
AV-NaCl 0,5 M (mL/L)	0,5	2,85	14,8	34,6	2,5	1297	0,7
AV-NaCl 1 M (mL/L)	0,2	4,72	15,2	34,6	2,7	1310	0,7
AV-HCl 0,025 M (mL/L)	0,1	4,12	16,8	34,3	2,4	1288	0,7

AV-HCl 0,05 M (mL/L)	0,5	1,93	17,6	31,0	2,6	1295	0,7
AV-HCl 0,1 M (mL/L)	0,2	5,3	17,2	30,4	2,3	1288	0,7
AV-NaOH 0,025 M (mL/L)	0,5	2,88	16,8	35,4	3,2	1288	0,7
AV-NaOH 0,05 M (mL/L)	0,1	2,15	16,4	35,4	2,8	1300	0,7
AV-NaOH 0,1 M (mL/L)	0,2	4,02	17,2	37,2	2,4	1315	0,7

*NB: 1 °F = 10 mg CaCO₃/L

En ce qui concerne la conductivité électrique, elle varie en fonction de la présence d'ions, de leur concentration, de leur mobilité et de la nature du milieu. La conductivité électrique est un indicateur général de la quantité de solides dissous dans l'eau ; plus la conductivité électrique est élevée, plus la quantité de minéraux dissous dans l'eau est importante. Ainsi, selon les Tableaux (5.3) et (5.4), il faut noter (dans le cas du coagulant extrait avec des solutions de NaCl, HCl et NaOH) que l'augmentation du dosage dans la solution d'extraction augmente la valeur de la conductivité électrique.

A partir des Tableaux (5.3) et (5.4), il est évident que la variation de l'alcalinité totale n'est pas en fonction de la dose ajoutée des différents coagulants considérés. Les tableaux montrent clairement que les différents coagulants considérés n'ont pas un effet remarquable sur l'alcalinité totale, à l'exception des cas du NaOH et du HCl.

Lors de l'utilisation du solvant NaOH, l'augmentation de l'alcalinité totale est due à la libération de OH⁻, alors que la diminution de l'alcalinité totale avec la solution HCl est liée à la réaction entre les ions OH⁻, CO₃²⁻ et HCO₃⁻ dans l'eau et les ions H⁺ libérés par le solvant HCl.

Les Tableaux (5.3) et (5.4), montrent aussi l'effet du dosage optimal sur les variations de la dureté totale dans l'eau traitée lorsque l'Acorn et l'Aloe vera ont été utilisés.

La somme de la concentration équivalente des ions magnésium (Mg²⁺) et calcium (Ca²⁺) représente la dureté totale et cette valeur s'est avérée être presque indépendante de la dose du coagulant. Ce résultat est dû à l'absence d'interaction entre les ions (Ca²⁺ et Mg²⁺) responsables de la dureté totale et le bio-coagulant utilisé (AV-poudre, AV-H₂O, AV-NaCl, AC-poudre, AC-H₂O, AC-NaCl).

L'augmentation de la dureté totale s'explique par la nature du solvant utilisé (NaOH) qui provoque une libération de l'hydroxyde (OH⁻).

Lors de l'utilisation de HCl, la diminution de la dureté totale est liée à la réaction entre les ions H^+ libérés par le solvant HCl et les ions CO_3^{2-} de l'eau[2].

Concernant la salinité de l'eau, sa valeur dépend de la concentration des principaux ions dissous, comme le calcium (Ca^{2+}), le magnésium (Mg^{2+}), le sodium (Na^+), les chlorures (Cl^-), les sulfates (SO_4^{2-}) et les bicarbonates (HCO_3^-). De plus et selon les deux tableaux (5.3) et (5.4), la teneur en salinité de l'eau reste généralement stable pour tous les bio-coagulants utilisés.

En ce qui concerne la variation de la teneur en matière organique, une augmentation des valeurs est remarquée pour tous les coagulants considérés par rapport à l'eau brute, sauf pour le coagulant Acorn obtenu par la solution NaOH 0,025 M. Cette augmentation peut être expliquée par la nature organique du coagulant (Aloe vera et Acorn), qui contient une forte teneur en matière organique, dont une partie est soluble dans l'eau[2,73].

5.3.4. Effet du pH sur la réduction de la turbidité

La performance du procédé de coagulation-floculation-décantation est affectée par de nombreux paramètres, tels que le type et la dose du coagulant, la turbidité initiale de l'eau, le pH, la température, la composition chimique de l'eau, etc... Parmi ceux-ci, le pH joue un rôle crucial car les coagulants sont souvent associés à des charges électriques [49].

Par conséquent, la performance du processus de coagulation a été étudiée à différentes valeurs de pH (de 5,5 à 9) et à une turbidité initiale de 13 NTU, avec l'optimum pour chaque coagulant ; le pH a été ajusté en ajoutant du NaOH (1,0 M) ou du HCl (1,0 M). Les résultats de cette étude sont présentés dans les Figures (5.16), (5.17), (5.18) et (5.19): la meilleure performance du procédé avec une réduction de la turbidité de l'eau a été obtenue à un pH compris entre 6 et 7 pour tous les coagulants considérés.

Des résultats similaires ont été obtenus par Marina et al. ; Tie et al., Saritha et al confirmant ainsi l'effet du pH sur l'efficacité de la réduction de la turbidité en utilisant des coagulants organiques [19,31,68].

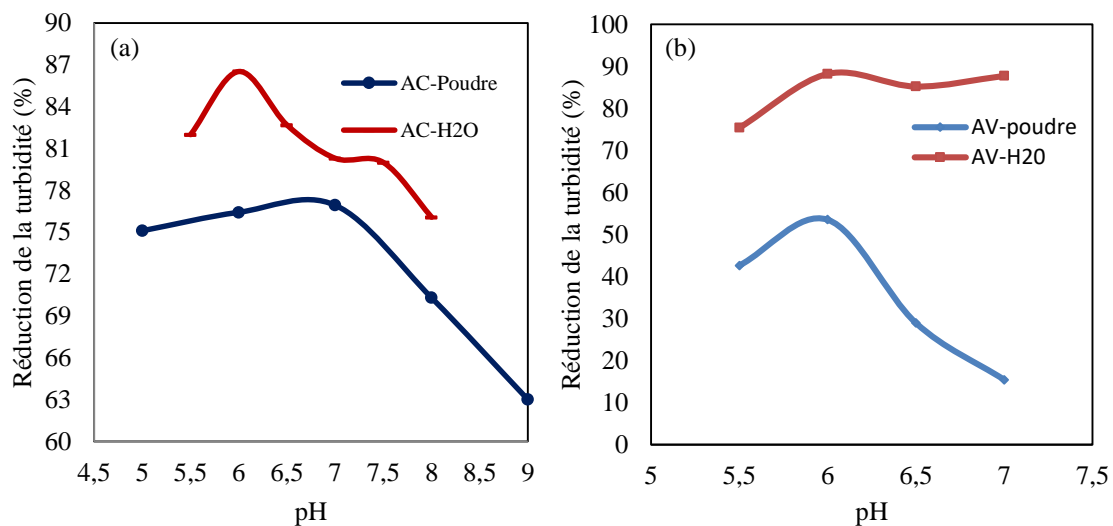


Figure 5.16 : Effet du pH sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC et AV en poudre ; (b) AC-H₂O et AV-H₂O.

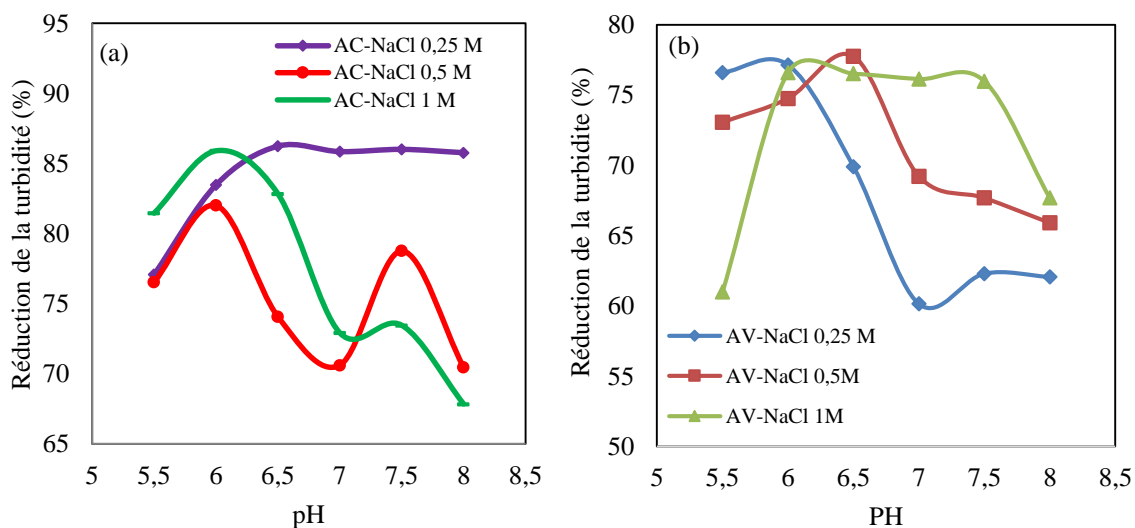


Figure 5.17 : Effet du pH sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-NaCl ; (b) AV-NaCl.

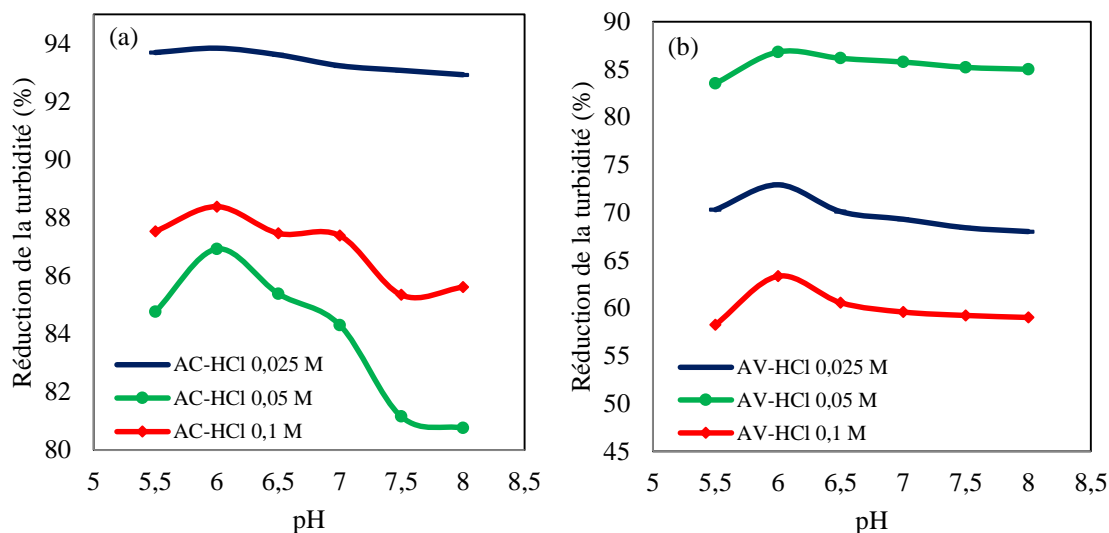


Figure 5.18 : Effet du pH sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-HCl ; (b) AV-HCl.

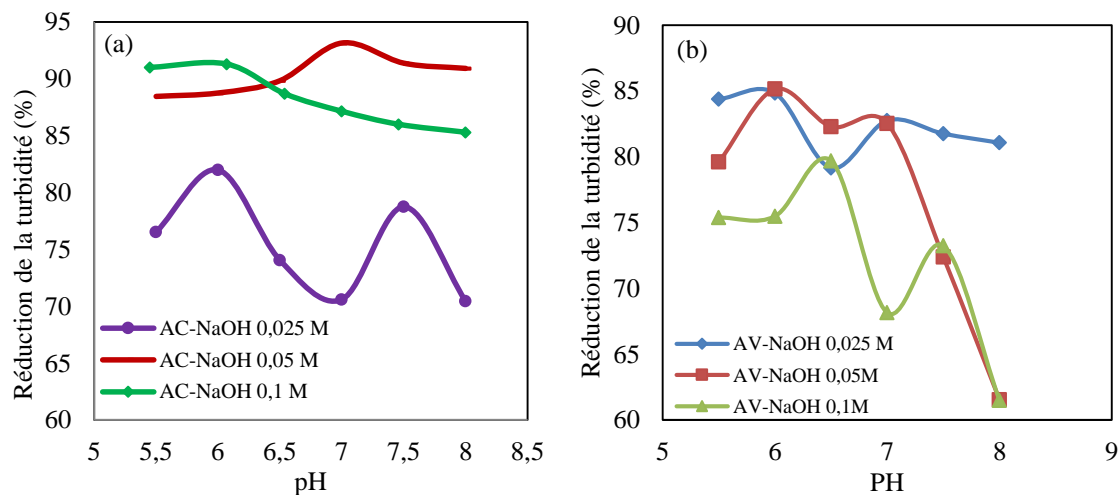


Figure 5.19 : Effet du pH sur la réduction de la turbidité de l'eau en utilisant : (a) AC-NaOH; (b) AV-NaOH.

5.3.5. Conclusion

Le but de cette étude était d'examiner l'efficacité d'un coagulant naturel obtenu et/ou extrait des feuilles de l'Aloe vera et l'Acorn pour réduire la turbidité de l'eau brute.

Toutes les expériences menées dans cette étude ont été réalisées sur une eau brute naturelle avec une turbidité initiale de 13 NTU obtenue à partir d'une station de traitement d'eau potable. Dans ce travail, deux bio-coagulants ont été utilisés. Les résultats obtenus montrent que la turbidité résiduelle était inférieure à 5 NTU et répond aux normes de qualité de la réglementation algérienne sur l'eau. De plus, l'utilisation de coagulants naturels dans le traitement de l'eau n'a pas eu d'effet significatif sur plusieurs paramètres tels que : le pH, la

dureté totale, l'alcalinité totale, la salinité, et la conductivité. Alors que les concentrations de matière organique ont augmentées.

Cette étude ouvre de nouvelles perspectives de recherche sur le développement de coagulants naturels pour traiter l'eau potable, les eaux usées et les eaux industrielles, ainsi l'optimisation et modélisation de la coagulation utilisant les deux bio-coagulants. Cependant, des recherches plus approfondies dans le pilote de coagulation floculation décantation et à grande échelle.

5.4. Optimisation et modélisation de la bio-coagulation utilisant la méthode de surface de réponse : étude sur le jar test et le pilote de coagulation floculation décantation

5.4.1. Optimisation et modélisation de la turbidité de l'eau potable.

Un plan de Box Behnken à trois facteurs a été utilisé dans cette étude. 15 séries expérimentales ont été générées par le PBB. Les résultats sont présentés dans le Tableau (5.4).

Tableau 5.4 : Résultats de (PBB) en termes d'efficacité d'élimination de la turbidité utilisant les deux bio-coagulants (Aloe vera et Acorn).

Expérience	pH	Dose du coagulant (mL/L)	Temps de décantation (min)	Réduction de la turbidité (%)	
				Aloe vera	Acorn
1	6	0,05	40	73,677	78,517
2	8	0,05	40	74,563	74,905
3	6	2	40	72,814	80,190
4	8	2	40	69,681	62,319
5	6	1,025	20	68,833	77,555
6	8	1,025	20	73,764	72,540
7	6	1,025	60	83,738	81,514
8	8	1,025	60	83,840	68,312
9	7	0,05	20	72,814	76,551
10	7	2	20	67,072	72,418
11	7	0,05	60	81,559	81,977
12	7	2	60	83,118	72,612
13	7	1,025	40	70,639	72,996
14	7	1,025	40	70,878	72,700
15	7	1,025	40	70,278	72,643

Le Tableau (5.4) montre que l'efficacité d'élimination de la turbidité la plus élevée 83,840 % a été obtenue dans des conditions optimales : dose du coagulant (1,025ml/L), pH (8) et temps de décantation (60min) après le traitement par l'Aloe vera.

En utilisant 0,05 mL/L d'Acorn avec un pH=7 à 60 min de temps de décantation, la réduction maximale de la turbidité obtenue était de 81,977%.

Les modèles de régression quadratique complète pour la coagulation utilisant l'Aloe vera et l'Acorn sont donnés sous formes réelles dans les équations (5.1) et (5.2) :

$$\text{Réduction de la turbidité (AV en \%)} = 143,2 - 20,60 \text{ pH} + 1,46 \text{ DC} - 0,403 \text{ TD} + 1,744 \text{ pH}^2 + 0,359 \text{ DC}^2 + 0,01300 \text{ TD}^2 - 1,031 \text{ pHDC} - 0,0604 \text{ pHTD} + 0,0936 \text{ DCTD}. \quad (5.1)$$

$$\text{Réduction de la turbidité (AC en \%)} = 68,3 + 0,82 \text{ pH} + 22,87 \text{ DC} + 0,408 \text{ TD} + 0,147 \text{ pH}^2 + 1,111 \text{ DC}^2 + 0,00513 \text{ TD}^2 - 3,656 \text{ pHDC} - 0,1023 \text{ pHTD} - 0,0671 \text{ DCTD}. \quad (5.2)$$

La performance de l'Aloe vera et de l'Acorn dans la réduction de la turbidité de l'eau potable est présentée dans les diagrammes de contour (Figure (5.20) et (5.21)) et les courbes de surface de réponse (Figure (5.22) et (5.23))

Les conditions optimales pour la réduction de la turbidité en termes de pH, de temps de décantation et de la dose du coagulant sont les suivantes : 7, 60 minutes et 1,025mL/L, 8,60 minutes, 0,05mL/L, en utilisant Aloe vera et Acorn, respectivement.

Dans cette étude, les trois paramètres ont une influence remarquable sur le taux d'élimination de la turbidité, notant que l'effet le plus élevé sur la performance de l'Aloe vera et l'Acorn était réservé au temps de décantation.

Dans le graphique dose du coagulant-pH, l'augmentation de la dose du coagulant avec la diminution du pH a augmenté le pourcentage de turbidité éliminée (voir Figure (5.21.a) et (5.23.a)). De même, dans la Figure (5.20.a), la réponse la plus élevée (supérieure à 86 %) a été observée pour une dose de 2 mL/L et un pH = 6.

Dans le graphique de la dose du coagulant-temps de décantation, l'efficacité d'élimination la plus élevée a été obtenue en augmentant le temps de décantation et en diminuant la dose de coagulant (Figure (5.20.b), (5.21.b), (5.22.b) et (5.23.b)). Dans les deux cas, la réduction maximale de la turbidité est supérieure à 80 % pour les deux coagulants.

Comme le montre le graphique du temps de sédimentation et du pH, l'efficacité a été augmentée en avec l'augmentation du temps de décantation et du pH lors de l'utilisation d'Aloe vera (Figure (5.20.c) et (5.22.c)). Alors que le pourcentage d'élimination en turbidité a été diminué avec l'augmentation du pH pendant la coagulation avec l'Acorn (Figure

(5.21.c) et (5.23.c)).Notant que le pourcentage d'élimination le plus élevé était supérieur à 82,5% pour l'Aloe vera et 85% pour l'Acorn.

Ces résultats prouvent la capacité de l'Aloe vera et l'Acorn à éliminer la turbidité de l'eau grâce aux agents coagulants contenus dans l'extrait .En outre, les résultats obtenus dans le présent travail est en bon accord avec les études rapportées par Adesina et al. qui ont rapporté des observations similaires concernant l'effet de la dose du coagulant sur la turbidité de l'eau lorsque la Moringa oleifera était utilisée comme coagulant. Ils ont également signalé que de faibles concentrations de Moringa oleifera entraînent une faible turbidité de l'eau. De nombreuses autres chercheurs ont également observé l'augmentation de la turbidité de l'eau traitée avec l'augmentation du dosage de du bio-coagulant [223,224]

Dans une étude réalisée par Ghaffari et al. pour le traitement du lixiviat en utilisant le processus de coagulation floculation par la méthode de réponse de surface, le pH optimal du coagulant entre 7 et 8 [225].Ces résultats sont en accord avec mes études

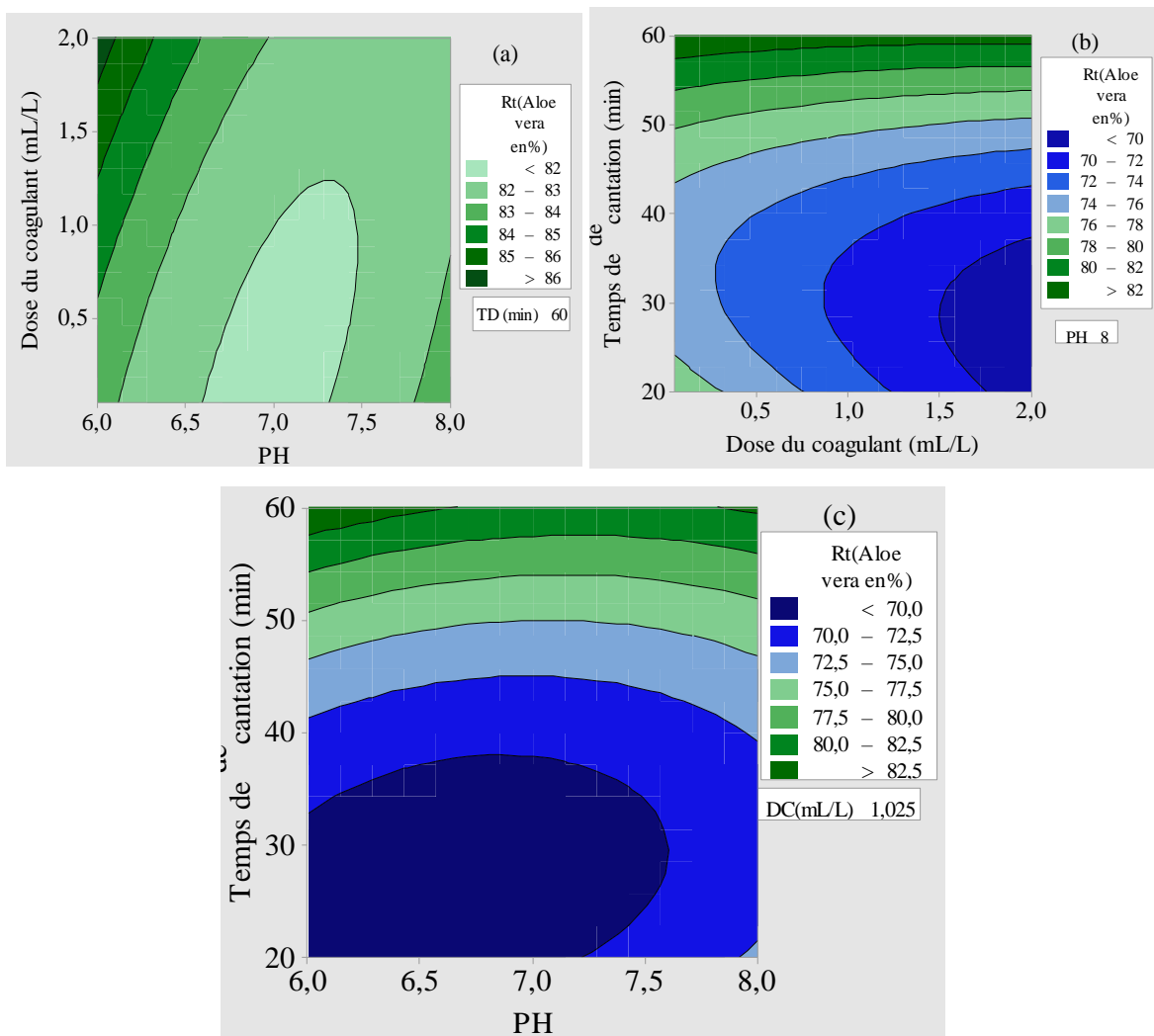


Figure 5.20 : Diagramme de contour de réduction de la turbidité utilisant l’Aloe vera à : (a) temps de décantation (TD=60 min) t, (b) pH=8, (c) dose du coagulant (DC=1,025 mL/L).

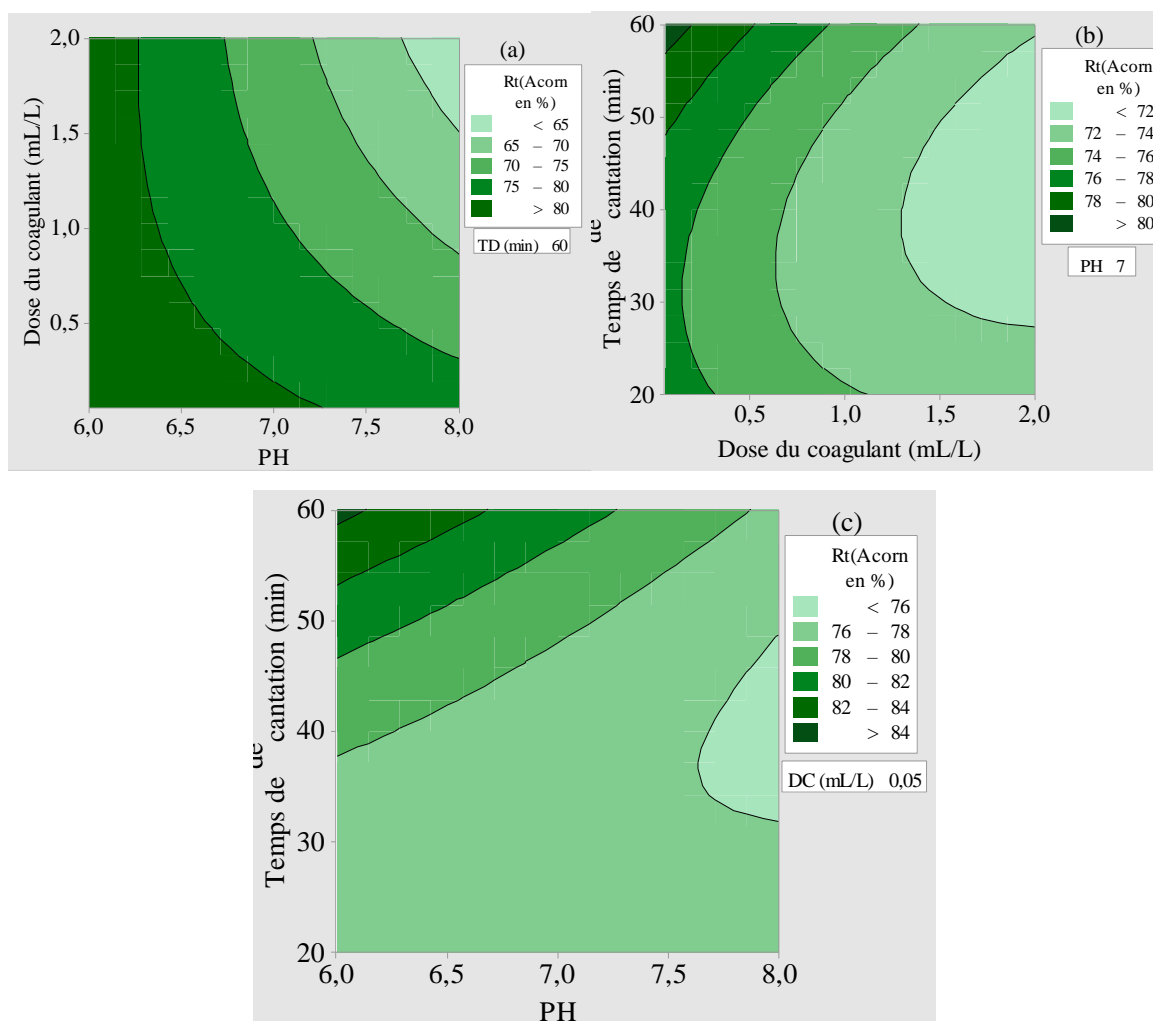
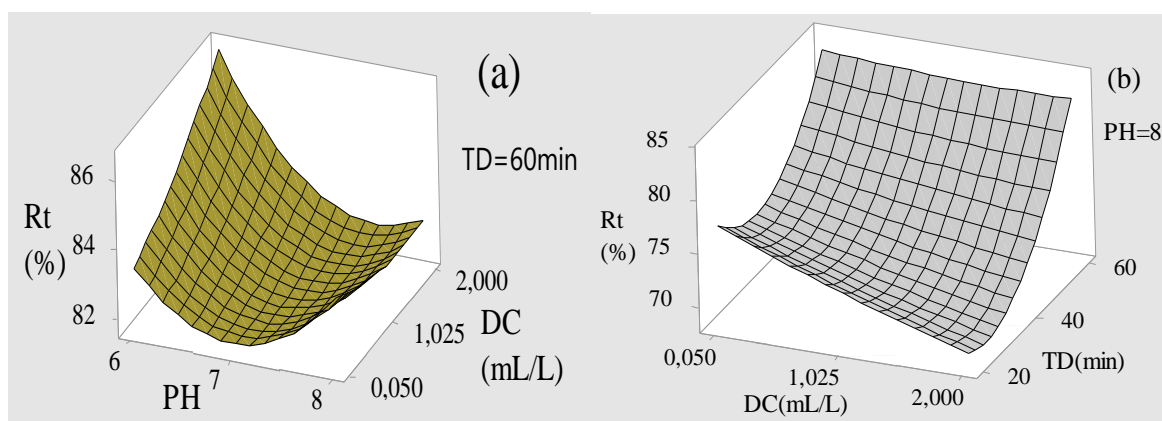


Figure 5.21 : Diagramme de contour de réduction de la turbidité utilisant l’Acorn à : (a) temps de décantation (TD=60min) t, (b) pH=8, (c)dose du coagulant (DC=0,05mL/L).



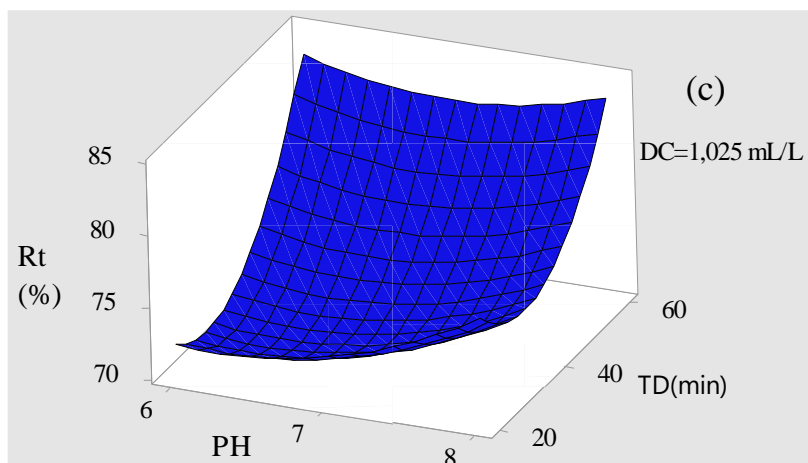


Figure 5.22 : Diagramme de surface de réduction de la turbidité (Rt) utilisant l’Aloe vera à : (a) temps de décantation (TD=60min) t, (b) pH=8, (c)dose du coagulant (DC=1,025mL/L).

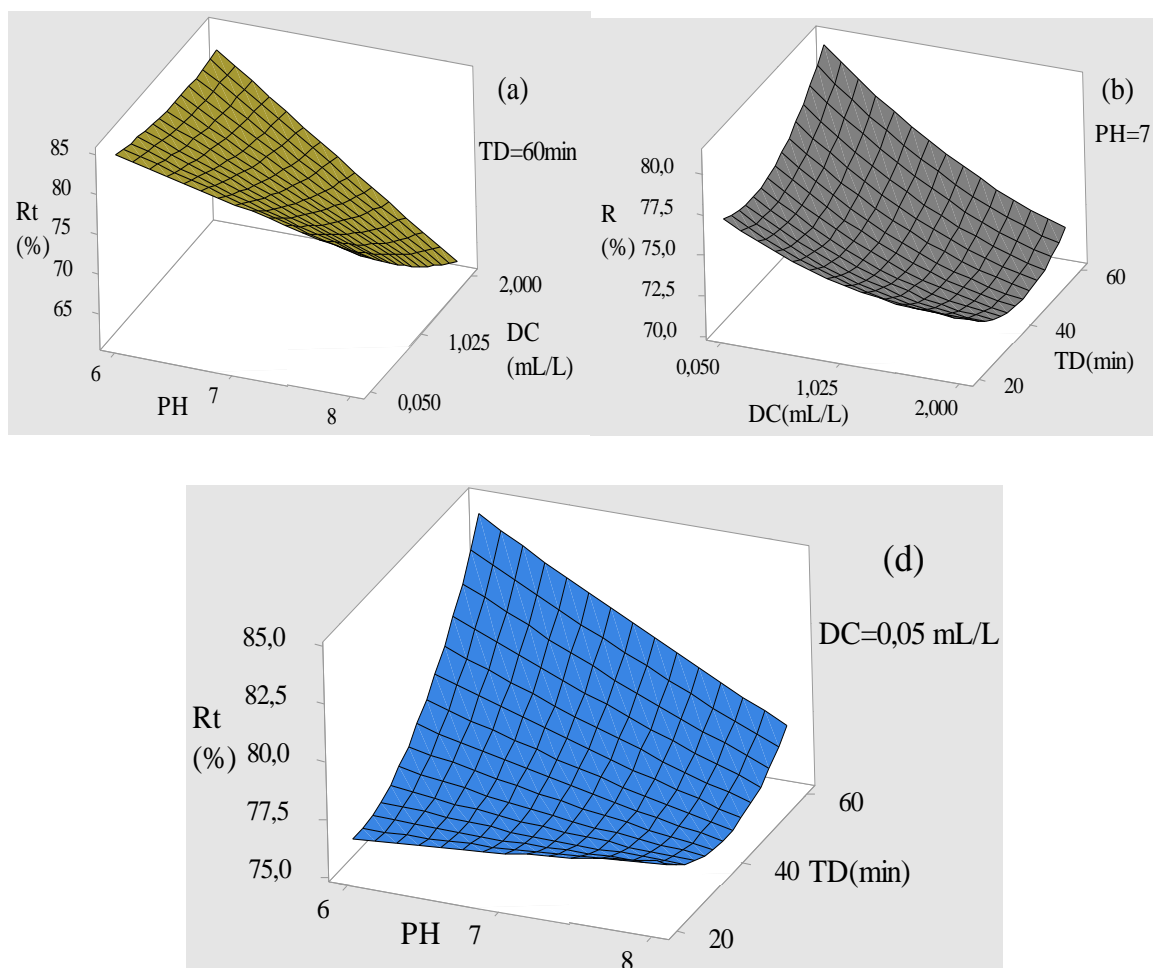


Figure 5.23 : Diagramme de surface de réduction de la turbidité utilisant l’Acorn à : (a) temps (a) temps de décantation (TD=60min) t, (b) pH=7, (c)dose du coagulant (DC=0,05mL/L).

5.4.2. Analyse de variance (Test d'Anova)

Le coefficient de détermination (R^2 et R^2 ajusté) et les courbes résiduelles ont également utilisées pour analyser la validité des équations du modèle mathématique.

Les résultats montrent que les valeurs prédites du modèle sont en bon accord avec les valeurs expérimentales. Les modèles de régression peuvent fournir des ajustements raisonnables pour les modèles avec différents nombres de variables indépendantes et pour faire des prédictions. Le coefficient de corrélation R^2 et le R^2 ajusté de l'Aloe vera et de l'Acorn étaient de 98,45%, 95,67%, 98,24% et 95,09%, respectivement, tous dans la plage acceptable. De plus, les valeurs de R^2 et de R^2 ajusté doivent se situer dans une fourchette de 10% l'une de l'autre[226]. C'était effectivement le cas avec les valeurs obtenues dans cette étude.

En plus des résultats de l'ANOVA, l'adéquation des modèles a été évaluée plus en détail à l'aide des tracés de la valeur résiduelle par rapport à la valeur ajusté et de la probabilité normale, qui sont présentés dans les Figures (5.24) et (5.25), respectivement. Comme on peut le voir sur la Figure (5.25), les données sont presque distribuées autour de la ligne, ce qui indique leur normalité pour les deux modèles.

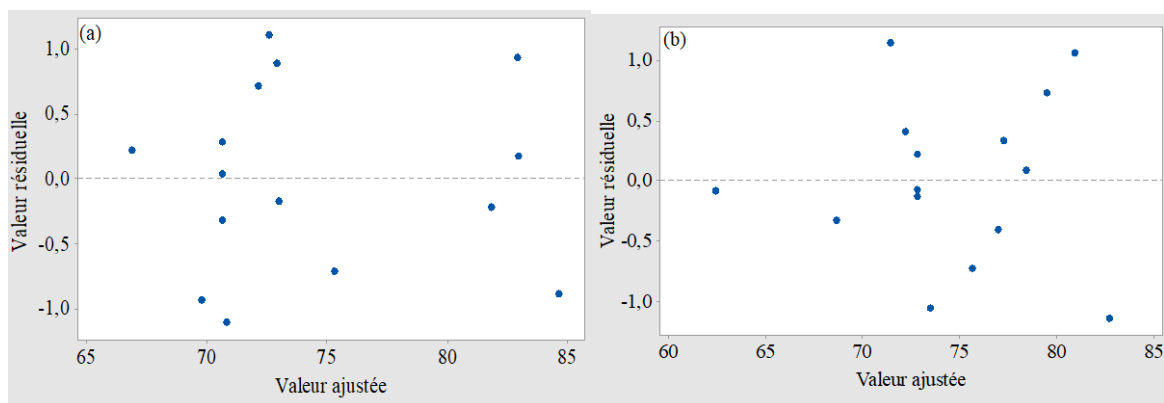


Figure 5.24 : Distribution des résidus en fonction des valeurs ajustées (réduction de la turbidité) (a) Aloe vera et (b) Acorn.

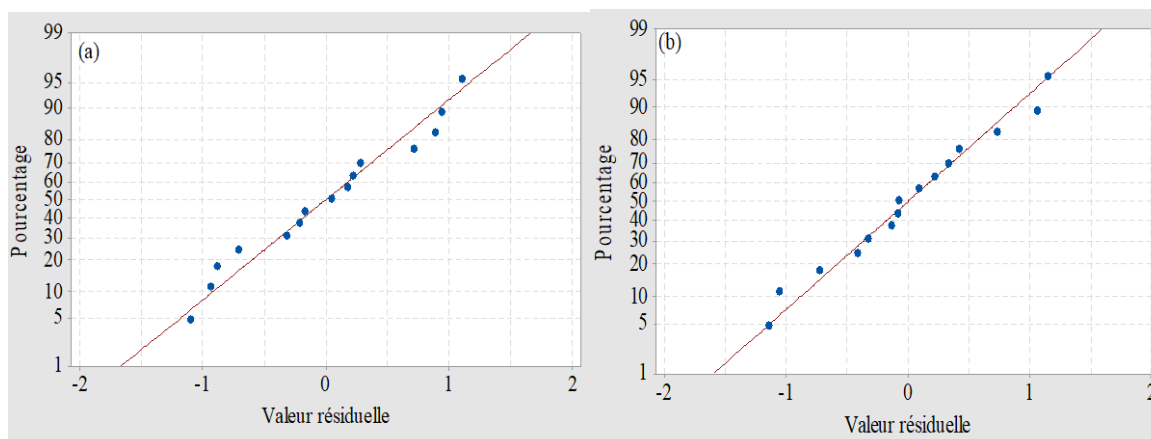


Figure 5.25 : Droite de Henry des valeurs résiduelle de la turbidité (a) Aloe vera et (b) Acorn.

Le Tableau suivant présente les conditions optimales obtenues vis-à-vis la réduction maximale de la turbidité lors du processus d'optimisation utilisant l'Aloe vera et l'Acorn comme bio-coagulants.

Tableau 5.5 : Les conditions optimales

Facteur	Aloe vera		Acorn	
	D'après les résultats expérimentaux de la matrice	D'après l'Optimisation (les conditions prédites)	D'après les résultats expérimentaux de la matrice	D'après l'Optimisation (les conditions prédites)
pH	8	6	7	6
Dose du coagulant (mL/L)	1,025	2	0,05	0,05
Décantation (min)	60	60	60	60
Turbidité résiduelle (NTU)	4,25	3,54	4,74	4,089
Réduction de la turbidité (%)	83,84	86,554	81,977	84,509

Les conditions obtenus par la matrice ont été considérées comme des conditions optimales car :

- ✓ Sa valeur de pH est plus proche de la valeur de l'eau brute étudiée 7,7 (pour l'Acorn et l'Aloe vera) par rapport aux conditions prédites.
- ✓ Les conditions expérimentales obtenues par la matrice d'essais sont plus économiques que les conditions attendues (prédites), donc ces résultats se sont avérés très réalisables pour des applications industrielles, à la fois en termes de coût.
- ✓ Les turbidités après le traitement par les deux bio-coagulants dans ces conditions correspondent aux normes de potabilisation (<5NTU).

5.4.3. Caractérisation physiques et chimiques des eaux traitées aux conditions optimales

Plusieurs paramètres de l'eau ont été effectués dans ces conditions tels que la dureté totale, l'alcalinité totale, les MES, la matière organique, la salinité et la conductivité (voir Tableau (5.6)).

Tableau 5.6 : Les paramètres physico-chimiques des eaux traitées par AC-ED et AV-ED.

Paramètres	Acorn	Aloe vera
Turbidité (NTU)	4,74	4,25
Alcalinité totale (F°)	13,6	14,8
Dureté totale (F°)	32	35,2

Matière organique oxydable (mgO ₂ /L)	2,4	2,1
MES (mg/L)	0,8	0,3
Matière sèche des boues (g/L)	0,16	0,183
Salinité (g/L)	0,7	0,7

Le Tableau (5.6) montre l'effet des bio-coagulants sur la turbidité, les MES et la matière organique oxydable en utilisant deux coagulants : Aloe vera et Acorn.

Les résultats obtenus montrent que l'Acorn a été responsable d'une réduction de la turbidité, des MES et de la matière organique de 82,04 ; 93,33 et 17,24%, respectivement. Tandis que, la réduction de la turbidité, des MES et de la matière organique était plus prononcée lorsque l'Aloe vera était ajouté à l'eau brute, atteignant un pourcentage de réduction de 83,90 ; 97,5 et 27,58%, respectivement.

Comme mentionné dans la littérature, l'activité des coagulants naturels est assurée par les longues chaînes de protéines, des sucres totaux, des polyphénols, ...etc contenues dans le coagulant naturel, qui sont responsables de l'agrégation de différents polluants (turbidité, MES, ...etc) et de la formation de floccs[150].

Le Tableau(5.6) montre l'effet des coagulants organiques (Aloe vera et Acorn) sur l'alcalinité totale et la dureté totale, on observe une faible augmentation en l'alcalinité (14,4 F°) et la dureté (34,4 F°) après le traitement par l'Aloe vera, peut être expliqué par l'augmentation des ions (OH⁻) qui sont libérés lors de fixation du pH optimale de l'Aloe vera (pH=8). Lors de l'utilisation de l'Acorn à un pH optimal (pH=7), la diminution de l'alcalinité totale (13,6 F°) et de la dureté (32 F°) est liée à la réaction entre les ions H⁺ libérés par le HCl ajouté et les ions HCO₃⁻, OH⁻, CO₃²⁻, Ca²⁺ et Mg²⁺ de l'eau.

Le Tableau (5.6) représente aussi l'effet des coagulants organiques sur la quantité des boues produites. On remarque que les valeurs obtenues ont été de 0,16 et 0,183g/L lors de l'utilisation de l'Acorn et l'Alo vera, respectivement, ces boues biodégradables, non toxiques et réalisable pour les engrais agriculture puisque elles sont riches en matière organique [140]. Selon le Tableau (5.6), la salinité de l'eau reste généralement stable.

5.4.4. Application sur le pilote de la coagulation floculation décantation

Les doses optimales obtenues après le procédé d'optimisation (PBB) sur le jar test ont été appliquées sur le pilote de coagulation floculation décantation. Dans cette étude plusieurs

paramètres de l'eau ont été mesurées à savoir la turbidité, les MES, l'alcalinité totale, la dureté totale et la matière organique oxydable.

D'après la Figure (5.26) on remarque une réduction successive de la turbidité et des MES (Figure (5.26)) en fonction du temps de décantation. Après des temps de décantation de 15, 30, 45 et 60 minutes, la turbidité résiduelle de l'eau était de 5,14 ; 2,79 ; 2,49 et 1,77 NTU après le traitement par l'Aloe vera et de 4,23 ; 3,58; 3,24 et 3,01 NTU lors de l'utilisation de l'Acorn comme bio-coagulant (voir Figure (5.26.a)).

Dans la Figure (5.26.b) les valeurs des MES passent de 0,7 à 0,4 mg/L et de 0,42 à 0,31 mg/L après le traitement par le coagulant Aloe vera et Acorn, respectivement.

La Figure (5.27) montre l'effet du coagulant organique sur l'alcalinité totale et la dureté totale de l'eau. Elle montre que les deux coagulants (Aloe vera et Acorn) influencent légèrement l'alcalinité et la dureté totale, ce qui peut être lié au pH optimale de chaque coagulant utilisé (7 pour l'Aloe vera et 8 pour l'Acorn).

La Figure (5.28) présente la variation de la teneur en matière organique en fonction du temps de décantation. Les résultats obtenus, illustrent que le temps de décantation a un effet remarquable sur la réduction de la matière organique de l'eau ou elle passe de 2,6 à 1,9 mgd'O₂/L après la coagulation avec l'Aloe vera. Tandis que le bio-coagulant (Acorn) a réduit la matière organique de 2,4 à 1,7 mgd'O₂/L.

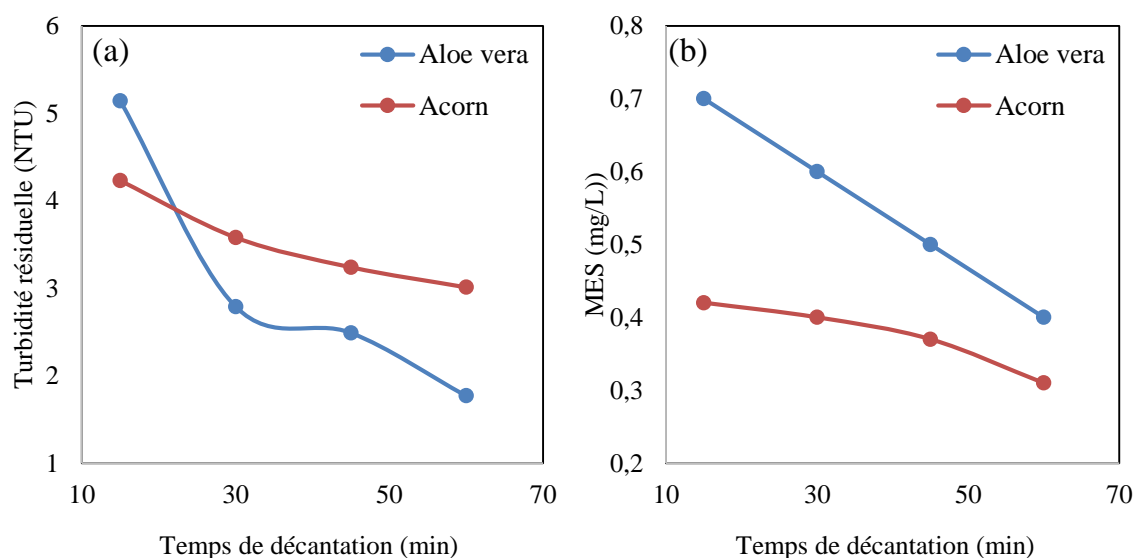


Figure 5.26 : Effet du temps de décantation sur : (a) la turbidité et (b) les MES

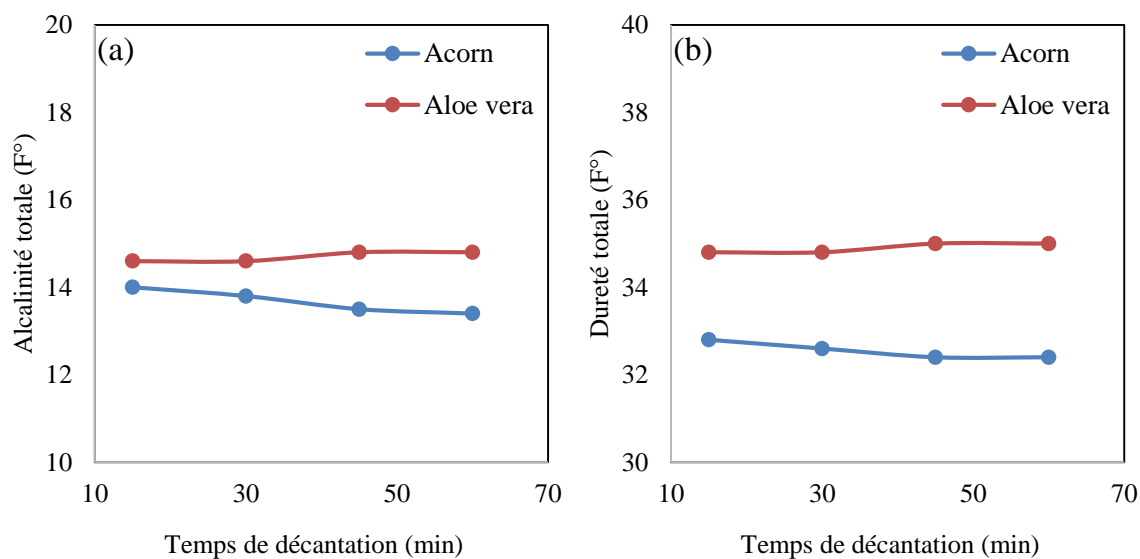


Figure 5.27 : Effet du temps de décantation sur : (a) l'alcalinité totale et (b) la dureté totale.

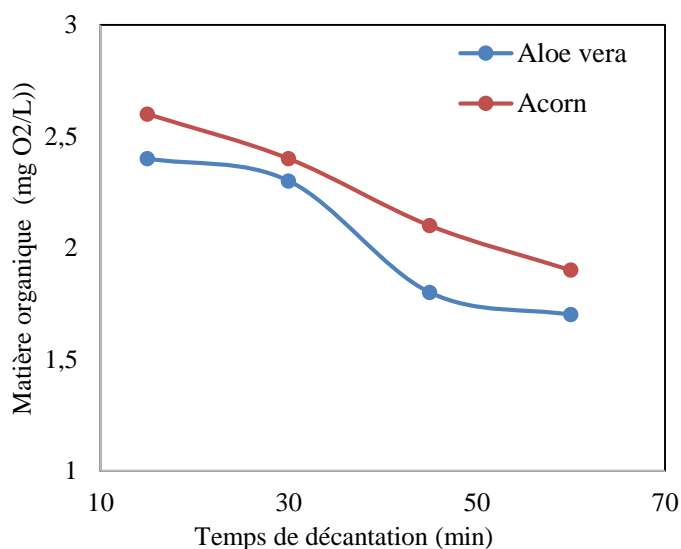


Figure 5.28 : Effet du temps de décantation sur la matière organique oxydable.

5.4.5. Comparaison des résultats obtenus par le jar test et le pilote

Le Tableau (5.7) montre la caractérisation des eaux étudiées avant et après utilisation de l'appareil jar test et le pilote de la coagulation floculation pour les deux coagulant organiques (Aloe vera et Acorn).

Selon le Tableau (5.7), on peut conclure que :

- ✓ Les deux coagulants ont des effets positifs sur la qualité de l'eau.

- ✓ Tous les paramètres évalués (pH, turbidité, alcalinité totale, la dureté totale, la matière organique, les MES et la salinité) sont conformes aux normes algériennes pour l'eau potable.
- ✓ L'application de bio-coagulants sur le pilote a donné de meilleurs résultats par rapport au jar test.

Tableau 5.7 : Caractérisation des eaux potables avant et après le traitement sur le jar test et le pilote de coagulation floculation décantation pour l'Acorn et l'Aloe Vera.

Paramètres	Eau brute	Eau traité				Norme Algérienne [67]
		Jar test		Pilote		
		Acorn	Aloe vera	Acorn	Aloe vera	
pH	7,7	7	8	7	8	6,5–9
Turbidité (NTU)	26,4	4,74	4,25	3,01	1,77	5
Alcalinité totale (F°)	14,4	13,6	14,8	13,4	14,8	20
Dureté totale (F°)	34,6	32	35,2	32,4	35	50
Matière organique oxydable (mgO ₂ /L)	2,9	2,4	2,1	1,9	1,7	5
MES (mg/L)	12	0,8	0,3	0,31	0,4	/
Salinité (g/L)	0,7	0,7	0,7	0,7	0,7	/

5.4.5. Conclusion

- ❖ Les résultats des expériences ont également permis de mettre en évidence une optimisation du processus de coagulation floculation (jar test), trois paramètres influençant l'élimination de la turbidité ont été considérés, qui sont le pH, le temps de décantation et la dose du bio-coagulant. Les résultats de la modélisation ont indiqué que les modèles de surface de réponse aient donné de bons résultats. Notant que les coefficients de corrélation R^2 et le R^2 ajusté de l'Aloe vera et de l'Acorn étaient de 98,45%, 95,67%, 98,24% et 95,09%, respectivement. Dans ce cas la réduction maximale de la turbidité obtenue était de 81,977% et 83,84% pour l'Acorn et l'Aloe vera, respectivement.
- ❖ L'application des résultats de jar test sur un pilote de coagulation floculation décantation montre que l'élimination maximale de la turbidité était de 93,26 et 88,59% en utilisant Aloe vera et Acorn, respectivement.

- ❖ L'un des avantages du traitement de l'eau avec des coagulants organiques est qu'il évite la possibilité de changements liés aux propriétés chimiques et physiques de l'eau traité et des boues récupérées, elle est biodégradable et ne contient pas des métaux lourds comme l'aluminium et le fer.

5.5. Etudes des paramètres influençant l'extraction et purifications des protéines de l'Aloe Vera et l'Acorn : application aux traitements des eaux potables et eaux usées industrielles.

Dans cette étude, les deux formes de bio-coagulant (poudre et extrait) ont été appliqués pour améliorer la qualité des eaux potables et des eaux usées industrielles.

5.5.1. Utilisation des coagulants poudres pour le traitement des eaux potables et des eaux usées industrielles

L'effet des coagulants organiques (AC-Poudre et AV-Poudre) sur la qualité des eaux potables a été étudié et présenté dans la partie A précédente.

Concernant les eaux usées industrielles, cette partie se concentre sur l'évaluation de la pertinence de l'utilisation de nouveaux coagulants naturels et biodégradables (bio-coagulants), c'est-à-dire la poudre d'Aloe vera et d'Acorn, pour traiter les eaux usées huileuses par un processus de coagulation-floculation-sédimentation. L'utilisation de coagulants naturels à la place de ces produits chimiques pour éliminer les polluants des eaux usées huileuses réduit considérablement le risque d'effets nocifs sur l'environnement et la santé publique[4]. Une utilisation réussie de ces produits ouvre de nouvelles perspectives dans le cadre du traitement durable et écologique des eaux usées industrielles.

Dans cette étude, les tests expérimentaux ont été conçus en variant la dose du bio-coagulant entre 25 mg/L et 600 mg/L et le pH entre 3 et 11 pour les deux bio-coagulants. Au cours des expériences, la gamme de la dose du coagulant Acorn a été limitée à 45 mg/L car toute augmentation supplémentaire du dosage a entraîné une augmentation de la turbidité.

a. Effet de la concentration du coagulant sur la turbidité de l'eau

La Figure (5.29) montre l'effet de la dose du bio-coagulant sur la turbidité de l'eau utilisant la poudre de l'Acorn et d'Aloe vera. Une concentration de 35 mg/L de feuilles d'Acorn a été capable d'éliminer 88,59% de la turbidité (voir Figures (5.29.a) et (5.29.b)), tandis qu'un dosage d'Aloe vera de 180 mg/L a atteint une efficacité d'élimination de la turbidité de 92,25% (voir Figure (5.29.c) et (5.29.d)). La turbidité résiduelle s'élevait à 21,34 et 14,49

NTU, respectivement. L'Aloe vera a été légèrement plus performant que les feuilles d'Acorn, même s'il a nécessité un dosage six fois supérieur à celui utilisé pour les feuilles d'Acorn. Le phénomène de coagulation favorisé par les coagulants organiques est régi par un mécanisme électrostatique (phénomènes de surface) tel qu'observé par Gassenschmidt et al. et Bhatia et al [227,228] qui est responsable des interactions entre les charges à la surface des coagulants d'un côté et la surface des colloïdes de l'autre côté. L'ajout d'un dosage de coagulant supérieur à celui optimal provoque une augmentation de la turbidité qui empêche la formation de ponts interparticulaires et remet en suspension les particules colloïdales. Par conséquent, une eau fortement chargée en coagulants sera caractérisée par une turbidité élevée [150,229].

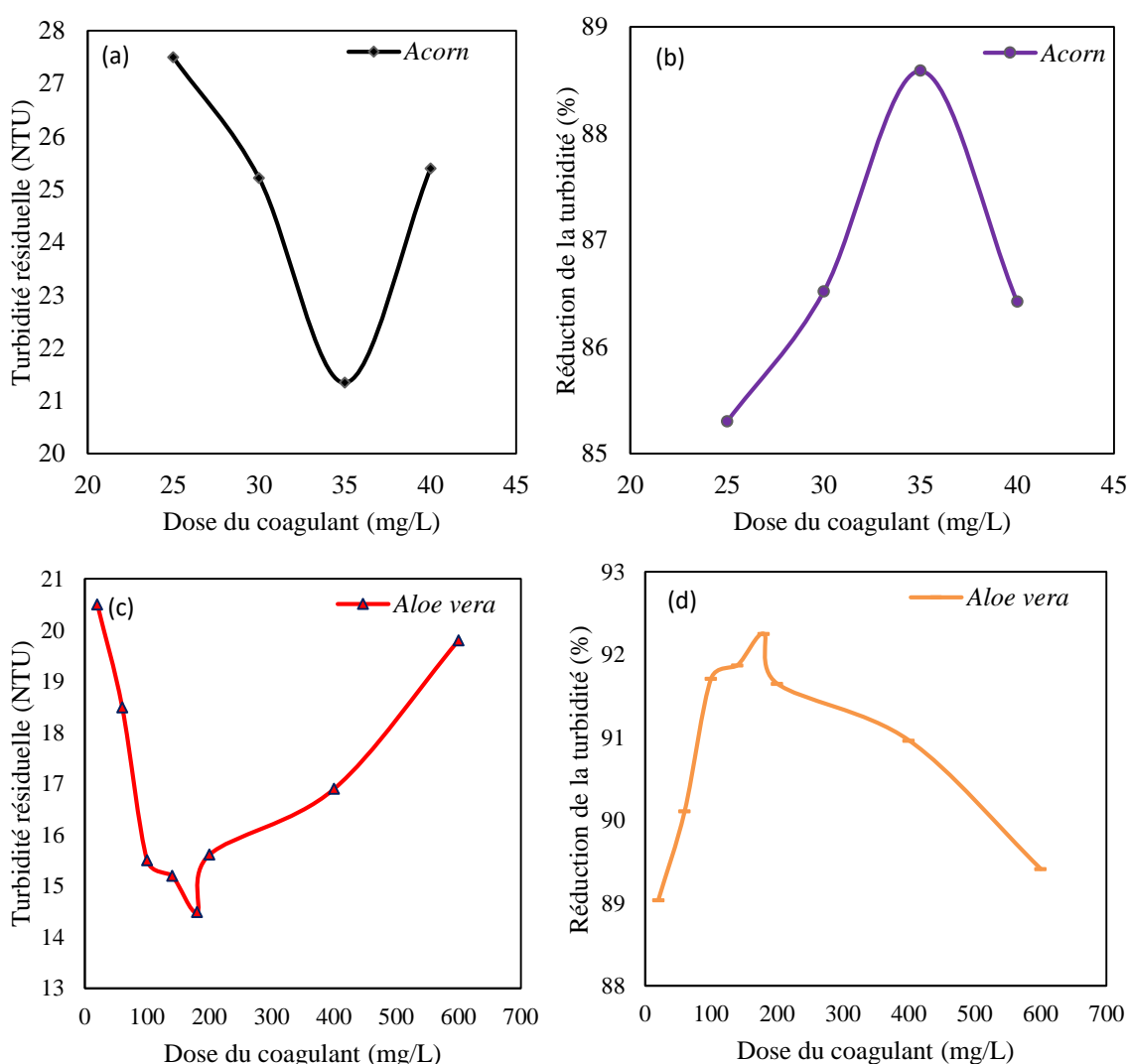


Figure 5.29 : Effet de la concentration de bio-coagulant sur la turbidité résiduelle et l'efficacité de l'élimination de la turbidité utilisant la poudre de l'Acorn et d'Aloe vera.

b. Effet de la dose du coagulant sur le pH

La Figure (5.30) illustre l'effet du dosage des deux bio-coagulants sur le pH de l'eau. On peut remarquer que le dosage des coagulants n'a pas affecté le pH qui reste presque stable après tout ajout de bio-coagulant. Ce phénomène est une conséquence de la nature organique de ces coagulants[2,229].

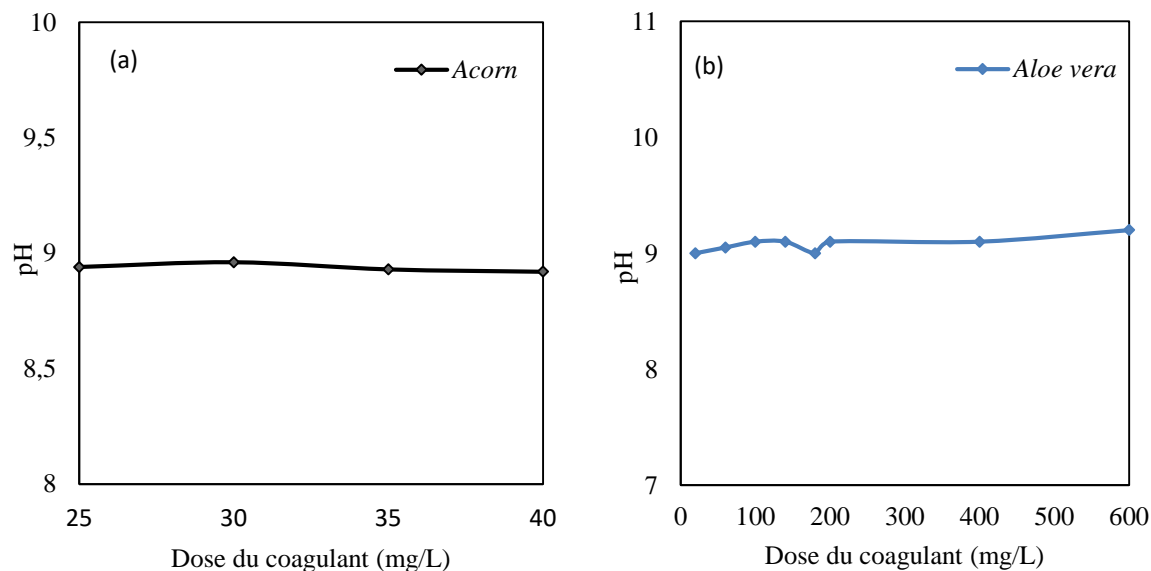


Figure 5.30 : Effet de la dose du coagulant sur le pH de l'eau utilisant : Acorn (a) et Aloe vera (b).

c. Effet de pH sur la réduction de la turbidité des eaux usées industrielle

L'effet du pH sur l'efficacité d'élimination de la turbidité a été étudié pour la dose optimale de chaque bio-coagulant : 180 mg/L et 35mg/L pour la poudre d'Aloe vera et d'Acorn, respectivement.

Selon la Figure (5.31), le pH optimal pour les deux bio-coagulants était de 3. Sous cette condition de pH, les efficacités d'élimination de la turbidité ont augmenté jusqu'à 93,64 % et 90,60 % pour l'Aloe vera et l'Acorn, respectivement. La turbidité résiduelle relative était de 11,89 et 17,39 NTU, respectivement.

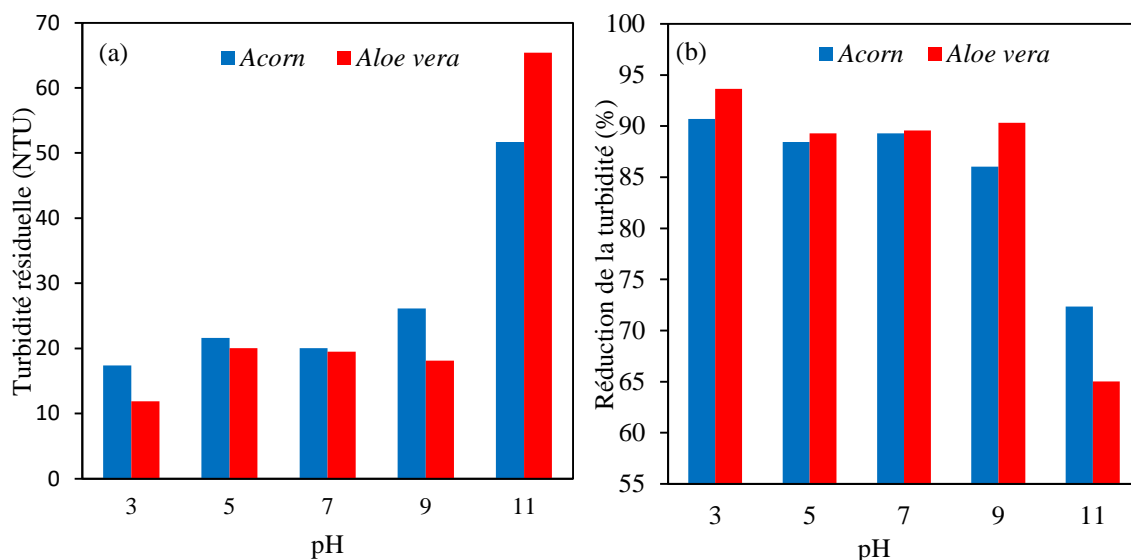


Figure 5.31 : Effet du pH sur (a) la turbidité résiduelle et (b) la réduction de la turbidité.

d. Effet de pH sur la réduction de la DCO et les MES

La Figure (5.32) montre l'effet du pH sur les efficacités d'élimination de la DCO et des MES lorsque le pH initial (pH=9) a été abaissé au pH optimal de 3 et que les deux bio-coagulants ont été dosés à leurs concentrations optimales. Pour un pH=9, l'Acorn et l'Aloe vera ont promu une efficacité d'élimination de la DCO de 55,62% et 85,55% et des MES de 84,26% et 90,83%, respectivement.

L'élimination de la DCO et des MES a augmenté lorsque le pH a été ajusté à 3, atteignant ainsi une efficacité respective de 99,22% et 89,68% en utilisant l'Acorn et 94,31% et 87,61% en utilisant l'Aloe vera. Bien que l'Aloe vera poudre ait été plus efficace que l'Acorn poudre pour éliminer la turbidité, l'Acorn poudre a été plus efficace que l'Aloe vera pour réduire les concentrations de MES et de DCO. Les performances atteintes par les deux bio-coagulants testés sont proches de celles obtenues par les coagulants chimiques conventionnels. Par exemple, Basibuyuk et Kalat ont traité des eaux usées huileuses en ajoutant de sulfate d'aluminium et en fixant la dose optimale à 750 mg/L. Ils ont obtenu pour la DCO et les MES une efficacité d'élimination de 80% et 92%, respectivement[230]. Dans une autre étude, 100 mg/L de silicate de polyzinc combiné à 1 mg/L de polyacrylamide anionique ajouté à des eaux usées huileuses a permis d'obtenir une efficacité d'élimination des MES supérieure à 99%[231].

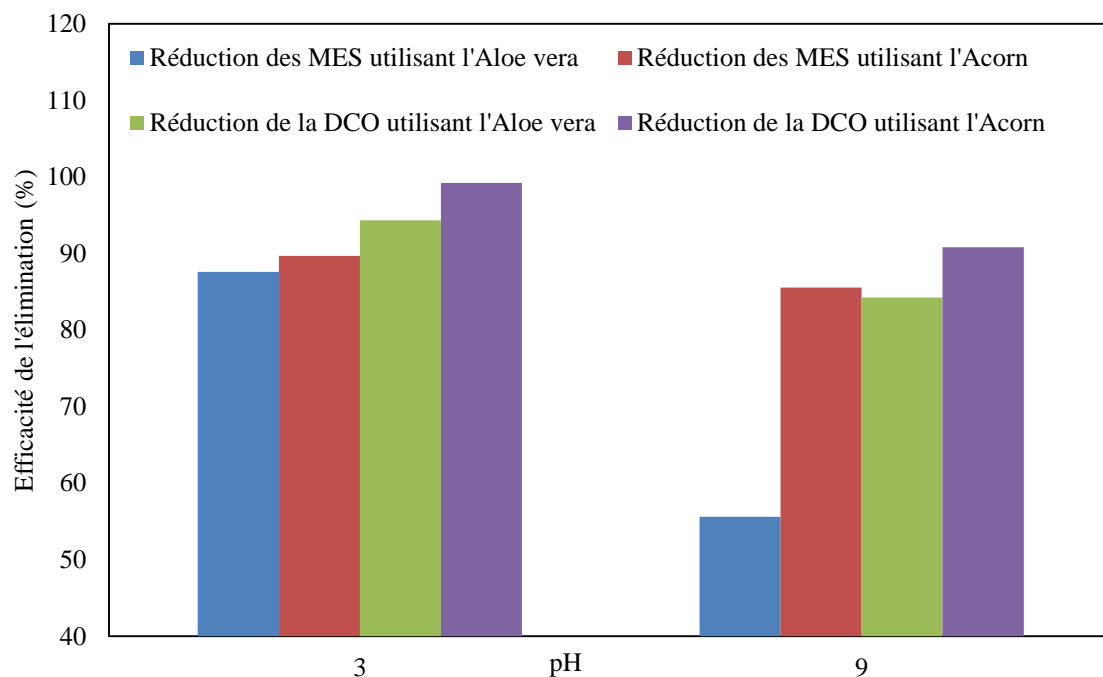


Figure 5.32 : Effet du pH sur l'élimination de la DCO et des MES en utilisant 180 mg/L et 35 mg/L de la poudre d'Aloe vera et d'Acorn, respectivement.

e. Comparaison entre différents procédés pour le traitement des eaux usées de l'industrie pétrolière

L'effet de deux bio-coagulants sur l'élimination de la turbidité, de la DCO et des MES a été comparé à celui obtenu par différents procédés rapportés dans la littérature. Les résultats de cette comparaison sont reportés dans le Tableau (5.8): plusieurs procédés ont un effet remarquable sur la réduction de la turbidité, de la DCO et des MES. Néanmoins, les résultats de cette étude sont très prometteurs : Le Tableau (5.8) prouve que le procédé de coagulation-floculation réalisé avec les coagulants organiques (Aloe vera et Acorn) est très efficace pour le traitement des eaux usées huileuses.

Tableau 5.8 : Caractéristiques de l'eau traitée par l'application de différents procédés de traitement des eaux usées huileuses

Méthode	Polluants	Unité	Valeur initiale	Pourcentages de réduction (%)	Référence
Électrocoagulation	DCO	mg/L	19440	88	[232]
Technologie de séparation par membrane	MES	mg/L	250	100	[233]
	DCO	mg/L	456	80.3	
Boues anaérobies couplées à des filtres biologiques	MES	mg/L		98	[234]
	DCO	mg/L	346,15	74	
Bio coagulation	Turbidité	NTU	187	90,60 pour l'Acorn	

				93,64 pour l'Aloe vera	Etude actuelle
	MES	mg/L	969	89,68 pour l'Acorn	
				87,61 pour l'Aloe vera	
	DCO	mg/L	784,45	99,22 pour l'Acorn	
				94,31 pour l'Aloe vera	
Coagulation chimique utilisant sulfate d'aluminium	MES	mg/L	4350	92	[230]
	DCO	mg/L	16920	80	
Coagulation chimique utilisant chlorure ferrique	MES	mg/L	4350	93	[230]
	DCO	mg/L	16920	80	
Coagulation- flotation	DCO	mg/L	/	95	[235]
	Turbidité	NTU	250	>90	

5.5.2. Etudes des paramètres influençant l'extraction et purifications des protéines de l'Aloe Vera et l'Acorn : application aux traitements des eaux potables et eaux usées industrielles.

Dans le travail présenté ici, les eaux potables et les eaux usées industrielles pétrolières ont été choisies pour étudier le potentiel de la protéine extrait de la poudre d'Aloe vera et d'Acorn par le procédé de coagulation floculation.

a. Effet des différents facteurs sur l'extraction des protéines

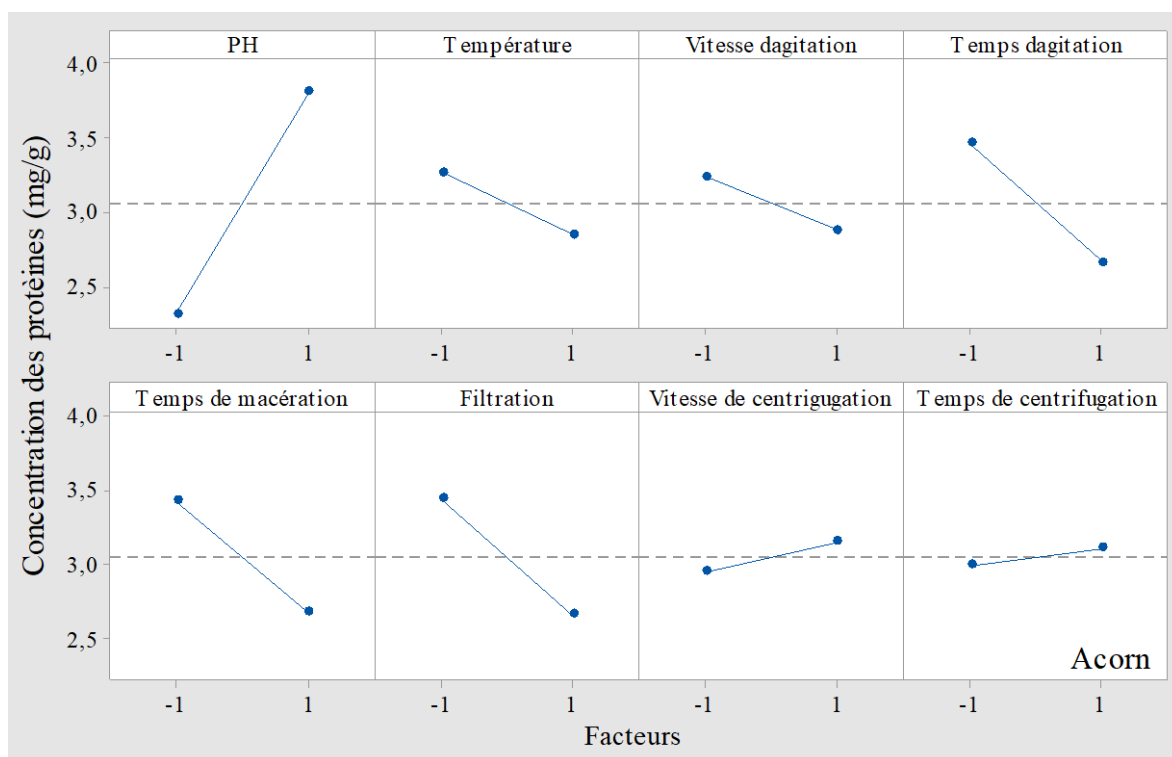


Figure 5.33 : Diagramme des effets principaux pour l'Acorn

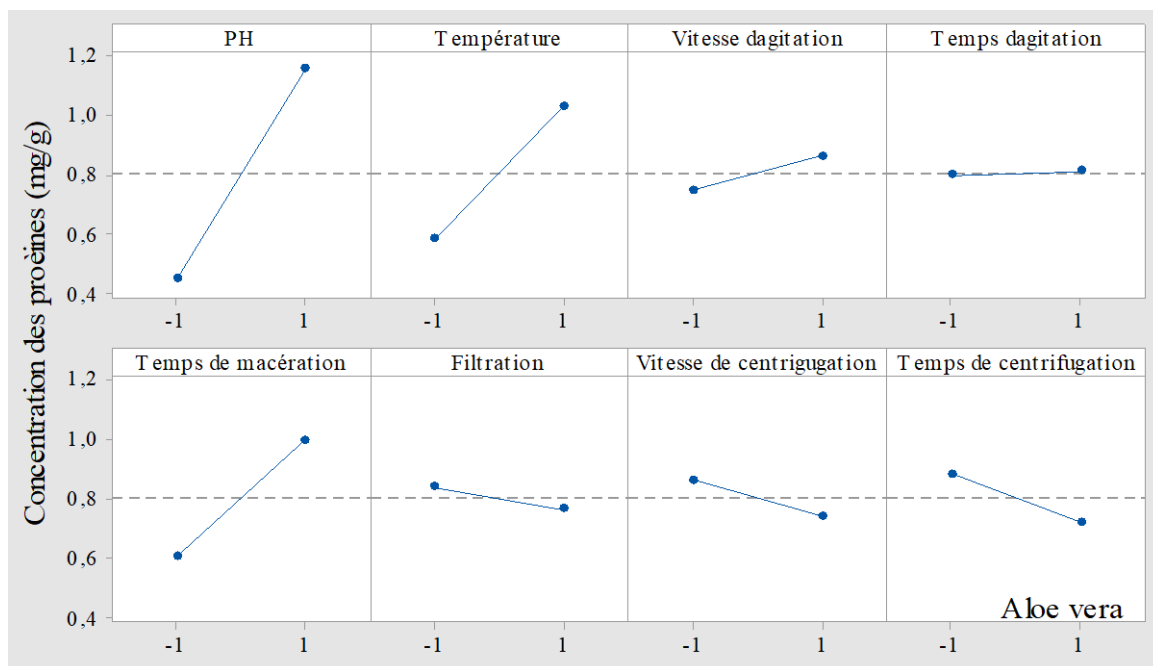


Figure 5.34 : Diagramme des effets principaux pour l'Aloe vera

L'influence des différents facteurs sur la réponse obtenue peut être analysée à partir des graphiques des effets principaux. Les Figures (5.33) et (5.34) montrent l'effet de chaque paramètre (variable d'entrée) sur la concentration des protéines extraire (réponse moyenne). L'effet de la vitesse d'agitation, du temps de centrifugation et de la vitesse de centrifugation apparaît clairement comme non significatif (leur effet est négligeable) pour les deux coagulants protéines (Aloe vera et Acorn). Par conséquent, la vitesse d'agitation, le temps de centrifugation, la vitesse de centrifugation ont été considérés comme des constantes (voir Figures (5.33) et (5.34)). L'extraction des protéines contenant dans la plante d'Acorn s'est avérée être légèrement affectée par la température. Alors que la température a un effet positif sur l'extraction des protéines de l'Aloe vera, chaque augmentation de la température augmente le taux de solubilité des protéines de l'Aloe vera. Selon cette étude, la température a un effet variable sur l'extraction des protéines de l'Aloe vera et de l'Acorn, ce qui peut être justifié par la nature des protéines de chaque plante. La Figure (5.33) illustre clairement que le temps d'agitation a un effet remarquable sur le rendement d'extraction de l'agent coagulant, par contre la Figure (5.34) montre que ce paramètre à un effet léger sur la quantité des protéines extraire.

Les Figures (5.33) et (5.34) montrent également que le pH a un effet positif important sur le rendement d'extraction des protéines. Dans ce cas, l'Aloe vera et l'Acorn ont une solubilité minimale à un pH acide (pH 2), et maximale à un pH basique (pH 12) avec une quantité maximale de protéines autour de 3,8 mg/g et 1,15 mg/g à pH 12 pour l'Acorn et l'Aloe Vera,

respectivement. Généralement, le rendement d'extraction et la solubilité sont meilleurs à un pH très alcalin qu'à un pH acide. Cependant, un pH très alcalin peut provoquer la dissociation et la désintégration des protéines[236].L'objectif de la solubilisation est de transférer la majeure partie des protéines de la matière solide à une phase aqueuse [237].Les protéines ont une charge neutre à pH_i (pH isoélectrique).Au sein des protéines, de fortes répulsions électrostatiques ont lieu entre les groupes ionisés à ce pH, ce qui favorise la dénaturation de ces macromolécules[155]. Par contre, la diminution de la concentration en protéines peut s'expliquer par la présence de lipides dans les feuilles d'Aloe vera et d'Acorn, entraînant une diminution du rendement de solubilisation des protéines due à la formation d'une émulsion lors de l'étape de solubilisation, ceci empêchant, par conséquent, l'extraction des protéines[155,238]. Le temps de macération a également influencé le processus d'extraction. La quantité maximale de protéines a été obtenue à 1 hr et 4 h lors de l'utilisation de la plante d'Acorn et d'Aloe vera, respectivement. La faible quantité des protéines extraire peut être justifié par la présence de différentes espèces dans la matière première utilisée (feuilles d'Aloe vera et d'Acorn), à savoir des lipides et des composés phénoliques qui empêchent l'isolement des protéines et entraînent une diminution de la fonctionnalité des protéines isolées [238,239].

D'après les Figures (5.33) et (5.34), les résultats montrent clairement que le rendement d'extraction est amélioré en l'absence de ce processus (filtration), car de grandes quantités de protéines sont restées sur le papier filtre utilisé.

Plusieurs chercheurs ont étudié et confirmé l'effet du pH, de la température et du temps de macération sur l'extraction des protéines de différentes plantes [156,240].

b. Mesure de la concentration des protéines

La concentration en protéines contenues dans les feuilles d'Aloe vera et d'Acorn pour les 16 échantillons a été déterminée. Les Figures (5.35) et (5.36) montrent que le meilleur rendement d'extraction est donné par l'expérience n°10 et 4 pour l'Acorn et l'Aloe vera, respectivement. Le Tableau (5.9) présente les conditions optimales obtenues vis-à-vis l'extraction maximale des protéines.

Les deux concentration optimales étaient plus élevée que celle extraite des graines de *Leucaena* (1,59 mg/g) lors de l'extraction avec une solution de NaCl 3M comme solvant[241].

Après la détermination des principaux facteurs influençant l'extraction et la purification de l'agent coagulant, les conditions optimales d'extraction ont été appliquées pour traiter les eaux étudiées. Les résultats obtenus sont présentés ci-dessous.

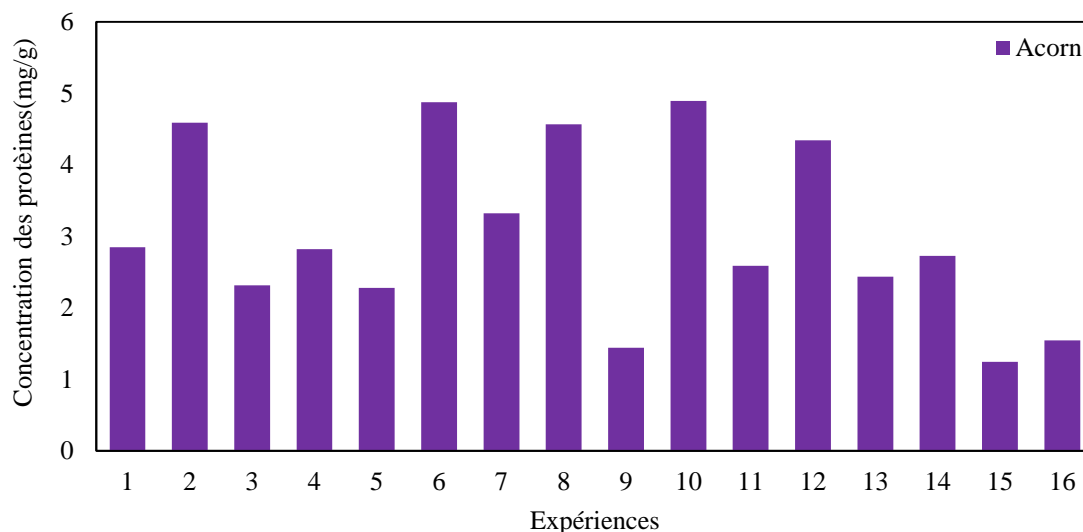


Figure 5.35 : Variation de la concentration des protéines de l'Acorn en fonction des expériences étudiées.

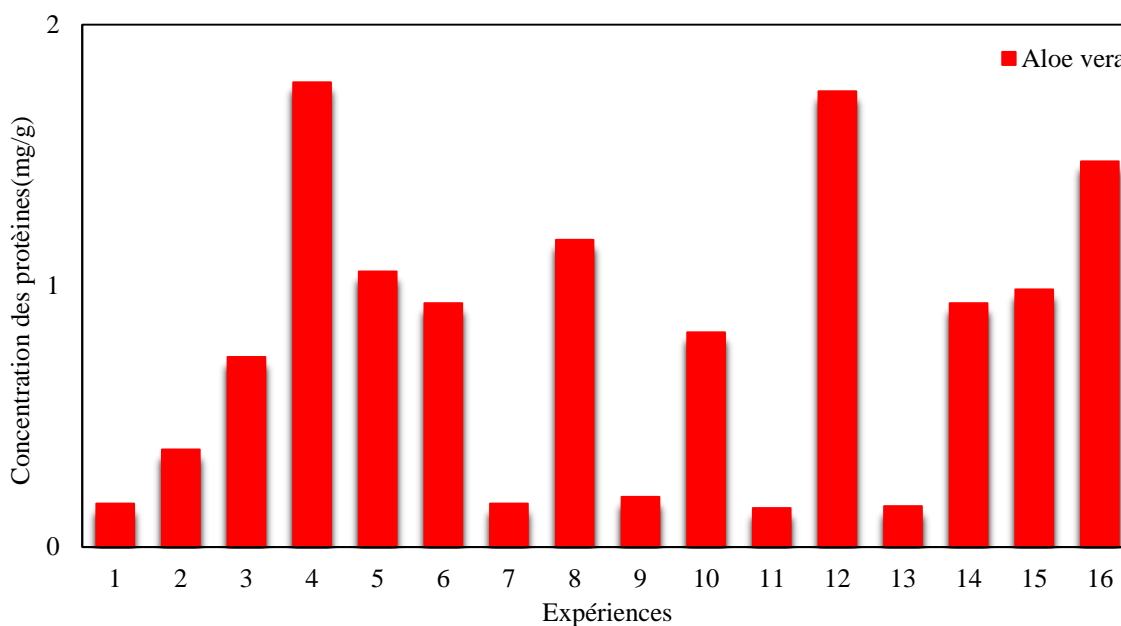


Figure 5.36 : Variation de la concentration des protéines de l'Aloe vera en fonction des expériences étudiées.

Tableau 5.9 : les conditions optimales obtenues vis-à-vis l'extraction maximale des protéines.

Paramètre	Acorn	Aloe vera
pH	12	12

Température (C°)	20	60
Vitesse d'agitation (Rpm)	300	300
Temps d'agitation (min)	60	10
Temps de macération (hr)	4	4
Vitesse de centrifugation(Rpm)	400	1000
Temps de centrifugation (min)	10	10
Concentration des protéines (mg/g)	4,895	1,779

c. Effet des protéines sur la turbidité des eaux potables et des eaux huileuses industrielles

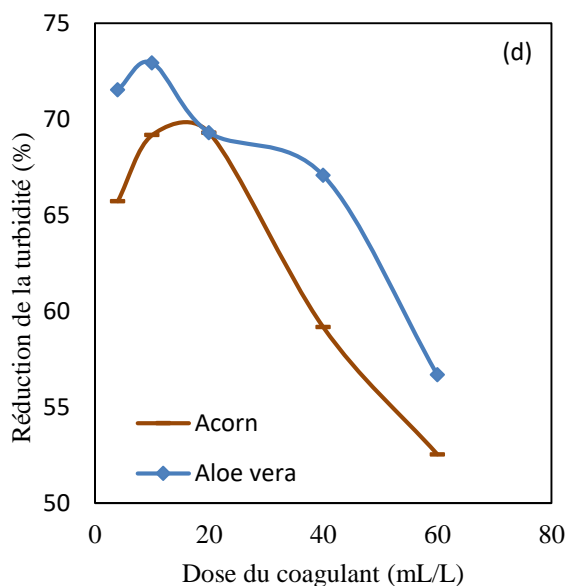
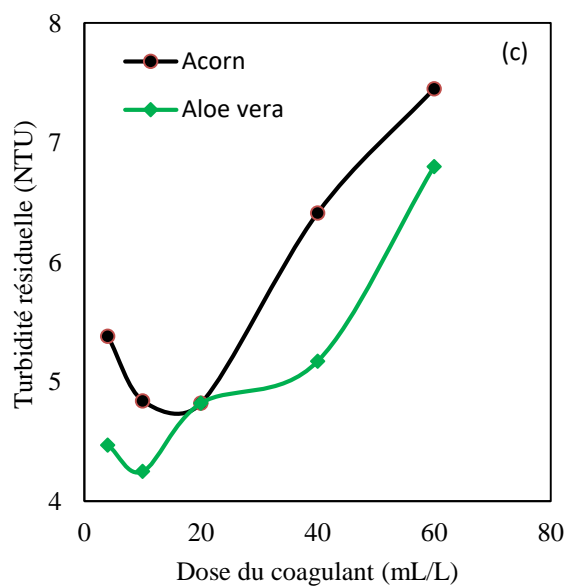
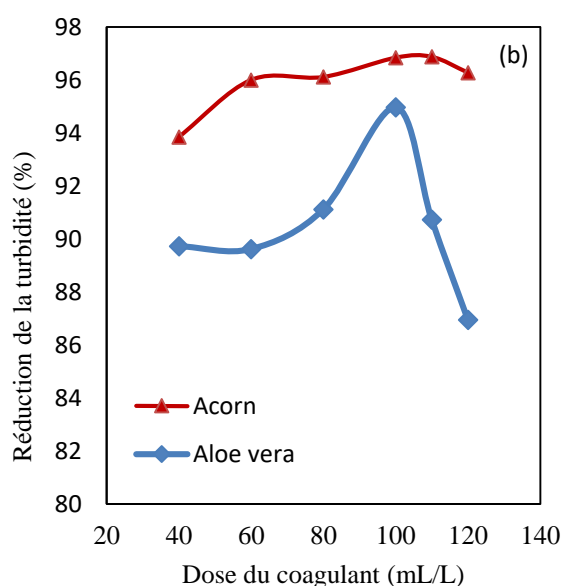
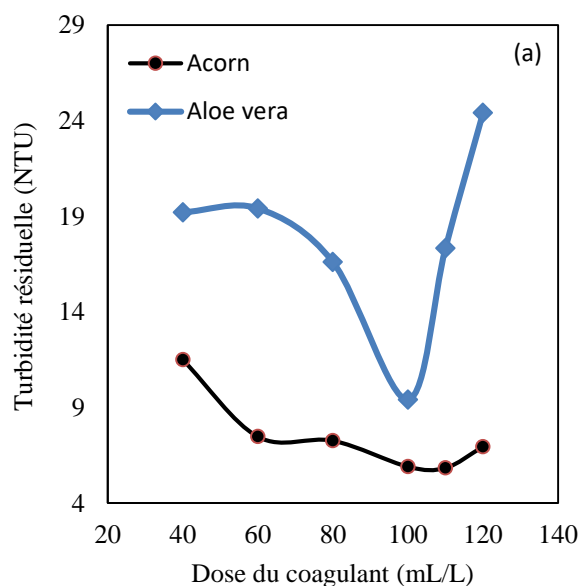


Figure 5.37 : Effet de la dose du coagulant (protéine) sur l'élimination de la turbidité dans les eaux huileuses industrielles (a et b) et les eaux potables (c et d).

Les résultats obtenus pour la turbidité et l'élimination de la turbidité pour le traitement des eaux usées industrielles pétrolières et des eaux potables sont présentés dans les Figures (5.37.a), (5.37.b), (5.37.c) et (5.37.d) respectivement. Dans le processus de coagulation floculation, le contrôle de la concentration de l'agent coagulant était essentiel. La concentration à laquelle le plus haut degré d'élimination de la turbidité a été atteint est attribuée à la concentration optimale. Un surdosage en coagulant a entraîné une augmentation de la turbidité de l'eau en raison de la re-stabilisation des particules colloïdales et éventuellement de la prévention de la formation de ponts interparticulaires[149].

Le dosage optimal de l'Acorn et de l'Aloe vera dans le traitement des eaux usées industrielles (turbidité =187 NTU) était de 110 mL/L et 100 mL/L, étant capable de diminuer la turbidité à 5,85 NTU et 9,40 NTU (Figure 5.37.a) avec une efficacité d'élimination de 96,87% et 94,97% (Figure (5.37.b)), respectivement. D'autre part, la turbidité de l'eau potable après le traitement par l'Acorn et l'Aloe vera a été réduite de 15,7 NTU à 4,82 NTU et de 15,7 NTU à 4,25 NTU (Figure (5.37.c)) avec un pourcentage d'élimination de 69,29% et 72,93, respectivement (Figure (5.37.d)).

Le mécanisme de coagulation avec un coagulant protéique semble consister en des phénomènes d'adsorption et de pontage. Leur activité est due aux longues chaînes de poids moléculaire élevé, qui sont responsables de la formation de ponts entre les molécules coagulantes et les particules colloïdales. Ce phénomène permet d'éliminer la turbidité des eaux potables et des eaux industrielles [25,138]. En outre, la réduction de la turbidité peut également s'expliquer par l'adsorption et la neutralisation des polluants chargés. Les protéines chargées positivement dans les feuilles d'Aloe vera et d'Acorn sont capables d'être adsorbés par la surface des polluants (Colloïdes) entraînant la neutralisation des particules colloïdales chargées négativement présentes dans l'eau brute par la diminution du potentiel zêta. Ce dernier est responsable du comportement électrocinétique des particules colloïdales dû à la charge effective de l'ensemble particule-double couche. Lorsque la charge effective diminue, le potentiel zêta et la stabilité diminuent également [21,64]

Plusieurs travaux de recherche ont confirmé l'effet des coagulants protéiques d'origine végétale sur l'élimination de la turbidité. Par exemple, l'étude réalisée par Bouchareb et al, a démontré une réduction de la turbidité des eaux usées traitées de 97,14%, notant que la turbidité initiale était de 118 NTU [150]. Selon Adewole et al, l'élimination maximale de la

turbidité était de 40,77% en utilisant la protéine des graines de *Moringa oleifera*[149]. Lors du traitement des eaux usées en utilisant une protéine de *Strychnos potatorum*, *Moringa oleifera* et *Phaseolus vulgaris* comme coagulant pour une turbidité initiale de 250 NTU, les efficacités d'élimination de la turbidité étaient de 90,3%, 93,2% et 84,3%, respectivement [196].

d. Effet de la protéine coagulante sur les paramètres de l'eau

Tableau 5.10 : Effet de la dose optimale du coagulant (protéine) sur la qualité des eaux potable et des eaux usées industrielles.

Paramètres	Eau usée industrielle			Eau potable		
	Avant le traitement	Après le traitement		Avant le traitement	Après le traitement	
		Acorn	Aloe vera		Acorn	Aloe vera
Dose optimale du coagulant (mL/L)		110	100		20	10
Turbidité (NTU)	187	5,85	9,40	15,7	4,82	4,25
Réduction de la turbidité (%)	/	96,87	94,97	/	69,29	72,93
pH	9	9,68	9,74	7,75	8,46	8,15
Matière organique oxydable (mgO ₂ /L)	17,5	9,4	10,5	2,1	5,2	4,4
MES (mg/L)	969	100	70	/	/	
Réduction des MES (%)	/	89,86	99,27	/	/	
DCO (mg/L)	784,45	28,278	21,12	/	/	
Réduction de la DCO (%)	/	96,395	97,30	/	/	
Alcalinité totale (F°)	/	/		13,4	14,2	13,8
Salinité (g/L)	/	/		0,6	0,6	0,6
Conductivité électrique (µs/cm)	/	/		782	935	870

Le Tableau (5.10) montre les propriétés physiques et chimiques des eaux potables et des eaux usées industrielles avant et après traitement avec les coagulants organiques (Aloe vera et Acorn). En mentionnant que les valeurs des paramètres suivants : turbidité, pH, Matière organique oxydable, MES, DCO, alcalinité totale, salinité et conductivité électrique, correspondent aux concentrations optimales de chaque coagulant.

Le Tableau (5.10) montre la qualité de l'eau après le traitement par coagulation en utilisant des protéines extraites de feuilles d'Aloe vera et d'Acorn. On peut observer que les protéines

coagulantes ont augmenté le pH des eaux potables et des eaux industrielles, où cette augmentation peut être expliquée comme provenant de la poudre elle-même puisqu'elle a été préparée dans un milieu basique (pH=12) en utilisant NaOH.

La conductivité électrique de l'eau potable a été augmentée de 782 $\mu\text{S}/\text{cm}$ à 935 $\mu\text{S}/\text{cm}$ pour l'Acorn et de 782 $\mu\text{S}/\text{cm}$ à 870 $\mu\text{S}/\text{cm}$ pour l'Aloe vera. Cette augmentation peut être justifiée par la présence d'ions dans l'extrait coagulant tels que le sodium, l'hydroxyde qui augmentent la capacité de l'eau à conduire un courant entre deux électrodes (conductivité électrique). Le même résultat a été obtenu par Tan Chu Shan [242]. De plus, la valeur de la teneur en matière organique a été augmentée dans les eaux potables et diminuée dans les eaux huileuses industrielles après le traitement par les deux bio-coagulants. L'augmentation peut être justifiée par l'existence d'une grande quantité de matière organique dans le coagulant extrait des feuilles d'Aloe vera et d'Acorn dont une partie est soluble dans l'eau potable traitée. Alors que, la diminution (plus de 40 % de réduction) est due à la grande quantité de matière organique initiale (17,5 mg O_2/L) qui a été éliminée avec la turbidité, les MES et la demande chimique en oxygène.

Plusieurs chercheurs ont constaté que l'utilisation des agents coagulants (protéines) dans le traitement de l'eau potable et des eaux usées augmente la teneur en matières organiques [2,243].

La salinité de l'eau potable brute n'a pas été modifiée après le traitement par la protéine coagulante, la valeur restant à 0,6 g/L. Ce résultat s'explique par l'absence de production ou de consommation de sels minéraux responsables de la salinité de l'eau, tels que le chlorure de sodium, le chlorure de potassium, ... etc.

Lorsque 20 mL/L d'Acorn et 10 mL/L d'Aloe vera ont été utilisés, l'alcalinité totale a légèrement augmenté (voir Tableau (5.9)), ceci étant dû à la nature basique des coagulants utilisés (pH=12) avec une libération d'ions hydroxyde (OH^-) dans l'eau brute.

En ce qui concerne les MES et la DCO, l'efficacité maximale d'élimination obtenue pour 110 mL/L d'Acorn et 100 mL/L d'Aloe vera était de 89,86%, 96,39% et 99,27%, 97,30%, respectivement.

Ce résultat pourrait être dû à la déstabilisation des particules polluantes avec une modification de la charge électrique à la surface des particules présentes dans l'eau, les rassemblant sous forme de floccs par adsorption et agrégation ou par neutralisation dont la séparation est ensuite réalisée par décantation [244].

Les résultats similaires de Tan Chu Shan et al, Benalia et al, Bouchareb et al, confirment l'effet de la protéine coagulante naturelle provenant de la plante sur la DCO, les MES, l'alcalinité et la salinité[2,150,242].

e. Conclusion

L'objectif de cette étude était d'étudier l'efficacité du coagulant protéique sur la qualité des eaux potables et des eaux usées industrielles. Cette partie de l'étude a permis d'évaluer et de réduire le nombre de facteurs affectant l'extraction et purification des protéines.

Comme perspectives : une optimisation et modélisation du processus d'extraction de plusieurs agents coagulants tels que les protéines et les sucres totaux. Ainsi que leurs effets sur la qualité physique chimique et bactériologiques des eaux potables.

5.6. Optimisation et modélisation du processus d'extraction des agents coagulants : Application aux traitements physiques chimiques et bactériologiques des eaux potables.

Les résultats expérimentaux de cette partie sont présentés et discutés en deux parties :

- ❖ Optimisation et modélisation du processus d'extraction des agents coagulants
- ❖ Application aux traitements physiques chimiques et bactériologiques des eaux potables.

5.6.1. Optimisation et modélisation du processus d'extraction des agents coagulants

Les résultats de la partie C précédente permet d'identifier les paramètres influençant l'extraction et la purification des agents coagulants qui sont le pH, la température, le temps de macération et d'agitation.

L'objectif de cette étude est d'améliorer le rendement d'extraction des agents coagulants considérés (protéines, sucre totaux et les polyphénols), ainsi que une optimisation et modélisation du processus d'extraction à partir des deux plantes (Acorn et Aloe vera) utilisant le plan de Box Bencken (PBB) avec 4 facteurs et 27 expériences. Les concentrations de différents agents coagulants sont regroupées dans les Tableaux (5.11) et (5.12).

Tableaux 5.11 : Résultats de (PBB) en termes de concentration des agents coagulants extraire (protéines, sucre totaux et polyphénols) utilisant l'Acorn comme matière première.

N° d'expérience	pH	Température (°C)	Temps d'agitation (min)	Temps de macération (Hr)	Protéines (mg/g)	sucres totaux (mg/g)	polyphénols (mg/g)

1	2	20	35	2,5	4,311	0,537	4,270
2	12	20	35	2,5	4,700	0,826	1,169
3	2	60	35	2,5	4,351	0,794	2,193
4	12	60	35	2,5	4,760	1,290	2,077
5	7	40	10	1	4,746	3,813	2,020
6	7	40	60	1	5,201	3,015	2,492
7	7	40	10	4	5,508	3,016	2,324
8	7	40	60	4	6,103	2,109	1,274
9	2	40	35	1	4,280	3,309	3,348
10	12	40	35	1	4,700	2,984	1,979
11	2	40	35	4	5,008	1,781	2,499
12	12	40	35	4	5,461	2,509	1,214
13	7	20	10	2,5	4,827	1,993	2,199
14	7	60	10	2,5	4,887	2,576	2,098
15	7	20	60	2,5	5,402	1,204	2,125
16	7	60	60	2,5	5,482	1,560	1,394
17	2	40	10	2,5	5,200	2,003	2,218
18	12	40	10	2,5	4,444	3,832	1,372
19	2	40	60	2,5	4,591	2,528	2,660
20	12	40	60	2,5	6,303	1,702	0,992
21	7	20	35	1	4,404	1,888	3,252
22	7	60	35	1	4,414	2,991	2,278
23	7	20	35	4	5,387	1,319	2,134
24	7	60	35	4	5,427	1,386	2,279
25	7	40	35	2,5	4,526	1,850	2,331
26	7	40	35	2,5	4,576	1,845	2,391
27	7	40	35	2,5	4,546	1,805	2,301

Tableaux 5.12 : Résultats de (PBB) en termes de concentration des agents coagulants extraire (protéines, sucre totaux et polyphénols) utilisant l’Aloe vera comme matière première.

N° d’expérience	pH	Température (°C)	Temps d’agitation (min)	Temps de macération (Hr)	Protéines (mg/g)	sucres totaux (mg/g)	polyphénols (mg/g)
1	2	20	35	2,5	3,631	1,096	3,895

2	12	20	35	2,5	3,714	1,106	3,683
3	2	60	35	2,5	3,660	1,055	2,545
4	12	60	35	2,5	3,740	1,392	4,962
5	7	40	10	1	3,632	1,351	4,431
6	7	40	60	1	3,677	1,595	5,537
7	7	40	10	4	3,672	1,534	5,249
8	7	40	60	4	3,720	1,954	4,532
9	2	40	35	1	3,626	0,981	3,465
10	12	40	35	1	3,733	1,602	4,862
11	2	40	35	4	3,659	1,668	3,263
12	12	40	35	4	3,759	1,447	4,436
13	7	20	10	2,5	3,660	1,743	6,398
14	7	60	10	2,5	3,648	0,974	3,729
15	7	20	60	2,5	3,643	1,203	4,496
16	7	60	60	2,5	3,703	2,410	6,019
17	2	40	10	2,5	3,666	0,728	3,399
18	12	40	10	2,5	3,718	1,307	3,940
19	2	40	60	2,5	3,659	1,521	2,789
20	12	40	60	2,5	3,813	1,318	4,792
21	7	20	35	1	3,615	1,607	5,187
22	7	60	35	1	3,670	1,806	5,284
23	7	20	35	4	3,683	1,962	5,123
24	7	60	35	4	3,648	2,144	5,121
25	7	40	35	2,5	3,644	2,424	5,652
26	7	40	35	2,5	3,640	2,449	5,612
27	7	40	35	2,5	3,638	2,434	5,672

D'après les résultats obtenus, on constate que les deux plantes (Aloe vera et Acorn) contiennent les trois coagulants (protéines, sucres totaux et polyphénols) à des concentrations différentes. Notons que la concentration maximale en protéines, sucres totaux et polyphénols était de 6,303 ; 3,832 et 4,27 mg/g pour l'Acorn et de 3,813 ; 2,449 et 6,3983 mg/g pour l'Aloe vera.

Les modèles mathématiques (en valeurs réels) de cette étude sont donnés comme suit :

$$\begin{aligned} \text{Concentration des protéines (AV en mg/g)} = & 3,6890 - 0,02222 \text{ PH} + 0,00113 \text{ T} - \\ & 0,004917 \text{ TA} + 0,0188 \text{ TM} + 0,001827 \text{ PH}^2 + 0,000039 \text{ TA}^2 + 0,00448 \text{ TM}^2 - \\ & 0,000008 \text{ pHT} + 0,000205 \text{ pHTA} - 0,000243 \text{ pHTM} - 0,00074 \text{ TTM} + 0,000017 \text{ TATM}. \end{aligned} \quad (5.3)$$

Concentration des protéines (AC en mg/g) = 6,492 - 0,1302 pH - 0,00490 T - 0,08919 TA - 0,4528 TM - 0,00026 pH² + 0,000060 T² + 0,000907 TA² + 0,1377 TM² + 0,000050 pHT + 0,004938 pHTA + 0,00112 pHTM + 0,000010 TTA + 0,00025 TTM + 0,000933TATM. (5.4)

Concentration des sucres totaux (AV en mg/g) = -2,301 + 0,5561 pH + 0,0415 T + 0,03157 TA + 0,794 TM - 0,03179 pH² - 0,000963 T² - 0,000788 TA² - 0,1071 TM² + 0,000818 pHT - 0,001565 pHTA - 0,02808 pHTM + 0,000988 TTA - 0,00014 TTM + 0,00118 TATM. (5.4)

Concentration des sucre totaux (AC en mg/g) = 1,103 + 0,1297 pH + 0,1826 T - 0,0439 TA - 1,812 TM - 0,00113 pH² - 0,001862 T² + 0,001006 TA² + 0,3221 TM² + 0,00052 pHT - 0,005310 pHTA + 0,0351 pHTM - 0,000113 TTA - 0,00863 TTM - 0,00073 TATM. (5.6)

Concentration des polyphénols (AV en mg/g) = 3,931 + 0,6338 pH - 0,0757 T - 0,0288 TA + 0,954 TM - 0,06132 pH² - 0,000578 T² - 0,000597 TA² - 0,1002 TM² + 0,00657 pHT + 0,002925 pHTA - 0,0075 pHTM + 0,002096 TTA - 0,00083 TTM - 0,01216 TATM. (5.7)

Concentration des polyphénols (AC en mg/g) = 5,335 - 0,3416 pH - 0,0968 T + 0,0939 TA - 0,362 TM - 0,00330 pH² + 0,000256 T² - 0,000697 TA² + 0,0246 TM² + 0,007465 pHT - 0,001643 pHTA + 0,0028 pHTM - 0,000315 TTA + 0,00932 TTM - 0,01015 TATM. (5.8)

5.6.2. Résultats de l'ANOVA

La validité des équations du modèle a également été analysée à l'aide des valeurs R². Les résultats ont montré que les prédictions de tous des modèles étaient en bon accord avec les valeurs expérimentales. Les modèles de régression pouvaient fournir un ajustement raisonnable pour les modèles contenant un nombre différent de variables indépendantes et pour faire des prédictions. Le Tableau (5.13) illustre que le coefficient de détermination R², pour les protéines, les sucres totaux, les polyphénols de l'Aloe vera et les protéines, les sucres totaux, les polyphénols de l'Acorn étaient respectivement de 97,82 ; 97,87 ; 98,10 ; 99,22 ; 97,14 ; 97,59 %, tous dans une plage acceptable. De plus, les coefficients de détermination R² sont en accord avec les coefficients de détermination ajusté (R²_{adj}). Par conséquent, les valeurs de R² et R²_{adj} confirment la validité des modèles mathématiques pour prédire la concentration des protéines, des sucres totaux et des polyphénols.

Selon les résultats de l'ANOVA (valeurs de P) résumés dans le tableau (5.14), la valeur P est inférieure à 0,05 pour chaque modèle.

Tableau 5.13 : Coefficient de détermination (R² and R² ajusté)

Agent coagulant	Aloe vera		Acorn	
	R ² (%)	R ² ajusté (%)	R ² (%)	R ² ajusté (%)

Protéines	97,82	95,28	99,22	98,31
Sucres totaux	97,87	95,39	97,14	93,80
Polyphénols	98,10	95,89	97,59	94,77

Tableau 5.14 : Analyse d'Anova (Test de P)

Source	Aloe vera			Acorn		
	Protéines	Sucre totaux	Polyphénols	Protéines	Sucre totaux	Polyphénols
Modèle	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Linéaires	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
PH	0,000	0,009	0,000	0,000	0,014	0,000
T	0,004	0,012	0,136	0,258	0,003	0,000
TA	0,000	0,000	0,173	0,000	0,000	0,039
TM	0,000	0,000	0,164	0,000	0,000	0,000
Carré	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
pH ²	0,000	0,000	0,000	0,834	0,772	0,261
T ²	0,965	0,000	0,022	0,449	0,000	0,170
TA ²	0,000	0,000	0,001	0,000	0,000	0,000
TM ²	0,040	0,000	0,025	0,000	0,000	0,445
Interaction à 2 facteurs	0,001	0,000	0,000	0,000	0,001	0,000
pHT	0,877	0,143	0,000	0,890	0,645	0,000
pHTA	0,000	0,003	0,004	0,000	0,000	0,026
pHTM	0,725	0,002	0,591	0,817	0,034	0,802
TTA	0,004	0,000	0,000	0,890	0,616	0,075
TTM	0,001	0,938	0,809	0,835	0,037	0,005
TATM	0,904	0,415	0,001	0,341	0,809	0,001

La qualité de la prédiction des modèles serait évaluée aussi par les courbes de résidus (voir les Figures (5.38) et (5.39)) pour visualiser la différence entre les valeurs du modèle et les valeurs réels (expérimentales).

Les Figures ((5.38.a), (5.38.b), (5.38.c), (5.38.d), (5.38.e), (5.38.f)) montrent une distribution des résidus raisonnablement proche de l'axe des zéros. Les erreurs d'ajustement les plus importantes étaient de l'ordre de 0,106 et 0,011mg/g pour les protéines, 0,267 et 0,136 mg/g pour les sucres totaux et 0,228 et 0,324mg/g pour les polyphénols lors de l'utilisation de l'Aloe vera et l'Acorn, respectivement .

Les Figures ((5.39.a), (5.39.b), (5.39.c), (5.39.d), (5.39.e), (5.39.f)) montrent que l'ensemble des résidus étaient bien alignés avec la ligne de Henry. L'étude graphique des Figures ((5.38) et (5.39)) indique que l'ensemble des résidus suit une distribution normale.

Tous les estimateurs statistiques révèlent que les modèles développés sont validés du point de vue statistique pour simuler le processus d'extraction des agents coagulants considérés

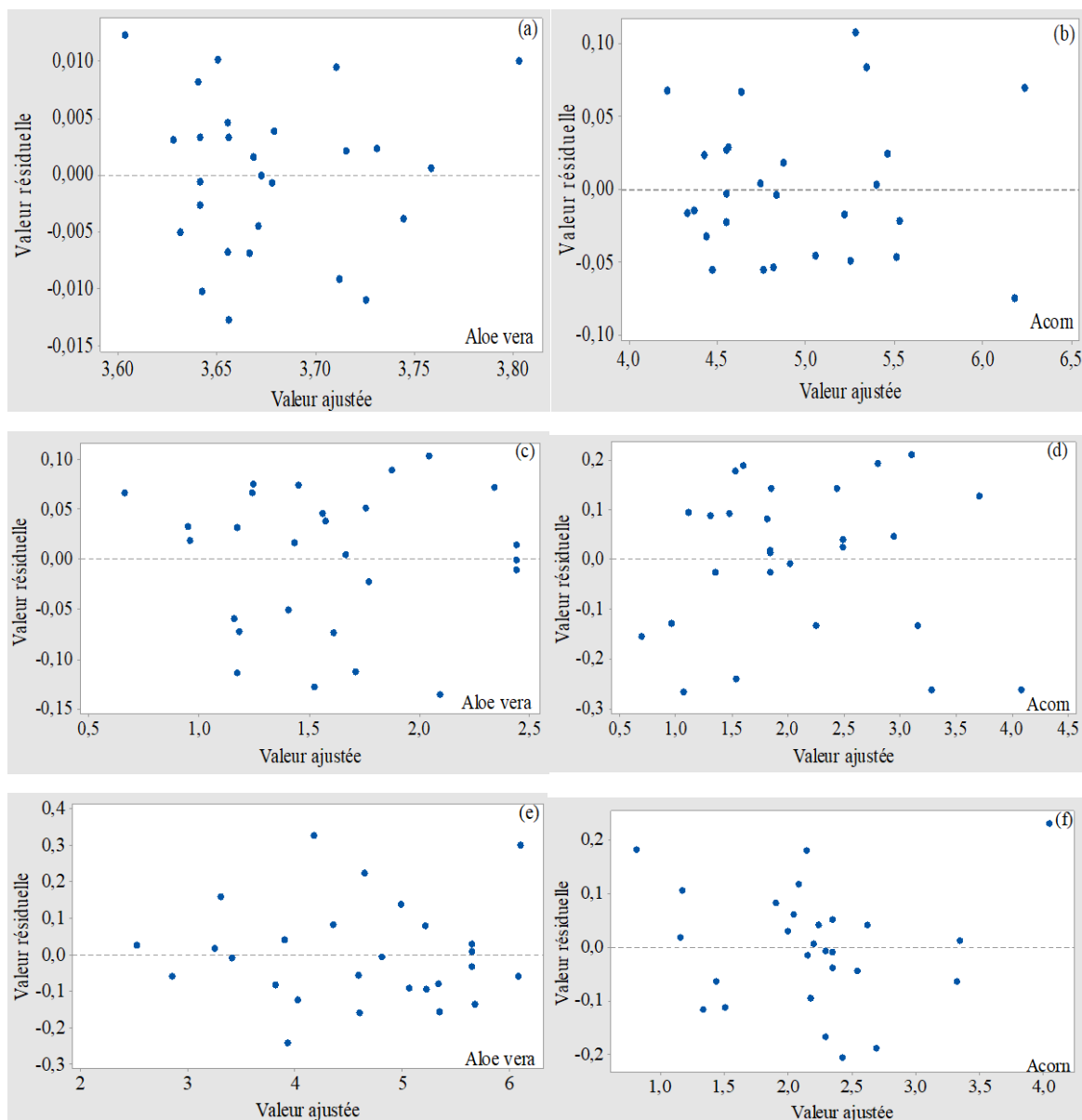


Figure 5.38 : Distribution des résidus en fonction des valeurs ajustées pour : les protéines (a,b),les sucres totaux (c,d),les polyphénols (e,f).

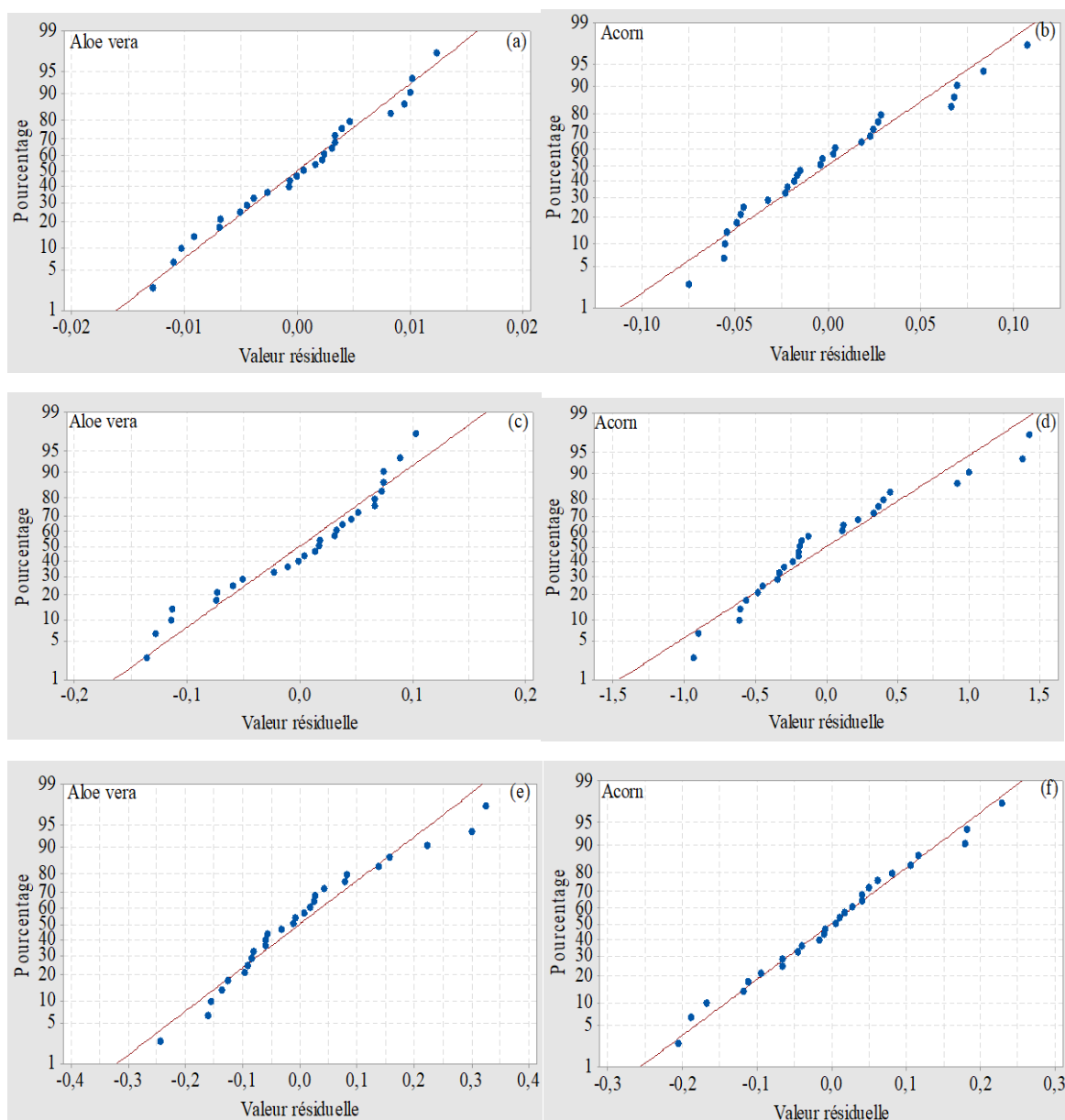


Figure 5.39 : Droite de Henry des valeurs résiduelle de : protéines (a,b), sucres totaux (c,d) et polyphénols (e,f).

➤ Optimisation et validation

Dans cette partie de travail, les variables du procédé ont été optimisées simultanément afin de trouver des conditions optimales pour les trois réponses (concentration des protéines, des sucres totaux et des polyphénols). L'approche de la fonction de désirabilité a été utilisée pour obtenir des efficacités d'extraction maximales. Les conditions optimales pour les réponses sont indiquées au Tableau (5.15) : pH de 10,18 et 11,89, Température de 60C°, Temps d'agitation 60 et 10 min et Temps de macération 2,48 et 4 Heures lors de l'utilisation de l'Aloe vera et de l'Acorn, respectivement. Dans cette étude, les conditions prédites sont

validés expérimentalement, les résultats obtenus sont présentés dans le même Tableau (5.16).

Tableau 5.15 : Conditions prédites et expérimentaux.

Facteur	Aloe vera			Acorn		
	Protéines (mg/g)	Sucres totaux (mg/g)	Polyphénols (mg/g)	Protéines (mg/g)	Sucres totaux (mg/g)	Polyphénols (mg/g)
pH	12	6,95	9,77	12	12	2
Température (°C)	60	47,07	60	60	48	20
Temps d'agitation (min)	60	44,84	60	60	10	53,43
Temps de macération (Hr)	1	3	1	4	1	2,5
Concentration des agents coagulants (prédites)	3,84	2,51	6,88	7,08	4,75	4,93
Concentration des agents coagulants (expérimentaux)	3,82	2,38	6,70	6,97	4,59	4,79
Erreur (mg/g)	0,02	0,13	0,18	0,11	0,16	0,14

Dans cette partie, des conditions optimales d'extraction ont été appliqués sur le jar test pour évaluer l'efficacité de chaque agent coagulant sur la qualité de l'eau potable.

5.6.3. Application aux traitements physiques chimiques et bactériologiques des eaux potables.

Les conditions optimales d'extraction des protéines, des polyphénols et des sucres totaux ont été appliquées pour améliorer la qualité physique, chimique et bactériologique des eaux potables d'Oued El Athmania. Les résultats obtenus précédemment confirment la présence de ces agents coagulants qui jouent un rôle très important dans le procédé de coagulation floculation utilisant les deux bio-coagulants.

a. Effet des agents coagulants sur la réduction de la turbidité

Les Figures ((5.40.a), (5.40.b) et (5.40.c)) montrent l'effet de la dose de l'agent coagulant (protéines, sucres totaux et polyphénols) sur la réduction de la turbidité de l'eau potable. On remarque bien que tous les agents coagulants considérés ont des effets remarquables sur le pourcentage d'élimination en turbidité. Selon la Figure (5.40.a), la réduction maximale de la

turbidité était 91,81% et 83,19% % et lors de l'utilisation des protéines de l'Acorn et de l'Aloe Vera, respectivement. Concernant les sucres totaux, l'efficacité de l'élimination maximale en turbidité était de 85,81% pour l'Aloe Vera et 93,59% pour l'Acorn (voir Figure (5.40.b)). Les résultats de la Figure (5.40.c) mettent une efficacité de réduction la plus élevée était de 85,89% et 90% pour les polyphénols de l'Aloe vera et de l'Acorn, respectivement. La réduction de la turbidité utilisant les bio-coagulants peut être justifier par deux mécanismes : (1) adsorption et neutralisation des charges , (2) adsorption et pontage[21,22]. En ce qui concerne l'adsorption et la neutralisation des charges, certaines espèces chimiques de charges opposées sont absorbées par la surface, ce qui entraîne une réduction de l'étendue de l'interaction répulsive à double couche entre les particules colloïdales. Le fait que des ions puissent être adsorbés, la neutralisation des charges se traduit par une inversion de la charge, peut s'expliquer par la prédominance des interactions chimiques sur les effets de répulsion électrostatique dans certains cas [22,23]. Selon le deuxième phénomène (adsorption et pontage), plusieurs substances naturels à savoir les protéines, la cellulose, les polyphénols, et les polysaccharides sont caractérisés par leurs poids moléculaires élevés et, en outre, ont des charges électriques multiples tout au long de leurs chaînes d'atomes. Ces substances sont capables de déstabiliser les particules colloïdales chargées négativement [23]. Plusieurs chercheurs ont développé une théorie des ponts chimiques qui est valable pour expliquer le comportement observé de ces composés [22]. Le phénomène est décrit par la formation de ponts entre les particules colloïdales via les molécules coagulantes, les sites libres de plusieurs molécules coagulantes s'accrochent à la même particule colloïdale, la liaison des coagulants à la particule peut résulter de liaisons hydrogène, d'échange d'ions, ou de forces de Van der Waals [23].

Plusieurs études ont déjà recherché des composés actifs capables de contribuer à la coagulation pour le traitement des eaux usées, des eaux potables et des eaux usées industrielles. Selon Rasool et al, l'agent coagulant est un sucre pour les feuilles d'Ocimum basilicum[147]. Ndabigengesere et al, Taiwoet al et Bouchareb et al, ont suggéré que le composant actif des graines de Moringa Oleifera est une protéine [148–150]. Alors que, Bello et al. ont utilisé les polyphénols de l'épicéa comme coagulant pour la clarification de l'eau [151].

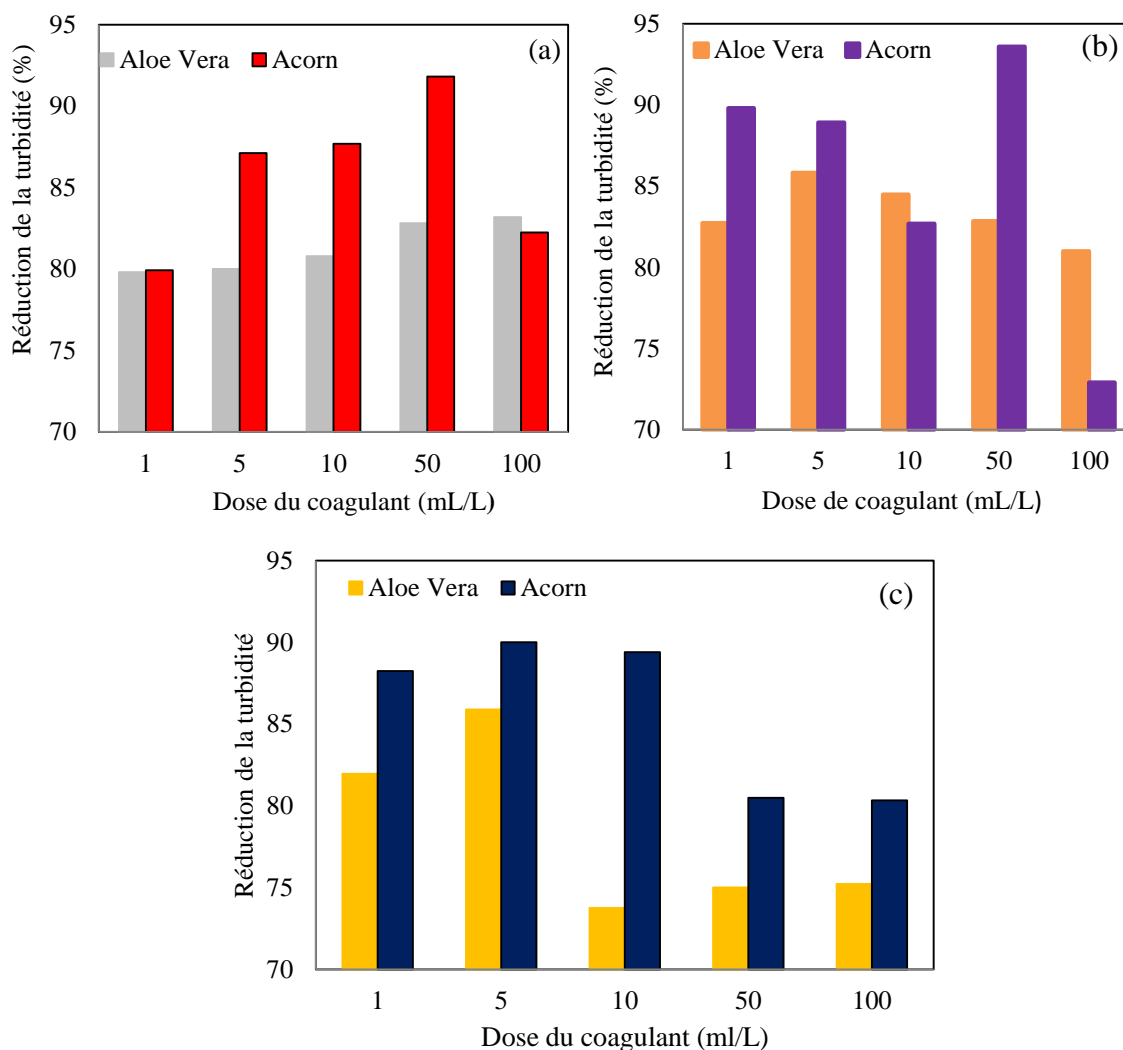


Figure 5.40 : Effet de la dose de l'agent coagulant sur la réduction de la turbidité (a) les protéines, (b) les sucres totaux et (c) les polyphénols.

b. Effet des agents coagulants sur réduction des coliformes totaux

Les résultats obtenus dans la présente étude ont montré que les feuilles d'Acorn et d'Aloe vera ont une activité antimicrobienne potentielle sur les coliformes totaux. Lorsque testé par les trois agents coagulants, les extraits de l'Aloe vera et l'Acorn ont montré une activité significative contre les bactéries coliformes totaux avec une réduction très importante entre 96,42% et 100% pour les trois agents coagulants (voir les Figures (5.41.a),(5.41.b) et (5.41.c)). On pense que l'activité antimicrobienne de l'Acorn et de l'Aloe vera est due à la capacité des composant actives responsables la bio-coagulation (sucres totaux, protéines et polyphénols) à attirer et neutraliser les molécules chargées négativement, ce qui entraîne la formation de floccs[150].

Magaji et al. ; Sarpong et al. ; Unnisa et al. ont rapporté l'activité antimicrobienne des coagulants naturels [61,62,245].

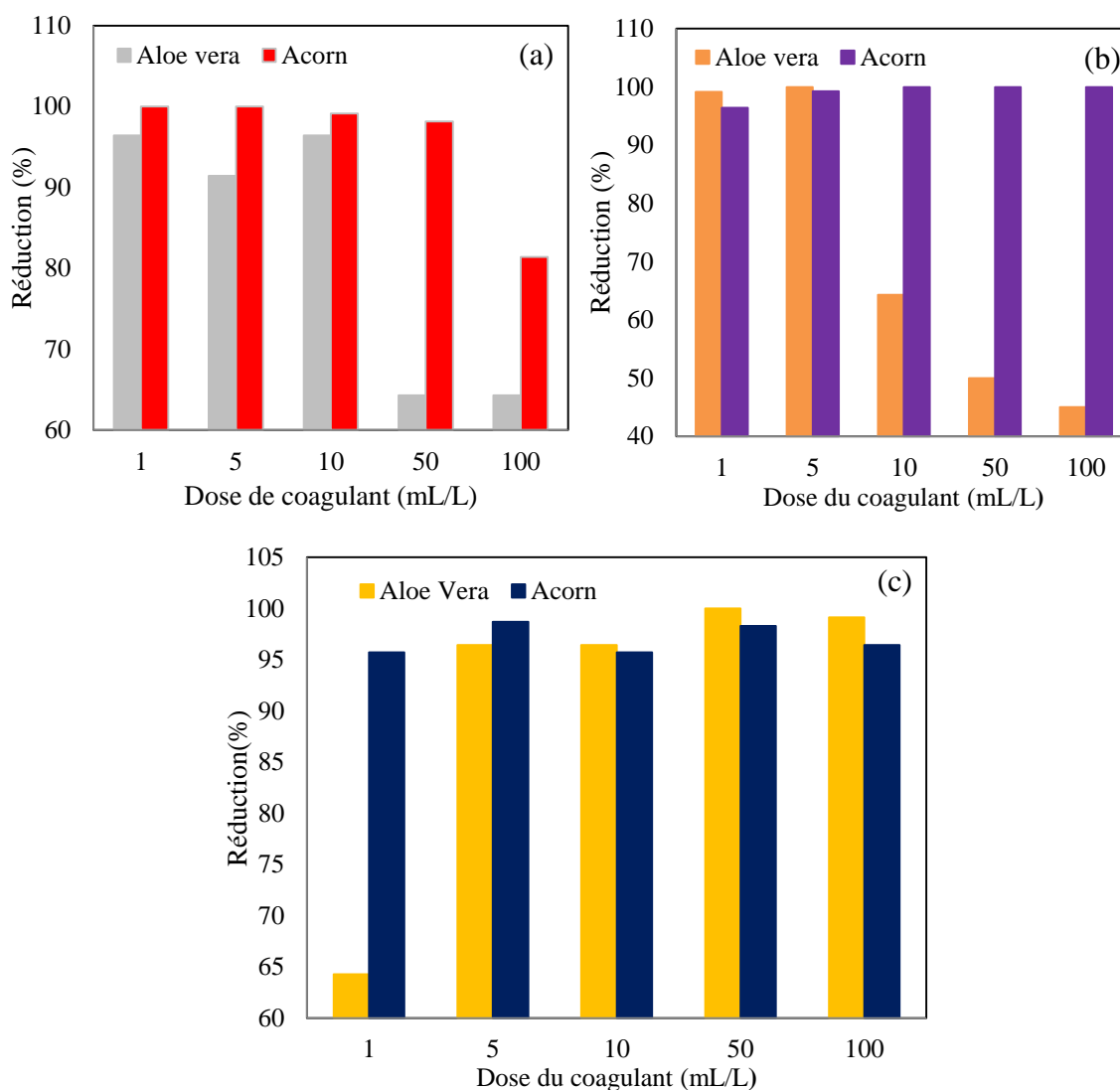


Figure 5.41 : Effet de la dose de l'agent coagulant sur la réduction des coliformes totaux (a) les protéines, (b) les sucres totaux et (c) les polyphénols.

c. Effet des différents agents coagulants sur les paramètres physico-chimiques de l'eau potable.

Afin de voir l'effet de l'utilisation des agents coagulants extraits sur les valeurs de certains paramètres physico-chimiques de la qualité de l'eau, des mesures de pH, de l'alcalinité totale, de conductivité, des MES, de matière organique, ainsi que de la matière sèche des boues ont été mesurées. Le Tableau (5.16) présente les caractéristiques de l'eau potable d'Oued Al Athmania avant et après le traitement par les agents coagulants (protéines, polyphénols et sucre totaux) aux concentrations optimales.

On remarque dans le Tableau (5.16), le pH et l'alcalinité totale augmentent lors de l'utilisation des protéines d'Aloe vera et d'Acorn et des sucres totaux de l'Acorn, cette augmentation peut être justifiée par la présence des ions OH^- de NaOH qui sont libérés

dans les extraits coagulants pendant leurs extraction [2]. Alors que la diminution en pH et l'Alcalinité totale pour les autres agents coagulants est liée à la réaction entre les ions OH^- , CO_3^{2-} et HCO_3^- dans l'eau brute et les ions H^+ existants dans les extraits. On remarque aussi selon le Tableau (5.16) que l'ajout du bio-coagulant engendre une diminution de matière organique oxydable (MO). Notant que la réduction maximale était de 79,31% pour les sucres de l'Aloe vera.

Le Tableau (5.16) montre que l'addition du bio-coagulant a provoqué la diminution des MES dans l'eau potable. Les résultats obtenus sont très importants, les valeurs des matières en suspensions résiduelles dans l'eau étaient de 0,14 ; 0,6 ; 0,4 ; 0,21 ; 0,5 et 0,6 mg/L pour les protéines, les sucres et les polyphénols de l'Aloe vera et de l'Acorn, respectivement. Cette réduction en MES peut être expliquée du fait que les agents coagulants considérés déstabilisent les particules colloïdales chargées négativement présents dans l'eau, en neutralisant les charges qui génèrent les forces de répulsion entre ses colloïdes.

Concernant les boues produites, la valeur minimale a été obtenue pour les sucres totaux 0,67 g/L pour l'Aloe vera et 0,74 g/L pour l'Acorn. Les quantités des boues produites après la coagulation avec les agents coagulants sont chargées en matière organique, ainsi que biodégradable et non toxiques, Elles peuvent être utilisées comme des engrais agricoles [140] .

Tableau 5.16 : Caractérisations de l'eau avant et après le traitement par les agents coagulants aux concentrations optimales.

Paramètre	Eau brute	Aloe vera			Acorn			Normes algériennes
		Protéines	Sucre totaux	Polyphénols	Protéines	Sucre totaux	Polyphénols	
Dose optimale (mL/L)	/	100	5	5	50	50	5	/
Turbidité résiduelle (NTU)	13,2	2,21	1,873	1,682	1,081	0,846	1,32	5
pH	7,7	8,45	7,55	7,92	8,14	8,18	7,06	6,5-9
MO (mgO ₂ /L)	2,9	2,4	0,6	1,5	2,7	2,5	1,1	5
MES (mg/L)	12	0,14	0,6	0,4	0,21	0,5	0,6	/
Alcalinité totale (F°)	12	16,82	11,80	13,26	15,80	15,82	11,20	20
Matière sèche des boues (g/L)	/	0,84	0,67	1,02	0,98	0,74	1,12	/

d. Conclusion

Les résultats montrent que :

- ✓ Tous les coefficients R^2 des modèles obtenus dans une plage acceptable (supérieurs à 97%), qui confirme la validité du modèle quadratique.
- ✓ Les différents agents coagulants éliminent les coliformes totaux avec des pourcentages d'élimination très importants.
- ✓ Tous les paramètres considérés (turbidité, pH, MES, matière organique et l'alcalinité totale) correspondent les normes de potabilisation selon les normes algériennes.

5.7. Elimination des métaux lourds par bio-coagulation

5.7.1. Optimisation et modélisation de la coagulation des métaux lourds

Dans cette partie, un plan composite central (PCC) a été réalisé pour évaluer l'effet du dosage du bio-coagulant (Aloe vera et Acorn) et de la concentration initiale du métal (zinc, fer, cuivre et chrome (VI)) sur l'élimination du métal. Les résultats obtenus sont présentés dans les Tableaux (5.17) et (5.18).

Tableau 5.17 : Résultats de (PCC) du zinc, du fer par les deux bio-coagulants (Aloe vera et Acorn)

Expérience	Dose du Coagulant (mg/L)	C ₀ (mg/L)	Zinc				Fer			
			Zn (AV en mg/L)	R(AV en %)	Zn(AC en mg/L)	R(AC en %)	Fe (AV en mg/L)	R(AV en %)	Fe (AC en mg/L)	R(AC en %)
1	5	2	1,40	30,10	0,40	80,03	0,12	94,10	0,58	71,13
2	2000	2	1,53	23,33	0,43	78,62	1,21	39,39	0,59	70,63
3	5	1000	177,90	82,21	16,40	98,36	42,70	95,73	11,40	98,86
4	2000	1000	654,00	34,60	24,70	97,53	52,80	94,72	42,70	95,73
5	753,125	501	185,37	63,00	11,07	97,79	22,60	95,49	12,60	97,49
6	1251,875	501	261,77	47,75	12,68	97,47	7,55	98,49	8,80	98,24
7	1002,5	376,25	167,09	55,59	33,11	91,20	15,10	95,99	13,20	96,49
8	1002,5	625,75	267,45	57,26	48,18	92,30	17,60	97,19	11,95	98,09
9	1002,5	501	234,32	53,23	34,97	93,02	13,85	97,24	11,35	97,73
10	1002,5	501	234,87	53,12	34,77	93,06	13,95	97,22	11,52	97,70
11	1002,5	501	234,27	53,24	34,62	93,09	14,01	97,20	11,57	97,69
12	1002,5	501	234,47	53,20	34,47	93,12	13,63	97,28	11,30	97,74
13	1002,5	501	234,52	53,19	35,07	93,00	14,08	97,19	11,27	97,75

Tableau 5.18 : Résultats de (PCC) du cuivre et du chrome (VI) par les deux bio-coagulants (Aloe vera et Acorn)

Expérience	Dose du Coagulant (mg/L)	C ₀ (mg/L)	Cuivre				Chrome (VI)			
			Cu (AV en mg/L)	R(AV en %)	Cu(AC en mg/L)	R(AC en %)	Cr (AV en mg/L)	R(AV en %)	Cr(AC en mg/L)	R(AC en %)
1	5	2	0,398	80,11	0,619	69,04	0,13	93,56	0,06	97,20
2	2000	2	0,988	50,61	1,783	10,87	0,35	82,47	0,21	89,44
3	5	1000	0,060	99,99	44,700	95,53	88,43	91,16	185,85	81,42
4	2000	1000	0,050	99,99	47,500	95,25	161,67	83,83	204,35	79,57
5	753,125	501	0,050	99,99	22,851	95,44	29,67	94,08	0,14	99,97
6	1251,875	501	0,095	99,98	26,102	94,79	34,72	93,07	6,16	98,77
7	1002,5	376,25	0,041	99,99	18,203	95,16	5,32	98,59	48,99	86,98
8	1002,5	625,75	0,044	99,99	18,203	97,09	24,62	96,07	101,55	83,77
9	1002,5	501	0,075	99,99	17,700	96,47	16,92	96,62	27,91	94,43
10	1002,5	501	0,225	99,96	17,655	96,48	21,94	95,62	27,91	94,43
11	1002,5	501	0,476	99,91	17,640	96,48	22,03	95,60	27,91	94,43
12	1002,5	501	0,501	99,90	17,730	96,46	21,63	95,68	27,91	94,43
13	1002,5	501	0,576	99,89	17,750	96,46	22,28	95,55	27,91	94,43

Le Tableau (5.17) montre que la plus grande efficacité d'élimination du zinc 82,21% et 98,36% ont été obtenus au même dose du coagulant (5 mg/L) pour une concentration initiale de zinc 1000 mg/L après le traitement avec AV-H₂O et AC-H₂O, respectivement.

En utilisant 1251,875 et 5 mg/L de coagulant (Aloe vera et Acorn) et 625,75 mg/L de concentration initiale de fer, la réduction maximale obtenue était de 98,49 et 98,86 % pour AV-H₂O et AC-H₂O, respectivement.

Lors de l'utilisation de l'Acorn comme coagulant, le pourcentage d'élimination maximale en cuivre était de 97,09%. Notant que la dose du coagulant et la concentration initiale du cuivre étaient de 1002,5 et 625,75 mg/L, respectivement. Suite au Tableau (5.18), on observe que le taux d'éliminations en cuivre utilisant l'Aloe vera comme coagulant est supérieure de 99,9% pour toutes les expériences, à l'exception les expériences 1 et 2. Concernant le chrome (VI). Le pourcentage d'élimination est très important, en notant que l'efficacité d'élimination maximale est d'environ 98,59 et 99,97% pour les deux coagulants AV-H₂O et AC-H₂O, respectivement.

Sur la base du plan composite central (PCC), nous avons obtenu les équations du modèle pour l'efficacité d'élimination du zinc, du fer, du cuivre et du chrome (VI) (R en %) en utilisant l'Aloe vera et l'Acorn.

Les modèles mathématiques pour les coagulants considérés sont donnés comme suit :

$$RZn (AV-H_2O \text{ en } \%) = 30,84 + 0,0251 DC + 0,042 C_0 - 0,000014 DC^2 + 0,000010 C_0^2 - 0,000021 DCC_0 \tag{5.9}$$

$$RZn (AC-H_2O \text{ en } \%) = 80,30 - 0,0903 DC + 0,2176 C_0 + 0,000045 DC^2 - 0,000199 C_0^2 \tag{5.10}$$

$$RFe (AV-H_2O \text{ en } \%) = 93,85 - 0,0170 DC + 0,0465 C_0 - 0,000005 DC^2 - 0,000046 C_0^2 + 0,000027 DCC_0 \tag{5.11}$$

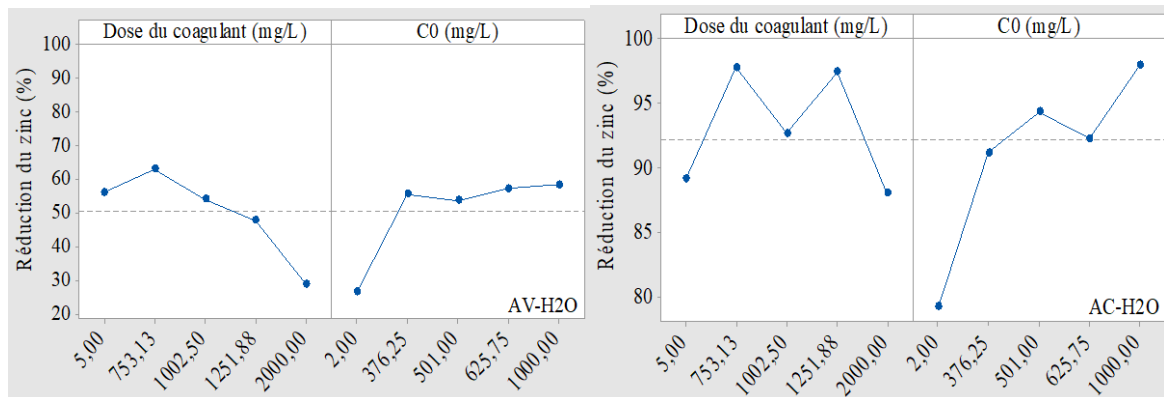
$$RFe (AC-H_2O \text{ en } \%) = 71,20 + 0,0044 DC + 0,0733 C_0 - 0,000002 DC^2 - 0,000046 C_0^2 - 0,000001 DCC_0 \tag{5.12}$$

$$RCu (AV-H_2O \text{ en } \%) = 80,30 + 0,0031 DC + 0,0538 C_0 - 0,000009 DC^2 - 0,000035 C_0^2 + 0,000015 DCC_0 \tag{5.13}$$

$$RCu (AC-H_2O \text{ en } \%) = 69,18 + 0,0165 DC + 0,050 C_0 - 0,000023 DC^2 - 0,000025 C_0^2 + 0,000029 DCC_0 \tag{5.14}$$

$$RCr (AV-H_2O \text{ en } \%) = 93,519 + 0,0631 DC - 0,1073 C_0 - 0,000034 DC^2 + 0,000104 C_0^2 + 0,000002 DCC_0 \tag{5.15}$$

$$RCr (AC-H_2O \text{ en } \%) = 97,38 - 0,2227 DC + 0,4483 C_0 + 0,000109 DC^2 - 0,000463 C_0^2 + 0,000003 DCC_0 \tag{5.16}$$



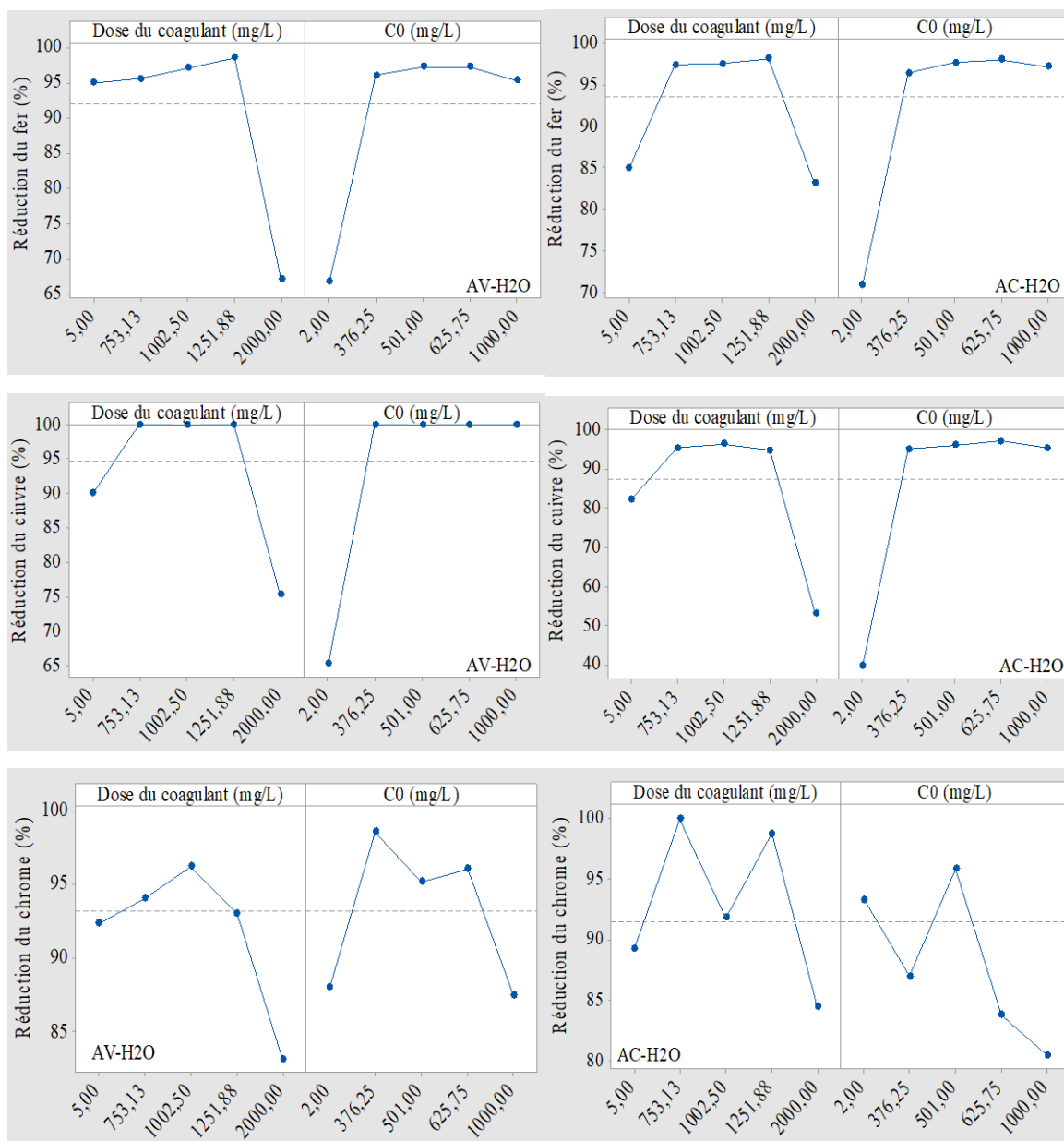
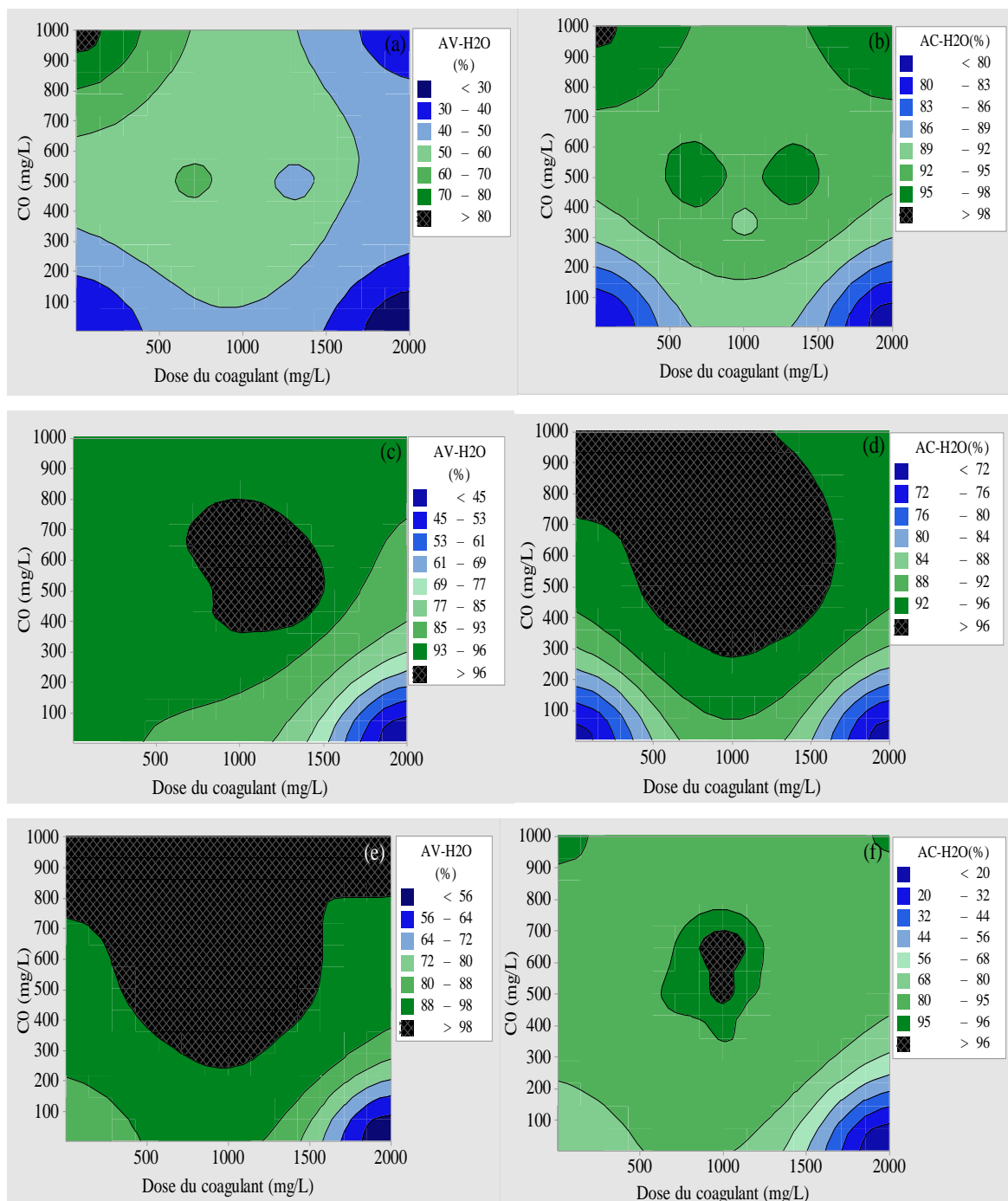


Figure 5.42 : Diagramme des effets des principaux sur l'élimination des métaux lourds.

La Figure (5.42) représente l'effet de la dose du coagulant (Aloe vera et Acorn) et la concentration initiale du métal sur le pourcentage de réduction en métal. On remarque bien que les deux paramètres considérés ont des effets remarquables et variables sur l'élimination de la concentration du métal (zinc, cuivre, fer et chrome), à titre exemple, le cas du cuivre, on observe une augmentation du rendement d'élimination du cuivre en (%), à une certaine valeur (735,3 mg/L du coagulant et 376,25mg/L du cuivre) pour les deux coagulants, suivi par une stabilisation, après une diminution suite aux additions des bio-coagulants. Cela peut être expliqué du fait que les agents coagulants adsorbent les ions métalliques présentés dans l'eau par le phénomène d'adsorption et pontage.

La complexité de la bio-coagulation des métaux lourds est clairement représentée si l'on utilise les diagrammes de contours (voir Figures (5.43.a), (5.43.b), (5.43.c), (5.43.d), (5.43.e), (5.43.f), (5.43.g), (5.43.h)). Ces diagrammes ont été utilisés pour déterminer la zone optimale pour chaque métal (zinc, fer, cuivre et chrome) vis-à-vis la réduction maximale en métal. On remarque par exemple dans la figure (5.43.b) pour le zinc et (5.43.f) pour le chrome qu'il y a deux zones où la réduction des ions de ces deux métaux est maximale et représentés par des cercles en couleur foncé.



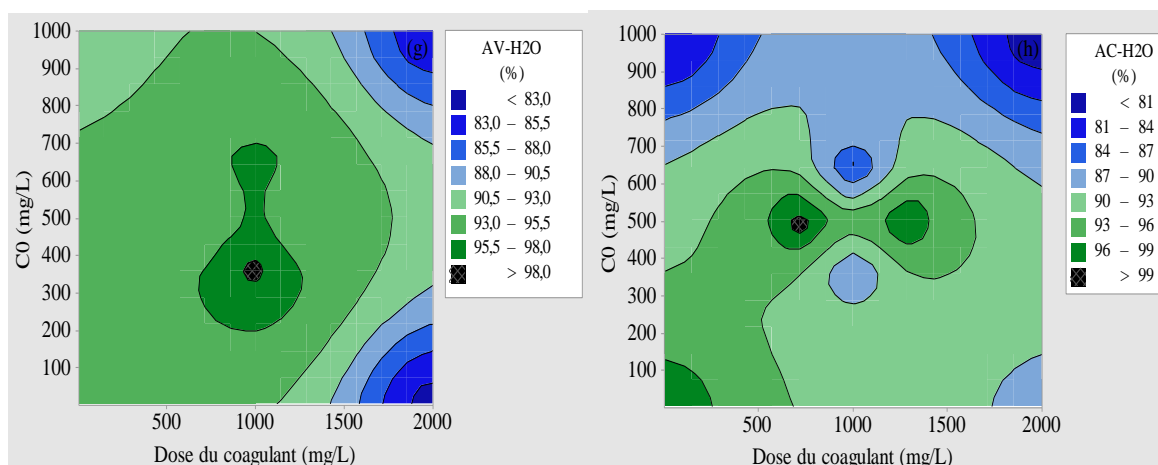


Figure 5.43 : Diagramme de contour du zinc (a,b), du fer (c,d), du cuivre (e,f) et du chrome VI(g,h).

5.7.2. Analyse de variance (ANOVA)

La qualité de la prédiction sera évaluée en fonction de différents critères :

- Les valeurs du coefficient de détermination (R^2 et R^2 ajusté).
- La valeur P.
- Les courbes résiduelles.

a. Les coefficients de détermination (R^2 and R^2 ajusté)

La performance globale des modèles a été évaluée par le coefficient de détermination R^2 , comme le montre sur le Tableau (5.19). Pour les tous modèles, les valeurs de R^2 étaient supérieures à 97 %, ce qui indique la pertinence des modèles. De plus, les différences non significatives entre les valeurs du R^2 prédit et du R^2 ajusté pour les tous modèles confirment la précision des modèles (voir Tableau (5.19)).

Tableau 5.19. Coefficient de détermination (R^2 and R^2 ajusté)

Métal	Bio-coagulant	R^2 (%)	R^2 ajusté (%)
Zinc	AV-H ₂ O	97,22	95,23
	AC-H ₂ O	97,13	95,08
Fer	AV-H ₂ O	97,85	96,31
	AC-H ₂ O	98,93	98,16
Cuivre	AV-H ₂ O	98,22	96,96
	AC-H ₂ O	98,71	97,79
Chrome (VI)	AV-H ₂ O	98,42	97,29
	AC-H ₂ O	98,57	97,54

b. Test de p

L'analyse ANOVA (valeur P) de ces modèles est présentée dans le Tableau (5.20).

Tableau 5.20 : Analyse de variance (Test de P)

Source	Réduction du zinc (%)		Réduction du fer (%)		Réduction du cuivre (%)		Réduction du chrome (VI) (%)	
	AV-H ₂ O	AC-H ₂ O	AV-H ₂ O	AC-H ₂ O	AV-H ₂ O	AC-H ₂ O	AV-H ₂ O	AC-H ₂ O
Modèle	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
Linéaires	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
DC	0,000	0,434	0,000	0,254	0,001	0,000	0,000	0,002
C ₀	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,337	0,000
Carré	0,002	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000	0,000
DC ²	0,600	0,005	0,847	0,840	0,673	0,460	0,001	0,000
C ₀ ²	0,928	0,003	0,656	0,329	0,676	0,833	0,005	0,000
Interaction à 2 facteurs	0,000	0,839	0,000	0,367	0,001	0,000	0,050	0,025
DCC ₀	0,000	0,839	0,000	0,367	0,001	0,000	0,050	0,025

Les valeurs de P ont été utilisées pour examiner la validité du modèle. La valeur P doit être faible que possible. le modèle est statistiquement significatif lorsque la valeur de p est inférieure à 0,05 [193,194].

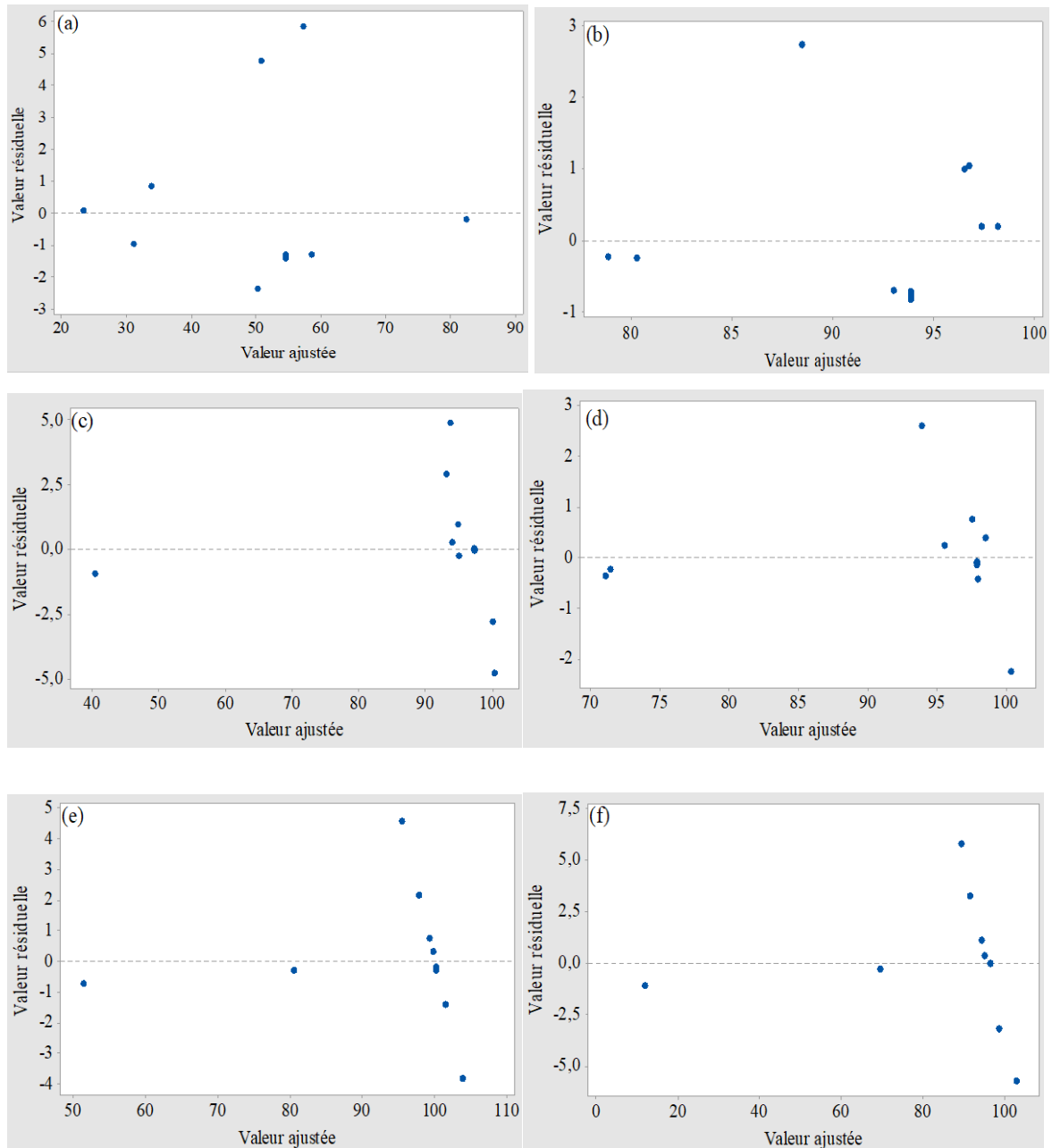
Les données de l'analyse pour tous les modèles sont présentées dans le Tableau (5.21). Les résultats obtenus ont montré que les valeurs P étaient faibles (<0,05) pour tous les modèles linéaires et carrés, alors que les valeurs p pour les interactions étaient de 0,0 ; 0,839 ; 0,0 ; 0,367 ; 0,001 ; 0,0 ; 0,05 et 0,025 pour les modèles de RZn (AV-H₂O), RZn (AC-H₂O), RFe (AV-H₂O), RFe (AC-H₂O), RCu (AV-H₂O), RCu (AC-H₂O), RCr (AV-H₂O), RCr (AC-H₂O), respectivement.

Les modèles obtenus se sont avérés être significatifs et bien ajustés, ce qui indique que les relations entre les réponses (pourcentage d'élimination en métal) et les variables indépendantes supposées (la dose du bio-coagulant et la concentration initiale du métal) dans les modèles sont raisonnables.

c. Les courbes des résidus

La Figure (5.44) montre l'interaction entre les résidus et les valeurs ajustées. On peut observer sur les graphiques (5.44.a), (5.44.b), (5.44.c), (5.44.d), (5.44.e), (5.44.f), (5.44.g), (5.44.h) l'erreur maximale était de 5,7 ; 2,7 ; 4,5 ; 2,5 ; 4,6 ; 5,5 ; 1 et 0,8 %, respectivement. Les graphiques de probabilité normale des résidus sont illustrés à les Figures ((5.45.a),(5.45.b), (5.45.c), (5.45.d), (5.45.e), (5.45.f), (5.45.g), (5.45.h)). Les graphiques de

probabilité normale montrent que les résidus tombent sur la ligne droite, ce qui confirme que les erreurs sont normalement distribuées avec une moyenne nulle et constante [35]. Cette observation indique que le PCC est bien ajusté dans tous les modèles et peuvent donc être appliqués pour effectuer l'opération d'optimisation du processus.



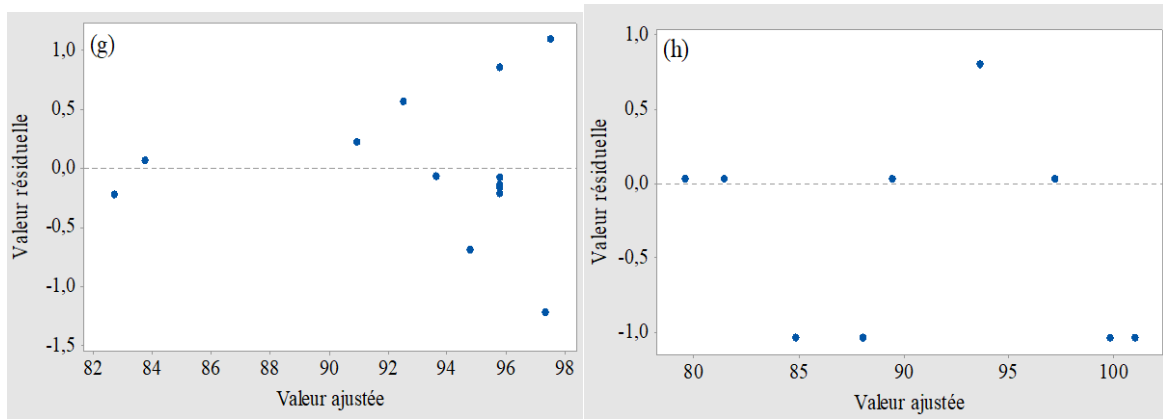
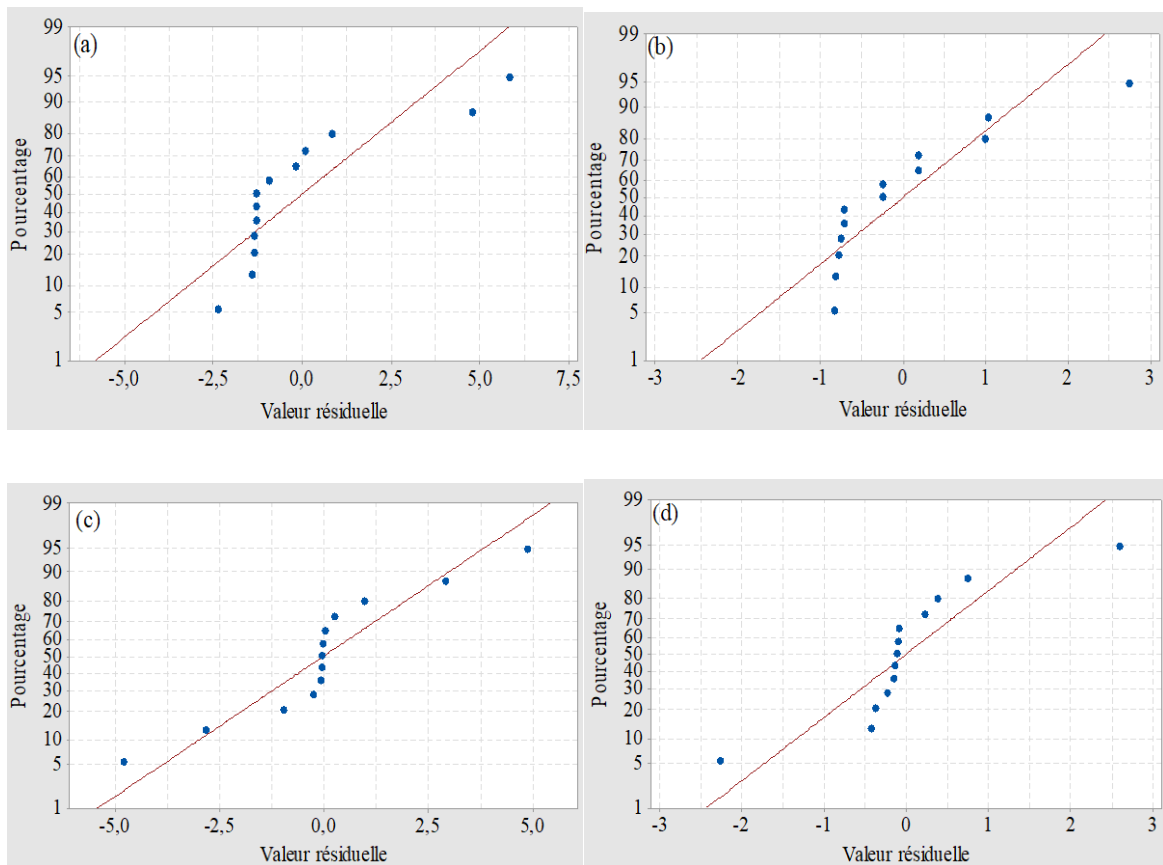


Figure 5.44 : Distribution des résidus en fonction des valeurs ajustées : (a)Zn (AV-H₂O), (b)Zn (AC-H₂O),(c)Fe (AV-H₂O), (d)Fe (AC-H₂O), (e)Cu (AV-H₂O), (f)Cu (AC-H₂O), (g)Cr (AV-H₂O), (h)Cr (AC-H₂O).



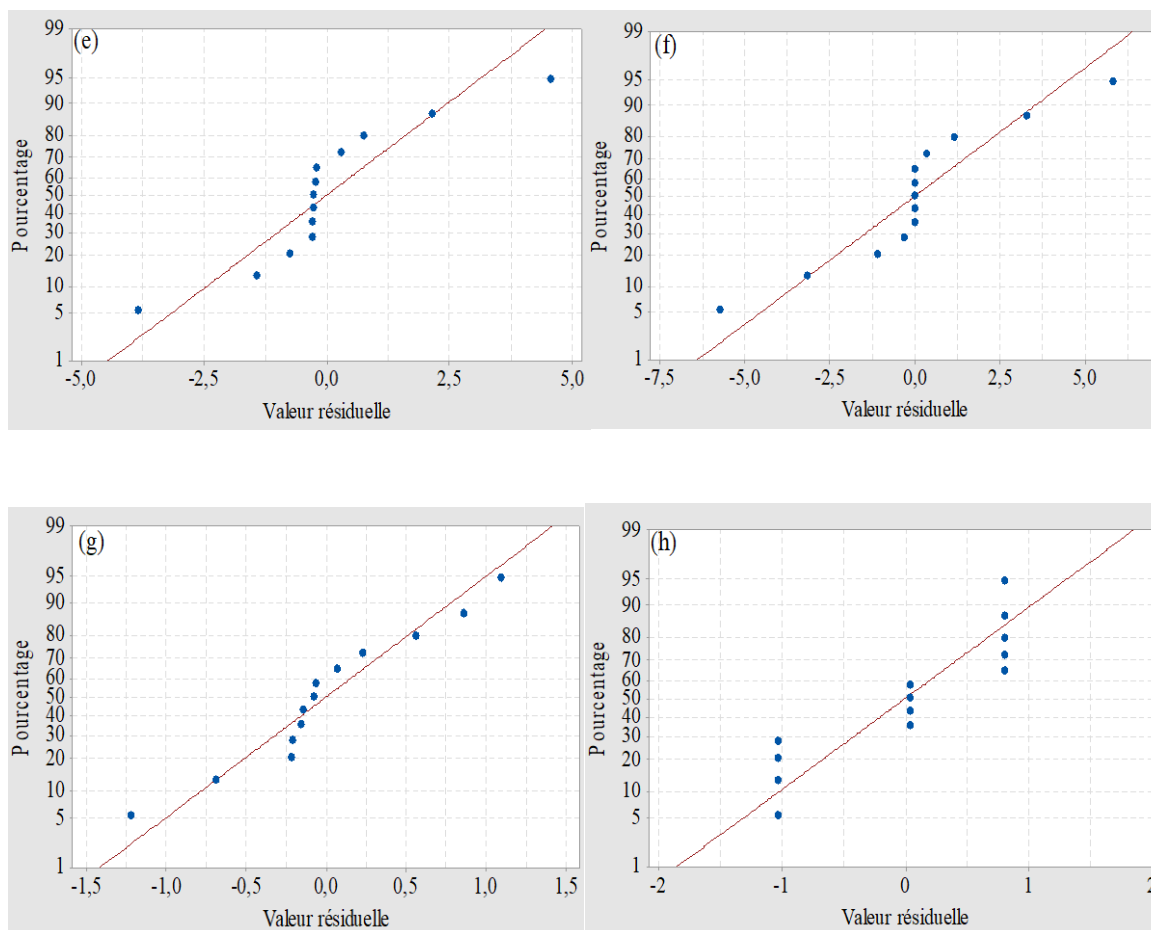


Figure 5.45 : Droite de Henry des valeurs résiduelle du zinc ((a) Aloe vera, (b)Acorn), du fer ((c) Aloe vera, (d)Acorn),du cuivre ((e) Aloe vera, (f)Acorn) et du chrome VI((g) Aloe Vera, (h) Acorn).

5.7.3. Optimisation et validation

Les conditions optimales pour les variables (dose du coagulant et la concentration initiale du métal) ont été prédites avec des efficacités d'élimination maximales pour les quatre métaux (zinc, fer, cuivre et chrome (VI)). Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau (5.21).

On remarque que l'efficacité maximale d'élimination prédite était de 100% pour tous les métaux, à l'exception de l'utilisation d'Aloe Vera pour réduire le zinc. Dans ce cas, le pourcentage d'élimination prédite était de 82,737% pour une 157,980 mg/L et 1000 mg/L du coagulant et du métal, respectivement.

Des expériences ont été réalisées dans ces conditions optimales, et les valeurs des données expérimentales ont été comparées aux données prédites (voir Tableau (5.21)). Le Tableau (5.21) montre aussi les erreurs de prédiction en pourcentage pour chaque métal.

En conséquence, les modèles développés étaient fiables et précis pour la prédiction de l'efficacité d'élimination des métaux lourds utilisant les coagulants organiques (Acorn et Aloe vera).

Tableau 5.21 : Optimisation et validation

Bio-coagulant	Métal	Les facteurs		Validation		
		Dose du coagulant (mg/L)	Concentration initiale du métal (mg/L)	L'efficacité d'élimination prédite(%)	L'efficacité d'élimination expérimentale (%)	Erreur (%)
Acorn	Zinc	5	102,169	100	99,809	0,191
	Fer	1002,5	602,626	100	98,987	1,013
	Cuivre	1002,5	567,963	100	98,968	1,032
	Chrome	20000	954,636	100	99,968	0,034
Aloe Vera	Zinc	157,980	1000	82,737	83,80	-1,063
	Fer	1002,5	624,781	100	98,585	1,415
	Cuivre	1002,5	495,328	100	99,987	0,013
	Chrome	1002,50	303,48	100	99,978	0,0219

5.7.4. Conclusion

Les résultats obtenus montrent que :

- Les deux paramètres considérés (dosage du coagulant et concentration initiale du métal) ont été influencés sur le pourcentage de réduction en métal.
- Les valeurs des coefficients de détermination (R^2 et R^2 ajusté) obtenus confirment la validité de tous les modèles mathématiques.
- L'efficacité maximale d'élimination prédite était de 100% pour tous les métaux, à l'exception de l'utilisation d'Aloe Vera pour réduire le zinc. Dans ce cas, le pourcentage d'élimination prédite était de 82,737% pour une 157,980 mg/L et 1000 mg/L du coagulant et du métal, respectivement.
- L'efficacité d'élimination la plus élevée du zinc, du cuivre, du fer et du chrome (VI) était respectivement de 83,80%; 99,98%; 98,58% et 99,97% pour Aloe vera et 99,80%; 98,96%; 98,98% et 99,96% pour Acorn

CONCLUSION
GENERALE

CONCLUSION GENERALE

Ce travail propose une étude originale car il permettra : d'une part, d'apporter des contributions intéressantes dans le domaine de la mise en valeur des ressources naturelles de notre pays. D'autre part, il permet la possibilité d'introduire de nouveaux produits biodégradables lors du traitement physico-chimique par le procédé de coagulation floculation. Nous espérons utiliser ces travaux pour remplacer certains coagulants minéraux (comme le chlorure ferrique et le sulfate d'aluminium) largement utilisés dans le domaine du traitement des eaux usées et des eaux potables parce qu'ils ont des effets néfastes sur l'environnement, en particulier la santé humaine.

Le but de cette étude était d'examiner l'efficacité des coagulants organiques (Aloe vera et Acorn) sur la qualité des eaux potables, des eaux usées industrielles et des eaux synthétiques. Les résultats sont présentés en six parties :

- i. Les analyses DRX, FTIR et MEB réalisées sur les feuilles de l'Acorn et d'Aloe vera ont prouvées la présence de groupes fonctionnels typiques des agents actifs responsables du processus de coagulation floculation tels que les protéines, les amines, les amides et les acides carboxyliques dans les deux bio-coagulants.
- ii. Les mesures de la turbidité résiduelle indiquent que tous les solvants utilisés (eau distillée, NaCl, NaOH et HCl) ont un effet remarquable sur l'extraction des composants actifs de l'Aloe Vera et de l'Acorn, qui sont responsables de la coagulation. Toutes les expériences menées dans cette partie ont été réalisées sur une eau brute naturelle avec une turbidité initiale de 13 NTU obtenue à partir d'une station de traitement d'eau potable. Les résultats obtenus montrent que la turbidité résiduelle était inférieure à 5 NTU et répond aux normes de qualité de la réglementation algérienne sur l'eau potable. De plus, l'utilisation de l'Aloe vera et de l'Acorn comme coagulants organiques n'a pas eu d'effet significatif sur le pH, l'alcalinité totale, la dureté totale, la conductivité et la salinité.
- iii. Les résultats des expériences ont également permis de mettre en évidence une optimisation et modélisation du procédé de coagulation, le pH, le temps de décantation et la dose du coagulant ont été utilisées comme facteurs influençant la réduction de la turbidité. Les résultats obtenus montrent que les coefficients de corrélation R^2 et le R^2 ajusté de l'Aloe vera et de l'Acorn étaient de 98,45%, 95,67%, 98,24% et 95,09%, respectivement. Dans ce cas la réduction maximale de la turbidité été de 81,977% et

83,84% pour l'Acorn et l'Aloe vera, respectivement. L'application des résultats d'optimisation sur le pilote de coagulation floculation décantation montre que l'élimination maximale de la turbidité était de 93,26 et 88,59% en utilisant Aloe vera et Acorn, respectivement. Dans cette étude, toutes les valeurs des paramètres mesurés tels que le pH, la turbidité, l'alcalinité totale, la dureté totale, la matière organique, les MES et la salinité après le jar test et le pilote sont conformes aux normes algériennes pour les eaux potables.

- iv. Dans cette étude, les deux formes de bio-coagulant (poudre et extrait) ont été appliquées pour le traitement des eaux industrielles et des eaux potables. Les résultats obtenus montrent que les deux bio-coagulants poudres étaient très efficaces pour améliorer la qualité des eaux usées industrielles. Il a été constaté que les feuilles de l'Acorn ont mieux réussi que l'Aloe vera à éliminer la DCO et les MES jusqu'à atteindre une efficacité de 99,22% et 89,68% respectivement dans des conditions optimales de pH 3 ainsi qu'avec un dose du coagulant de 35 mg/L. Dans les mêmes conditions de fonctionnement, la turbidité a été réduite de 90,60 %.concernant l'utilisation des extraits de l'Aloe vera et de l'Acorn. Le plan fractionnaire a permis d'évaluer et de réduire le nombre de facteurs affectant l'extraction et purification des protéines. Les concentrations maximales extraites ont été appliquées pour le traitement des eaux. La turbidité résiduelle des eaux potables et des eaux huileuses industrielles étaient de 4,82 ; 5,85 ; 4,25 et 9,40 NTU lors de l'utilisation des protéines de l'Acorn et de l'Aloe vera, respectivement. Après le traitement par l'Aloe vera et l'Acorn, l'efficacité de la réduction obtenue étaient de 97,39 et 96,39% de la DCO, 99,27 et 89,86% des MES ,40 et 46,28% de la matière organique oxydable, respectivement.
- v. Les résultats obtenus dans cette partie illustrent que: (1) tous les estimateurs statistiques révèlent que les modèles développés sont validés du point de vue statistique pour simuler le processus d'extraction et purification des agents coagulants considérés à titre exemple le coefficients de détermination R^2 est supérieurs à 97% pour tous les modèles; (2) les différents agents coagulants (protéines, sucres totaux et polyphénols) éliminent les coliformes totaux avec des pourcentages très importants entre 96,42% et 100% pour les trois agents coagulants ; (3) tous les paramètres évaluées (turbidité, pH, MES, matière organique et l'alcalinité totale) correspondent les normes de potabilisation selon les normes algériennes.
- vi. Concernant la dernière partie dans cette thèse, nous espérons utiliser ce travail pour remplacer certains procédés largement utilisés dans le domaine du traitement des eaux

contenant des métaux lourds tels que l'adsorption, la microfiltration, la coagulation chimique, l'échange d'ions, l'oxydation-réduction, etc. Par la suite, un traitement par le processus de coagulation-floculation a été réalisé sur une eau synthétique pour éliminer les métaux lourds (Cr, Cu, Fe, Zn) en utilisant le plan de composite centré (PCC) comme méthode expérimentale. Les résultats obtenus montrent que la dose du coagulant et concentration initiale du métal ont été influencés sur le pourcentage de réduction en métal, ainsi que les valeurs des R^2 et R^2 ajusté obtenues confirment la validité de tous les modèles mathématiques, dans cette étude, le pourcentage de réduction maximale en zinc, en cuivre, en fer et en chrome (VI) était respectivement de 83,80%; 99,98%; 98,58% et 99,97% pour Aloe vera et 99,80%; 98,96%; 98,98% et 99,96% pour Acorn. Cette étude montre aussi que tous les modèles obtenus sont fiables. Par conséquent, ces utilisations peuvent être appliquées à des eaux ayant des propriétés similaires à cette étude, c'est-à-dire des eaux contenant des concentrations comprises entre 2 mg/L et 1000 mg/L de métaux lourds (fer, zinc, cuivre et chrome) telles que les eaux industrielles provenant de tanneries, batteries, fonderies, métallurgie,....etc.

Finalement on conclure que l'utilisation des coagulants à base organique peut résoudre des problèmes liés à la protection de l'environnement (présence des concentrations importantes en aluminium et en fer dans les eaux potables) et la santé humaine.

Cette étude ouvre certains nombre de perspectives relatives à la recherche et la mise au point des coagulants organiques applicables au traitement des rejets industriels de textiles (élimination des colorants) et des rejets pharmaceutiques comme le kétoprophène, ainsi que le stockage et la conservation des agents coagulants pour leurs utilisations à longue durées. Aussi l'étude économique sur l'utilisation des bio-coagulants à l'échelle industrielle. Et finalement la possibilité de valorisation du résidu après extraction pour d'autres procédés de traitement et d'autres domaines.

BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] A. Benalia, K. Derbal, Etude expérimentale et modélisation du processus de la coagulation floculation : application aux eaux destinée a la consommation, Université Constantine3, 2015.
- [2] A. Benalia, K. Derbal, A. Panico, F. Pirozzi, Use of acorn leaves as a natural coagulant in a drinking water treatment plant, *Water*. 11 (2019) 1–12. <https://doi.org/10.3390/w11010057>.
- [3] A. Matilainen, N. Lindqvist, T. Tuhkanen, Comparison of the Efficiency of Aluminium and Ferric Sulphate in the Removal of Natural Organic Matter During Drinking Water Treatment Process, *Environ. Technol.* 26 (2005) 867–875. <https://doi.org/10.1080/09593332608618502>.
- [4] R. Desjardins, traitement des eaux.pdf, 2e éd., Montréal, Presses Polytechnique de de Montréal, Canada, 1997.
- [5] C. Desjardins, Simulation et étude en laboratoire de la floculation lestée (Actiflo) a l'aide d'une procédure modifiée de jar test, Université de Montréal, 1999.
- [6] Degremont SA, Mémento technique de l'eau, 10eme édit, Paris, 2005.
- [7] A. Benalia, K. Derbal, Comparative study between aluminum sulfate and ferric chloride in water treatment : turbidity removal, *J. Des Dr.* 1 (2015) 4–9.
- [8] C. Exley, La toxicité de l'aluminium chez l'homme, *Morphologie*. 100 (2016) 51–55. <https://doi.org/10.1016/j.morpho.2015.12.003>.
- [9] V. Rondeau, D. Commenges, H. Jacqmin-gadda, J. Dartigues, Relation between Aluminum Concentrations in Drinking Water and Alzheimer ' s Disease : An 8-year Follow-up Study, *Am. J. Epidemiol.* 152 (2000) 59–66. <https://doi.org/10.1093/aje/152.1.59>.
- [10] W. Zengjin, W. Xiaomin, Y. Junlin, S. Jinning, C. Jingyi, L. Xianchen, X. Zhao, Chronic exposure to aluminum and risk of Alzheimer's disease : A metal-analysis, *Neurosci. Lett.* 610 (2016) 200–206. <https://doi.org/10.1016/j.neulet.2015.11.014>.
- [11] A. Ndabigengesere, N. K.Subba, Quality Of Water Treated By Coagulation Using Moringa Oleifera Seeds, *Water Res.* 32 (1998) 781–791. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(97\)00295-9](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(97)00295-9).
- [12] M. Megersa, A. Beyene, A. Ambelu, L. Triest, Comparison of purified and crude extracted coagulants from plant species for turbidity removal, *Int. J. Environ. Sci. Technol.* 16 (2019) 2333–2342. <https://doi.org/10.1007/s13762-018-1844-2>.
- [13] A. Scholes, K. Adenike, O. Aderonke, Efficacy of a natural coagulant protein from Moringa oleifera (Lam) seeds in treatment of Opa reservoir water , Ile-Ife , Nigeria, *Heliyon*. 6 (2020) e03335. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e03335>.
- [14] T. Chu, S. Manaf, A. Matar, E.A. Makky, E.N. Ali, The use of Moringa oleifera seed

- as a natural coagulant for wastewater treatment and heavy metals removal, *Appl. Water Sci.* 7 (2017) 1369–1376. <https://doi.org/10.1007/s13201-016-0499-8>.
- [15] M. Choudhary, M.B. Ray, S. Neogi, Evaluation of the Potential Application of Cactus (*Opuntia ficus-indica*) as a Bio-coagulant for Pre-treatment of Oil Sands Process-Affected Water, *Sep. Purif. Technol.* 209 (2019) 714–724. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2018.09.033>.
- [16] Z. Dollah, A.R.C. Abdullah, N.M. Hashim, A. Albar, S. Badrealam, M. Zaki, Citrus fruit peel waste as a source of natural coagulant for water turbidity removal, *J. Phys. Conf. Ser.* 1349 (2019) 1–7. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1349/1/012011>.
- [17] G.N. Bidhendi, T. Shahriari, S. Shahriari, *Plantago Ovata* Efficiency in Elimination of Water Turbidity, *J. Water Resour. Prot.* 1 (2009) 90–98. <https://doi.org/10.4236/jwarp.2009.12013>.
- [18] B. Ramavandi, S. Hashemi, R. Kafeei, A novel method for extraction of a proteinous coagulant from *Plantago ovata* seeds for water treatment purposes, *MethodsX.* 2 (2015) 278–282. <https://doi.org/10.1016/j.mex.2015.05.006>.
- [19] B.S. Marina, J.M. Prodanovi, V.K. Dragana, N.T. Aleksandra, A.V. Mirjana, Extracts of fava bean (*Vicia faba* L.) seeds as natural coagulants, *Ecol. Eng.* 84 (2015) 229–232. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2015.09.008>.
- [20] F. Hanis, M. Yunus, N. Mohd, H. Hartini, W. Jusoh, H. Khatoon, S. Shiung, A. Jusoh, Harvesting of microalgae (*Chlorella* sp.) from aquaculture bio flocs using an environmental-friendly chitosan-based bio-coagulant, *Int. Biodeterior. Biodegradation.* 124 (2017) 243–249. <https://doi.org/http://dx.doi.org/10.1016/j.ibiod.2017.07.016>.
- [21] W.L. Ang, A.W. Mohammad, State of the art and sustainability of natural coagulants in water and wastewater treatment, *J. Clean. Prod.* 20 (2020) 121267. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121267>.
- [22] M. Saleem, R.T. Bachmann, A Contemporary Review on Plant-Based Coagulants for Applications in Water Treatment, *J. Ind. Eng. Chem.* 72 (2018) 281–297. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2018.12.029>.
- [23] J. Bratby, *Coagulation and flocculation With an emphasis on water and wastewater treatment*, Uplands Press Ltd, England, 1980.
- [24] N.J. Marobhe, G. Dalhammar, K.R. Gunaratna, Simple and Rapid Methods for Purification and Characterization of Active Coagulants from the Seeds of *Vigna unguiculata* and *Parkinsonia aculeata*, *Environ. Technol.* 28 (2007) 671–681. <https://doi.org/10.1080/09593332808618827>.
- [25] N.J. Petrovic, M.G. Antov, M.B. Šc, Proteins from common bean (*Phaseolus vulgaris*) seed as a natural coagulant for potential application in water turbidity removal, *Bioresour. Technol.* 101 (2010) 2167–2172. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.11.020>.
- [26] Bagwell Tony et Al, *Handbook of public water systems second edition*, Second Edi, John Wiley & Sons, New York, 2001.

- [27] H. Zheng, G. Zhu, S. Jiang, T. Tshukudu, X. Xiang, P. Zhang, Q. He, Investigations of coagulation – flocculation process by performance optimization , model prediction and fractal structure of flocs, *DES*. 269 (2011) 148–156. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2010.10.054>.
- [28] B. K. Dwarapureddi, V. Saritha, Plant based Coagulants for Point of Use Water Treatment – A Review, *Curr. Environ. Eng.* 3 (2016) 61–76. <https://doi.org/10.2174/221271780301160527201624>.
- [29] F.P. Camacho, V.S. Sousa, R. Bergamasco, M.R. Teixeira, The use of *Moringa oleifera* as a natural coagulant in surface water treatment, *Chem. Eng. J.* 313 (2017) 226–237. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.12.031>.
- [30] D. Heredia, T. Gonza, Evaluation of Ferric Chloride as a Coagulant for Cork Processing Wastewaters . Influence of the Operating Conditions on the Removal of Organic Matter and Settability Parameters, (2005) 6539–6548.
- [31] J. Tie, M. Jiang, H. Li, S. Zhang, X. Zhang, A comparison between *Moringa oleifera* seed presscake extract and polyaluminum chloride in the removal of direct black 19 from synthetic wastewater, *Ind. Crop. Prod.* 74 (2015) 530–534. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2015.04.004>.
- [32] C. Desjardins, B. Koudjonou, R. Desjardins, Laboratory study of ballasted flocculation, *Water Res.* 36 (2002) 744–754. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(01\)00256-1](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(01)00256-1).
- [33] S. Mohd-Asharuddin, N. Othman, N.S. Mohd-Zin, H.A. Tajarudin, Removal of total suspended solid by natural coagulant derived from cassava peel waste, *J. Phys. Conf. Ser.* 995 (2018) 1–9. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/995/1/012040>.
- [34] F. Xiao, J.H. Huang, B. Zhang, C. Cui, Effects of low temperature on coagulation kinetics and floc surface morphology using alum, *Desalination*. 237 (2009) 201–213. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2007.12.033>.
- [35] I.G. Ezemagu, M.I. Ejimofor, M.C. Menkiti, C.C. Nwobi-okoye, Modeling and optimization of turbidity removal from produced water using response surface methodology and artificial neural network, *South African J. Chem. Eng.* 35 (2021) 78–88. <https://doi.org/10.1016/j.sajce.2020.11.007>.
- [36] L.-S. Kang, J.L. Cleasby, Temperature Effects on Flocculation Kinetics Using Fe(III) Coagulant, *J. Environ. Eng.* 121 (1995) 893–901. [https://doi.org/10.1061/\(asce\)0733-9372\(1995\)121:12\(893\)](https://doi.org/10.1061/(asce)0733-9372(1995)121:12(893)).
- [37] D. Guan, Z. Zhang, X. Li, H. Liu, Effect of pH and temperature on coagulation efficiency in a North-China water treatment plant, *Adv. Mater. Res.* 243–249 (2011) 4835–4838. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.243-249.4835>.
- [38] S. Javoy, Détermination de constantes de vitesse de réactions chimiques élémentaires importantes dans la combustion de l'hydrogène en régime d'écoulement supersonique, Université d'Orleans, 2001.
- [39] T. Nkurunziza, J.B. Nduwayezu, E.N. Banadda, I. Nhapi, The effect of turbidity levels and *Moringa oleifera* concentration on the effectiveness of coagulation in water

- treatment, *Water Sci. Technol.* 59 (2009) 1551–1558. <https://doi.org/10.2166/wst.2009.155>.
- [40] S.A. Muyibi, L.M. Evison, Optimizing physical parameters affecting coagulation of turbid water with *Moringa Oleifera* seeds, *Water Res.* 29 (1995) 2689–2695.
- [41] J.O. Odiyo, O.J. Bassey, A. Ochieng, L. Chimuka, Coagulation efficiency of *Dicerocaryum eriocarpum* (DE) plant, *Water SA.* 43 (2017) 1–6. <https://doi.org/10.4314/wsa.v43i1.01>.
- [42] V. Saritha, N. Srinivas, N. V. Srikanth Vuppala, Analysis and optimization of coagulation and flocculation process, *Appl. Water Sci.* 7 (2017) 451–460. <https://doi.org/10.1007/s13201-014-0262-y>.
- [43] K. Zhu, M.G. El-din, A.K. Moawad, D. Bromley, Physical and Chemical Processes for Removing Suspended Solids and Phosphorus from Liquid Swine Manure, *Environ. Technol.* 25 (2004) 1177–1187. <https://doi.org/10.1080/09593332508618385>.
- [44] H. Padhiyar, A. Thanki, N. Kumar, S. Pandey, M. Yadav, Parametric and kinetic investigations on segregated and mixed textile effluent streams using *Moringa oleifera* seed powders of different sizes, *J. Water Process Eng.* 34 (2020) 101159–101170. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101159>.
- [45] S. Bhatia, Z. Othman, A.L. Ahmad, Coagulation – flocculation process for POME treatment using *Moringa oleifera* seeds extract : Optimization studies, *Chem. Eng. J.* 133 (2007) 205–212. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2007.01.034>.
- [46] M. Holmes, P. Reeve, C. Pestana, C. Chow, G. Newcombe, J. West, S.A. Water, Zeta Potential Measurement for Water Treatment Coagulation Control, *Conf. Oz Water.* (2015) 1–8.
- [47] E.A. López-Maldonado, M.T. Oropeza-Guzman, J.L. Jurado-Baizaval, A. Ochoa-Terán, Coagulation-flocculation mechanisms in wastewater treatment plants through zeta potential measurements, *J. Hazard. Mater.* 279 (2014) 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2014.06.025>.
- [48] B. Jefferson, E.L. Sharp, E. Goslan, R. Henderson, S.A. Parsons, Application of charge measurement to water treatment processes, *Water Sci. Technol. Water Supply.* 4 (2004) 49–56. <https://doi.org/10.2166/ws.2004.0092>.
- [49] S. Hussain, A.S. Ghouri, A. Ahmad, Pine cone extract as natural coagulant for purification of turbid water, *Heliyon.* 5 (2019) e01420. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e01420>.
- [50] M. Fooladvand, B. Ramavandi, K. Zandi, M. Ardestani, Investigation of trihalomethanes formation potential in Karoon River water, Iran, *Environ. Monit. Assess.* 178 (2011) 63–71. <https://doi.org/10.1007/s10661-010-1672-4>.
- [51] B. Ramavandi, Treatment of water turbidity and bacteria by using a coagulant extracted from *Plantago ovata*, *Water Resour. Ind.* 6 (2014) 36–50. <https://doi.org/10.1016/j.wri.2014.07.001>.

- [52] S. Ma, C. Liu, K. Yang, D. Lin, Coagulation removal of humic acid-stabilized carbon nanotubes from water by PACl: Influences of hydraulic condition and water chemistry, *Sci. Total Environ.* 439 (2012) 123–128. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2012.09.046>.
- [53] J.M. Siéliéchi, B.S. Lartiges, G.J. Kayem, S. Hupont, C. Frochot, J. Thieme, J. Ghanbaja, J.B. d’Espinose de la Caillerie, O. Barrès, R. Kamga, P. Levitz, L.J. Michot, Changes in humic acid conformation during coagulation with ferric chloride: Implications for drinking water treatment, *Water Res.* 42 (2008) 2111–2123. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2007.11.017>.
- [54] S. Jahn, H. Dinar, Studies on Natural Water Coagulants in the Sudan , with Special : R ~ eference to Moringa Oleifera Seeds, *Water SA.* 5 (1979) 90–106.
- [55] S.Y. Choy, K. Murthy, N. Prasad, T.Y. Wu, M.E. Raghunandan, R.N. Ramanan, Utilization of plant-based natural coagulants as future alternatives towards sustainable water clarification, *J. Environ. Sci.* 6 (2014). <https://doi.org/10.1016/j.jes.2014.09.024>.
- [56] S. Vishali, R. Karthikeyan, Cactus opuntia (ficus-indica): an eco-friendly alternative coagulant in the treatment of paint effluent, *Desalin. Water Treat.* 56 (2015) 1489–1497. <https://doi.org/10.1080/19443994.2014.945487>.
- [57] P. Pandey, F. Khan, R. Mishra, S.K. Singh, Elucidation of the potential of Moringa oleifera leaves extract as a novel alternate to the chemical coagulant in water treatment process, *Water Environ. Res.* 92 (2020) 1051–1056. <https://doi.org/10.1002/wer.1300>.
- [58] H. Janna, Effectiveness of Using Natural Materials as a Coagulant for Reduction of Water Turbidity in Water Treatment, *World J. Eng. Technol.* 4 (2016) 505–516. <https://doi.org/10.4236/wjet.2016.44050>.
- [59] A. Ahmad, S. Rozaimah, S. Abdullah, H.A. Hasan, A.R. Othman, N.I. Ismail, Potential of local plant leaves as natural coagulant for turbidity removal, *Environ. Sci. Pollut. Res.* 29 (2021) 2579–2587. <https://doi.org/10.1007/s11356-021-15541-7>.
- [60] C. Tsamo, E.F. Zama, N.E. Yerima, A.N. Mandela Fuh, Comparing the Coagulation Performance of Rice Husk, Cypress Leaves, and Eucalyptus Leaves Powders with That of Alum in Improving the Turbidity and pH of Some Local Water Sources in Bamenda, Cameroon, *Int. J. Chem. Eng.* (2021) 1–12. <https://doi.org/10.1155/2021/6858936>.
- [61] S.A. Unnisa, S.Z. Bi, Carica papaya seeds effectiveness as coagulant and solar disinfection in removal of turbidity and coliforms, *Appl. Water Sci.* 8 (2018) 1–8. <https://doi.org/10.1007/s13201-018-0791-x>.
- [62] G. Sarpong, C.P. Richardson, Coagulation efficiency of Moringa oleifera for removal of turbidity and reduction of total coliform as compared to aluminum sulfate, *African J. Agric. Res.* 5 (2010) 2939–2944.
- [63] N.S. Zaidi, K. Muda, L.W. Loan, M.S. Sgawi, M.A. Abdul Rahman, Potential of Fruit Peels in Becoming Natural Coagulant for Water Treatment, *Int. J. Integr. Eng.* 11 (2019) 140–150. <https://doi.org/10.30880/ijie.2019.11.01.017>.

- [64] M. Klačnja, M. Antov, B. Škrbic, M. Šc, Removal of water turbidity by natural coagulants obtained from chestnut and acorn, *Bioresour. Technol.* 100 (2009) 6639–6643. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2009.06.047>.
- [65] Valiron(F), *Gestion des eaux ; alimentation en eau - assainissement.*, ENPC, Paris, 1989.
- [66] WHO, *Guidelines for Drinking-water Quality*, 4th ed, World Health Organization, 2011.
- [67] A. Boutteflika, Paramètres de qualité de l'eau de consommation humaine, *J. Off.* 18 (2011) 6–9.
- [68] V. Saritha, M.K. Karnena, B.K. Dwarapureddi, "Exploring natural coagulants as impending alternatives towards sustainable water clarification " – A comparative studies of natural coagulants with alum, *J. Water Process Eng.* 32 (2019) 100982. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2019.100982>.
- [69] B. Abderrezzaq, D. Kerroum, Comparative study between aluminum sulfate and ferric chloride in water treatment : turbidity removal Abstract :, (2015) 4–9.
- [70] J.K. Trick, M. Stuart, S. Reeder, Contaminated Groundwater Sampling and Quality Control of Water Analyses, in: *Environ. Geochemistry*, 2nd ed., Elsevier B.V., 2018: pp. 25–45. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-63763-5.00004-5>.
- [71] I. Muralikrishna, V. Manickam, Analytical Methods for Monitoring Environmental Pollution, in: *Environ. Manage.*, John Wiley & Sons, 2017: pp. 495–570. <https://doi.org/10.1016/b978-0-12-811989-1.00018-x>.
- [72] J.D. Rhoades, Salinity: Electrical conductivity and total dissolved solids, in: *Methods Soil Anal.*, 3rd ed., Soil Science Society of America and American Society of Agronomy, USA, 1996: pp. 417–435. <https://doi.org/10.2136/sssabookser5.3.c14>.
- [73] Nacoulma.G, J. Piro, B. Ali, Etude de l'activité floculante d'un complexe protéine-mucilage végétal dans la clarification des eaux brutes, *J. La Société Ouest-Africaine Chim.* 09 (2000) 43–57.
- [74] A.K. Dwivedi, RESEARCHES IN WATER POLLUTION : A REVIEW, *Int. Res. J. Nat. Appl. Sci.* 4 (2017) 118–142. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.12094.08002>.
- [75] S. Jain, V.P. Singh, Water quality modeling, in: D. in water Science (Ed.), *Water Resour. Syst. Plan. Manag.*, Elsevier, 2003: pp. 743–786. [https://doi.org/10.1016/S0167-5648\(03\)80067-9](https://doi.org/10.1016/S0167-5648(03)80067-9).
- [76] O. Bouaouine, M. Baudu, F. Khalil, H. Chtioui, H. Zaitan, Comparative study between Moroccan cactus and chemicals coagulants for textile effluent treatment, *J. Mater. Environ. Sci.* 2 (2017) 2687–2693.
- [77] B.I. Gandiwa, L.B. Moyo, S. Ncube, T.A. Mamvura, N. Hlabangana, Optimisation of using a blend of plant based natural and synthetic coagulants for water treatment: (Moringa Oleifera-Cactus Opuntia-Alum Blend), *South African J. Chem. Eng.* 34 (2020) 158–164. <https://doi.org/10.1016/j.sajce.2020.07.005>.
- [78] A.N.M. Fakhruddin, A. Hossain, Reduction of Turbidity of Water Using Locally

- Available Natural Coagulants, *Int. Sch. Res.* 19 (2011) 7–12. <https://doi.org/10.5402/2011/632189>.
- [79] D. Daverey et al, Utilization of extracts of *Musa paradisica* (banana) peels and *Dolichos lablab* (Indian bean) seeds as low-cost natural coagulants for turbidity removal from water, *Environ. Sci. Pollut. Res.* 26 (2019) 34177–34183. <https://doi.org/10.1007/s11356-018-3850-9>.
- [80] Z.Z. Abidin, N.S. Mohd, N. Madehi, S. Sobri, Optimisation of a method to extract the active coagulant agent from *Jatropha curcas* seeds for use in turbidity removal, *Ind. Crop. Prod.* 41 (2013) 319–323. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2012.05.003>.
- [81] M. Pritchard, T. Craven, T. Mkandawire, A.S. Edmondson, J.G.O. Neill, A comparison between *Moringa oleifera* and chemical coagulants in the purification of drinking water – An alternative sustainable solution for developing countries, *Phys. Chem. Earth.* 35 (2010) 798–805. <https://doi.org/10.1016/j.pce.2010.07.014>.
- [82] B. Kakoi, J. Wambua, P. Ndiba, G. Thiong, Banana pith as a natural coagulant for polluted river water, *Ecol. Eng.* 95 (2016) 699–705. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2016.07.001>.
- [83] G. Hussain, S. Haydar, Exploring potential of pearl millet (*Pennisetum glaucum*) and black-eyed pea (*Vigna unguiculata* subsp. *unguiculata*) as bio-coagulants for water treatment, *Desalin. Water Treat.* 143 (2019) 184–191. <https://doi.org/10.5004/dwt.2019.23255>.
- [84] H.A.H. Birima et al, Extraction of natural coagulant from peanut seeds for treatment of turbid water, *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.* 16 (2013) 1–4. <https://doi.org/10.1088/1755-1315/16/1/012065>.
- [85] L. Muruganandam, M.P.S. Kumar, A. Jena, S. Gulla, B. Godhwani, Treatment of waste water by coagulation and flocculation using biomaterials, *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 263 (2017) 1–11. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/263/3/032006>.
- [86] E. Rahmadyanti, A. Wiyono, N. et al Aritonang, Combination Of Phytocoagulant *Moringa Oleifera* Seeds And Constructed Wetland For Coffee Processing Wastewater Treatment, *J. Eng. Sci. Technol.* 15 (2020) 728–745.
- [87] S. Katayon, M.J. Megat Mohd Noor, W. Kien Tat, G. Abdul Halim, A.M. Thamer, Y. Badronisa, Effect of natural coagulant application on microfiltration performance in treatment of secondary oxidation pond effluent, *Desalination.* 204 (2007) 204–212. <https://doi.org/10.1016/j.desal.2006.03.541>.
- [88] B. Tawakkoly, A. Alizadehdakhel, F. Dorosti, Evaluation of COD and turbidity removal from compost leachate wastewater using *Salvia hispanica* as a natural coagulant, *Ind. Crops Prod.* 137 (2019) 323–331. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2019.05.038>.
- [89] S. Babarao, T.D.; Verma, Coal Washery Waste Water Treatment using Natural Coagulants and Chemical Precipitation, *Int. J. Sci. Res.* 4 (2015) 1877–1881.
- [90] F. Fu, Q. Wang, Removal of heavy metal ions from wastewaters: A review, *J. Environ. Manage.* 92 (2011) 407–418.

- <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2010.11.011>.
- [91] M. Hoodaji, M. Ataabadi, P. Najafi, Biomonitoring of Airborne Heavy Metal Contamination, in: *Air Pollut. - Monit. Model. Heal. Control*, Indian Institute of Technology, India, 2012: pp. 97–122. <https://doi.org/10.5772/32963>.
- [92] S. Chowdhury, M.A.J. Mazumder, O. Al-Attas, T. Husain, Heavy metals in drinking water: Occurrences, implications, and future needs in developing countries, *Sci. Total Environ.* 569–570 (2016) 476–488. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2016.06.166>.
- [93] M.P. Shah, Removal of Emerging Contaminants Through Microbial Processes, in: *Remov. Emerg. Contam. Through Microb. Process.*, Springer, India, 2021: pp. 47–70. <https://doi.org/10.1007/978-981-15-5901-3>.
- [94] D. Paul, Research on heavy metal pollution of river Ganga: A review, *Ann. Agrar. Sci.* 15 (2017) 278–286. <https://doi.org/10.1016/j.aasci.2017.04.001>.
- [95] J. Briffa, E. Sinagra, R. Blundell, Heavy metal pollution in the environment and their toxicological effects on humans, *Heliyon.* 6 (2020) e04691. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e04691>.
- [96] M. Strzelec, B.C. Proemse, L.A. Barnuta, M. Gault-Ringold, M. Desservettaz, P.W. Boyd, M.M.G. Perron, R. Schofield, A.R. Bowie, Atmospheric trace metal deposition from natural and anthropogenic sources in Western Australia, *Atmosphere (Basel)*. 11 (2020) 474–501. <https://doi.org/10.3390/ATMOS11050474>.
- [97] B. Kakoi, J.W. Kaluli, P. Ndiba, G. Thiong, Optimization of Maerua Decumbent bio-coagulant in paint industry wastewater treatment with response surface methodology., *J. Clean. Prod.* 164 (2017) 1124–1134. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.06.240>.
- [98] R. Vidu, E. Matei, A.M. Predescu, B. Alhalaili, C. Pantilimon, C. Tarcea, C. Predescu, Removal of heavy metals from wastewaters: A challenge from current treatment methods to nanotechnology applications, *Toxics.* 8 (2020) 1–37. <https://doi.org/10.3390/toxics8040101>.
- [99] S. Ida, T. Eva, Removal of heavy metals during primary treatment of municipal wastewater and possibilities of enhanced removal: A review, *Water.* 13 (2021) 1121–1147. <https://doi.org/10.3390/w13081121>.
- [100] M.A. Barakat, New trends in removing heavy metals from industrial wastewater, *Arab. J. Chem.* 4 (2011) 361–377. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2010.07.019>.
- [101] A. Bouteflika, Valeurs limites des paramètres de rejets d’effluents liquides industriels, *J. Off. La République Algérienne.* 26 (2006) 1–27.
- [102] Ihsanullah, A. Abbas, A.M. Al-Amer, T. Laoui, M.J. Al-Marri, M.S. Nasser, M. Khraishah, M.A. Atieh, Heavy metal removal from aqueous solution by advanced carbon nanotubes: Critical review of adsorption applications, *Sep. Purif. Technol.* 157 (2016) 141–161. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2015.11.039>.
- [103] T.A. Kurniawan, G.Y.S. Chan, W.H. Lo, S. Babel, Physico-chemical treatment techniques for wastewater laden with heavy metals, *Chem. Eng. J.* 118 (2006) 83–98. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2006.01.015>.

- [104] E.N. Ali, H. Tien Seng, Heavy Metals (Fe, Cu, and Cr) Removal from Wastewater by Moringa Oleifera Press Cake, MATEC Web Conf. 150 (2018) 1–5. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201815002008>.
- [105] V. Nand, Water Purification using Moringa oleifera and Other Locally Available Seeds in Fiji for Heavy Metal Removal, Int. J. Appl. Sci. Technol. Vol. 2 (2012) 125–129.
- [106] A.A. Al-Samawi, A.R. Hama, The Use of Okra as a Coagulant and Coagulant Aids in the Removal of Heavy Metals of Solid Waste Leachates, Eng. Technol. J. 30 (2012) 3524–3535.
- [107] C.A. Martínez-Huitle, E. Brillas, Electrochemical alternatives for drinking water disinfection, Angew. Chemie - Int. Ed. 47 (2008) 1998–2005. <https://doi.org/10.1002/anie.200703621>.
- [108] J. Fisher, Types of Disinfectant, Encycl. Food Sci. Nutr. (1993) 1382–1385. <https://doi.org/10.1016/b0-12-227055-x/00249-2>.
- [109] P. Xu, M. Janex, P. Savoye, A. Cockx, V. Lazarova, Wastewater disinfection by ozone : main parameters for process design, 36 (2002) 1043–1055.
- [110] M.I. Kerwick, S.M. Reddy, A.H.L. Chamberlain, D.M. Holt, Electrochemical disinfection , an environmentally acceptable method of drinking water disinfection ?, Electrochem. Acta. 50 (2005) 5270–5277. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2005.02.074>.
- [111] G. Bitton, Drinking water disinfection, in: J.W. & Sons (Ed.), Microbiol. Drink. Water Prod. Distrib., First Edit, John Wiley & Sons, Inc, Canada, 2014: pp. 1–26.
- [112] S.S. Madaeni, The application of membrane technology for water disinfection, Water Res. 33 (1999) 301–308. [https://doi.org/10.1016/S0043-1354\(98\)00212-7](https://doi.org/10.1016/S0043-1354(98)00212-7).
- [113] S.K. Kansal, A. Kumari, Potential of M. oleifera for the treatment of water and wastewater, Chem. Rev. 114 (2014) 4993–5010. <https://doi.org/10.1021/cr400093w>.
- [114] T. Miichi, N. Hayashi, S. Ihara, S. Satoh, C. Yamabe, Generation of radicals using discharge inside bubbles in water for water treatment, Ozone Sci. Eng. 24 (2002) 471–477. <https://doi.org/10.1080/01919510208901636>.
- [115] P.D. Gmbh, Traitement et désinfection de l'eau, (2012).
- [116] Y. Choi, Y. Choi, The effects of UV disinfection on drinking water quality in distribution systems, Water Res. 44 (2010) 115–122. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2009.09.011>.
- [117] R. Sommer, A. Cabaj, G. Hirschmann, T. Haider, Disinfection of Drinking Water by UV Irradiation: Basic Principles - Specific Requirements - International Implementations, Int. Ozone Assoc. 30 (2008) 43–48. <https://doi.org/10.1080/01919510701759181>.
- [118] C.C.E. Meulemans, The Basic Principles of UV – Disinfection of Water, Int. Ozone Assoc. 9 (2008) 299–314. <https://doi.org/10.1080/01919518708552146>.

- [119] N. Lebleu, Désinfection des eaux par procédés membranaire : étude des mécanismes de transfert des bactéries, Toulouse, 2007.
- [120] M. Suarez, J.M. Entenza, C. Doerries, E. Meyer, L. Bourquin, J. Sutherland, I. Marison, P. Moreillon, N. Mermoud, Expression of a Plant-Derived Peptide Harboring Water-Cleaning and Antimicrobial Activities, *Biotechnol. Bioeng.* 81 (2002) 13–20. <https://doi.org/10.002/bit.10550>.
- [121] M.B.C. Santaella, S.C.K. Kokou, G.P.T. Joët, Flocculent activity of a recombinant protein from *Moringa oleifera* Lam . seeds, *Appl Microbiol Biotechnol.* 60 (2002) 114–119. <https://doi.org/10.1007/s00253-002-1106-5>.
- [122] M. Madsen, S. Jørgen, Effect of water coagulation by seeds of *Moringa oleifera* on bacterial concentrations, *J. Trop. Med. Hyg.* 90 (1987) 101–109. [https://doi.org/10.1016/0378-8741\(88\)90285-1](https://doi.org/10.1016/0378-8741(88)90285-1).
- [123] K. Ghebremichael, J. Abaliwano, G. Amy, Combined natural organic and synthetic inorganic coagulants for surface water treatment, *J. Water Supply.* 58 (2009) 267–276. <https://doi.org/10.2166/aqua.2009.060>.
- [124] N. Poumaye, J. Mabingui, P. Lutgen, M. Bigan, Contribution to the clarification of surface water from the *Moringa oleifera* : Case M ' Poko River to Bangui, *Chem. Eng. Res. Des.* 90 (2012) 2346–2352. <https://doi.org/10.1016/j.cherd.2012.05.017>.
- [125] A.H. Amran, N.S. Zaidi, K. Muda, L.W. Loan, Effectiveness of natural coagulant in coagulation process: A review, *Int. J. Eng. Technol.* 7 (2018) 34–37. <https://doi.org/10.14419/ijet.v7i3.9.15269>.
- [126] M. Kamali, D.P. Suhas, M. Elisabete, I. Capela, Sustainability considerations in membrane-based technologies for industrial effluents, *Chem. Eng. J.* 368 (2019) 474–494. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2019.02.075>.
- [127] J. Dorca, M.T. Veit, P.T. Juchen, C. Gonçalves, S.M. Palácio, M. Fagundes-klen, Use of different coagulants for cassava processing wastewater treatment, *J. Environ. Chem. Eng.* 6 (2018) 1821–1827. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2018.02.039>.
- [128] T. Ahmad, K. Ahmad, M. Alam, Sustainable management of water treatment sludge through 3'R' concept, *J. Clean. Prod.* 124 (2016) 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2016.02.073>.
- [129] A.D. Barbosa, L.F. da Silva, H.M. de Paula, L.L. Romualdo, G. Sadoyama, L.S. Andrade, Combined use of coagulation (*M. oleifera*) and electrochemical techniques in the treatment of industrial paint wastewater for reuse and/or disposal, *Water Res.* 145 (2018) 153–161. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2018.08.022>.
- [130] N.A. Oladoja, Headway on natural polymeric coagulants in water and wastewater treatment operations, *J. Water Process Eng.* 6 (2015) 174–192. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2015.04.004>.
- [131] Z.Z. Abidin, N. Madehi, R. Yunus, A. Derahman, Effect of Storage Conditions on *Jatropha curcas* Performance as Biocoagulant for Treating Palm Oil Mill Effluent, *J. Environ. Sci. Technol.* 12 (2019) 92–101. <https://doi.org/10.3923/jest.2019.92.101>.

- [132] P.E. Penchev, Étude des procédés d'extraction et de purification de produits bioactifs à partir de plantes par couplage de techniques séparatives à basses et hautes pressions, Toulouse, 2010.
- [133] A. Jovanovic, P. Petrovic, V. Đordjevic, G. Zdunic, K. Savikin, B. Bugarski, Polyphenols extraction from plant sources, *Lek. Sirovine*. 37 (2017) 45–49. <https://doi.org/10.5937/leksir1737045j>.
- [134] S.M. Pourmortazavi, S.S. Hajimirsadeghi, Supercritical fluid extraction in plant essential and volatile oil analysis, *J. Chromatogr. A*. 1163 (2007) 2–24. <https://doi.org/10.1016/j.chroma.2007.06.021>.
- [135] A.I. Gray, D.S. Satyajit, L. Zahid, *Natural Products Isolation*, 2nd Editio, Humana Press Inc, new jersey, 2006.
- [136] A. Revutska, V. Belava, A. Golubenko, N. Taran, M. Chen, Plant secondary metabolites as bioactive substances for innovative biotechnologies, *E3S Web Conf*. 280 (2021) 07014. <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202128007014>.
- [137] J.B. Sharmeen, F.M. Mahomoodally, G. Zengin, F. Maggi, Essential oils as natural sources of fragrance compounds for cosmetics and cosmeceuticals, *Molecules*. 26 (2021) 666. <https://doi.org/10.3390/molecules26030666>.
- [138] J.K. Fatombi, B. Lartiges, T. Aminou, O. Barres, C. Caillet, A natural coagulant protein from copra (*Cocos nucifera*): Isolation , characterization , and potential for water purification, *Sep. Purif. Technol*. 116 (2013) 35–40. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2013.05.015>.
- [139] S. Chandrashekar, R. Vijayakumar, R. Chelliah, Identification and Purification of Potential Bioactive Peptide of *Moringa oleifera* Seed Extracts, *Plants*. 9 (2020) 1445. <https://doi.org/https://doi.org/10.3390/plants9111445>.
- [140] M. Moulin, *Biochemical , biophysical , and structural studies of seed proteins from Moringa oleifera and implications for traditional water purification*, Keele University, 2019.
- [141] A. Benalia, K. Derbal, A. Khalfaoui, R. Bouchareb, A. Panico, C. Gisonni, G. Crispino, F. Pirozzi, A. Pizzi, Use of *Aloe vera* as an Organic Coagulant for Improving Drinking Water Quality, *Water*. 13 (2021) 2024–2039. <https://doi.org/10.3390/w13152024>.
- [142] J. Sánchez-martín, K. Ghebremichael, J. Beltrán-heredia, Comparison of single-step and two-step purified coagulants from *Moringa oleifera* seed for turbidity and DOC removal, *Bioresour. Technol*. 101 (2010) 6259–6261. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2010.02.072>.
- [143] W.K. Garde, S.G. Buchberger, D. Wendell, M.J. Kupferle, Application of *Moringa Oleifera* seed extract to treat coffee fermentation wastewater, *J. Hazard. Mater*. 329 (2017) 102–109. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2017.01.006>.
- [144] W. Subramonian, T.Y. Wu, S. Chai, A comprehensive study on coagulant performance and floc characterization of natural *Cassia obtusifolia* seed gum in treatment of raw pulp and paper mill effluent, *Ind. Crop. Prod*. 61 (2014) 317–324.

- <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.06.055>.
- [145] C. Yin, Emerging usage of plant-based coagulants for water and wastewater treatment, *Process Biochem.* 45 (2010) 1437–1444. <https://doi.org/10.1016/j.procbio.2010.05.030>.
- [146] P. Trivedi, J. Schaller, J. Gustafsson, P. Fardim, Supramolecular Design of Cellulose Hydrogel Beads, *J. Renew. Mater.* 5 (2017) 400–409. <https://doi.org/10.7569/JRM.2017.634143>.
- [147] M.A. Rasool, B. Tavakoli, N. Chaibakhsh, A. Reza, M. Aazam Sadat, Use of a plant-based coagulant in coagulation – ozonation combined treatment of leachate from a waste dumping site, *Ecol. Eng.* 90 (2016) 431–437. <https://doi.org/10.1016/j.ecoleng.2016.01.057>.
- [148] N. Anselme, Ndabigengesere Subba, T.G. Brian, Active agents and mechanism of coagulation of turbid waters using *Moringa oleifera*, *Water Res.* 29 (1995) 703–710. [https://doi.org/10.1016/0043-1354\(94\)00161-Y](https://doi.org/10.1016/0043-1354(94)00161-Y).
- [149] A.S. Taiwo, K. Adenike, O. Aderonke, Efficacy of a natural coagulant protein from *Moringa oleifera* (Lam) seeds in treatment of Opa reservoir water, Ile-Ife, Nigeria, *Heliyon.* 6 (2020) e03335. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2020.e03335>.
- [150] R. Bouchareb, K. Derbal, A. Benalia, Optimization of active coagulant agent extraction method from *Moringa Oleifera* seeds for municipal wastewater treatment, *Water Sci. Technol.* 84 (2021) 393–403. <https://doi.org/10.2166/wst.2021.234>.
- [151] A. Bello, V. Virtanen, J.P. Salminen, T. Leiviskä, Aminomethylation of spruce tannins and their application as coagulants for water clarification, *Sep. Purif. Technol.* 242 (2020) 116765. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2020.116765>.
- [152] H. Nejia, *Extraction et purification de substances naturelles : comparaison de l'extraction au CO₂-supercritique et des techniques conventionnelles*, Toulouse, 2013.
- [153] S. Chanioti, C. Tzia, *Solid–Liquid Extraction*, in: Boca Raton (Ed.), *Food Eng. Handb.*, Fla.: CRC Press, 2014: pp. 254–283. <https://doi.org/10.1201/b17803-7>.
- [154] C. Outline, *Posttreatment Strategies for Biomass Conversion*, in: M.I. Press (Ed.), *Technol. Biochem. Convers. Biomass*, 8th ed., Elsevier Inc., 2017: pp. 197–217. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-802417-1/00008-9>.
- [155] D. Selmane, *Etude de l'extraction des protéines de coproduits d'abattage et de leur valorisation comme ingrédients fonctionnels*, Blaise Pascal, 2010.
- [156] K.E. Preece, N. Hooshyar, N.J. Zuidam, Whole soybean protein extraction processes: A review, *Innov. Food Sci. Emerg. Technol.* 43 (2017) 163–172. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2017.07.024>.
- [157] M. Megersa, W. Gach, A. Beyene, A. Ambelu, L. Triest, Effect of salt solutions on coagulation performance of *Moringa stenopetala* and *Maerua subcordata* for turbid water treatment, *Sep. Purif. Technol.* 221 (2019) 319–324. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.seppur.2019.04.013>.

- [158] S. Vishali, S.K. Roshini, M.R. Samyuktha, K. Ashish, Towards zero waste production in the paint industry wastewater using an agro-based material in the treatment train, *Environ. Monit. Assess.* 190 (2018) 587–95. <https://doi.org/doi.org/10.1007/s10661-018-6904-z>.
- [159] J. Dotto, M.R. Fagundes-klen, M.T. Veit, S.M. Palácio, R. Bergamasco, Performance of different coagulants in the coagulation/flocculation process of textile wastewater, *J. Clean. Prod.* 20 (2018) 656–665. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2018.10.112>.
- [160] R.L. Baldwin, How Hofmeister Interactions Affect Protein Stability *, *Biophys. J.* 71 (1996) 2056–2063.
- [161] B. Behera, P. Balasubramanian, Natural plant extracts as an economical and ecofriendly alternative for harvesting microalgae, *Bioresour. Technol.* 283 (2019) 45–52. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.biortech.2019.03.070>.
- [162] M.S. Carvalho, B.R.R. Alves, M.F. Silva, R. Bergamasco, L.A. Coral, F.J. Bassetti, CaCl₂ applied to the extraction of *Moringa oleifera* seeds and the use for *Microcystis aeruginosa* removal, *Chem. Eng. J.* 304 (2016) 469–475. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.06.101>.
- [163] G. Muthuraman, S. Sasikala, Removal of turbidity from drinking water using natural coagulants, *J. Ind. Eng. Chem.* 20 (2013) 1727–1731. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2013.08.023>.
- [164] N. Yéwêgnon, A.E. Irma, S. Philippe, A. Abdoukarim, Y. Abdou, K. Alassane, A.C. Pascal, M. Daouda, S. Koko, C. Dominique, Evaluation of Aloe vera leaf gel as a Natural Flocculant: Phytochemical Screening and Turbidity removal Trials of water by Coagulation flocculation, *Res. J. Recent Sci.* 5 (2016) 9–15.
- [165] A.T.A. Baptista, M.O. Silva, R.G. Gomes, R. Bergamasco, M.F. Vieira, A.M.S. Vieira, Protein fractionation of seeds of *Moringa oleifera* lam and its application in superficial water treatment, *Sep. Purif. Technol.* 180 (2017) 114–124. <https://doi.org/10.1016/j.seppur.2017.02.040>.
- [166] L. Grossmann, S. Ebert, J. Hinrichs, J. Weiss, Production of protein-rich extracts from disrupted microalgae cells : Impact of solvent treatment and lyophilization, *Algal Res.* 36 (2018) 67–76. <https://doi.org/10.1016/j.algal.2018.09.011>.
- [167] M. Al-Sahari, A.A.S. Al-Gheethi, R.M.S. Radin Mohamed, Natural Coagulates for Wastewater Treatment; A Review for Application and Mechanism, in: V. P. Singh (Ed.), *Prospect. Fresh Mark. Wastes Manag. Dev. Ctries.*, Springer, USA, 2020: pp. 17–31. https://doi.org/10.1007/978-3-030-42641-5_2.
- [168] S.M. Andrew, J.A. Titus, L. Zumstein, Dialysis and Concentration of Protein Solutions, *Curr Protoc Toxicol.* 3 (2001) 1–5. <https://doi.org/10.1002/0471140856.txa03hs10>.
- [169] B. Gondouin, *Dialyse, Néphrologie & Thérapeutique.* 16 (2020) 7S4-7S7. [https://doi.org/10.1016/S1769-7255\(20\)30420-X](https://doi.org/10.1016/S1769-7255(20)30420-X).
- [170] D.M. Fetterolf, Lyophilization, *J. Valid. Technol.* (2010).

- [171] H.K. Mayer, G. Fiechter, Electrophoretic Techniques, in: *Compr. Anal. Chem.*, 1st ed., Elsevier, 2013: pp. 251–278. <https://doi.org/10.1016/B978-0-444-59562-1.00010-4>.
- [172] R.J. Fritsch, I. Krause, Electrophoresis, in: B. Caballero (Ed.), *Encycl. Food Sci.*, 2nd ed., Academic Press, 2003: pp. 2055–2062. <https://doi.org/10.1016/B0-12-227055-X/01409-7>.
- [173] Z.Z. Abidin, N.S. Mohd, N. Madehi, S. Sobri, Optimisation of a method to extract the active coagulant agent from *Jatropha curcas* seeds for use in turbidity removal, *Ind. Crop. Prod.* 41 (2013) 319–323.
- [174] O. Bouaouine, I. Bourven, F. Khalil, M. Baudu, Identification of functional groups of *Opuntia ficus-indica* involved in coagulation process after its active part extraction, *Environ. Sci. Pollut. Res.* 25 (2018) 11111–11119. <https://doi.org/10.1007/s11356-018-1394-7>.
- [175] G.S. Walker, *Sample Preparation for Chromatographic Applications in Forensic Science*, Elsevier, SA, Australia, 2012. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-381373-2.10120-6>.
- [176] H.J. Seltman, *Experimental Design and Analysis*, Carnegie Mellon University, 2018.
- [177] D.B. Hibbert, Experimental design in chromatography: A tutorial review, *J. Chromatogr. B.* 910 (2012) 2–13. <https://doi.org/10.1016/j.jchromb.2012.01.020>.
- [178] L. Vera, M.M. De Zan, M.S. Cámara, C. Goicoechea, Talanta Experimental design and multiple response optimization . Using the desirability function in analytical methods development, *Talanta.* 124 (2014) 123–138. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2014.01.034>.
- [179] F. Dika, O. Riswanto, A. Rohman, S. Pramono, S. Martono, Application of response surface methodology as mathematical and statistical tools in natural product research, *J. Appl. Pharm. Sci.* 9 (2019) 125–133. <https://doi.org/10.7324/JAPS.2019.91018>.
- [180] M. Jarpa-Parra, F. Bamdad, Y. Wang, Z. Tian, F. Temelli, J. Han, L. Chen, Optimization of lentil protein extraction and the influence of process pH on protein structure and functionality, *LWT - Food Sci. Technol.* 57 (2014) 461–469. <https://doi.org/10.1016/j.lwt.2014.02.035>.
- [181] T.P. Ryan, J.P. Morgan, *Modern Experimental Design*, *J. Stat. Theory Pract.* 1 (2007) 37–41. <https://doi.org/10.1080/15598608.2007.10411855>.
- [182] H.M. De Paula, M. Sangoi, D.O. Ilha, A.P. Sarmiento, L.S. Andrade, Dosage optimization of *Moringa oleifera* seed and traditional chemical coagulants solutions for concrete plant wastewater treatment, *J. Clean. Prod.* 174 (2018) 123–132. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.10.311>.
- [183] M. Almeida, R. Erthal, E. Padua, L. Silveira, L. Am, Talanta Response surface methodology (RSM) as a tool for optimization in analytical chemistry, *Talanta.* 76 (2008) 965–977. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2008.05.019>.
- [184] S.L.C. Ferreira, R.E. Bruns, H.S. Ferreira, G.D. Matos, J.M. David, G.C. Brand,

- E.G.P. Silva, P.S. Reis, A.S. Souza, W.N.L. Santos, Box-Behnken design: An alternative for the optimization of analytical methods, *Anal. Chim. Acta.* 597 (2007) 179–186. <https://doi.org/10.1016/j.aca.2007.07.011>.
- [185] G. Dwivedi, M.P. Sharma, Application of Box – Behnken design in optimization of biodiesel yield from Pongamia oil and its stability analysis, *FUEL.* 145 (2015) 256–262. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2014.12.063>.
- [186] G.E.P. Box, D.W. Behnken, Some New Three Level Designs for the Study of Quantitative Variables, *Technometrics.* 2 (1960) 37–41. <https://doi.org/10.1080/00401706.1960.10489912>.
- [187] E. de O.S. Bara, L. L.Borges, E.C. da Conceição, M.T. F., Box–Behnken experimental design for extraction of artemisinin from *Artemisia annua* and validation of the assay method, *Rev. Bras. Farmacogn.* 27 (2017) 519–524. <https://doi.org/10.1016/j.bjp.2017.03.002>.
- [188] K. Benouis, A. Alami, Y. Khalfi, S. Guella, Y. Khane, Optimization of Coagulation Parameters for Turbidity Removal Using Box-Behnken model, *Adv. Intell. Syst. Res.* 175 (2021) 114–121. <https://doi.org/10.2991/aisr.k.220201.021>.
- [189] V. Bewick, L. Cheek, J. Ball, Statistics review 7 : Correlation and regression, *Crit. Care.* 7 (2003) 451–459. <https://doi.org/10.1186/cc2401>.
- [190] H. Reisinger, The impact of research designs on R2 in linear regression models : an exploratory, *J. Empir. Gen. Mark. Sci.* 2 (1997) 1–12.
- [191] S. Torbjorn, Lundstedt Elisabeth, A. Lisbeth, T. Bernt, N. Asa, P. Jarle, B. Rolf, Experimental Design and Optimization, *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 42. 42 (1998) 3–40. https://doi.org/10.1007/978-3-540-49148-4_3.
- [192] L. Sthle, S. Wold, Analysis of variance (ANOVA), *Chemom. Intell. Lab. Syst.* 6 (1989) 259–272. [https://doi.org/10.1016/0169-7439\(89\)80095-4](https://doi.org/10.1016/0169-7439(89)80095-4).
- [193] K.M. Bower, Analysis of variance (ANOVA) using MINITAB, *Sci. Comput. Instrum.* 17 (2000) 1–6.
- [194] Z. Zhao, W. Sun, M.B. Ray, A.K. Ray, T. Huang, J. Chen, Optimization and modeling of coagulation-flocculation to remove algae and organic matter from surface water by response surface methodology, *Front. Environ. Sci. Eng.* 13 (2019) 75–88. <https://doi.org/10.1007/s11783-019-1159-7>.
- [195] K. Hinkelmann, K. Oscar, Advanced Experimental Design, in: I. A JOHN WILEY & SONS (Ed.), *Des. Anal. Exp.*, Wiley interscience, Canada, 2012: pp. 1–808. <https://doi.org/10.1002/9781118147634>.
- [196] G. Muthuraman, S. Sasikala, N. Prakash, Proteins from Natural Coagulant for Potential Application of Turbidity Removal in Water, *Int. J. Eng. Innov. Technol.* 3 (2013) 278–283.
- [197] W. Wang, M. Scali, R. Vignani, A. Spadafora, E. Sensi, S. Mazzuca, M. Cresti, Protein extraction for two-dimensional electrophoresis from olive leaf, a plant tissue containing high levels of interfering compounds, *Electrophoresis.* 24 (2003) 2369–

2375. <https://doi.org/10.1002/elps.200305500>.
- [198] H.C. Lee, A.K. Htoon, S. Uthayakumaran, J.L. Paterson, Chemical and functional quality of protein isolated from alkaline extraction of Australian lentil cultivars: Matilda and Digger, *Food Chem.* 102 (2007) 1199–1207. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2006.07.008>.
- [199] M. Dubois, K.A. Gilles, J.K. Hamilton, P.A. Rebers, F. Smith, Colorimetric Method for Determination of Sugars and Related Substances, *Anal. Chem.* 28 (1956) 350–356. <https://doi.org/10.1021/ac60111a017>.
- [200] K. Tawaha, F.Q. Alali, M. Gharaibeh, M. Mohammad, T. El-Elimat, Antioxidant activity and total phenolic content of selected Jordanian plant species, *Food Chem.* 104 (2007) 1372–1378. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2007.01.064>.
- [201] M.M. Bradford, A Rapid and Sensitive Method for the Quantitation Microgram Quantities of Protein Utilizing the Principle of Protein-Dye Binding, *Anal. Biochem.* 72 (1976) 248–254. [https://doi.org/10.1016/0003-2697\(76\)90527-3](https://doi.org/10.1016/0003-2697(76)90527-3).
- [202] E.W. Rice, R.B. Baird, A.D. Eaton, Editors, *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater*, 22nd ed, American Water Works Association (AWWA) and Water Environment Federation (WEF), Washington, DC, USA, 2012.
- [203] S. Akhnazarova, V. Kafarov, *Experiment optimization in chemistry and chemical engineering*, Mir Publishers, Moscow and Chicago, 1982.
- [204] W. Yang, J. Shang, P. Sharma, B. Li, K. Liu, M. Flury, Colloidal stability and aggregation kinetics of biochar colloids : Effects of pyrolysis temperature , cation type , and humic acid concentrations, *Sci. Total Environ.* 658 (2019) 1306–1315. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2018.12.269>.
- [205] R.E. Abou-zeid, K.A. Ali, R.M.A. Gawad, K.H. Kamal, S. Kamel, Removal of Cu (II), Pb (II), Mg (II), and Fe (II) by Adsorption onto Alginate / Nanocellulose Beads as Bio-Sorbent, *J. Of Renewable Mater.* 9 (2021) 601–613. <https://doi.org/10.32604/jrm.2021.014005>.
- [206] Z. Hamadi, R. Chaid, M. Kebir, S. Amirou, Z. Hamadi, R. Chaid, M. Kebir, S. Amirou, Adsorption of Cr (VI) from Aqueous Solutions Using Algerian Pinus Halepensis Tannin Foam, *Polym.* 44 (2020) 425–435. <https://doi.org/10.7317/pk.2020.44.4.425>.
- [207] J.K. Fatombi, B. Lartiges, T. Aminou, O. Barres, C. Caillet, J.K. Fatombi, B. Lartiges, T. Aminou, O. Barres, C.A. Caillet, A natural coagulant protein from copra (*Cocos nucifera*): Isolation , characterization , and potential for water purification, *HAL Arch.* 116 (2019) 35–40.
- [208] S. Ghahri, B. Mohebbi, A. Pizzi, A. Mirshokraie, Improving Water Resistance of Soy-Based Adhesive by Vegetable Tannin, *J. Polym. Environ.* 26 (2018) 1881–1890. <https://doi.org/10.1007/s10924-017-1090-6>.
- [209] Y. Yang, Z. Wu, L. Ji, S. Lu, H. Jing, J. Sun, J. Guo, W. Song, Preparation of Porous Materials Derived from Waste Mussel Shell with High Removal Performance for Tableware Oil, *J. Renew. Mater.* 9 (2021) 1869–1881.

- <https://doi.org/10.32604/jrm.2021.015952>.
- [210] M. Abonele, A. Chidi, O. Ifedi, P. Okoye, Equilibrium Dynamics of m -Xylene Removal from Aqueous Solution by Organoclay, Iran. J. Sci. Technol. Trans. A Sci. 43 (2019) 119–125. <https://doi.org/10.1007/s40995-017-0422-7>.
- [211] T. Nharingo, M. Moyo, Application of Opuntia fi cus-indica in bioremediation of wastewaters . A critical review, J. Environ. Manage. 166 (2016) 55–72. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2015.10.005>.
- [212] D.D. Manholer, M. Tatiane, F. De Souza, E. Ambrosio, T. Karoliny, F. De Souza, H. César, L. Geraldino, J.C. Garcia, Coagulation/flocculation of textile effluent using natural coagulants extracted from Dillenia indica, Water Sci. Technol. 80 (2019) 979–988.
- [213] E.R.B. Magalhães, N.N. Fonseca de Menezes, F.L. Silva, J.W. Alves Garrido, M. Angélica dos Santos Bezerra Sousa, E.S. dos Santos, Effect of oil extraction on the composition, structure, and coagulant effect of Moringa oleifera seeds, J. Clean. Prod. 279 (2021) 123902. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.123902>.
- [214] C.S.T. Araújo, D.C. Carvalho, H.C. Rezende, I.L.S. Almeida, L.M. Coelho, N.M.M. Coelho, T.L. Marques, A. Vanessa N, Bioremediation of Waters Contaminated with Heavy Metals Using Moringa oleifera Seeds as Biosorbent, in: ogesh B.P.P. Rao (Ed.), Appl. Bioremediation - Act. Passiv. Approache, Intechopen, 2013: pp. 227–255. <https://doi.org/10.5772/56157>.
- [215] T.G. Kebede, S. Dube, V. Mhuka, M.M. Nindi, Bioremediation of Cd (II), Pb (II) and Cu (II) from industrial effluents by Moringa stenopetala seed husk, J. Environ. Sci. Heal. Part A. 54 (2019) 337–351. <https://doi.org/10.1080/10934529.2018.1551648>.
- [216] M. Dao, V. Nguyen, T. Tran, X. Nguyen, D. Vo, V. Nguyen, L. Hoang, Pilot-Scale Study of Real Domestic Textile Wastewater Treatment Using Cassia fistula Seed-Derived Coagulant, J. Chem. 2021 (2021) 1–8. <https://doi.org/https://doi.org/10.1155/2021/7608856>.
- [217] K.A.É. DERBAL, Etude Expérimentale de L'élimination de Polluants Organiques et Inorganiques par Adsorption sur des Matériaux Naturels: Application aux Peaux d'Orange et de Banane, Constantine, 2012.
- [218] U. Schwertmann, H. Fechter, The point of zero charge of natural and synthetic ferrihydrites and its relation to adsorbed silicate, Clay Miner. 17 (1982) 471–476. <https://doi.org/10.1180/claymin.1982.017.4.10>.
- [219] J. Lyklema, Points of zero charge in the presence of specific adsorption, J. Colloid Interface Sci. 99 (1984) 109–117. [https://doi.org/10.1016/0021-9797\(84\)90090-0](https://doi.org/10.1016/0021-9797(84)90090-0).
- [220] K. Yang, B. Xing, Adsorption of organic compounds by carbon nanomaterials in aqueous phase: Polanyi theory and its application, Chem. Rev. 110 (2010) 5989–6008. <https://doi.org/10.1021/cr100059s>.
- [221] S. Chua, M.A. Malek, F. Chong, W. Sujarwo, Y. Ho, Red Lentil (Lens culinaris) Extract as a Novel Natural Characterization and Performance Optimization Study, Water. 11 (2019) 1686–1704. <https://doi.org/10.3390/w11081686>.

- [222] P. Han, X. Shen, H. Yang, H. Kim, M. Tong, *Colloids and Surfaces B : Biointerfaces* Influence of nutrient conditions on the transport of bacteria in saturated porous media, *Colloids Surfaces B Biointerfaces*. 102 (2013) 752–758. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2012.08.053>.
- [223] Z. Mohammed Redha, Multi-response optimization of the coagulation process of real textile wastewater using a natural coagulant, *Arab J. Basic Appl. Sci.* 27 (2020) 406–422. <https://doi.org/10.1080/25765299.2020.1833509>.
- [224] J. Kang, J. Trevino, Evaluating Moringa Oleifera , Papaya , and Pumpkin Seed as a Natural Coagulant, *Int. J. Life Sci. Res.* 5 (2017) 126–131.
- [225] S. Ghafari, H.A. Aziz, M.H. Isa, A.A. Zinatizadeh, Application of response surface methodology (RSM) to optimize coagulation–flocculation treatment of leachate using poly-aluminum chloride (PAC) and alum, *J. Hazard. Mater.* 163 (2009) 650–656. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.07.090>.
- [226] H.S. Kusuma, A.N. Amenaghawon, H. Darmokoesoemo, Y.A.B. Neolaka, B.A. Widyaningrum, C.L. Anyalewechi, P.I. Orukpe, Evaluation of extract of Ipomoea batatas leaves as a green coagulant–flocculant for turbid water treatment: Parametric modelling and optimization using response surface methodology and artificial neural networks, *Environ. Technol. Innov.* 24 (2021) 102005. <https://doi.org/10.1016/j.eti.2021.102005>.
- [227] U. Gassenschmidt, K.D. Jany, T. Bernhard, H. Niebergall, Isolation and characterization of a flocculating protein from Moringa oleifera Lam, *Biochim. Biophys. Acta.* 1243 (1995) 477–481. [https://doi.org/10.1016/0304-4165\(94\)00176-X](https://doi.org/10.1016/0304-4165(94)00176-X).
- [228] S. Bhatia, Z. Othman, A.L. Ahmad, Pretreatment of palm oil mill effluent (POME) using Moringa oleifera seeds as natural coagulant, *J. Hazard. Mater.* 145 (2007) 120–126. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2006.11.003>.
- [229] A. Benalia, K. Derbal, A. Khalfaoui, A. Pizzi, G. Medjahdi, The use of aloe vera as natural coagulant in algerian drinking water treatment plant, *J. Renew. Mater.* 10 (2022) 625–637. <https://doi.org/10.32604/jrm.2022.017848>.
- [230] M. Basibuyuk, D.G. Kalat, The use of waterworks sludge for the treatment of vegetable oil refinery industry wastewater, *Environ. Technol.* 25 (2004) 373–380. <https://doi.org/10.1080/09593330409355471>.
- [231] Y. Zeng, C. Yang, J. Zhang, W. Pu, Feasibility investigation of oily wastewater treatment by combination of zinc and PAM in coagulation / flocculation, *J. Hazard. Mater.* 147 (2007) 991–996. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2007.01.129>.
- [232] L.S. Pérez, O.M. Rodriguez, S. Reyna, J.L. Sánchez-Salas, J.D. Lozada, M.A. Quiroz, E.R. Bandala, Oil refinery wastewater treatment using coupled electrocoagulation and fixed film biological processes, *Phys. Chem. Earth.* 91 (2016) 53–60. <https://doi.org/10.1016/j.pce.2015.10.018>.
- [233] A. Salahi, I. Noshadi, R. Badrnezhad, B. Kanjilal, T. Mohammadi, Nano-porous membrane process for oily wastewater treatment : Optimization using response surface methodology, *J. Environ. Chem. Eng.* 1 (2013) 218–225.

- <https://doi.org/10.1016/j.jece.2013.04.021>.
- [234] G. Liu, Z. Ye, K. Tong, Y. Zhang, Biotreatment of heavy oil wastewater by combined upflow anaerobic sludge blanket and immobilized biological aerated filter in a pilot-scale test, *Biochem. Eng. J.* 72 (2013) 48–53. <https://doi.org/10.1016/j.bej.2012.12.017>.
- [235] B. Meyssami, A.B. Kasaeian, Use of coagulants in treatment of olive oil wastewater model solutions by induced air flotation, *Bioresour. Technol.* 96 (2005) 303–307. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2004.04.014>.
- [236] F. Potin, Effet de l'extraction des protéines de tourteaux de chanvre sur leurs fonctionnalités, Bourgogne Franche-Comte, 2019.
- [237] E. Bouchouka, Extraction des polyphénols et étude des activités antioxydante et antibactérienne de quelques plantes Sahariennes, Université Badji Mokhtar –Annaba, 2016.
- [238] D.D.M. Ragab, E.E. Babiker, A.H. Eltinay, Fractionation, solubility and functional properties of cowpea (*Vigna unguiculata*) proteins as affected by pH and/or salt concentration, *Food Chem.* 84 (2004) 207–212. [https://doi.org/10.1016/S0308-8146\(03\)00203-6](https://doi.org/10.1016/S0308-8146(03)00203-6).
- [239] S.D. Arntfield, Effects of Divalent Cations, Phytic Acid, and Phenolic Compounds on the Gelation of Ovalbumin and Canola Proteins, in: D. American Chemical Society: Washington (Ed.), *Macromol. Interact. Food Technol., Macromolecular Interactions in Food Technology*, Canada, 1996: pp. 80–92. <https://doi.org/10.1021/bk-1996-0650.ch006>.
- [240] A. Akyüz, S. Ersus, Optimization of enzyme assisted extraction of protein from the sugar beet (*Beta vulgaris* L.) leaves for alternative plant protein concentrate production, *Food Chem.* 335 (2021) 127673. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.127673>.
- [241] H. Kristianto, H. Rahman, S. Prasetyo, A.K. Sugih, Removal of Congo red aqueous solution using *Leucaena leucocephala* seed's extract as natural coagulant, *Appl. Water Sci.* 9 (2019) 1–7. <https://doi.org/10.1007/s13201-019-0972-2>.
- [242] T.C. Shan, M. Al Matar, E.A. Makky, E.N. Ali, The use of *Moringa oleifera* seed as a natural coagulant for wastewater treatment and heavy metals removal, *Appl. Water Sci.* 7 (2017) 1369–1376. <https://doi.org/10.1007/s13201-016-0499-8>.
- [243] F.K. Jacques, R.G. Josse, D. Mama, T. Aminou, Étude de l'activité floculante de la caséine acide extraite de la crème de *Cocos nucifera* dans la clarification des eaux de surface, *Rev. Des Sci. l'eau.* 22 (2009) 93–101. <https://doi.org/https://doi.org/10.7202/019826ar>.
- [244] W.L. Ang, A.W. Mohammad, State of the art and sustainability of natural coagulants in water and wastewater treatment, *J. Clean. Prod.* 262 (2020) 121267. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2020.121267>.
- [245] U.F. Magaji, D.M. Sahabi, M.K. Abubakar, A.B. Muhammad, Biocoagulation Activity of *Moringa oleifera* Seeds for Water Treatment, *Int. J. Eng. Sci.* 4 (2015) 19–26.

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A : CARACTERISATIONS DU COAGULANT POUDRE

1. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge est une technique d'analyse rapide et structurale qui révèle la nature des liaisons entre atomes dans une molécule. Les composés organiques ont en effet la particularité de posséder des liaisons intra-atomiques qui entrent en vibration sous l'action d'un rayonnement infrarouge à des longueurs d'onde caractéristiques. Ce phénomène s'accompagne d'une consommation d'énergie lumineuse à la longueur d'onde considérée. La FTIR permet de mesurer les absorbances d'énergie des liaisons chimiques (fonctions alcool, acides, méthyles, méthylène...) de tous les composants présents dans les produits analysés et de les corréler à leurs concentrations, puisque l'intensité de l'absorption est directement proportionnelle à la concentration de la molécule considérée



Figure A.1: Spectroscopie FTIR (SHIMADZU)

2. Diffractomètre de Rayons X (DRX)

La diffractométrie de rayons X est une technique d'analyse basée sur la diffraction des rayons X par la matière. La méthode générale consiste à bombarder l'échantillon avec des rayons X, et à analyser l'intensité des rayons X qui est diffusée selon l'orientation dans l'espace. Les rayons X diffusés interfèrent entre eux, l'intensité présente donc des maxima dans certaines directions, on parle de phénomène de « diffraction ». On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau.



Figure A.2 : Spectromètre de diffraction des rayons X

3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La Microscopie Électronique à Balayage est une technique de microscopie électronique qui par balayage de l'échantillon par un faisceau d'électrons est capable de produire des images de la surface d'un échantillon.

Dans un microscope électronique à balayage, un faisceau d'électrons balaie la surface d'un échantillon. L'interaction électron-matière génère alors plusieurs types d'émissions. Les électrons secondaires permettent d'imager la surface de l'échantillon, avec un contraste topographique. Les électrons rétrodiffusés donnent une image avec un contraste chimique sur une surface plane.



Figure A.3 : Microscopie électronique à balayage

4. zêta mètre

4.1. Principe

L'analyseur de potentiel zêta utilise l'analyse du potentiel de flux oscillant bidirectionnel pour mesurer le potentiel zêta des fibres, des poudres et des matériaux solides en forme de plaque. Les applications qui dépendent de l'adhésion entre les solides, de l'adsorption et de la réaction chimique des ions/molécules, des surfactants, des polymères, etc. peuvent toutes bénéficier de l'étude du potentiel zêta et de ses changements en fonction de la valeur du pH.

4.2. Domaines d'application

En déterminant le potentiel ζ , le comportement de l'interface entre le solide et le liquide peut être caractérisé. Des paramètres supplémentaires comme le point isoélectrique et la cinétique d'adsorption du solide peuvent être dérivés de l'analyse du potentiel ζ .



Figure A.4 : Zêta mètre

ANNEXE B :
CARACTERISATIONS DU COAGULANT LIQUIDE

1. Dosage des sucres totaux

Le dosage des sucres totaux solubles est réalisé par la méthode de Dubois et al, [199]

a. Principe

Les oses sont stables en milieu acide. Cependant s'ils sont chauffés en milieu acide concentré, ils donnent des furfuraldéhydes par cyclisation et déshydratation. Les furfurals et ses dérivés ont la propriété de se condenser avec le phénol pour former des complexes marron.

b. Réactifs

- Phénol 5 % dans l'eau distillée.
- Acide sulfurique concentré à 95% de pureté et de densité $d = 1,84$

c. Protocole

- Ajouter à 1 ml d'échantillon, 1 ml de phénol et 5 ml d'acide sulfurique concentré. Agiter et laisser reposer 10 min à température ambiante. - Incuber au bain marie à 30°C pendant 20 min.
- Mesurer la coloration jaune orangé à 488 nm, les valeurs obtenues sont traduites en concentrations de glucose par référence à une courbe d'étalonnage préalablement établies (voir Figure (B.1))

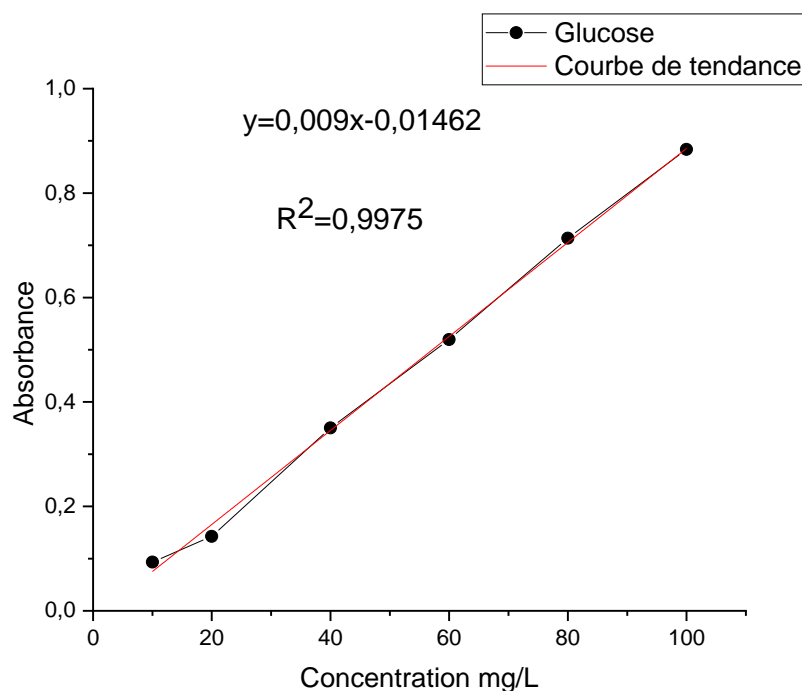


Figure B.1 : Courbe d'étalonnage du glucose

2. Estimation de la teneur phénolique totale (polyphénols)

Le contenu phénolique total a été déterminé avec la méthode de Folin-Ciocalteu [200].

a. Mode opératoire

2,5 mL de réactif Folin (dilué 10 fois) a été ajouté à 0,5 mL d'extrait aqueux. 2 mL de carbonate de sodium (75 g/l) a ensuite été ajouté. Le mélange a ensuite été placé dans un bain d'eau à 50 ° C. pendant 5 min. Ensuite, l'absorbance est lue à 760 nm. Une solution aqueuse d'acide gallique (1g/L) a été utilisée pour l'étalonnage. Les résultats finaux ont été exprimés en mg équivalent gallique acide (GAE) par g de poids sec (voir Figure (B.2)).

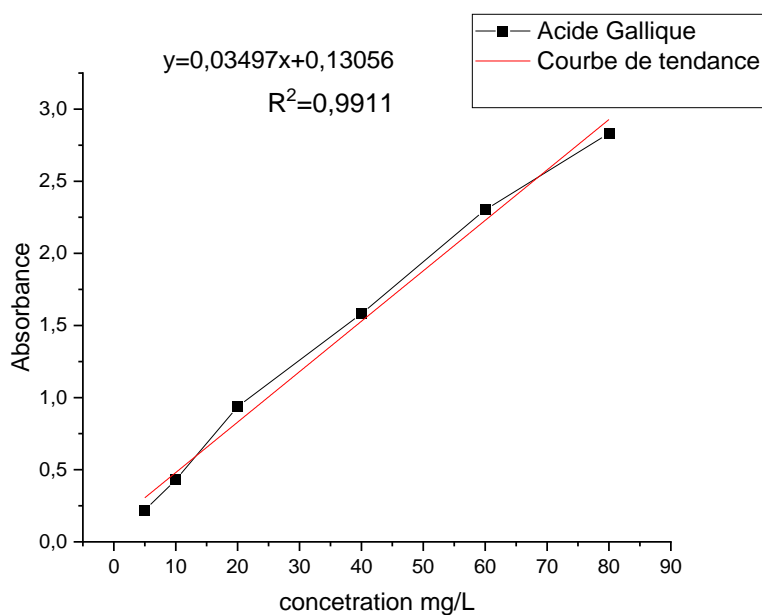


Figure B.2 : La courbe d'étalonnage de l'acide gallique.

3. Dosage des protéines

a. Réactifs :

- ✓ Albumine de sérum bovin ou ASB

Bleu de coomassie : 100 mg de poudre de bleu de Coomassie G250 sont dissouts dans 50 ml d'éthanol 95%, puis on y ajoute 100 ml d'acide phosphorique à 85%. Le mélange résultant est ajusté avec de l'eau distillée à un volume final de 1000 ml, puis filtré et conservé à froid (4°C)

b. Mode opératoire

L'estimation de la quantité des protéines dissoutes est réalisée selon la méthode de Bradford. À 1ml d'extrait de protéines sont ajoutés 2 ml de réactif de bleu de Coomassie, Après stabilisation de la couleur pendant 2 à 5 min, la densité optique du mélange est déterminée à 595 nm à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible

c. La courbe d'étalonnage

Une solution de concentration connue permet de constituer une gamme étalon : série de tubes qui contiennent un volume identique mais des quantités croissantes et connues de la protéine de référence (peut être obtenue en faisant plusieurs dilutions de la solution mère.

Pour cela nous avons opté pour l'albumine de sérum bovin (ASB) comme protéine de référence en raison de son utilisation dans la méthode de dosage colorimétrique des protéines de BRADFORD que nous avons adopté dans notre étude [201]. La solution de réactif (bleu de coomassie) a été ajoutée dans tous les tubes afin de développer la coloration de la protéine

pour un temps minimum de 2 min à l'obscurité avant de procéder à la mesure de l'absorbance à 595nm. Le rapport utilisé était de 2ml de réactif pour 1ml de solution étalon.

Les résultats du calcul des concentrations ainsi que de la mesure des absorbances sont donnés par la figure suivante.

Les valeurs obtenues à partir des tubes de la gamme étalon permettent de tracer un droit étalon : absorbance = f (concentrations en protéines)

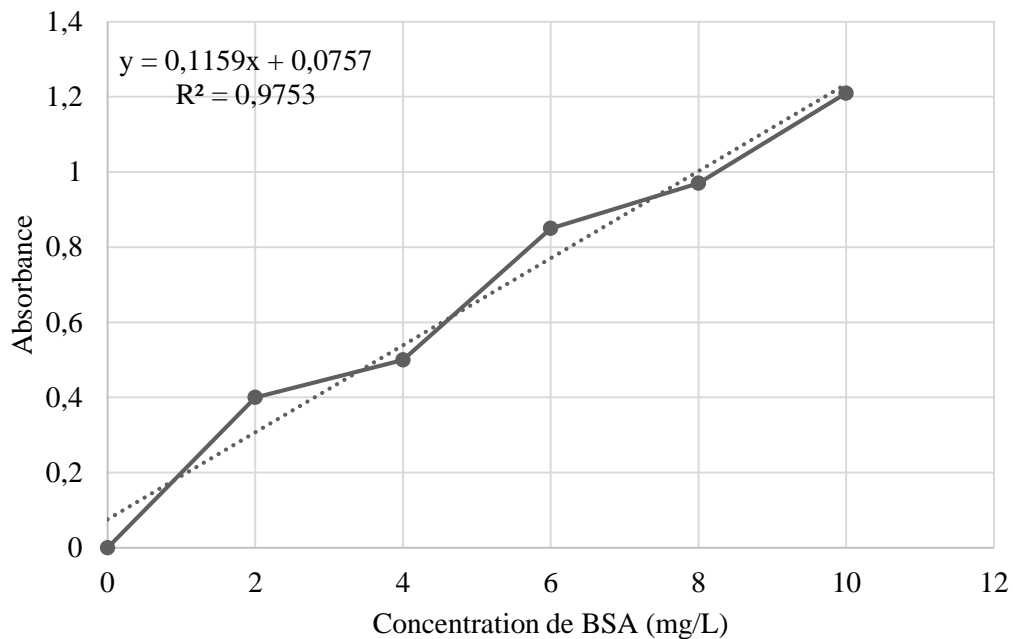


Figure B.3 : La courbe d'étalonnage de BSA

Nous obtenons alors une pente de 0.1159. La courbe devrait être linéaire, mais ce n'est pas le cas. Malgré tout, les points ont été conservés pour le calcul de la pente. Il est possible qu'un petit pourcentage d'erreur intervienne à cause des erreurs de pipetage ce qui explique la non-linéarité de la pente obtenue.

ANNEXE C :
METHODES D'ANALYSES

1. PH mètre

La mesure du pH des solutions a été réalisée à l'aide d'un pH-mètre portable SX-610 de types stylo



Figure C.1 : PH-mètre portable SX-610.

2. Turbidité

Le turbidimètre est un appareil qui consiste à déterminer la turbidité de l'eau. Le turbidimètre utilisé est un turbidimètre portable HI 98713-02 - Conforme ISO 7027-HANNA. Il a les caractéristiques suivantes :

- Haute précision même à faible turbidité.
- Source lumineuse Infrarouge (860 nm).
- Plage de mesure 0-1000 FNU.



Figure C.2 : Turbidimètre portable (HANNA)

3. Mesure de la conductivité et salinité

La salinité et la conductivité sont mesurées par un Multiparamètre (voir Figure (C.3)).

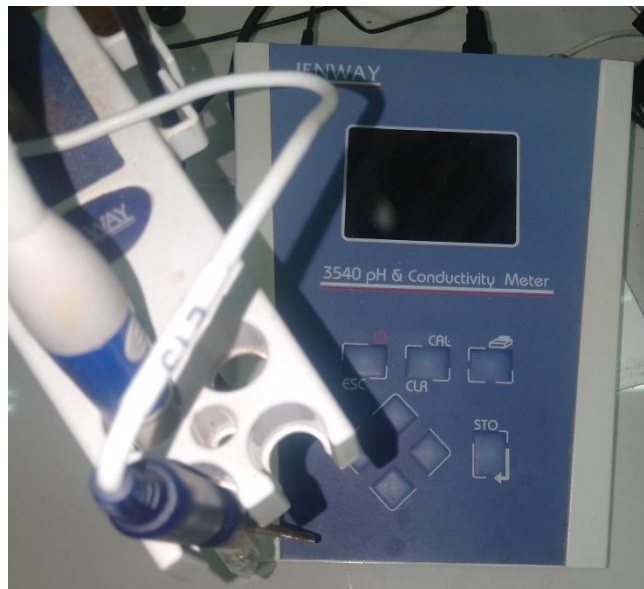


Figure C.3 : Multiparamètre

4. Mesure de l'alcalinité partielle et totale

4.1. Définition : L'alcalinité d'une eau est une mesure de sa capacité à neutraliser les acides.

4.2. Principe : Détermination des volumes successifs d'acide fort en solution diluée nécessaire pour neutraliser, aux niveaux de pH 8.3 et 4.3, le volume d'eau à analyser. La première détermination sert à calculer le titre alcalimétrique (TA), la seconde à calculer le titre alcalimétrique complet (TAC). Aucun remplissage de la burette n'intervenant entre deux lectures, TA sera inclus dans TAC, et de ce fait lui sera toujours inférieur.

On peut opérer soit en présence d'indicateurs colorés, soit en utilisant un pH-mètre.

4.3. Matériels :

- Agitateur magnétique ;
- PH-mètre ;
- Une burette graduée en ml et son support ;
- Un erlenmeyer ;
- Une fiole jaugée.

4.4. Réactifs

- Acide sulfurique ou chlorhydrique : solution N/25
- Phénolphtaléine à 1 %.
- Hélianthine (ou méthylorange) à 1 %.

4.5. Mesure du titre alcalimétrique (TA)

- Remplir la burette avec la solution d'acide jusqu'au trait zéro.
- Introduire 100 ml d'eau sous analyse dans l'erlenmeyer.
- Ajouter 4 à 5 gouttes de phénolphtaléine, s'il n'y a aucune coloration, le TA est nul.
- S'il y a coloration, verser la solution d'acide goutte à goutte jusqu'à disparition de la coloration.
- Le pH est alors de l'ordre de 8.3. Noter le volume V_1 indiqué sur la burette.

4.6. Mesure du titre alcalimétrique complet (TAC)

Remplir la burette avec la solution d'acide jusqu'au trait zéro.

Introduire 100 ml d'eau sous analyse dans l'erlenmeyer.

Ajouter quelques gouttes d'hélianthine (méthylorange) : la solution vire au jaune.

Verser la solution d'acide jusqu'à virage à l'orange.

Le pH est alors de l'ordre de 4.3. Noter le volume d'acide sur la burette V_2

4.7. Expression des résultats

Le TA et TAC sont donnés respectivement par les expressions :

$$TA = \frac{V_1 * N * 1000}{V}$$

$$TAC = \frac{V_2 * N * 1000}{V}$$

V : le volume en ml de la prise d'essai (échantillon).

V1 : le volume en ml de solution d'acide utilisé pour le dosage du TA.

V2 : le volume en ml de solution d'acide utilisé pour le dosage du TAC.

N : La normalité de la solution d'acide.

4.8 .Remarque

Il est pratique de mesurer TA et TAC en une seule manipulation. Pour cela, appliquer la méthode d'analyse du TA et noter le résultat. Une fois l'échantillon sous analyse décoloré, y ajouter quelques gouttes d'hélianthine et suivre la méthode ci-dessus sans remettre de la liqueur dans la burette.

5. Déterminations de la dureté de l'eau

5.1. Définition : La dureté totale ou titre hydrotimétrique donne la quantité des bicarbonates, sulfates, chlorure, etc .des sels alcalino-terreux présents dans l'eau. Globalement c'est la teneur de sels Ca et Mg.

5.2. Principe : Formation des complexes des ions Ca^{+2} et Mg^{+2} avec une solution titrée de sel dissodique de l'acide éthylène diamine tétracétique (EDTA) en milieu tamponné à pH10. La fin de la réaction est indiquée par le noir ériochrome T (le NET).

5.3. Matériel :

- Une burette graduée en ml et son support
- Un erlenmeyer de 250 ml.
- Une fiole jaugée de 100 ml.
- Un compte-gouttes.

5.4. Réactifs

- Noir ériochrome T (NET) en poudre ou en solution :
- Solution à garder à l'abri de la lumière.
- Solution tampon K10 :
- Solution d'EDTA (ou "complexon III") 0.02 M :
- Sel dissodique de l'acide éthylène diamine tétracétique....7,44 g
- Chlorure de magnésium ($\text{MgCl}_2 - 6\text{H}_2\text{O}$).....0,2 g

5.5. Mode opératoire

- Remplir la burette avec la solution d'EDTA jusqu'au trait zéro.
- Introduire 100 ml d'eau sous analyse dans l'erlenmeyer.
- Ajouter 20 gouttes environ de K10 (5ml) et 4 gouttes environ de NET (ou une pincée de NET en poudre) : la solution vire au rouge vineux en présence de TH.
- Verser la solution d'EDTA jusqu'au virage au bleu.
- Lire le volume d'EDTA (Vml) sur la burette.
- La dureté totale TH exprimée en mmol/l, est donnée par la formule :

$$\text{TH} = \frac{V_1 * C * 1000}{V_2}$$

C : la concentration en mol/l de la solution d'EDTA.

V1 : le volume en ml de solution d'EDTA utilisé pour le titrage

V2 : le volume en ml d'échantillon dosé.

6. Mesure des matières en suspension (MES)

6.1. Introduction : La mesure des matières en suspensions est fondamentale pour évaluer l'efficacité des procédés de séparation solide/liquide.

6.2. Principe : Les méthodes gravimétriques reposent sur le calcul de la masse de matière sèche (en mg/l) obtenue après séparation des MES de l'eau puis déshydratation à 105°C, la séparation se fait sous vide qui permet le passage de l'eau sur un filtre, ou les MES sont retenues.

6.3. Matériels utilisés :

- appareil de filtration sous vide "Millipore " ;
- membranes en fibres de verre borosilicaté "Millipore " ;
- trombe à vide ;
- balance de précision ;
- étuve à 105 °C ;
- dessiccateur.

6.4. Mode opératoire :

- sécher la membrane 15 min à l'étuve 105 °C
- refroidir dans le dessiccateur et peser : soit m_1
- prélever un volume d'eau V tel que la masse de matières retenues sur le filtre soit au moins de 1 mg/cm². V ne doit pas être inférieur à 100 ml
- placer la membrane sur son support, fixer l'ensemble de filtration, verser l'eau sur la membrane, mettre sous vide et laisser filtrer le liquide jusqu'à écoulement complet ;
- rincer à l'eau déminéralisée, couper le vide. Retirer la membrane et la sécher à l'étuve à 105 °C jusqu'à avoir une masse constante (au moins 2h) ;
- refroidir au dessiccateur et peser: soit m_2 poids de matières en suspension en mg/l :

$$\text{MES} = (m_2 - m_1) * 1000 / V$$

7. Mesure de la teneur en matières organiques

7.1. Introduction : Les matières organiques, présentes dans l'eau et issues des échanges entre la biosphère et l'hydrosphère, peuvent être une source de pollution très importante. Si l'eau est indispensable à la vie, elle est aussi l'un des principaux vecteurs des maladies. Le risque microbiologique est un paramètre essentiel à prendre en compte. Il est donc nécessaire d'évaluer cette pollution.

Les matières organiques présentes dans l'eau proviennent des déchets domestiques, agricoles ou industriels. Leur présence peut favoriser l'apparition de nombreuses maladies (gastro-entérite, choléra...) et leur décomposition peut entraîner l'asphyxie de la faune aquatique.

L'indice permanganate permet d'évaluer la pollution d'une eau par les matières organiques

7.2. Principe : Le permanganate de potassium fournit en milieu acide la quantité d'oxygène nécessaire à l'oxydation totale des matières organiques d'origines diverses contenues dans l'eau.

7.3. Matériels utilisés :

- Une burette graduée en ml et son support
- Un erlenmeyer de 250 ml.
- Une éprouvette de 100 ml.
- Trois pipettes de 10 ml graduées en dixièmes de millilitres.

7.4. Réactifs

- Solution de permanganate de potassium N/80.
- Solution de sel de Mohr (sulfate de fer et d'ammoniaque) à 0,5 %.
- Solution d'acide sulfurique au 1/2 en volume.

7.5. Mode opératoire

- Introduire 100 ml d'eau d'échantillon dans l'erlenmeyer. Ajouter 2,5 ml d'acide sulfurique (dilué à 1/2), puis chauffé la solution à la température de 100°C jusqu'à l'ébullition. Introduire alors 10 ml de permanganate de potassium N/80 et maintenir à ébullition pendant 10 mn. Refroidir rapidement, puis introduire 10 ml de solution de sel de Mohr.
- Remplir la burette avec la solution de permanganate N/80 jusqu'au trait zéro.
- Verser goutte à goutte avec la burette jusqu'à une légère teinte rose. Lire le volume de permanganate de potassium en ml.

7.5. Expression des résultats

$$MO = V_{KMnO_4}$$

Les résultats sont généralement exprimés en mg/l d'O₂ mais peuvent l'être parfois en mg/l de KMnO₄ :

$$1 \text{ mg/l d'O}_2 = 3,95 \text{ mg/l de KMnO}_4.$$

7.6. Interférence : L'indice de permanganate ne peut être déterminé que pour des eaux contenant moins de 500 mg/l d'ions chlorure.

8. Détermination de la concentration de matière sèche des boues ou la boue produite (MS)

8.1. Mode Opérateur

- Bien homogénéiser la boue, par agitation du flacon.
- Peser un bécher, propre et sèche: poids M_1 en g .
- Introduire dans le bécher un volume V de boue de 100 ml
- Placer au four à 105 °C, jusqu'à évaporation totale de l'eau contenue dans la boue .Cet étapes nécessite 12 h.

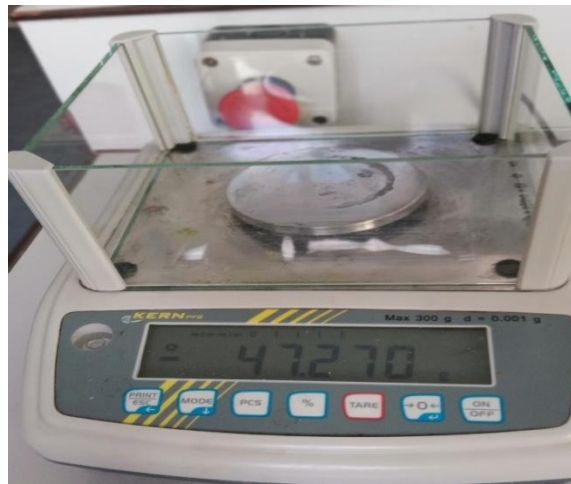


Figure C.4 : balance de précision.

- Peser le bécher, après refroidissement, dans un dessiccateur: M_2 en g.

La concentration en MS de la boue est donnée par

$$MS \text{ g/l} = (M_2 - M_1) \times 10$$

8. Mesure de la demande chimique en oxygène (DCO)

8.1.Introduction

La demande chimique en oxygène correspond à la quantité d'oxygène consommée par les matières oxydables en présence de dichromate de potassium à chaud et en milieu acide. Elle est représentative de la majeure partie des composés organiques ainsi que des sels minéraux oxydables.

8.2.Principe

La DCO correspond à la quantité de dioxygène ,provenant de la réduction du dichromate de potassium, nécessaire pour oxyder les matières oxydable dans les conditions de la normes ,ces matières étant en très grande majorité des matières organiques plus les matière non organiques oxydables

8.3.Matériels

- Bloc chauffant à 148°C capable de recevoir des tubes bouchés avec joint téflon
- Balance de précision

8.4.Réactifs

- Acide sulfurique H₂SO₄
- K₂Cr₂O₇
- Ag₂SO₄
- Sel de Mohr (FAS)
- Féronie

8.5.Mode Opérateur

- Dilution de l'échantillon avec un facteur F (on commence par 100 fois)
- Dans des tubes digesteur, mettre les volumes suivants :
 - ✓ 2,5 mL de l'échantillon dilué
 - ✓ 1,5 mL de K₂Cr₂O₇ (Qui contient HgSO₄). (0.04mol/L)
 - ✓ 3,5 mL de mélange (acide sulfurique-sulfate d'argent)
- Mettre les tubes dans le thermo-réacteur à 148 °C pendant 02 heures
- Laisser refroidir
- Ajouter une goutte de Féroïen
- Doser par FAS jusqu'au virage de couleur et noter le volume ajouté

$$DCO \text{ (mg O}_2\text{/L)} = \frac{8000(V_0 - V_1) \times T \times F}{V}$$

V₀ = Volume de sulfate de fer et d'ammonium (FAS) nécessaire au dosage (mL).

V₁ = Volume de sulfate de fer et d'ammonium (FAS) nécessaire à l'essai à blanc (mL).

T = Titre de la solution de sulfate de fer (II) et d'ammonium (0,1mol/L).

V = Volume de la prise d'essai (en mL).

9. Evaluation des paramètres bactériologiques

La qualité microbiologique des eaux présente un facteur important qui doit être vérifiée lors de l'étude de la potabilité de l'eau. Les analyses bactériologiques ont été effectuées au niveau du laboratoire d'hygiène de la wilaya de CONSTANTINE pour rechercher les germes suivants :

- Les coliformes totaux et fécaux
- Les bactéries anaérobies sulfito-réductrices (ASR)
- Les bactéries thermo tolérantes (E-coli)

9.1.La stérilisation

La stérilisation est une opération qui vise à détruire tous les micro-organismes d'un objet de façon durable. La stérilisation des flacons de stockage des échantillons et de matériels utilisés pour les analyses bactériologiques est faite par la chaleur humide dans un autoclave aboutit à une hydrolyse des protéines bactériennes par action conjuguée de la chaleur, de l'humidité, et d'une pression élevée, qui permet d'atteindre des températures de vapeur d'eau saturante plus hautes qu'à pression atmosphérique. L'autoclave (YESON , YS-3PV-22L), enceinte dans laquelle à lieu cette stérilisation, doit donc être capable de supporter de fortes pressions.

9.2.Echantillonnage

Pour la réalisation de cette étude, nous avons prélevé des échantillons des différents essais de jar test de l'eau brute traitée avec des différentes doses des coagulants naturels (Acorn et Aloe vera) et des eaux brute de station d'Oued el Athmania.



Figure C.5 : Echantillon pour les analyses bactériologiques.

9.3. Recherche et dénombrement des coliformes totaux

9.3.1. Milieux de culture

Bouillon lactose au pourpre de bromocresol (BCPL)

Le BCPL est un milieu non sélectif, utilisé comme milieu présomptif de détection de bactéries coliformes dans l'eau. La gélose lactosée au pourpre de bromocrésol est un milieu inhibiteur pour l'isolement des Entérobactéries.

9.3.2. Composition type (g /L)

- Extrait de viande1
- Peptone de caséine7
- Lactose5
- BCP 1%0,03

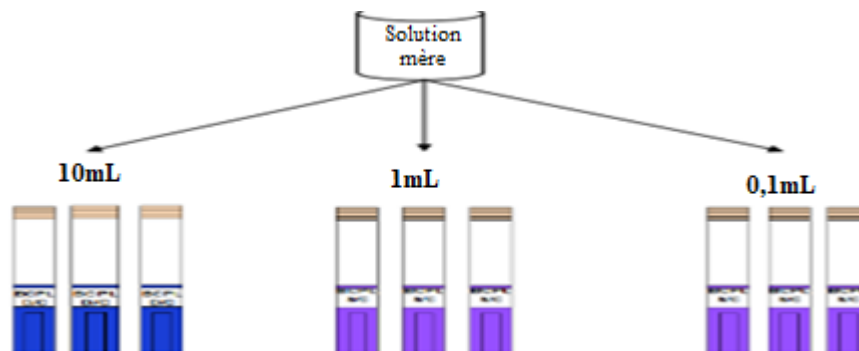
9.3.3. Préparation

Dissoudre 13g dans un litre d'eau distillée ; introduire dans l'autoclave 15min à 121°C.

9.3.4. Mode opératoire

On ensemence

- 3 tubes de 10 ml de BCPL munis d'une cloche de Durham avec 10 ml d'eau à analyser.
- 3 tubes de 10 ml de BCPL munis d'une cloche de Durham avec 1 ml d'eau à analyser.
- 3 tubes de 10 ml de BCPL munis d'une cloche de Durham avec 0,1 ml d'eau à analyser.
- On agite pour homogénéiser tout en vidant l'air dans la cloche et placer les tubes dans une étuve à 37 °C pendant 48 heures ;



Incubation à 37 °C pendant 48h

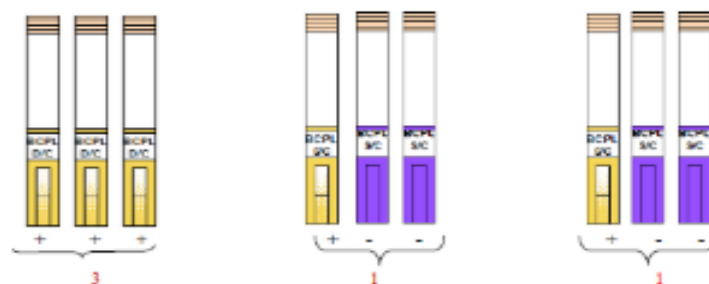


Figure C.6 : Schéma de Recherche et dénombrement de coliforme totaux.

- Après incubation dans l'étuve, les tubes considérés comme positifs présentent un trouble dans toute la masse liquide, avec virage du violet au jaune et un dégagement de gaz dans la cloche.

Le nombre des coliformes totaux par 100 ml est obtenu en comptant le nombre des tubes positifs en se référant au tableau de Mac Crady qui nous donne le nombre le plus probable (NPP).

Tableau C.1 : Table de Mac Crady.

2 tubes par dilution		3 tubes par dilution			
Nombre caractéristique	NPP	Nombre caractéristique	NPP	Nombre caractéristique	NPP
000	0,0	000	0,0	222	3,5
001	0,5	001	0,3	223	4,0
010	0,5	010	0,3	230	3,0
011	0,9	011	0,6	231	3,5
020	0,9	020	0,6	232	4,0
100	0,6	100	0,4	300	2,5
101	1,2	101	0,7	301	4,0
110	1,3	102	1,1	302	6,5
111	2,0	110	0,7	310	4,5
120	2,0	111	1,1	311	7,5
121	3,0	120	1,1	312	11,5
200	2,5	121	1,5	313	16,0
201	5,0	130	1,6	320	9,5
210	6,0	200	0,9	321	15,0
211	13,0	201	1,4	322	20,0
212	20,0	202	2,0	323	30,0
220	25,0	210	1,5	330	25,0
221	70,0	211	2,0	331	45,0
222	110,0	212	3,0	332	1100
		220	2,0	333	140,0
		221	3,0		

9.4. Recherche des coliformes fécaux

9.4.1. Milieu de culture

Le bouillon lactose au vert brillant VBL

Le bouillon lactose au vert brillant est un milieu destiné à la recherche et le dénombrement des coliformes en contrôle alimentaire et des eaux.

9.4.2. Composition type (g/l)

- Peptone pepsique de viande	10
- Bile de bœuf desséchée	20
- Lactose	10
- Vert brillant.....	2ml

9.4.3. Préparation

Dissoudre 40g du milieu VBL dans un litre d'eau distillée ; introduire dans l'autoclave à 121°C et PH = 7,4 pendant 15min.

9.4.4. Mode opératoire

- On introduit dans chaque tube de VBL munis d'une cloche de Durham 1mL d'échantillon à analyser ;
- On agite pour homogénéiser tout en vidant l'air dans la cloche et placer les tubes dans une étuve à 44 °C pendant 48 heures ;
- Après incubation dans l'étuve, les tubes considérés comme positifs présentent un dégagement de gaz dans la cloche.

9.5. Recherche de E.Coli

Les tubes positifs sur le milieu VBL sont additionnés d'une goutte d'un révélateur de synthèse d'indole tryptophane (réactif kovacs).L'apparition d'un halo rouge dans le milieu de culture indique la présence d'E.coli .

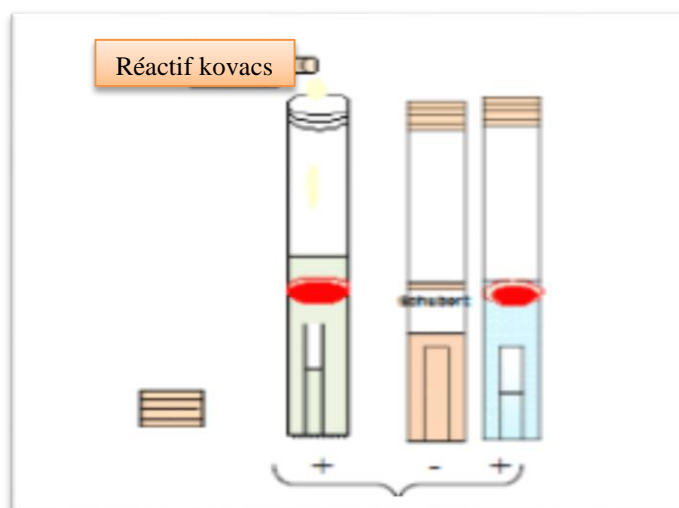


Figure C.7: Recherche d'E.Coli.

9.6. Recherche et dénombrement des anaérobies sulfito-réducteurs (ASR)

9.6.1. Milieux de culture et réactif

- Gélose viande foie (VF)
- Additifs de sulfite de sodium
- Additifs d'alun de fer.

9.6.2. Préparation et composition de VF

Base viande-foie	30 g/L
Glucose.....	2 g/L
Agar	6 g/L
pH = 7	

Régénérer le milieu VF au bain-marie bouillant pendant 10 minutes, bouchon entrouvert afin de chasser l'oxygène dissous dans le milieu. Garder le tube vissé en surfusion à l'étuve à 45-50°C

9.6.3. Mode opératoire

- On introduit dans 4 tubes à essai 20 ml d'échantillon d'eau à analyser (5 ml dans chaque tubes) ;
- On place les tubes au bain marie à 80 °C pendant 10 mn ; dans le but de détruire toutes les formes végétatives ;
- On refroidit à 45 °C puis on ajoute 2 gouttes d'alun de fer et 4 gouttes de sulfites de sodium puis on remplit les 4 tubes par la gélose viande foie;

- On mélange doucement, en évitant d'introduire les bulles d'air ;
- Après solidification sur paillasse, les tubes sont incubés à 37°C, pendant 24 à 48 heures dans les conditions d'anaérobiose

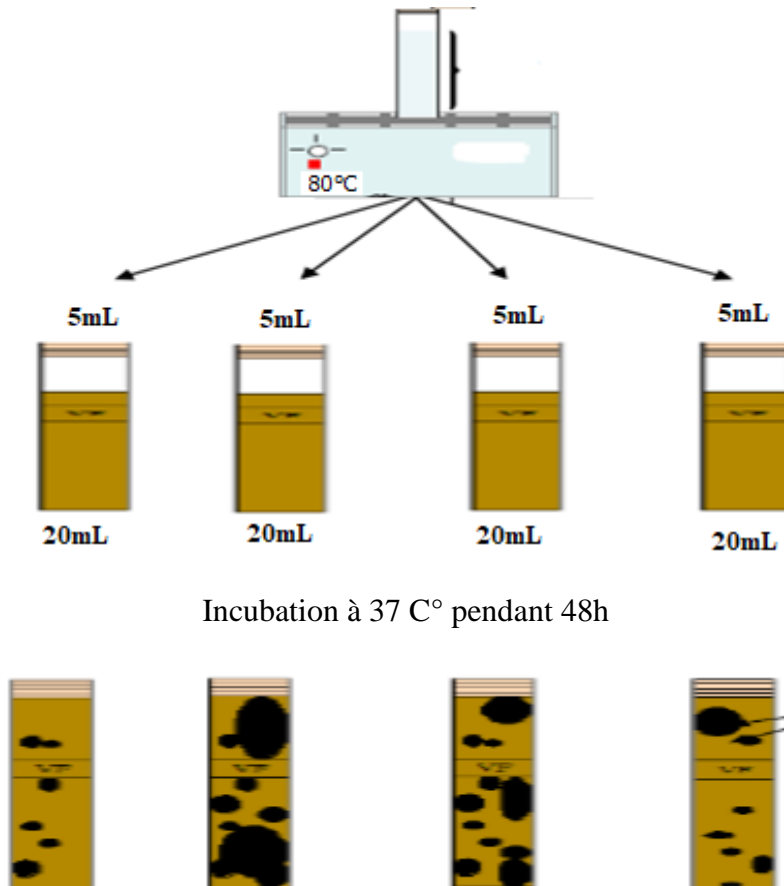


Figure C.8 : Recherche et dénombrement des anaérobies sulfito-réducteurs (ASR).

On compte toute colonie noire de 0,5 mm de diamètre dans chaque tube et on rapporte le nombre total des colonies dans les 4 tubes. On exprime les résultats en nombre de germes par 20 ml.

10. Mesure de la concentration en chrome (VI)

10.1. Principe et théorie

En milieu fortement acide, le chrome hexavalent réagit d'une manière totale avec la diphénylcarbazine (DPC) ($C(NH)_4O(C_6H_5)_2$), pour former un complexe fortement coloré en violet de carbazone et d'un ion chromeux Cr (II). La concentration de ce complexe peut être mesurée par spectrophotométrie UV visible, à de très faibles teneurs.

L'absorbance à 540 nm est proportionnelle à la concentration du chrome hexavalent.

10.2. Préparation des solutions

10.2.1. Solution acide de diphénylcarbazine

Peser environ 250 mg de 1,5-diphényl-carbazine. Transvider le sel dans un ballon volumétrique de 50 ml contenant environ 45 ml d'acétone. Dissoudre le sel et compléter au trait de jauge avec l'acétone.

Cette solution est conservée dans une bouteille en verre ambré à température ambiante et est stable pour une semaine.

10.2.2. Solution d'acide sulfurique 2,0 N

Transvider 28 ml d'acide sulfurique concentré dans un cylindre gradué. Transvider lentement l'acide sulfurique dans un ballon volumétrique de 500 ml contenant environ 450 ml d'eau froide. Laisser refroidir et compléter au trait de jauge avec l'eau. Cette solution est conservée à température ambiante et est stable jusqu'à son épuisement.

10.3. Méthode

En milieu acide, les ions chrome(VI) forment un composé rouge-violet avec la diphénylcarbazine. D'abord, les ions chrome(VI) oxydent la diphénylcarbazine en diphénylcarbazine et sont donc simultanément réduits en ions chrome(III). La forme énolique de la carbazine réagit avec les ions chrome(III) pour former le complexe coloré.

10.4. Procédure du dosage

- ✓ Dans un tube à essais, on a mélangé 5 ml d'échantillon avec 4 ml d'acide sulfurique et 0,2 ml de diphénylcarbazine et 0,8 ml d'eau distillé.
- ✓ Visser les bouchons sur les tubes et agiter lentement et doucement en inversant le tube quelques fois.
- ✓ Attendre au moins 10 minutes, sans dépasser 2h, pour le développement de la couleur.
- ✓ Mesurer l'absorbance à 540 nm à l'aide du spectrophotomètre en ajustant le « zéro » de l'instrument avec de l'eau distillé.

- ✓ Si la concentration lue dépasse 1g/l Cr (VI), on dilue l'échantillon avec de l'eau et on prend à la première étape.

10.5. La courbe d'étalonnage

La figure suivante montre la courbe d'étalonnage du chrome (VI)

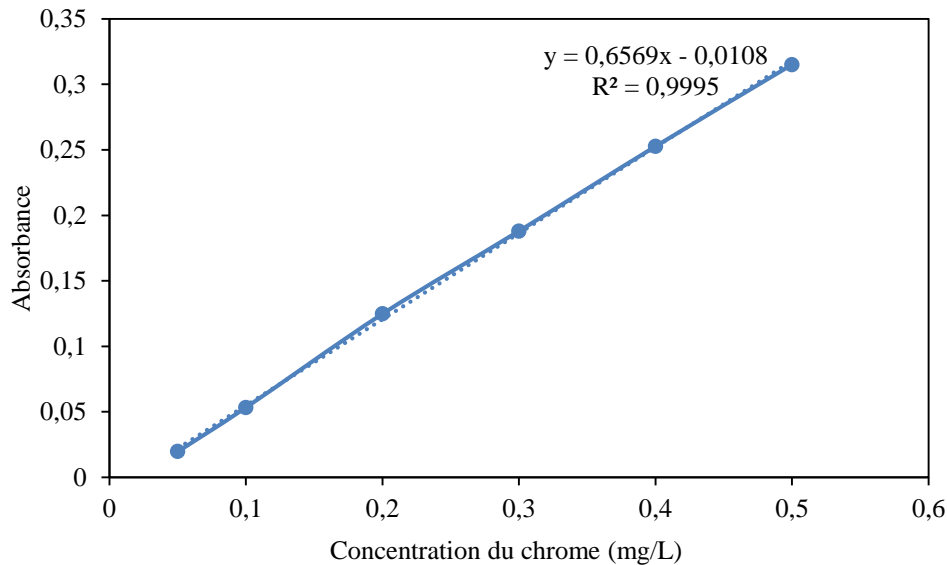


Figure C.9 : La courbe d'étalonnage du chrome (VI)

11. Spectromètre d'Absorption Atomique (SAA)

L'absorption de chaque élément est spécifique, aucun autre élément n'absorbe sa longueur d'ondes. La SAA est une méthode basée sur un élément unique, utilisée pour reconstituer l'analyse des métaux d'échantillons biologiques, métallurgiques, pharmaceutiques.

11.2. Principe de la SAA

Une source de rayonnement émet des radiations spécifiques correspondant à la différence d'énergie entre l'état fondamental et un état excité de l'échantillon à analyser. L'analyte doit être transformé en atomes libres à l'état fondamental capables d'absorber une partie de ce rayonnement. Le rayonnement non absorbé passe par un monochromateur jusqu'à un détecteur.

L'absorption est ensuite mesurée, elle dépend directement du nombre de particules à l'état fondamental qui est en fonction linéaire de la concentration de l'analyte ($A = kc$, où k est un coefficient propre à chaque élément).

Un spectrophotomètre d'absorption atomique comprend généralement une source, un atomiseur, un monochromateur, un détecteur et un dispositif d'acquisition.

11.3. Les avantages du spectrophotomètre d'absorption atomique

- ✓ La SAA est une méthode quantitative simple, rapide, sensible, très sélective.

- ✓ Les solutions étalons sont faciles à préparer.

11.4. Les inconvénients du spectrophotomètre d'absorption atomique

- ✓ L'aspect non qualitatif de la technique impose la connaissance des éléments à doser afin de choisir la source adaptée.
- ✓ Nécessité d'avoir des concentrations assez faibles (afin de respecter le domaine de linéarité de la loi de Beer-Lambert).

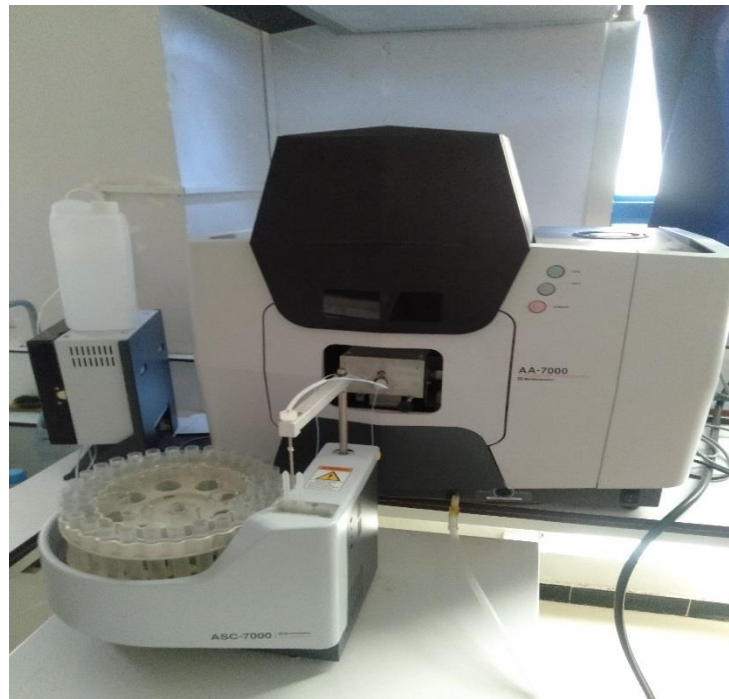


Figure C.10 : Spectrophotomètre Absorption atomique (SHIMADZU AA-7000).

11.5. Les courbes d'étalonnages

Les Figures (C.11), (C.12) et (C.13) représentent les courbes d'étalonnages du zinc, du fer, du cuivre, respectivement.

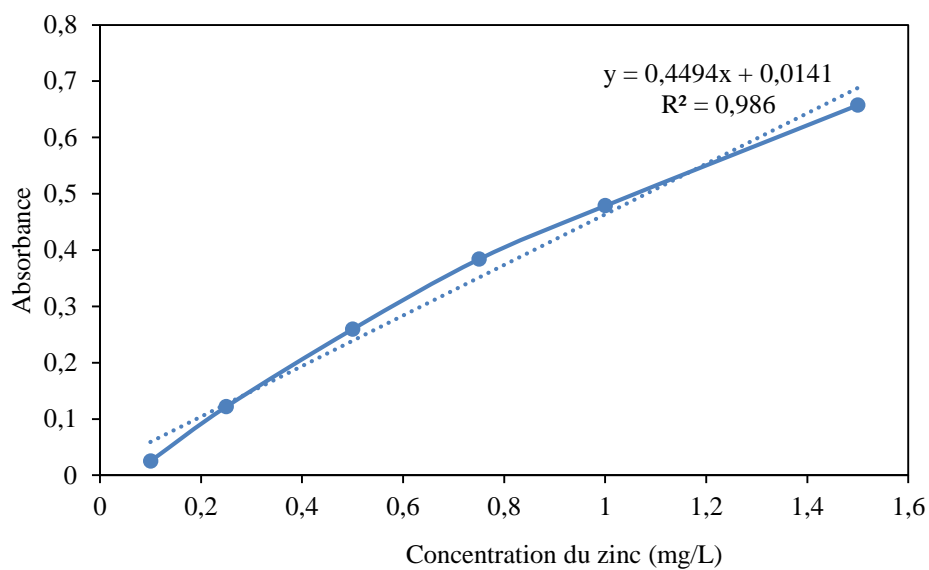


Figure C.11 : La courbe d'étalonnage du zinc

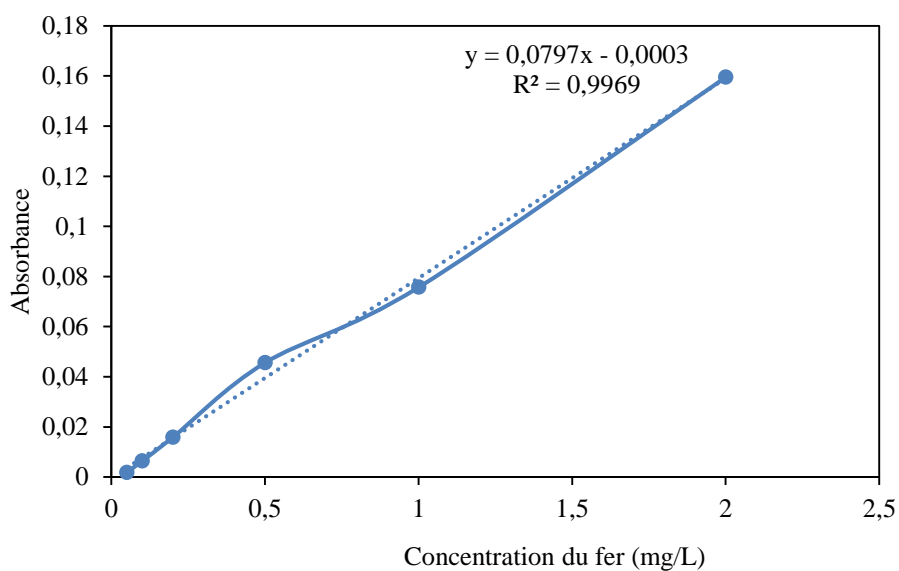


Figure C.12 : La courbe d'étalonnage du fer

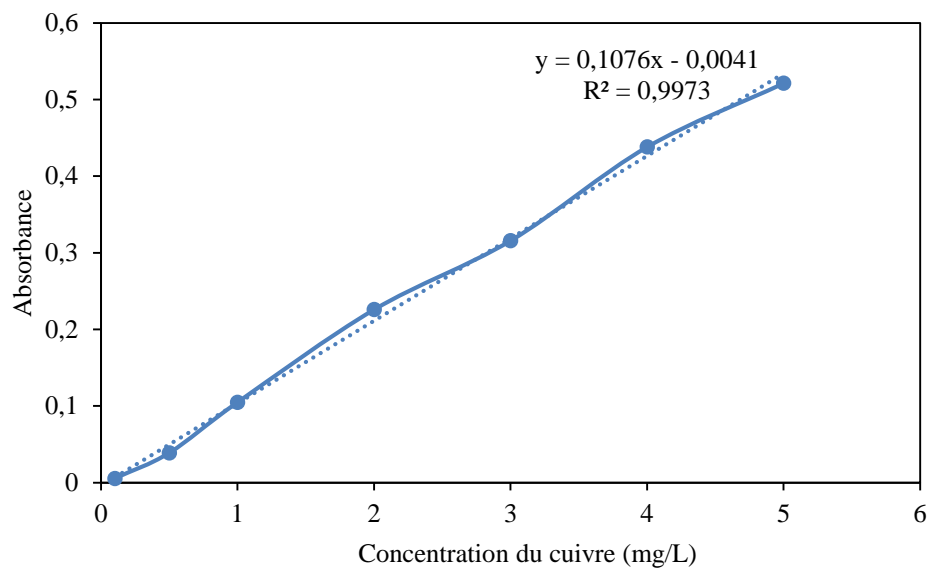


Figure C.13 : La courbe d'étalonnage du cuivre

PRODUCTIONS
SCIENTIFIQUES

PRODUCTIONS SCIENTIFIQUES

1. **Benalia Abderrezzaq**, Kerroum Derbal, Amel Khalfaoui, Antonio Pizzi and Ghouti Medjahdi. (2021) " The Use of Aloe vera as Natural Coagulant in Algerian Drinking Water Treatment Plant" Journal of Renewable Materials .DOI:10.32604/jrm.2022.017848
2. **Benalia Abderrezzaq**, Kerroum Derbal, Amel Khalfaoui, Raouf Bouchareb, Antonio Panico, Corrado Gisonni, Gaetano Crispino, Francesco Pirozzi, and Antonio Pizzi. (2021) "Use of *Aloe vera* as an Organic Coagulant for Improving Drinking Water Quality" *Water*, 13, 2024.doi.org/10.3390/ w13152024
3. **Benalia Abderrezzaq**, Derbal Kerroum, Antonio Panico, Francesco Pirozzi, (2019)" Use of Acorn Leaves as a Natural Coagulant in a Drinking Water Treatment Plant", *Water* volume 11 issue 1,57, doi:10.3390/w11010057
4. Bouchareb, Raouf ,Derbal Kerroum, **Benalia Abderrezzaq**. (2021) "Optimization of active coagulant agent extraction method from *Moringa Oleifera* seeds for municipal wastewater treatment". *Water Science & Technology*,84, 393–403.doi: 10.2166/wst.2021.234
5. Amel Khalfaoui , Mohamed Nadir Khelifi , Anouar Khelfaoui , **Abderrezzaq Benalia** , Kerroum Derbal , Corrado Gisonni , Gaetano Crispino and Antonio Panico. (2022). "The Adsorptive Removal of Bengal Rose by Artichoke Leaves: Optimization by Full Factorials Design" *Water* 14, 2251. Doi: 10.3390/w14142251



ARTICLE

The Use of *Aloe vera* as Natural Coagulant in Algerian Drinking Water Treatment Plant

Abderrezzaq Benalia^{1,2}, Kerroum Derbal^{2,*}, Amel Khalfaoui¹, Antonio Pizzi³ and Ghouti Medjahdi⁴

¹Faculty Process Engineering, University of Constantine 3, Constantine, 25000, Algeria

²National Polytechnic School of Constantine, Constantine, 25000, Algeria

³LERMAB-ENSTIB, University of Lorraine, Epinal, 88000, France

⁴Institut Jean Lamour, Université de Lorraine, CNRS, Nancy, 54011, France

*Corresponding Author: Kerroum Derbal. Email: derbal_kerroum@yahoo.fr

Received: 11 June 2021 Accepted: 29 July 2021

ABSTRACT

The purpose of this work is the study the ability of the plant material *Aloe vera* to act as natural coagulant using raw water obtained from a drinking water treatment plant (Mila, Algeria). Different solvents such as: NaCl; NaOH and HCl were used as chemical activators to extract the active components from the *Aloe vera* plant, and different coagulation-flocculation experiments were conducted in a jar test apparatus to evaluate the performance of the extracted coagulant. Also, the effect of coagulant dose on some water parameters such as turbidity, pH, total alkalinity and organic matter were investigated. The results showed that the use of coagulants obtained by using different solvents increases the coagulation efficiency compared to the coagulant obtained from the raw material, for example the maximum turbidity removal efficiency was 28.23, 78.07, 83.46 and 85.15% when using powdered *Aloe vera* (raw material), AV-NaCl (0.5 M), AV-NaOH (0.05 M) and AV-HCl (0.05 M), respectively. The results defined, that the residual turbidity obtained in this work, where the *Aloe vera* was used (after treatment by solvents) produced a turbidity lower than the Algerian standard (5 NTU) with initial turbidity (13 NTU). In this study, the infrared spectrum study and analysis has revealed the presence of different functional groups, which are responsible for the coagulation process.

KEYWORDS

Actives components; coagulant; colloidal particles; infrared spectrum; solvent

1 Introduction

The colloidal particles present in natural waters cannot precipitate and form sediments because of their small size. The operation of coagulation-flocculation aims for the growth of particles (which are essentially colloidal) by destabilization of suspended particles and then the formation of flocs by adsorption and aggregation [1]. The destabilization of suspended entities is achieved through adsorption phenomena [2], explained by the double layer theory. It explains how colloids are treated by coagulation [3,4]. The experimental realization of coagulation flocculation aims to determine the optimal concentration of coagulant necessary for a maximum removal of water turbidity [5].



This work is licensed under a Creative Commons Attribution 4.0 International License, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.



Article

Use of *Aloe vera* as an Organic Coagulant for Improving Drinking Water Quality

Abderrezzaq Benalia ^{1,2}, Kerroum Derbal ², Amel Khalfaoui ¹, Raouf Bouchareb ^{1,2}, Antonio Panico ^{3,*}, Corrado Gisonni ³, Gaetano Crispino ³, Francesco Pirozzi ⁴ and Antonio Pizzi ⁵

¹ Laboratory LIPE, Faculty Process Engineering, University of Constantine 3, Ali Mendjeli Nouvelle Ville, Constantine 25000, Algeria; benalia.abderrezzak@gmail.com (A.B.); khalfaoui_amel@yahoo.fr (A.K.); boucharebraouf@yahoo.fr (R.B.)

² Department of Process Engineering, National Polytechnic School of Constantine, Ali Mendjeli Nouvelle Ville, Constantine 25000, Algeria; derbal_kerroum@yahoo.fr

³ Department of Engineering, University of Campania L. Vanvitelli, 81031 Aversa, Italy; corrado.gisonni@unicampania.it (C.G.); gaetano.crispino@unicampania.it (G.C.)

⁴ Department of Civil, Architectural and Environmental Engineering, University of Naples Federico II, 80125 Napoli, Italy; francesco.pirozzi@unina.it

⁵ Laboratoire d'Etude et de Recherche sur le Matériau Bois, University of Lorraine, 88000 Epinal, France; antonio.pizzi@univ-lorraine.fr

* Correspondence: antonio.panico1@unicampania.it; Tel.: +39-081-501-0228



Citation: Benalia, A.; Derbal, K.; Khalfaoui, A.; Bouchareb, R.; Panico, A.; Gisonni, C.; Crispino, G.; Pirozzi, F.; Pizzi, A. Use of *Aloe vera* as an Organic Coagulant for Improving Drinking Water Quality. *Water* **2021**, *13*, 2024. <https://doi.org/10.3390/w13152024>

Academic Editor: Carlos Costa

Received: 17 June 2021

Accepted: 21 July 2021

Published: 24 July 2021

Publisher's Note: MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Copyright: © 2021 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Abstract: The coagulation–flocculation–sedimentation process is widely used for removal of suspended solids and water turbidity reduction. The most common coagulants used to conduct this process are aluminum sulfate and ferric sulfate. In this paper, the use of *Aloe vera* as a natural-based coagulant for drinking water treatment was tested. The bio-coagulant was used in two different forms: powder as well as liquid; the latter was extracted with distilled water used as a solvent. The obtained results showed that the use of the natural coagulant (*Aloe vera*) in both powder (AV-Powder) and liquid (AV-H₂O) forms reduced the water turbidity at natural pH by 28.23% and 87.84%, respectively. Moreover, it was found that the use of the two previous forms of bio-coagulant for drinking water treatment had no significant influence on the following three parameters: pH, alkalinity, and hardness. The study of the effect of pH on the process performance using *Aloe vera* as a bio-coagulant demonstrated that the maximum turbidity removal efficiency accounted for 53.53% and 88.23% using AV-Powder and AV-H₂O, respectively, at optimal pH 6.

Keywords: *Aloe vera*; extract; turbidity; powder; drinking water; jar test

1. Introduction

Water treatment plants are facilities designed to correct the characteristics of influent water to the plant and make it suitable for its final use (e.g., drinking water, productive process water, discharged water, etc.). Different treatments are therefore needed as both influent water and final uses vary widely [1]. In general waters to be treated are grouped as follows: (i) municipal wastewaters that are characterized by a high organic content as well as nutrients, and their treatment is mainly conducted with biological processes [2–5] and other alternative methods [6]; (ii) industrial wastewaters that are mainly loaded with potential toxic elements (PTEs), and their treatment is performed with several processes, usually chemical, but also biological such as bioremediation [7], and (iii) surface waters and groundwater, which generally represent the main source of drinking water. However, these sources are in most cases loaded with suspended solids and colloids. The presence of these solids increases the water turbidity. For the removal of suspended solids and the reduction of turbidity, several physicochemical processes can be applied [8,9]. Among them, the coagulation–flocculation–sedimentation process is the most widely used [10,11].



Article

Use of Acorn Leaves as a Natural Coagulant in a Drinking Water Treatment Plant

Abderrezzaq Benalia ¹, Kerroum Derbal ², Antonio Panico ^{3,*} and Francesco Pirozzi ⁴

¹ Laboratory LIPE, Faculty Process Engineering, University of Constantine 3, Ali Mendjeli Nouvelle Ville, 25000 Constantine, Algeria; benalia.abderrezzak@gmail.com

² National Polytechnic School of Constantine, Ali Mendjeli Nouvelle Ville, 25000 Constantine, Algeria; derbal_kerroum@yahoo.fr

³ Telematic University Pegaso, 80148 Naples, Italy

⁴ Department of Civil, Architectural and Environmental Engineering, University of Naples Federico II, 80125 Naples, Italy; francesco.pirozzi@unina.it

* Correspondence: anpanico@unina.it; Tel.: +39-081-768-3434

Received: 5 December 2018; Accepted: 21 December 2018; Published: 31 December 2018



Abstract: In this study, the use of acorn leaves as a natural coagulant to reduce raw water turbidity and globally improve drinking water quality was investigated. The raw water was collected from a drinking water treatment plant located in Mila (Algeria) with an initial turbidity of 13.0 ± 0.1 NTU. To obtain acorn leaf powder as a coagulant, the acorn leaves were previously cleaned, washed with tap water, dried, ground and then finely sieved. To improve the coagulant activity and, consequently, the turbidity removal efficiency, the fine powder was also preliminarily treated with different solvents, as follows, in order to extract the coagulant agent: (i) distilled water; (ii) solutions of NaCl (0.25; 0.5 and 1 M); (iii) solutions of NaOH (0.025; 0.05 and 0.1 M); and (iv) solutions of HCl (0.025; 0.05 and 0.1 M). Standard Jar Test assays were conducted to evaluate the performance of the coagulant in the different considered operational conditions. Results of the study indicated that at low turbidity (e.g., 13.0 ± 0.1 NTU), the raw acorn leaf powder and those treated with distilled water (DW) were able to decrease the turbidity to 3.69 ± 0.06 and 1.97 ± 0.03 NTU, respectively. The use of sodium chloride solution (AC-NaCl) at 0.5 M resulted in a high turbidity removal efficiency (91.07%) compared to solutions with different concentrations (0.25 and 1 M). Concerning solutions of sodium hydroxide (AC-NaOH) and hydrogen chloride (AC-HCl), the lowest final turbidities of 1.83 ± 0.13 and 0.92 ± 0.02 NTU were obtained when the concentrations of the solutions were set at 0.05 and 0.1 M, respectively. Finally, in this study, other water quality parameters, such as total alkalinity hardness, pH, electrical conductivity and organic matters content, were measured to assess the coagulant performance on drinking water treatment.

Keywords: acorn leaves; coagulant extraction; drinking water; natural coagulant; solvent; turbidity

1. Introduction

Water is a source of life, and in cases of shortage and pollution, it can be a reason for conflict and a source of illness or even death [1,2]. The presence of different impurities in water requires that it be treated to be suitable for specific uses and to improve its quality and ensure health, hygiene and comfort prior to utilization [3–5]. Among all the suitable processes used in drinking water treatment plants, clariflocculation (a sequence of coagulation-flocculation-sedimentation process) is the one of the most common. This process is aimed at reducing the concentration of suspended solids (SS) and non-settling colloidal particles, thus lowering turbidity and improving water quality [6]. The effectiveness of this process is known to be dependent on the nature of the particles, the type and dosage of the coagulant and the pH of the water [7,8].



Optimization of active coagulant agent extraction method from Moringa Oleifera seeds for municipal wastewater treatment

Raouf Bouchareb^{a,b}, Kerroum Derbal^{b,*} and Abderrezzak Benalia^{a,c}

^a Environmental Department Engineering, Process Engineering Faculty, Saleh Boubrider University, Constantine, 25000, Algeria

^b Process Engineering Department, National Polytechnic School of Constantine, Constantine, 25000, Algeria

^c Higher Normal School of Constantine, Constantine, 25000, Algeria

*Corresponding author. E-mail: derbal_kerroum@yahoo.fr

RB, 0000-0001-5375-8163; KD, 0000-0002-2885-8178

ABSTRACT

An enhanced and different method for the active coagulant agent extraction from Moringa Oleifera seeds powder (MOSP) was established and compared to the conventional extraction method in distillate water. In the improved method, MOSP were extracted using sodium chloride as solvent at different concentrations to extract more coagulant agent from Moringa Oleifera and enhance coagulation activity. In this study, MOSP were initially processed and oil content was removed to minimize coagulant concentration usage (MOSP-EO). Moringa Oleifera seeds powder was characterized by both X-ray and FTIR analysis. Ultrasound treatment as well was considered as an additional treatment for MOSP-EO to investigate its effect on coagulant agent extraction process improvement. Coagulation/flocculation experiments were conducted to assess coagulant extraction performance realized through various conditions. The effect of coagulant dosage, solvent concentration and ultrasound exposition duration were investigated for a real effluent of municipal wastewater treatment. Among the three studied NaCl concentrations, 1.0 M was found to be the best solvent concentration for high turbidity removal of more than 97% using 140 mg/L of MOSP-EO compared to extraction in distillate water 88% using 170 mg/L of the same coagulant. NaCl 1.0 M demonstrated the best performance in biochemical oxygen demand (BOD₅) removal as well, where more than 98% of municipal wastewater initial BOD₅ was eliminated. Mixing MOSP-EO assisted with ultrasound waves at different treatment periods did decrease the active coagulant agent extraction and thus showed its inconvenient for Moringa Oleifera coagulation activity usage.

Key words: coagulant agent extraction, coagulation activity, Moringa Oleifera, municipal wastewater, sodium chloride, turbidity

HIGHLIGHTS

- Application of different methods to extract active coagulant agent from Moringa Oleifera seeds.
- Biodegradable natural coagulant for municipal wastewater treatment.
- Use of physicochemical treatment process instead of biological treatment system.
- High performance of Moringa Oleifera seeds in municipal wastewater treatment.

This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution Licence (CC BY 4.0), which permits copying, adaptation and redistribution, provided the original work is properly cited (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).



Article

The Adsorptive Removal of Bengal Rose by Artichoke Leaves: Optimization by Full Factorials Design

Amel Khalfaoui ¹, Mohamed Nadir Khelifi ², Anouar Khelifaoui ¹, Abderrezzaq Benalia ^{1,2}, Kerroum Derbal ², Corrado Gisonni ³, Gaetano Crispino ^{3,*} and Antonio Panico ^{3,*}

¹ LIPE Laboratory, Department of Environmental Engineering, Faculty of Engineering Process, University of Constantine 3, Constantine 2500, Algeria; khalfaoui_amel@yahoo.fr (A.K.); kelfaoui.anouar@gmail.com (A.K.); benalia.abderrezzak@gmail.com (A.B.)

² Laboratory of Process Engineering for Sustainable Development and Health Products (GPDDPS), National Polytechnic School of Constantine Department of Process, Engineering, Constantine 2500, Algeria; mohamed.nadir@outlook.fr (M.N.K.); derbal_kerroum@yaoo.fr (K.D.)

³ Department of Engineering, University of Campania L. Vanvitelli, 81031 Aversa, Italy; corrado.gisonni@unicampania.it (C.G.); gaetano.crispino@unicampania.it (G.C.)

* Correspondence: antonio.panico1@unicampania.it; Tel.: +39-081-5010228

Abstract: Currently, the dye industry is increasing its production as a consequence of the growing need for their products in different manufacturing sectors, such as textiles, plastics, food, paper, etc... Thereafter, these industries generate very large volumes of effluents contaminated by these dyes, which require proper removal treatment before final discharge of the effluents into the environment. In this study, artichoke leaves were used as an economical and eco-friendly bio-adsorbent for Bengal Rose (BR) dye removal. Bio-adsorbent obtained from artichoke leaves was ground to powder size. The resulting powder was characterized by different methods, such as Brunauer-Emmett-Teller (BET) surface area analysis, scanning electron microscopy (SEM), X-ray Diffraction (XRD), Fourier transfer infrared (FTIR), pH at point of zero charge (pH_{pzc}), equilibrium pH, iodine number, methylene blue number, phenol number, density, Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) and Thermo-gravimetric analysis (TGA). Thereafter, the bio-adsorbent was used to study its capability for removing BR dye by testing contact time, initial concentration of dye and temperature. The results show that the saturation of bio-sorbent was reached after 40 min and the removal rate of BR dye by artichoke leaves powder (ALP) was 4.07 mg/g, which corresponds to a removal efficiency of 80.1%. A design of experiences (DOE) based on a two-level full factorial design (2^3) was used to study the effects of different parameters, such as pH, temperature and bio-adsorbent dosage on BR dye removal efficiency. The obtained results show that the highest removal efficiency was 86.5% for the optimized values of pH (4), temperature (80 °C) and bio-adsorbent dosage (8 g/L). Furthermore, a satisfying accordance between experimental and predicted data was observed. The kinetic and isotherm studies show that the pseudo-second order model simulated adequately the obtained data and it was found that Langmuir and Temkin isotherm models are liable and suitable for evaluating the adsorption process performance. Free energy change of adsorption (ΔG°), enthalpy change (ΔH°) and entropy change (ΔS°) were furthermore calculated to predict the nature of the adsorption process.

Keywords: Bengal Rose; adsorption; artichoke leaves; water treatment; full factors design



Citation: Khalfaoui, A.; Khelifi, M.N.; Khelifaoui, A.; Benalia, A.; Derbal, K.; Gisonni, C.; Crispino, G.; Panico, A. The Adsorptive Removal of Bengal Rose by Artichoke Leaves: Optimization by Full Factorials Design. *Water* **2022**, *14*, 2251. <https://doi.org/10.3390/w14142251>

Academic Editor: Laura Bulgariu

Received: 8 June 2022

Accepted: 15 July 2022

Published: 18 July 2022

Publisher's Note: MDPI stays neutral with regard to jurisdictional claims in published maps and institutional affiliations.



Copyright: © 2022 by the authors. Licensee MDPI, Basel, Switzerland. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

1. Introduction

A large quantity and variety of dyes are used in different industries, such as printing, food, textile, leather, cosmetic, dying, pharmaceuticals and petroleum [1,2]. Therefore, the effluents from these industries are loaded with dyes at varying concentrations [3,4]. Such wastewaters are generally discharged into the environment with an incomplete treatment or without any treatment at all, thus causing detrimental effects to the environment and aquatic life [5,6] as well as to human health [4,7] due to the presence of dyes [8].



Nom et Prénom : Abderrezzaq BENALIA

Titre : Extraction et valorisation des produits actifs des plantes naturelles
en tant que bio coagulants utiles dans l'amélioration de qualité des eaux

Thèse en vue de l'Obtention du Diplôme en
Doctorat en Science en Génie des Procédés
en Génie de l'Environnement

Résumé

Ce travail de recherche concerne la valorisation des bio-coagulants à base des feuilles des plantes (Acorn et Aloe Vera) dans le procédé traitement des eaux par coagulation floculation. Plusieurs paramètres de l'eau ont été évalués et améliorés après le traitement par les bio-coagulants à savoir la turbidité, les MES, la DCO, la matière organique oxydable, le zinc, le cuivre, le fer, le chrome (VI), les coliformes totaux, ...etc. Les résultats obtenus ont été très importants. L'utilisation des solvants comme l'eau distillée, HCl, NaCl et NaOH ont un effet remarquable et variable sur le rendement de la coagulation, les résultats obtenus après le traitement par les coagulants AV-H₂O, AC-H₂O, AV-HCl, AC-HCl, AV-NaOH, AC-NaOH, AV-NaCl et AC-NaCl montrent bien que la turbidité, le pH, l'alcalinité totale, la dureté totale, la conductivité et la salinité répond aux normes de qualité des eaux potables selon la réglementation algérienne.

Concernant l'optimisation et la modélisation du procédé de coagulation, le pH, le temps de décantation et la dose du coagulant ont été considérés comme facteurs influençant le pourcentage d'élimination en turbidité. Les valeurs de R² (98,45% et 98,24%) et R² ajusté (95,67% et 95,09%) pour l'Aloe vera et de l'Acorn, respectivement montrent que les modèles sont d'excellentes qualités. Lors de l'application des résultats d'optimisation sur le pilote de coagulation floculation décantation, le pourcentage de réduction en turbidité était de 93,26 et 88,59% en utilisant Aloe vera et Acorn, respectivement. Ainsi que tous les paramètres évalués (pH, turbidité, alcalinité totale, dureté totale, matière organique, MES et salinité) sont conformes aux normes algériennes pour les eaux potables après utilisation du jar test et le pilote de coagulation floculation.

De même pour les eaux usées industrielles de Sonatrach, Les résultats obtenus après le traitement par la poudre d'Aloe vera et d'Acorn ont été très importants. Les efficacités maximales de réduction obtenues avec l'Acorn étaient de 90,60%, 89,68% et 99,22%, pour la turbidité, les MES et la DCO, respectivement, tandis qu'avec l'Aloe vera, elles étaient de 93,64%, 87,61% et 94,31%, respectivement pour les mêmes paramètres.

La qualité des eaux potables et des eaux usées industrielles de Sonatrach ont également été évaluées avant et après traitement avec des protéines de l'Aloe vera et de l'Acorn, et plusieurs paramètres de l'eau ont été mesurés, dans ce cas les concentrations maximales en protéines extraites étaient appliquées pour le traitement des eaux. Les turbidités résiduelles des eaux potables et des eaux huileuses industrielles étaient de 4,82 ; 5,85 ; 4,25 et 9,40 NTU lors de l'utilisation des protéines de l'Acorn et de l'Aloe vera, respectivement. Ainsi que la réduction maximale en DCO, en MES et en matière organique étaient de 97,39%, 96,39%, 99,27%, 89, 86%, 40% et 46,28% pour l'Aloe vera et l'Acorn, respectivement.

Dans le but d'identification des différents agents coagulants, ainsi que d'optimisation et modélisation du processus d'extraction des agents coagulants (protéines, sucres totaux et polyphénols), quatre paramètres influençant le processus d'extraction ont été considérés, qui sont le pH, la température, le temps d'agitation et

le temps de macération. Les coefficients de détermination ($R^2 \geq 97\%$) et les courbes de résidus révèlent que les modèles développés sont validés. Les conditions optimales d'extraction des protéines, des polyphénols et des sucres totaux ont été appliquées pour améliorer la qualité des eaux potables d'Oued El Athmania. Les résultats obtenus montrent que tous les paramètres mesurés (turbidité, pH, MES, matière organique et l'alcalinité totale) correspondent les normes algériennes, ainsi que les agents coagulants (protéines, sucres totaux et polyphénols) éliminent les coliformes totaux avec des pourcentages très importants entre 96,42% et 100%. Par la suite, un traitement par bio-coagulation a été réalisé sur une eau synthétique pour éliminer des métaux lourds en utilisant le plan de composite centré (PCC). Les résultats obtenus montrent que la dose du coagulant et concentration initiale du métal ont été influencés sur le pourcentage d'élimination en métaux lourds, ainsi que les valeurs des R^2 obtenus confirment la validité de tous les modèles mathématiques, dans cette étude, le pourcentage de réduction maximale en zinc, en cuivre, en fer et en chrome (VI) était respectivement de 83,80%; 99,98%; 98,58% et 99,97% pour Aloe vera et 99,80%; 98,96%; 98,98% et 99,96% pour Acorn.

Dans cette étude, la caractérisation des bio-coagulants (DRX, FTIR et MEB,..etc) ont prouvé la présence des substances actifs responsables la coagulation à savoir les acides carboxyliques, les protéines, les amines et les amides.

Mot clés : Bio-coagulants, Agents coagulants, Extraction, Modélisation, Optimisation, Jar test, Pilote, Traitement des eaux

Directeur de thèse : Derbal Kerroum –ENP Constantine 3

Année Universitaire : 2022-2023