

N°d'ordreFS/ UMBB/2021

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة امحمد بوقرة بومرداس
Université M'hamed Bougara de Boumerdès



Faculté des Sciences - Département de Chimie

Domaine : Science de la matière

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie Analytique

Mémoire de projet de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master

Présenté et soutenu par

DRAI Hichem et CHEHBOUN Ibtissem

Le 24 Septembre 2021

Thème

***“Extraction d'un bio polymère à partir de cactus
et son application dans la dépollution d'effluents synthétiques
de colorants”***

| | | |
|---------------------------------|---------------------------------|-----------|
| M ^{me} L. Loucif-Seiad | Maitre de conférences A-FS-UMBB | Président |
| M ^{me} S. DEMIM | Maitre de conférences B-FS-UMBB | Promoteur |
| M ^{me} H. BOUSSAK | Maitre de conférences A-FS-UMBB | Examineur |

Année Universitaire 2021/2022

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

*A mes adorables **parents** qui m'ont toujours encouragé durant mes années
d'étude*

*A mes **sœurs** et mon **frère** a **toute ma famille** Draï*

*A **mes amis** : Rachid, Sofiane, Karim et à mon **Binôme** Ibtissem*

A toutes les personnes qui ont une place spéciale dans mon cœur et ma vie

A toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin

A toute personne qui mérite l'appréciation et le respect de ma part

Merci à vous

Hichem

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

*A mes adorables **parents** qui m'ont toujours encouragé durant mes années
d'étude*

*A mes frères Mohamed et Yacine A **toute ma famille** Chehboun*

*A **mes amies** : Sara, Hanane, Rachida*

*A mon **Binôme** Hichem, et à toutes les personnes qui ont une place spéciale
dans mon cœur et ma vie*

A toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin

A toute personne qui mérite l'appréciation et le respect de ma part

Merci à vous

Ibtissem

Remerciements

*Nous remercions tout d'abord **ALLAH***

*Qui nous a donné la santé, le courage et la patience à fin de pouvoir accomplir ce
modeste travail.*

Nous adressons nos plus sincères remerciements à notre promotrice

***M^{me} S. DEMIM** pour sa disponibilité, ses conseils, son aide et son soutien pour la
réalisation de ce mémoire.*

*Nous adressons nos vifs remerciements à **M^{me} L. Loucif-Seiad***

*Maitre de conférences A à l'université de Boumerdes, qui nous fait l'honneur de présider
le jury de ce mémoire. Nous tenons à lui exprimer notre profonde et respectueuse
gratitude à elle.*

*On est très honorés de la participation à ce jury de **M^{me} H. BOUSSAK**, Maitre de
conférences A à l'université de Boumerdes, on la remercie vivement d'avoir accepté
d'examiner ce mémoire.*

*Une pensée particulière pour l'ensemble des enseignants ayant contribué à notre
formation durant notre cycle d'études et à tous ceux qui nous ont aidées de près ou de
loin à l'achèvement de ce travail.*

Liste des figures

| | |
|--|----|
| Figure 1: Exemples des groupes chromophores et auxochromes des colorants de type sazoïques..... | 9 |
| Figure 2 : Représentation schématique des effets causés par les effluents de l'industrie textile sur l'environnement..... | 11 |
| Figure 3: Double couche d'une partie colloïdale..... | 14 |
| Figure 4: Représentation schématique de la compression de la couche diffuse | 16 |
| Figure 5: Représentation schématique de neutralisation des charges..... | 17 |
| Figure 6: Emprisonnement des particules dans les floccs pendant la décantation | 17 |
| Figure 7: Adsorption et pontage de polymères..... | 18 |
| Figure 8: Structure chimique du bleu de méthylène..... | 20 |
| Figure 9 : Structure chimique du noir eriochrome..... | 21 |
| Figure 11: Spectre infrarouge de mucilage..... | 28 |
| Figure 12: Effet du pH de la solution sur la décoloration d'une solution du bleu de méthylène ([BM]=10mg L ⁻¹ V _{floculant} =2ml, V _{coagulant} =3ml)..... | 30 |
| Figure 13: Effet de la concentration initiale sur la décoloration de BM.(V _{coagulant} =3ml pH initial=7 ,V _{floculant} =2ml)..... | 30 |
| Figure 14: Effet du volume du coagulant sur la décoloration d'une solution du bleu de méthylène ([BM]=10mg.L ⁻¹ ,pH initial=11,V _{floculant} =2ml) | 31 |
| Figure 15: Effet du volume du flocculant sur la décoloration d'une solution du bleu deméthylène ([BM]=10mg.L ⁻¹ ,pH initial=11,V _{coagulant} =3ml) | 32 |
| Figure 16: profile de prévision | 35 |
| Figure 17: Effet du pH de la solution sur la décoloration d'une solution du noir érichrome ([NET]=10mg L ⁻¹ , V _{floculant} =2ml, V _{coagulant} =3ml)..... | 36 |
| Figure 18: Effet de la concentration initiale sur la décoloration de NET(V _{coagulant} =3ml, pH nitial=7 ,V _{floculant} =2ml) | 36 |
| Figure 19: Effet du volume du coagulant sur la décoloration d'une solution du noirérichrome ([NET]=10mg.L ⁻¹ ,pH initial=11,V _{floculant} =2ml)..... | 37 |
| Figure 20: Effet du volume du flocculant sur la décoloration d'une solution du noir érichrome ([NET]=10mg.L ⁻¹ ,pH initial=11,V _{coagulant} =3ml)..... | 38 |
| Figure 21: Profile de prévision..... | 41 |

Liste des tableaux

| | |
|--|----|
| Tableau 1: Principaux groupements chromophores et auxochromes, classés par Intensité croissante | 2 |
| Tableau 2: Classification des colorants selon leur structure chimique..... | 3 |
| Tableau 3: Principale classe d'application des colorants, leur affinités pour les fibres | 5 |
| Tableau 4: Principales caractéristiques physico-chimiques du bleu de méthylène | 8 |
| Tableau 5: Principales caractéristiques physico-chimiques du Noir EriochromeT | 10 |
| Tableau 6: Niveaux expérimentaux choisis pour les trois facteurs étudiés | 24 |
| Tableau 7: Plan d'expérience de trois facteurs (matricede Box-Behnken) | 25 |
| Tableau 8: Rendement d'extraction | 27 |
| Tableau 9: Longueurs d'ondes des bandes IR des structures constituant le mucilage de cactus..... | 29 |
| Tableau 10: Matrice et résultats expérimentaux..... | 33 |
| Tableau 11: Analyse de la variance(ANOVA)..... | 34 |
| Tableau 12: Matrice et résultats expérimentaux..... | 39 |

Sommaire

| | |
|--|----|
| INTRODUCTION GENERALE | 1 |
| PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE | |
| CHAPITRE I: LES COLORANTS | |
| I.1 DEFINITION | 2 |
| I.2 CLASSIFICATION DES COLORANTS | 2 |
| I.2.1 Classification chimique | 2 |
| I.2.2 Classification tinctoriale | 5 |
| I.3 COLORANT THIAZINE..... | 7 |
| I.3.1 Colorant étudié : le bleu de méthylène | 7 |
| I.4 LES COLORANTS AZOÏQUES | 9 |
| I.4.1 Présentation du colorant utilisé Noir EriochromeT | 9 |
| I.5 LES COLORANTS ET LEURS IMPACTS ENVIRONNEMENTAUX | 11 |
| I.6 METHODES DE REDUCTION DE CHARGE POLLUANTE | 11 |
| I.6.1 Filtration sur membrane..... | 11 |
| I.6.2 Adsorption | 12 |
| I.6.3 Coagulation floculation | 12 |
| I.6.4 Méthode biologiques | 12 |
| CHAPITRE II: COAGULATION-FLOCULATION | |
| II.1 SOLUTIONS COLLOÏDALES | 13 |
| II.2 PARTICULES EN SUSPENSION | 13 |
| II.3 COLLOÏDES..... | 13 |
| II.3.1 Les types de colloïdes..... | 13 |
| II.4 POTENTIEL ZETA | 15 |
| II.5 COAGULATION-FLOCULATION | 15 |
| II.6 PRINCIPE GENERALE DE LA COAGULATION-FLOCULATION | 15 |
| II.7 MECANISME DE LA COAGULATION-FLOCULATION | 16 |
| II.7.1 La compression de la double couche..... | 16 |
| II.7.2 L'adsorption et neutralisation des charges | 16 |
| II.7.3 L'emprisonnement des particules dans un précipité | 17 |
| II.7.4 L'adsorption et pontage..... | 17 |
| II.8 LES COAGULANTS..... | 18 |
| II.9 LES FLOCULANTS | 18 |

Sommaire

| | |
|---|-----------|
| FACTEURS INFLUENÇANT LA COAGULATION-FLOCULATION..... | 19 |
| CHAPITRE III: MATERIEL ET METHODES..... | 20 |
| III.1 MATERIEL ET METHODES..... | 20 |
| III.1.1 Matériel biologique: cladodes de cactus..... | 20 |
| III.1.2 Colorant synthétique..... | 20 |
| III.1.3 Bleu de méthylène..... | 20 |
| III.1.4 Noir eriochrome..... | 21 |
| II.2 EXTRACTION DUMUCILAGE..... | 21 |
| III.3 TRAITEMENT DES SOLUTIONS SYNTHETIQUES DE COLORANT PAR COAGULATION- FLOCULATION..... | 22 |
| III.3.1 Solution de bleu de méthylène..... | 22 |
| III.3.2 Solution de noir ériochrome..... | 22 |
| III.3.3 Coagulant..... | 22 |
| III.3.4 Flocculant..... | 22 |
| III.3.5 Protocole expérimentale..... | 22 |
| III.4 ESSAI PRELIMINAIRE DE COAGULATION–FLOCULATION..... | 23 |
| III.4.1 Effet du pH initial de la solution de colorant..... | 23 |
| III.4.2 Effet de la concentration du colorant..... | 23 |
| III.4.3 Effet du volume de coagulant..... | 23 |
| III.4.4 Effet du volume de flocculant..... | 23 |
| III.5 OPTIMISATION DU PROCÉDE DE COAGULATION-FLOCULATION..... | 23 |
| III.6 METHODE ANALYTIQUE..... | 25 |
| III.6.1 Analyse infrarouge..... | 25 |
| III.6.2 Analyse spectrophotométrie..... | 25 |
| CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION..... | 27 |
| IV.1 EXTRACTION MUCILAGE..... | 27 |
| IV.1.1 Taux d'extraction de mucilage..... | 27 |
| IV.1.2 Caractérisation infrarouge..... | 28 |
| IV.2 ESSAI DE COAGULATION–FLOCULATION..... | 29 |

Sommaire

| | |
|--|----|
| IV.2.1 Cas du bleu de méthylène..... | 29 |
| IV.2.2 Cas de noir ériochrome..... | 35 |
| IV.2.1.1.2 Effet de la concentration initial..... | 30 |
| IV.2.1.1.3 Effet du volume du coagulant..... | 31 |
| IV.2.1.1.4 Effet du volume du flocculant..... | 31 |
| IV.2.1.2 Optimisation de la réduction de la concentration des colorants..... | 32 |
| IV.2.2.1 Effet individuel des facteurs..... | 35 |
| IV.2.2.2 Optimisation de la réduction de la concentration des colorants..... | 38 |
| CONCLUSION GENERALE..... | 42 |
| REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES..... | |

Symbole et abréviations

BM : bleu de méthylène

IR : infra rouge

DO : demande d'oxygène

pH : potentiel d'hydrogène

NET : noir ériochrome

INTRODUCTION

Introduction générale

Les colorants sont largement utilisés dans les imprimeries, les produits alimentaires, cosmétiques et cliniques, mais en particulier dans les industries textiles pour leur stabilité chimique et la facilité de leur synthèse et leur variété de couleurs. Cependant, ces colorants sont à l'origine de la pollution une fois évacués dans l'environnement [1][2], l'industrie textile utilise des colorants de synthèse toxiques qui polluent ses eaux résiduaires avec, parfois, des flux importants. Ces colorants constituent des facteurs de risques pour notre santé et nuisent à notre environnement, quand ils sont rejetés sans traitement préalable dans la biosphère. Un traitement sera donc indispensable pour éliminer ces matières néfastes à l'environnement [3]. Le fait que les colorants ne soient pas facilement biodégradables en conditions aérobie en raison de la complexité de leur structure chimique et de la présence de cycles aromatiques, implique que les effluents aqueux correspondant nécessitent un traitement spécifique vu l'impact singulier qu'ils causent dans les milieux naturels [4].

Pour cela plusieurs types de traitement ont été développés et testés notamment les procédés membranaires, l'adsorption, la coagulation-floculation et les procédés biologiques [5].

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à la réduction de la charge polluante de solution synthétique de deux types de colorants : le bleu de méthylène et le noir ériochrome par un procédé de coagulation – floculation, en utilisant le mucilage, biopolymère, extrait de raquette de cactus comme biofloculant. Ce biopolymère est utilisé dans le but de remplacer les floculant de synthèse.

Ce mémoire s'articule sur trois parties :

- Une synthèse bibliographique dédiée à des rappels sur les colorants et le procédé de coagulation-floculation.
- Une partie expérimentale décrivant les principaux procédés utilisés dans cette étude avec la présentation des résultats et la discussion.
- Et enfin, une conclusion.

PARTIE
BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I: LES COLORANTS

Chapitre I : LES COLORANTS

I.1 Définition :

Un colorant est défini comme étant un produit capable de teindre une substance d'une manière durable. Il possède des groupements qui lui confèrent la couleur : appelés chromophores et des groupements qui permettent suffixation autochrome [6].

Les colorants sont des composés non dégradables par les micro-organismes, ces rejets toxiques et nocifs pour les eaux superficielles et de profondeur, présentent un danger certain pour l'homme et l'animal. Les colorants synthétiques ont presque complètement supplantés les colorants naturels [7].

Tableau 1: Principaux groupements chromophores et auxochromes, classés par Intensité croissante [8]

| Groupements chromophores | Groupements auxochromes |
|-----------------------------------|---|
| Azo(-N=N- | Amino(-NH ₂) |
| Nitroso(-NO ou -N-OH) | Méthylamino(-NHCH ₃) |
| Carbonyle(=C=O) | Diméthylamino(-N(CH ₃) ₂) |
| Vinyle(-C=C-) | Hydroxyle(-HO) |
| Nitro(-NO ₂ ou =NO-OH) | Alkoxy(-OR) |
| Sulfure(>C=S) | Groupements donneurs d'électrons |

I.2 Classification des colorants

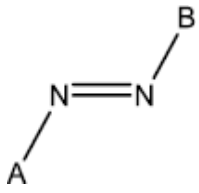
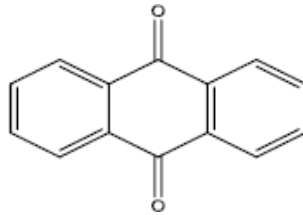
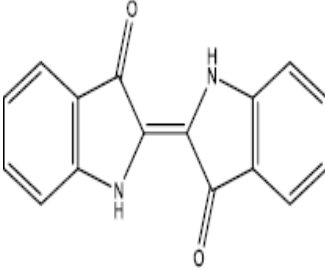
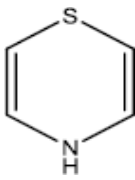
Les principes de classifications les plus couramment rencontrés dans les industries textiles, sont basés sur les structures chimiques des colorants synthétiques et sur les méthodes d'application aux différents substrats (textile, papier, cuir, matières plastiques, etc.) [9].

I.2.1 Classification chimique

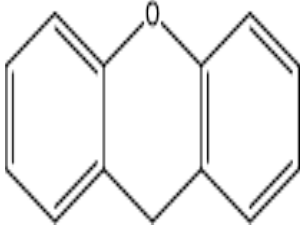

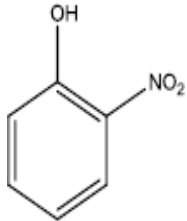
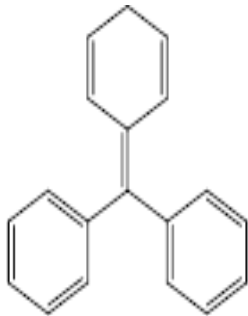
Le tableau (2) regroupe la classification des colorants selon leur structure chimique, qui est fonction de la nature du groupe chromophore [9].

Chapitre I : LES COLORANTS

Tableau 2: Classification des colorants selon leur structure chimique

| Colorans | Utilisations | Structures |
|---|---|---|
| <p style="text-align: center;">Azoïques :</p> <p>Caractérisés par le groupe fonctionnel azo(-N=N-)unissant deux groupements (A et B) alkyles ou aryloxy les identiques ou non (azoïque Symétrique et dissymétrique).</p> | <p>Teinture des fibres cellulosiques.</p> |  |
| <p style="text-align: center;">Anthraquinoniques:</p> <p>dérivés de 9,10-anthraquinone. L'anthraquinone constitue un chromogène très important, qui conduit à des colorants par introduction de radicaux auxochromes OH, NH₂, NR₂.</p> | <p>Teinture de textile</p> |  |
| <p style="text-align: center;">Indigoïdes:</p> <p>pigment extrait de l'indigotier (colorant naturel). Peut-être aussi synthétisé.</p> | <p>Appliqués sur la fibre (Nylon, soie, laine et coton) par un procédé de cuve.</p> |  |
| <p style="text-align: center;">Thiazines:</p> <p>Composés hétérocycliques contenant un atome de soufre et un autre d'azote.</p> | <ul style="list-style-type: none"> - Textile, - Médecine, - Pharmacie, - Peinture |  |

Chapitre I : LES COLORANTS

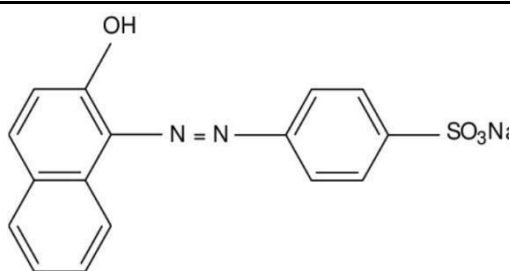
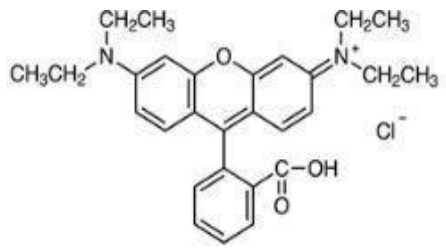
| | | |
|--|---|---|
| <p style="text-align: center;">Xanthènes:</p> <p>composés hétérocycliques($C_{13}H_{10}O$), dont le squelette se retrouve dans de nombreux colorants naturels et synthétiques.</p> | <p>- Teinture de textile - Fongicide.</p> |  |
| <p style="text-align: center;">Phtalocyanines</p> <p>structure complexe basée sur l'atome central de cuivre. Les colorants de ce groupe sont obtenus par réaction du dicyanobenzène en présence d'un halogénure métallique(Cu,Ni,Co,Pt, etc.).</p> | <p>- Colorants - Pigments</p> |  |
| <p style="text-align: center;">Nitrésetnitrosés:</p> <p>structure moléculaire caractérisée par la présence d'un groupe nitro(-NO₂) en position ortho d'un groupement électro donneur(hydroxyle ou groupes aminés).</p> | <p>Coloration de papier.</p> |  |
| <p style="text-align: center;">Triphénylméthanes:</p> <p>Sont des dérivés du méthane pour lesquels les atomes d'hydrogène sont remplacés par des groupe sphény les substitués dont au moins un porteur d'un atome d'oxygène ou d'azote en para vis-à-vis du carbone méthanique.</p> | <p>- Colorants textile, - Indicateur de pH.</p> |  |

Chapitre I : LES COLORANTS

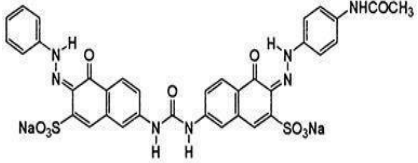
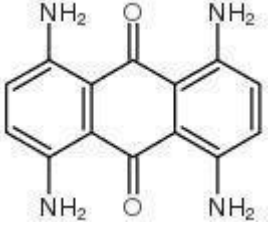
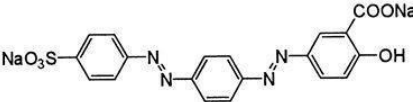
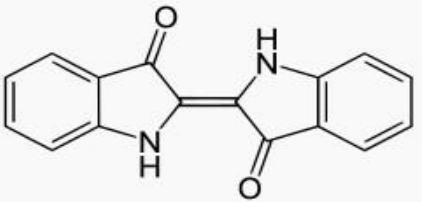
I.2.2 Classification tinctoriale:

La classification tinctoriale est un classement par domaines d'application. Il renseigne sur la solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour les diverses fibres et sur la nature de la fixation. Celle-ci est de force variable selon que la liaison colorant- substrat est du type ionique, hydrogène, de Van der Waals ou covalente. Les catégories tinctoriales sont définies par les auxochromes[12,13].

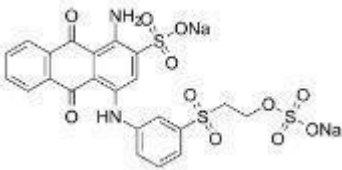
Tableau 3: Principale classe d'application des colorants, leur affinités pour les fibres
[12,13]

| Classe Tinctoriale | Utilisations | Nature chimique | Exemple |
|--------------------------------------|---|---|--|
| Colorant acide | Nylon Laine ,Soie, Papier Cuir | Azoïques ,anthraquinones ,triphenyl methanes,nitro et nitroso |  <p style="text-align: center;">Acid Orange 7</p> |
| Colorant basique Colorant directs | Papier ,Acryliques Polyester Encres Cotton ,nylon, viscose, | Diphenyl methanes,triaryl methanes cyanines, azoïques ,xanthenes , oxazineset anthraquinones Azoïques ,stilbéniques,oxazinesou |  <p style="text-align: center;">Rhodamine B</p> |

Chapitre I : LES COLORANTS

| | | | |
|--------------------------------|--|---|---|
| | lin, cuir, la soie fibres polyamides | phtalocyanines |  <p style="text-align: center;">Direct Red23</p> |
| Colorant dispersé | Polyester, Fibres cellulosiques Fibres de polyamide et d'acrylique. | Azoïques, anthraquinoniques, nitro etnaphthoquinone. |  <p style="text-align: center;">Disperse blue1</p> |
| Colorants à mordant (auchrome) | Fibres polyamides, Laine | Azoïques et anthraquinoniques |  <p style="text-align: center;">Mordant orange6</p> |
| Colorants de cuve | Fibres cellulose | Anthraquinoniques et indigoïdes |  <p style="text-align: center;">Indigo</p> |

Chapitre I : LES COLORANTS

| | | | |
|-------------------|--|---|---|
| Colorant réactifs | Fibres cellulosiques Coton, Lin, Laine, Soie Certains polyamides | Azoïque, anthraquinoniques, phtaloc yanine, oxazine |  Reactive bleue 19 |
|-------------------|--|---|---|

I.3 Colorant thiazine

Les colorants thiazines sont caractérisés par l'atome de soufre qui remplace l'atome d'oxygène dans l'anneau hétérocyclique. Ces colorants ont un noyau phénanthroline comme chromophore, avec des groupes aminés en parallèles par rapport au soufre comme auxochrome. Ils ont un intervalle de couleur du vert au bleu et ils sont stables à la lumière [10].

Ils sont utilisés dans le domaine du textile, médecine, pharmacie et biologie, et employés comme antihistaminiques, tranquillisants, et comme des insecticides, des photosensibilisateurs, dans le traitement du cancer et agents anti microbiens [11].

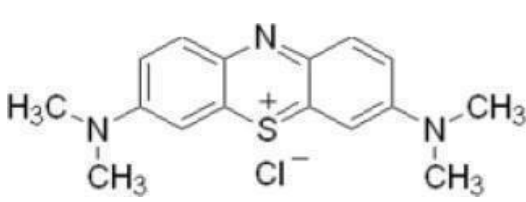
Seulement cinq colorants thiazines sont connus et toujours fabriqués : azure A, azure B, azure C, hionine et bleu de méthylène. Le colorant thiazine le plus important est le «bleu de méthylène» découvert par Heinrich Caro en 1876 [10].

I.3.1 Colorant étudié : le bleu de méthylène

Le bleu de méthylène (BM) est un colorant azinique (thiazine) de la famille basique ou cationique, aussi appelé chlorure de bis-(diméthylamino)-3,7phénazathionium. Le tableau (4) résume les principales caractéristiques physico-chimiques de ce colorant.

Chapitre I : LES COLORANTS

Tableau 4: Principales caractéristiques physico-chimiques du bleu de méthylène.

| Propriétés | |
|--|--|
| Dénomination | Bleu de méthylène ou chlorure de tétraméthylthionine, Basicblue9(C.I.) |
| Appellation chimique | Chlorure de 3,7-bis(diméthylamino) Phénazathionium |
| Famille | Colorant basique |
| Formule brute | $C_{16}H_{18}ClN_3S$ |
| Masse molaire($mg.L^{-1}$) | 319,85 |
| Solubilité dans l'eau ($g.L^{-1}$) à $20^{\circ}C$ | 40 |
| Point de fusion($^{\circ}C$) | 190 |
| pH | 5,9 |
| pKa | 3,8 |
| $\lambda_{max}(nm)$ | 665 |
| Structure |  |

Les dérivés du bleu de méthylène sont: Azure de méthylène $C_{16}H_{18}N_3SO_2$, violet de méthylène $C_{14}H_{12}N_2SO$, rouge de méthylène $C_{16}H_{18}N_4S, 2 (HCl)$, la base libre du bleu de méthylène $C_{16}H_{18}N_3SOH$. Le bleu de méthylène est utilisé dans différents domaines tels: la chimie, la médecine, l'art dentaire et l'industrie des colorants. Parmi les usages du bleu de méthylène [10]:

- Un colorant vital, il colore certaines structures histologiques;
- Il accélère la réduction des méthémoglobines;
- Un antiseptique, un antirhumatismal;
- Coloration du coton, bois, soie et papier;
- Un limiteur optique combiné à un polymère, pour la protection des yeux contre

Les lasers intenses;

Chapitre I : LES COLORANTS

- Un photo-sensibilisateur actif pour le traitement des tumeurs malignes;
- Traitement spécifique d'une méthémoglobinémie toxique

I.4 Les colorants azoïques

Les colorants azoïques sont caractérisés par la présence au sein de leur molécule d'un groupement azoïque ($-N=N-$) reliant deux noyaux benzéniques. Cette catégorie de colorants est actuellement la plus répandue sur le plan de l'application, puisqu'ils représentent plus de 50% de la production mondiale de matières colorantes.

Les colorants azoïques se répartissent en plusieurs catégories : les colorants basiques, acides, directs et réactifs solubles dans l'eau, et les azoïques dispersés et à mordant non-ioniques insolubles dans l'eau. Ces composés organiques, cancérigènes, sont réfractaires aux procédés de traitements habituellement mis en œuvre et sont très résistants à la biodégradation[9].

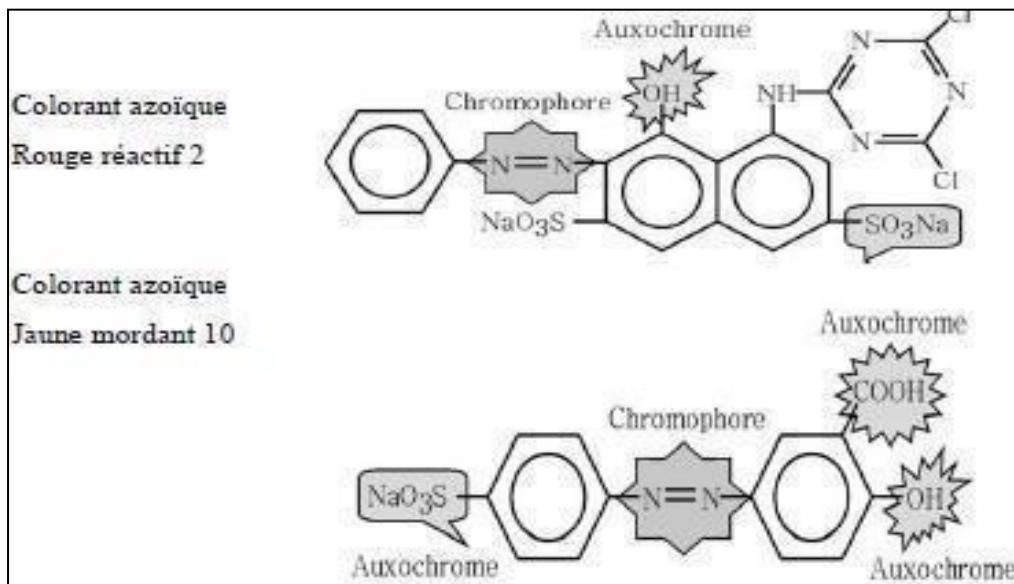


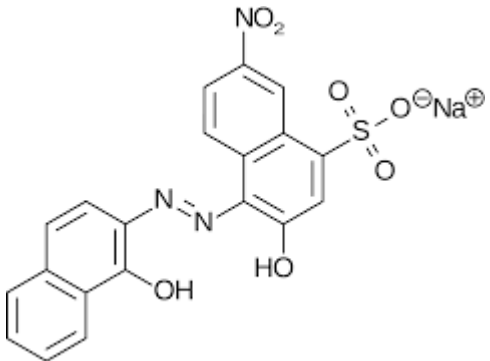
Figure 1 : Exemples des groupes chromophores et auxochromes des colorants de types azoïque

I.4.1 Présentation du colorant utilisé Noir EriochromeT

Dans cette étude la molécule cible utilisée est un colorant azoïque sulfonique appartenant à la classe des colorants acides anioniques. Le tableau (5) résume les principales caractéristiques physico-chimiques de ce colorant.

Chapitre I : LES COLORANTS

Tableau 5 : Principales caractéristiques physico-chimiques du Noir EriochromeT.

| Propriétés | |
|--|--|
| Dénomination | Noir EriochromeT |
| Appellation chimique | Acide 3-hydroxy-4-(2-hydroxy-4-nitro-1-naphtylazo)-naphtalene-2-carboxy |
| Famille | Acides anioniques |
| Formule brute | $C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$ |
| Masse molaire(mg.L ⁻¹) | 461,38±0,025 |
| Solubilité dans l'eau (g.L ⁻¹)à20°C | 50g.L-1 |
| Solubilité dans l'éthanol (g.L ⁻¹)à20°C | 2g.L-1 |
| Apparence | Poudre Noir, inodore |
| $\lambda_{max}(nm)$ | 530 |
| Structure |  |

C'est un colorant synthétique, utilisé comme teinture et comme indicateur coloré. C'est un polyacide noté H₂In avec des valeurs de p_{ka} de 6,6 et 11,6. Le NET est utilisé comme un indicateur coloré dont la couleur dépend de pH, il est

- Rose pâle en milieu nettement acide (pH<5)
- Bleu violet en solution de pH comprise entre 5 et 9 ;
- Bleu en solution de pH comprise entre 9 et 11. Sa structure chimique est la suivante

Chapitre I : LES COLORANTS

I.5 Les colorants et leurs impacts environnementaux

Les effluents textiles sont classés parmi les effluents les plus polluants dans les différents secteurs. Ce sont des mélanges complexes contenant plusieurs substances polluantes : colorants, métaux lourds, et des additives chimiques utilisés au cours des opérations de teinture et d'impression [15]. Ces composés sont caractérisés par une très bonne stabilité à la lumière, à la température, aux détergents et aux attaques chimiques et microbiologiques [16]. Les différents impacts environnementaux provoqués par les colorants sont schématisés sur la figure (2).

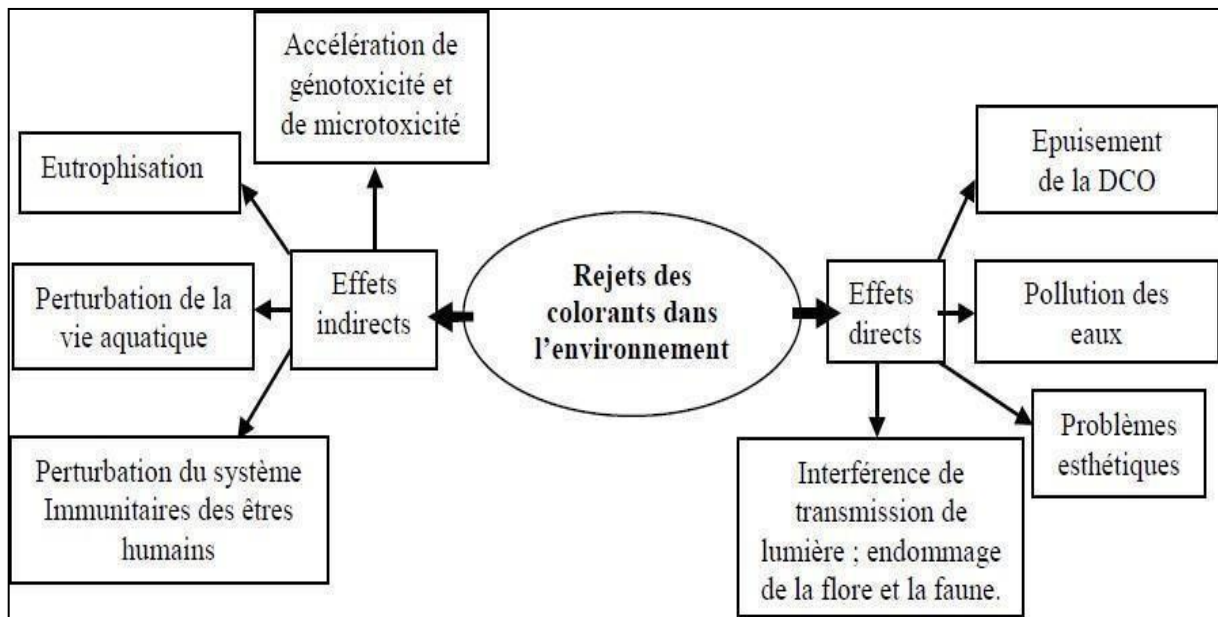


Figure 2 : Représentation schématique des effets causés par les effluents de l'industrie textile sur l'environnement.

I.6 Méthodes de réduction de charge polluante

Ce paragraphe donne une liste non exhaustive des procédés actuellement existant et mis en œuvre pour minimiser, voir éliminer la pollution induite par l'industrie textiles et des colorants.

I.6.1 Filtration sur membrane

La filtration sur membrane pilotée par pression hydraulique se décline en microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration et osmose inverse. L'effluent passe à travers une membrane semi-perméable qui retient en amont les contaminants de taille supérieure au diamètre de spores,

Pour produire un perméat purifié et un concentré qui reçoit les impuretés organiques. Parmi les quatre types de procédés, la nanofiltration et l'osmose inverse sont les plus adaptés à la rétention partielle de la couleur et des petites molécules organiques et l'osmose inverse reste la plus répandue. La nanofiltration s'applique surtout au traitement des bains de teinture de colorants réactifs en agissant comme un filtre moléculaire tandis que la microfiltration retient

Chapitre I : LES COLORANTS

les matériaux colloïdaux tels que les colorants dispersés ou de cuve. L'ultrafiltration ne s'applique qu'à la réduction de DCO et des solides en suspension et ne se montre réellement efficace qu'en combinaison avec la coagulation/floculation [17].

I.6.2 Adsorption

Lors de l'adsorption, le colorant est transféré de la phase liquide vers la phase solide. Le charbon activé est le plus communément utilisé pour réduire la couleur, mais cette technique n'est efficace que sur certaines catégories de colorants (cationiques, à mordant, dispersés, de cuve et réactifs). De plus, ces techniques non destructives requièrent des opérations postérieures de régénération et de post-traitement des déchets solides onéreuses. Dans la plupart des cas, les résidus solides sont répandus en décharges et des dispositions particulières doivent être prises à l'égard des composés organiques qui peuvent lixivier avec le temps [18].

I.6.3 Coagulation–floculation

Sous le terme de coagulation-floculation, on entend tous les processus physico chimiques par lesquels des particules colloïdales ou des solides en fine suspension sont transformés par des flocculant chimiques en espèces plus visibles et séparables (les floccs). Les floccs formés sont ensuite séparés par décantation et filtration puis évacués. Les coagulants inorganiques tels que l'alun donnent les résultats les plus satisfaisants pour la décoloration des effluents textiles contenant des colorants dispersés, de cuve et au soufre, mais sont totalement inefficaces pour les colorants réactifs, azoïques, acides et basiques. Par ailleurs, la coagulation - floculation ne peut être utilisée pour les colorants fortement solubles dans l'eau. D'importantes quantités de boue sont formées avec ce procédé : leur régénération ou réutilisation reste la seule issue mais demande des investissements supplémentaires [19,20].

I.6.4 Méthode biologique :

Les procédés d'épuration par voie biologique sont basés sur la biotransformation microbienne des colorants. Des recherches ont démontrées la biodégradation partielle ou complète des colorants par des cultures bactériennes, des champignons et d'algues. Par ailleurs, le traitement biologique pour la dégradation des effluents textiles peut être aérobie,

anaérobie ou combiné selon le type de micro-organisme utilisé [21]. Une étude réalisée par [22] a montré que *P. chrysosporium* est capable de dégrader les colorants azoïques sulfonés. Les études menées sur ce type de champignons se sont par la suite multipliées sur une gamme plus étendue et plus diversifiée de colorants synthétiques, notamment azoïques [23].

CHAPITRE II: COAGULATION- FLOCCULATION

Chapitre II : Coagulation-Floculation

II.1 Solutions colloïdales

Les colloïdes, ou « solutions » colloïdales, sont des mélanges (liquide, gel) qui contiennent, en suspension, des particules. Ces particules, ou objets colloïdaux, ont une taille supérieure aux molécules qui les constituent mais suffisamment petites pour que le mélange demeure homogène [24].

II.2 Particules en suspension

Les matières dans l'eau peuvent se présenter sous trois groupes [24]:

- Les matières en suspension : regroupent les plus grosses particules, avec un diamètre supérieur à 1μ . Sont d'origine minérale ou organique. Le temps requis pour décanter d'un mètre varie de quelques dixièmes de secondes à plusieurs jours selon le diamètre et la densité de ces particules.
- Les matières colloïdales : sont des MES d'origine minérale ou organique, avec un diamètre inférieur à 1 micron. Les matières colloïdales d'origine minérale ont une densité relative de l'ordre 2,65 alors que celles d'origine organique ont une densité relative beaucoup plus faible, soit de l'ordre de 1,1. Leur vitesse de décantation est pratiquement nulle.
- Les matières dissoutes, sont généralement des cations ou anions de quelques nanomètres de diamètre.

II.3 Colloïdes

Les systèmes colloïdaux sont des dispersions de particules possédant des dimensions moyennes comprises entre 0.001 et $1\mu\text{m}$ et des vitesses de sédimentation si faibles que leur chute est rendue impossible par l'agitation thermique du milieu. Ces produits peuvent être d'origine minérale (sables, limons, argiles,) ou organique. Ces substances sont responsables, en particulier, de la turbidité et de la couleur [25,26].

II.3.1 Les types de colloïdes

Les particules colloïdales sont classées en deux catégories suivant leur comportement vis-à-vis de l'eau. Il s'agit des particules hydrophobes et hydrophiles [27].

✓ Les colloïdes hydrophiles :

Les hydrophiles sont des micro molécules complexes à nombre élevé d'atomes, qui englobent la plupart des corps de la chimie organique (protéines, savons, gélatine, matière organique naturelle,...) [26,28].

Chapitre II : Coagulation-Floculation

Les particules hydrophiles déshydratées se dispersent Spontanément dans l'eau et sont entourées de molécules d'eau qui préviennent tout contact ultérieur entre ces particules [29]. Les colloïdes hydrophiles sont difficiles à déstabiliser que les solutions hydrophobes ; il faut agir d'abord sur les molécules d'eau qui les entourent pour permettre leur agglomération [26].

✓ Les colloïdes hydrophobes

Les hydrophobes sont des micelles ou des agrégats de molécules simples, dissoutes et qui comprennent la plupart des corps de la chimie minérale (silice, argiles, ...). Les particules hydrophobes ne sont pas entourées de molécules d'eau, leur dispersion dans l'eau n'étant pas spontanée, des moyens chimiques ou physiques sont nécessaire pour leurs dispersions [28,29].

II.3.2 La théorie de la double couche

Les colloïdes sont généralement chargés négativement à la surface. Afin de neutraliser Cette charge négative des ions positifs présents dans l'eau brute ou ajoutés sont attirés et forment une couche autour du colloïde. Diverses théories expliquent ce phénomène[30,31]

- ✓ Théorie de Helmholtz ;
- ✓ Théorie de Gouy-Chapman
- ✓ Théorie de Stern
 - ✓ **Théorie de Helmholtz** : une couche d'ions positifs recouvre intégralement la surface du colloïde et assure la neutralité de l'ensemble (couche fixée)
 - ✓ **Théorie de Gouy-Chapman** : la couche d'ions positifs est inégalement répartie autour du colloïde ; la neutralité est obtenue à une plus grande distance (couche diffuse).
 - ✓ **La théorie de Stern** : est un compromis des deux précédentes. Elle considère la formation de la double couche. La première adhère à la particule et le potentiel décroît rapidement. La seconde est plus diffuse et le potentiel décroît plus lentement

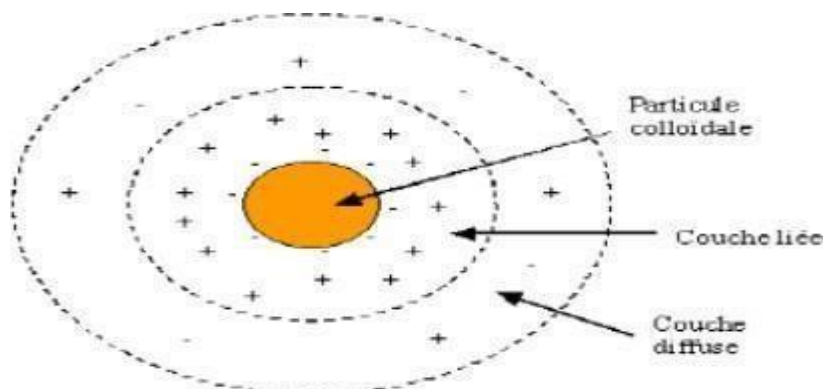


Figure 3 : Double couche d'une partie colloïdale

Chapitre II : Coagulation-Floculation

Lorsque deux particules sont sur le point d'entrer en contact, elles sont essentiellement soumises à deux forces : la force d'attraction de van der Waals, et la force de répulsion électrostatique [32].

II.4 Potentiel Zêta

Un colloïde se caractérise par deux potentiels [33]:

✓ E : potentiel thermodynamique

Encore appelé potentiel de Nernst, présent à la surface même du colloïde mais non

Mesurable par des méthodes simples.

✓ Z : Potentiel à la surface de la couche fixe

Aussi appelé potentiel électrocinétique ou potentiel Zéta, régit l'interaction mutuelle des

Colloïdes. Ce potentiel est négatif, les charges des ions de la couche fixée ne compensant

Pas les charges négatives de surface du colloïde.

II.5 Coagulation-Floculation

La coagulation et la floculation sont des processus souvent indissociables. La coagulation favorise les collisions et la formation d'agrégats entre les particules en diminuant les forces de répulsion. La floculation permet la croissance des agrégats et accélère la séparation des phases. Ce procédé élimine près de 80% des matières en suspension [34].

La coagulation-floculation permet de réduire voire d'éliminer les particules inertes (limons, argiles, colloïdes). Les particules vivantes (microalgues planctoniques, bactéries, ...), les matières organiques (tel les acides humiques) et les métaux lourds [35].

II.6 Principe générale de la coagulation-floculation

La coagulation - floculation représente l'ensemble des phénomènes physico-chimiques visant à déstabiliser une solution de particules très petites de charge négative (colloïdes, $\emptyset < 1\mu\text{m}$) et favoriser leur agglomération. Le procédé est décrit comme suit [33,34]:

- La coagulation permet de ce fait la neutralisation de la surface de la charge des colloïdes par l'addition d'ions à charge positive, sels métalliques ou minéraux.

- La floculation est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques menant à l'agrégation de particules stabilisées pour former des flocons ou flocs. Après coagulation, les particules possèdent une énergie cinétique supérieure à celle qui est nécessaire pour vaincre les forces électrostatiques de répulsion. Ce pendant le phénomène peut être réversible.

Chapitre II : Coagulation-Floculation

- La décantation quant à elle, a pour but d'éliminer les particules en suspension dont la densité est supérieure à celle de l'eau. Le temps de décantation des particules coagulées dépend du type de particules, du diamètre des particules et de leur surface spécifique [35].

II.7 Mécanisme de la coagulation-floculation

Quatre mécanismes sont proposés pour expliquer la déstabilisation des particules et leurs agglomérations [36]:

- Compression de la double couche
- Adsorption et neutralisation des charges
- Emprisonnement des particules dans un précipité
- Adsorption et pontage entre les particules

II.7.1 La compression de la double couche

L'augmentation de la force ionique de l'eau réduit le volume et l'épaisseur de la couche diffuse. Les forces de répulsion sont considérablement réduites alors que les forces d'attraction de van der Waals ne sont pas affectées [37]. La Figure (4) illustre ce phénomène.

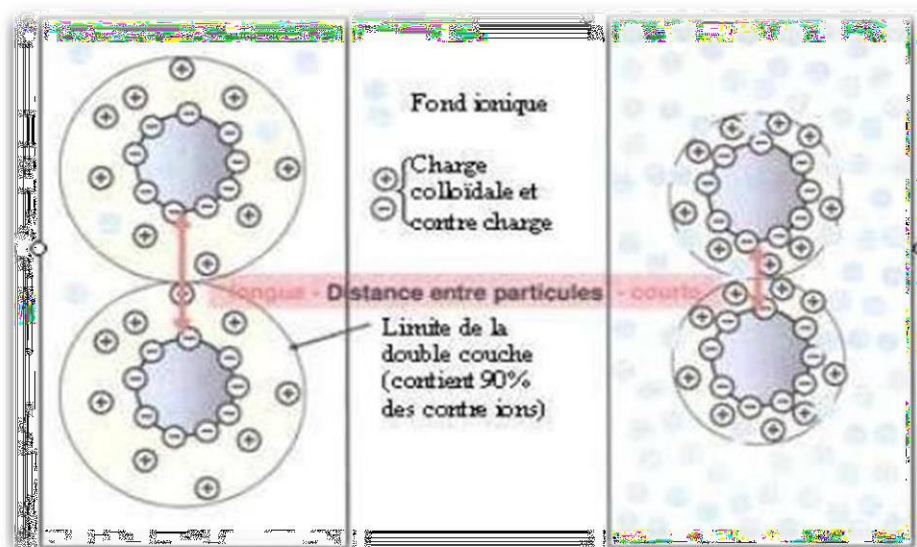


Figure 4: Représentation schématique de la compression de la couche diffuse[24]

II.7.2 L'adsorption et neutralisation des charges

Ce mécanisme repose sur l'ajout suffisant de cations afin de neutraliser la charge négative des particules stables par adsorption des cations sur leur surface (Figure 5). cependant, une concentration très importante en coagulant peut induire une adsorption trop importante de cations et inverser la charge des particules qui devient alors positive. Les particules seraient ainsi restabilisées[15].

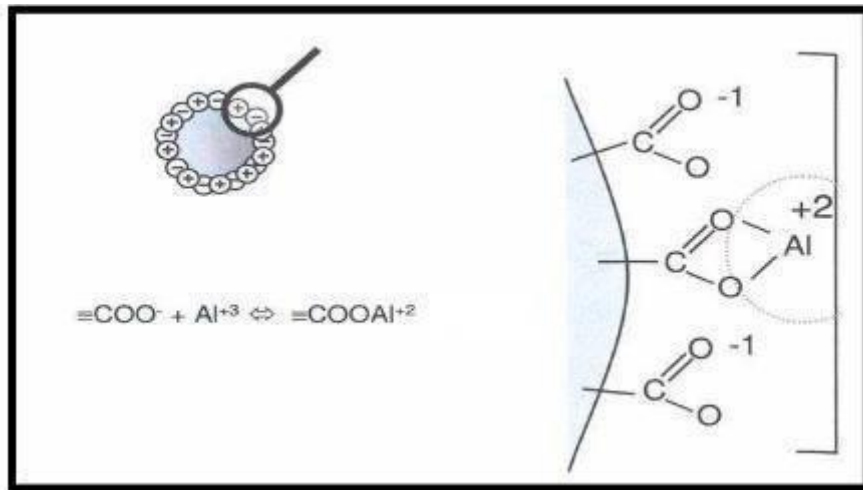


Figure 5: Représentation schématique de neutralisation des charges [27]

II.7.3 L'emprisonnement des particules dans un précipité

Pour déstabiliser les particules colloïdales. On peut entourer les emprisonner dans une particule de floc (Figure 6). Lorsqu'on ajoute en quantité suffisante des coagulants, habituellement des sels de métaux trivalents, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ ou FeCl_3 , précipité appelé floc est obtenu. Lorsque le pH de l'eau est situé dans une plage acide ou neutre, le floc constitué de molécules de $\text{Al}(\text{OH})_3$ ou le $\text{Fe}(\text{OH})_3$, possède habituellement une charge positive, la présence de certains anions et de particules colloïdales accélère la formation du précipité. Les particules colloïdales jouent le rôle de noyaux lors de la formation du floc, ce phénomène peut entraîner une relation inverse entre la turbidité et la quantité de coagulant nécessaire[16].

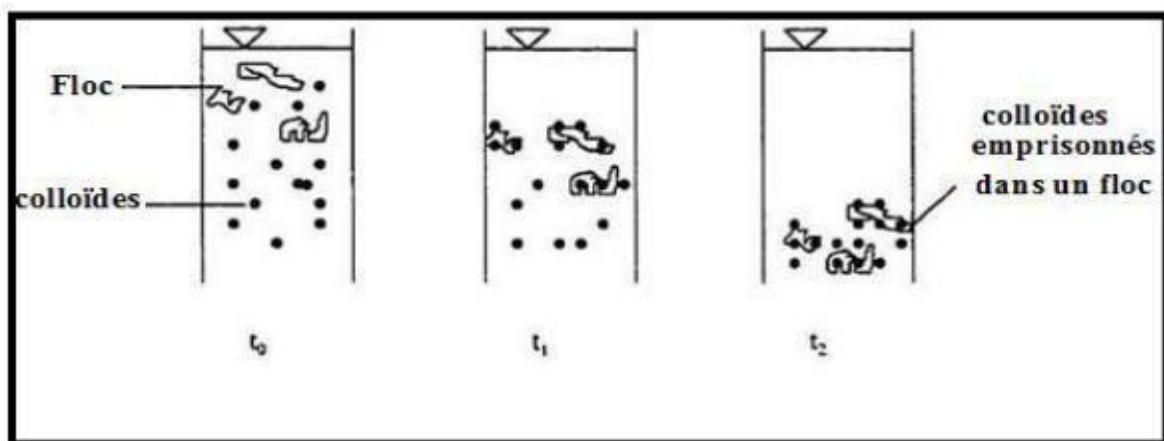


Figure 6: Emprisonnement des particules dans les floes pendant la décantation [27]

II.7.4 L'adsorption et pontage

Ce mécanisme implique l'utilisation de polymères cationiques, non-anioniques ou anioniques ayant une masse moléculaire élevée et une structure longitudinale. Les molécules de polymères, très longues constituent des groupes chimiques qui peuvent adsorber les

Chapitre II : Coagulation-Floculation

particules colloïdales (Figure 7). Les molécules de polymères peuvent ainsi adsorber une particule colloïdale à une de ses extrémités, alors que d'autres sites sont libres pour adsorber d'autres particules. Les molécules de polymères forment des ponts. Entre les particules colloïdales, il peut y avoir réstabilisation de la suspension, réstabilisation imputable à une concentration excessive de polymères [16].

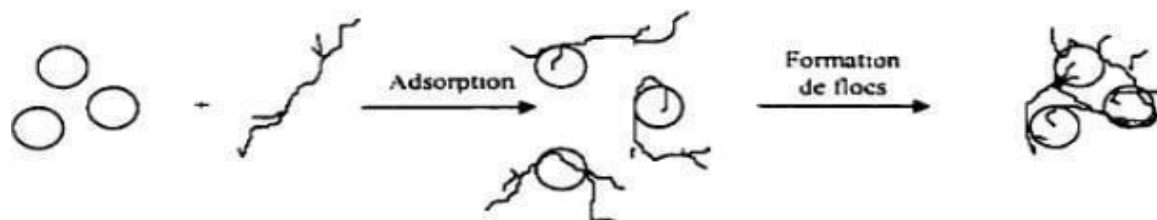


Figure 7: Adsorption et pontage de polymères [27]

II.8 Les coagulants

Les principaux coagulants utilisés pour déstabiliser les particules et pour produire un floc sont : le sulfate d'alumine ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14 \text{H}_2\text{O}$), l'aluminate de sodium (NaAlO_2), le chlorure d'aluminium (AlCl_3), le chlorure ferrique (FeCl_3), le sulfate ferrique ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$), le sulfate ferreux (FeSO_4), le sulfate de cuivre (CuSO_4) et les polyélectrolytes. Les produits les plus utilisés sont à base d'aluminium et de fer. Les mécanismes mis en jeu dans ce procédé sont complexes et les entités intervenantes sont multiples : ions Al^{3+} , ion Fe^{2+} et les produits d'hydrolyse de ces sels [29].

II.9 Les flocculants

Les flocculants sont des produits utilisés en quantité plus faibles que les réactifs coagulants. Ils modifient nettement le comportement de ces derniers du point de vue de la rapidité de la formation des floes. De leur dimension, leurs densités, leurs vitesses de sédimentation et leur comportement ultérieurs dans les filtres. En cas d'ajout excessif de flocculant, on note une inversion de charge et une réstabilisation du système [40]. On retrouve :

✓ **Flocculants minéraux**

Ce sont des produits chimiques qui agissent par adsorption ou par neutralisation sur une eau brute qui ne contient pas assez de matières en suspension. Les flocculants connus sont la silice activée, certaines argiles colloïdales comme la bentonite ou le charbon actif en poudre, certains hydroxydes à structure polymère comme l'alumine ou l'hydroxyde ferrique et le sable fin (micro sable) [29].

✓ **Flocculants de synthèse**

Ce sont des produits fabriqués à partir de monomères à très haute masse moléculaire. Ces polymères ont un rendement supérieur aux polymères naturels. Ils sont classés suivant leur

Chapitre II : Coagulation-Floculation

ionicité [28].

- ❖ Anionique : conçu à partir de polymère d'acrylamide et de l'acide acrylique.
- ❖ Neutre : conçu à partir de polycrylamides.
- ❖ Cationique : conçu à partir d'acrylamide et de méthacrylate de diméthylamino-éthyle ou d'acrylate de diméthylamino-éthyle.

✓ **Floculants organique naturelle**

Ils sont hydrosolubles et qui peuvent voir une charge anionique, cationique ou neutre. On peut citer exemple l'amidon, les alginates ou les polysaccharides [29].

II.10 Facteurs influençant la coagulation-floculation

Le processus de coagulation est complexe et peut être influencé par plusieurs facteurs.

✓ **Effets du pH**

Le pH a une influence primordiale sur la coagulation. Il est d'ailleurs important de remarquer que l'ajout d'un coagulant modifie souvent le pH de l'eau. La plage du pH optimal est la plage à l'intérieur de laquelle la coagulation a lieu suffisamment rapidement. En effet, une coagulation réalisée à un pH non optimal peut entraîner une augmentation significative du temps de coagulation [40].

✓ **Influence du coagulant**

Le choix du coagulant influence les caractéristiques de la coagulation, autrement dit, les finalités de traitement. De même que sa concentration. Une dose de coagulant excessive entraîne une re-stabilisation des particules et augmentations du coût d'exploitation, tandis qu'un dosage insuffisant conduit à une qualité de l'eau traitée insuffisante [29].

✓ **Température**

Comme toute réaction chimique, la floculation est accélérée par l'élévation de température. La floculation des eaux froides est donc plus lente et moins complète que celle des eaux chaudes [29].

✓ **Influence de la turbidité**

La turbidité est, elle aussi, un paramètre influant sur le bon fonctionnement du procédé de coagulation. Dans une certaine plage de turbidité, l'augmentation de la concentration en particules doit être suivie d'une augmentation de la dose de coagulant [29].

PARTIE
EXPERIMENTALE

**CHAPITRE III:
MATERIEL
ET
METHODES**

Chapitre III : Matériel et méthodes

III.1 Matériel et méthodes :

Dans cette étude, nous nous sommes intéressés à la mise en application de la poudre de mucilage extraite de cladodes de cactus en tant que bio floculant utilisée dans le traitement par procédé coagulation-floculation. Pour ce faire, nous avons effectué une évaluation des paramètres expérimentaux à savoir : concentration du bio floculant, concentration du coagulant, pH du mélange ainsi que la concentration des colorants utilisés et enfin réalisé une optimisation du procédé par l'utilisation des plans d'expérience.

Les essais ont été réalisés sur des solutions synthétiques préparés au laboratoire en utilisant deux colorants : le bleu de méthylène et le noir eriochrome.

Dans ce chapitre, nous présenterons les matériels, les produits, les appareillages ainsi que les différentes méthodologies expérimentales utilisées durant ce travail.

III.1.1 Matériel biologique : cladodes de cactus

Les cladodes (raquettes) de cactus ont été collectées durant le mois d'avril de l'année 2021, dans la région d'Ouled Moussa située à la commune de Khemis El Khechna, wilaya de Boumerdes (Algérie).

III.1.2 Colorant synthétique

Deux colorants synthétiques ont été utilisés : le bleu de méthylène et le noir eriochrome. Ce sont des matières organiques, colorées, solides à l'état de poudre fine.

III.1.3 Bleu de méthylène

Le bleu de méthylène appartient à la famille des colorants cationiques, il est largement dans le domaine du textile. Le bleu de méthylène est caractérisé

Par la formule chimique $C_{16}H_{18}ClN_3S$ et un poids moléculaire de $320 \text{ g}\cdot\text{mol}^{-1}$. Sa structure est donnée sur la figure (8). [41]

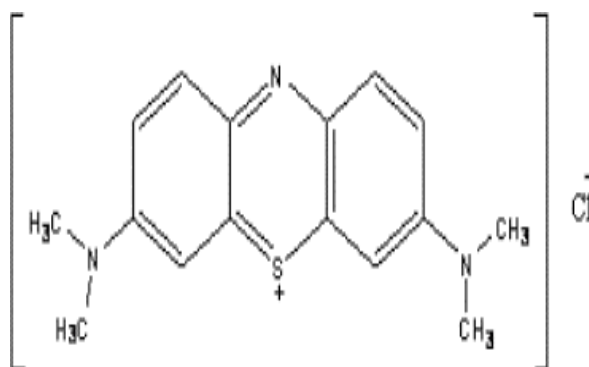


Figure 8: Structure chimique du bleu de méthylène

III.1.4 Noir eriochrome

Le noir eriochrome est un colorant azoïque sulfonique appartenant à la classe des colorants acides anioniques, correspondant à la formule brute $C_{20}H_{12}N_3NaO_7S$ dont la structure est représentée sur la figure(9). Il est très utilisé dans les industries textiles à cause de sa forme tinctoriale[42].

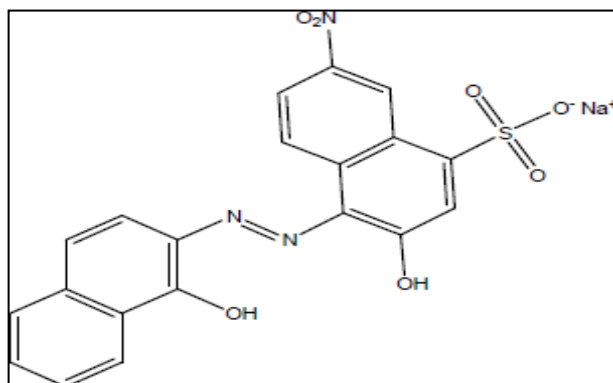


Figure 9 : Structure chimique du noir eriochrome

III.2 Extraction du mucilage

L'extraction du mucilage du cactus a été réalisée selon

Après avoir enlevé les épines des raquettes du cactus à l'aide d'un couteau, un lavage de ces dernières à l'eau du robinet est réalisé pour éliminer les poussières et les impuretés, puis de nouveau lavées à l'eau distillée. Les cladodes ont été découpés en morceaux après retrait de la couche externe, puis broyés dans un blinder en présence d'eau distillée (1 : 1 (cladode : eau)). Le mélange obtenu est ensuite filtré. Le filtrat, mélange de mucilage et d'eau, est alors séché à l'étuve à 50°C jusqu'à poids constant. Le mucilage séché est alors broyé à l'aide d'un mortier afin d'obtenir d'une poudre fine qui est conservée dans un récipient fermé hermétiquement jusqu'à son utilisation. Le rendement d'extraction est déterminé selon la formule suivante :

$$\text{Rendement d'extraction (\%)} = \frac{\text{Masse mucilage après séchage à } 50^{\circ}\text{C}}{\text{Masse des fragments de raquette à broyé}} \times 100 \dots (1)$$

Chapitre III : Matériel et méthodes

III.3 Traitement des solutions synthétiques de colorant par coagulation-floculation

III.3.1 Solution de bleu de méthylène

Des solutions de concentration $C_0=100\text{mg/L}$ ont été préparées. Pour cela, on a fait dissoudre 0.1g de Bleu de Méthylène dans une fiole de 1L et on complète avec l'eau distillé jusqu'au trait de jauge.

III.3.2 Solution de noir ériochrome

Des solutions de concentration $C_0=100\text{mg/L}$ ont été préparées. Pour cela, on a fait dissoudre 0.1 g de Noir ériochrome dans une fiole de 1 L et on complète avec l'eau distillé jusqu'au trait de jauge.

III.3.3 Coagulant

Au cours de nos essais, nous avons utilisé comme réactif coagulant le chlorure ferrique en poudre $[\text{FeCl}_3]$. Une solution de 1 g.L^{-1} a été préparée extemporanément par dissolution de cette poudre dans de l'eau distillée.

III.3.4 Floculant

Le floculant utilisé est le mucilage de cactus extrait et séché. Ce floculant se présente sous forme de poudre verte qu'il convient de dissoudre avant utilisation. Des solutions de 20g/L ont été préparées par dissolution de la poudre dans de l'eau distillée. Cette solution est conservée à 4°C dans des récipients en verre hermétiquement fermés et leur durée d'utilisation est limitée à une semaine.

III.3.5 Protocole expérimentale

Les essais ont été réalisés sur des agitateurs, dans des béchers en verre de 500mL contenant 100mL de solution synthétique de colorant. Au cours de l'étude, les solutions synthétiques contenant le coagulant ont été soumises pendant 3 min à une agitation rapide ; ceci garantit un bon mélange du réactif et de la solution. A 30 secondes, le floculant est ajouté. Au terme de ce temps, la vitesse a été réduite (vitesse lente) pour une durée de 15 minutes favorisant la floculation. Après décantation, le surnageant a été récupéré pour être filtré et analysé au spectrophotomètre : Concentration en colorant et décoloration.

Le pourcentage décoloration a été évalué par la relation :

$$D (\%) = \frac{DO_0 - DO_1}{DO_0} \times 100 \dots\dots (2)$$

D : est le pourcentage de décoloration ;

DO_0 : est la concentration initiale en colorant dans la solution synthétique avant traitement

DO_1 : est la concentration finale en colorant dans la solution synthétique en fin de traitement.

Chapitre III : Matériel et méthodes

III.4 Essai préliminaire de coagulation–floculation

Une étude des paramètres influents le traitement de coagulation-floculation pour les deux types de solutions synthétiques (bleu de méthylène et noir ériochrome) a été réalisée.

III.4.1 Effet du pH initial de la solution de colorant

Cette phase de l'études a pour but d'apprécier l'influence du pH sur l'élimination du colorant. Des valeurs de pH variant entre 3 et 11 ont été étudiés. La concentration initiale en colorant (bleu de méthylène, noir ériochrome) a été fixée à 10 mg/L. Le volume introduite de coagulant est de 3 ml celui du floculant est de 2 ml.

III.4.2 Effet de la concentration du colorant

Les essais de coagulation-floculation ont été conduits sur des solutions synthétiques contenant une concentration croissante en colorant (5, 10, 20,30et 50 mg.L⁻¹) dans de l'eau distillée à pH ajusté à 11 Le volume introduite de coagulant est de 3 ml ,celui du floculant est de 2 ml.

III.4.3 Effet du volume de coagulant

Les essais de coagulation-floculation ont été conduits sur des solutions synthétiques contenant une concentration constante en colorant (10 mg.L⁻¹) dans de l'eau distillée à pH ajusté 11 Le volume introduite de coagulant est variable, celui du floculant est de 2 ml.

III.4.4 Effet du volume de floculant

L'influence du volume de floculant sur le procédé a été évalué. Des solutions synthétiques de colorant de concentration fixée à 10 mg.L⁻¹ et ajustée au pH de11.ont été préparé. Le volume introduite de coagulant est de 3 ml Celui du floculant est variable (1, 2, 3, 4 et 5 ml).

III.5 Optimisation du procédé de coagulation-floculation

Dans cette partie, nous avons étudié l'influence de trois paramètres (variables) à savoir : volume de floculant(X_1), pH initial(X_2) et concentration en colorant(X_3) sur le taux d'abattement de la concentration en colorant et sur la décoloration des solutions synthétiques, traitées par le procédé de coagulation-floculation. Nous avons adopté la méthodologie de recherche expérimentale, selon l'approche des plans de surface et plus spécifiquement le plan de Box-Behnken.

Ce type de plan permet à la fois une bonne gestion du processus expérimental et une optimisation du processus. L'avantage majeur de cette technique réside dans le fait que le nombre d'expérience est réduit d'où un gain de temps et d'argent. La réduction du nombre des essais n'influe en aucun cas sur la qualité des résultats, les essais sont structurés et organisés dans une matrice. La matrice est composée de mailles de points distribués

Chapitre III : Matériel et méthodes

uniformément dans l'espace des variables codées (X_i).

La matrice est sous forme codée, où chaque variable est convertie en une valeur codée selon l'équation suivante:

$$X_i = \frac{x_i - x_0}{\delta x} \dots (3)$$

X_i est la valeur codée de la variable, x_i est la valeur réelle de la variable, x_0 est la valeur du point central, δx est la variation entre les niveaux haut et bas.

Les niveaux expérimentaux choisis pour les trois facteurs étudiés sont présentés dans le tableau (6)

Tableau 6: Niveaux expérimentaux choisis pour les trois facteurs étudiés

| Variables | Niveau | | |
|---|--------|-----|-----|
| | -1 | 0 | +1 |
| Volume de flocculant (X_1, ml) | 1 | 2,5 | 4 |
| pH initial (X_2) | 9 | 11 | 13 |
| [colorant] ($X_3, \text{mg.L}^{-1}$) | 20 | 60 | 100 |

Ces matrices d'expériences permettent d'estimer les coefficients d'un modèle mathématique polynômial du second degré, dont l'intérêt essentiel est de pouvoir prédire, en tout point du domaine expérimental (bornes et intérieur), les valeurs de la réponse Y. Les prévisions ainsi calculées doivent être aussi proches que possible des valeurs qui seraient obtenues par expérimentation. La qualité globale du modèle est importante ici et non l'influence individuelle des facteurs.

Pour traduire la variation des réponses expérimentales étudiées dans ce type de plan, nous utilisons le modèle mathématique suivant :

$$y = \beta_0 + \sum \beta_i X_i + \sum \beta_{ii} X_i^2 + \sum \beta_{ij} X_i X_j \dots (4)$$

Chapitre III : Matériel et méthodes

Avec:

y: réponse expérimentale;

X_i : variables codées(-1ou+1);

β_0 : estimation de l'effet moyen général

β_i : estimation de l'effet principal du facteur i pour la réponse y;

β_{ij} : estimation de l'effet d'interaction entre le facteur i et le facteur j pour la réponse y ;

β_{ii} : estimation de l'effet quadratique du facteur i pour la réponse y.

L'ensemble des expériences est généré par un logiciel, JMP9.0.2 (SAS Institute), tableau (7).

Tableau 7:Plan d'expérience de trois facteurs (matrice de Box-Behnken)

| Essai | X_1 | X_2 | X_3 |
|-------|-------|-------|-------|
| 1 | 0 | 0 | 0 |
| 2 | 1 | 0 | -1 |
| 3 | 1 | -1 | 0 |
| 4 | -1 | 1 | 0 |
| 5 | -1 | 0 | -1 |
| 6 | 0 | 1 | -1 |
| 7 | 1 | 1 | 0 |
| 8 | -1 | 0 | 1 |
| 9 | 0 | 1 | 1 |
| 10 | 0 | -1 | -1 |
| 11 | 0 | 0 | 0 |
| 12 | -1 | -1 | 0 |
| 13 | 0 | -1 | 1 |
| 14 | 0 | 0 | 0 |
| 15 | 1 | 0 | 1 |

III.6 Méthode analytique

III.6.1 Analyse infrarouge

La spectroscopie infrarouge est une méthode de caractérisation qui permet de déterminer la présence de groupements fonctionnels dans les molécules organiques. Et les structures de certaines molécules simples. Les spectres infrarouges d'absorption proviennent de l'absorption des photons dans la région infrarouge grâce aux transitions entre deux niveaux vibratoires de la molécule à l'état électronique fondamentale.

Chapitre III : Matériel et méthodes

Les spectres infrarouges ont été réalisés à l'aide d'un spectromètre *Nicolet iS10 de Thermo Scientific*. Les spectres IR ont été enregistrés dans une gamme de fréquences comprises entre 400-4000 cm^{-1} .

Le mucilage purifié, les floccs obtenus après traitement de coagulation-floculation des deux solutions synthétiques de colorant ont été analysés.

III.6.2 Analyse spectrophotométrie

La spectrophotométrie est l'étude quantitative des interactions entre la lumière et la matière. Lorsque de la lumière traverse une substance, elle est en partie transmise et en partie absorbée. Si une substance absorbe dans le domaine visible (400nm < λ < 800nm), alors elle est colorée. Eclairée par de la lumière blanche, elle prendra la couleur des radiations qui parviennent à traverser, couleurs complémentaires des couleurs absorbées. L'intensité de la coloration est proportionnelle à la concentration de la matière selon la loi de Beer et Lambert :

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot c = \log\left(\frac{I_0}{I}\right) \dots\dots\dots (5)$$

$\frac{I_0}{I}$: Transmittance de la solution;

ε : coefficient d'absorbance, caractéristique de la substance étudiée à une longueur d'onde donnée ;

l: épaisseur de la cuve (en cm);

c : concentration du soluté (en mg/L).

Le spectrophotomètre utilisé est un appareil de marque 7220G et la cuve utilisée est en plastique de 1 cm de côté.

$\lambda_{\text{max}} = 665 \text{ nm}$: Longueur d'onde caractéristique pour le bleu de méthylène,

$\lambda_{\text{max}} = 530 \text{ nm}$, :Longueur d'onde caractéristique pour le noir ériochrome.

Ces longueurs d'onde permettent à la fois de déterminer l'absorption des solutions et de déterminer les pourcentages décoloration

CHPAITREIV: RESULTATS ET DISCUSSION

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1 Extraction mucilage

IV.1.1 Taux d'extraction de mucilage

Le mucilage des raquettes de cactus est un hydrocolloïde à forte capacité de rétention d'eau. C'est un polymère glucidique ramifié contenant essentiellement de l'arabinose, galactose, rhamnose, xylose, et l'acide galacturonique. Il fait partie des fibres solubles des fruits et des légumes telles que les pectines, gomme et hémicellulose[43]

Nous avons extrait le mucilage à partir de raquette de cactus de la région de ouled moussa boumerdes selon le protocole décrit en (III.2) Le produit à l'état naturel après séchage est de couleur verte

Les rendements d'extraction ont été évalués selon l'équation (1), les résultats obtenus sont présentés dans le tableau (8)

Tableau 8:Rendement d'extraction

| Essai | Rendement(%) |
|-------|--------------|
| 1 | 24,93 |
| 2 | 25,38 |
| 3 | 24,83 |

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

Le rendement moyen est de 25,04%. Ce résultat est similaire à celui trouvé par [44] Selon la bibliographie, les rendements d'extraction dépendent de plusieurs paramètres, principalement l'espèce et le procédé d'extraction. Le mucilage obtenu est miscible à l'eau et présente un PH de 8.80.

IV.1.2 Caractérisation infrarouge

Le spectre FTIR du mucilage extrait des raquettes de cactus a été effectué afin d'obtenir des indications sur la nature des fonctions caractérisant ce mucilage. Le spectre obtenu est présenté sur la figure(11) Ce dernier illustre de manière qualitative la présence de groupes fonctionnels caractéristiques.

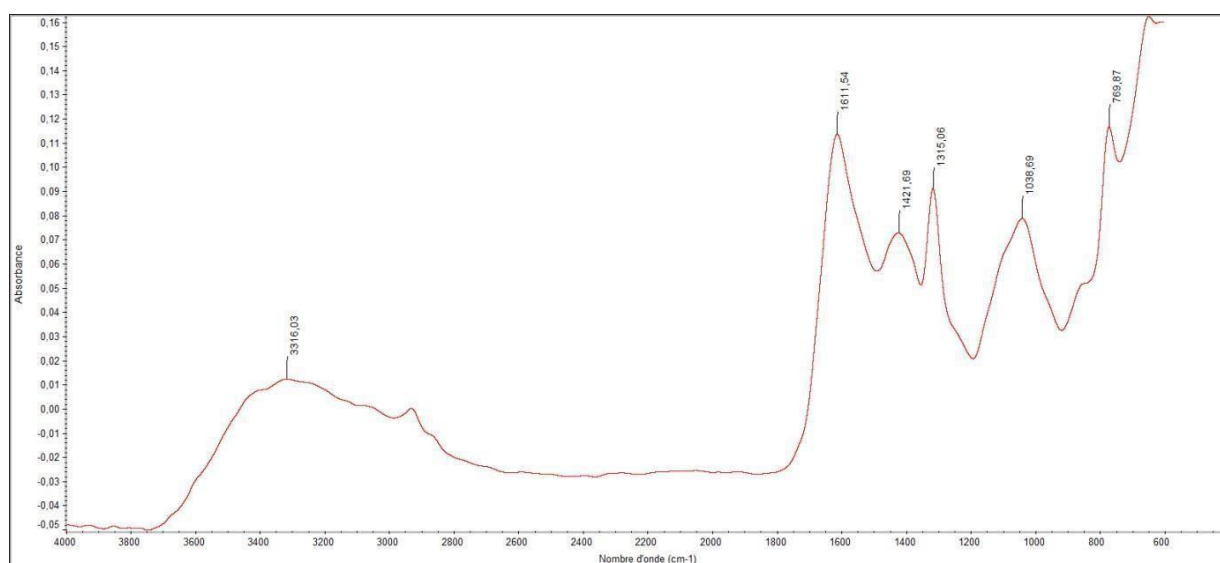


figure 11: Spectre infrarouge de mucilage

Nous observons:

- Un large de pics d'absorption aux alentours de 3316cm^{-1} , indiquant la présence d'acide carboxylique, d'acide aminé et d'alcool[45].
- Une bande à $1611,54\text{cm}^{-1}$ attribuée à la vibration d'étirement de la liaison C=C des alcènes(cycle)[46,47].
- Un pic à $1421,69\text{cm}^{-1}$ qui peut être lié au groupement-OH des phénols et/ou à la liaison d'étirement C=O des carboxylates[48].
- Une bande à 1315cm^{-1} , qui pourrait être attribuée au groupement amine aromatique primaire[49].
- Un pic à $1038,69\text{cm}^{-1}$ attribué à la vibration d'élongation des groupements alcool cyclique -COC et -OH[50].
- Un pic à $769,87\text{cm}^{-1}$, qui pourrait être lié au groupe aromatique[51].

Le tableau (9) résume les Principales bandes caractéristiques des groupes fonctionnels du mucilage extraits du cactus.

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

Tableau 9: Longueurs d'ondes des bandes IR des structures constituant le mucilage de cactus.

| Nombre d'onde /cm ⁻¹ | Inférence | Composés | Référence |
|---------------------------------|-----------------------------------|------------------------------|------------|
| 3316,03 | -OH -NH | Acide carboxylique, | [45] |
| 1611,54 | C=C(cycle) | Alcènes | [46], [47] |
| 1421,69 | -OH élongation -C=O élongation | Phénols carboxylates | [48] |
| 1315,05 | ArNH ₂ etCN | Amine aromatique primaire | [49] |
| 1038,69 | -COC et -OH | Alcool cyclique | [50] |
| 769,87 | | Groupe aromatique | [51] |

IV.2 Essai de coagulation–floculation

Parmi les paramètres qui peuvent affecter l'efficacité de coagulation-floculation, le pH, la concentration, et la quantité de coagulant est floculant utilisés sont les plus importants.

IV.2.1 Cas du bleu de méthylène

IV.2.1.1 Effet individuel des facteurs

IV.2.1.1.1 expériment aux Effet du pH

Le pH joue un rôle important lors de la coagulation-floculation. Les essais de coagulation-floculation ont été conduits sur des solutions synthétiques contenant une concentration constante de bleu de méthylène de 10 mg.L⁻¹ dans de l'eau distillée. Le volume de floculant et de coagulant ont été fixé respectivement à 2mL et 3mL. Le pH des solutions ont été ajusté. Le pH de 6.91 correspond au pH réel de la solution synthétique. Les résultats de l'effet du pH sur le pourcentage de décoloration sont illustrés sur la figure(12)

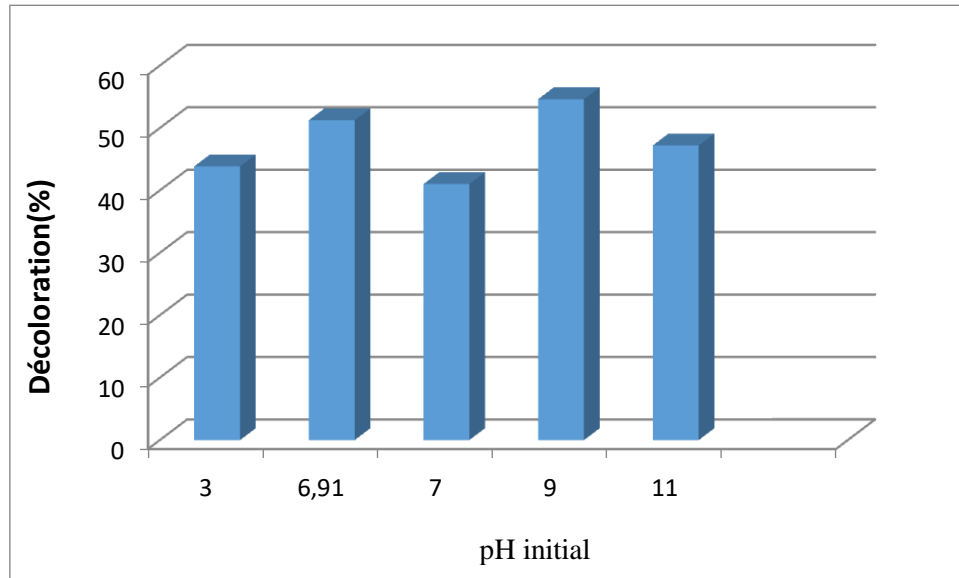


Figure 12: Effet du pH de la solution sur la décoloration d'une solution du bleu de Méthylène ([BM]=10mg.L-1, Vflocculant=2ml, Vcoagulant=3ml)

D'après les résultats, on remarque une fluctuation de la décoloration en fonction du pH initial de la solution. Le meilleur résultat est obtenu au pH de pH 9 avec un % de décoloration de l'ordre de 54,62%. Ceci peut être attribué à la nature cationique du bleu de méthylène

IV.2.1.1.2 Effet de la concentration initial

Les essais de coagulation-floculation ont été entrepris sur des solutions synthétiques contenant une concentration croissante en BM (5, 10, 20,30 et 50 mg.L-1) dans de l'eau distillée à un pH ajusté à 11. Le volume introduite de coagulant est de3 ml, celui du flocculant est de 2 ml. La figure (13) présente l'effet de la concentration initiale sur la décoloration des solutions de BM.

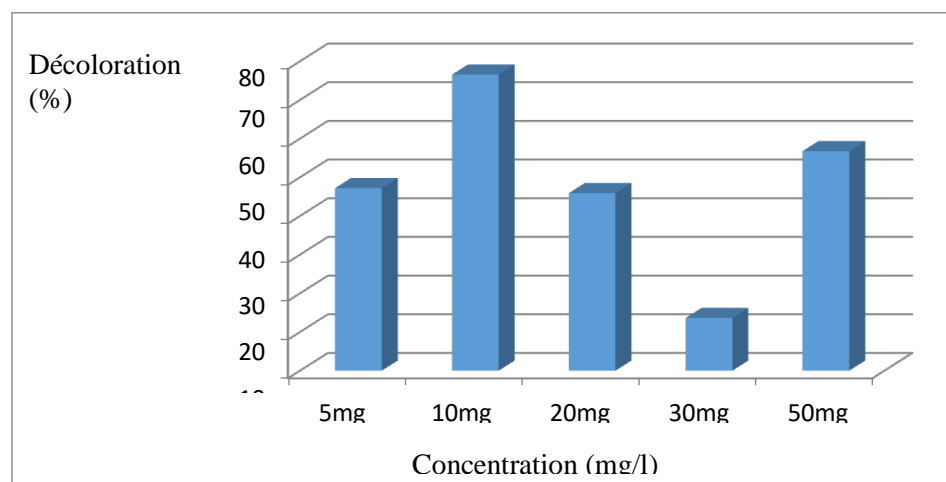


Figure 13: effet de la concentration initiale sur la décoloration de BM. (pH initial=11 ,Vcoagulant=3ml, Vfloculant=2ml)

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

On remarque un effet de concentration sur le phénomène de décoloration. La plus faible décoloration a été observé pour une concentration en bleu de méthylène de 30 à mg/L. le maximum d'abattement a été obtenu pour une concentration de 10 mg.L⁻¹. Il est probablement important d'augmenter la concentration du coagulant pour pouvoir avoir des décolorations importantes lorsque les concentrations en particules colorante sont élevées.

IV.2.1.1.3 Effet du volume du coagulant

Les essais de coagulation-floculation ont été conduits sur des solutions synthétiques contenant une concentration constante de bleu de méthylène (10 mg.L⁻¹) dans de l'eau distillée, à pH ajusté à 11. Des doses croissantes en coagulant ont été introduites dans les différentes solutions, de 1mL à 5 mL. La figure (14) présente l'effet de la variation du volume du coagulant sur le pourcentage décoloration d'une solution colorée par le bleu de méthylène.

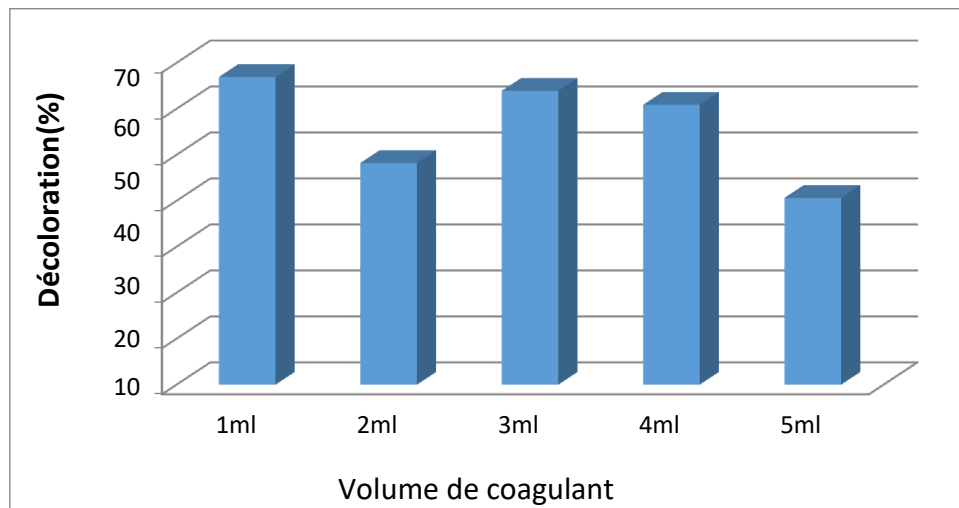


Figure 14: Effet du volume du coagulant sur la décoloration d'une solution du bleu de méthylène ([BM]=10mg.L⁻¹, pH initial=11, V_{floculant}=2ml)

D'après cette figure, on constate que le pourcentage de décoloration le plus élevé, plus de 66 %, est obtenu pour un volume en coagulant de 1 ml. Pour les volumes de 3 et 4 mL, les décolorations n'ont pas été améliorées d'une façon significative, elles sont de l'ordre de 63,91 et 60,87%, respectivement. Aussi, on a observé que le volume de 5mL n'a pas permis d'améliorer la décoloration. Au contraire, une diminution significative de décoloration a été observée (de l'ordre de 40 %). Selon la littérature, le surdosage de coagulant peut provoquer l'effet inverse où des charges positives se disposent sur la surface des particules, ce qui provoque l'inversion du potentiel Zêta, re-déstabilisation des floes et re- dispersion des particules.

IV.2.1.1.4 Effet du volume du floculant

Les essais de coagulation-floculation ont été conduits sur des solutions synthétiques contenant une concentration constante en colorant BM (10 mg.L⁻¹), un pH ajusté à 11. Le

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

volume de coagulant a été fixé 3 ml. Le volume introduite en flocculant est variable. La figure (15) montre l'effet du volume du flocculant sur le taux de décoloration d'une solution contenant le bleu de méthylène.

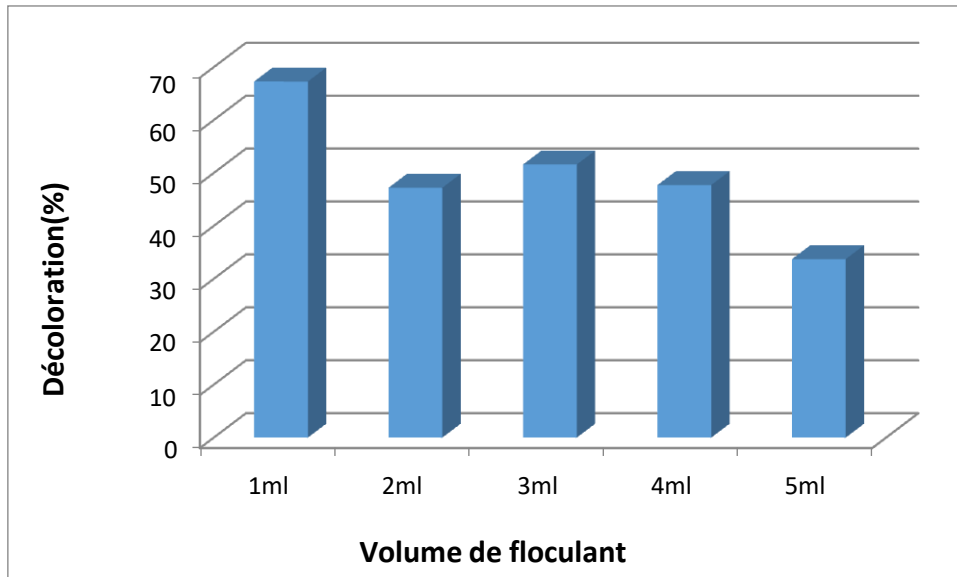


Figure 15: Effet du volume du flocculant sur la décoloration d'une solution du bleu de méthylène ([BM]=10mg.L-1, pH initial=11, V_{coagulant}=2ml)

Selon les résultats, le pourcentage le plus élevé de décoloration est obtenu pour un volume de 1ml en flocculant, plus de 67 %. Le plus faible taux de décoloration est observé pour un volume de 5 ml en flocculant, de l'ordre de 34 %, l'ajout excessif de flocculant induit une inversion de charge et une restabilisation du système.

IV.2.1.2 Optimisation de la réduction de la concentration des colorants

Dans le but d'optimiser et de déterminer les meilleures conditions opératoires donnant le meilleur taux décoloration on a appliqué la méthode de surface de réponse en choisissant le plan Box-Behnken. Les résultats et les interprétations sont cités dans ce qui suit.

L'influence de trois facteurs : concentration initiale en BM, pH initiale et volume de flocculant sur les taux décoloration du bleu de méthylène ont été réalisés. Les résultats expérimentaux sont représentés dans le tableau (10)

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

Tableau 10: Matrice et résultats expérimentaux

| Essai | X1 | X2 | X3 | D(BM)% |
|-------|----|----|----|--------|
| 1 | 0 | 1 | 1 | 89.91 |
| 2 | 0 | -1 | 1 | 71.85 |
| 3 | 1 | 1 | 0 | 77.97 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 78 |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 80 |
| 6 | 1 | -1 | 0 | 36 |
| 7 | -1 | 0 | -1 | 80.28 |
| 8 | 0 | 0 | 0 | 75 |
| 9 | 0 | 1 | -1 | 90.73 |
| 10 | 0 | -1 | -1 | 62.66 |
| 11 | 1 | 0 | -1 | 62.05 |
| 12 | -1 | 1 | 0 | 86.5 |
| 13 | 1 | 0 | 1 | 75.35 |
| 14 | -1 | 0 | 1 | 46.66 |
| 15 | -1 | -1 | 0 | 33.91 |

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

On remarque que les taux décoloration de BM pour les différents essais varient considérablement. Les pourcentages de décolorations ont compris entre 33.91 et 90.73 %. La décoloration le plus élevé correspond à l'essai n°9, le plus faible correspond à l'essai 15.

Grâce à la modélisation mathématique par l'étude des plans d'expérience, un modèle mathématique de second degré liant la réponse : décoloration du BM aux différents facteurs a été obtenu. Les effets de chaque facteur : X1(concentration initiale), X2 (pH initiale) et X3 (volume de flocculant) et les effets d'interaction ont été déterminés à partir des résultats expérimentaux.

$$=77.67+0.13*X1+17.59*X2+-1.87*X3+X1*(X2*-2.66)+X1*(X3*10.98)+X2*(X3*-2.50)+X1*(X1*-16.26)+X2*(X2*-2.81)+X3*(X3*3.)$$

(6)

On remarque d'après l'analyse de l'équation, que les facteurs linéaire X1, X2 et l'interaction des facteurs X1X3 exercent un effet positif alors que le facteur X3, les interactions des facteurs X1X2 et X2X3 exercent un effet négatif. Les facteurs quadratiques ont un effet positif à l'exception du facteur quadratique X2.

Après la détermination des effets des facteurs, nous avons réalisé une analyse de la variance (ANOVA). Le tableau (11) illustre cette analyse.

Tableau 11:Analyse de la variance(ANOVA)

| Source | F0 | P |
|-------------------------------------|---------|--------|
| Modèle | 5,0342 | 0,0449 |
| Manque D'ajustement | 23,3088 | 0,0414 |
| $R^2 = 0,90$ $R^2_{ajus} = 0,72$ | | |

On remarque que le modèle est significatif avec une valeur- P inférieur à 0,05, celle-ci est de 0,045. Ceci indique que le modèle est bien ajusté : les variations de la réponse sont bien

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

Expliquées par l'équation de régression.

Concernant la valeur- P pour le manque d'ajustement, celle-ci est inférieure à 0,05, elle est de 0,41 ; ceci indique qu'il y a un très léger écart entre le modèle postulé et le phénomène étudié. Pour la détermination du coefficient de corrélation (R^2), celui-ci est de 90 % ; indiquant une forte corrélation entre les valeurs observées et les valeurs prédites.

Cette étude montre que le modèle polynomial d'ordre deux peut modéliser le phénomène étudié et permettre la détermination des conditions expérimentales optimales pour obtenir le meilleur taux décoloration de BM. La figure (16) illustre ces résultats.

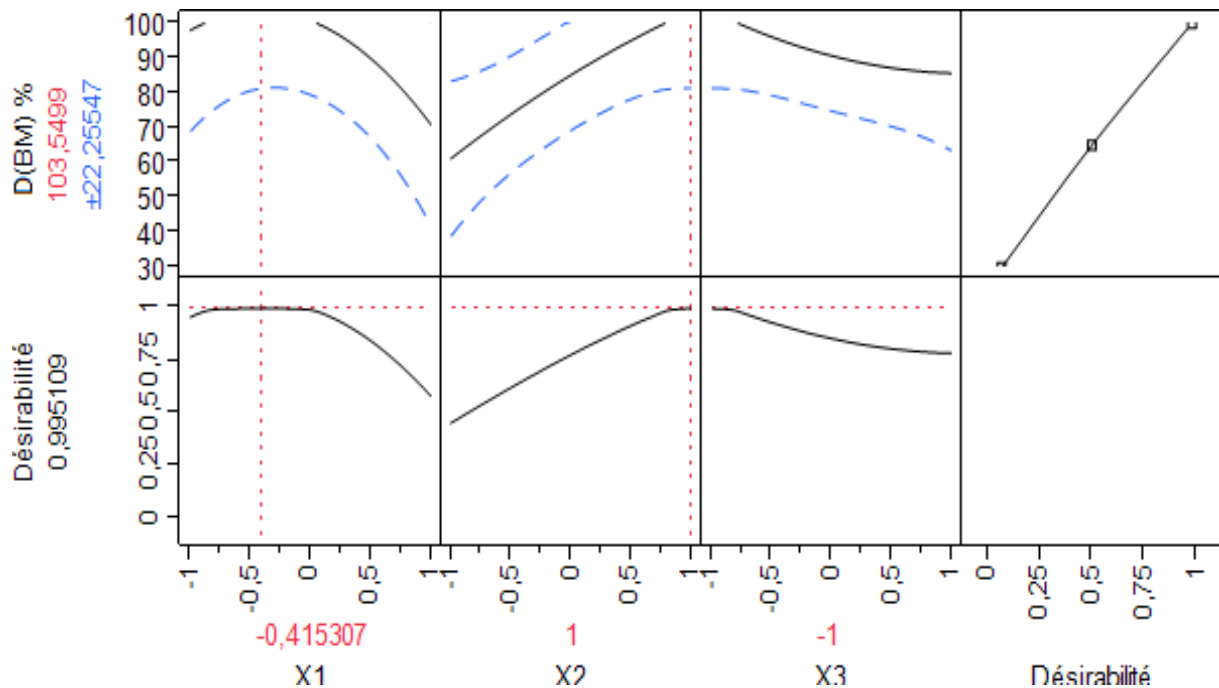


Figure 16: profile de prévision

La méthodologie de surface de réponse a montré que la valeur maximale de taux décoloration est de 103 ± 22 %, celle-ci est obtenue pour les conditions suivantes en valeurs codées : X1 à -0,41, X2 à +1 et X3 à -1.

IV.2.2 Cas de Noir ériochrome

IV.2.2.1 Effet individuel des facteurs

IV.2.2.1.1 expérimentaux Effet du pH

Le pH a un rôle important lors de la procédure de coagulation-floculation. Les essais ont été réalisés sur des solutions synthétiques contenant une concentration constante de noir ériochrome, 10 mg.L^{-1} . Le volume de floculant et de coagulant ont été fixés respectivement à 2 mL et 3 mL. Le pH des solutions a été ajusté. Le pH de 6,52 correspond au pH réel de la

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

solution synthétique de NET. La figure(17) présente les résultats trouvés.

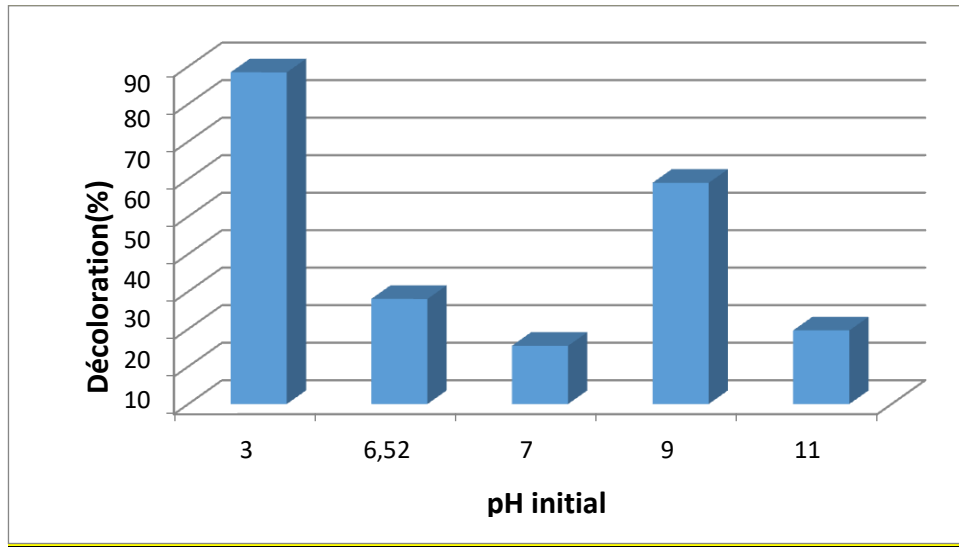


Figure 17: Effet du pH de la solution sur la décoloration d'une solution du noir ériochrome ([NET]= 10mg.L⁻¹, V_{floculant}=2ml, V_{coagulant}=3ml)

D'après les résultats, on observe une variabilité de décoloration en fonction du pH initial. Le maximum de décoloration, 88 %, est obtenu pour un pH de 3. Ceci peut être lié à la nature chimique du NET. Le NET appartient à la famille des colorants acides anioniques

IV.2.2.1.2 Effet de la concentration initiale

Les essais de coagulation-floculation ont été conduits sur des solutions synthétiques contenant une concentration croissante en NET, 5, 10, 20, 30 et 50 mg.L⁻¹. Le pH est ajusté à 11. Le volume introduite de coagulant est de 3 ml celui du floculant est 2ml. La figure présente les résultats expérimentaux.

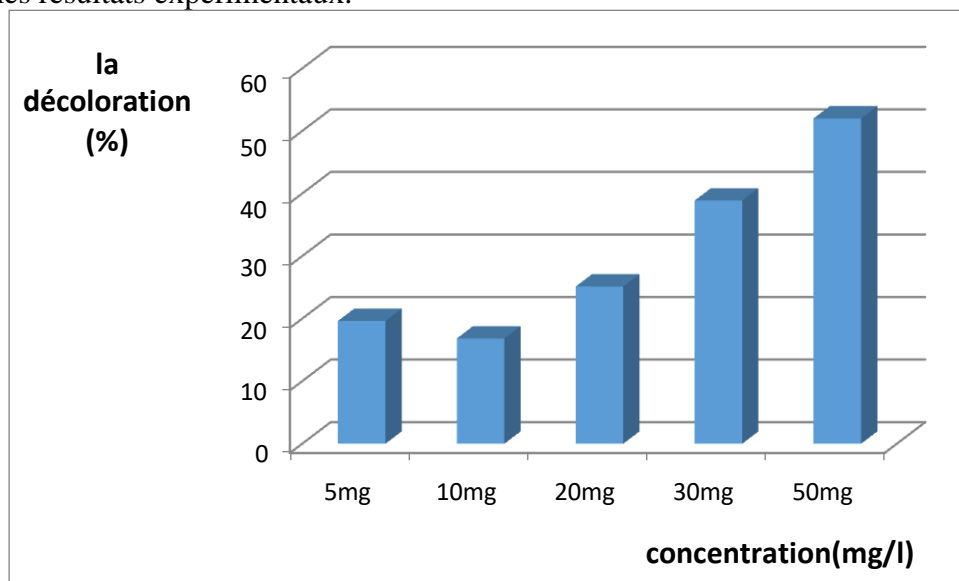


Figure 18: Effet de la concentration initiale sur la décoloration de NET (pH initial=11 , V_{coagulant}=3ml, V_{floculant}=2ml)

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

D'après les résultats, on remarque des décolorations importantes pour les concentrations les plus élevées en NET, celle-ci est proportionnelle à la concentration en colorant. Un fort pourcentage de décoloration, 52%, est obtenu lorsque la concentration en NET est de 50 mg/L. Une faible décoloration ne dépassant pas les 16% est obtenue pour une concentration de 10 mg/L en NET.

IV.2.2.1.3 Effet du volume du coagulant

Les essais de coagulation-floculation ont été réalisés sur des solutions synthétiques de NET à 10 mg.L⁻¹. Le pH ajusté à 11. Des volumes croissants de 1 à 5 mL de FeCl₃ ont été introduits. La figure (19) présente les résultats obtenus.

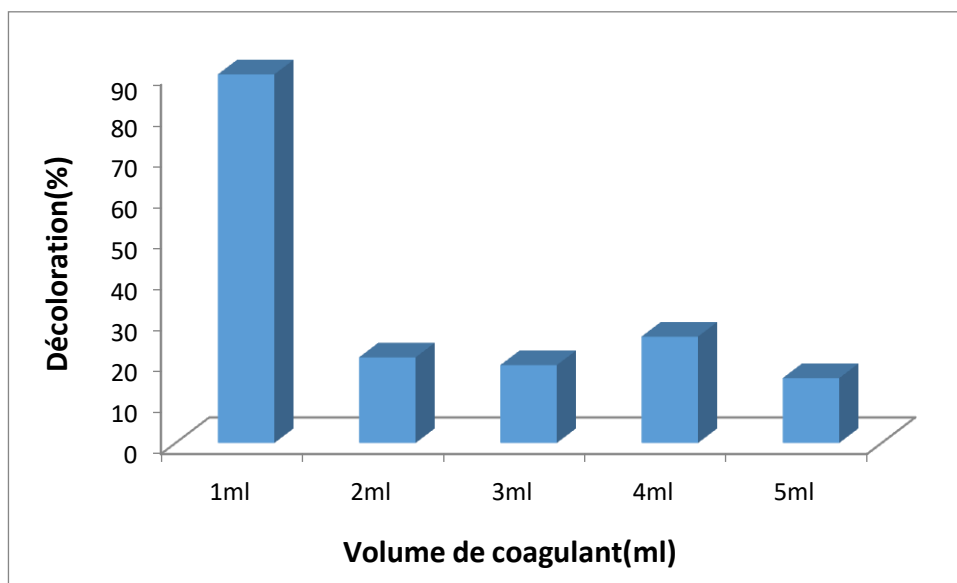


Figure 19: Effet du volume du coagulant sur la décoloration d'une solution NET ([NET]=10mg.L⁻¹, pH initial=11, Vfloculant=2ml)

Cette figure montre que le taux de décoloration augmente en diminuant le volume ajouté de coagulant. Un taux de décoloration supérieur à 89% est enregistré pour un volume de 1 ml en coagulant. En effet, une concentration très importante en coagulant peut provoquer l'effet inverse.

IV.2.2.1.4 Effet du volume du floculant

Les essais de coagulation-floculation ont été conduits sur des solutions synthétiques contenant une concentration constante en colorant NET (10 mg.L⁻¹), le pH est ajusté 11. Le volume de coagulant est de 3 ml, le volume de floculant est variable. Les résultats sont donnés dans la figure (20).

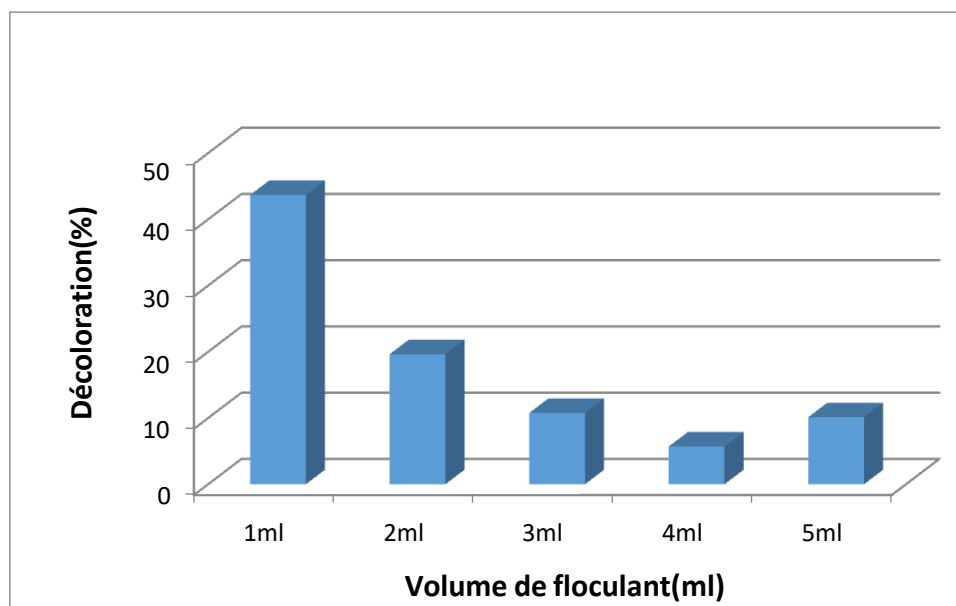


Figure 20: Effet du volume du flocculant sur la décoloration d'une solution du NET ([NET]=10mg.L-1, pH initial=11, V coagulant=2ml)

On remarque d'après cette figure que le taux de décoloration diminue en augmentant le volume du flocculant. Pour le plus petit volume ajouté du flocculant (1 ml), le taux de décoloration est supérieur à 43%. Par ce qu'En cas d'ajout excessif de flocculant, on note une inversion de charge et une restabilisation du système .

IV.2.2.2 Optimisation de la réduction de la concentration des colorants

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à l'étude de l'influence de trois facteurs : concentration, pH et volume de flocculant sur les taux décoloration du noir ériochrome. Le plan d'expérience et les résultats expérimentaux sont représentés dans le tableau(12)

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

Tableau 12:Matrice et résultats expérimentaux

| Essai | X1 | X2 | X3 | D(NET) % |
|-------|----|----|----|----------|
| 1 | 0 | 1 | 1 | 30.08 |
| 2 | 0 | -1 | 1 | 31 |
| 3 | 1 | 1 | 0 | 44.28 |
| 4 | 0 | 0 | 0 | 9.63 |
| 5 | 0 | 0 | 0 | 8.71 |
| 6 | 1 | -1 | 0 | 26.75 |
| 7 | -1 | 0 | -1 | 23.76 |
| 8 | 0 | 0 | 0 | 5.96 |
| 9 | 0 | 1 | -1 | 55.3 |
| 10 | 0 | -1 | -1 | 23.25 |
| 11 | 1 | 0 | -1 | 6.04 |
| 12 | -1 | 1 | 0 | 23.66 |
| 13 | 1 | 0 | 1 | 26.37 |
| 14 | -1 | 0 | 1 | 13.93 |
| 15 | -1 | -1 | 0 | 32.84 |

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

On remarque que les pourcentages de décoloration de NET pour les différents essais varient considérablement d'un essai à un autre, selon les conditions opératoires. Les décolorations sont comprises entre 5,96 et 55,3et %. Taux décoloration le plus élevé correspond à l'essai n°9 (condition des essais), le plus faible correspond à l'essai n°8 (condition des essais).

Un modèle mathématique de second degré liant la décoloration aux différents facteurs a pu être établie (eq7). Les effets de tous les facteurs ont été déterminés à partir des résultats expérimentaux.

Equation (7):

$$=8.1+1.17*X1+4.93*X2+-0.86*X3+X1*(X2*6.68)+X1(X3*7.52)+X2*(X3*-8.24)+X1*(X1*3.19)+X2*(X2*20.59)*X3(X3*6.21)$$

On remarque d'après l'analyse de l'équation, que les facteurs linéaire X1, X2 et l'interaction des facteurs X1X3 exerce un effet positif alors que le facteur X3, les interactions des facteurs X1X2 et X2X3 exerce un effet positif et négative. Les facteurs quadratiques ont un effet positif à l'exception du facteur quadratiqueX2

L'analyse de l'ANOVA, réalisés après la détermination des effets des facteurs son été entrepris.

Le tableau (13) illustre cette analyse.

| Source | F0 | P |
|-------------------------------------|-------|-------|
| Modèle | 6,44 | 0,027 |
| Manque d'ajustement | 19,37 | 0,050 |
| $R^2 = 0,92$ $R^2_{ajus} = 0,77$ | | |

Nous remarquons que le modèle est significatif avec une valeur- P inférieur à 0,05, celle-ci

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSION

est de 0,03. Ceci indique que le modèle est bien ajusté : les variations de la réponse sont bien expliquées par l'équation de régression.

Concernant la valeur- P pour le manque d'ajustement, celle-ci est inférieure à 0,05, elle est de 1; ceci indique qu'il ya un très léger écart entre le modèle postulé et le phénomène étudié.

Pour la détermination du coefficient de corrélation (R^2), celui-ci est de 92 % ; indiquant une forte corrélation entre les valeurs observées et les valeurs prédites.

L'étude réalisée par le plan d'expérience a permis l'obtention d'un modèle polynomial de second degré et de déterminer les conditions expérimentales optimales pour l'obtention du maximum de décoloration. La figure (21) illustre ces résultats.

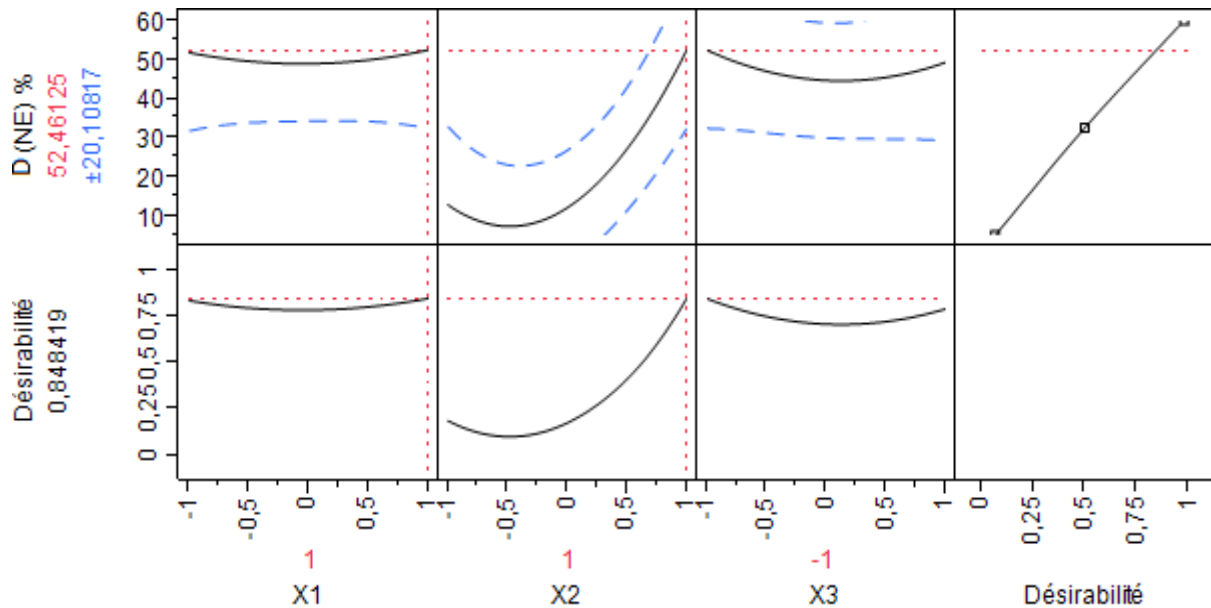


Figure 21: Profile de prévision

La méthodologie de surface de réponse a montré que la valeur maximale taux décoloration est de 52±20%, celle-ci est obtenu pour les conditions suivantes en valeurs codées : X1 à +1, X2 à +1 et X3 à -1.

CONCLUSION

Conclusion

L'objectif du travail réalisé était d'étudier la dépollution d'un effluent synthétique composé de colorant par un procédé de coagulation-floculation utilisant le mucilage de cactus comme bioflocculant. Deux colorants ont été étudiés : le bleu de méthylène et le noir eriochrome. Le travail a été réalisé en deux étapes:

- ✓ Extraction du mucilage.
- ✓ Test de coagulation-floculation en utilisant le mucilage comme un flocculant.

Les principaux résultats obtenus ont été sélectionnés pour dégager des conclusions:

Etape d'extraction:

L'extraction du mucilage a été réalisée à partir des raquettes de cactus. Le rendement d'extraction est de 25.04% L'analyse infrarouge a montré des bandes caractéristiques.

➤ Etape de coagulation-floculation

Les essais de coagulation-floculation ont été réalisés sur des effluents de synthèse à partir de deux colorants, le bleu de méthylène et le noir eriochrome. Deux étapes ont été considérées

- Etude préliminaire, réalisé pour évaluer l'effet de certains facteurs sur l'efficacité du procédé par le calcul du pourcentage de décoloration des solutions synthétiques. Les paramètres évalués sont: pH initial ,volume de flocculant, volume de coagulant et enfin la concentration en colorant .L'utilisation du mucilage comme bioflocculant ,a indiqué l'efficacité du procédé .Des pourcentages de décoloration très appréciable ont été obtenus. Tous les paramètres étudiés individuellement ont indiqué un effet sur le pourcentage de décoloration. L'effet est différent et il est fonction du type de facteurs étudiés et de ses valeurs
- Etude d'optimisation du procédé

Pour l'optimisation de la décoloration des solutions par le procédé de coagulation – Floculation par l'utilisation du mucilage comme flocculant, nous avons fait appel à la modélisation par le plan d'expérience et plus spécifiquement le plan de Box Behken. Ce type de plan à un intérêt majeur, il permet non seulement de modéliser la réponse mais aussi permet de déterminer les conditions opératoires qui donnent le meilleur rendement de décoloration.

Les résultats ont été modélisés dans un polynôme de second degré, représentant la relation: réponse-variable. Nous avons pu apprécier l'effet joué par les facteurs et les effets d'interactions. L'étude statistique du modèle a indiqué que le modèle postulé est significatif validant ainsi le modèle. Le coefficient de corrélations R^2 est proche de l'unité. Tous les

Conclusion

résultats obtenus sont valables uniquement dans le domaine d'étude.

Enfin, les résultats acquis dans ce mémoire permettent d'envisager de nouvelles perspectives pour des études futures,

- Concernant l'extraction du mucilage:
- Augmenter le taux d'extraction du mucilage en améliorant le procédé d'extraction (condition et technique).
- Procéder à une meilleure caractérisation du mucilage
- Concernant le procédé de coagulation-floculation : Etudier un nombre plus élevé de facteurs.

REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Référence bibliographie

- [1] : Ben Mansour H.,R. Mosrati, D. Corroler, K. Ghedira, D . BarilleretL. Chekir-Ghedira. Acid violet 7 and its biodegradation products induce chromosome aberration, lipid peroxidation and cholinesterase inhibition in mouse bone marrow. Environ. Sci. Pollut. Res., 17, 1371-1778 (2010)
- [2] : KACHA, S. Valorisation des Bentonites Algériennes. Application au Traitement des Eaux Résiduaires de l'Industrie Textile. Thèse de Magister, Université de Tlemcen, Algérie (1994).
- [3] : Lakhdari B: Effet de la coagulation floculation sur la qualité des eaux épurées de la STEP de Ain El Houtz . Mémoire de magister en Chimie Inorganique et Environnement; Département de Chimie; Faculté des Sciences, Université Abou Bekr Belkaïd, Tlemcen, Décembre. 2011
- [4] : Lemlikchi Wahiba: Elimination de la pollution des eaux industrielles par différents procédés d'oxydation et de co-precipitation, thèse de doctorat, Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou, (2012)
- [5] : Nadjat Hadj Salah ; Etude de la dégradation photocatalytique de polluants organiques en présence de dioxyde de titane, en suspension aqueuse et en lit fixe 2013
- [6] : Singh L., Sing V.P. Textile Dyes Degradation, A Microbial Approach for Bio degradation of Pollutants, Microbial Degradation of Synthetic Dyes in Waste waters, Environmental Science and Engineering, Springer International Publishing Switzerland 187-204. (2015).
- [7] : Defosse R. Colorants et pigments, Techniques de l'Ingénieur, A3233p1. (1991).
- [8] : Lamri Naidja: Elimination du colorant orange II en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption, Mémoire de magister en chimie, Université Mentouri de Constantine, (2010)
- [9] : Hayat Anouar, Abderrahim Elhourch, Kacem Elkacemi, and Abdelmajid Zouahr: Elimination de l'orange 16 colorant azoïque par adsorption sur charbon actif en poudre, Vol. 9 No. 3, Nov. (2014)
- [10] : Samiha Hammami: Étude de dégradation des colorants de textile par les procédés d'oxydation avancée : application à la dépollution des rejets industriels, thèse doctorat, Université Paris-Est Institut Francilien des Sciences Appliquées, Université Tunis El Manar Faculté des Sciences de Tunis, (2008)
- [11] : HEMSAS SABRINA, ' ' contribution à l'étude de la décoloration des eaux sur grignons d'olives valorisés. Etude dynamique ' ' mémoire de magister, Université M'hamed bougara boumerdes, 2008

Référence bibliographie

- [12] : Hunguer, K. , Industrial Dyes: Chemistry, Properties, Applications. Ed.Wiley-VC,Cambridge,pp. 1-6. 2003.
- [13] : Crepy, M.N., Dermatoses professionnelles aux colorants. Doc MédTrav.,100, 565-576. 2004.
- [14] : Carmen Z., Daniela S. Textile Organic Dyes – Characteristics, Polluting Effects and Separation/Elimination Procedures from Industrial Effluents-A Critical Overview,Organic Pollutants Ten Years After the Stockholm Convention-Environmental andAnalytical Update, Edition Dr. Tomasz Puzyn, 55-87. (2012).
- [15] : RatnaB.,PadhiSPollution due to synthetic dyes toxicity & carcinogenicity studies and remediation, International Journal of Environmental Sciences, 3,940-955. .(2012).
- [16] :HusainQ., HusainM. Peroxidases as a Potential Tool for the Decolorization and Removal of Synthetic Dyes from Polluted Water, chapter 15, Environmental Protection strategies for Sustainable Development, Strategies for Sustainability, Springer Science Business Media B.V. 453-498. (2012).
- [17] : Babuponnusami A., Muthukumar K.. A review on Fenton and improvements to the Fenton process for waste water treatment. Journal of Environmental Chemical Engineering,2,557–572 (2014)
- [18] : TAYLOR J.S. et E.P. JACOBS Water treatment membrane processes.McGRAW HILL(Éditeur), New-York, NY, 238 p. (1996).
- [19] : INRS ‘‘colorant réactifs dans le secteur de l’ennoblissement textile: pathologie allergique liées S.E.Manahan,Environmental chemistry,Ed(6),Lewispublisher,U.S.A.,1994.
- [20] : N.J.Willmott,J.T.Guthrie,G.Nelson,JSDC,11438-41. (1998)
- [21] : C.Mills,R.J.Bull,K.P.Cantor,rapportd’experts.Maladie chronique au Canada, 19 (1998) p. 3.
- [22] : C.Cripps,J.A.bumpus.andS.D.austBiodegradation of azo and heterocyclic dyes by *Phanerochaete chrysosporium* appl .enviro microbiol .56,1114-1118. (1990).
- [23] :Zawlotzki Guivarch .E,Traitement des polluants organiques en milieu aqueux par procédé électrochimique d’oxydation avancée, électro-fenton, application à la minéralisation des colorants synthétiques, thèse de Doctorat, Université de Marne- La-Vallée, 2004.
- [24] : Desjardins C., Simulation et étude en laboratoire de la floculation testée (actiflo) à l’aide d’une procédure modifiée de jar test, Mémoire pour l’obtention du diplôme de maîtrise en sciences appliquées, édition Ecole polytechnique de Montréal, Canada. 1999,

Référence bibliographie

- [25] : Vigouret J, Le potentiel Zêta et son application dans le domaine de l'eau potable.(
TECHNIQUES ET SCIENCES MUNICIPALES 75 (1985), (1980) NR :3
- [26] : De gremont, , Mémento technique de l'eau, tome1, édition Technique
etdocumentation. 1989.
- [27] : Ezziane ,S.Traitement des eaux de rejets de l'unité CERAMIT«TENES », Mémoire de
Magister, Département de génie des procédés, Faculté des sciences et sciences del'ingénieur;
Université Hassiba Ben Bouali, Chlef. 2007.
- [28] : Kettab, A, Traitement des eaux"les eaux potable",édition O.P.U, Alger. 1992.
- [29] : Desjardins, R:Traitement deseaux; Editiondel'école
polytechniquedeMontréal,2éme édition revueet améliorée 1997
- [30] : Lakhdari,B, Effet de la coagulation floculation sur la qualité des eaux épuréesde la STEP
de Ain El Houtz .Mémoire de magister en Chimie Inorganique et Environnement;Département
de Chimie; Faculté des Sciences, Université AbouBekrBelkaïd, Tlemcen,Décembre 2011.
- [31] : ncylopaediaUniversalis
EnLine,<http://www.universalis.fr/encyclopedie/colloides/>(consultéle02/05/2013).
- [32] : Cuisset Olivier, Le potentiel électrocinétique des argile Influence de la salinité,
Département de géotechnique Laboratoire central
<http://www.geotechfr.org/sites/default/files/revues/blpc/BLPC%20104%20pp%201520%20Cuisset.df>(consultéle02/05/2013) 1979,
- [33] : Siangsanum,V, Procédé hybride: hydrocyclone,coagulation-floculation et flottation pour le
traitement de l'eau, Hybrid process: hydrocyclone, coagulation, floculationand flotation for
water treatment process. Thèse Doctorat en géné des procédés et de l'environnement. (2010).
- [34] : Université de Chulalongkon.Toulouse.
- [35] : Mottot.Y, texte de la 279^o conférencede l'universitédetouslessavoirs,5octobre
MrKadouce.Coursdechimiedel'eauetprocedesphysicochimiquedetraitementsdes Eaux
2000.
- [36] : Kherifi , W, étude de la cinétique de sédimentation des matières en suspensiondans le
calcul des décanteurs, mémoire de magistère, Université badji-Mokhtar-
Annaba (2009).
- [37] : Benefield,judkins&Weand., ProcèsChemistryforWaterandWastewaterTreatm
ent.Prentice-Hall,EnglewoodCliffs, 510p. (1982).
- [38] : Boursali I, «Etudeexpérimentaledelacoagulation- floculationparlesulfateferriqueet
le chlorure ferrique

Référence bibliographie

desmatièresensuspension»Mémoired'Ingénieurd'Etaten GéologieUniversitédeTlemcen (2011).

[39] : GREGORYR., Coagulationandclarificationcontroltechniques.Areview.Wasser Berfin,Spec. Conf. ISWA, paper n° 9 1981.

[40] : Boumchita.S*,Lahrichi.A,Benjellounl.Y,Lairini1.S,Nenov.V,Zerrouq.F.
Elimination d'un colorant cationique dans une solution aqueuse par un déchet alimentaire : Epluchure de pomme de terre Environ. Sci. 7(1) 73-84.ISSN:2028-2508, (2016).

[41] : Djepang, S. A., Laminsi, S., Djakaou, I.-S. & Koyaouili, T. Élimination du Noir EriochromeT par plasma glidarc. Revue des sciences de l'eau /JournalofWater Science, 27(1), 71–78. (2014).

[42] :Maataoui N, Rondinaud E, Esposito-Farèse M, Clermont O, Ruppe E,. Acquisition of plasmid-mediated cephalosporinase producing Entero bacteriaceae after a travel to the tropics. PLoS, (2018).

[43] : Petera.B Extraction et caractérisations (structurale et physico-chimique) de polysaccharides hydrosolubles issus de cladoces de *Cereus triangularis*. Alimentation etNutrition.Université Blaise Pascal-Clermont-FerrandII,.Français. (2016).

[44] :Sarı,A.,Tuzen,M., Kinetic and equilibrium studies of biosorption of Pb(II) andCd(II)from aqueous solution by macro fungus(*Amanitarubescens*) biomass. J.Hazard.Mater164,1004-1011. 2009.

[45] : Jadhav,M.V.,Mahajan,Y.S., Assessment off easibility of natural coagulantsinturbidity removal and modelling of coagulation process. Desalin. WaterTreat. 7252,5812-5821, 2014.

[46] : Bouatay, F;Mhenni,F, Use of the Cactus Cladodes Mucilage(*Opuntia Ficus Indica*) As an Eco-Friendly Flocculants: Process Development and Optimization using Stastical Analysis, 2014.

[47] : Fox,D.I.,.3.Cactus Mucilage-Assisted Heavy Metal Separation: Designand Implementation. 2011.

[48] : Ishurd,O.,Zgheel,F.,El ghazoun,M.,El mabruk,M.,Kermagi,A.,Kennedy,J.F.,

Référence bibliographie

Knill,C.J., Anovel(1-4)-a-D-glucan isolated from the fruits of Opuntia ficus-indica (L.)
Miller. Carbohydr. Polym. 82, 848-853. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.06.006>.
2010.

[49] : Rodríguez-González, S., Martínez-Flores, H.E., Chávez-Moreno, C.K., Macías-Rodríguez,L.I.,Zavala-Mendoza,E., Garnica-Romo,M.G.,Chacón-García,L.,
Extraction and characterization of mucilage from wild species of Opuntia.J.Food ProcessEng.37, 285-
292. 2014.

[50] : Vishali, S., Karthikeyan, R., Cactus Opuntia (ficus-indica): an eco-friendly alternative
coagulant in the treatment of paint effluent. De salin.Water Treat.1-9. 2014.

الملخص

في هذا العمل ، استخدمنا مادة ندف عضوية قابلة للتحلل الحيوي مستخلصة من مضرب الصبار ، الصمغ ، في عملية فيزيائية كيميائية (التخثر - التلبد) من أجل معالجة المحاليل الاصطناعية المحملة بالأصباغ: الميثيلين الأزرق والأسود الإيريوكوم. تم تنفيذ العمل على مرحلتين: دراسة أولية يتبعها تحسين. تم إجراء الدراسة الأولية لتقييم التأثيرات المحتملة لبعض العوامل على العملية (درجة الحموضة في الوسط ، تركيز المادة المخثرة و الندف ، تركيز الصبغة). جعل تحسين العملية ، باستخدام مخطط السطح ، من الممكن ليس فقط تقييم تأثير كل عامل تمت دراسته (الرقم الهيدروجيني للوسط ، وتركيز الندف وتركيز الصبغة) ولكن أيضاً لتحديد الحد الأمثل للحمل العضوي. النتائج التي تم الحصول عليها واعدة للغاية مع استخدام الصمغ كمادة طبيعية.

الكلمات المفتاحية: مياه الصرف الصحي للنسيج ، التخثر - التلبد ، الندف الحيوي ، الصبار

Résumé

Dans ce travail, nous avons utilisé un flocculant organique biodégradable extrait de raquette de cactus, mucilage, dans un procédé physico-chimique (coagulation-floculation) afin de traiter des solutions synthétiques chargés en colorants : bleu de méthylène et noir ériochrome.

Le travail a été réalisé en deux temps : une étude préliminaire suivi d'une optimisation. L'étude préliminaire a été réalisée pour évaluer les effets potentiels de certains facteurs sur le procédé (pH du milieu, concentration en coagulant et en flocculant, concentration en colorant). L'optimisation du procédé, utilisant un plan de surface, a permis non seulement d'apprécier l'influence de chaque facteurs étudié (pH du milieu, concentration en flocculant et concentration en colorant) mais aussi de déterminer l'optimum de réduction de la charge organique. Les résultats obtenus sont très prometteur à l'utilisation du mucilage comme flocculant naturel.

Mots clés : eaux usées textiles, coagulation- floculation, bio flocculant ,cactus.

Abstract

In this work ,we used a biodegradable organic flocculant extracted from cactus racket ,mucilage, in a physicochemical process (coagulation-floculation) in order to treat synthetic solutions loaded with dyes : methylene blue and eriochrome black.

The work was carried out in two stages: a preliminary study followed by an optimization. The preliminary study was carried out to assess the potential effects of certain factors on the process (pH of the medium, concentration of coagulant and flocculant, concentration of dye).Optimization of the process, using a surface plan, made it possible not only to assess theinfluenceofeachfactorstudied(pHofthemedium,flocculantconcentrationanddyecoloration) but also to determine the optimum reduction of the organic load. The results obtaine d ar every promising with the use of mucilage as a natural flocculant.

Keywords: textile waste water, coagulation-floculation, bioflocculant, cactus.