

N° d'ordre :

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

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU
FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



MEMOIRE

Présenté pour obtenir le Grade de

MASTER

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie de l'Environnement

Par

ALI Dihia

Thème

**APPLICATIONS DES POLYMERES NATURELS DANS LE
CONDITIONNEMENT DES BOUES ET DANS LA DECOLORATION
DES EAUX**

Soutenu le 25 Juin 2014, devant le jury composé de :

MEZIANE Smail
ADOUR Lydia
KADOUCHE Slimane
FERRAG-SIAGH Fatiha

Professeur - UMMTO
Professeur - UMMTO
MCA - UMMTO
MAA - UMMTO

Président
Rapporteur
Examinateur
Examinatrice

2013-2014

REMERCIEMENTS

L'aboutissement de ce mémoire n'aurait pas été possible sans l'aide et la confiance que certaines personnes m'ont accordée. Je tiens à les remercier pour leur soutien scientifique, matériel et surtout moral.

Mes premiers remerciements vont à ma promotrice, le Professeur Adour Lydia sans qui tout ce travail n'aurait pu être fait. Je tiens à la remercier parce qu'elle a toujours été disponible pour me conseiller et répondre à mes interrogations. Un très grand merci pour son professionnalisme exemplaire et pour sa gentillesse et son soutien.

Un grand merci à NADJIA et NORA pour m'avoir accordé de leur temps et pour leurs contributions précieuses.

J'exprime ma plus vive gratitude à l'ensemble des techniciens de laboratoires de chimie de l'environnement et chimie physique qui m'ont accueillie et fourni le cadre nécessaire à la réalisation de ce travail.

Merci d'avance aux membres de jury qui voudront bien me lire et m'écouter et surtout m'aider à progresser.

Mes remerciements s'adressent également à tout le personnel de la station STEP Est de Tizi-Ouzou pour leur accueil chaleureux et leur soutien dans le prélèvement et l'analyse des échantillons.

Pour finir, j'aimerais remercier mes parents pour leur soutien moral et financier tout au long de mes études. Je remercie également tous ceux que j'aime.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

Mes très chère parents pour leurs encouragements, leurs aide et qui sans eux rien n'aurait été possible.

A l'amour de ma vie Idris

A mes grands parents

A mes chers beaux-parents.

A mon cher frère Hakim et sa femme ainsi que ces enfants (Faresse et Khadija, akli)

A ma chère sœur Hadjira et son marie Hocine ainsi que Thanina

A ma chère sœur Sadjia et son marie Amar et ces enfants (Yanis et Syliane)

A ma chère sœur Ounissa

A dada Belaid et sa femme ainsi que ces enfants (Sousou, Adem et Dalida)

A toute la famille AILI et HAMICHE

A mes adorables amies : , Kahina, Karima, Eladjida, Fadila, Taous, Sonia, Hamid, Ali, Faredj, Yamina...

A tous mes ami(e)s que j'aime et que je respecte chacun à son nom.

A tout la promotion 2013-2014

Dihia AILI



Liste des figures

Figure II.1 : Structure de la chitine	7
Figure II.2 : Principales étapes de l'extraction de la chitine et sa transformation en chitosane	9
Figure II.3 : Structure du chitosane.....	10
Figure II.4 : Conversion de la chitine en chitosane par désacétylation alcaline (NaOH).....	11
Figure II.5 : Conversion enzymatique de la chitine en chitosane par l'enzyme la désacétylase (CDA.EC 3.5.1.41).....	11
Figure II.6 : Ionisation du chitosane	14
Figure III.1 : Phénomène de coagulation- floculation.....	20
Figure III.2 : Exemple de filtre – presse	21
Figure V.1 : Schéma général de la station d'épuration des eaux usées.....	29
Figure VI.1 : Evolution de la siccité du gâteau en fonction de la dose des flocculants (a) : après 5mn de filtration, (b) filtration complète.....	36
Figure VI.2 : Evolution du volume du filtrat en fonction de la dose des flocculants. (a) après 5mn de filtration, (b) filtration complète.....	38
Figure VI.3 : Evolution de la turbidité du filtrat à différentes doses de chitosanes. (a) après 5mn de filtration, (b) filtration complète	40
Figure VI.4 : Evolution des MES du filtrat en fonction de la dose des chitosanes. (a) : après 5mn de filtration, (b) : filtration complète	42
Figure VI.5 : Evolution du pH des filtrats en fonction de la dose des chitosanes. (a) : après 5mn de filtration, (b) : filtration complète	44
Figure VI.6 : l'évolution de séchage du gâteau en fonction du temps pour chaque chitosanes (ChitosCom, CBDMDA7jT30, CBDA7jT30) à température ambiante (22 à 25° C).....	46

Figure VIII.1 : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS (a) et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 10mg/l.....	55
Figure VIII.2 : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS (a) et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 50mg/l.....	57
Figure VIII.3 : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS (a), et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 100mg/l.....	59
Figure VIII.4 : Evolution de la concentration résiduelle en colorantBS (a) et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 200mg/l.....	61
Figure VIII.5 : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS (a), et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 300mg/l.....	62

Liste des photos

Photo V.1 : Echantillonnage des boues.....	29
PhotoV.2 : Essai de coagulation-floculation.....	32
PhotoV.3 : Déshydratation filtration classique).....	33
Photo VIII.1 : Les billes de chitosane (ChitoCom).....	52
PhotoVIII.2 : Décoloration des eaux par les billes de chitosane.....	53

Liste des tableaux

Tableau I.1 : la composition des carapaces de quelques crustacés.....	5
Tableau II.1 : Sources potentielles de chitine	8
Tableau III.1 : les différentes techniques de déshydratation par filtre-presse	22
Tableau V.1 : Conditions opératoires de préparation des chitosanes.....	32
Tableau VI.1 : Caractéristiques physico-chimiques de la boue épaissie.....	34
Tableau VII.1 : Conditions opératoires de préparation des chitosanes.....	50
Tableau VIII.1 : Morphologie et taille des billes de chitosanes.....	53
Tableau VIII.2 : Capacité d'adsorption des différents chitosanes.....	64

Liste des abréviations

[η] : Viscosité intrinsèque

μm : micromètre ;

a : Constante de Mark-Houwink

CBDA7jT30 : carapace brute désacétylée 7 jours à température 30°C

CBDMDA7jT30 : carapace brute déminéralisée désacétylée 7 jours à température 30°C

ChitiBioDA13jT30 Chitine désacétylée 13 jours à température 30°C par voie biologique.

ChitiChimDA10jT30: Chitine désacétylée 10 jours à température 30°C par voie chimique.

ChitiChimDA13jT25: Chitine désacétylée 13 jours à température 25°C par voie chimique.

ChitiComDA13jT30: Chitine commerciale désacétylée 13 jours à température 30°C.

ChitosCom (Fluka): Chitosane commerciale Fluka

DA: Degré d'Acétylation ;

DBO5 : Demande Biologique en Oxygène pendant cinq jours

DCO : Demande Chimique en Oxygène

DDA: Degré De Desacétylation ;

FTIR : Fourier Transformed InfraRed spectroscopy

FTU : Formazin Turbidity unit

g : gramme ;

h : heures

IR : Infra Rouge (Infra Red)

j : jour ;

k : Constante de Mark-Houwink

l : litre ;

M : Masse molaire

MES : Matières En Suspension ;

mg : milligramme

Mg de chitosane/ g de MS : milligramme de chitosane par gramme de matière sèche.

MH : Masse (matière) Humide

ml: millilitre

mm: millimètre ;

MS : Masse (matière) Sèche

MVS : Matière Volatile sèche

PH: potentiel hydrogène ;

PM : Poids Moléculaire

Sc : Siccité

SPC : Sous-produits de chloration

STEP : Station d'épuration.

t : Temps (sec)

T: température

THM : Trihalométhanes

tpm: tour par minute ;

V : volume

Sommaire

Introduction générale	1
------------------------------------	----------

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I : Les co-produits de crustacés et leur valorisation

I.1. Introduction	4
I.2. Définition des crustacés	4
I.3. Composition physico-chimique des carapaces des crustacés	4
I.4. Pollution des déchets de crustacés dans l'environnement	5
I.5 Valorisation des co-produits de crustacés : Production de la chitine	5

Chapitre II : Chitine et chitosane : Extraction et caractérisation

II.1. Historique	7
II.2. Définition et structure de la chitine	7
II.3. Sources de chitine	7
II.4. Procédé d'extraction de la chitine	8
II.4.1. Déprotéinisation	9
II.4.2. Déminéralisation	10
II.4.3. Blanchiment	10
II.5. Structure du chitosane	10
II.6. Production de chitosane à partir de la chitine (Processus de désacétylation)	11
II.7. Caractéristiques physico-chimiques du chitosane	12
II.7.1. Le degré de désacétylation (DDA)	12
II.7.2. La viscosité	12
II.7.3. Poids moléculaire	13
II.8. Principales propriétés du chitosane	13
II.8.1. Cristallinité	13
II.8.2. Solubilité	13
II.8.3. Polyélectrolyte en milieu acide	14
II.8.4. Propriétés chimiques	14
II.8.5. Propriétés biologiques	14
III.9. Conclusion	15

Chapitre III : Utilisation du chitosane dans le conditionnement des boues urbaines

III. 1. Introduction	16
III. 2. Epuration des eaux usées et traitement des boues	16
III.2.1. Epuration des eaux usées	16
III.2.1.1. Définition d'une eau usée	16

Sommaire

III.2.1.2. Description d'une station d'épuration.....	17
III.2.2. Traitement des boues	18
III.2.2.1. Epaissement des boues.....	18
III. 2.2.2. Conditionnement des boues.....	18
III. 2.2.2.1 Conditionnement thermique.....	18
III. 2.2.2.2 Conditionnement chimique.....	19
III. 2.2.3 Stabilisation des boues	20
III. 2.2.4. Déshydratation des boues.....	20
III. 2.2.4.1 La filtration sous vide.....	21
III. 2.2.4.2. Les filtres-presses.....	21
III. 2.2.4.3. La centrifugation	23
III. 2.2.5. Séchage des boues.....	23
Chapitre IV : Utilisation du chitosane dans l'élimination des colorants	
IV.1 Introduction.....	24
IV.2 Les colorants et leurs impacts environnementaux.....	24
IV.2.1 Les dangers à court terme	24
IV.2.2 Les dangers à long terme	25
IV.3 Toxicité des colorants.....	26
IV.4 Elimination des colorants.....	26
IV. 5 Utilisation du chitosane pour le traitement des eaux colorées.....	27

PARTIE EXPERIMENTALE

Partie I : Conditionnement des boues

Chapitre V : Matériel et méthodes

V.1 Origine et échantillonnage des boues	28
V.2. Matériel et produits.....	30
V.2.1. Matériels utilisés au niveau de la station de l'ONA	30
V.2.2. Matériels et produits utilisés au niveau du laboratoire du master chimie de l'environnement UMMTO.....	30
V.3. Méthodes de caractérisation des boues.....	30
V.3. 1. Détermination des paramètres organiques	30
V.3. 1. 1. Matières sèches (MS).....	30
V.3. 1. 2. Siccité (Sc).....	30
V.3.1. 3. Teneur en matières volatiles sèche (MVS).....	30

Sommaire

V.3. 2. Détermination des paramètres organoleptiques.....	31
V.3. 2.1. Mesure de la turbidité.....	31
V.3. 2.2. Mesure des MES.....	31
V.3. 2.3. Mesure du PH.....	31
V.4. Conditionnement et déshydratation des boues.....	31
V. 4.1. Préparation du floculant naturel.....	31
V. 4.2. Stratégie de conditionnement et de déshydratation des boues.....	32
Chapitre VI : Résultats et discussion	
VI.1. Objectif.....	34
VI.2. Caractérisation physico-chimique des boues épaissies.....	34
VI.3. Etude du conditionnement et de la déshydratation.....	35
VI.3.1. Influence de la dose des floculants sur la siccité du gâteau.....	35
VI.3.2. Influence de la dose de floculants sur le volume du filtrat.....	37
VI.3.3. Influence de la dose de floculants sur la turbidité du filtrat.....	39
VI.3.4. Influence de la dose de floculants sur les MES du filtrat.....	41
VI.3.5. Influence de la dose de floculants sur le pH du filtrat.....	43
VI.4. Etude du séchage des boues.....	44
Conclusion générale sur le conditionnement des boues.....	47
Partie II : Décoloration des eaux	
Chapitre VII : Matériel et méthodes	
VII.1. Matériel utilisé au laboratoire UMMTO.....	49
VII.2. Produits utilisés au laboratoire UMM TO.....	49
VII.3. Préparation des billes de chitosane.....	49
VII.4. Caractéristiques du colorant.....	50
VII.4.1 Nature du colorant.....	50
VII.4.2 Etablissement de la courbe d'étalonnage.....	50
VII.5. Préparation des solutions de colorant.....	51
VII.6 Etude de la cinétique de biosorption.....	51
Chapitre VIII : Résultats et discussion	
VIII.1. Objectif.....	52
VIII.2. Interprétation des résultats obtenus.....	52
VIII.2.1. Morphologie et taille des billes.....	52
VIII.2.2. Photos de la décoloration.....	53
VIII.2.3. Influence de la concentration initiale en colorant sur les différents chitosanes.....	54

Sommaire

VIII.2.3.1. Concentration initiale de 10 mg/l.....	54
VIII.2.3.2. Concentration initiale de 50 mg/l.....	56
VIII.2.3.3. Concentration initiale de 100 mg/l.....	58
VIII.2.3.4. Concentration initiale de 200 mg/l.....	60
VIII.2.3.5. Concentration initiale de 300 mg/l.....	62
VIII.2.4. Capacité d'adsorption des différents chitosanes.....	64
Conclusion générale sur décoloration des eaux.....	65
Référence bibliographique	
Annexe	

Introduction générale

De nombreux déchets d'origines industrielles ou urbaines ont cruellement pollué l'environnement naturel qui était, jadis, sain et prospère à l'humanité. Les rejets polluants liquides ou solides restent un problème sérieux dans plusieurs pays du monde. Pour l'élimination du potentiel de perturbation environnementale dans une perspective de développement durable, la dépollution des eaux et la valorisation des résidus de diverses sources sont des objectifs importants des pays industrialisés et des pays en voie de développement. Pour y parvenir, des technologies de traitement doivent être développées, permettant ainsi de préserver l'environnement.

La présence de matières colorantes dans les rejets textiles peut constituer une menace sérieuse pour l'environnement quand ils sont rejetés, sans traitement préalable, dans la biosphère. En effet, les colorants engendrent des effets néfastes sur la flore et la faune aquatique, mais aussi sur les populations humaines et animales qui consomment les eaux non traitées. Un traitement sera donc indispensable pour éliminer ces matières néfastes à l'environnement.

Qui dit épuration des eaux dit également production de boues. Pourtant, dans un premier temps, l'objectif de ces stations a été essentiellement de garantir le rejet d'une eau de qualité définie en se préoccupant peu des boues engendrées par les procédés d'épuration. La tendance actuelle est différente dans le sens où les boues-au même titre que l'eau épurée-sont considérées comme un élément qui contribue à l'impact environnemental d'une station d'épuration.

Il existe une multitude de procédés physico-chimiques et biologiques de dépollution tels que la coagulation floculation, la précipitation, l'extraction, l'évaporation, l'adsorption et les techniques membranaires. Le principe de prévention de la pollution suggère que les polymères utilisés, que ce soit dans le traitement des eaux colorées ou dans le conditionnement des boues, doivent être chimiquement non toxiques et biodégradables.

Récemment, la recherche sur les polymères naturels, dont l'amidon, la cellulose, l'alginate et le chitosane, a eu plus d'attention, par rapport aux polymères synthétiques, dans la mesure où ils n'introduisent aucun danger pour la santé humaine et ils ne sont pas nuisibles au milieu naturel

La valorisation et l'exploitation des déchets d'industrie de la pêche, principalement, les carapaces des crevettes, riches en chitine, seraient aussi un moyen de réduction du volume

Introduction générale

des déchets et une mesure de protection de l'environnement aquatique. Ceci rentre dans le contexte mondial du développement Durable.

Le chitosane est un polysaccharide cationique naturel, formé d'unités D-glucosamine et N-acétyl-D-glucosamine, et dérivé par désacétylation de la chitine ce dernier représente le deuxième polymère naturel très abondant dans la nature et grandement similaire à la cellulose. Le chitosane est l'un des candidats parmi les nombreux polymères les plus prometteurs. Ses propriétés uniques sont dues à la présence de groupements amine primaire. Vu sa biodégradabilité, sa biocompatibilité, sa propriété d'absorption, son aptitude à la floculation, sa nature polyélectrolytique et ses possibilités de régénération, le chitosane peut y remédier aux insuffisances et aux inconvénients des polymères synthétiques.

Notre étude présente une investigation sur l'application d'un biofloculant, le chitosane, dans la décoloration des eaux, et dans le conditionnement des boues d'épuration de la STEP Est de Tizi-Ouzou. L'objectif fixé, dans ce mémoire est de démontrer la capacité que possède le chitosane à éliminer totalement le colorant, le bleu de sulfonyle des eaux synthétiques ainsi que à améliorer la déshydratation des boues par augmentation de la siccité du gâteau.

Ce mémoire est structuré en deux volets :

Premier volet : Une étude bibliographique organisée en 4 chapitres :

- ✓ Chapitre I présente des généralités sur les crustacés, leur valorisation dans le monde (carapaces des crevettes).
- ✓ Chapitre II présente les structures, préparations et propriétés de la chitine et du chitosane.
- ✓ Chapitre III est consacré à l'utilisation du chitosane dans le conditionnement des boues urbaines.
- ✓ Chapitre IV est dédié à l'élimination des colorants par le chitosane.

Le deuxième volet : Une étude expérimentale organisée en deux parties:

- ✓ Partie I : étudie le conditionnement des boues, elle comporte 2 chapitres :
- ✓ Le chapitre V regroupe, le matériel, les méthodologies utilisées ainsi que les différents essais réalisés au laboratoire et une présentation sur la STEP Est de Tizi-Ouzou
- ✓ Le chapitre VI est réservé à la présentation des résultats ainsi qu'aux interprétations et discussion.

Introduction générale

- ✓ Partie II est consacrée à la décoloration des eaux par les billes de chitosane. Elle comprend 2 chapitres :
- ✓ Le chapitre VII présente le matériel et les produits utilisés et la méthodologie liés à la préparation des billes de chitosane et des essais d'adsorption en batch.
- ✓ le chapitre VIII illustre les résultats obtenus, suivi des interprétations et discussion.

Le mémoire est finalisé par une conclusion générale sur chacune des deux parties ainsi que quelques perspectives sont suggérées.

I.1. Introduction

L'augmentation de la production dans le monde des crustacés a entraîné une augmentation du volume de leurs co-produits. L'élimination de ces déchets a toujours été dispendieuse et a souvent eu un impact nuisible sur l'environnement. En effet, pendant longtemps, les conserveries de crustacés produisaient de grande quantité de déchets qui n'étaient pas recyclés et était simplement rejetés à la nature créant ainsi de sérieux problèmes de pollution au voisinage des sites de production. Mais grâce aux progrès techniques et au développement des marchés, il est devenu maintenant possible, de transformer ce flux de déchets en produits utiles et commercialisables. Leur principale voie de valorisation est la production de chitine, l'un des composés majoritaires des cuticules de crustacés. **(Crini et al., 2009)**.

I.2. Définition des crustacés

Les crustacés sont de la famille des arthropodes, généralement aquatiques, à respiration branchiale, et dont la carapace est formée de chitine imprégnée de calcaire.

Les crustacés habitent pour la plupart la mer : crabes, crevettes, langoustes, homards, langoustines, mais on trouve aussi en eau douce certaines espèces de crevettes et de crabes, ainsi que les écrevisses. **(Collomb et Mayor, 2007)**.

I.3. Composition physico-chimique des carapaces des crustacés

Les carapaces des crustacés sont riches en chitine, en protéines, en CaCO_3 et autres tels que le zinc et le cuivre. Ils contiennent, également, des vitamines du groupe B. Ils sont pauvres en graisses, mais ils contiennent du cholestérol. **(Collomb et Mayor, 2007)**.

Les trois constituants majoritaires (chitine, protéines et CaCO_3), forment un réseau dense. La chitine y joue plusieurs rôles structurels et fonctionnels vitaux. Elle forme une barrière physique entre le corps de l'organisme et son environnement. **(Le Roux, 2012)**.

Dans le **tableau (I.1)**, il est regroupé la composition des carapaces de quelques crustacés.

Tableau I.1 : la composition des carapaces de quelques crustacés (Keddou, 2008)

Composition	Déchets (carapace des crevettes) (%)	Déchets (tête des crevettes) (%)	Déchets de langoustes (%)	Déchets de crabes (%)
Chitine	27	13.5-17.5	11-15	13-15
Protéines totales	40	28-37.5	20-44	30-35
Protéines libres	28	20-26	/	18-28
Cendre (CaCO ₃)	33	25-27	40	50

I.4. Pollution des déchets de crustacés dans l'environnement

Environ 70% de la pêche marine sont utilisés pour l'industrie alimentaire, ce qui en résulte une quantité considérable de déchets (**Kim et Mendis, 2006**). Les rejets dépassent 20 millions de tonnes par an, qui est l'équivalent de 25% de la production annuelle totale. Pour les crustacés, les déchets représentent environ 45% en poids des coquilles, têtes jetées, thorax, et griffes (**Nwe et al., 2011**).

En raison de leur nature hautement périssable, ces déchets chitineux sont considérés comme dangereux une fois disposés dans la nature (**Nwe et al., 2011**). Dans la mer, les déchets chitineux conduit rapidement à l'eutrophisation et peut fortement augmenter la demande en oxygène (DBO₅). Tandis que sur terre, ces déchets sont rapidement colonisés par des organismes et des agents pathogènes provoquant des altérations environnementales (**Islam et al., 2004, Beaney et al., 2005**).

La valorisation et l'exploitation des déchets d'industrie de la pêche, principalement les produits chitineux, seraient aussi un moyen de réduction du volume des déchets et une mesure de protection de l'environnement aquatique.

I.5. Valorisation des co-produits de crustacés : Production de la chitine

Les co-produits marins sont définis comme les parties non utilisées et récupérables lors des opérations traditionnelles de production. Ils sont issus d'un procédé de transformation pour la consommation humaine. Il s'agit des peaux, arêtes, têtes, queues ou carapaces. Leur valorisation n'est pas une préoccupation récente. Ils font l'objet d'une attention particulière du

fait de la valeur ajoutée qu'ils apportent aux procédés industriels classiques. (**Le Roux, 2012**).

Les principaux producteurs de la chitine sont les Etats-Unis, le Canada, l'Inde et le Japon. Le Japon reste leader tant en termes de production, que de commercialisation et de consommation. Le nombre de producteurs de taille significative dans le monde est estimé à une quinzaine de sociétés, dont trois en Europe. (**Crini et al., 2009**).

Pour la plupart des applications, la chitine n'est pas utilisée directement. Elle est convertie, principalement, en chitosane et en chito-oligosaccharide. La production de chitine était de l'ordre de 10 000 tonnes en 2000, dont près de 6 667 tonnes pour la fabrication de glucosamine, 2667 tonnes pour le chitosane et 1000 tonnes pour les oligosaccharides. (**Kurita, 2006**). Universellement, des millions de tonnes de chitines sont récoltées annuellement. (**Rha et al., 1984 , Fernandez et al., 2004**). En 2006, le marché de la chitine n'a cessé de croître, la production était de l'ordre de 25 000 tonnes dont près de 8000 tonnes pour sa conversion en chitosane (**Kurita, 2006**).

II.1. Historique

La chitine a été découverte en 1811 par H. Braconnot durant ses études sur les champignons. Cette découverte a eu lieu 30 ans avant celle de la cellulose. Le terme chitine a été proposé pour la première fois, en 1823 par C. Odier, qui n'était pas au courant des travaux de Braconnot et qui a trouvé la chitine dans le scarabée. En 1859, C. Rouget a découvert le chitosane après avoir traité la chitine par une solution concentrée et chaude de KOH. Il a logiquement proposé de nommer ce nouveau produit "chitine modifiée". En 1894, F. Hoppe-Seyler, qui ignorait les travaux de Rouget a proposé de donner à ce dérivé le nom du "chitosane", c'est le nom qui reste largement utilisé dans le langage scientifique. (Assaad, 2006). Entre 1930 et 1940, ces biopolymères (chitine et chitosane) ont suscité beaucoup d'intérêt dans le monde oriental, principalement, pour l'application dans le domaine médical et la purification de l'eau. Aujourd'hui, nous savons que la chitine et le chitosane se trouvent abondamment dans la nature et représentent des ressources renouvelables (Muzzarelli, 1977).

II.2. Définition et structure de la chitine

Le terme chitine, d'origine grec « khiton » qui signifie « tunique », par analogie avec la coquille des arthropodes et le vêtement (Shen et Jacobs, 1998). La chitine est un polysaccharide structural de couleur blanche, dur et non élastique (Muzzarelli et al., 1994, Hirano, 1996).

La chitine est un polymère linéaire qui a une structure similaire à la cellulose, mais c'est un aminopolysaccharide ayant des groupements acétamide en position C-2 à la place des hydroxyles. Sa structure chimique est un enchainement d'unités monomères N-acétyl- β -D-glucopyranose reliées par une liaison glycosidique β -(1 \rightarrow 4). (Figure II.1).

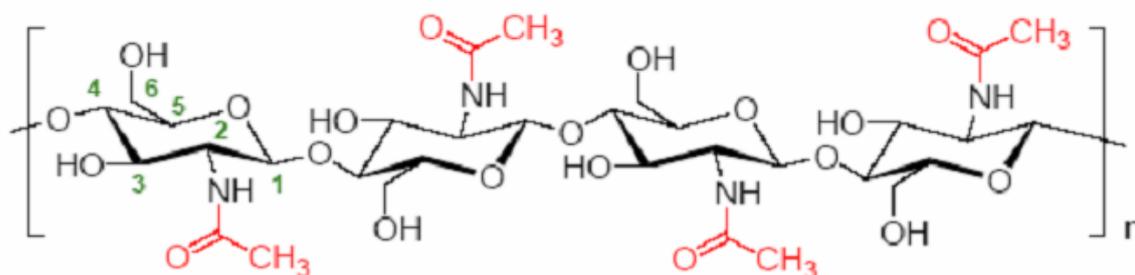


Figure II.1 : Structure de la chitine

II.3. Source de chitine

La chitine est le polysaccharide naturel largement répandue dans la nature après la cellulose, facile à obtenir et renouvelable. Dans le règne animal, la chitine est un élément structural important des téguments de certains invertébrés. Elle se présente principalement

dans les coquilles de mollusques, dans les cuticules des insectes et dans la carapace des crustacés. (Crini et al., 2009).

Dans le règne végétal, la chitine se présente, aussi dans la paroi de la plupart des champignons et de certaines algues chlorophycées. En plus de son rôle dans le maintien de la rigidité de la cellule, elle contribue au contrôle de la pression osmotique. La chitine est présente, aussi, dans certaines levures et bactéries.

Bien que les sources potentielles de chitine soient très nombreuses (Tableau II.1), elle est essentiellement produite aujourd'hui à partir des carapaces de crevettes. (Shahidi et Abuzaytoun, 2005).

Tableau II.1: Sources potentielles de chitine (Crini et al., 2009).

Sources	Site de présence	Teneur en chitine (en %)
Arthropodes : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Crustacés (crevette...) ▪ Insectes ▪ Arachides 	Exosquelettes, cuticules, membranes	2-72
Mollusque: <ul style="list-style-type: none"> ▪ Seiche ▪ Pieuvres/calamars 	Coquilles, stomacales, dents, plaques, plumes,	6-40
Polyplacophores	Tube	33
Cnidaires	Capsule d'œufs, membranes	3-30
Annélides <ul style="list-style-type: none"> ▪ Sangsue ▪ Lombric 	Soies	0.2-38
Brachiopodes	Cuticules, coquilles	4-29
Champignons	Paroi cellulaire, tige, spore	/
Algues	Paroi cellulaire	Faible

II.4. Procédé d'extraction de la chitine

La faible teneur de la chitine dans les organismes tels que les insectes et les champignons, laisse à suggérer que les crustacés sont les principales sources fournissant cette matière première (chitine) (Blakwell, 1973).

De nombreuses méthodes ont été développées afin de préparer la chitine à partir des carapaces de ces crustacés. Parmi ces méthodes, les méthodes chimiques sont les plus utilisées. De manière générale, elles consistent à éliminer les protéines (déprotéinisation), les éléments minéraux (déméralisation) et la couleur (décoloration et blanchiment). (Kim, 2011) (Figure II.2).

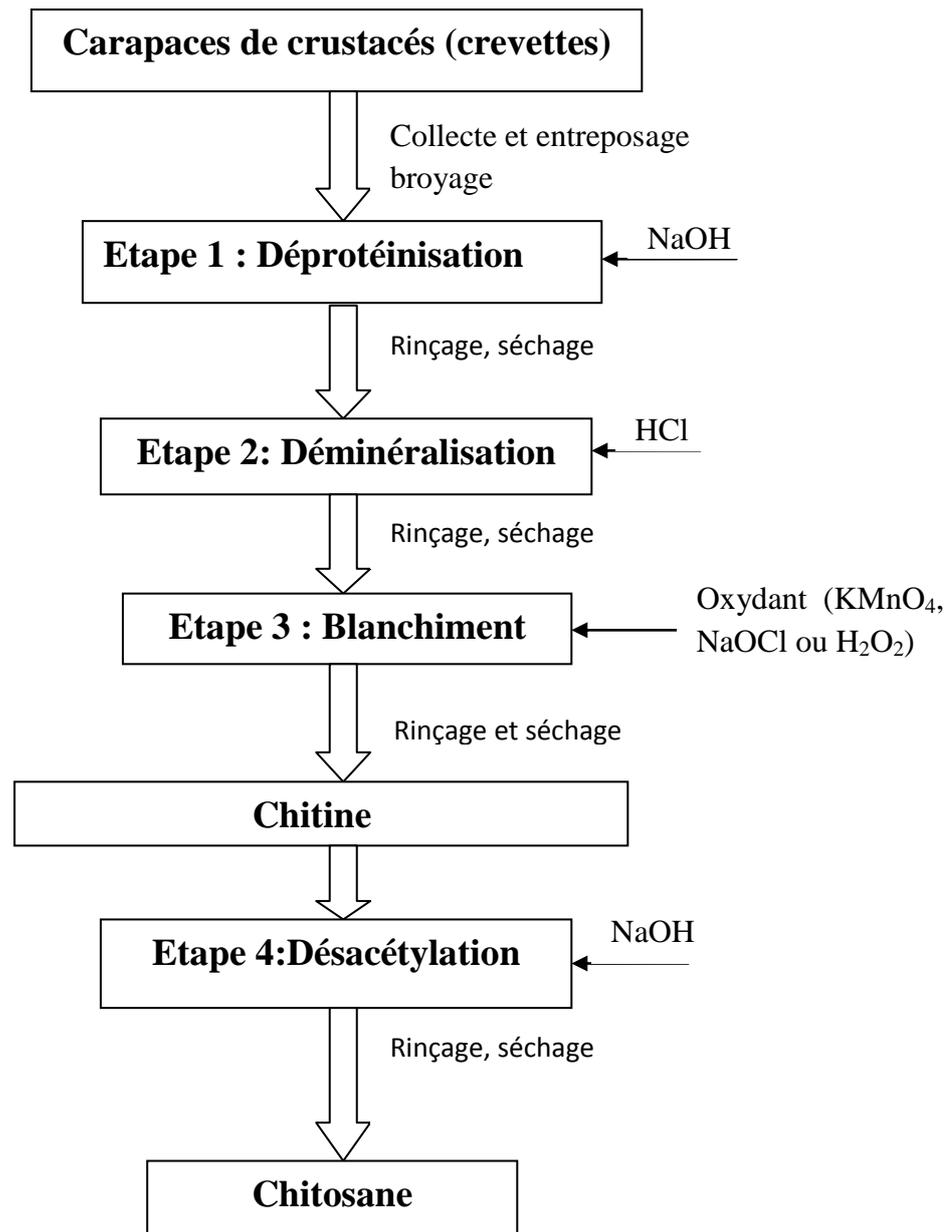


Figure II.2: Principales étapes d'extraction de la chitine et sa transformation en chitosane (Onsoyen et al., 1990)

II.4.1. Déprotéinisation

A l'état naturel, la chitine se présente en association avec les protéines (Chitinoprotéine). Ces protéines sont éliminées par un traitement basique en utilisant des solutions à base de NaOH, Na₂CO₃, NaHCO₃, KOH, K₂CO₃, Ca(OH)₂, Na₂SO₃, CaSO₃, ou Na₃PO₄, à des concentrations variables de 0,1 à 5 mol/L. La solution d'hydroxyde de sodium (~10 % massique) est la plus souvent utilisée pour solubiliser les protéines. La durée du traitement basique est de l'ordre de 0,5 à 72 heures à des températures (65- 100°C). (No et Meyers, 1995).

II.4.2. Déminéralisation

Elle est, généralement, réalisée par un traitement acide sous agitation pour solubiliser le carbonate de calcium et le chlorure de calcium. Les acides les plus fréquemment utilisés sont l'acide chlorhydrique et l'acide formique, à des concentrations variables de 1 à 10 mol/L. La durée du traitement acide est de l'ordre de 1 à 48 heures à la température ambiante. (No et al., 1989).

II.4.3. Blanchiment

Pour certaines applications industrielles (pharmaceutiques, cosmétiques, agroalimentaires, ...) la chitine obtenue à partir des ressources de crustacés doit être décolorée après les traitements acide et alcalin (No et al., 1989). Le pigment dans les carapaces de crustacés forme un complexe avec la chitine. Le blanchiment est souvent réalisé par un traitement avec des agents oxydants (KMnO_4 , NaOCl , SO_2 , NaHSO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ou H_2O_2). Ce traitement peut éliminer des traces de pigments résiduels, comme les caroténoïdes. Durant le processus de blanchiment, le réactif utilisé ne doit pas avoir un effet négatif sur les propriétés physico-chimiques de la chitine et du chitosane. (No et al., 1989).

II.5. Structure du chitosane

Le chitosane est un enchaînement de monomères β -D-glucosamine reliés par une liaison glycosidique β (1 \rightarrow 4) (Figure II.3). Il est obtenu par désacétylation partielle ou totale de la chitine (Figure II.2) et peut être décrit comme étant un copolymère composé d'unités D-glucosamine et N-acétyl-glucosamine. (Seng, 1988).

Dans la nature, le chitosane est rare. Il est présent uniquement dans les parois cellulaires de certains micro-organismes fongiques (champignons Zygomycètes) (Juang et al., 2002) et chez certains insectes comme dans la paroi abdominale des reines termites. (Seng, 1988). Ce qui explique qu'il n'y a pas de sources primaires exploitables. Sa production sera systématiquement assurée à partir de la transformation de la chitine. (Crini et al., 2009).

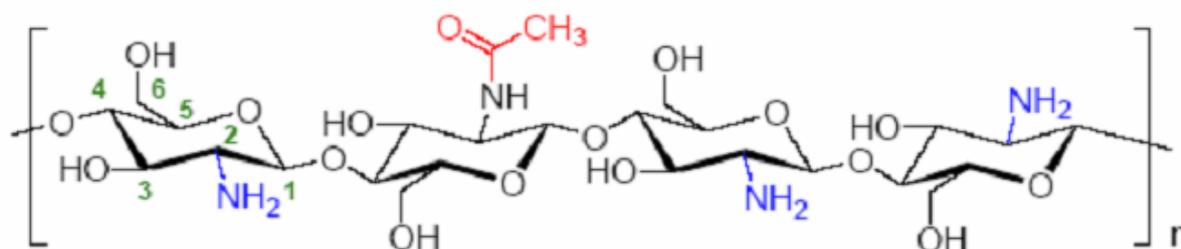


Figure II.3 : Structure du chitosane

II.6. Production de chitosane à partir de la chitine (Processus de désacétylation)

L'extraction de la chitine est aujourd'hui facilement réalisable, l'étape la plus délicate reste la désacétylation qui nécessite de substituer suffisamment les groupements acétyle pour aboutir au chitosane, ce qui peut entraîner une réduction excessive de la longueur de chaîne du polymère. En jouant sur la durée du traitement alcalin et sur l'élévation de température, il est donc possible d'obtenir différents chitosanes à partir d'une même chitine (**Crini et al., 2009**). Un degré d'acétylation (DA) inférieur à 10 % est rarement atteint par un procédé simple. (**No et Meyers, 1995**).

La chitine peut être convertie en chitosane par une désacétylation alcaline homogène ou hétérogène (**Figure II.4**), utilisant NaOH ou $\text{NH}_2\text{-NH}_2$ ou par une désacétylation enzymatique. (**Figure II.5**).

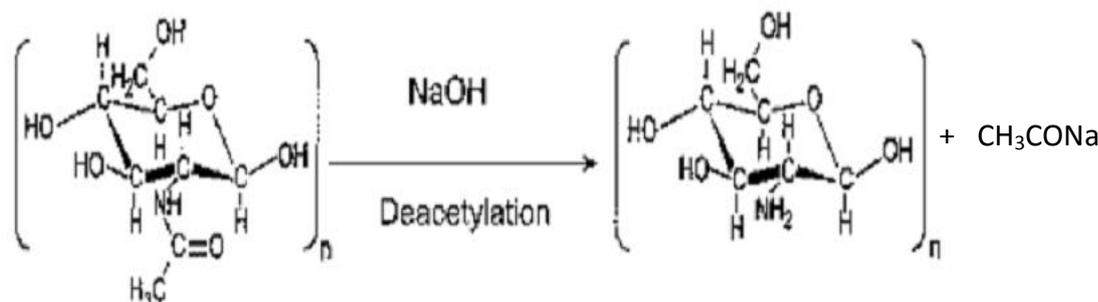


Figure II.4 : Conversion de la chitine en chitosane par désacétylation alcaline (NaOH) (**Kumar, 2000**)

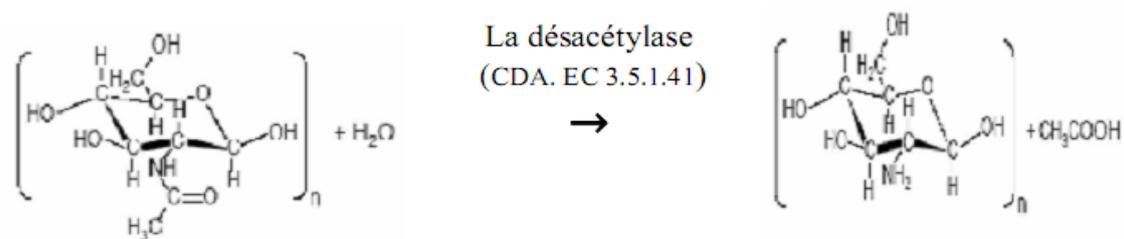


Figure II.5 : Conversion enzymatique de la chitine en chitosane par l'enzyme la désacétylase (CDA.EC 3.5.1.41) (**Tsigos et al., 2000**).

La désacétylation est, généralement, effectuée par traitement avec l'hydroxyde de sodium ou potassium concentré (40-50 %) à une température supérieure ou égale à 100°C, pendant au moins 30 minutes pour enlever certains ou tous les groupements acétyle de la chitine. La désacétylation ne peut pas être réalisée avec un réactif acide. Il y a plusieurs facteurs essentiels qui affectent le rendement de la désacétylation, comme la température, la durée de traitement, la concentration d'alcalin, les traitements préalables pour l'obtention de la

chitine, l'atmosphère (air ou azote), la quantité de chitine par rapport à la solution alcaline, la densité de la chitine et la taille des particules. (Muzzarelli, 1977)

Compte tenu de ces paramètres, l'objectif idéal de la désacétylation est de préparer un chitosane qui est non dégradé et parfaitement soluble dans l'acide dilué (acides acétique, lactique, ou citrique,...). (Suyatma, 2006, Crini et al., 2009).

II.7. Caractéristiques physico-chimiques du chitosane

Le chitosane est caractérisé par son degré de désacétylation (DDA), sa viscosité et son poids moléculaire.

II.7.1. Le degré de désacétylation (DDA)

Le degré de désacétylation (DDA) est le pourcentage molaire de l'élimination des groupements N-acétyl. Ce paramètre influe sur toutes les propriétés physico-chimiques (masse moléculaire, viscosité, solubilité, ...) du chitosane et apparaît donc comme le plus important. (Badaoui, 2012). En pratique, le chitosane et la chitine sont considérés comme des co-polymères de même structure chimique globale et se distinguent par le nombre d'unités désacétylées ainsi, lorsque DDA est supérieur à 50% on peut donner le nom de chitosane au polysaccharide et lorsque ce dernier est inférieur à 50%, on parle plutôt de la chitine. (Crini et al., 2009, Sayah, 2011).

Diverses méthodes ont été développées pour sa détermination, elles comprennent: la spectroscopie Infra Rouge (Bruggnerotto et al., 2001, Acharya et al., 2004), la spectroscopie U-V (Magami et Roberts, 1988, Liu et al., 2006), la résonance magnétique nucléaire RMN (Heux et al., 2000), les titrages volumétriques (dosages des groupements- NH_3^+ formés après protonation des groupements $-\text{NH}_2$) par conductimétrie (Yu et al., 1999) ou par pH métrique (Tolaimate et al., 1999).

II.7.2. La viscosité

La viscosité du chitosane dépend du degré d'acétylation de ce polymère, plus il est désacétylé, plus il y a de groupements amine libres, plus le chitosane est soluble et par conséquent, sa viscosité est plus importante.

La viscosité, dépend également, de la concentration du polymère car elle augmente avec la concentration, et aussi de la température car elle chute lorsque la température augmente, et elle dépend aussi du poids moléculaire, la viscosité intrinsèque augmente en fonction de l'augmentation du poids moléculaire et enfin le pH plus il est bas plus la viscosité est élevée.

II.7.3. Poids moléculaire

Le poids moléculaire (PM) d'un agent polymérique coagulant est considéré comme étant une des caractéristiques les plus importantes affectant la fonctionnalité du polymère en question. (Mikahlia, 2007).

Elle dépend essentiellement de la masse de son monomère et de nombre de monomère que constitue le polymère. La détermination du poids moléculaire d'un chitosane se fait par la relation de Mark-Houwink et Sakurada (Rinaudo et al., 1999) :

$$\eta = k (\text{PM})^a$$

η : Viscosité intrinsèque (dl/g);

PM : Poids moléculaire (DA)

K et a : Constantes dépendantes du système solvant soluté et de la température.

II.8. Principales propriétés du chitosane

II.8.1. Cristallinité

La cristallinité est un paramètre important car elle contrôle un certain nombre de propriétés, comme l'accessibilité des sites internes dans les chaînes macromoléculaires, les propriétés de gonflement dans l'eau ou encore les propriétés diffusionnelles. (Kurita, 2006, Rinaudo, 2006).

II.8.2. Solubilité

Le chitosane est presque insoluble dans l'eau et dans les solutions alcalines aussi bien concentrées que diluées. Cependant, il est soluble dans plusieurs solvants organiques, aqueux et légèrement acides. L'acide organique le plus couramment employé, pour la préparation d'une solution de chitosane, est l'acide acétique dilué (1-10%). En général, le chitosane est parfaitement soluble à un pH d'environ 4 (Cataldo et al., 2009). Les groupements amine du chitosane sont protonés à partir du pH = 3, et le polymère positivement chargé, devient soluble (Gidas, 1998). Cependant, il faut noter que la solubilité du chitosane est un paramètre très difficile à contrôler car la valeur de DDA influence fortement sa solubilité. Or, le DDA varie considérablement selon le procédé de fabrication, et notamment en fonction des conditions d'extraction et de séchage (Crini et al., 2009). Lorsque les groupements amine sont en faible quantité, le chitosane est peu soluble. En général, on utilise du chitosane avec un DDA supérieur à 70% pour augmenter sa solubilité. Celle-ci dépend, également, de la

force ionique, du pH, de la nature de l'acide utilisé et de la distribution des groupements acétyle le long de la chaîne macromolécule (Crini et al., 2009).

II.8.3. Polyélectrolyte en milieu acide

Le chitosane est l'un des rares polyélectrolytes naturels cationiques. En milieu acide, il se comporte comme un polycation, à forte densité de charge et dont l'état d'ionisation est décrit par la **figure II.6**.



Figure II.6 : Ionisation du chitosane

Ses propriétés dépendent du pH du milieu : le chitosane est solubilisé et il devient cationique quand le pH est inférieur au pKa intrinsèque de la fonction amine du chitosane soit 6,3. A pH supérieur (>6,5), les groupements ne sont plus ionisés et le nombre de fonctions amine libres devient suffisamment élevé pour induire une association des chaînes et la précipitation du polymère. (Suyatma, 2006).

II.8.4. Propriétés chimiques

- ✓ Polyamine cationique
- ✓ Densité de charge élevée à pH < 6,5
- ✓ Adhère à des surfaces chargées négativement
- ✓ Forme des gels avec les polyanions
- ✓ Large intervalle de masse moléculaire
- ✓ Peut former des solutions de différentes viscosités
- ✓ Chélate certains métaux de transition
- ✓ Contient des groupements réactifs d'amine et d'hydroxyde

II.8.5. Propriétés biologiques

- ✓ Polymère d'origine naturelle
- ✓ Biodégradable
- ✓ Non toxique
- ✓ Hémostatique
- ✓ Anticancérigène. (Assaad, 2006)

III.9. Conclusion

Le chitosane est obtenu après désacétylation de la chitine et ne diffère de celle-ci que par les groupements amine sur la chaîne moléculaire. Cette différence a un effet important sur les propriétés de ces matériaux ; le chitosane est soluble dans les acides dilués alors que la chitine se dissout difficilement dans les solvants. La « richesse » du chitosane, notamment son degré de désacétylation à l'origine de son potentiel, additionnée aux propriétés biologiques auparavant mentionnées, en font un polymère particulièrement intéressant pour une multitude d'applications (pharmaceutique et biomédical, agroalimentaire, cosmétique, traitement des eaux, . . .)

III. 1. Introduction

Quel que soit le procédé utilisé pour le traitement des eaux usées, on obtient une certaine quantité de matières solides décantables, dans lesquelles on trouve des matières minérales inertes et des matières organiques fermentescibles sur lesquelles sont adsorbés des sels minéraux et une partie des microorganismes (bactéries, virus, parasites). Ces substances sont séparées de l'eau et forment une boue à forte teneur en eau, biologiquement instable. (Tixier, 2003).

En pied de décanteur, les boues contiennent encore une forte proportion d'eau, plus de 95% pour les boues primaires et plus de 99% pour les boues secondaires. Les différentes étapes du traitement des boues ont pour but leur stabilisation et leur concentration par déshydratation. (Penaud et al, 2000)

III. 2. Epuration des eaux usées et traitement des boues

Les boues sont composées d'éléments recueillis à différents stades de l'épuration d'une eau usée: les matières minérales en suspension, les matières organiques non biodégradables et les microorganismes, ces derniers résultant de l'épuration biologique.

Parmi les boues, on distingue les boues urbaines et les boues industrielles. Les premières sont produites dans les stations d'épuration traitant des effluents dits 'urbains', c'est-à-dire majoritairement des eaux usées d'origine domestique. Les secondes sont issues du traitement d'eaux usées industrielles. Ces eaux sont, le plus souvent, traitées directement en aval de leur production. Dans ce travail, nous nous préoccupons uniquement des boues urbaines. Le paragraphe suivant explique à quel moment et de quelle manière ces boues sont produites au cours de l'opération d'épuration (Léonard, 2002).

III.2.1. Epuration des eaux usées

III.2.1.1. Définition d'une eau usée

Une eau usée est une eau qui a été utilisée. Sa pollution peut résulter de nombreux facteurs: rejets domestiques divers, ruissellement, et infiltration. Cette pollution peut être quantifiée par des caractéristiques physiques (MES, odeur,...), chimiques (DCO, DBO₅, azote minéral, teneur en phosphate, teneur en matières toxiques,...) et biologiques (bactéries, virus,...) (DGRNE, 1999).

III.2.1.2. Description d'une station d'épuration

Une eau usée est traitée dans une station d'épuration dite STEP. Les opérations rencontrées sont:

- **Pré-traitement** : comporte un dégrillage, un dessablage et un déshuilage.
- **Traitement primaire** : se limite à des opérations de séparation liquide-solide et liquide-liquide comme la décantation gravitaire et la flottation.
- **Traitement secondaire** : il est essentiellement biologique et a pour but la dégradation des matières organiques dites biodégradables. L'assimilation de ces matières organiques par une flore de microorganismes (essentiellement les bactéries) produit des composés gazeux d'une part et de la biomasse (croissance cellulaire) d'autre part. La biomasse produite dite (boue secondaire) en excès, la boue, doit être retirée du système afin d'assurer la continuité de l'épuration. Le reste est envoyé pour le traitement ou pour l'incinération.

On distingue, essentiellement, trois types de procédés dans le traitement biologique: les procédés à décantation interne (lagunage), les procédés à biomasse fixée (lits bactériens, biodisques), et les procédés à recyclage de biomasse. Ces derniers, mieux connus sous le nom de procédés à boues activées sont les plus répandus dans le monde (**Nguyen et al, 2008**). C'est de ce type de procédé dont sont issues les boues étudiées dans le présent travail.

Un procédé à boues activées comprend :

- Un bassin d'aération dans lequel l'eau à épurer est mise en contact avec la biomasse ;
 - Un dispositif de brassage et d'aération ;
 - Un décanteur (secondaire) dans lequel s'effectuent la clarification des eaux ou l'épaississement de la boue ;
 - Un dispositif de recyclage qui permet de soutirer les boues en excès au bas du décanteur et d'en renvoyer une partie vers le bassin d'aération. L'autre partie est envoyée vers un épaisseur (**Degrémont, 2005**).
- **Le traitement tertiaire**: a pour but d'affiner l'épuration selon les qualités exigées pour l'eau rejetée. Les traitements tertiaires les plus courants sont la nitrification-dénitrification et la déphosphatation. (**Degrémont, 2005**).

III.2.2. Traitement des boues

À la sortie des filières de traitement des eaux, les boues dites boues humides contiennent environ 95-99% d'eau. Cette dernière se présente normalement sous deux formes:

- ❖ Eau libre: faiblement absorbée, peut être éliminée par déshydratation mécanique,
- ❖ Eau liée: attachée avec des bactéries ou d'autres particules, peut être éliminée par conditionnement ou par séchage thermique (>105°C). (**Baudez, 2001**)

Le traitement des boues consiste donc, tout d'abord, à diminuer leur teneur en eau et à réduire de manière efficace leur charge polluante et fermentescible. Il s'agit de les préparer à une étape ultime de valorisation ou d'élimination. Le traitement des boues comporte globalement : l'épaississement, le conditionnement, la stabilisation brutes la déshydratation puis le séchage. Quelle que soit la technique utilisée, l'eau récupérée doit être recyclée en tête de station.

III.2.2.1. Epaississement des boues

L'épaississement est la première étape de réduction du volume des boues. C'est un procédé simple, il est basé sur la décantation qui constitue une étape préalable aux traitements suivants. Le taux de siccité obtenu peut atteindre jusqu'à 10% de MS. (**Amorce, 2012**).

III. 2.2.2. Conditionnement des boues

Les matières organiques qui constituent la boue (boue secondaire) ont un caractère hydrophile, renferment une forte proportion d'eau après de simples étapes de décantation ou d'épaississement. C'est pourquoi un conditionnement préalable des boues est impératif pour rendre l'opération de déshydratation économiquement réalisable et plus efficace.

Ce conditionnement a pour objet de réduire entre autre la stabilité colloïdale des espèces particulaires, de favoriser la libération d'eau ou en réduire l'énergie de liaison avec les espèces particulaires pendant l'étape de déshydratation. Il y a donc modification des caractéristiques des boues

Les techniques les plus utilisées sont le conditionnement thermique et le conditionnement chimique. (**Kebreab et al, 2004**).

III. 2.2.2.1 Conditionnement thermique

Le conditionnement thermique est surtout mis en œuvre dans des grandes stations munies de digesteurs et n'est évoqué qu'à titre indicatif. Il consiste à traiter les boues par cuisson. Lorsque la boue atteint une température suffisante (160 à 210°C), il se produit une

transformation irréversible de sa structure qui libère une grande partie de l'eau liée. (Léonard, 2002)

III. 2.2.2.2 Conditionnement chimique

Le conditionnement chimique utilise des réactifs (électrolytes minéraux à polycation), ou organiques (polymères) dont l'ajout de manière contrôlée (dosage et mélange) provoque la coagulation et/ou la floculation de la suspension (Chih et al., 2003). Il en résulte une agglomération des particules sous la forme d'un réseau tridimensionnel : les floes (Emilian, 2004). Les polymères utilisés en pratique sont généralement de type cationique car les particules constitutives de la boue sont majoritairement chargées négativement en surface. La structure de ces floes dépend fortement du type de réactif utilisé. Les réactifs minéraux (sels de fer, sels d'aluminium, chaux,...) ont pour inconvénients leur coût et leur devenir dans le cas d'épandage des boues pour des composés qui peuvent présenter une biodégradabilité lente, voire une migration progressive vers les nappes d'eau ou les végétaux. Le principe de prévention de la pollution suggère que les coagulants utilisés, dans le conditionnement des boues, doivent être chimiquement non toxiques et biodégradables pour permettre la réutilisation et la rentabilisation des boues produites. L'utilisation des coagulants naturels tels que le chitosane pourrait améliorer le conditionnement des boues sans toutefois compromettre la santé humaine, ni nuire à l'environnement. (Garcia et al., 2010 , Wen et al., 2010)

➤ Mécanisme de coagulation-floculation

La coagulation est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques amenant une suspension stable de particules de très petite taille en solution, les colloïdes, à se séparer en deux phases distinctes.

La floculation est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques menant à l'agrégation de particules stabilisées pour former des flocons ou « floes » (Figure III.1). Ce phénomène est réversible, c'est à dire que l'on peut casser ces agrégats, par exemple en agitant fortement le liquide, pour retrouver la solution initiale de colloïdes (Bratby, 2007).

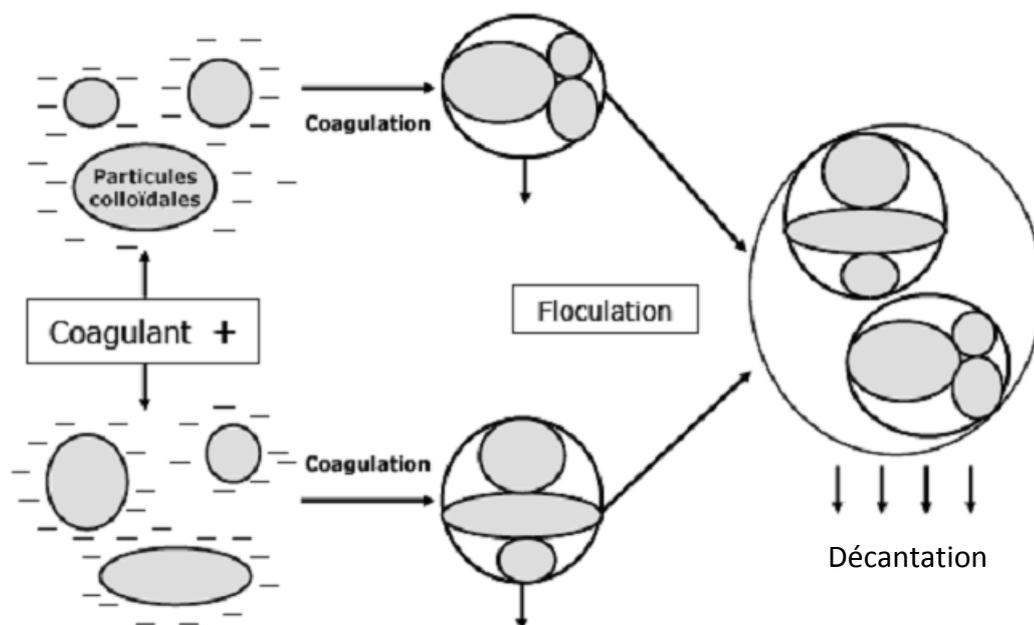


Figure III.1: Phénomène de coagulation-floculation

III. 2.2.3 Stabilisation des boues

La stabilisation a pour but d'éviter une reprise de la fermentation des boues qui entraînerait des nuisances olfactives. Dans le même temps, le taux d'agents pathogènes est réduit dans des proportions qui varient selon le type de traitement (**Perron et Hébert, 2007**). On distingue les stabilisations : biologique, chimique et thermique.

III. 2.2.4. Déshydratation des boues

La déshydratation, de type mécanique, constitue la seconde étape de réduction du volume des boues effectuée sur les boues épaissies, conditionnées, stabilisées ou non, afin d'obtenir une siccité des boues plus poussée (en moyenne comprise entre 20 et 30 % selon la nature des boues) (**Amorce, 2012**). Il y a amélioration de la qualité de la boue (pâteuse ou solide).

La déshydratation présente plusieurs avantages : elle facilite le stockage et réduit donc le coût du transport, elle améliore la stabilisation (temps de séjour augmenté) et facilite une utilisation sous forme d'engrais en agriculture.

Il existe plusieurs techniques de déshydratation mécanique : Filtration sous vide, Filtres presses Centrifugation

III. 2.2.4.1 La filtration sous vide

Le système de filtration est constitué de cylindres rotatifs dont la partie inférieure est immergée dans la suspension de boue. Le filtrat traverse les toiles qui recouvrent le cylindre et un gâteau se forme à la surface de la toile. Ce gâteau est égoutté au cours de la rotation puis décollé de la toile qui doit être régulièrement nettoyée, nécessitant l'arrêt de la filtration.

La filtration sous vide constituait le procédé traditionnel de déshydratation mais elle est en recul actuellement au profit de filtre presse ou de la centrifugation.

Avantages de la filtration sous vide (Leonard. A, 2002).

- Fonctionnement parfaitement maîtrisé
- Souplesse de fonctionnement

Inconvénients de la filtration sous vide (Leonard. A, 2002).

- Encombrement important
- Frais d'exploitation élevée
- Productivité moyenne

III. 2.2.4.2. Les filtres-presses

Le filtre-presse (**Figure III.2**) est une technique de déshydratation qui consiste à exercer mécaniquement une forte pression sur la boue. Cette dernière libère l'eau interstitielle au travers d'un filtre. Il se forme alors, avec les solides retenus, un « gâteau » plus ou moins sec. Plusieurs filtre existent : filtres à plateaux, filtres à bonde, filtres à membrane et filtres à visse (**Tableau III.1**).



Figure III.2 : Exemple de filtre presse

Tableau III.1 : Différentes techniques de déshydratation par filtre-presse. (Amorce, 2012)

filtres presses à	Principe	Avantages	Inconvénients	Siccité obtenue	Type de station adaptée
bande	Compression des boues entre deux bandes de toile. Une fois la toile débarrassée de la boue, il faut la laver pour qu'elle conserve sa porosité. Ce système nécessite l'addition de polymères dont la composition et la quantité doivent être constamment adaptées à la qualité des boues.	- lavage régulier - performante pour boues biologiques - grande productivité - fonctionnement en continu	- incapacité de traiter les boues fibreuses - technique quasi abandonnée	25%	petite et moyenne station
plateaux	Composé de chambres de filtration dans lesquelles la boue est comprimée par des vérins hydrauliques jusqu'à formation d'un gâteau compact. L'alimentation en boues est discontinue.	- entretien limité - tout type de boues (préalablement épaissies)	- inadapté pour les boues collantes - investissement élevé - automatisation impossible	>30%	grande station
membrane	Perfectionnement du filtre-presse. Il permet tout d'abord d'éviter l'effet négatif du débit de fuite sur les floes en fin de montée en pression.	- augmentation de siccité par rapport au filtre à plateaux - 40% de productivité de plus qu'un filtre à plateaux		>34%	peu répandu
vis	Après la phase d'essorage - compactage, grâce à une vis d'extrusion autour de laquelle se trouve une grille filtrante. Les grilles sont autonettoyantes et spécifiques à chaque type de boue.	- bien adapté aux boues fibreuses - fonctionnement en continu - peu d'entretien	- siccité limitée	20%	peu répandu

III. 2.2.4.3. La centrifugation

La centrifugeuse est le matériel qui a le plus évolué ces dernières années, ce qui lui a permis de se rapprocher et parfois d'égaliser les performances des filtres presses.

Il s'agit d'une séparation des phases liquide et solide, du fait de leur densité, par accélération centrifuge dans un bol dans lequel tourne une vis. Cette vis racle et évacue la phase solide.

En général, la conception de la vis est adaptée à un type de boue précis. La compacité de cette technologie permet de développer des unités mobiles de déshydratation, ce qui assure une certaine flexibilité du procédé.

Avantages de la centrifugation (Léonard, 2002)

- Technique bien adaptée aux boues difficiles à traiter (boues huileuses)
- Compacité de l'équipement
- Coût d'investissement compétitif par rapport à la filtration
- Permet de travailler en milieu confiné, sans odeur

Inconvénients de la centrifugation (Léonard, 2002)

- Faible consistance de la boue déshydratée
- Nécessité de dessabler pour éviter l'usure de la vis d'extraction
- Frais d'exploitation supérieurs à celui d'un filtre à bandes.

III. 2.2.5. Séchage des boues

Le séchage est une opération unitaire du traitement des boues consistant à évaporer de l'eau libre et liée. Plusieurs techniques de séchage sont envisageables :

- Lits de séchage (séchage solaire)
 - Lit de sable
 - Lagune de séchage
 - Lit planté de macrophytes
- Séchage thermique (> 105°C) (Amorce, 2012).

IV.1 Introduction

Les colorants sont largement utilisés dans les imprimeries, les produits alimentaires, les produits cosmétiques et cliniques, mais en particulier dans les industries textiles, ceci est principalement due à leur stabilité chimique et à 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 (**Hedi Ben Mansour, 2011**). Environ $7 \cdot 10^5$ tonnes de colorants sont produites annuellement dans le monde, dont la moitié est constituée par des colorants azoïques. La part rejetée comme effluent est estimée à 15 % de ce total.

La dépollution des eaux contaminées par ces composés chimiques s'avère nécessaire aussi bien pour la protection de l'environnement que pour une éventuelle réutilisation de ces eaux non-conventionnelles.

IV.2 Les colorants et leurs impacts environnementaux

Beaucoup de colorants sont visibles dans l'eau même à de très faibles concentrations ($< 1 \text{ mg/l}$).

Actuellement, les rejets de l'industrie du textile sont lourdement chargés en colorants. Ces derniers sont souvent utilisés en excès pour améliorer la teinture. De ce fait, les eaux de rejet se trouvent fortement concentrées en colorants dont la faible biodégradabilité rend les traitements biologiques difficilement applicables, ce qui constitue une source de dégradation de l'environnement. Plusieurs techniques ont été, donc, employées pour l'élimination des colorants des effluents industriels (**Perineau et al., 1983 ; Pagga et Brown, 2004**).

IV.2.1 Les dangers à court terme

a. Eutrophisation :

Sous l'action des microorganismes, les colorants libèrent des nitrates et des phosphates dans le milieu naturel. Ces ions minéraux introduits en quantités importantes peuvent devenir toxiques pour la vie piscicole et altérer la production d'eau potable. Leur consommation par les plantes aquatiques accélère leur prolifération anarchique et conduit à l'appauvrissement en oxygène par inhibition de la photosynthèse dans les strates les plus profondes des cours d'eau et des eaux stagnantes.

b. Turbidité, odeur et Couleur

L'accumulation des matières organiques dans les cours d'eau induit l'apparition de mauvais goûts, prolifération bactérienne, odeurs et coloration anormale. En 1998, Willmottet et ses collaborateurs ont évalué qu'une coloration pouvait être perçue par l'œil humain à partir de $5 \cdot 10^{-6}$ g/l. En dehors de l'aspect inesthétique, les agents colorants ont la capacité d'interférer avec la transmission de la lumière dans l'eau, bloquant ainsi la photosynthèse des plantes aquatiques.

IV.2.2 Les dangers à long terme

a. La persistance

Les colorants organiques synthétiques sont des composés impossibles à épurer par dégradation biologique naturelle (**Ganesh et al., 1992**). Cette persistance est, en étroite relation avec leur réactivité chimique :

- Les composés insaturés sont moins persistants que les saturés,
- Les alcanes sont moins persistants que les aromatiques,
- Les substituants halogène augmentent plus la persistance dans les colorants que les groupements alkyles,
- La persistance des aromatiques augmente avec le nombre de substituant.

b. Bioaccumulation

Si un organisme ne dispose pas de mécanismes spécifiques, soit pour empêcher la résorption d'une substance, soit pour l'éliminer une fois qu'elle est absorbée, alors cette substance s'accumule. Les espèces qui se trouvent à l'extrémité supérieure de la chaîne alimentaire, compris l'homme, se trouvent exposées à des teneurs en substances toxiques pouvant être jusqu'à mille fois plus élevées que la concentration initiale dans l'eau.

c. Cancer

Si la plupart des colorants ne sont pas toxiques directement, une portion significative de leurs métabolites, leurs effets mutagènes, tératogène ou cancérigène apparaissent après dégradation de la molécule initiale en sous-produit d'oxydation :

- Amine cancérigène pour les azoïques (**Brown, 1993, Culp, 2002**),
- Leuco-dérivé pour les triphénylméthanés (**Santé Canada, 1999**).
- Sous-produits de chloration (SPC): le chlore utilisé pour éliminer les microorganismes pathogènes réagit avec la matière organique pour former des trihalométhanés (THM) (**Mills,**

1998) pouvant atteindre plusieurs centaines de $\mu\text{g/l}$. Les SPD sont responsables du développement des cancers du foie, des poumons, des reins et de la peau chez l'homme (**Zgheib, 2009**).

IV.3 Toxicité des colorants

De nombreux colorants utilisés dans l'industrie textile sont toxiques pour l'homme ou potentiellement nocifs pour l'environnement (**Benchabane, 2006**).

Un colorant est toxique lorsqu'il possède la capacité de modifier le code génétique des cellules humaines et de déclencher potentiellement des effets cancérigènes (**Goupy, 1988**).

Comme exemple, les colorants acides renferment dans leurs grandes majorités des groupements azoïques. Cette fonction est à la base de leur toxicité ; ils libèrent, par réduction, des amines aromatiques qui provoquent l'apparition des tumeurs chez l'homme (**Bergonzini, 1995**). Comme colorant représentatif de ce groupe, on peut citer le rouge Congo.

Les résultats des tests menés dans ce domaine permettent d'énoncer que plus de 10% des colorants textiles actuellement utilisés posent des problèmes de toxicité. (**Duckworth, 1973**).

IV.4 Elimination des colorants

Des quantités plus ou moins importantes de colorants sont rejetées dans l'environnement. Ceci est dû en grande partie au degré de fixation des colorants aux fibres cellulosiques.

Les colorants azoïques représentent la plus grande classe des colorants et leur majorité est constituée par des colorants acides, réactifs et directs, ils peuvent être considérés parmi les colorants les plus polluants (les plus déversés dans les eaux résiduaires de textile). Ainsi, des systèmes technologiques pour l'élimination des polluants organiques tels que les colorants sont actuellement bien maîtrisés à l'échelle du laboratoire et appliqués à grande échelle incluant les traitements physiques (l'adsorption, les technologies membranaires et les procédés de séparation solide-liquide: précipitation, coagulation, floculation et décantation), chimiques (résine échangeuse d'ions, oxydation par: oxygène, ozone, oxydants tels que NaOCl , H_2O_2 , réduction ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_2$), ...) et biologiques (traitements aérobie et anaérobie).

IV. 5 Utilisation du chitosane pour le traitement des eaux colorées

Le caractère polycationique du chitosane, son insolubilité dans l'eau et sa solubilité en milieu acide, à l'exception remarquable de l'acide sulfurique dans lequel le polymère reste stable, ouvre la porte, en traitement des eaux et à de nombreuses applications possibles. En effet, le matériau peut être utilisé sous forme soluble dans des procédés d'ultrafiltration assistée par complexation, sous forme soluble et/ou solide dans des traitements de coagulation/floculation, ou encore sous forme solide (billes) dans des procédés d'adsorption.

L'adsorption liquide/solide est un processus de séparation au cours duquel des substances présentes dans un liquide se fixent sur la surface d'un matériau solide, appelé adsorbant. Les trois paramètres de l'adsorption sont l'adsorbant (le chitosane), l'adsorbat (le colorant) et la solution (l'effluent à traiter) : c'est un système ternaire où chacun des composants possède ses caractéristiques propres.

L'adsorption est souvent utilisée pour éliminer des matières inorganiques et/ou organiques non dégradables et réfractaires aux traitements classiques. Il faut noter que ce procédé de séparation est un simple transfert de masse à partir de la phase liquide vers la surface du solide.

Dans ce chapitre, l'ensemble de matériels et méthodes utilisées sont présentés. Ainsi, l'origine des boues, les stratégies de conditionnement et de déshydratation de la boue, et toutes les méthodes (expérimentales et analytiques) utilisées sont exposées.

V.1 Origine et échantillonnage des boues

Le choix de la station d'épuration est en fonction de la nature des boues désirées. En effet, la station d'épuration des eaux usées de la région Est de Tizi Ouzou est située dans une zone peu industrialisée, les eaux sont majoritairement domestiques, à cet effet, les boues issues de cette station sont des boues urbaines.

La STEP Est de Tizi-Ouzou comprend principalement : (**Figure V.1**)

- Prétraitements physiques :
 - Dégrillage grossier
 - Poste de relevage
 - Dégrillage fin
 - Dessablage/déshuilage
- Aération biologique (2 bassins)
- Traitement des boues
 - Epaississement des boues
 - Stabilisation aérobie
 - Déshydratation sur les lits de séchage

Remarque :

La station STEP Est de la ville de Tizi-Ouzou n'utilise pas le conditionnement des boues, en effet les boues activées épaissies sont directement envoyées sur les lits de séchage. Les lits de séchage sont des lits de sable où les boues épaissies sont filtrées puis séchées naturellement. La durée de séchage dépend des conditions climatiques et des saisons. Les eaux filtrées sont envoyées en tête de la station.

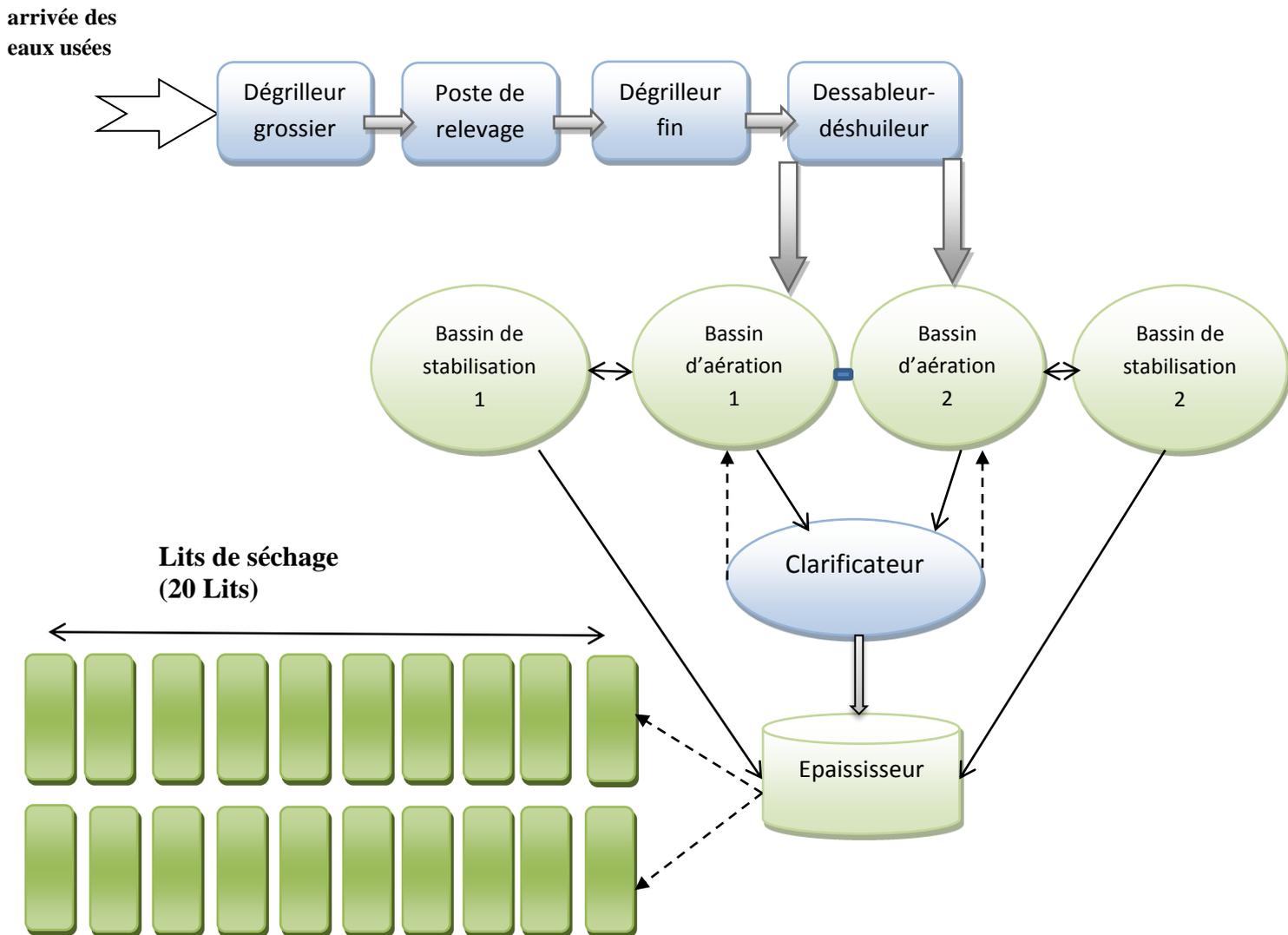


Figure V.1: Schéma général de la station d'épuration des eaux usées (STEP Est de Tizi-Ouzou, 2014)

L'échantillonnage a été fait à la sortie de l'épaisseur (**Photo V.1**). La boue épaissie est transportée dans des jerricans et stockée à 4 °C pour un maximum de 3 jours, afin de réduire l'effet du changement de la composition biochimique. Avant les essais, un échantillon de 2000 ml de boue a été laissé à la température ambiante du laboratoire pour une acclimatation.



Photo V.1 : Echantillonnage des boues

V.2. Matériel et produits:

V.2.1. Matériels utilisés au niveau de la station de l'ONA:

- spectrophotométrie DR2000
- pH Mètre de marque HANNA instruments pH 211

V.2.2. Matériels et produits utilisés au niveau du laboratoire du master chimie de l'environnement UMMTO:

- Étuve réglable MEMMERT ;
- Agitateur magnétique MR3001 K.
- Chronomètre;
- Verreries courantes de laboratoire: entonnoirs, béchers, pipettes, éprouvettes, tubes à essai, flacons, pissettes...
- Moteur d'agitation mécanique Heidolph
- Balance analytique scout pro 600g
- Four a moufle (30-3000°C) Linn High Therm;
- Acide acétique 99-100% de pureté, d=1,5 de marque ANalar NORMAPUR
- Chitosane commercial (Fluka)

V.3. Méthodes de caractérisation des boues

V.3. 1. Détermination des paramètres organiques

V.3. 1. 1. Matières sèches (MS)

Cette mesure s'effectue par la mise en place de l'échantillon dans une étuve à 105°C durant 24 h. La masse finale de l'échantillon (MS) est ainsi, calculée (**Lacée, 1985**).

V.3. 1. 2. Siccité (Sc)

La siccité est le pourcentage de matière sèche. En effet, un échantillon avec une siccité de 10% correspond à 90% d'eau, d'où l'équation de la siccité suivante (**Lacée, 1985**).

$$Sc (\%) = \left(1 - \frac{MH - MS}{MH}\right) * 100$$

Avec :

MH : masse d'échantillon humide (g);

MS : masse d'échantillon sèche (à 105 °C jusqu'à poids constant ≈ 24h) (g).

V.3.1. 3. Teneur en matières volatiles sèche (MVS)

La matière sèche est portée pendant 2 heures dans un four à moufle à 550°C. Connaissant la masse initiale et la masse finale, la teneur en matières volatiles rapportées à la matière sèche est calculée.

$$MVS = \frac{M_{si} - M_{sf}}{M_{si}} * 100 \quad (\%)$$

Avec :

M_{si} : la masse de l'échantillon après séchage à 105°C (g) ;

M_{sf} : la masse de l'échantillon après calcination à 550°C (g)

Pour la majorité des boues, la détermination des matières volatiles est une évaluation approchée de la matière organique (**Lassée, 1985**)

V.3. 2. Détermination des paramètres organoleptiques

V.3. 2.1. Mesure de la turbidité

La turbidité correspond à la réduction de la transparence d'un liquide due à la présence de particules en suspension ou des matières colloïdales. Elle se mesure en faisant passer un faisceau lumineux à travers l'échantillon à tester (**Rejsek, 2002**).

Les mesures ont été réalisées sur le filtrat grâce à un spectrophotomètre (**DR2000**). (**Annexe I**).

V.3. 2.2. Mesure des MES

Les matières en suspension désignent l'ensemble des matières insolubles dans l'eau : sable, boues, argile, débris de roches, matière organique.

Les mesures ont été réalisées sur les filtrats grâce à un spectrophotomètre **DR2000** (**Annexe II**)

V.3. 2.3. Mesure du pH

Principe :

Le pH est en relation avec la concentration des ions hydrogène $[H^+]$ présent dans l'eau ou les solutions. La différence de potentiel existant entre une électrode de verre et une électrode de référence (Calomel KCl saturé). (**Rodier et al., 2009**). (**Annexe III**)

V.4. Conditionnement et déshydratation des boues.

V. 4.1. Préparation du flocculant naturel

Dans ce travail, nous avons conditionné l'échantillon de boue avec des chitosanes préparés à partir des carapaces de crevettes dans différentes conditions opératoires. (**Tableau V.1**).

Tableau V.1: Conditions opératoires de préparation des chitosanes

chitosanes	T° de DA	temps de DA	Notation du chitosane
Chitosane commercial (Fluka)	100-110°C	2 heures	ChitosCom
Carapace brute déminéralisée et désacétylée	30 °C	7 jours	CBDMDA7jT30
Carapace brute désacétylée	30 °C	7 jours	CBDA7jT30

V. 4.2. Stratégie de conditionnement et de déshydratation des boues

Le conditionnement de la boue a été assuré par la floculation utilisant un moteur d'agitation mécanique (**photo V.2**). La floculation de la boue s'effectue dans des béchers de 600 ml ayant 300 ml de boues mélangés à des doses croissantes du (0,5-5mg de chitosane/g de MS) (**Zemmouri, 2012**) de solution de chitosane dispersé dans 1% d'acide acétique. Le mélange subit une agitation à 250 tr/min pendant 20 secondes (coagulation). La vitesse d'agitation est ensuite réduite à 50 tr/min pendant 2 minutes (floculation) (**Zemmouri, 2012**). Les boues épaissies après conditionnement subissent les mêmes étapes que celles effectuées à la station Est de Tizi-Ouzou : déshydratation suivie du séchage naturel.

Dans notre travail, l'étape de déshydratation est assurée par une filtration classique représentée par la **photo V.3**. L'étape de séchage est réalisée à température ambiante (22-25°C).

**PhotoV.2 :** Essai de coagulation-floculation



PhotoV.3 : Déshydratation (filtration classique)

VI.1. Objectif

Le conditionnement des boues est une étape clé dans la déshydratation et le séchage de boues. La taille et la répartition des particules d'une suspension est une propriété fondamentale pour l'efficacité de la déshydratation. Le but du conditionnement est d'augmenter la taille des particules en combinant les petites particules en particules plus grosses.

L'objectif visé par cette recherche est d'étudier la performance des chitosanes comme biofloculants dans le conditionnement des boues urbaines. Pour cela, la caractérisation physico-chimique a été effectuée, pour mettre en évidence la nature des boues urbaines prélevées de la STEP et de choisir, par conséquent, leur traitement convenable.

Des expériences de coagulation-floculation ont permis d'étudier l'efficacité du chitosane additionné par rapport à sans ajout de floculant puis de comparer le comportement des différents chitosanes : ChitosCom (Fluka) et les chitosanes préparés au laboratoire à partir des carapaces de crevettes (CBDMDA7jT30 et CBDA7jT30).

VI.2. Caractérisation physico-chimique des boues épaissies

La boue ainsi prélevée présente des caractéristiques regroupées et présentées dans le **tableau VI.1**

Tableau VI.1: Caractéristiques physico-chimiques de la boue épaissie (prélevée en mai 2014, STEP Est de Tizi-Ouzou)

Paramètres	Valeurs
Température (°C)	22
Siccité (%)	3,49
pH	7,20
MVS (%)	4,16
MS (g)	10,37

L'élément le plus à considérer dans le cas de l'étude de la déshydratabilité des boues est le rapport MVS/MS, il permet de mettre en évidence la nature des boues et le traitement adéquat (**Degrémont, 2005**). En effet, si le rapport percentile MVS/MS est compris entre en 50 et 70%, les boues présenteront un caractère fortement organique et donc l'usage des

polyélectrolytes cationiques s'imposerait. Les polymères anioniques présenteraient, au contraire, une action défavorable, singulièrement à dosage élevé.

Tandis que si le même rapport (MVS/MS) est compris entre 30 et 35%, les boues prédominantes sont de matières minérales, les polyélectrolytes anioniques y sont alors plus efficaces. Toutefois, l'excès de ces réactifs au-delà d'une concentration optimale, est préjudiciable (**Degrémont, 2005**).

Dans notre cas, ce rapport est de 47,67%, la boue est donc de nature organique. Le traitement utilisant les polymères cationiques (le chitosane) est par conséquent convenable.

La boue présente un pH de 7,2, une siccité de 3,49% correspondant à 96,5% d'humidité et elle renferme des matières sèches de 10,37g pour un volume de 300ml.

VI.3. Etude du conditionnement et de la déshydratation

VI.3.1. Influence de la dose des flocculants sur la siccité du gâteau

Deux essais de filtration ont été réalisés sur les boues fortement humides: le premier, a permis d'obtenir un gâteau partiellement déshydraté (5mn de filtration) et le second un gâteau fortement déshydraté (filtration totale de la boue). La figure VI.1 représente l'évolution de la siccité (S_c) du gâteau en fonction de la dose de chaque flocculant testé dans les deux conditions de la déshydratation.

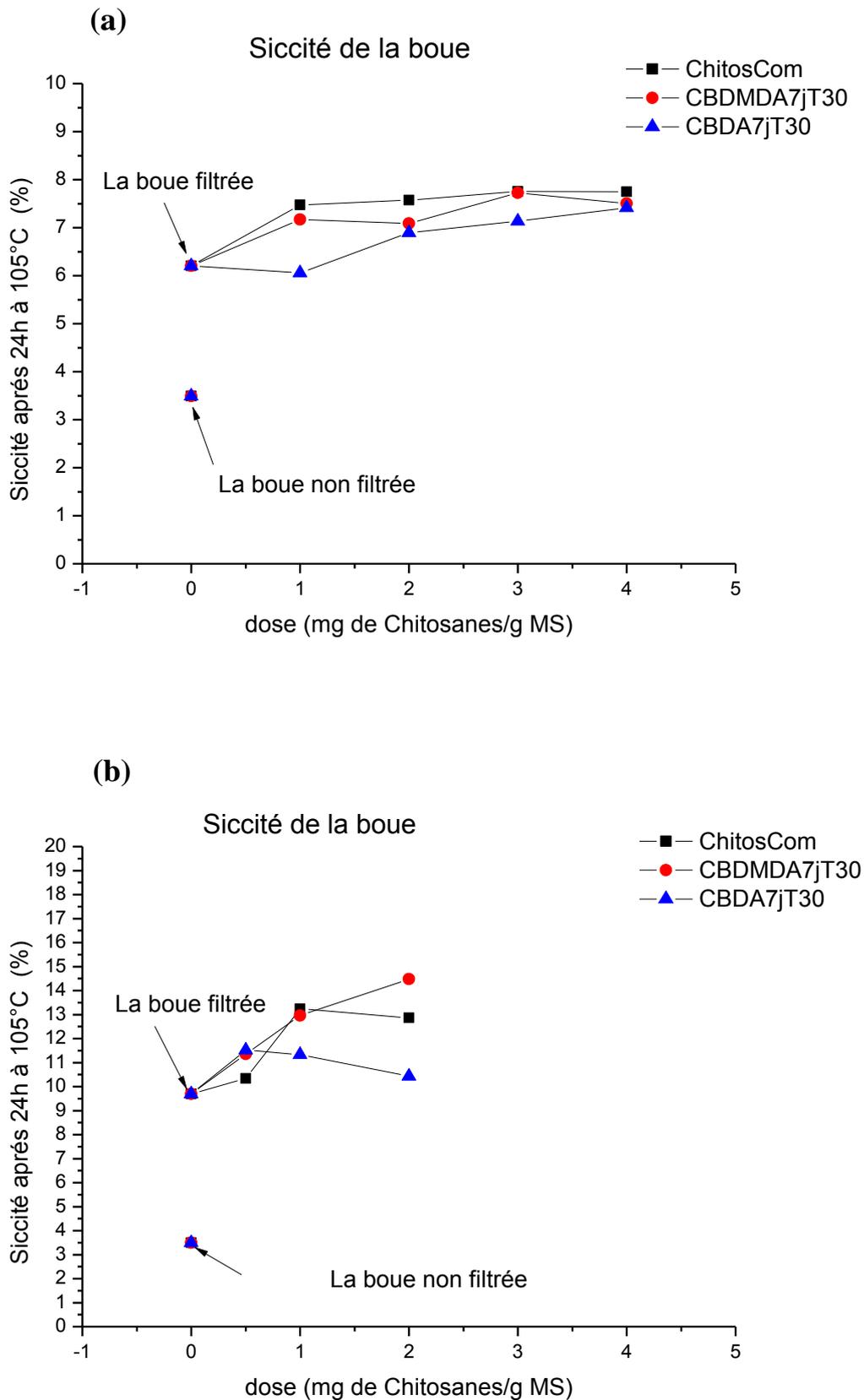


Figure VI.1 : Evolution de la siccité du gâteau en fonction de la dose des flocculants
 (a) : après 5mn de filtration, (b) : filtration complète

a) après 5mn de filtration

La **figure VI.1** (a) montre que:

1. la boue non filtrée présente une siccité de 3,49%. La boue est fortement humide
2. En absence de flocculant, la siccité du gâteau est de 6,18%. , la filtration a donc améliorée la siccité de la boue épaissie.
3. L'ajout de différents chitosanes (ChitosCom, CBDMDA7jT30, CBDA7jT30) ont permis d'améliorer la siccité du gâteau : le chitosane CBDMDA7jT30 et le chitosCom ont permis d'avoir une siccité maximale de 7,76% pour une même dose correspondant à 3mg de chitosane /g MS, par contre le chitosane CBDA7jT30 permet à son tour d'avoir une siccité maximale de 7,42% pour une dose plus élevée de 4mg du chitosane /g MS.

b) Filtration complète

La figure VI.1 (b) montre une nette amélioration de la siccité du gâteau avec l'augmentation du temps de filtration et ce pour toutes les doses utilisées et pour tous les chitosanes testés.

En effet, le chitosane CBDMDA7jT30 a permis d'avoir une siccité maximale de 14,48% pour une dose de 2mg de chitosane /g MS, alors qu'elle n'est que de 9,68% en absence de flocculant. Pour le ChitosCom, on obtient une siccité maximale de 13,23% pour une dose plus faible de 1mg de chitosane /g MS. Le chitosane CBDA7jT30 a permis aussi d'avoir une siccité maximale de 11,5% pour une dose très faible de 0,5mg de chitosane /g MS. Avec les chitosanes ChitosCom et CBDA7jT30, l'augmentation des doses, au-delà des valeurs citées précédemment n'améliore pas la siccité (Sc diminue). Par contre pour CBDMDA7jT30, les doses plus élevées que 2mg de chitosane /g MS peut probablement élever la siccité du gâteau.

Ces résultats ont été comparés à ceux, obtenus avec **ZEMMOURI.H (2012)**, elle a obtenu une siccité maximale de 17,42% pour une dose de 1,73 mg chitosane commercial /g MS par le procédé de centrifugation, et une siccité de 35,01% à la dose de 4,8 mg chitosane commercial/g MS par le procédé de filtration sous-pression.

VI.3.2. Influence de la dose de flocculants sur le volume du filtrat

La **figure VI.2** donne l'évolution du volume de filtrat en fonction de la dose pour chaque chitosanes (ChitosCom, CBDMDA7jT30, CBDA7jT30) avec les deux essais de filtration.

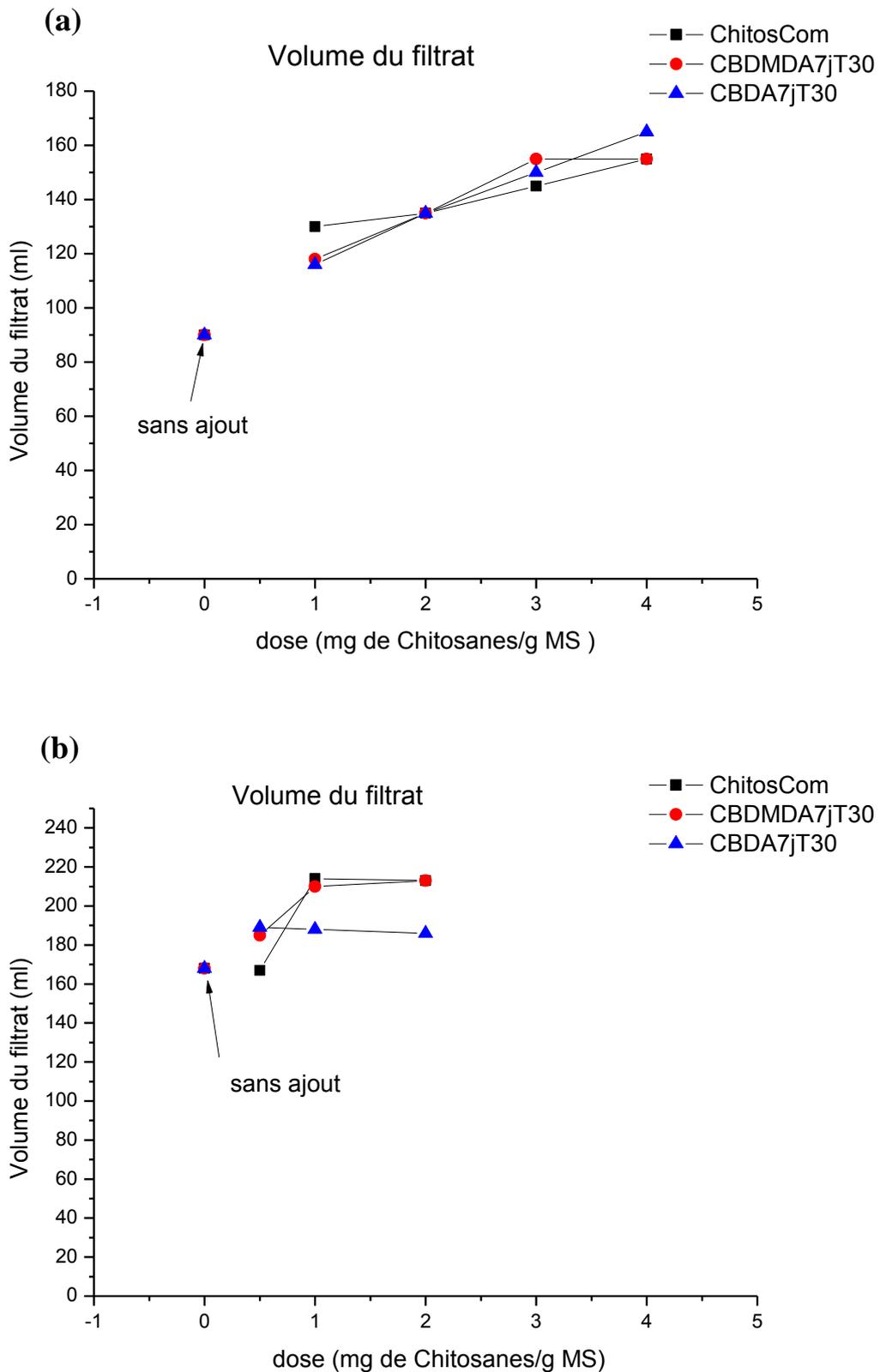


Figure VI.2 : Evolution du volume du filtrat en fonction de la dose des flocculants.

(a) : après 5mn de filtration, (b) : filtration complète

a) après 5mn de filtration

En absence de flocculant, le volume du filtrat est très faible (89ml). Ceci pourrait être dû à la difficulté de l'infiltration et du passage de l'eau vers le bas en raison de la présence des matières colloïdales gênant la libération des molécules d'eau. Avec l'ajout de différents chitosanes, le volume du filtrat augmente rapidement avec la dose : pour le ChitosCom, et le chitosane CBDA7jT30 on atteint des volumes de 154ml et de 165ml respectivement avec la dose de 4mg de chitosane/g de MS, et pour le chitosane CBDMDA7jT30, le volume maximum est de 155ml pour une dose de 3mg de chitosane/g de MS

b) filtration complète :

Avec l'augmentation du temps de filtration, on remarque qu'il y a une augmentation du volume du filtrat avec toutes les doses et pour tous les chitosanes utilisés ce qui explique l'amélioration de la siccité du gâteau par déshydratation

En absence du flocculant, le volume du filtrat est de 168ml. L'ajout de ChitosCom a permis d'augmenter le volume pour atteindre un maximum de 214ml à la dose de 1mg de chitosane/g MS. Au-delà de cette dose il n'y a pas de variation du volume du filtrat.

Le chitosane CBDMDA7jT30 semble être meilleur que le chitosane commercial puisque le volume du filtrat continu à augmenter. A la dose de 2mg de chitosane/g MS, il est de 214ml.

Pour le chitosane CBDA7jT30, le volume du filtrat atteint 188ml à la dose faible de 0,5mg de chitosane/g MS.

Entre 0,5 et 2 mg de chitosane/g MS, le volume se stabilise.

VI.3.3. Influence de la dose de flocculants sur la turbidité du filtrat

La **figure VI.3** montre la modification physico-chimique (turbidité) du filtrat lorsque des chitosanes ont été ajoutés à la boue humide.

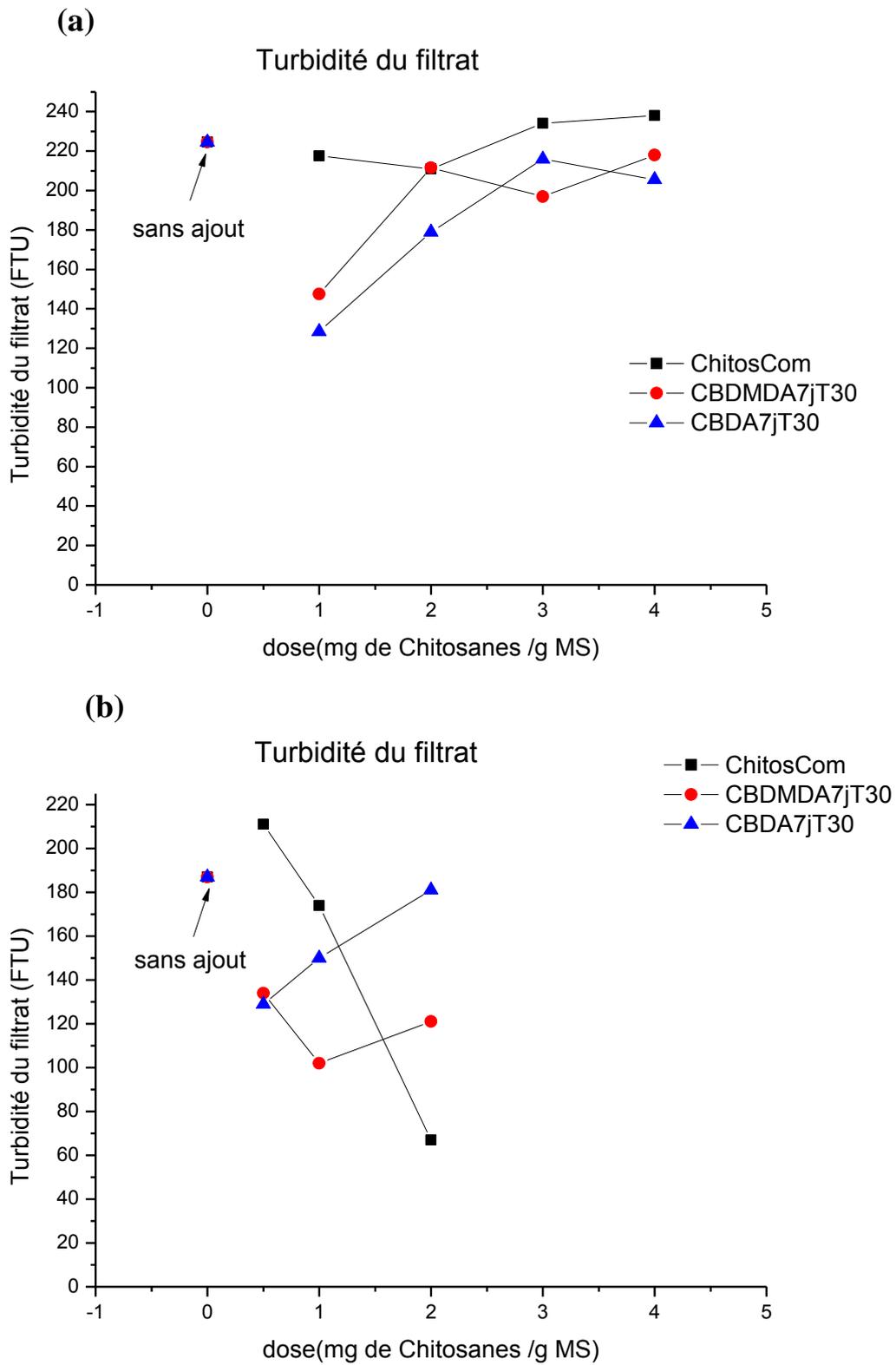


Figure VI.3 : Evolution de la turbidité du filtrat à différentes doses de chitosanes. (a) : après 5mn de filtration, (b) : filtration complète

a) après 5mn de filtration

En absence du flocculant, le filtrat manifeste une turbidité de 224FTU. L'ajout de différents chitosanes à faibles doses provoque une diminution de la turbidité : pour le chitosane chitosCom, elle est de 216FTU et de 210FTU pour les doses de 1 et 2mg de chitosane/g MS respectivement; pour les chitosanes CBDMDA7jT30 et CBDA7jT30, la turbidité est 147FTU et 129FTU, respectivement pour la dose de 1mg de chitosane/g MS.

L'augmentation de la dose des chitosanes influe sur la turbidité. Plus la dose augmente, plus la turbidité augmente: pour les chitosanes ChitosCom et CBDMDA7jT30, la turbidité est de 237FTU et 218FTU, respectivement. Pour une dose de 4mg de chitosane/g MS, et enfin pour le chitosane CBDA7jT30 la turbidité maximale est de 216FTU pour les doses de 3 et 4mg de chitosane/g MS.

b) Filtration complète

Avec un gâteau suffisamment déshydraté, la turbidité du filtrat reste toujours inférieur à celui sans ajout du flocculant. Les différents chitosanes utilisés ont permis de mieux coaguler les particules présentes dans la boue humide.

VI.3.4. Influence de la dose de flocculants sur les MES du filtrat

La **figure VI.4** montre que les différents chitosanes utilisés présentent une influence sur les MES du filtrat. La variation des MES va dans le sens que la turbidité. L'évaluation du paramètre MES est utilisée car il nous indique la quantité de matière, y compris les chitosanes, présentes dans le filtrat.

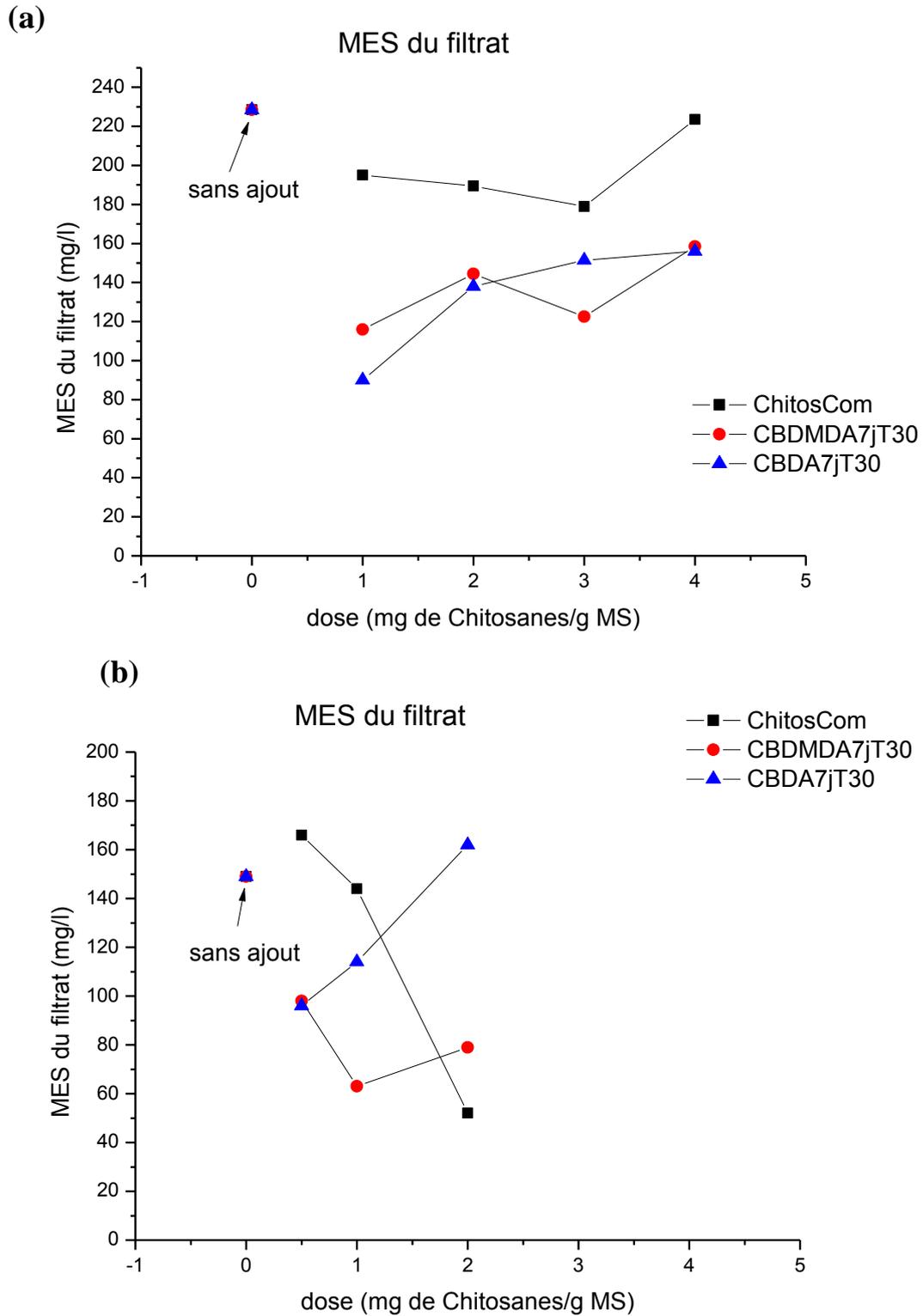


Figure VI.4 : Evolution des MES du filtrat en fonction de la dose des chitosanes. (a) : après 5mn de filtration, (b) : filtration complète

a) Après 5mn de filtration

En absence du flocculant, le filtrat présente une concentration en MES de 227mg/l. L'ajout de différents chitosanes à de faibles doses conduit à une diminution des MES du filtrat : pour le chitosane ChitosCom, la concentration minimale en MES est de 178mg/l à la dose de 3mg de chitosane /g MS. Pour les chitosanes CBDMDA7jT30 et CBDA7jT30, la concentration minimale en MES est de 115 et 90mg/l à la dose de 1mg de chitosane / mg de MS.

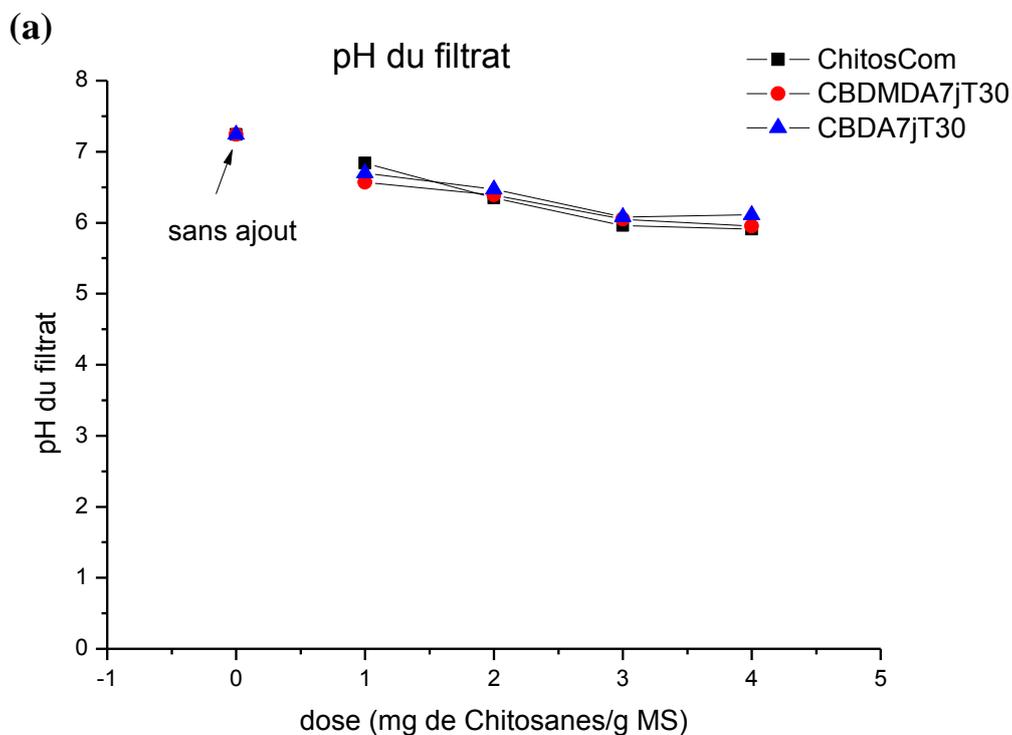
L'augmentation de la dose de chaque chitosanes augmente la concentration des MES dans le filtrat, avec la dose de 4mg de chitosane/g MS, pour le chitosane chitosCom la concentration maximale en MES est de 222mg/l pour les deux chitosanes CBDMDA7jT30 et CBDA7jT30, la concentration maximale de MES est de 158mg/l.

b) Filtration complète

Avec un gâteau suffisamment déshydraté, les MES du filtrat sont inférieures à celui sans ajout de chitosanes.

VI.3.5. Influence de la dose de flocculants sur le pH du filtrat

La **figure VI.5** donne l'évolution du pH de filtrat en fonction de la dose pour chaque chitosane (ChitosCom, CBDMDA7jT30, CBDA7jT30) avec les deux essais de filtration.



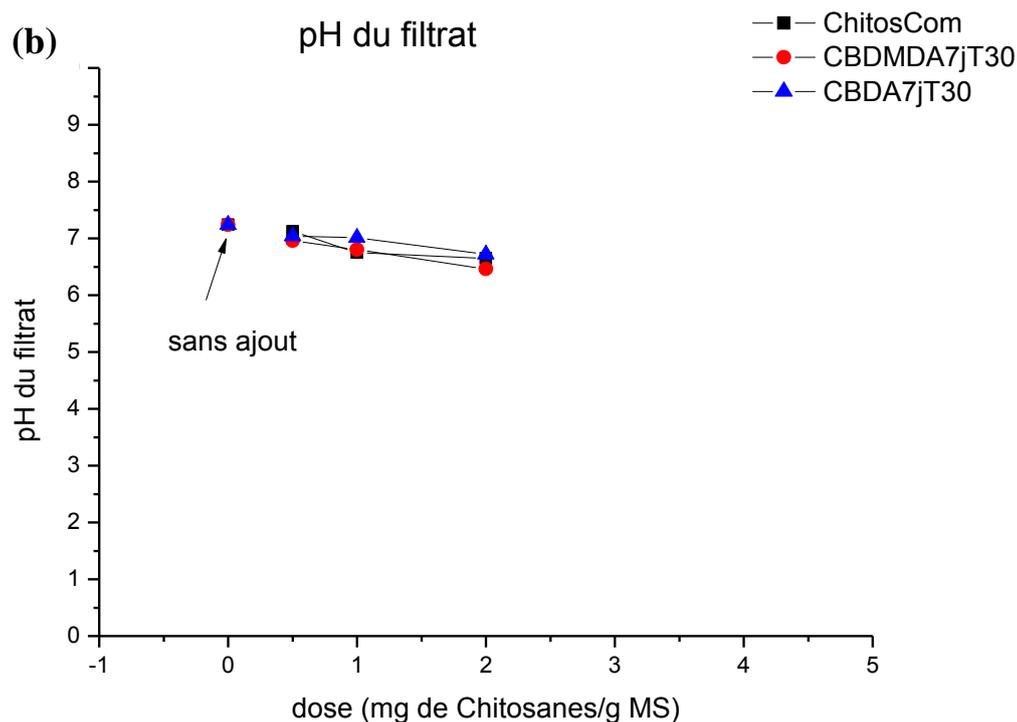


Figure VI.5 : Evolution du pH des filtrats en fonction de la dose des chitosanes. (a) : après 5mn de filtration, (b) : filtration complète

Les courbes obtenues sont presque identiques pour les deux essais de déshydratation utilisés (filtration 5mn et filtration complète).

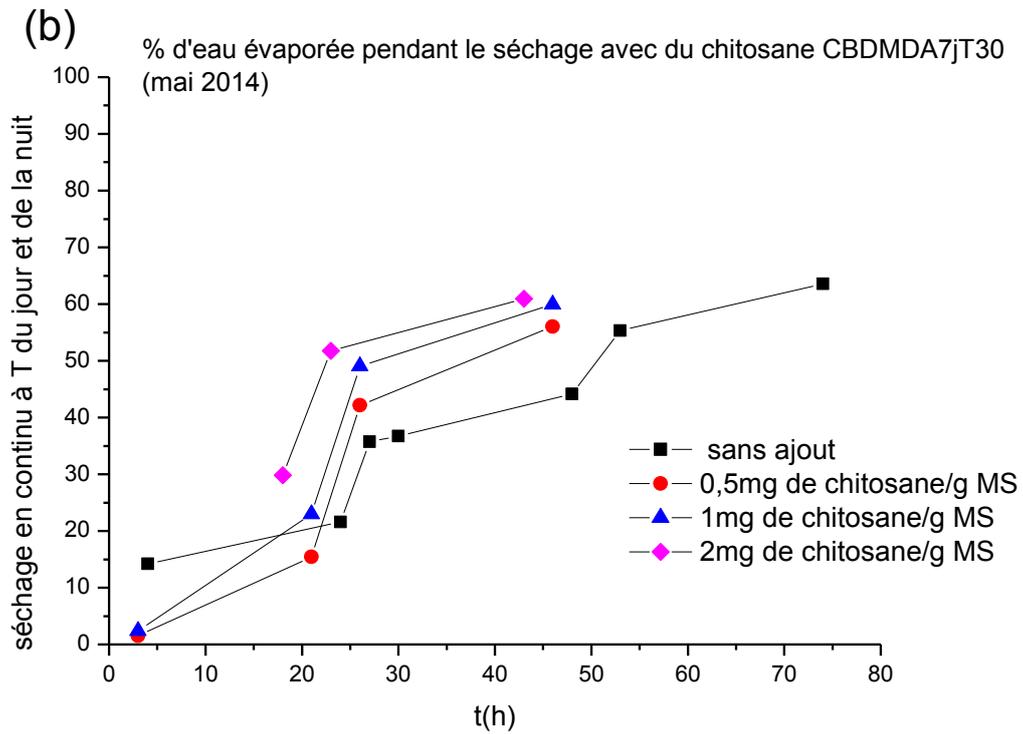
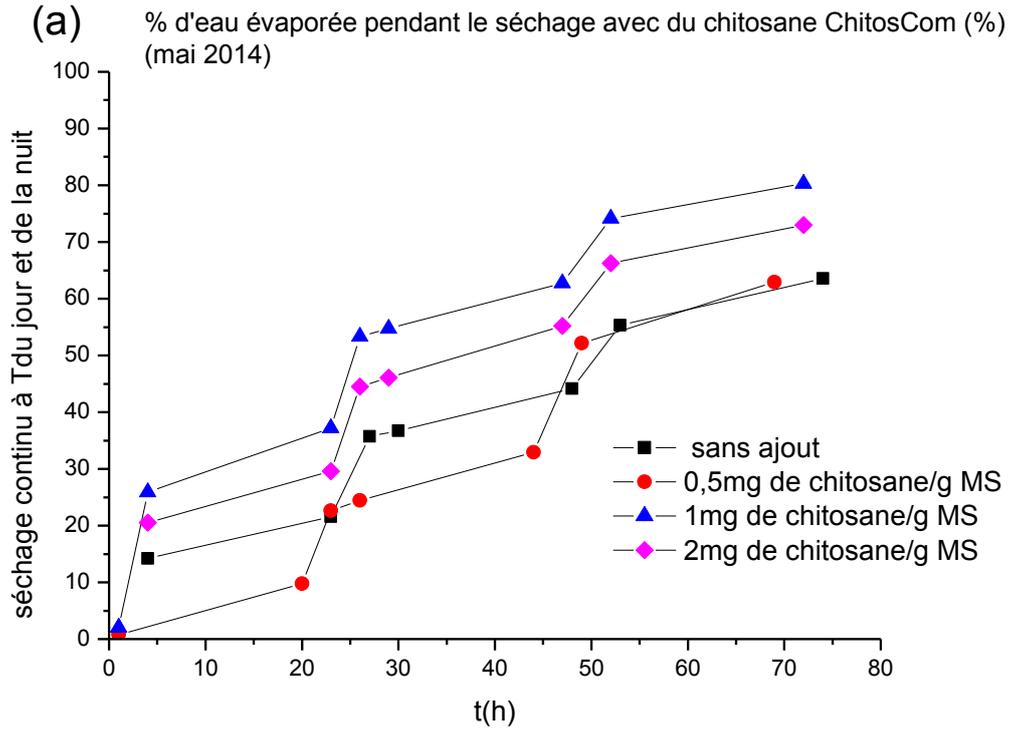
Le pH initial de la boue non filtrée est de 7,20. En absence de flocculant, le pH du filtrat est de 7,24, avec l'ajout des chitosanes le pH du filtrat diminue légèrement en fonction de la dose utilisée (pH, compris entre 3-4) cette faible acidification des chitosanes est due à l'acide acétique (1%) utilisé pour solubiliser les chitosanes.

Le pH varie entre 6,04 et 7,06, il augmente avec la diminution de la dose de chitosanes.

VI.4. Etude du séchage des boues

La **figure VI.6** donne l'évolution de séchage du gâteau à température ambiante (22-25°C) en fonction du temps pour chaque chitosanes (ChitosCom, CBDMDA7jT30, CBDA7jT30)

L'essai de filtration complète a été adoptée puisque les résultats de siccité du gâteau et de volume, des MES, de la turbidité et du pH du filtrat sont meilleurs.



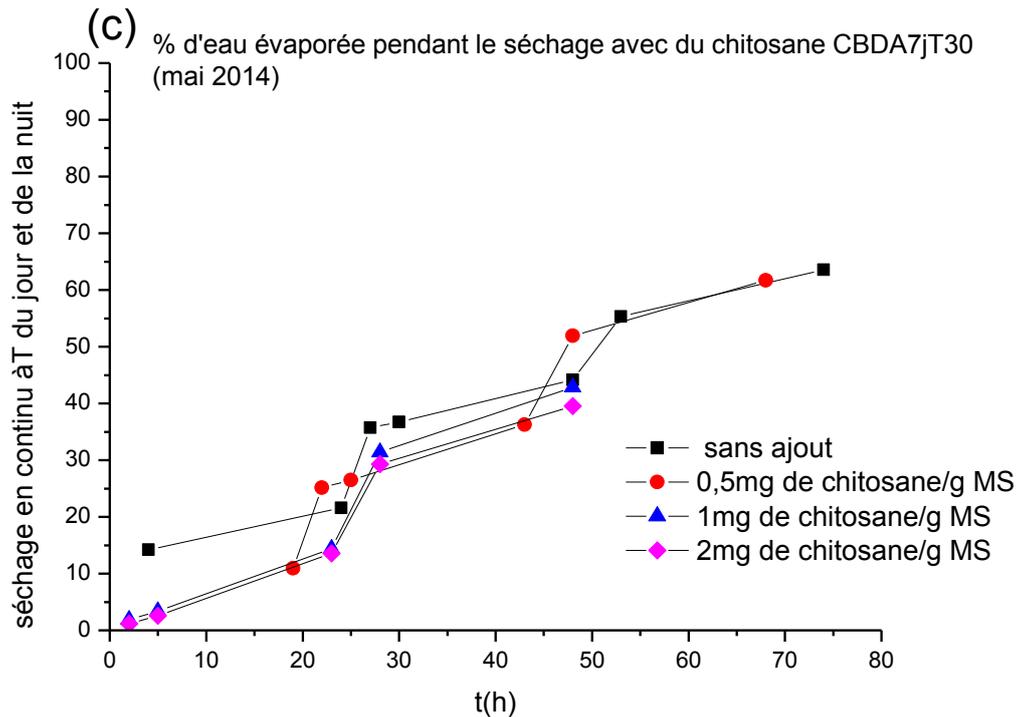


Figure VI.6 : l'évolution de % d'eau évaporée pendant le séchage du gâteau en fonction du temps pour chaque chitosanes (ChitosCom, CBDMDA7jT30, CBDA7jT30) à température du jour et de la nuit.

Le séchage naturel du gâteau montre qu'il y a évaporation de l'eau présente dans les boues déshydratées.

L'ajout des chitosanes dans les boues épaissies a permis d'accélérer le temps de séchage contrairement à l'absence de flocculant.

Les **figures VI.6 a et b** montrent que plus la dose augmente, plus le taux de séchage est important. Par exemple en 24 heures, le ChitosCom atteint un maximum (55%) à la dose de 1mg de chitosane/g MS. Pour CBDMDA7jT30, ce même taux est atteint à la dose plus élevée 2mg de chitosane/g MS.

Les deux chitosanes ChitosCom et CBDMDA7jT30 sont montrés leur efficacité dans le séchage à température ambiante des boues de la STEP Est de Tizi-Ouzou. Leur siccité est donc (**figure VI.6**) a été augmentée. Par contre, le chitosane CBDA7jT30 semble ne pas améliorer la siccité de la boue (**figure VI.6 C**).

Partie I : Conclusion générale sur le conditionnement des boues

Les stations d'épuration des eaux usées génèrent d'énormes quantités de boues. La filière boue englobe l'ensemble des opérations visant à modifier leurs caractéristiques afin de rendre leur destination finale fiable et sans risque environnemental. Parmi ces opérations, le conditionnement basé sur le processus de coagulation-floculation, permet d'améliorer la déshydratation des boues. Des polymères synthétiques sont les plus communément utilisés comme conditionneurs. Malgré le rôle important qu'ils puissent jouer, leur utilisation à long terme peut avoir un effet nuisible sur la santé humaine.

Le but recherché a été d'étudier l'efficacité du chitosane dans le conditionnement chimique des boues urbaines issues de la station d'épuration des eaux usées de l'ONA, Tizi-ouzou.

Le calcul du rapport MVS/MS (47,65%) de la boue collectée, après l'étape de l'épaississement, a montré qu'elle est de nature organique. Ceci est dû au fait que les eaux épurées sont de sources urbaines. Ce résultat a montré que l'usage du chitosane comme polyélectrolyte cationique est convenable.

Dans cette étude, différents chitosanes ont été testés : le chitosane commercial (ChitosCom (Fluka)) et les chitosanes préparés au laboratoire à partir des carapaces de crevettes (CBDMDA7jT30 et CBDA7jT30). Des comparaisons ont été faites entre ces différents chitosanes et sans ajout.

Deux essais de filtration ont été réalisés sur les boues : le premier (5mn de filtration) a permis d'obtenir un gâteau partiellement déshydraté et le second un gâteau fortement déshydraté filtration totale de la boue.

Pour chaque essai et pour chaque dose testée (de 0,5 jusqu'à 4mg de chitosanes/g de MS), différents paramètres ont été suivis: la siccité du gâteau, le volume, la turbidité, les MES et le pH du filtrat. Les résultats obtenus nous ont permis de tirer les observations suivantes :

-La siccité de la boue humide (non filtrée) est de 3,49%. Les boues de la STEP sont donc fortement humides (humidité >96%)

-La siccité de la boue après 5mn de filtration classique est de 6,18%, Avec l'ajout des chitosanes, on a une amélioration de la siccité du gâteau, les chitosanes ChitosCom et CBDMDA7jT30 ont une siccité maximale de 7,76% à la dose de 3mg de chitosane /g MS, avec le chitosane CBDA7jT30 elle est de 7,42% pour une dose plus élevée de 4mg du chitosane /g MS.

En augmentant le temps de filtration classique (jusqu'à l'obtention d'un gâteau fortement déshydraté), il a été montré qu'il y a eu une amélioration de la siccité du gâteau : elle est de 9,68% en absence de flocculant, elle atteint un maximum de 14,65% avec le chitosane

Partie I : Conclusion générale sur le conditionnement des boues

CBDMDA7jT30 à la dose de 2mg de chitosane/g de MS, 13,23% avec le chitosane ChitosCom à la dose de 1mg de chitosane /g MS et de 11,5% avec le chitosane CBDA7jT30 à la dose de 0,5mg de chitosane /g MS

-Le volume du filtrat, varie dans le même sens que la siccité du gâteau il est important lorsque la siccité du gâteau est élevée.

-l'utilisation de faible doses de chitosane diminue la turbidité et les MES du filtrat. L'augmentation de la dose des chitosanes engendre l'augmentation de la turbidité et les MES du filtrat, on raison de la présence des molécules de chitosanes.

-Le pH diminue légèrement, en fonction de la dose utilisée des chitosanes, cela est dû à l'acide acétique utilisé pour solubiliser les chitosanes, mais il reste toujours dans l'intervalle recommandé

L'ensemble des essais réalisés au cours de cette recherche permet de conclure que :

- Le procédé de coagulation-floculation des boues de la STEP Est de Tizi-Ouzou par le chitosane a permis une amélioration de la siccité du gâteau (14,65% avec CBDMDA7jT30, 13,23% avec ChitoCom, 11,5% avec CBDA7jT30 et 9,65% sans ajout).

-l'étape de séchage est indispensable après déshydratation car le gâteau obtenu est partiellement déshydraté et donc pas suffisamment sec.

Comme perspective, il serait intéressant:

D'optimiser les conditions de coagulation-floculation

De suivre la siccité du gâteau pendant le séchage naturel.

VII.1. Matériel utilisé au laboratoire UMMTO

- Spectrophotomètre de marque **medline** UV-visible MD-2100uv.
- Agitateur magnétique MR3001 K.
- pH Mètre de marque HANNA instruments pH 211
- Balance analytique de marque Bioneer max de 210g
- Verreries courantes de laboratoire: fioles jaugées, entonnoirs, béchers, pipettes, éprouvettes, tubes à essai, flacons, pissettes...
- Micropipette (100-1000 μ l)
- Pied à coulisse: marque : STAINLESS HARDENED (mm/inch).
- Loupe de marque JEULIN WF1 10X/Q20.

VII.2. Produits utilisés au laboratoire UMM TO

- Acide acétique 99-100% de pureté, d=1,5 de marque ANALAR NORMAPUR
- Hydroxyde de sodium NaOH (M=40g/mol) de marque BIOCHEM
- Chitosane commercial (Fluka)
- Le colorant (BS)

VII.3. Préparation des billes de chitosane

Les différents chitosanes utilisés dans ce travail ont été préparés dans les conditions données dans le **tableau VII.1.**

Pour préparer les billes de chitosanes, nous avons suivi le protocole de Feraoun Ibrahim (**thèse de doctorat, non soutenue. Université de Médéa**). Du chitosane a été dissous dans une solution d'acide acétique 2N, le mélange est ensuite versé goutte à goutte dans une solution de NaOH 2N à travers une aiguille de seringue 20 G à débit relativement lent et sous agitation de sorte à obtenir des billes de gel. Les billes, ainsi obtenues, sont laissées reposer dans la solution toute la nuit. Ensuite les billes sont filtrées et lavées de l'eau distillée plusieurs fois jusqu'à ce que le pH de l'eau de lavage soit neutre.

Tableau VII.1 : Conditions opératoires de préparation des chitosanes.

Chitine/chitosane	T ^{ure} de DA	Le temps de DA	Notation du chitosane
Chitosane commercial (Fluka)	100 à 110 °C	2 heures/	ChitosCom (fluka)
Chitine purifiée par voie chimique purifiée (Kadouche, 2013)	30 °C	10 j	ChitiChimDA10jT30
	25 °C	13 j	ChitiChimDA13jT25
Chitine purifiée par voie biologique (Arbia, 2013)	30 °C	13 j	ChitiBioDA13jT30
Chitine commerciale (Fluka)	30 °C	13 j	ChitiComDA13jT30

VII.4. Caractéristiques du colorant

VII.4.1 Nature du colorant

Le colorant azoïque, sujet de cette étude, est le bleu de sulfonyl (BS) utilisé dans l'industrie textile. Le colorant est commercialisé à l'état de poudre, soluble dans l'eau et donne une couleur bleu en solution aqueuse avec un pH initial de l'ordre de 6. Sa formule chimique est inconnue.

VII.4.2 Etablissement de la courbe d'étalonnage

La spectrophotométrie est la technique utilisée pour doser le colorant, elle consiste à faire passer un faisceau de lumière monochromatique de longueur d'onde λ d'intensité I transmise par la solution. Le dosage du bleu de sulfonyl a été effectué à la longueur d'onde d'adsorption maximale de 587nm.

A partir d'une solution mère de BS de concentration 1 g/l, une série de solutions de concentrations bien déterminées (de 10-50mg/l) a été préparée par dilution successive. Nous établissons ensuite la droite d'étalonnage (**annexe IV**).

VII.5. Préparation des solutions de colorant

Des solutions de colorant à des concentrations variables de 10 à 300mg/l, ont été préparées à partir d'une solution mère dont la concentration est de 1g/l.

VII.6 Etude de la cinétique de biosorption

Toutes les expériences de biosorption en mode batch ont consisté à mettre en contact, dans un bécher, sous faible agitation, à température ambiante (22-25°C) et pH libre, une quantité précise de biosorbants (1g de différents chitosanes) avec une solution synthétique de colorant bleu de sulfonyl de volume et de concentration connus.

La détermination de la cinétique de biosorption se fait par l'évaluation de la concentration résiduelle du colorant à différents intervalles de temps.

La capacité de fixation, exprimée en mg de colorant adsorbé par gamme de biosorbant est calculée par :

$$q = \frac{(C_0 - C_t)V}{m}$$

C_0 : concentration du colorant dans la solution à $t=0$ (mg/l)

C_t : concentration du colorant dans la solution à l'instant t (mg/l)

V : volume de la solution (l)

m : masse du biosorbant (g)

q : capacité d'adsorption (mg/g)

VIII.1. Objectif

Dans cette partie, on s'est intéressé à la préparation d'un adsorbant naturel ou biosorbant, formé de billes de chitosane en vue de son utilisation comme biosupport dans l'adsorption du colorant du textile : le bleu de sulfonyle (BS).

Des expériences d'adsorption en mode batch ont été réalisées à température ambiante (22-25°C) en vue de mettre en évidence l'efficacité des différentes billes de chitosanes préparés à partir de plusieurs chitosanes (ChitoCom, ChitiChimDA10jT30, ChitiChimDA13jT25, ChitiBioDA13jT30 et ChitiComDA13jT30). Pour chaque chitosane, il a été étudié la cinétique d'adsorption à différentes concentrations initiales en colorant BS (10-300mg/l).

VIII.2. Interprétation des résultats obtenus

VIII.2.1. Morphologie et taille des billes

Les billes humides obtenues après leur synthèse sont sphériques (**photo VIII.1**) avec tous les chitosanes sauf pour ChitiComDA13jT30., la taille et la masse de différentes billes de chitosane sont données dans le **tableau VIII.1**. La taille varie entre 1,76 mm et 2,79 mm et la masse totale des billes obtenues pour chaque chitosanes est la même 11,6g.

Pour le ChitiComDA13jT30, elle est de seulement de 10,15g

Les billes ont été observées par une loupe, elles présentent une surface lisse, et le volume interne plein (billes remplies).

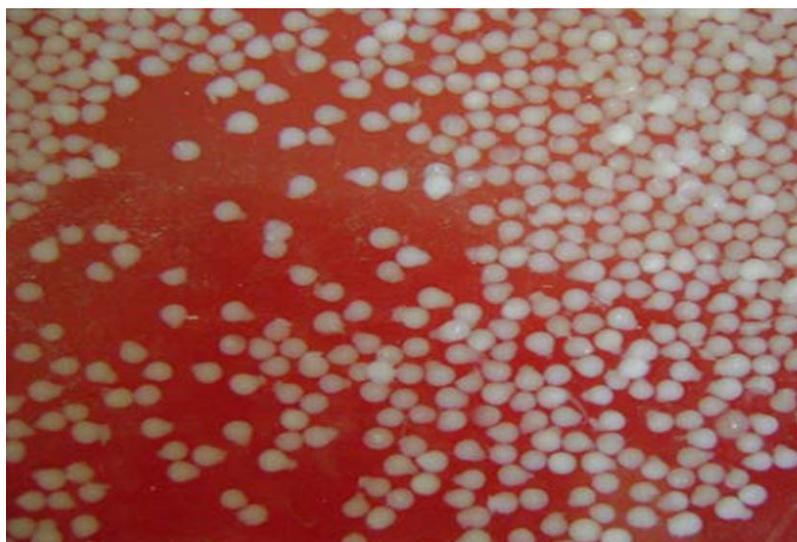


Photo VIII.1 : Les billes de chitosane (ChitoCom)

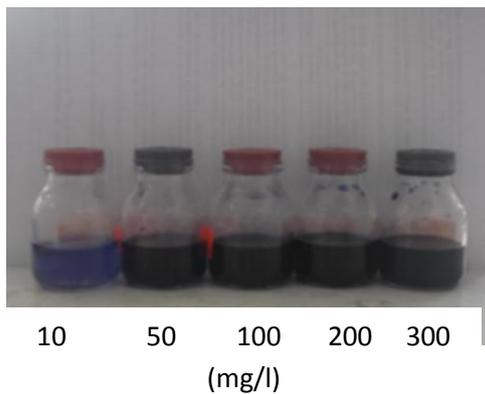
Tableau VIII.1 : Morphologie et tailles des billes de chitosanes.

Billes de chitosanes	Forme	Masse totale des billes (g)	Taille (mm)
ChitosCom	sphérique	11,64	1,76 - 2,29
ChitiChimDA10jT30	sphérique	11,51	2,07 – 2,79
ChitiChimDA13jT25	sphérique	11,65	1,81 – 2,17
ChitiBioDA13jT30	sphérique	11,6	1,85 – 2,27
ChitiComDA13jT30	Pas de forme	10,15	/

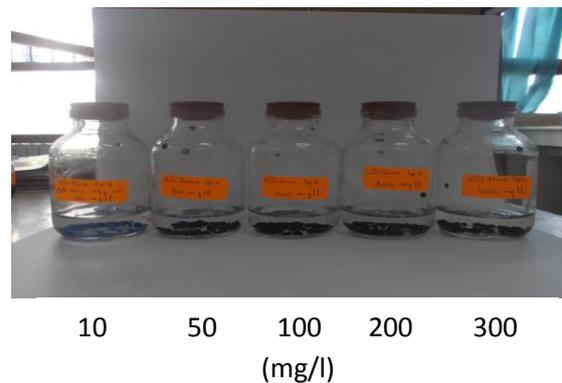
VIII.2.2. Photos de la décoloration

Quelques photos sont données pour deux chitosanes :ChitosCom etChitiBioDA13j T30.

a : sans ajout de chitosane



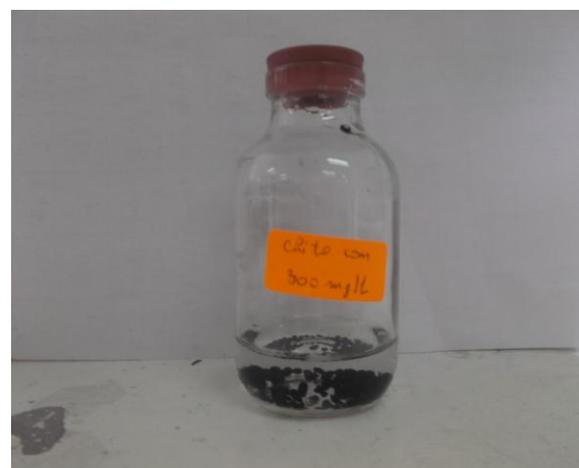
b :chitiBio DA13j T30 après 14j



c : ChitoCom après
24h (Ci : 10mg/l)



d : ChitoCom après 7j
(Ci : 300mg/l)

**Photo VIII.2** : Décoloration des eaux par les billes de chitosane.

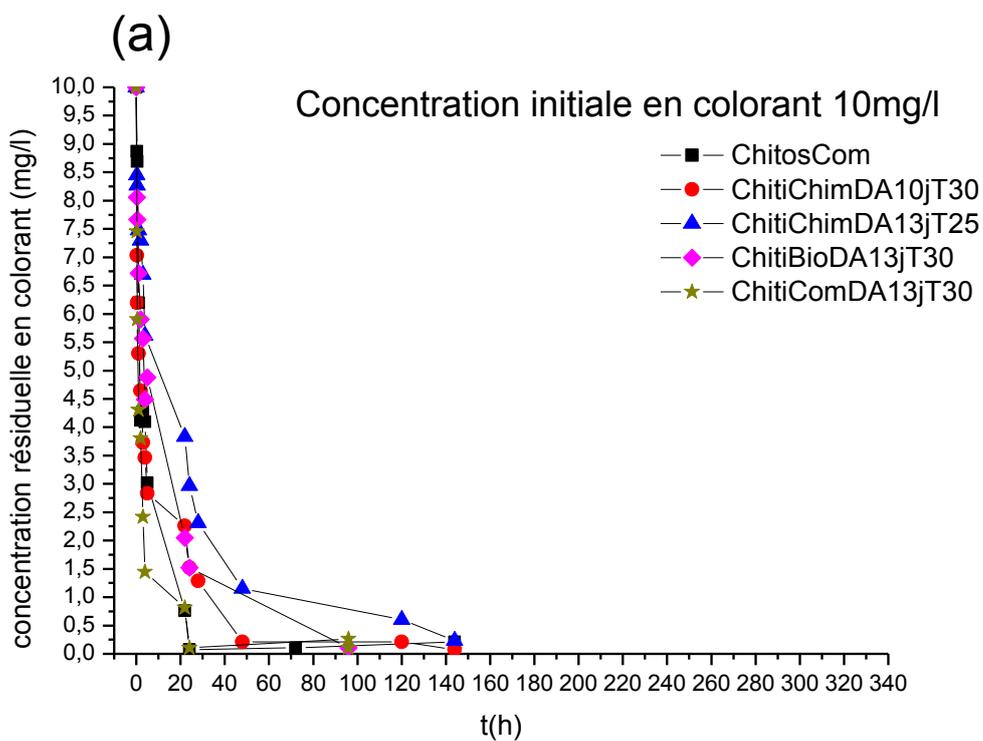
Ces différentes photos montrent qu'il y a eu décoloration des eaux par les billes de chitosanes préparés au laboratoire.

La solution est totalement transparente dans l'intervalle des concentrations initiales (10-300mg/l).

VIII.2.3. Influence de la concentration initiale en colorant sur les différents chitosanes

VIII.2.3.1. Concentration initiale de 10 mg/l

La figure VIII.1 représente la concentration résiduelle en colorant BS (a) et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes (ChitosCom, ChitiChimDA10jT30, ChitiChimDA13jT25, ChitiBioDA13jT30 et ChitiComDA13jT30).



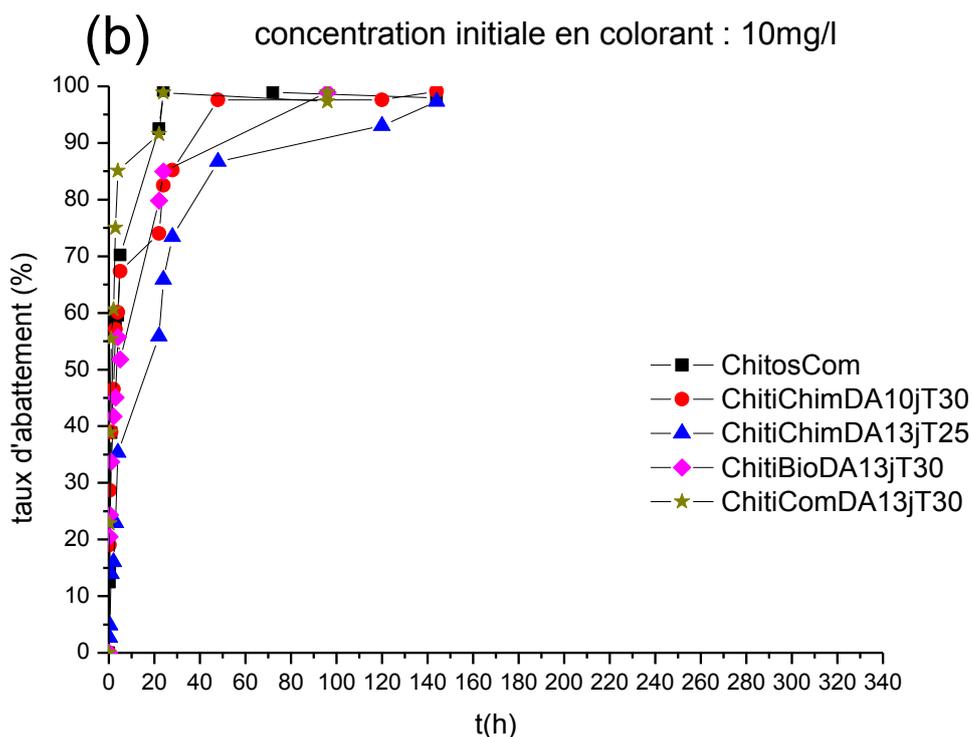


Figure VIII.1 : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS (a) et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 10mg/l.

A la concentration initiale de 10mg/l, les 5 chitosanes **ChitosCom**, **ChitiChimDA10jT30**, **ChitiChimDA13jT25**, **ChitiBioDA13jT30**, **ChitiComDA13jT30** ont tous permis de réduire la concentration résiduelle du colorant à de très faibles valeurs :

1- une chute rapide de la concentration résiduelle en colorant au cours des 4 premières heures de contact : avec le chitosane **ChitosCom**, on atteint un taux d'abattement de 59,50% avec une concentration résiduelle en colorant de 4,08mg/l ; avec le chitosane **ChitiChimDA10jT30**, il est de 60,18% avec une concentration résiduelle en colorant de 3,43mg/l ; avec le chitosane **ChitiChimDA13jT25**, il est de 35,34% avec une concentration résiduelle en colorant de 5,62mg/l ; avec le chitosane **ChitiBioDA13jT30**, il est de 55,29% avec une concentration résiduelle en colorant de 4,50mg/l et avec le chitosane **ChitiComDA13jT30**, il est de 85,04% avec une concentration résiduelle en colorant de 1,45mg/l.

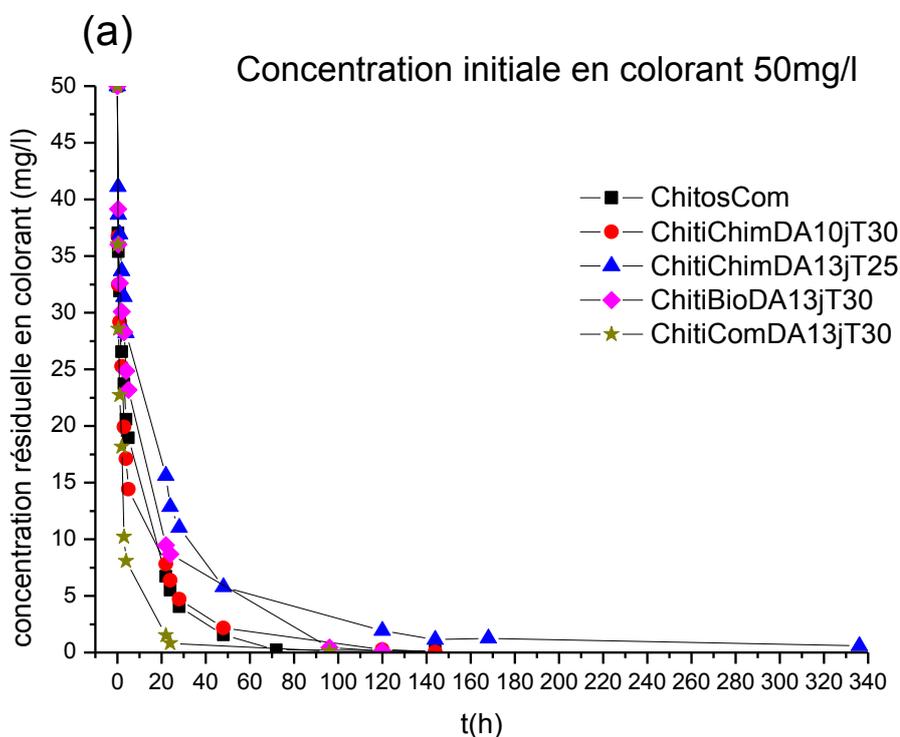
2-Au bout de 24 heures, avec le chitosane **ChitosCom** on atteint un taux d'abattement de 98,68% avec une concentration résiduelle en colorant de 0,099mg/l ; avec le chitosane **ChitiChimDA10jT30**, il est de 82,59% avec une concentration résiduelle en colorant de 1,53mg/l ; avec le chitosane **ChitiChimDA13jT25**, il est de 66,74% avec une concentration résiduelle en colorant de 2,93mg/l ; avec le chitosane **ChitiBioDA13jT30**, il est de 85,04%

avec une concentration résiduelle en colorant de 1,50mg/l et avec le chitosane **ChitiComDA13jT30**, il est de 99,03% avec une concentration résiduelle en colorant de 0,099mg/l.

3-Le taux d'abattement continue à augmenter pour atteindre des taux maximums à différents temps selon le chitosane utilisé : avec le chitosane **ChitiBioDA13jT30** (99,39%), il est de 4jours et avec les chitosanes **ChitiChimDA10jT30** et **ChitiChimDA13jT25** (98,68%), il est de 6jours. Avec les chitosanes **ChitosCom** et **ChitiComDA13jT30**, l'augmentation du temps de contact, au-delà d'une journée, n'améliore pas le taux d'adsorption du colorant BS.

VIII.2.3.2. Concentration initiale de 50 mg/l

La **figure VIII.2** représente la concentration résiduelle en colorant BS (a) et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes. (ChitosCom, ChitiChimDA10jT30, ChitiChimDA13jT25, ChitiBioDA13jT30 et ChitiComDA13jT30).



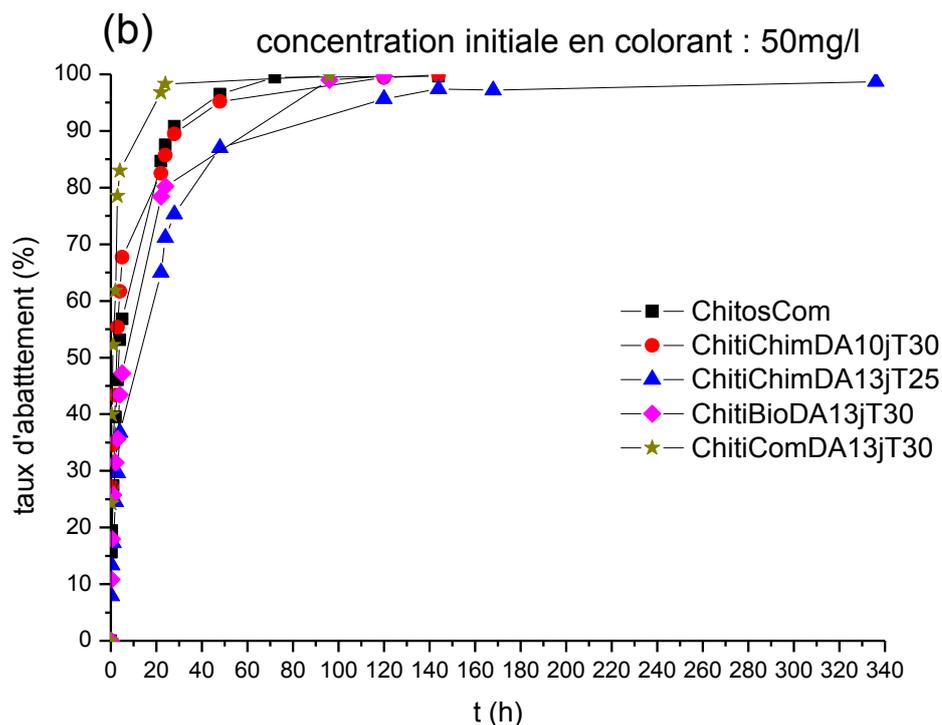


Figure VIII.2 : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS (a) et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 50mg/l.

A la concentration initiale de 50mg/l, les 5 chitosanes **ChitosCom**, **ChitiChimDA10jT30**, **ChitiChimDA13jT25**, **ChitiBioDA13jT30**, **ChitiComDA13jT30** ont tous permis de réduire la concentration résiduelle du colorant à de très faibles valeurs :

1- une chute rapide de la concentration résiduelle en colorant au cours des 4 premières heures de contact : avec le chitosane **ChitosCom**, on atteint un taux d'abattement de 52,83% avec une concentration résiduelle en colorant de 20,48mg/l, avec le chitosane **ChitiChimDA10jT30**, il est de 61,23% avec une concentration résiduelle en colorant de 17,14mg/l, avec le chitosane **ChitiChimDA13jT25**, il est de 36,74% avec une concentration résiduelle en colorant de 28,17mg/l, avec le chitosane **ChitiBioDA13jT30**, il est de 43,38% avec une concentration résiduelle en colorant de 24,85mg/l et avec le chitosane **ChitiComDA13jT30**, il est de 82,94% avec une concentration résiduelle en colorant de 8,05mg/l.

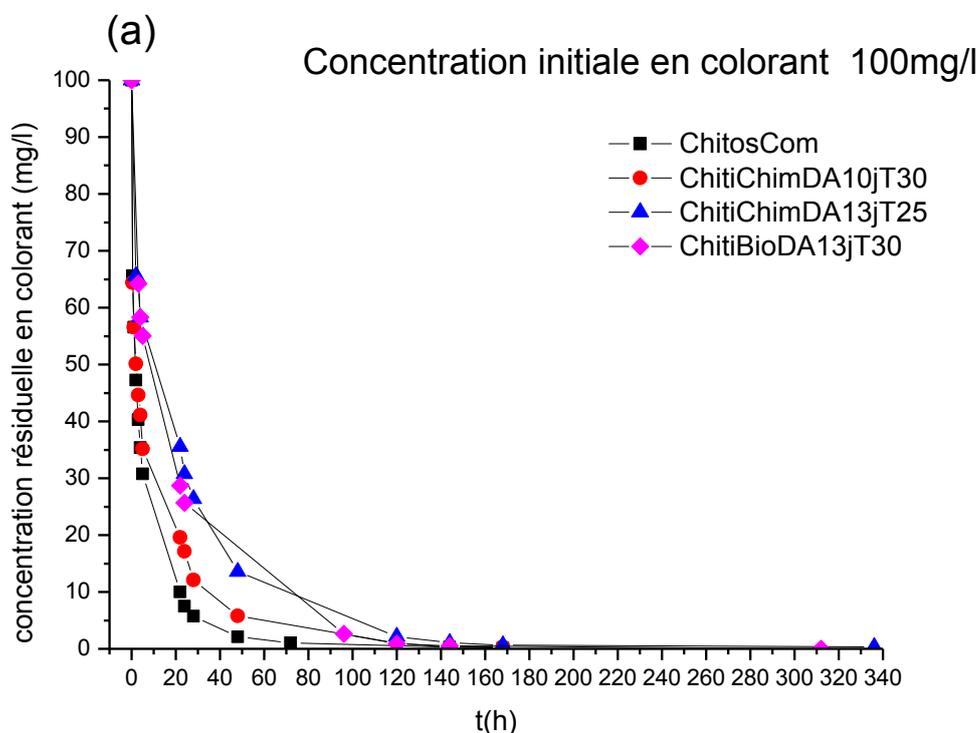
2-Au bout de 24 heures, avec le chitosane **ChitosCom**, on atteint un taux d'abattement de 87,47% avec une concentration résiduelle en colorant de 5,78mg/l, avec le chitosane **ChitiChimDA10jT30**, il est de 85,72% avec une concentration résiduelle en colorant de 6,49mg/l, avec le chitosane **ChitiChimDA13jT25**, il est de 70,68% avec une concentration

résiduelle en colorant de 12,95mg/l, avec le chitosane **ChitiBioDA13jT30**, il est de 80,48% avec une concentration résiduelle en colorant de 8,75mg/l, et avec le chitosane **ChitiComDA13jT30**, il est de 97,98% avec une concentration résiduelle en colorant de 0,71mg/l.

3-Le taux d'abattement continue à augmenter pour atteindre des taux maximums à différents temps selon le chitosane utilisé : avec le chitosane **ChitosCom** (99,38%), il est de 3jours avec le chitosane **ChitiBioDA13jT30** (99,38%), il est de 4jours, avec le chitosane **ChitiChimDA10jT30** (99,38%), il est de 6 jours et avec le chitosane **ChitiChimDA13jT25** (98,63%), il est de 14jours avec le chitosane **ChitiComDA13jT30**, l'augmentation du temps de contact, au-delà d'une journée, n'améliore pas le taux d'adsorption du colorant BS.

VIII.2.3.3. Concentration initiale de 100 mg/l

La **figure VIII.3** représente la concentration résiduelle en colorant (a), et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes. (ChitosCom, ChitiChimDA10jT30, ChitiChimDA13jT25 et ChitiBioDA13jT30).



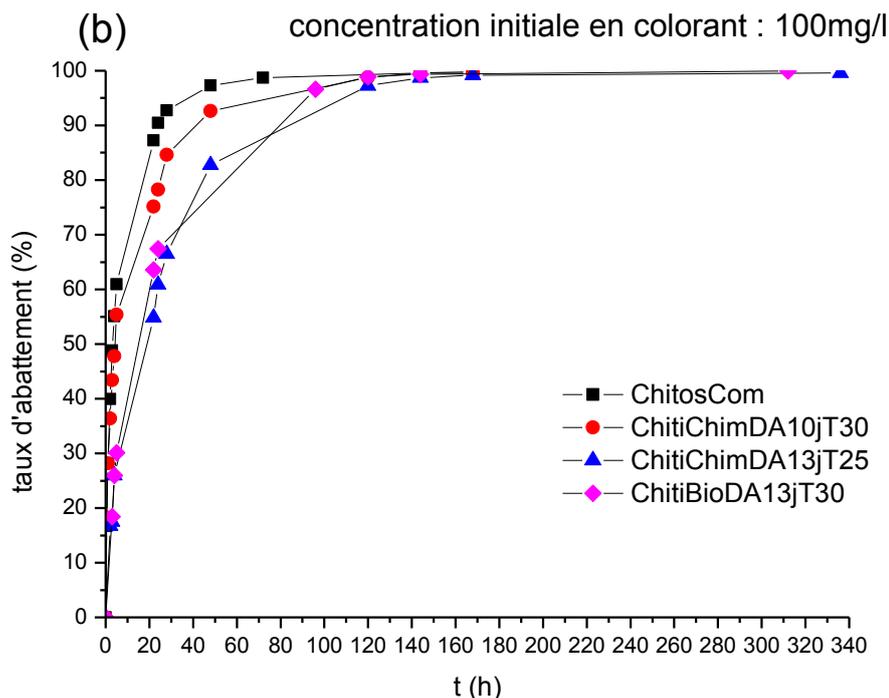


Figure VIII.3 : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS (a), et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 100mg/l.

A la concentration initiale de 100mg/l, les 4 chitosanes **ChitosCom**, **ChitiChimDA10jT30**, **ChitiChimDA13jT25**, **ChitiBioDA13jT30**, ont tous permis de réduire la concentration résiduelle du colorant à de très faibles valeurs :

1- une chute rapide de la concentration résiduelle en colorant au cours des 4 premières heures de contact : avec le chitosane **ChitosCom**, le taux d'abattement est de 54,89% avec une concentration résiduelle en colorant de 35,30mg/l, avec le chitosane **ChitiChimDA10jT30**, il est de 47,90% avec une concentration résiduelle en colorant de 40,91mg/l et avec les chitosanes **ChitiChimDA13jT25** et **ChitiBioDA13jT30**, il est de 26,20% avec une concentration résiduelle en colorant de 58,40mg/l.

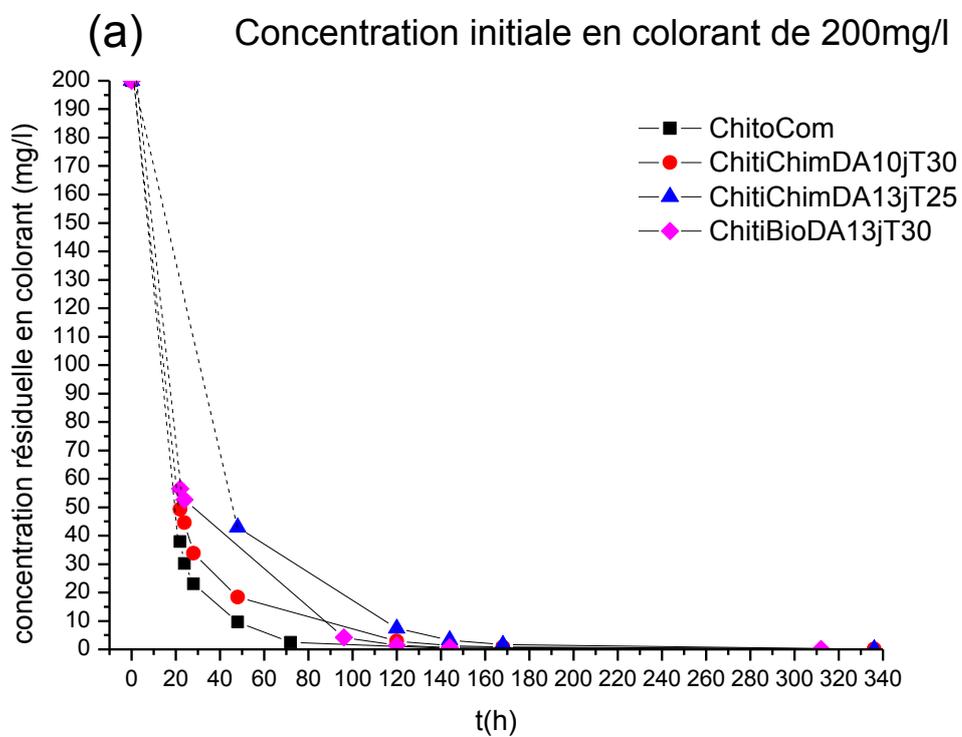
2-Au bout de 24 heures, avec le chitosane **ChitosCom**, on atteint un taux d'abattement de 90,23% avec une concentration résiduelle en colorant de 6,99mg/l, avec le chitosane **ChitiChimDA10jT30**, il est de 78,32% avec une concentration résiduelle en colorant de 17,46mg/l, avec le chitosane **ChitiChimDA13jT25**, il est de 60,83% avec une concentration résiduelle en colorant de 30,76mg/l et avec le chitosane **ChitiBioDA13jT30**, il est de 67,15% avec une concentration résiduelle en colorant de 25,85mg/l.

3-Le taux d'abattement continue à augmenter pour atteindre des taux maximums à différents temps selon le chitosane utilisé : avec le chitosane **ChitosCom** (99,00%), il est de 3jours, les

chitosanes **ChitiChimDA10jT30** et **ChitiBioDA13jT30** (99,35%), il est de 6jours, et le chitosane **ChitiChimDA13jT25** (99,35%) il est de 14jours.

VIII.2.3.4. Concentration initiale de 200 mg/l

La **figure VIII.4** représente la concentration résiduelle en colorant BS (a) et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes. (ChitosCom, ChitiChimDA10jT30, ChitiChimDA13jT25 et ChitiBioDA13jT30).



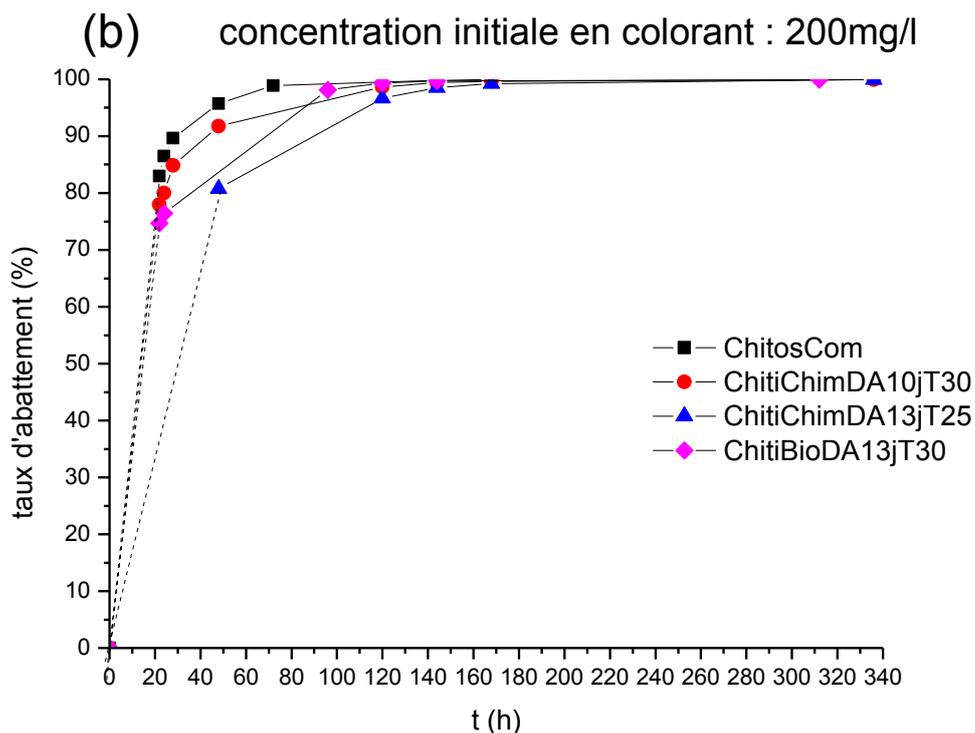


Figure VIII.4 : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS (a) et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 200mg/l.

A la concentration initiale de 200mg/l, les 4 chitosanes **ChitosCom**, **ChitiChimDA10jT30**, **ChitiComDA13jT30** et **ChitiBioDA13jT30** ont tous permis d'avoir une diminution de la concentration résiduelle en colorant BS à de très faibles valeurs :

1-Au bout de 24heures, avec le chitosane **ChitosCom**, le taux d'abattement est de 86,50% avec une concentration résiduelle en colorant de 29,47mg/l ; avec le chitosane **ChitiChimDA10jT30**, il est de 80,06% avec une concentration résiduelle en colorant de 44,15mg/l et avec le chitosane **ChitiBioDA13jT30**, il est de 76,50% avec une concentration résiduelle en colorant de 52,83mg/l.

2-Pour Le chitosane **ChitiChimDA13jT25**, il a fallu un temps plus long (48heures) pour atteindre un taux d'abattement de 88,69% avec une concentration résiduelle en colorant de 42,74mg/l.

3-Le taux d'abattement continue à augmenter pour atteindre des taux maximums à différents temps selon le chitosane utilisé : avec les chitosanes **ChitosCom** et **ChitiBioDA13jT30** (99,93%), il est de 7jours, et avec les chitosanes **ChitiChimDA10jT30** et **ChitiChimDA13jT25** (99,93%), il est de 14jours.

VIII.2.3.5. Concentration initiale de 300 mg/l

La **figure VIII.5** représente la concentration résiduelle en colorant (a), et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes (ChitosCom, ChitiChimDA10jT30, ChitiChimDA13jT25 et ChitiBioDA13jT30).

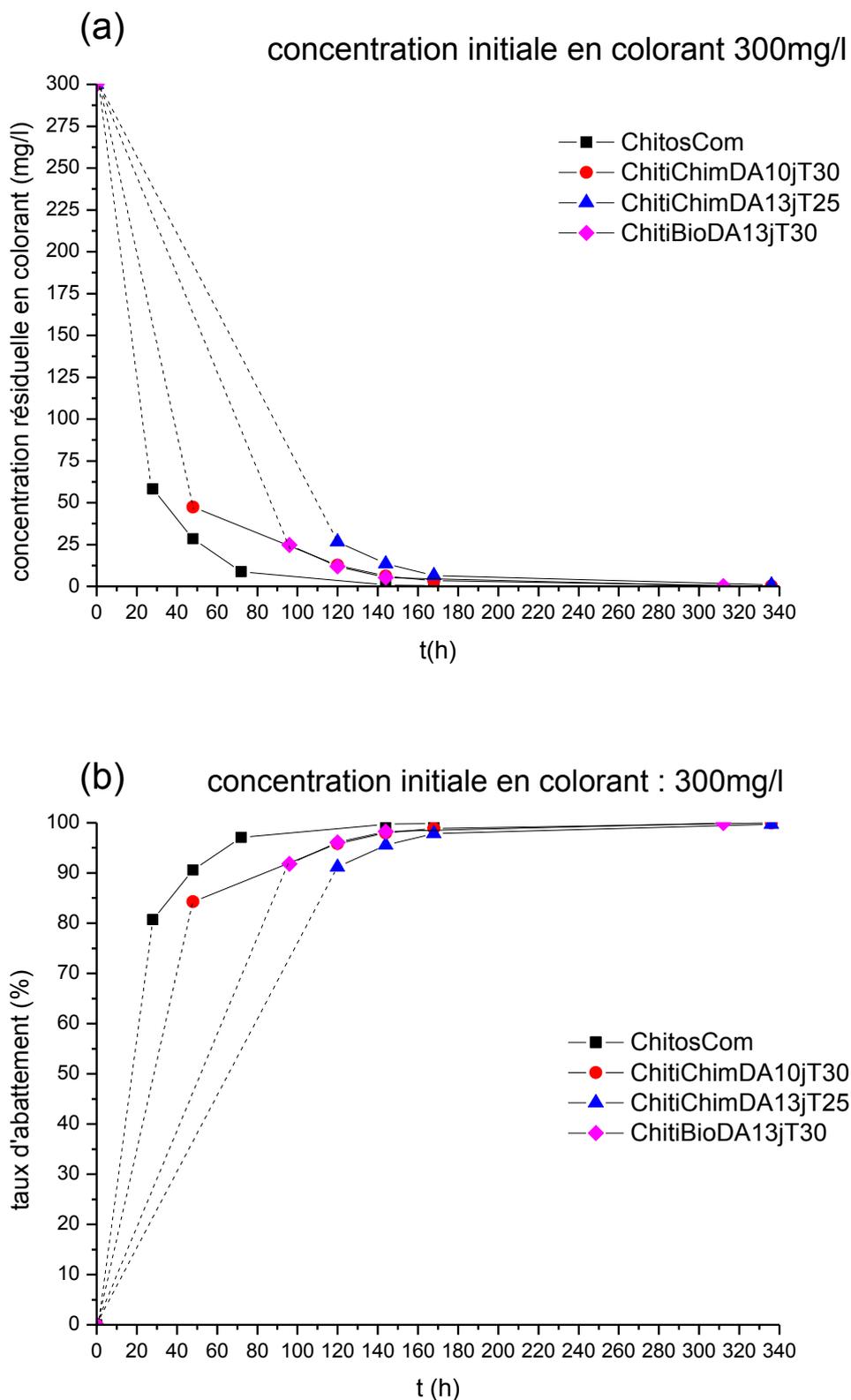


Figure VIII.5: Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS (a), et le taux d'abattement (b) en fonction du temps de contact pour différentes billes de chitosanes à la concentration initiale de 300mg/l.

Les chitosanes **ChitosCom**, **ChitiChimDA10jT30**, **ChitiChimDA13jT25**, **ChitiBioDA13jT30**, ont permis d'avoir une diminution de la concentration résiduelle en colorant à des valeurs très faibles :

1-Pour le chitosane **ChitosCom**, c'est à partir de 28 heures, que taux d'abattement atteint la valeur de 79,73% avec une concentration résiduelle en colorant de 57,64mg/l, pour le chitosane **ChitiChimDA10jT30**, c'est à partir de 48heures, que le taux d'abattement atteint la valeur de 83,94% avec une concentration résiduelle en colorant de 46,15mg/l, pour le chitosane **ChitiChimDA13jT25**, c'est à partir de 120heures (5jours) que le taux d'abattement atteint la valeur de 90,93% avec une concentration résiduelle en colorant de 26,14mg/l, pour le chitosane **ChitiBioDA13jT30**, c'est à partir de 96heures (4jours) que le taux d'abattement atteint la valeur de 91,78% avec une concentration résiduelle en colorant de 24,83mg/l.

2-Le taux d'abattement continu à augmenter pour atteindre des taux maximums à différents temps selon le chitosane utilisé : avec le chitosane **ChitosCom** (99,32%), il est de 7jours, avec le chitosane **ChitiBioDA13jT30** (99,67%), il est de 13jours et avec les chitosanes **ChitiChimDA10jT30** et **ChitiChimDA13jT25** (99,67%), il est de 14jours.

De l'ensemble des résultats obtenus, il a été démontré dans ce travail que toutes les billes de chitosanes préparés à partir du chitosane commercial et des différents chitosanes (**ChitiChimDA10jT30**, **ChitiChimDA13jT25**, **ChitiBioDA13jT30**, **ChitiComDA13jT30**) permettent d'éliminer totalement le colorant BS des eaux quel que soit la concentration initiale (faible ou élevé).(Annexes V,VI,VII,VIII,IX).

VIII.2.4. Capacité d'adsorption des différents chitosanes

Tableau VIII.2 : Capacité d'adsorption des différents chitosanes

Chitosanes	Concentration initiale en colorant (mg/)	q_e (mg colorant/g)
ChitosCom	10	0,25
	50	1,25
	100	2,49
	200	4,99
	300	7,48
ChitiChimDA10jT30	10	0,25
	50	1,25
	100	2,49
	200	4,97
	300	7,45
ChitiChimDA13jT25	10	0,24
	50	1,23
	100	2,49
	200	4,96
	300	7,41
ChitiBioDA13jT30	10	0,25
	50	1,24
	100	2,49
	200	4,99
	300	7,43
ChitiComDA13jT30	10	0,25
	50	1,24

Partie II : Conclusion générale sur décoloration des eaux

Dans ce présent travail, nous avons étudié l'adsorption du colorant le bleu de sulfonyle (BS) sur différentes billes de chitosanes préparés au laboratoire à partir de plusieurs chitosanes (ChitosCom, ChitiChimDA10jT30, ChitiChimDA13jT25, ChitiBioDA13jT30 et ChitiComDA13jT30).

Au terme de cette investigation, nous avons pu relever les constatations et conclusions suivantes :

Tous les chitosanes (ChitosCom, ChitiChimDA10jT30, ChitiChimDA13jT25, ChitiBioDA13jT30 et ChitiComDA13jT30) ont permis de réduire la concentration résiduelle du colorant (BS) et d'atteindre des taux d'abattement très importants (> 95%) pour toutes les concentrations étudiées (10-300mg/l) :

1-Pour le chitosane ChitiComDA13jT30 au bout de 24heures, on atteint des taux d'abattement maximum de 99,03% et 97,98% aux concentrations initiales de 10mg/l et 50mg/l, respectivement.

2-Pour le chitosane ChitosCom, on atteint des taux d'abattement maximum de 98,68% au bout de 24heures à la concentration initiale de 10 mg/l, il est de 99,38% et 90% à 3jours pour les concentrations initiales de 50mg/l et 100 mg/l respectivement, à il est de 99,93% et 99,32% à 7jours pour les concentrations initiales de 200mg/l et 300mg/l, respectivement.

3-Pour le chitosane ChitiBioDA13jT30, on atteint des taux d'abattement maximum de 99,39% et 99,38% au bout de 4jours pour les concentrations initiales de 10mg/l et 50mg/l, respectivement, il est de 99,35% à 6jours pour la concentration initiale de 100mg/l, il est de 99,93% à 7jours pour la concentration initiale de 200mg/l, il est de 99,67% à 13jours pour les concentrations initiales de 300mg/l.

4-Pour le chitosane ChitiChimDA10jT30, on atteint des taux d'abattement maximum de 98,68%, 99,38% et 99,35% au bout de 6jours aux concentrations initiales de 10mg/l, 50mg/l et 100mg/l, respectivement, il est de 99,93% et 99,67% à 14jours aux concentrations initiales de 200mg/l et 300mg/l, respectivement.

5-Pour le chitosane ChitiChimDA13jT25, on atteint des taux d'abattement maximum de 98,68% au bout de 6jours à la concentration initiale de 10 mg/l, il est de 98,63%, 99,35%, 99,93% et 99,67% à 14 jours, aux concentrations initiales de 50mg/l, 100mg/l, 200mg/l et 300mg/l, respectivement.

D'après les résultats obtenus, on a pu constater que : tous les chitosanes utilisés sont efficaces pour l'adsorption du colorant le bleu de sulfonyle avec toutes les concentrations qu'elles soient faibles dans ce cas l'élimination est rapide ou fortes et dans ce cas l'élimination est plus lente.

Partie II : Conclusion générale sur décoloration des eaux

Comme perspective il sera intéressant d'étudier les différents paramètres physico-chimiques : la granulométrie, la teneur en biosorbant, l'agitation, la température et le pH en vue d'une optimisation de la cinétique d'adsorption du colorant BS sur les billes du chitane.

Références bibliographiques

Acharya B, Kumar V, Lalitha R, Gowda et Rudrapatnam N, (2004). Non- specific depolymerization of chitosane by pronase and characterization of the resultant products. Eur.J. Biochem.271, p 713-723.

Amorce, (2012). Boues de Station d'Épuration Techniques de traitement, Valorisation et Elimination. Série Technique DT 51.

Arbia Leila., (2010). Contribution à l'étude de déminéralisation et le déprotéinisation de la carapace des crustacés par voie fermentaire ENP.

Assaad E, (2006). Etude du processus de coagulation-floculation du système montmorillonite-chitosane dans l'élimination de métaux de transition, thèse doctorat ; Université du Québec à Montréal.

Baudez J. C. (2001). Rhéologie et physico-chimie des boues résiduaireuses pâteuses pour l'étude du stockage et de l'épandage. Sciences de l'Environnement. Paris, Ecole Nationale du Génie Rural, des Eaux et des Forêts: 235.

Benchabane A. (2006). Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles - polymères. Effets de l'ajout de polymères Thèse de Doctorat, université Strasbourg I, France.

Bergonzini J.C et Duby C. (1995), Analyse et planification des expériences. Edition Masson, Paris.

Blackwell J, (1973). Chitin in: Biopolymers. Walton AG Blackwell J. Eds. New York: Academic press 474.

Bratby J. (2007). Coagulation and flocculation in water and wastewater treatment. 2nd ed. IWA Publishing.

Brown M. A. Deviti S.C. (1993), Predicting azo dye toxicity. Critical review in environ. S c. And Techn, 12, 3, 405- 414.

Brugnerotto J, Lizardi J, Goycoolea F M, Argu W, Desbrières J, et Rianudo M, (2001). An infrared investigation in relation with chitin and chitosan characterization. Polymer. 42. 3569-3580.

Cataldo S, Crea F, Gianguzza A, Pettignano A, Piazzese D. (2009). Solubility and acid-base properties and activity coefficients of chitosan in different ionic media and at different ionic strengths, at T = 25 °C. J. Mol. Liq; 148: 120-126.

Références bibliographiques

Chih Chao Wu, Jerry J. Wu, (2003), Ruey Yi Huang. Effect of Flocc Strength on Sludge Dewatering by Vacuum Filtration. *Colloids and surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* (221): 141-147.

Collomb V, Mayor M, (2007). Les crustacés : un luxe ou une nécessité ; Haute école de santé Genève : Filière Diététique ; publication ; Genève.

Crini G, Guibal E, Morcellet M, Torri G, Badot P, (2009). Chitine et chitosane ; Préparation, propriétés et principales applications ; In *Chitine et chitosane du biopolymère à l'application* ; Besançon: Presses universitaires de Franche-Comté ; (pp. 19-54).

CulpS J, Beland F.A, Heflich R.H. (2002), Mutagenicity in relation to DNA adduct formation in rats fed leucomolachite green. *Mutation research*, 506-507,55-63.

Degremont (2005). Mémento technique de l'eau : Tome 2 », Lavoisier, SAS – Lexique technique de l'eau, dixième édition, Paris, France.

Dgrne, (2001). Production annuelle des boues de stations d'épuration urbaines ou mixtes, [En ligne]. <http://mrw.wallonie.be/dgrne/data/boues/index.htm>.

Emilian Koller. (2004). Traitement des Pollutions Industrielles: Eau. Air. Dechets. Sols. Boues. Ed: Dunod.

Felt O, Baeyens V, Zignani M, Buri P, Gurny R. (1999). In *The Encyclopedia of controlled*.

Fernandez cervera M, Heinamarki J, Rasanen M, Maunu S L, Karjalainen M, Nieto Acosta O M, Iraizoz colarte A, Yliruusi J. (2004) : Solid- state Characterisation of chitosans derived from lobster chitin. *Carbohydrate Polymers* 58, P (401-408).

Ganesh R. (1992), fate of azo dye in sludges. Th: chim : Virginia polytechnic institue and state university.

García-Rincón J, Vega-Pérez J, Guerra -Sánchez MG, Hernández-Lauzardo AN, Peña-Díaz A, Velázquez-Del Valle M. G. (2010). Effect of chitosan on growth and plasma membrane properties of *Rhizopus stolonifer* (Ehrenb: Fr.) Vuill. *Pestic. Biochem. Phys*; 97: (3), 275-278.

Gidas MB(1998), Etude de la performance du chitosane comme coagulant pour l'élevement du cuivre et de la turbidité des eaux usé. (Performance study of chitosan as acoagulant for removing copper and turbidity of wastewater). In *Mémoire de Maitrise Es Sciences Appliquées (Génie Civil), Département des Génies Civil, Géologique et des Mines(CGM), Ecole Polytechnique de Montréal, Canada*.

Références bibliographiques

Goupy J. (1988). La méthode des plans d'expériences. Edition Bordas, Paris.

Heux L, Brugnerotto J, Desbrieres J, Versali M F, et Rinaudo M, (2000). Solid state NMR for determination of degree of acetylation of chitin and chitosan. *Biomacromol*, 1,746-751.

Hirano S, (1996). Chitin biotechnology applications. *Biotechnol. Annu. Rev*, 2, 237-258.

Islam M, Khan S, and Tanaka M. (2004). Waste loading in shrimp and fish processing effluents: Potential source of hazards to the coastal and near shore environments. *MarPollut Bull*; 49: 103-110.

Kadouche S., (2013). Utilisation des biomatériaux dans le traitement des eaux ; Thèse de Doctorat ; UMM ; Tizi-Ouzou.

Kebreab A, (2004). Ghebremichael and Bengt Hultman. Alum Sludge Dewatering Using Moringo Oleifera AS A Conditioner. *Water, air, and soil pollution (158)*: 153-167.

Keddou M, (2008). Elaboration et caractérisation de membranes polymères à base de chitosane, thèse de magister ; Université de BOUMERDES.

Khan T A, Peh K.K et Cing, (2000). Mechanical biochemical bioadhesive strength and.

Kim S. K, Mendis E, (2006). Bioactive compounds from marine processing products-A review; *Food Res Int*; 39: 383-393.

Kim S. K. (2011). Chitin, chitosan, oligosaccharides and their derivative: Biological activities and applications; CRC Press, Taylor & Francis Group.

Kumar R, M.N.V. (2000). A review of chitin and chitosan applications, *React. Funct. Pol.* 46 (1): 1-27

Kurita K. (2006). Chitin and chitosan: Functional biopolymers from marine crustaceans. *Mar Biotechnol*; 8: 203-226.

Lacée C. (1985). Analyse des Boues, A.F.E.E., Tome 1 ; Tome 2.

Le Roux. K, (2012). Purification de la chitine par hydrolyse enzymatique à partir de coproduits de crevette *Penaeus vannamei*. Caractérisations des produits et optimisation du procédé ; thèse de doctorat ; université de nantes ; école doctorale : végétal, environnement, nutrition, agroalimentaire, mer ; P (11-53).

Références bibliographiques

Léonard Angélique. (2002). Étude du séchage convectif de boues de station d'épuration-suivi de la texture par microtomographie à rayons x. Thèse Doctorat. Université de LIÈGE.

Liu D, Y Wei P, Yao et L, Jiang, (2006). "determination of degree of acetylation of chitosan by UV spectrophotometry using dual standards". carbohydrate research.341.782-785.

Maghami GG et G A F Robert,(1988).Evaluation of the viscometric constants for chitosan. Die Makromolekulare Chemie, 189 (1), 195-200.

Mekahlia S. (2007). Le complexe chitosane-cuivre (II) : Synthèse, caractérisation et étude de l'effet de sa structure sur son activité antibactérienne. Mémoire de Magister, Département de Chimie, Spécialité : Chimie moléculaire des complexes de coordination, Faculté des Sciences, Université de Saad Dahlab de Blida, Algérie.

Mills C, Bull R, J, Cantor K.P, (1998), Risque pour la santé liée à la consommation de sous-produits de la chloration de l'eau potable : rapport d'un groupe d'expert. Maladie chronique au Canada,19(3).

Muzzarelli R A A, (1977). Chitin. Oxford: Pergamom press.

Muzzarelli R A A, Tomasetti M, Ilari, P. (1994). "Depolymerization of chitosan with the aid of papain". Enzyme and Microbial Technology, 16, 110-114.

New , N, Furuike, T, Tamura H, (2011).Chitin and Chitosan from Terrestrial Organisms, Part I The Sources and Production, of Chitin and Chitosan Derivatives, Chitin, Chitosan, Oligosaccharides and Their Derivatives, Biological Activities, and Applications.Taylor and Francis Group; LLC: 3-10.

Nguyen T. P, Hankins N. P, Hilal N. (2007). A comparative study of the flocculation behaviour and final properties of synthetic and activated sludge in wastewater treatment. Des; 204: 277-295.

No H.K, Meyers S.P, Lee K.S. (1989). Isolation and characterization of chitin from crawfish shell waste. J. Agric. Food Chem., 37, 575-579.

No, H,K, and Meyers, S.P, (1995). Preparation and characterization of chitin and chitosan. A review. J. Aquatic Food Prod. Tech., 4, 27-52.

Références bibliographiques

Onsoyen , E. et Skaugrud, O. (1990). Metal Recovery Using Chitosan, *Journal of Chemical Technolony et Biotechnolony*, 49(2), 395-404.pharmaceutical science, 3(3), H.S3003-3371.

Pagga et Brown, (2004).thèse de doctorat, traitement des polluants organiques en milieu aqueux par le procédé électrochimique d'oxydation avancée électro-fenton. Application à la minéralisation des colorants.

Penaud V, (2000). Delgenès J. P. and Molleta R. Influence of thermochemical pretreatment conditions on solubilization and anaerobic biodegradability of microbial biomass. *Environmental Technology*, 21: 87-96.

Perineau F., Molinier J., Gaset A., *Water Res, Traitement et valorisation des sous-produits du bois. Application à l'élimination des colorants industriels* 17 - 559, 1983.

Perron V, et Hébert M. (2007).Caractérisation des boues d'épuration municipales – Partie I : Paramètres agronomiques. *Vecteur environnement*, 40 (4): 48-52.

Rejsek F. (2002). Analyse des eaux - Aspects réglementaires et techniques. Collection: Biologie technique. Edition , CRDP d'Aquitaine.

Rha C K, Rodriguez-Sanchez D, Kienzle-Sterzer C, (1984), Novel applications of chitosan . In R.R .Colwell, E K. Pariser, A.J. Sinskey (Eds), *biotechnology of marine polysaccharides* Washington: Hemisphere P (284-311).

Rinaudo M, (2006). Chitin and chitosan: Properties and applications. *Prog. Polym. Sci.*, 31(7), 603-632.

Rinaudo M, Pavlov G, Desbrières J.(1999). Influenced of acetic acid concentration on the solubilization of chitosan. *Polym*; 40: 7029-7032.

Rodier J., (2009). L'analyse de l'eau, 9ème édition. Dunod.
S0167 -7799(00)01462-1.

Santé Canada, (1999). chloration de l'eau,votre santé et vous, mars.

Sayah A, (2011),contribuona la traitabilité des eaux barrage par le chitosane comme aide coagulant naturel, thèse magister, école Nationale Poytechnique d'Alger.

Seng, J.-M. (1988). Chitine, chitosane et dérivés: de nouvelles perspectives pour l'industrie. *Biofutur*, 9, 40-44.

Shahidi, F. and Abuzaytoun, R. (2005). Chitin, chitosan, and co-products: chemistry, productions, applications, and health effects. *Adv. Food Nutr. Res*, 49, 93-135.

Références bibliographiques

Shen Z, Jacobs-Lorena M. (1999), Evolution of Chitin-Binding Proteins in Invertebrates. *Journal of Molecular Evolution*, 48(3):341-347.

Suyatma N E, (2006). Développement de film biodégradable à base de chitosane: étude de mélange chitosane/PLA, de la plastification et de la comptabilisation. Thèse de doctorat. Université de REINS-CHAMPAGNE ARDENE.

Tixie R, (2003), Approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées, thèse doctorat Université de Limoges.

Tolaimate A, J Desbrières, M Rhazi, A Alagui, M Vincendon et P. Vottero, (1999). « On the influence of deacétylation process on the physico chemical Characteristics of Chitosan from Squid chitin ». *Polymer*, vol.41, p .2463-2469.

Tsigos I, Aggeliki M, Dimitris Kafetzopoulos et Vassilis Bouriotis, (2000). chitin deacetylases : new, versatile tools in biotechnology, *TIBTECH JULY*. (vol.18) PII: S0167-7799(00)01462-1.

Wen Y. Z, Yuan Y. L, Chen H, Xu D. M, Lin K. D, Liu W. P. (2010). Effect of chitosan on the enantioselective bioavailability of the herbicide dichlorprop to *Chlorella pyrenoidosa*. *Environ. Sci. Technol*; 44: 4981-4987.

Yu G F G, Morin G A R et R H Marchessault, (1999). « Degree of acétylation of chitin and extent of grafting PHB on chitosan determined by solid state ¹⁵N NMR ». *Macromolecules*, vol .32. p .518-520.

Zemmouri H, (2012). Valorisation d'un biomatériau, le chitosane, dans le traitement des eaux de surface et dans le conditionnement des boues. Thèse de Doctorat. Ecole Nationale Polytechnique d'Alger.

Zgheib S, (2009), thèse de doctorat de l'école nationale des ponts et chaussées. Flux et sources des polluants prioritaires dans les eaux urbaines en lien avec l'usage du territoire, 7 décembre.

ANNEXE

Annexe I : Mesure de la turbidité du filtrat

Mode opératoire

- 1- Préparer l'échantillon à analyser.
- 2- Préparer le **DR2000**.
- 3- Entrer le numéro de programme **-*750*** et régler la longueur d'onde à ***450nm***.
- 4- Remplir un flacon colorimétrique de **25ml** d'échantillon à analyser.
- 5- préparer le blanc en remplissant un autre flacon colorimétrique de **25ml** avec de l'eau distillée.
- 6- Placer le blanc dans le puits de mesure et fermer le capot.
- 7- Presser le zéro, l'affichage indique **0mg/l**.
- 8- Agiter le flacon d'échantillon et placer le dans le puits de mesure et fermer le capot.
- 9- Presser la touche **Read Enter** ; l'affichage indique le résultat en FTU.

Annexe II : Mesure des MES du filtrat

Mode opératoire

- 1- Préparer l'échantillon à analyser.
- 2- Préparer le DR2000.
- 3- Sélectionner le numéro du programme ***630*** et régler la longueur d'onde ***810nm***.
- 4- Remplir un flacon colorimétrique avec **25ml** d'échantillon à analyser.
- 5- Préparer le blanc en remplissant un autre flacon avec **25ml** d'eau distillée.
- 6- Placer le blanc dans le puits de mesure, fermer le capot.
- 7- Presser ***zéro***, l'affichage indique **0mg/l MAT EN SUSP**.
- 8- Agiter le flacon contenant l'échantillon.
- 9- Placer l'échantillon dans le puits de mesure et fermer le capot.
- 10- Presser la touche **Read enter**, l'affichage indique le résultat en mg/l MAT EN SUSP

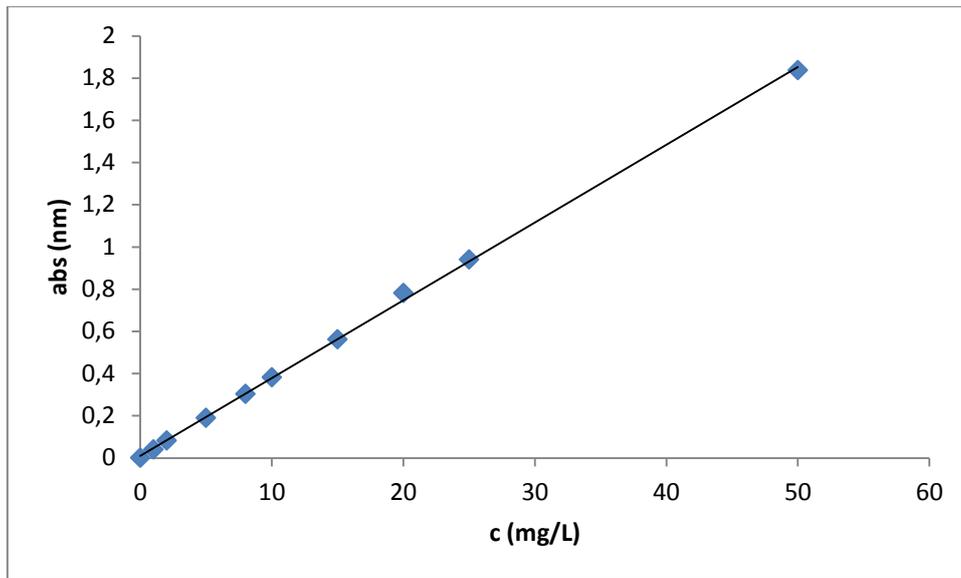
Annexe III : Mesure du pH du filtrat

Mode opératoire

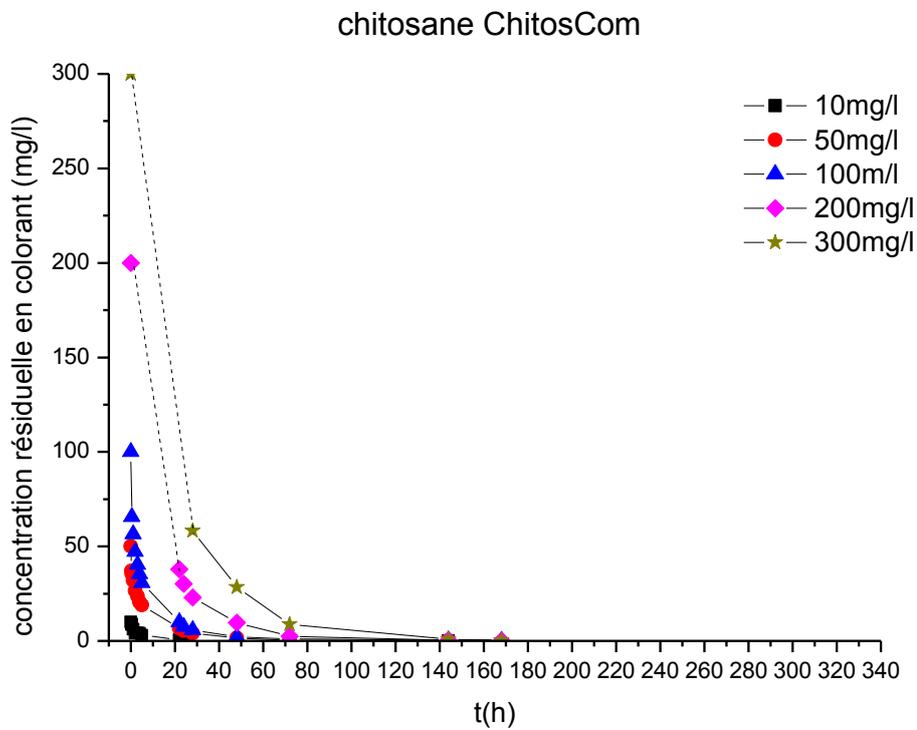
Tremper l'électrode dans un bécher contenant une quantité suffisante d'eau à analyser et attendre la stabilisation, puis noter le pH un moment avec une faible agitation. Puis noter le pH. Le pH optimal de l'eau est compris entre 6,5 et 8,5 (**journal officiel 2011**).

ANNEXE

Annexe IV : Courbe d'étalonnage du colorant bleu de sulfonyle

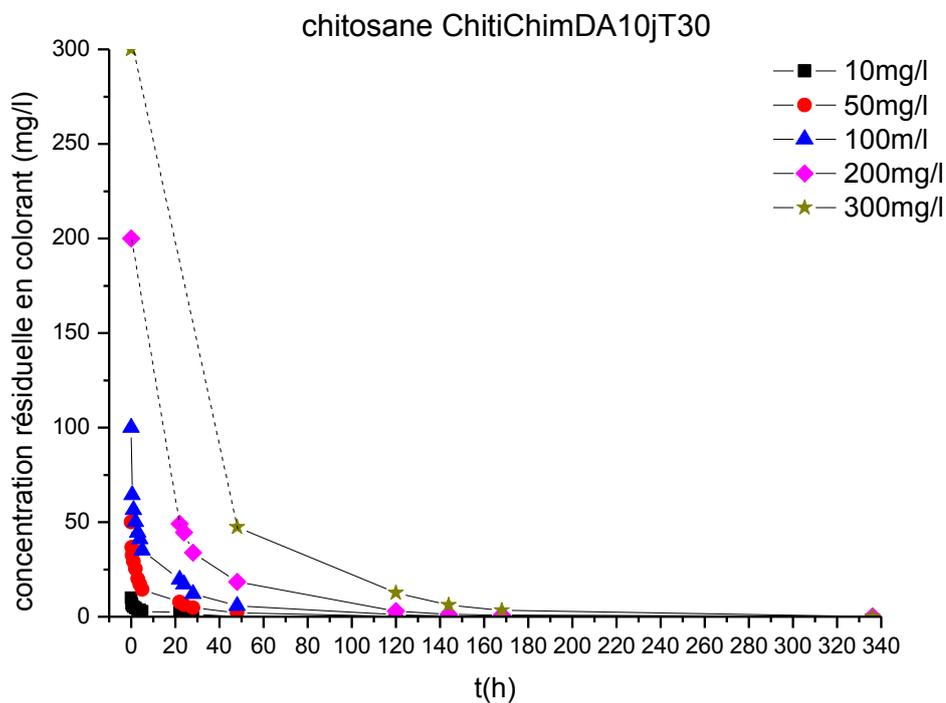


Annexe V : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS en fonction du temps de contact à différentes concentration initiales de pour le chitosane ChitosCom.

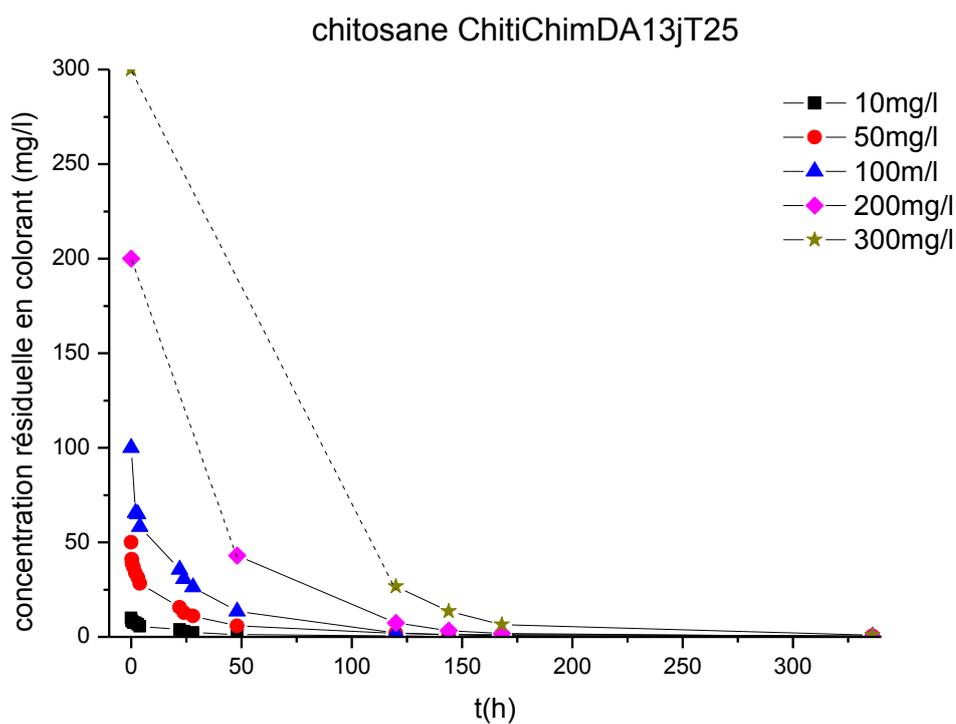


ANNEXE

Annexe VI : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS en fonction du temps de contact à différentes concentration initiales de pour le chitosane ChitiChimDA10jT30

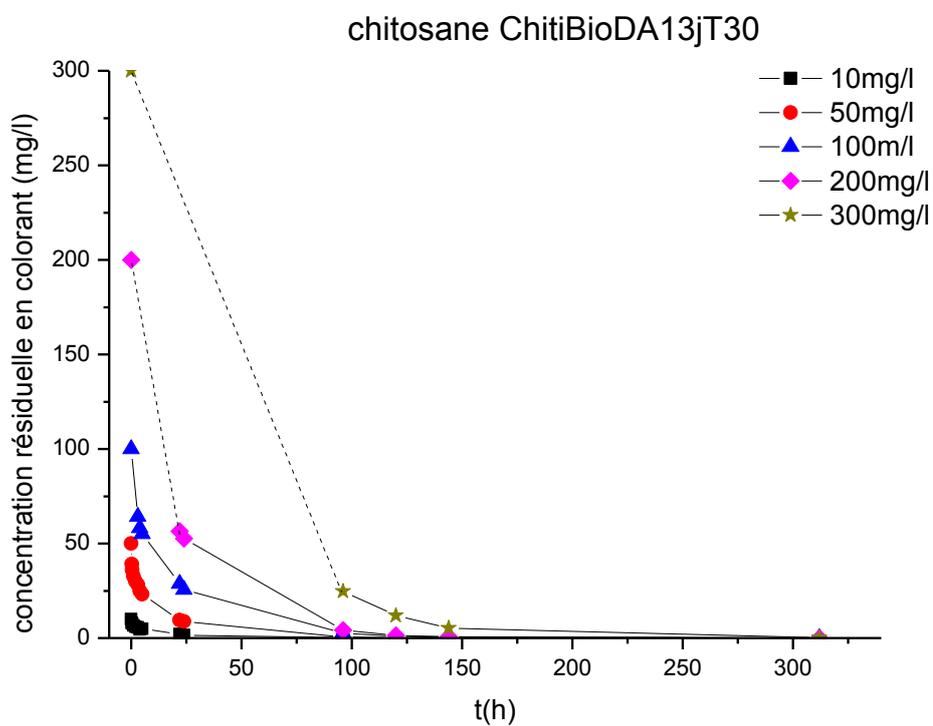


Annexe VII : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS en fonction du temps de contact à différentes concentration initiales de pour le chitosane ChitiChimDA13jT25.

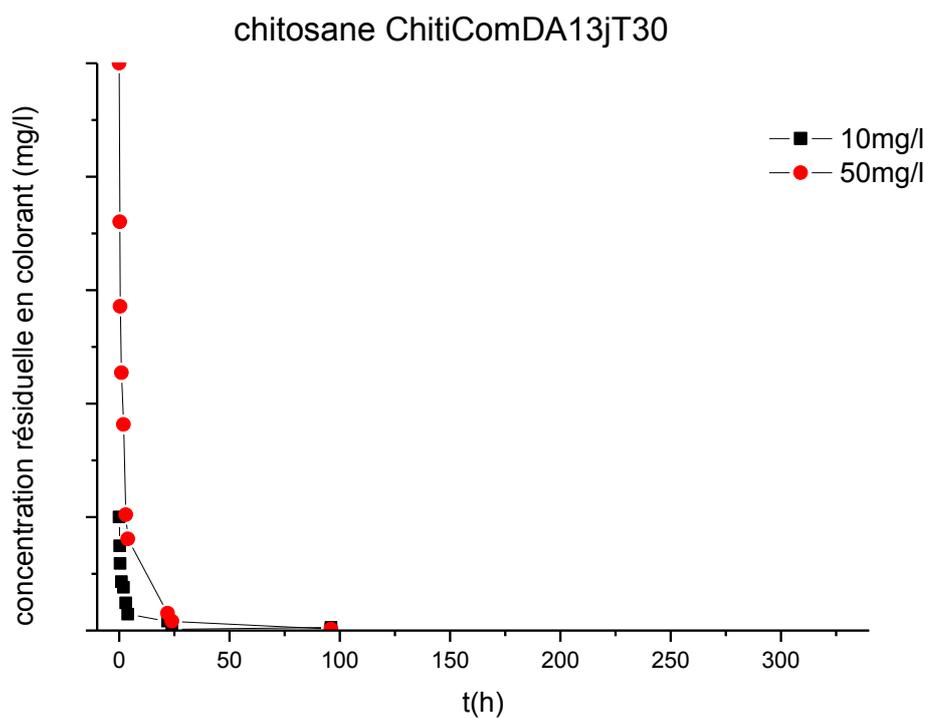


ANNEXE

Annexe VIII : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS en fonction du temps de contact à différentes concentration initiales de pour le chitosane ChitiBioDA13jT30.



Annexe IX : Evolution de la concentration résiduelle en colorant BS en fonction du temps de contact à différentes concentration initiales de pour le chitosane ChitiComDA13jT30.



ANNEXE
