

N° d'ordre :

---

*RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA  
RECHERCHE SCIENTIFIQUE*

---

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI TIZI-OUZOU



FACULTÉ DES SCIENCES  
DÉPARTEMENT DE CHIMIE



MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du Grade de MASTER

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie de l'Environnement

Thème

**Traitement des eaux de lavage issues de la synthèse du chitosane**

Présenté par : M<sup>r</sup> DERRAB Farid

Soutenu le 13-07-2023 devant le jury composé de :

M <sup>lle</sup> ALI Oumessaad	MCA - UMMTO	Présidente
M <sup>r</sup> KADOUCHE Slimane	MCA - UMMTO	Rapporteur
M <sup>me</sup> FERRAG Fatiha	MCA - UMMTO	Examinatrice

Année universitaire 2022 - 2023

# *Remerciements*

Tout d'abord, je remercie mon Dieu de m' avoir accordé le courage, la volonté et la santé pour mener au mieux ce projet.

Ce travail m' offre l' occasion d' exprimer toute ma reconnaissance aux personnes qui m' ont aidé et conseillé de façon inestimable durant la réalisation et préparation de ce mémoire.

Je tien à exprimer mon plus haut estime à Monsieur KADOUCHE Slimane, pour son encouragement et m' avoir fait l' honneur de diriger mon travail. Aussi je tien à remercier vivement Mr DAHMANI MedSaid pour sa contribution et son soutien à mon projet.

Je suis extrêmement reconnaissant envers Mme FERRAG Fatiha d' avoir accepté de présider mon jury de soutenance, ainsi qu' à M<sup>elle</sup> ALI Oumessaad, pour avoir jugé mon travail avec bienveillance.

Aussi, j' adresse mes remerciements à tous les enseignants du département de Chimie de cette Université en particulier Mr GRABI H ainsi que toutes les personnes ayant contribué de près ou de loin dans mon parcours et à la réalisation de mon mémoire de fin de cycle

Je remercie infiniment l' ensemble du personnel des laboratoires de chimie appliquée et génie chimique a leur tête Mr CHAOUCHI Ahcene et ceux de BASTOS, aussi, ceux de la station de traitement des eaux de surface TAKSEBT a leurs tête M<sup>r</sup> HADDADI N et M<sup>me</sup> CHIKHI Apour leurs soutien, fiabilité et leur confiance accordée.

Un remerciement spéciale et chaleureux à ma famille, tous mes amis et camarades, pour leurs soutien, qui ont joué un rôle essentiel dans ma vie et dans mon parcours universitaire et la contribution à mon projet.

Enfin, je souhait que ce mémoire soit utile aux futurs étudiants et qu' il leur apporte un progrès dans leur cursus Universitaire.

# *Dédicace*

*A ma mère, Elle m'a donné la vie, la tendresse et le courage pour réussir.*

*Tout ce que je peux lui offrir ne pourrait exprimer l'amour*

*Et la reconnaissance que je porte pour elle.*

*Je lui offre ce modeste travail pour la remercier pour ces sacrifices*

*Et pour l'affection dont elle m'a toujours entourée.*

*A mon père,*

*L'épaule solide, l'œil attentive compréhensive.*

*Aucune dédicace ne saurait exprimer mes sentiment, que Dieu te*

*Préserve et te procure santé et longue vie*

*À mes frère Madjid, karim, Samir et Nassim et tous leurs enfants. Fidèle  
compagnon dans les moments les plus délicats de cette vie mystérieuse*

*À mes sœurs : Yasmina, Fariza et ces enfants pour leur amours, leur soutiens, et  
leur encouragements.*

*À mes chers amis d'études Takfarines, Ania, Kenza et  
Massinissa, MassivaNesrine, Naima... merci de m'avoir soutenue à travers cette  
aventure. Votre amitié a rendu cette expérience inoubliable.*

*Avec tout mon amour et ma reconnaissance*

***Fahid***

# Sommaire

<b>Introduction générale .....</b>	<b>1</b>
------------------------------------	----------

## **Chapitre I : Généralité sur les eaux**

I. Généralité sur les eaux : .....	3
I.1 Introduction : .....	3
I.2 L'eau sur la planète Terre : .....	3
I.3 Les eaux usées : .....	4
I.3.1 Définition des eaux usées : .....	4
I.3.2 Type et sources des eaux usées : .....	5
I.3.2.1 Les eaux usées domestiques : .....	5
I.3.2.2 Les eaux usées agricoles : .....	5
I.3.2.3 Les eaux usées industrielles : .....	5
I.3.2.4 Les eaux usées pluviales et ruissellement : .....	5
I.3.3 Les paramètres de la pollution des eaux usées : .....	6
I.3.3.1 Paramètres physiques : .....	6
I.3.3.1.1 Température (T°) : .....	6
I.3.3.1.2 Les matières en suspensions (MES) : .....	6
I.3.3.1.3 Les matières volatiles en suspension (MVS) : .....	6
I.3.3.2 Paramètres chimiques : .....	7
I.3.3.2.1 La demande chimique en oxygène (DCO) : .....	7
I.3.3.2.2 La demande biochimique en oxygène (DBO) : .....	7
I.3.3.2.3 Le potentiel d'Hydrogène : .....	7
I.3.3.2.4 Conductivité électrique : .....	7
I.3.3.2.5 Oxygène dissous : .....	7
I.3.3.2.6 L'azote (N) : .....	8
I.3.3.2.7 Phosphore (P): .....	8
I.3.3.2.8 Turbidité : .....	8
I.3.3.2.9 La couleur : .....	8
I.3.4 Les procédés de traitement des eaux usées : .....	8
I.3.4.1 Procédé physique : .....	8
I.3.4.2 Procédé chimique : .....	8
I.3.4.3 Procédé physico-chimique : .....	9
I.3.4.3.1 Coagulation : .....	9

I.3.4.3.2 Flocculation :	9
I.3.4.3.3 La décantation :	9
I.3.4.3.4 La filtration :	9
I.3.4.4 Procédé biologique :	9
I.4 Normes de rejets de l’OMS :	9

## **Chapitre II : Généralité sur la chitine et chitosane**

II. Généralité sur la chitine et chitosane :	12
II.1 Définition et structure de la chitine :	12
II.2 Définition et structure de la chitosane :	12
II.3 Origine de la chitine et chitosane :	13
II.4 Extractions de la chitine et production de chitosane:	14
II.5 Les principales propriétés de la chitine et du chitosane :	14
II.5.1 Propriétés physico-chimiques :	14
II.5.1.1 Structure D-glucosamine rigide et cristalline :	14
II.5.1.2 Le pourcentage en Azote :	15
II.5.1.3 Capacité a formé des liaisons hydrogène :	15
II.5.1.4 Base faible :	15
II.5.1.5 Solubilité :	15
II.5.1.6 Conductivité ionique :	15
II.5.2 Propriétés biologique :	15
II.5.2.1 Toxicité :	15
II.5.2.2 Biodégradabilité :	16
II.5.2.3 Activités bioactif :	16
II.5.3 Propriété dans un milieu acide	16
II.6 Applications de la chitine et chitosane :	16
II.6.1 Traitement des eaux et protection de l’environnement :	16
II.7 Application du chitosane en 2006 :	17

## **Chapitre III : Matérielles et méthodes**

III. Méthodes et matérielles :	19
III.1 Rejets générés lors de l’elaboration du chitosane :	19
III.1.1 Collecte des rejets:	19
III.1.2 Echantillons :	20
III.2 Les réactifs utilisés :	20
III.3 appareillage :	20

III.4 Procédé de coagulation–floculation : .....	20
III.4.1 Cas de coagulation : .....	20
III.4.1.1 Optimisation de la dose de coagulant FeCl <sub>3</sub> : .....	20
III.4.1.2 Détermination de pH optimal: .....	21
III.4.2 Cas de la floculation : .....	21
III.4.2.1 Optimisation de la dose de floculant : .....	21
III.4.3 Cas de la Coagulation-Floculation: .....	21
III.5 Caractérisation par FTIR : .....	22

## **Chapitre IV : Résultats et discussions**

Résultats et discussions : .....	24
IV. Résultats et discussions : .....	24
IV.1 Caractérisations des échantillons avant le traitement: .....	24
IV.2 Les paramètres analysés: .....	24
IV.2.1 La turbidité : .....	24
IV.2.2 Le potentiel d'hydrogène (pH): .....	25
IV.2.3 Les matières en suspension(MES):.....	25
IV.2.4 Conductivité électrique : .....	25
IV.2.5 Demande chimique en oxygène (DCO):.....	25
IV.3 Traitement de l'effluent par coagulation-floculation : .....	25
IV.3.1 Cas de Coagulation : .....	26
IV.3.1.1 Optimisation de la dose du coagulant FeCl <sub>3</sub> : .....	26
IV.3.1.2 Optimisation du PH : .....	27
IV.3.2 Cas de Coagulation-floculation : .....	29
IV.4 Caractérisation du liquide avant et après le traitement: .....	30
IV.5 Caractérisation par FTIR :.....	31
<b>Conclusion finale .....</b>	<b>34</b>

### **Références bibliographiques**

### **Annexes**

### **Résumé**

## **Liste des tableaux**

### **Chapitre I : Généralité sur les eaux**

Tableau I.1: Répartition en volume et pourcentage des différentes sources d'eau sur terre (Peter H. 2010) .....	4
Tableau I.2 : les classes de la turbidité de l'eau (Rodier J, 2009).....	8
Tableau I.3: Normes des paramètres des rejets d'effluent liquide industriel :.....	10

### **Chapitre II : Généralité sur la chitine et chitosane**

Tableau II.1 : les pourcentages de la chitine dans les principales sources (Hobel C-F-V, 2004), (Kurita k, 2006), (Tolaimate et al, 2003), (Rinaudo, 2006) .....	13
Tableau II.2 : Répartitions des applications du chitosane selon les pays en 2006 (en tonnes) (GIA, 2010). .....	17

### **Chapitre III : Matérielles et méthodes**

Tableau III.1 : différentes méthodes et norms d'analyse. ....	19
---	----

### **Chapitre IV : Résultats et discussions**

Tableau IV.1 : résultats des analyses des différents paramètres avant le traitement : .....	24
Tableau IV.2 : résultats de caractérisation du liquide avant le traitement .....	24
Tableau IV.3 : résultats de la caractérisation du rejet avant et après le traitement : .....	30
Tableau IV.4 : Principaux pics de spectre FTIR de rejet avant le traitement.....	32
Tableau IV.5 : Principal bondes de spectre FTIR de rejet après le traitement.....	32
Tableau IV.6 : Principaux pic de spectre FTIR de rejet après le traitement par le polymère SEAAL TAKSEBT .....	33

## Liste des figures

### Chapitre II : Généralité sur la chitine et chitosane

Figure II.1: Structure chimique de la chitine.....	12
Figure II.2: Structure chimique de la chitosane. ....	13
Figure II.3 : Extraction de la chitine par voie chimique et biologique. (Hamed et al, 2016)..	15

### Chapitre III : Matérielles et méthodes

Figure III.1 : Différents échantillons a analysées.....	20
---	----

### Chapitre IV : Résultats et discussions

Figure IV.1 : Evolution de la DCO et le pH en fonction des doses du coagulant $FeCl_3$ .....	26
Figure IV.2 : Rendement d'abattement de la DCO en fonction des doses du coagulant $FeCl_3$ . ....	27
Figure IV.3 : Variation de la DCO en fonction des différentes valeurs de pH. ....	28
Figure IV.4: rendement de la DCO en fonction du pH initial.....	29
Figure IV.5: Evolution de la DCO et le pH en fonction des doses des différents flocculant utilisées.....	29
Figure VI.6:taux d'abattement de la DCO en fonction des doses de flocculant utilisées.....	30
Figure IV.7 : rejet avant et après le traitement.....	31

## Liste des abréviations

**FTIR** : Infra-Rouge à Transformée de Fourier.

**UV** : Ultra-Violet.

**DCO** : Demande Chimique en Oxygène.

**DBO<sub>5</sub>** : Demande Biologique en Oxygène.

**PH** : Potentiel Hydrogène.

**MES** : Matières En Suspensions.

**Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** : Sulfate d'argent.

**H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>** : Acide sulfurique.

**K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>** : Bichromates de potassium.

**KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>** : Biphthalate de potassium.

**DO** : La densité optique.

**μS** : micro-siemens.

**cm** : centimètre.

**NTU** : unité de turbidité néphélométrique.

**NAG** : N-acétylglucosamine.

**HCl** : Acide chlorhydrique.

**CH<sub>3</sub>COOH** : Acide acétique.

**HCOOH** : Acide méthanoïque.

**Ca(OH)<sub>2</sub>** : Hydroxyde de calcium.

**NaOH** : Hydroxyde de sodium.

**NaHCO<sub>3</sub>** : Bicarbonate de sodium.

**KOH** : Hydroxyde de potassium.

**KMnO<sub>4</sub>** : permanganate de potassium.

**NaCl** : chlorure de sodium.

**H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>** : peroxyde d'hydrogène.

# **Introduction générale**

## Introduction

Les eaux sont une préoccupation majeure pour l'environnement et l'être humain. Chaque jour, des millions de litres d'eau usée sont rejetés dans les rivières, lacs et océans, contaminant ainsi les sources d'eau potable, perturbant les écosystèmes aquatiques et menaçants la santé humaine.

La pollution de l'eau est causée par une variété des facteurs, tel que les activités industrielles, l'agriculture, les déchets municipaux et domestiques, ainsi les versement des produits chimiques. Ces contaminants peuvent causer des maladies, affecter la faune et la flore et endommager les infrastructures de traitement de l'eau.

Le traitement physico-chimique est l'un des nombreux procédés de traitement des eaux développés, courant et efficace pour répondre à la demande croissante en eau. Il est important d'explorer d'autres technologies de traitement des eaux pour garantir l'approvisionnement en eau sûr et durable pour les générations futures. Parmi ces techniques on trouve la coagulation-floculation; qui nécessite l'utilisation d'agents coagulants et des floculants pour une meilleure efficacité de processus de traitement de l'eau, tels que le chlorure ferrique ( $\text{FeCl}_3$ ), le sulfate d'aluminium ( $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ )...Etc. Ces derniers peuvent avoir des impacts négatifs sur l'environnement et la santé humaine.

La réduction des impacts négatifs d'utilisation des produits chimiques dans le traitement de l'eau nécessite une approche globale qui prend en compte l'ensemble des systèmes de gestion de l'eau, cela implique la prise en compte des aspects techniques, économiques, sociaux et environnementaux pour trouver des solutions durables. Dans ce cadre, l'alternative, c'est de remplacer les produits chimiques par des produits naturels (biopolymères) qui respectent le concept de la chimie verte.

Parmi les matières, renouvelables et non nocives pour l'environnement, on peut citer les matériaux issus des déchets marins, en particulier la chitine et son principal dérivé, le chitosane. Ce biopolymère répond favorablement aux exigences du développement durable.

L'objectif de ce travail est le traitement des eaux usées issues de la synthèse de chitosane par un procédé physico-chimique coagulation-floculation.

Pour cela, une étude paramétrique est effectuée, afin d'optimiser des paramètres tels que le pH, la concentration de coagulant et les concentrations des floculants. Une analyse par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier FTIR est examinée dans les conditions

## Introduction générale

---

optimales Afin déterminer l'efficacité du traitement par coagulation-floculation des eaux usées issus de la synthèse chitosane.

### Ce mémoire, regroupe deux grandes parties :

- ❖ La première partie est consacrée à la théorie et revue bibliographiques qui englobe deux chapitres :
  - **Chapitre I** illustre les notions suivant :
    - ✓ Des généralités sur les eaux.
    - ✓ Des généralités sur les eaux usées.
    - ✓ Les paramètres de la pollution des eaux usées.
  - **Chapitre II** présente :
    - ✓ Des généralités sur la chitine et chitosane.
    - ✓ Les principales applications de chitosane.
  - La deuxième partie est consacrée à la présentation du procédé de traitement et des méthodes analytiques utilisées dans cette étude, ainsi qu'à l'interprétation des résultats obtenu, se résumant en deux
  - **Chapitre III** : la description de l'ensemble du matériel utilisé ainsi que les méthodes analytiques et expérimentales.
  - **Chapitre IV** : consacré à la représentation des résultats expérimentaux et leurs interprétations.
- ❖ Enfin une conclusion générale qui récapitule les principaux résultats de ce présent travail et envisage les perspectives future.

# **Chapitre I**

## **Généralité sur les eaux**

## I. Généralité sur les eaux :

### I.1 Introduction :

L'eau est le vecteur principal, vital de toutes les activités humaines, il est donc essentiel de la préserver de tous les types de pollution afin de garantir la continuité de la vie sur terre ainsi que pour les générations futures.

D'ailleurs, selon l'estimation de l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS), environ 80% des maladies qui affectent la population mondiale sont directement associées à l'eau. Par ailleurs, l'OMS estime que les eaux polluées sont responsables de 50% des cas de mortalité infantile (**Desjarins Raymond, 1990**). Ce qui inquiète ces dernières années beaucoup de chercheurs, qui ont dirigés leurs recherches dans ce sens pour remédier à ce problème.

### I.2 L'eau sur la planète Terre :

L'eau est une substance naturelle, souvent liquide, incolore et inodore vitale pour tous les êtres vivants sur terre, elle est présente à différentes profondeurs ainsi qu'à la surface de la terre.

Sur terre, on trouve approximativement 1.360.000.000 Km<sup>3</sup> d'eau. Ce volume recouvre 70% des 509 millions de Km<sup>2</sup> de la surface de globe. C'est ainsi qu'elle a surnommé la planète bleue.

On trouve 97,2% de L'eau de cette planète est salée se retrouve dans les océans et dans les mers. 1,8% se trouve dans les glaciers et les calottes glaciers, 0,9% est des eaux souterraines, 0,02% sous forme d'eau douce dans les lacs, mers intérieures et les fleuves, 0,001% d'eau liquide, temporairement sous forme de vapeur (**Hildebrandt Sybille, 2012**).

**Tableau I.1:** Répartition en volume et pourcentage des différentes sources d'eau sur terre  
(Peter H. 2010)

	Volume (10 <sup>3</sup> Km <sup>3</sup> )	Pourcentage de l'eau totale %	Pourcentage de l'eau douce %
Eau totale	1.386 millions	100	-
Eau douce totale	35000	2.53	100
Océan mondiaux	1.340 millions	96.5	-
Eau salée souterraine	13000	1	-
Eau douce souterraine	10500	0.76	30
Glaciers antarctiques	21600	1.56	61.7
Glacier de Groenland	2340	0.17	6.7
Iles arctiques	84	0.006	0.24
Glaciers montagneux	40.6	0.003	0.12
Pergélisol et glaces souterraine	300	0.022	0.86
Lacs salin	85.4	0.006	-
Lacs d'eau douce	91	0.007	0.26
Humidité de sol	16.5	0.0012	0.047
tourbières	11.5	0.0008	0.03
Rivière (flux moyenne)	2.12	0.0002	0.06
Dans la matière biologique	1.12	0.0001	0.0003
Dans l'atmosphère (en moyenne)	12.9	0.0001	0.04

### I.3 Les eaux usées :

#### I.3.1 Définition des eaux usées :

Les eaux usées sont des eaux qui ont été utilisées pour diverses activités domestiques, industrielles ou commerciales, et qui contiennent des impuretés, des matières organiques, des produits chimiques et des agents pathogènes (**Bechac Jean-pierre, 1984**). Autrement dit, tout changement défavorable des caractéristiques naturelles (biologiques ou physico-chimiques) dont les causes sont directement ou indirectement en relation avec des activités humaines (**Bettache A, 2013 ; Steyer J, 1998**). Ces eaux sont généralement collectées à partir de réseaux de canalisations et acheminées vers une station d'épuration où elles sont traitées avant d'être rejetées dans l'environnement.

**I.3.2 Type et sources des eaux usées :**

En général, les sources des eaux usées varient en fonction des zones géographiques, elles proviennent des activités humaines, d'après les origines des substances polluantes, on distingue plusieurs catégories d'eaux usées :

**I.3.2.1 Les eaux usées domestiques :**

Elles proviennent essentiellement des activités quotidiennes de ménages, comme les eaux d'évacuation des toilettes, cuisines et salles bain. Ces eaux contiennent des matières organiques dégradables, des matières minérales, des produits chimiques et des bactéries.

**I.3.2.2 Les eaux usées agricoles :**

Ces eaux sont générées par les activités agricoles, telles que l'irrigation, traitement des aliments et le nettoyage du matériel agricole. Ces eaux peuvent contenir divers contaminants issus de l'utilisation des pesticides, d'engrais et d'autres produits chimiques dans l'agriculture (Abibsi N, 2011).

**I.3.2.3 Les eaux usées industrielles :**

Sont les eaux utilisées dans les processus industrielles, elles varient selon le type d'industrie et de sorte de production. Ces eaux contiennent des produits chimiques, des métaux lourds, des huiles et d'autres substances nocives à l'environnement et la santé humaine (Edline F, 1979).

**I.3.2.4 Les eaux usées pluviales et ruissellement :**

Ce sont les eaux de pluie qui contiennent des impuretés, elles peuvent être polluées par la pollution de l'air comme les pluies acides. Les ruissellements provenant des toits et des sols peuvent entraîner une dégradation de la qualité des eaux naturelles en les contaminants lorsqu'elles s'écoulent dans les cours de ces dernières (Cazenave et Nerem S, 2002) ; Belbachir S et Habbeddine S, 2017).

**I.3.3 Les paramètres de la pollution des eaux usées :**

L'eau potable est toute eau qui ne porte pas atteinte à la santé de consommateur, quelque soit l'âge ou son état physiologie, autrement dit : les caractéristiques physiques, chimiques et bactériologiques doivent être conformes à des normes de potabilité (Ramband et Delattre M, 1992).

Les paramètres d'une eau usée sont les caractéristiques physiques, chimiques et biologiques qui permettent de mesurer la qualité de l'eau usée. Voici les principaux paramètres couramment utilisés pour évaluer la qualité de l'eau usée :

### **I.3.3.1 Paramètres physiques :**

#### **I.3.3.1.1 Température (T°) :**

La température d'une eau potable devrait être inférieure à la température de l'air en été, et doit être supérieure en hiver (**Rodier J, 1984**). Car la température joue un rôle important dans la solubilité des sels et les gaz, l'augmentation de la température implique la diminution de la concentration d'oxygène dissous (**Gaujous D, 1995**).

#### **I.3.3.1.2 Les matières en suspensions (MES) :**

Les matières en suspension désignent l'ensemble des matières solides insolubles présentes dans une eau (Sables, argiles, matières organiques... Etc).

Elles constituent un paramètre important qui indique le degré de pollution d'un effluent urbain ou même industriel.

#### **I.3.3.1.3 Les matières volatiles en suspension (MVS) :**

Elles représentent la fraction organique des MES et sont obtenues par calcination de ces MES à 525°C pendant 2h. La différence de poids entre MES à 105°C et MES à 525°C donne la perte au feu et correspond à la teneur en MVS (mg /l) d'une eau (**Mekhalif F, 2009**).

### **I.3.3.2 Paramètres chimiques :**

#### **I.3.3.2.1 La demande chimique en oxygène (DCO) :**

La demande chimique en oxygène (DCO), exprimée en mg d'oxygène par litre. Elle représente la teneur totale de l'eau en matières oxydables.

Ce paramètre correspond à la quantité d'oxygène nécessaire à l'oxydation des matières organiques et des substances oxydables présentes dans l'eau, elle permet d'évaluer la charge organique totale de l'eau usée.

#### **I.3.3.2.2 La demande biochimique en oxygène (DBO) :**

Ce paramètre mesure la quantité d'oxygène nécessaire à la destruction des matières organiques grâce aux phénomènes d'oxydation par voie aérobie. La demande biochimique en oxygène (DBO) est exprimée en mg d'oxygène par litre. Elle exprime la quantité de matières organiques biodégradables présentes dans l'eau.

Pour mesurer ce paramètre, on prend comme référence la quantité d'oxygène consommé au bout de 5 jours. C'est la demande biochimique en oxygène sur cinq jours DBO<sub>5</sub>

### **I.3.3.2.3 Le potentiel d'Hydrogène :**

Le contrôle de pH permet d'évaluer la concentration de l'ion hydrogène dans une solution. Cette grandeur chimique mesure le caractère acide ou basique d'une solution aqueuse, sur une échelle de 0 (très acide) à 14 (très basique ou alcalin).

Le pH n'a pas de signification hygiénique, mais il représente une notion très importante pour détermination l'agressivité de l'eau (**Rodier J, 1984**). Des pH faibles augmentent le risque de présence des métaux sous forme ionique toxique, et des pH élevées augmente les concentrations d'ammoniac.

Le pH d'une eau naturelle peut varier de 4 à 10 en fonction de la nature acide ou basique des milieux traversés, dans une eau potable le pH situé entre 6,5 et 8,5 (**OMS, 1986**).

### **I.3.3.2.4 Conductivité électrique :**

La conductivité permet d'apprécier la qualité des sels dissous dans l'eau et nous renseigne également sur les degrés de minéralisation de l'eau (**Guentri S, Rahmania F, 2015**). Elle est exprimée en micro-siemens par centimètre ( $\mu\text{S}/\text{cm}$ ), (**Afnor, 2001**).

La conductivité de l'eau varie considérablement en fonction de la qualité de l'eau et des impuretés qu'elle contient, l'eau douce a une conductivité faible, car elle est pauvre en minéraux, tandis que l'eau dure est riche en minéraux, on trouve une conductivité élevée. Une eau idéale pour la boisson doit avoir une conductivité entre 10  $\mu\text{S}/\text{cm}$  et 100  $\mu\text{S}/\text{cm}$ .

### **I.3.3.2.5 Oxygène dissous :**

L'oxygène dissous est un composé essentiel de l'eau car il permet la vie de la faune et il conditionne les réactions biologiques qui ont lieu dans les écosystèmes aquatiques. La solubilité de l'oxygène dans l'eau dépend de différents facteurs, dont la température, la pression et la force ionique du milieu. La concentration en oxygène dissous est exprimée en mg O<sub>2</sub> / l (**Rejsek F, 2002**).

### **I.3.3.2.6 L'azote (N) :**

La pollution azotée est la pollution de toutes les formes nocives de l'azote pour l'eau, l'air et les sols ou les écosystèmes. Qui peut de trouver sous différentes formes de nitrates (NO<sub>3</sub><sup>-</sup>), les nitrites (NO<sub>2</sub><sup>-</sup>), l'azote ammoniacal (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) et l'azote organique (R-NH<sub>2</sub>)

### I.3.3.2.7 Phosphore (P) :

Le phosphore est présent dans l'eau sous plusieurs formes: phosphates, phosphore organique...Etc, les sources de phosphore proviennent des déjections humaines et animales. La présence des composés phosphorés est indésirable dans les réservoirs de distribution d'eau, parce qu'ils contribuent au développement d'algues et plus généralement du plancton aquatique.

### I.3.3.2.8 Turbidité :

La turbidité est due à la présence de diverses matières en suspensions non dissoute, telle que des particules minérales ou organiques dans un liquide, ces derniers donnent un aspect trouble à l'eau; la sécurité de consommateur. La turbidité d'une eau doit être inférieure à 5 NTU pour qu'elle soit admise dans la catégorie des eaux pure (Rejsek F, 2002).

**Tableau I.2** : les classes de la turbidité de l'eau (Rodier J, 2009).

NTU<5	Eau claire
5<NTU<30	Eau légèrement trouble
NTU>50	Eau trouble

### I.3.3.2.9 La couleur :

La couleur des eaux, c'est une indication de la pollution, dépend de la nature de ses composantes, les eaux usées domestiques qui proviennent des ménagères, peuvent être grisâtres en raison de matières organiques, des résidus alimentaires...Etc.

## I.3.4 Les procédés de traitement des eaux usées :

### I.3.4.1 Procédé physique :

Il s'agit des opérations d'éliminations les matières en suspension dans l'eau en utilisant les techniques de filtrations, la sédimentation et la décantation...Etc.

### I.3.4.2 Procédé chimique :

Ce type de traitement est utilisé pour éliminer les impuretés dissoutes dans l'eau, telles que les métaux lourds, les nitrates et les phosphates à l'aide des réactifs chimiques.

**I.3.4.3 Procédé physico-chimique :**

Les procédés combinent les principes de la chimie et de la physique.

Certaines substances comme les colloïdes sont particulièrement stables en suspension et leur durée de décantation peut être trop longue. Afin de favoriser leur décantation, le décanteur est probablement conditionné avec les réactifs chimiques qui facilitent l'agglomération des particules (Tixier N, 2003).

**I.3.4.3.1 Coagulation :**

Le but de la coagulation est de déstabiliser les particules en suspension pour faciliter leurs agglomérations à l'aide d'un produit chimique appelée coagulant, ce procédé se fait à une grande vitesse d'agitation.

**I.3.4.3.2 Flocculation :**

L'objectif de la flocculation, c'est d'augmenter la probabilité des contacts et le réassemblage entre les particules à l'aide d'un réactif appelé flocculant. Ces particules seront aptes à agglutiner et former des flocs plus denses, permettant de donner un volume plus important. Ce procédé se fait sous une faible agitation.

**I.3.4.3.3 La décantation :**

Une fois la coagulation flocculation est réalisée, il est primordial de terminer le procédé par la décantation. Cette étape sert à l'épuration de l'eau.

**I.3.4.3.4 La filtration :**

Après la décantation on possède à la filtration, cette étape sert à séparer des flocs de l'eau.

**I.3.4.4 Procédé biologique :**

Le traitement biologique est utilisé pour éliminer les matières organiques dissoutes dans l'eau par les micro-organismes et les bactéries. Le principe consiste à mettre la matière organique contenue dans les eaux usées au contact d'une masse bactérienne, Celle-ci se nourrit des polluants et les dégrade.

**I.4 Normes de rejets de l'OMS :**

Le niveau d'épuration exigé correspond aux normes de rejets dans le milieu récepteur. Ces normes dépendent de l'usage que l'on veut faire de ce milieu. En Algérie, et quand il s'agit de rejeter les eaux usées dans un cours d'eau en écoulement, on utilise les normes recommandées par l'OMS regroupés dans le tableau suivant :

**Tableau I.3:** Normes des paramètres des rejets d'effluent liquide industriel :

Paramètres	Normes
Température (C°)	30
PH	6,5 _ 8,5
Matières en suspensions (mg/L)	35
Azote Kjeldhal (mg /L)	30
Phosphore total (mg /L)	10
Demande Chimique en Oxygène (mg O <sub>2</sub> /L)	120
Demande biochimique en Oxygène (mg O <sub>2</sub> /L)	35
Aluminium (mg/L)	3
Substances toxiques bioaccumulables (mg/L)	0.005
Cyanures (mg/L)	0.1
Fluor et composés (mg/L)	15
Indice de phénols (mg/L)	0.3
Hydrocarbure totaux (mg/L)	10
Huiles et graisses (mg/L)	20
Dioxyde de chlore (mg/L)	0.05
Cuivre total (mg/L)	0.5
Mercure total (mg/L)	0.01
Plomb total (mg/L)	0.5
Chrom total (mg/L)	0.5
Etain total (mg/L)	2
Manganèse (mg/L)	1
Nichel total (mg/L)	0.5
Zinc total (mg/L)	3
Fer (mg/L)	3
Composés organiques chlorés (mg/L)	5

# **Chapitre II**

## **Généralité sur la chitine et chitosane**

## II. Généralité sur la chitine et chitosane

### II.1 Définition et structure de la chitine :

La chitine est une molécule de la famille des glucides, est un polysaccharide azoté, issue de la polymérisation de N-acétylglucosamine (NAG), liée par une liaison osidique du type  $\beta$ -1, 4, ce biomatériau, biocompatible et biodégradable, d'origine marin est le deuxième biopolymère abandon sur terre, après la cellulose (Shahidi et al, 1999). Elle est présente principalement dans les coquilles de mollusques, dans les cuticules des insectes et dans la carapace des crustacés (Crini G et al, 2009), elle est produite à partir des carapaces de crevette, (Shahidi F et Anuzayoun R, 2005).

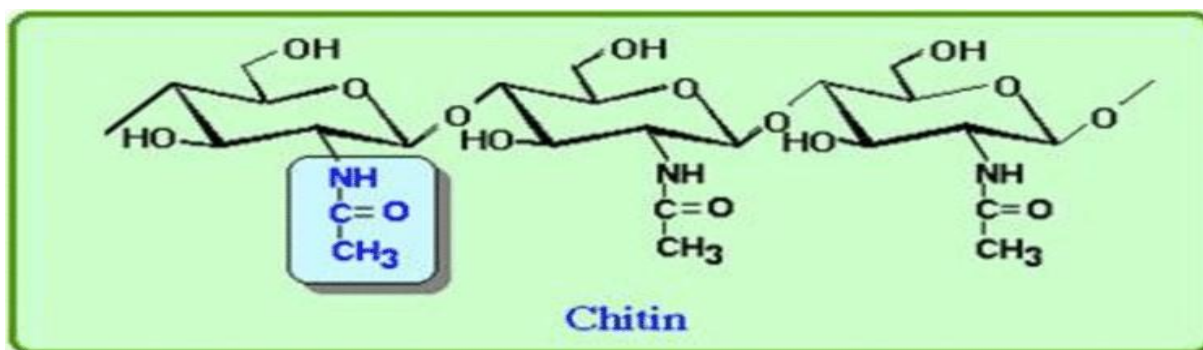


Figure II.1: Structure chimique de la chitine.

### II.2 Définition et structure de la chitosane :

Le chitosane ou chitosan (en anglais) est un polysaccharide linéaire composé de D-glucosamine désacétylées et acétylées liées par  $\beta$ -(1-4), un tel polymère est obtenu par la désacétylation de la chitine, ou les ions acétates et un groupe NH<sub>2</sub> sont produits par hydrolyse de groupe acétamide.

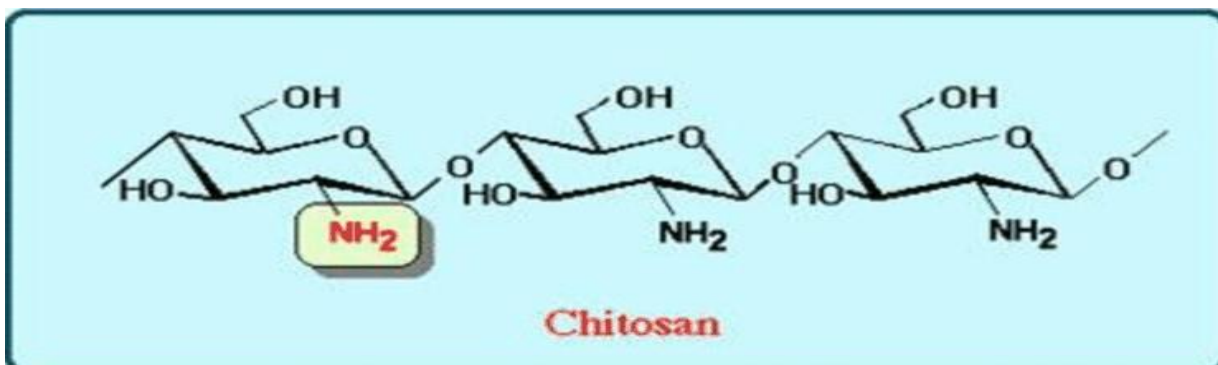


Figure II.2: Structure chimique de la chitosane.

### II.3 Origine de la chitine et chitosane :

La chitine peut être trouvée dans de nombreux organismes aquatiques, terrestres et même chez certains micro-organismes (Kim S.K, 2010), elle figure parmi les biopolymères les plus courants sur terre après la cellulose et la lignine.

Aujourd'hui, les chitines et les chitosans sont produits commercialement à partir de biodéchets issus d'organismes aquatiques, au début des années 2000, les crevettes, crabes, homards et calamars provenant de l'industrie de la transformation maritime étaient la principale ressource utilisée (Teng W.L et al, 2001). En général, les exosquelettes contiennent 15% à 40% de la chitine (Kurita K, 2006). Aussi, on trouve les organismes terrestres comme les insectes, les crustacés terrestres (cloportes) et les champignons sont considérés comme des sources alternatives pour la production de la chitine et chitosane. Les champignons contiennent 10% à 20% de la chitine dans leurs parois (Synytsya A et al, 2009). Les proportions de ces sources varient selon la saison de l'espèce.

**Tableau II.1** : les pourcentages de la chitine dans les principales sources (Hobel C-F-V, 2004), (Kurita k, 2006), (Tolaimate et al, 2003), (Rinaudo, 2006)

Organismes	% de chitine	Organismes	% de chitine
Crustacés :		Insectes :	
cancer (crabe)	72,1 <sup>c</sup>	Periplaneta (cafard)	2,0 <sup>d</sup>
carcinus (crabe)	64,2 <sup>b</sup>	Blatella (cafard)	18,4 <sup>c</sup>
paralithodes (crabe royal)	35,0 <sup>b</sup>	Cleoptera (coccinelle)	27- 35 <sup>c</sup>
callinectes (crabe bleu)	14,0 <sup>a</sup>	Diptera	54,8 <sup>c</sup>
crangon (crevette)	69,1 <sup>c</sup>	Pieris (papillon)	64,0 <sup>c</sup>
crevette d'Alaska	28,0 <sup>d</sup>	bombyx (ver de soie)	44,2 <sup>c</sup>
nephros (langouste)	69,8 <sup>c</sup>	calleria (ver à cire)	33,7 <sup>c</sup>
homarus (langouste)	60- 75 <sup>c</sup>		
lepas (bernacles)	58,3 <sup>e</sup>		
Champignons :		Mollusques :	
Aspergillus niger	42,0 <sup>e</sup>	Palourde	6,1
Penicillium notatum	18,5 <sup>e</sup>	Coquille des huîtres	3,6
Penicillium chrysogenum	20,1 <sup>e</sup>	Stylo de calmar	41,0
Saccharomyces cerevisiae	2,9 <sup>e</sup>	Krill, carapace déprotéinée	40,2
Mucor rouxii	44,5		
Lactarius vellereus	19,0		

(a : pourcentage par rapport au poids frais de l'organisme ; b : pourcentage par rapport au poids sec de l'organisme ; c : pourcentage par rapport au poids organique de la cuticule ; d : pourcentage par rapport au poids total de la cuticule ; e : pourcentage par rapport au poids sec de la paroi cellulaire)

## II.4 Extractions de la chitine et production de chitosane:

Généralement, la chitine et le chitosane sont obtenus par deux procédés d'extractions chimiques et biologiques. Le procédé acido-basique implique l'utilisation d'acides et de bases fortes (Domard A; Domard M, 2001), pour dissoudre les carbonates de calcium et protéines (El Knidri H et al, 2018). Les méthodes biologiques ou traitement enzymatique (Kauss H; Bauch B, 1988), l'extraction réussit à maîtriser les conditions spécifiques qui peuvent être contrôlées. (Tyliszczak et al, 2020).

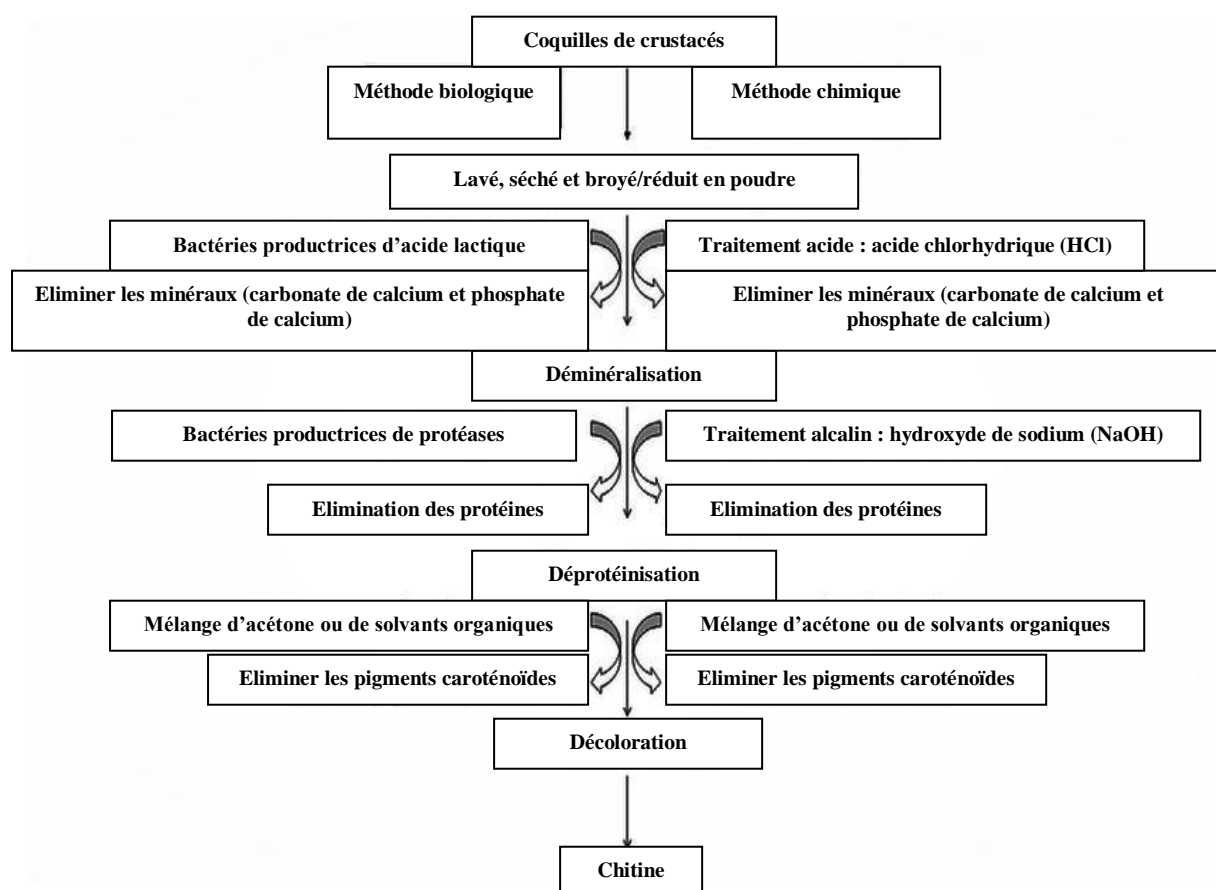


Figure II.3 : Extraction de la chitine par voie chimique et biologique. (Hamed et al, 2016)

## II.5 Les principales propriétés de la chitine et du chitosane :

### II.5.1 Propriétés physico-chimiques :

#### II.5.1.1 Structure D-glucosamine rigide et cristalline :

La D-glucoamine est une amine dérivée de glucose, qui se trouve dans les composés tels que la chitine et le chitosane. Sa rigidité dépend de sa conformation spatiale et des

liaisons présentes dans la molécule. Elle peut former des structures cristallines sous différents facteurs (Crini Grégorio et al, 2009).

### **II.5.1.2 pourcentage en Azote :**

Comme la D-glucosamine, le chitosane présente un pourcentage élevé d'azote dans sa structure.

### **II.5.1.3 Capacité a formé des liaisons hydrogène :**

Le chitosane est capable de former des liaisons hydrogènes avec d'autres molécules ou avec lui-même. Cette capacité lui confère des propriétés qui peuvent augmenter la viscosité des solutions dans lesquelles il est présent.

### **II.5.1.4 Base faible :**

Les groupes amino de chitosane peuvent se comporter des bases faibles et accepter des protons pour former des ions ammoniums, tout comme dans le cas de la glucosamine (caractère nucléophile de la fonction amine).

### **II.5.1.5 Solubilité :**

Le chitosane est insoluble dans l'eau et les solvants organiques, cependant il est soluble dans les solutions diluées d'acide faible, tel que l'acide acétique, il forme des solutions colloïdales ou des gels, en fonction de la concentration et des conditions de dissolution (Rinaudo et al, 1999).

### **II.5.1.6 Conductivité ionique :**

En raison de la présence des groupes ionisables, le chitosane peut former des ions lorsqu'il est dissous dans une solution aqueuse, ce qui lui confère une certaine conductivité ionique.

## **II.5.2 Propriétés biologique :**

### **II.5.2.1 Toxicité :**

Le chitosane est proposé comme matériau biocompatible pour les applications biomédicales et pharmaceutique, cependant, il est considéré non toxique, ce qui signifie qu'il est sûr pour utilisation, cela en fait un matériau promoteur pour les applications biomédical et toutes les autres applications (Chou Chih-Ming et al, 2020).

**II.5.2.2 Biodégradabilité :**

Le chitosane est biodégradable, ce qui signifie qu'il peut être dégradé par des processus biologiques (dégradation par des enzymes) e composées simples et non toxiques (**Crini Grégorio et al, 2009**).

**II.5.2.3 Activités bioactif :**

Le chitosane présente diverses activités biologiques bénéfiques, il possède des activités antimicrobiennes, antifongique, anticoagulant...ect, qui sont applicables dans le domaine de la médecine et la santé (**ShiC et al, (2006)**).

**II.5.3 Propriété dans un milieu acide**

En milieu acide, le chitosane présente des propriétés polyélectrolytes en raison de sa charge positive, il peut interagir avec des molécules anioniques, agir comme un flocculant, former des complexes et des chélates, ce qui confère le chitosane des applications variées dans plusieurs domaines comme le traitement des eaux usées (**Rinaudo et al, 1999**).

**II.6 Applications de la chitine et chitosane :**

On trouve l'utilisation de la chitine et chitosane dans divers domaines. Chitosane, particulièrement polyvalent, s'impose en médecine pour la confection des pansements hémostatiques et la cicatrisation des plaies (**Muzzarelli RAA, Muzzarelli C, 2005**) grâce à ces propriétés biocompatibles et antimicrobiennes. Il joue également un rôle majeur dans l'industrie pharmaceutique pour l'encapsulation et la libération contrôlée de médicament. Dans l'industrie alimentaire, le chitosane se distingue comme agent épaississement, stabilisant et conservateur (**muzzarelli RAA, 1986**), tandis que son homologue, la chitine, s'illustre dans l'agriculture comme agent biocontrôle, de plus ces biopolymères suscrit un intérêt croissant dans le domaine environnementale en tant que composants de mâtereaux durable et biodégradable.

**II.6.1 Traitement des eaux et protection de l'environnement :**

Le chitosane à des remarquables utilisations dans le domaine de traitement des eaux, pour éliminer les contaminants et améliorer la qualité de l'eau. Il possède plusieurs propriétés bénéfiques qui le rendent efficace dans ce domaine.

-le chitosane peut est utilisé efficacement dans les processus tels que la coagulation-floculation, il agit en neutralisant les charges négatives des particules en suspensions présente dans l'eau, cela permet de réduire la turbidité et d'éliminer les matières en suspensions.

-En tant qu'adsorbant, le chitosane est efficace pour éliminer les différents contaminants de l'eau, grâce à ses groupements fonctionnels il peut adsorber les métaux lourds, les radionucléides et les substances organiques présentes dans l'eau.

-Le chitosane est également utilisé pour la chélation des métaux, une méthode qui implique la formation de complexe entre les ions métallique présente dans l'eau et le chitosane, ces interactions réduisent la toxicité des métaux et facilitent leurs éliminations.

-Dans le processus d'ultrafiltration, le chitosane est utilisé comme matériau de membrane pour retenir les particules, en agissant comme une barrière sélective de la filtration.

-De plus, le chitosane présente des avantages environnementaux, car il est biodégradable et non toxique. Donc il offre une alternative plus durable par rapport à certains produits chimiques utilisés dans le traitement des eaux (**Crini Grégorio et al, 2009**).

## II.7 Application du chitosane en 2006 :

**Tableau II.2 :** Répartitions des applications du chitosane selon les pays en 2006 (en tonnes) (**GIA, 2010**).

Domaine d'application	USA	Europe	Japon	Asie-pacifique	Canada	Autre	Total
Traitement des eaux	450.3	368.6	2900.8	245.8	74.9	101	4141.4
Cosmétique	535.8	173.6	209.6	136.4	54.2	79.8	1189.4
Agroalimentaire	352	209.6	197.2	72.2	67.8	33.1	931.9
Santé (médecine)	306.5	84.9	156.2	200.5	31.1	13.9	793.1
Agrochimie	125.6	73.4	89	285.5	29.2	20	622.7
Biotechnologie	131.2	37.1	57.5	45.2	15.8	12.1	298.9
Pulpe / papier	39.1	28.9	36.1	29.6	11.2	6.8	151.7
Textile	23.47	17.8	25.5	19.9	6.3	4.3	97.3
Photographie	13.04	9.1	29.7	8.9	2.9	1.7	65.3
Diverses	28.89	18.9	54.1	19.1	8.3	4.1	133.4
Total	2005.9	1021.9	3755.7	1063.1	301.7	276.8	8425.1

# **Chapitre III**

## **Matérielles et méthodes**

### III. Méthodes et matérielles :

Ce travail a pour objectif le traitement d'un rejet liquide issu de la production de chitosane par procédé physico-chimique coagulation-floculation, en utilisant un coagulant  $\text{FeCl}_3$  et deux floculants, le chitosane et le polymère utilisée dans la station de traitement des eaux de surface TAKSEBT. Une étude paramétrique est entreprise pour déterminer les conditions idéales en vue d'obtenir un meilleur abattement de la pollution.

Ce chapitre a pour but de présenter le matériel et les méthodes utilisés dans le cadre de cette étude, ainsi que les paramètres examinés pour évaluer les rejets liquides. Les méthodes utilisées sont détaillées en annexe, tandis que le tableau ci-dessous regroupe les différentes normes et méthodes employées pour évaluer les divers paramètres (DCO,  $\text{DBO}_5$ , MES, PH, la conductivité et la turbidité) considérés lors du traitement par coagulation floculation.

**Tableau III.1** : différentes méthodes et norms d'analyse.

Paramètres	Méthodes	Normes
PH	PH-mètre	NFT 90-008
Conductivité	Mesure direct avec le turbidimètre	NFT 90-008
MES	Filtration et séchage à $105^\circ$	NFT 90-015
Conductivité	Mesure direct avec conductimètre	
DCO	Oxydation par bichromate	ISO 6060-1989
$\text{DBO}_5$	Respirométrie	

#### III.1 Rejets générés lors de l'elaboration du chitosane :

Le processus d'élaboration du chitosane à partir de la crevette passe par plusieurs étapes à savoir : le prétraitement de la matière (la crevette), déprotéinisation, désacidification, désacétylation et purification. Ces étapes de processus d'élaboration du chitosane à partir de crevette génèrent des rejets d'eau nécessitant un traitement, dans chaque étape de ces processus, l'utilisation d'eau pour lavage et la manipulation des produits chimique peut entrainer la génération de rejets d'eau contenant divers contaminants nécessitant un traitement approprié pour minimiser l'impact sur l'environnement.

##### III.1.1Collecte des rejets:

Les rejets issus des différentes étapes de production de chitoane sont récupérés dans des jerricans. Des échantillons ont été prélevés des diffirents rejets récupérés, afin de subir des analyses physico-chimiques ( $\text{DCO}$ ,  $\text{DBO}_5$ , MES, PH, la conductivité et la turbidité), avant et après le traitement.

### III.1.2 Echantillons :

- Bouteille 01 : eaux de premier lavage (brute).
- Bouteille 02 : eaux de lavages après déminéralisation.
- Bouteille 03 : eaux de lavages après déprotéinisation.

- Bouteille 04 : mélange des trois différentes eaux de lavages



**Figure III.1 :** Différents échantillons à analyser

### III.1.3 Les réactifs utilisés :

**a- coagulants:**  $\text{FeCl}_3$

**b- floculants:** chitosane et Polymère SEAAL TAKSEBT

**c- réactifs pour ajuster le PH :** HCl et NaOH

### III.3 appareillage :

Jar test, Spectrophotomètre, PH-mètre, Conductimètre, Turbidimètre, Verrerie courante de laboratoire.

### III.4 Procédé de coagulation -floculation :

#### III.4.1 Cas de coagulation :

##### III.4.1.1 Optimisation de la dose de coagulant $\text{FeCl}_3$ :

- Introduire 1000ml de l'échantillon à traiter dans une série de béchers, puis mettre ces derniers dans un JAR TEST.

-Ajouter alors des doses croissantes du coagulant, Agiter rapidement (200tr/min.) pendant 30s.

-Réduire l'agitation à 40tr/min et laisser le mélange sous agitation lente pendant 15min.

-Arrêter l'agitation et laisser le mélange se décanter pendant 15min.

-A l'aide d'une pipette, prélever soigneusement un volume du surnageant sur lequel différentes analyses seront effectuées.

#### **III.4.1.2 Détermination de pH optimal:**

-Introduire 1000ml de l'échantillon à traiter dans une série de béchers, puis mettre ces derniers dans un JAR TEST.

-Ajouter alors des doses croissantes du coagulant, Agiter rapidement (200tr/min.) pendant 30s. En variant le pH pour le coagulant  $\text{FeCl}_3$  considéré.

-Réduire l'agitation à 40tr/min et laisser le mélange sous agitation lente pendant 15min.

-Arrêter l'agitation et laisser le mélange se décanter pendant 15min.

-A l'aide d'une pipette, prélever soigneusement un volume du surnageant sur lequel différentes analyses seront effectuées.

#### **III.4.2 Cas de la floculation :**

##### **III.4.2.1 Optimisation de la dose de flocculant :**

-Introduire 1000ml de l'échantillon à analyser dans une série de béchers, puis mettre ces derniers dans un JAR TEST.

-Régler l'agitation à 40tr/min (lente), et ajouter des doses croissantes du flocculant, pendant 15min.

-Arrêter l'agitation et laisser décanter pendant 15min.

-A l'aide d'une pipette, prélever soigneusement un volume du surnageant sur lequel différentes analyses seront effectuées.

##### **III.4.3 Cas de la Coagulation-Floculation:**

-Introduire 1000ml de l'échantillon à analyser dans une série de béchers, puis mettre ces derniers dans un JAR TEST.

- Ajuster le pH (pH optimal) à l'aide de la solution d'HCl ou NaOH).
- Agiter rapidement (200tr/min.) pendant 30s.
- Ajouter la dose optimale du coagulant déterminée par l'essai de la coagulation.
- Mettre sous agitation lente à 40tr/min, puis ajouter les doses croissantes du flocculant pendant 15min.
- Arrêter l'agitation et laisser le mélange se décanter pendant 15min.
- A l'aide d'une pipette, prélever soigneusement un volume du surnageant sur lequel différentes analyses seront effectuées.

### **III.5Caractérisation par FTIR :**

C'est une technique analytique largement utilisée pour l'identification et la caractérisation des composés chimiques, elle est basée sur la spectroscopie infrarouge, qui mesure l'absorption de la lumière infrarouge par les liaisons chimique de l'échantillon. Elle permet d'obtenir des informations précises sur les structures chimiques, telles que les liaisons C-H, O-H...etc. chaque groupes fonctionnels a une signature caractéristique dans le spectre infrarouge, ce qui permet de déterminer la composition chimique de l'échantillon.

# **Chapitre IV**

## **Résultats et discussions**

## IV. Résultats et discussions

Le rejet de synthèse du chitosane est composé de divers contaminants organiques et minéraux. Leur composition varie en fonction des processus d'extraction de la chitine et de production du chitosane. Dans cette partie de ce travail on s'est focalisé sur le procédé de traitement utilisé et la caractérisation des paramètres globaux tels que le pH, la demande chimique en oxygène (DCO), la demande biologique en oxygène sur 5 jours (DBO5), les matières en suspension (MES), la conductivité et la turbidité, ainsi que l'interprétation des résultats trouvés.

### IV.1 Caractérisations des échantillons avant le traitement:

Avant le traitement par procédé physico-chimique des échantillons ont été analysés, les résultats obtenus des différents paramètres sont regroupés dans le **tableau IV.1**:

**Tableau IV.1** : résultats des analyses des différents paramètres avant le traitement :

	Echantillon 01	Echantillon 02	Echantillon 03	Echantillon 04
Température (C°)	21.1	21.3	20.7	23.4
Couleur	Marron foncé	Marron	claire	Marron claire
Turbidité (NTU)	3686	380	18.84	266
PH	0.11	1.49	12.31	1.83
Conductivité (mS/cm)	298	19.11	6.11	94.2
MES (g/L)	36.32	0.47	0.03	34.82
DCO (mg O <sub>2</sub> /L)	8660	2480	440	2370

Pour une étude plus approfondie, la caractérisation le mélange des déchets liquides avant le traitement a montré les résultats illustrés dans le **tableau IV.2**:

**Tableau IV.2** : résultats de caractérisation du liquide avant le traitement

Paramètres	résultats	Les normes
Couleur	Marron	Incolore
Turbidité (NTU)	266	5 NTU
pH	1.83	6.5 - 8.5
Conductivité (mS/cm)	94.2	-
MES (mg/L)	34.82 g/L	<20 mg /L
DCO (mg O <sub>2</sub> /L)	2370	<30 mg d O <sub>2</sub> /L

### IV.2 Les paramètres analysés:

#### IV.2.1 La turbidité :

La fabrication de chitosane entraîne la production de rejet liquides qui présentant une certaine turbidité, cela est dû à la présence des particules en suspension dans le liquide, qui

proviennent des carapaces de crustacés utilisées comme matière première ou se forment lors du processus de désacétylation. Avant le traitement, la turbidité du rejet s'élève à 266 NTU.

#### **IV.2.2 Le potentiel d'hydrogène (pH):**

Le pH du rejet liquide de fabrication de chitosane peut varier en fonction de différentes étapes du processus. L'utilisation des acides lors de l'extraction de la chitine rend le rejet acide, tandis que l'utilisation des bases lors de la désacétylation pour produire du chitosane peut le rendre basique. Notre liquide à traiter est à caractère acide (1.83). Cela est dû au acide HCl concentré qu'on a utilisé dans l'étape de déminéralisation.

#### **IV.2.3 Les matières en suspension (MES):**

Lors de la synthèse du chitosane, la quantité des MES trouvée dans le rejet liquide est de 34,82g/L. cette valeur est supérieur a la concentration limite de rejet. Cette valeur provient des carapaces des crustacés utilisées et des particules fines qui proviennent des résidus de la mauvaise dissociation et des impuretés, ainsi les résidus des produits chimiques utilisés dans la synthèse.

#### **IV.2.4 Conductivité électrique :**

La valeur de la conductivité dépend des substances dissoutes présentes dans le rejet, notamment des sels minéraux et des produits chimiques utilisés lors de la synthèse. Ces substances peuvent contribuer à la conductivité électrique d'ailleurs, la valeur de cette dernière trouvée dans le rejet est de l'ordre 94.2 ms/cm. Ce qui indique que le rejet est pollué par une charge minérale.

#### **IV.2.5 Demande chimique en oxygène (DCO):**

Lors de la synthèse du chitosane, la quantité d'oxygène fournie par le dichromate de potassium nécessaire à l'oxydation des substances organiques dégradables et biodégradables est de l'ordre 2370mg d'O<sub>2</sub>/L, cette valeur est largement supérieure à la norme de rejet qui est de 120 mg d'O<sub>2</sub>/L. Cela indique la présence de matière organique oxydable dans le rejet à traiter.

### **IV.3 Traitement de l'effluent par coagulation-floculation :**

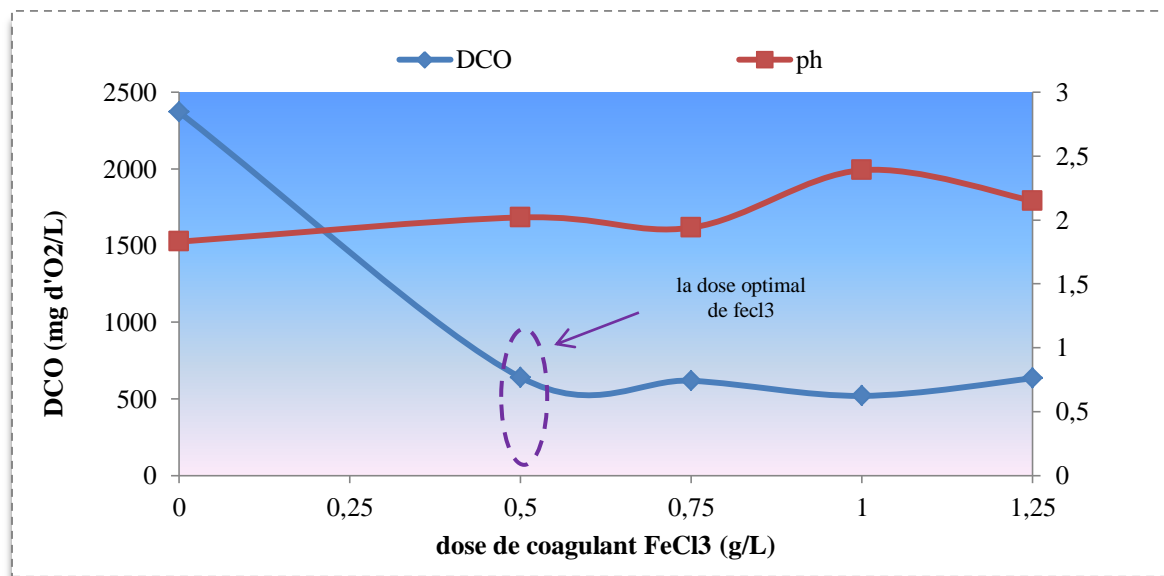
L'objectif de mon travail est d'éliminer une pollution d'origine minérale lors du traitement par Coagulation-Floculation. Nous utilisons un coagulant (FeCl<sub>3</sub>) et deux flocculants afin de trouver la meilleure combinaison qui permettra d'obtenir un taux d'abattement maximal. Pour atteindre cet objectif, l'optimisation de la dose du coagulant FeCl<sub>3</sub>, du pH ainsi

que la dose de flocculant (chitosan et polymère SEAAL taksebt). Cette démarche vise à démontrer l'efficacité du traitement par le biais d'un processus physicochimique.

### IV.3.1 Cas de Coagulation :

#### IV.3.1.1 Optimisation de la dose du coagulant $\text{FeCl}_3$ :

Dans le but d'étudier l'effet de la dose du coagulant  $\text{FeCl}_3$  sur le processus de coagulation-floculation, nous avons réalisé une série d'essais à différentes doses du coagulant (0,5 à 1,25 g/L). La variation de la DCO en fonction des différentes doses appliquées est représentée sur la **figure IV.1** :



**Figure IV.1** : Evolution de la DCO et le pH en fonction des doses du coagulant  $\text{FeCl}_3$ .

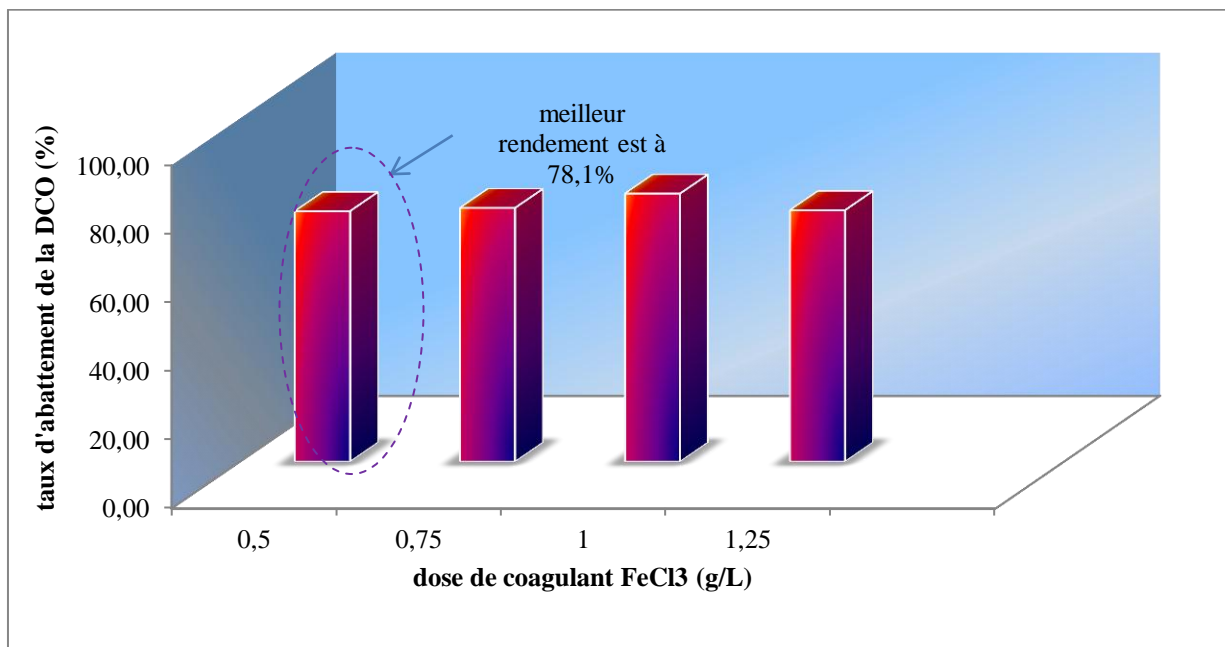
La DCO est systématiquement utilisée pour caractériser un effluent. La valeur initiale de la DCO dans l'eau à traiter est de 2730 mg d' $\text{O}_2$ /L.

L'addition des doses croissantes de coagulant  $\text{FeCl}_3$  à provoquer des diminutions remarquables de la DCO jusqu'à une concentration de 1 g/L en  $\text{FeCl}_3$ , ou en DCO à atteint son minimum (519 mg d' $\text{O}_2$ /L). Cette diminution est due au coagulant a base de fer qui réagit avec les particules en suspensions, telles que les matières organique, les colloïdes présents dans l'eau à traiter, en neutralisant les charges négatives responsable des forces de répulsion entres les colloïdes. Cela favorise l'attraction des particules entre elles entraînant leur agglomération pour former des floes plus grands et plus denses.

Au-delà de 1 g/L, nous avons observé que la valeur de la DCO croit avec l'augmentation de la dose du coagulant. Cela explique par le fait qu'une surdose en coagulant

entraîne la déstabilisation des particules colloïdales, réduisant ainsi la disponibilité de leurs de liaison sites et empêchant la formation des ponts inter particulaires. En conséquence l'eau devient très chargée en coagulant, ce qui conduit à une mauvaise clarification, comme le montre la Figure IV.1.

On remarque, que l'addition de toutes les doses de coagulants diminue la DCO au environ 600 mg d'O<sub>2</sub>/L. Du point de vue économique, nous pouvons conclure que la concentration optimale de ce coagulant pour ce liquide est de 0.5g/L.



**Figure IV.2 :** Rendement d'abattement de la DCO en fonction des doses du coagulant FeCl<sub>3</sub>.

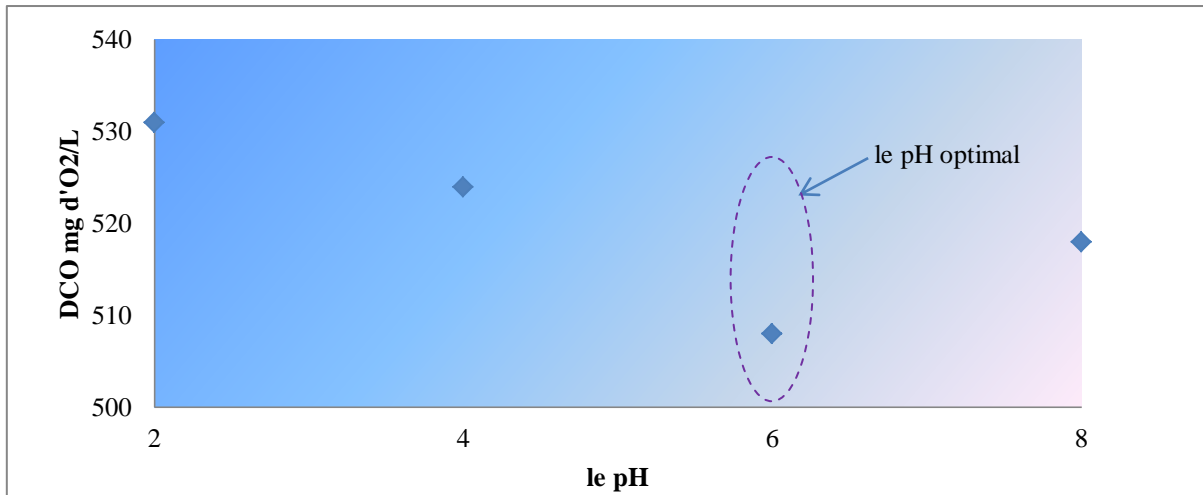
D'après les résultats expérimentaux représentés sur la **figure IV.2** qui montrent les rendements d'élimination en fonction des doses de FeCl<sub>3</sub> utilisées, nous pouvons confirmer que l'utilisation d'une concentration 0.5g/L de coagulant FeCl<sub>3</sub>, permet d'obtenir un meilleur d'abattement de la DCO, avec un rendement de 73%.

#### IV.3.1.2 Optimisation du PH :

Il existe une plage de pH pour laquelle la coagulation est optimale, qui dépend du coagulant utilisé, de la concentration et de la composition de l'eau à traiter. Il est donc important de prendre en considérations la plage de pH du processus de coagulation.

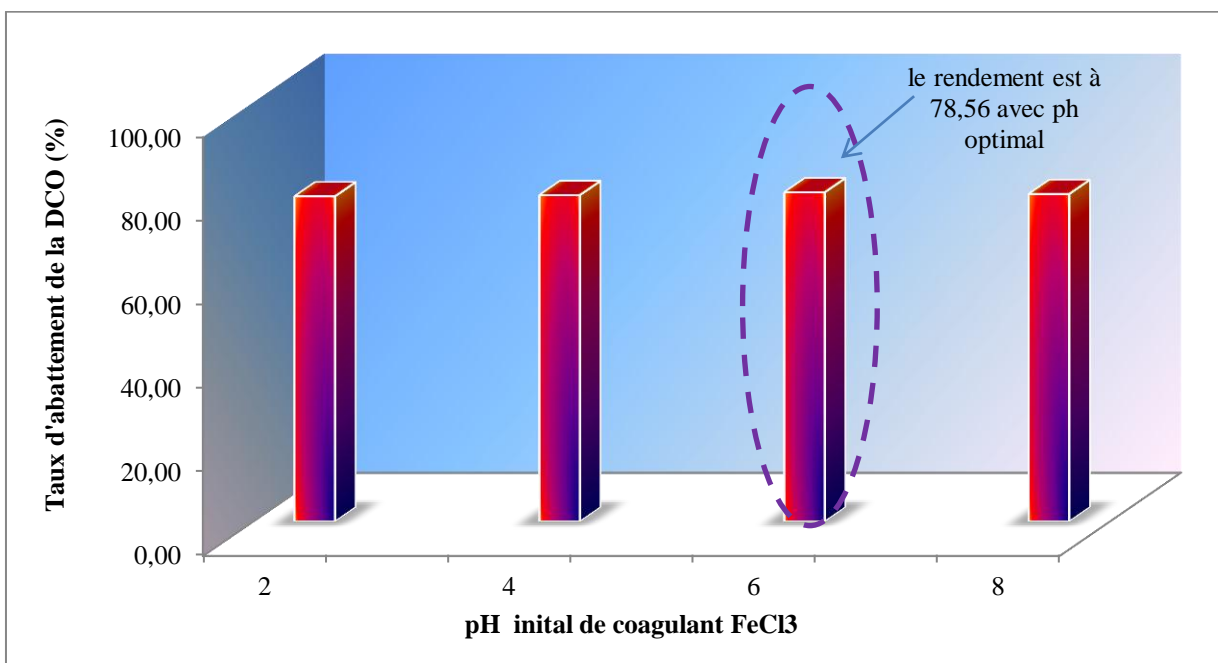
Dans le but d'optimisation le pH optimal du coagulant FeCl<sub>3</sub> pour le processus de coagulation-floculation, une série d'essais a été réalisée. Dans cette partie nous avons varié le pH du milieu réactionnel de 2 à 8 tous en maintenant la dose du coagulant FeCl<sub>3</sub> fixée à la valeur

optimale déduite précédemment (0.5g/L). La **figureIV.3** présente la variation de la DCO en fonction du pH initial de la dose du coagulant  $FeCl_3$ .



**Figure IV.3 :** Variation de la DCO en fonction des différentes valeurs de pH.

D'après la **Figure IV.3** représentant la variation de la DCO en fonction du pH, on constate que le meilleur abattement de la DCO se situe à un pH égal à 6.



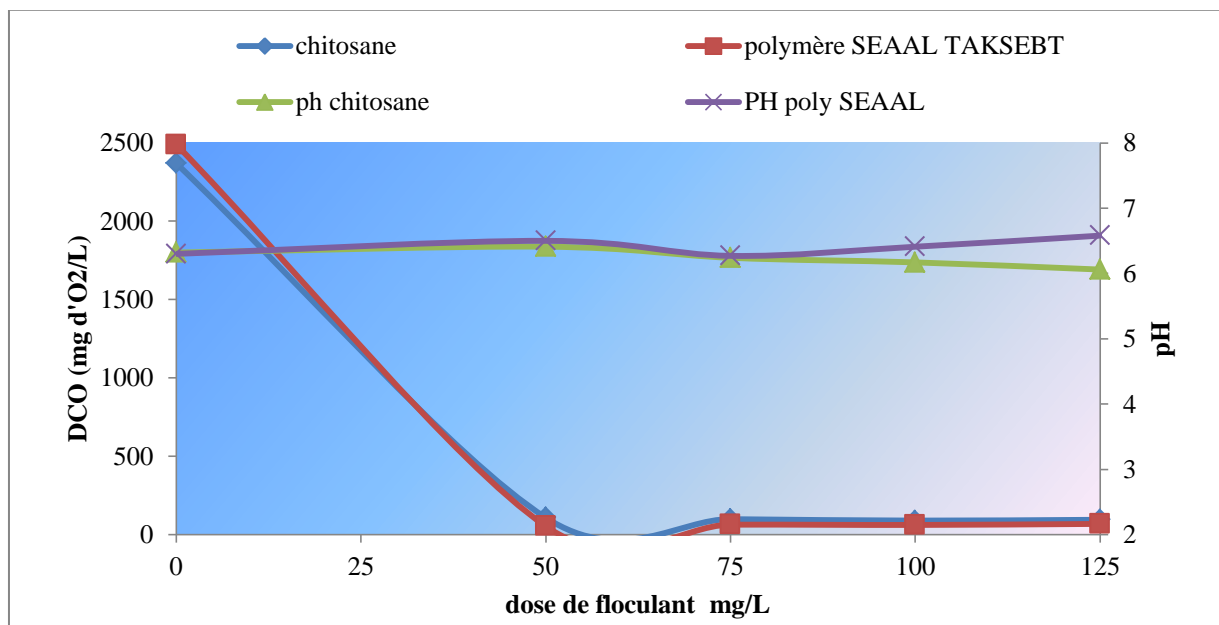
**Figure IV.4:** rendement de la DCO en fonction du pH initial.

D'après la **Figure IV.3** et la **Figure IV.4** qui représentent respectivement la variation de la DCO et le taux d'abattement de la DCO en fonction du pH, le meilleur rendement est

observé aux alentours du pH 6 avec une dose optimale du coagulant  $\text{FeCl}_3$  de 0.5mg/L. À ce pH, nous constatons un abattement maximal de la DCO de 78,56%.

### IV.3.2 Cas de Coagulation-floculation :

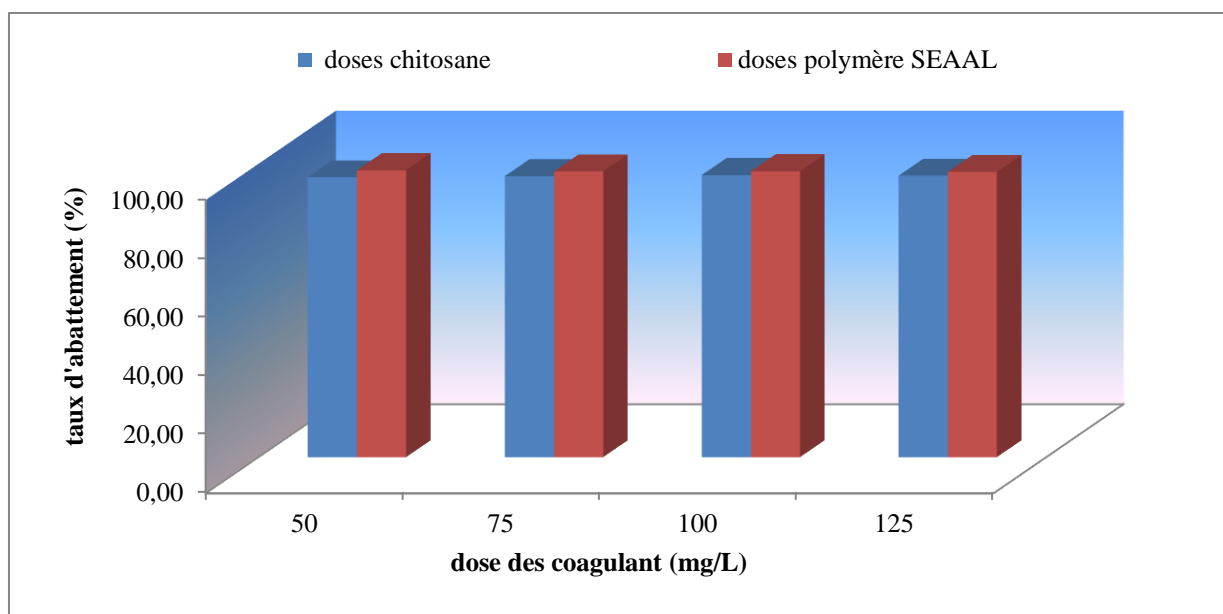
Afin d'améliorer l'abattement de la DCO, nous avons testé deux types de floculant, le chitosane et le polymère utilisée dans la station de traitement d'eau de surface TAKSEBT. Les doses de ces floculant ont été injectées, en fixant la dose optimale du coagulant  $\text{FeCl}_3$  et la valeur optimal du pH.



**Figure IV.5:** Evolution de la DCO et le pH en fonction des doses des différents floculant utilisées.

Nous constatons que quel que soit le type du floculant utilisé, nous obtenons un abattement de la DCO à des valeurs inférieures à la norme de rejet 120 mg d'O<sub>2</sub>/L. Pour le chitosane, nous avons observé un abattement à 108.1 mg d'O<sub>2</sub>/L avec une dose de 50 mg/L, tandis que pour le polymère SEAAL, nous avons obtenu un abattement de 53.4mg d'O<sub>2</sub>/L, a la même dose 50 mg/L. Les valeurs de pH des solutions variaient entre 5,5 et 6,5.

Ces résultats confirment l'efficacité des floculants pour améliorer les performances du procédé de coagulation-floculation et de décantation.



**Figure VI.6:**taux d'abattement de la DCO en fonction des doses de flocculant utilisées

Quel que soit le type du flocculant utilisé, nous obtenons des meilleur taux abattement de la DCO (95,44% avec une dose de 100 mg/l de chitosane, tandis que pour le polymère SEAAL, nous avons obtenu un taux d'abattement de 97,86 avec une dose de 50 mg/L de polymère SEAAL TAKSEBT).

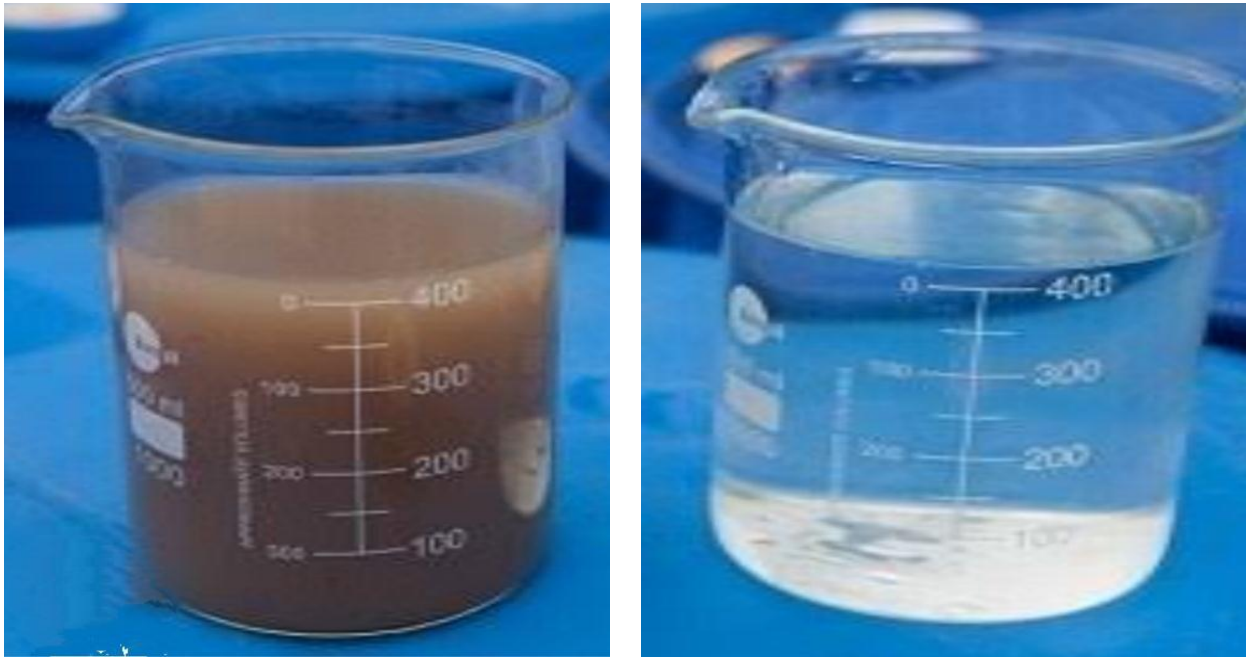
Les rendements obtenus avec le polymère SEAAL TAKSEBT sont significativement plus élevés que ceux obtenus avec le chitosane pour la floculation. Ces résultats indiquent que le polymère utilisé dans la station de traitement SEAAL TAKSEBT est plus efficace que le chitosane dans le processus de floculation.

#### IV.4 Caractérisation du liquide avant et après le traitement:

la caractérisation physico-chimique du rejet issu de l'élaboration du chitosane avant et après traitement par coagulation – floculation présente dans le **tableau IV.3**.

**Tableau IV.3 :** résultats de la caractérisation du rejet avant et après le traitement :

Paramètres	Avant le traitement	Traitement par chitosane	Traitement par polymère SEAAL	Les normes de rejet
Couleur	Orange dégradé	claire	claire	incolore
Turbidité (NTU)	266	4.39	2.21	5 NTU
pH	1.83	6,17	6.5	[6 - 8]
Conductivité (mS/cm)	94.2	5.3	4.9	2
MES (g/L)	34.82	1.48	0.94	30(mg/L)
DCO (mg O <sub>2</sub> /L)	2370	89.7	53.4	120



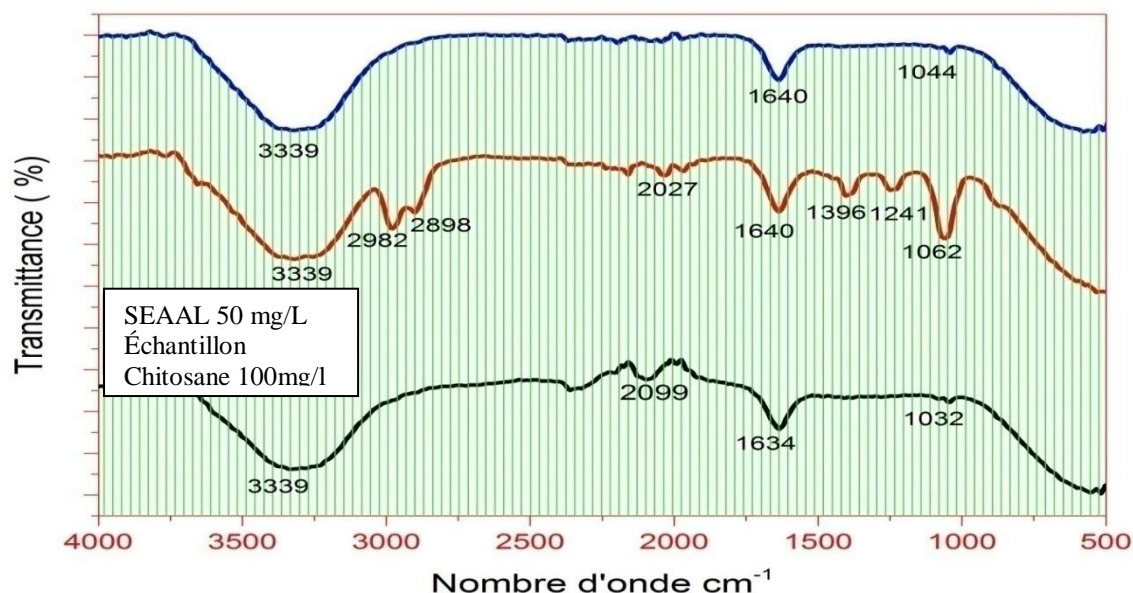
Rejet avant le traitement

Rejet après le traitement

**Figure IV.7 :** rejet avant et après le traitement

#### **IV.5 Caractérisation par FTIR :**

Les spectres infrarouges du liquide avant et après le traitement relèvent la présence de plusieurs liaisons chimique (groupes fonctionnels), avec des intensités de transmission de bande correspondantes, dont la nature peut varier d'un liquide à un autre. Les tableaux IV.4, IV.5 et IV.6 présentent les principaux pics du spectre FTIR du rejet avant traitement, après traitement par chitosane, et polymère SEAAL TAKSEBT.



**Figure IV.7 :** spectres infrarouges de liquide avant le traitement et après le traitement

Voici les principales bandes des spectres Infrarouge :

**Tableau IV.4 :** Principaux pics de spectre FTIR de rejet avant le traitement

Pic de transmission $\text{cm}^{-1}$	Type de liaison
1062	C-H
1241	C-O
1396	N-O
1640	Vibration d'élongation C=O
2027	Harmonique de déformation C-H
2898 et 2982	Elongation de -CH et -CH
[3200 – 3400]	Elongation de -OH

**Tableau IV.5 :** Principal bandes de spectre FTIR de rejet après le traitement par le chitosane

Pic de transmission $\text{cm}^{-1}$	Type de liaison
1032	C-H
1634	Vibration d'élongation C=O
2099	Harmonique de déformation C-H
[3200 - 3400]	Elongation de -OH

**Tableau IV.6** : Principaux pic de spectre FTIR de rejet après le traitement par le polymère SEAAL TAKSEBT

Pic de transmission $\text{cm}^{-1}$	Type de liaison
1044	C-H
1640	Elongation de -CH et -CH
[3200 – 3400]	Elongation de - OH

# **Conclusion finale**

## Conclusion finale

---

L'objectif de ce présent travail est l'élimination d'une pollution d'origine minérale par un traitement physico-chimique qui est la Coagulation-Floculation. Nous avons utilisé un coagulant( $\text{FeCl}_3$ ) et deux flocculants différents afin de trouver la meilleure combinaison qui permettra d'obtenir un taux d'abattement maximal de la pollution.

Le déchet liquide est chargé en polluants notamment par des matières organiques (colloïdes) avec une valeur de la DCO estimée à 2370 mg d' $\text{O}_2/\text{L}$  et en matières en suspensions (MES 34,82 mg/L, avec une turbidité de 266 NTU).

La détermination de la concentration du coagulant est un paramètre essentiel pour la déstabilisation des colloïdes. Après optimisation de La concentration du coagulant  $\text{FeCl}_3$  la valeur de 1g/L trouvée pour une meilleure élimination de la DCO. En outre Une surdose produit inévitablement une déstabilisation des particules colloïdales qui sont susceptibles de changer la charge de surface.

Le pH est l'un des paramètres les plus importants qu'il faut noter, du fait qu'il joue un rôle déterminant dans la coagulation, la valeur optimale du pH est de 6 pour avoir une bonne qualité d'eau.

Les résultats obtenus dans notre recherche permettent de tirer les conclusions suivantes :

Les premiers essais de traitement ont montrés que l'utilisation des chlorures ferriques seuls comme coagulant donne rendement remarquable.

La détermination de la concentration des flocculants est aussi importante pour l'agglomération des particules colloïdes. Les concentration des deux polymères utilisés dans notre étude a savoir le polymère de la station SEAAL TAKSEBT et le chitosane après optimisation ont donnés des meilleurs abattements de la DCO avec des valeurs successives égales à 50mg/L et a 100mg/L.

A la fin de ce travail, on conclue que les résultats obtenus avec le chitosane donnent des valeurs proches de ceux obtenus avec le polymère chimique car on a enregistré une diminution de la turbidité de (266 a 4.39 NTU), et aussi la DCO ( 2370 à 89,7 mg d' $\text{O}_2/\text{L}$ )ce qui est encourageant d'une part et sa biodégradabilité d'autre part.

# **Références bibliographiques**

## Références bibliographiques

---

**Abibsi N. (2011).** Réutilisation des eaux usées épurées par filtre plante (phytoépuration) pour l'irrigation des espace verte, Application à un quartier de la ville de Biskra ; mémoire magistère, université Mohamed Khider ; p149.

**Afnor. (2001).** Qualité de l'eau, analyses organoleptiques- mesures physicochimiques paramètres globaux-composés organique ; 6<sup>ème</sup> Edition. ISO 7888-1985 (F) p73.

**Bechac Jean-pierre et al. (1984).** Traitement des Eau Usées ; Paris: Eyrolles ; 281p.

**Belbachir S et Habbeddine S. (2017).** Étude d'un système d'épuration des eaux usées des localités de Nedroma et GhazaouetMémhyd, université tlemcen, p137.

**Bettache A. (2013).** Traitement des eaux usées domestique par bio dénitrification ; effets des nitrates. Thèse d'ingénieur, UniversiteChouaibDoukkali.

**Cazenave et Nerem S. (2002).** Redistributing earth's. Science, 297,783-784.

**Chou Chih-Ming et al. (2020)** Carbohydrate polymers.Characterization and toxicolgy evaluation of low molecular weight chitosan on zebrafisf, 116164.

**Ciricono Salvatore. (2004).** Eau et le développement dans l'Europe moderne, Colloquium, Edition de la maison des sciences de l'homme, paris ; p1.

**Crini G, Guibal E, Morcellet M., Torri G &Badot, P M(2009).** Chitine et chitosane. Préparation, propriétés et principales applications. Dans G. Crini, P.-M. Badot, & E. Guibal (Éds.), Chitine et chitosane. Du biopolymère à l'application (19- 54). Presses universitaires de Franche-comté

**Desjarins Raymond(1990).** Le traitement des eaux ; Deuxième édition revue et enrichie; presse internationales polytechnique, Montréal ; p1.

**Domard A; Domard M. (2001).** Chitosan: Structure - Properties Relationship and Biomedicl Applications. In Polymeric Biomaterials, Revised and Expanded; CRC Press; Vol 9, p187.

**Edline F. (1979).** L'épuration biologique des eaux résiduaires ; édition CEBEDOC ; Paris ; p306.

**El Knidri H, Belaabed R., Addaou A, Laajeb A. et Lahsini A. (2018).**Extraction, chemical modification and characterization of chitin and chitosan.International Journal of BiologicalMacromolecules, 120: 1181–1189.

## Références bibliographiques

---

**Gaujous D. (1995).** La pollution des milieux aquatiques. Aide-mémoire. 2<sup>ème</sup> édition, Tec & Doc Lavoisier, Paris, France, 220 p.

**Global Industry Analysts(GIA). (2010).**Chitineet chitosan. Un Rapport De Gestion Stratégique Global. MCP-2039, 23.

**Guentri S, Rahmania F. (2015).** Contribution à la connaissance de la remontée et la pollution des eaux ; Edition : universitaires européennes ; p28.

**Hamed I, Özogul F et Regenstein J M. (2016).**Industrial applications of crustacean by-products (chitin, chitosan, and chitooligosaccharides).Trends in Food Science & Technology, 48: 40 -50.

**Hildebrandt Sybille (2012).** The Earth has lost à quarter of its water.

**Hobel C-F-V.(2004).** Access to biodiversity and new genes from thermophiles by special enrichment methods.PhD thesis, University of Iceland.

**KaussH; Bauch B. (1988).**Chitin Deacetylase from ColletotrichumLinde muthianum.Methods in Enzymology, 161, 518–523.

**Kim S.K(2010).** Chitin, Chitosan, Oligosaccharides and Their Derivatives: Biological Activities and Applications; 1st ed.; CRC Press: Boca Raton.

**Kurita K(2006).** Chitin and Chitosan: Functional Biopolymers from Marine Crustaceans. Marine Biotechnology, 8, 203.

**Mekhalif F. (2009).** (Mémoire de magister) ; Réutilisation des eaux résiduaires industrielles épurées comme eau d'appoint dans un circuit de refroidissement.

**Muzzarelli RAA, Muzzarelli C. (2005).**Chitosanchemistry : relevance to the biomedical sciences in : polysaccharides I. structure, characterisation and use. Springer. AdvPolym Sci186, 151.

**Muzzarelli RAA.,Jeuniaux C. and Gooday G.W. (1986).**Chitin in Nature and Technalogy.New York: Plenum Publishing Corporation.

**Organisation Mondiale de la Santé OMS. (1986).** Directives de la qualité pour l'eau de boisson ; volume 2 :1<sup>er</sup> édition, Genève, p134.

## Références bibliographiques

---

**Peter H. (2010).** Gleick et Meena Palaniappaneak water limits to fresher withdrawal and use, proceedings of the National academy of Science.

**Ramband et Delattre M. (1992).** Les eaux conditionnées ; édition technique et documentation, Lavoisier ; Paris, 278p.

**Rejsek F. (2002).** Analyse des eaux, aspect règlementaire et technique. Edition centre régionale de documentation pédagogique CRDP, d'aquitaine, France, 358p.

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

**Rinaudo M. (2006).** Chitin and chitosan: Properties and applications. Prog Polymer Sci, 31: 603–632.

**Rinaudo M. (2006).** Chitin and chitosan: Properties and applications. Progress in Polymer Science (Oxford). (31) 603-632

**Roberts G.A.F. (1992).** Structure of Chitin and Chitosan. In Chitin Chemistry; Palgrave, London; p1–53.

**Rodier J. (1984).** L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, et eaux de mer ; 5<sup>ème</sup> édition, Dunod, Paris, 1500p.

**Rodier J. (1984).** L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, et eaux de mer ; 8<sup>ème</sup> édition, Dunod, Paris, 1381p.

**Rodier J. (2009).** L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer. 9<sup>ème</sup> Edition, Dunod, Paris, 1526 p.

**Shahidi F et Abuzayoun R. (2005).** Chitin, chitosane, and co-products: chemistry, productions, application, and health effects. Adv. Food Nutr. Res, 49,93-135.

**Shahidi F, Arachi J. K.V, Jeon Y. J. (1999).** Food applications of chitin and chitosans. Trends Food Sci. Tech, 10: 37-51.

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

## Références bibliographiques

---

**Steyer J. (1998).** Modélisation, commande et diagnostic des procédés biologiques de dépollution ; Habilitation à diriger des recherches ; laboratoire de biotechnologie-INRA ; Narbonne ; France.

**Synytsya A et al. (2009).** Glucans from Fruit Bodies of Cultivated Mushrooms *Pleurotus Ostreatus* and *Pleurotus Eryngii*: Structure and Potential Prebiotic Activity. *Carbohydrate Polymers*, 76, 548–556.

**Teng W.L et al. (2001).** Concurrent Production of Chitin from Shrimp Shells and Fungi. *Carbohydrate Research*, 332, 305–316.

**Tixier N. (2003).** Approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées. -Thèse : Faculté des Sciences et Techniques de l'eau, Université de Limoges, France, 120p.

**Tolaimate A, Desbrieres J, Rhazi M. et Alaguic A. (2003).** Contribution to the preparation of chitins and chitosans with controlled Physico-chemical properties. *Polymer*, 44: 7939 - 7952.

**Tyliszczak B Z., Drabczyk A., Kramarczyk S K. et Kupiec A S. (2020).** Sustainable Production of Chitosan. *Studies in Systems, Decision and Control*, 45-60.

# **Annexes**

## **Les modes opératoire des paramètres a analysées :**

### **La demande chimique en oxygène (DCO) :**

#### **Solution de digestion :**

- Dans une fiole de 1000ml, mettre environ 500ml de l'eau distillée.
- Dissoudre 10.2g de  $K_2Cr_2O_7$ , préalablement séché à  $105^\circ C$  pendant 2h.
- Ajouter doucement 167ml de  $H_2SO_4$  et 3,33g de  $H_2SO_4$  et remplir avec l'eau distillée jusqu'au trait de jauge.
- mettre sous agitation jusqu'à la dissolution complète, ensuite la laisser refroidir.

#### **Réactif acide :**

- Dans une bouteille d'Acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) dont le poids est connu, on rajoute 5.5g par 1Kg de Sulfate d'argent ( $Ag_2SO_4$ )
- laisser reposer 1 à 2 jours afin qu' $Ag_2SO_4$  soit totalement dissous.
- la solution doit être conservée à l'obscurité.

#### **Solution d'acide sulfurique 9N :**

- Diluer 250ml d'Acide sulfurique ( $H_2SO_4$ ) dans environ 500ml d'eau, laisser refroidir et compléter à 1000ml avec l'eau distillée.

#### **Solution d'étalon de biphthalate de potassium à 1000mg/l $O_2$ :**

- Sécher biphthalate de potassium ( $KHC_8H_4O_4$ ) au four à  $120^\circ C$  pendant 2h et laisser refroidir au dessiccateur.
- dissoudre 851mg de biphthalate de potassium dans environ 800ml d'eau et compléter à 1000ml avec l'eau distillée.
- cette solution se conserve 2 ans a environ  $4^\circ C$ .

#### **Préparation des échantillons et des solutions à étalonner :**

- Homogénéiser les solutions et les échantillons.
- Prélever 2,5ml de la solution ou l'échantillon à l'aide d'une pipette et l'introduire dans un tube en verre.
- Ajouter 1,5ml de la solution de digestion.
- Ajouter 3,5ml de réactif acide.

- On ferme le bouchon ensuite agiter la solution.
  - Dans le cas où la solution à étalonner est verte (concentrée), diluer la l'échantillon.
  - mettre les solutions dans un DCO mètre à une température 150°C pendant 2h.
  - laisser refroidir pendant 30min, puis lire la DO à 600nm au spectrophotomètre UV-Visible.
- Les solutions étalons et les échantillons sont traités de la même façon.

### **Mode opératoire**

- A partir de la solution étalon de 1000mg/l, préparer dans des fioles jaugées de 100 ml une série de solution aux concentrations suivantes : 100,150, 200, 250,300mg d'O<sub>2</sub>/L
- Ajouter 0,5 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 9N dans chaque fiole et compléter au trait de jauge avec de l'eau distillée
- Homogénéiser les solutions préparées
- Prélever à l'aide d'une pipette 2,5ml de chaque solution préparée et les introduire dans le tube en verre
- Ajouter lentement 1,5 ml de la solution de digestion dans chaque tube.
- Ajouter lentement 3,5ml du réactif acide
- Mélanger le tout. Lors du mélange, la chaleur dégagée est très grand
- Porter dans chauffe ballon à une température de 150 °C pendant 2 heures
- Après minéralisation, retirer les flacons et laisser refroidir à température ambiante
- Effectuer un essai à blanc avec de l'eau distillée
- Ajuster la longueur d'onde du spectrophotomètre à 600 nm et effectuer la lecture

### **La demande biochimique en oxygène (DBO<sub>5</sub>) :**

Pour la mesure de la DBO<sub>5</sub> on a utilisé la méthode respirométriques dont la marque des bouteilles utilisées est OxiTop.

- Le pH de l'échantillon doit être compris entre 6 et 8. Dans le cas contraire, il sera amené dans cette gamme à l'aide de solutions d'acide chlorhydrique ou d'hydroxyde de sodium.

- Dans un flacon contenant un barreau magnétique, on introduit l'échantillon. Le volume introduit dans le flacon dépend de la DBO<sub>5</sub> mesurée, dans notre cas 164ml.
- Dans la nacelle à placer sur le flacon, on introduit 2 à 3 grains d'hydroxyde de potassium sur lesquels on ajoute 1 à 2 gouttes d'eau. (Prendre toutes précautions pour que la solution ne déborde pas et ne risque pas de contaminer l'échantillon).
- On ferme ensuite hermétiquement le flacon.
- Lancer la mesure, Maintenir dans une étuve thermostatique, le flacon de mesure avec l'OxiTop à 20 °C pendant 5 jours. Après que la température de mesure soit atteinte, l'OxiTop lance automatiquement la mesure de la consommation de l'oxygène.
- La DBO<sub>5</sub> s'exprime en mg d'O<sub>2</sub>/L et s'obtient par la multiplication de la valeur affichée par l'OxiTop après 5 jours d'incubation à 20°C par le facteur correspondant au volume échantillonné qui est donné par la gamme d'estimation.

#### **Les matières en suspensions (MES) :**

- Laver le disque de filtration à l'eau distillée, ensuite le séché à 105°C. Puis peser après le passage au dessiccateur.
- homogénéiser la solution.
- verser l'échantillon sur le filtre, laisser essorer le filtre, séché à 105°C.
- laisser refroidir au dessiccateur et peser.

La teneur de l'eau en MES est donné par l'expression :

$$\frac{M1 - M0}{V_{ech}} \times 1000$$

M<sub>0</sub> : la masse de disque filtrant avant l'utilisation.

M<sub>1</sub> : la masse de disque filtrant après l'utilisation.

V<sub>ech</sub> : Volume de l'échantillon.

#### **Le potentiel d'Hydrogène :**

- homogénéiser la solution.
- Introduire l'électrode de pH-mètre dans un bécher contient de l'échantillon à analysée.
- lire la valeur du pH directement sur l'écran du pH-mètre, une fois la valeur est stable.

### **La turbidité :**

- homogénéiser la solution.
- Introduire l'électrode de turbidimètre dans un bécher contient de l'échantillon à analysé.
- lire la valeur de la turbidité directement sur le turbidimètre, une fois la valeur est stable.

### **La conductivité :**

- homogénéiser la solution.
- Introduire l'électrode de conductimètre dans un bécher contient de l'échantillon à analysée.
- lire la valeur du la conductivité directement sur l'écran du conductimètre, une fois la valeur est stable.

## **Résumé**

L'objectif de ce travail est le traitement des déchets liquides issus de la production de chitosane, par une technique physico-chimique nommée coagulation -floculation.

Le procédé de coagulation-floculation a été réalisé en utilisant un coagulant  $\text{FeCl}_3$  et deux flocculants différents tels que le chitosane et le polymère utilisé dans le traitement des eaux de surface du barrage TAKSEBT (SEAAL), en suivant la variation des paramètres expérimentaux suivants : le pH, la demande chimique en oxygène (DCO) et les rendements.

L'application de ce traitement sur le déchet liquide a donné des résultats très prometteurs, d'ailleurs pour les taux d'abattements de la DCO dans les trois cas (chlorures ferriques seuls comme coagulant, chitosane/ $\text{FeCl}_3$  et le polymère de la station SEAAL/ $\text{FeCl}_3$ ) a montré l'efficacité du traitement à travers ces valeurs respectives trouvées (78.56%, 96.22%, 97.86%).

**Mots clés** : coagulation-floculation, eaux usées, chitin, chitosane,  $\text{FeCl}_3$

## **Abstract**

The aim of this work is to treat liquid waste from chitosan production using a physico-chemical technique known as coagulation-floculation.

The coagulation-floculation process was carried out using  $\text{FeCl}_3$  as coagulant and two different flocculants, chitosan and the polymer used for surface water treatment SEAAL TAKSEBT, with the following experimental parameters : pH chemical oxygen demand (DCO) and yield.

The application of this treatment to liquid waste produced very promising and interesting results, and the DCO abatement rates in the three cases (ferric Chlorides alone as coagulant, chitosan/  $\text{FeCl}_3$  and the polymer SEAAL plant/  $\text{FeCl}_3$ ) showed the effectiveness of the treatment through the respective values found (78,56%, 96,22%, 97,86%)

**Key words** : coagulation-floculation, chitin, chitosane, waste water.