

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

**Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou  
Faculté des Sciences biologiques et des sciences agronomiques  
Domaine : science de la nature et de la vie**



**Mémoire  
De fin d'études  
En vue de l'obtention de diplôme de  
MASTER  
Filière : Biologie  
Spécialité : Gestion des Déchets Solides**

## *Thème*

**Modélisation d'élimination du colorant Jaune-  
Terazil par le procédé Coagulation - Flocculation**

**Réalisé par : Melle MEDANI Dehbia**

**Melle OUKIL Kahina**

**Devant le jury :**

**Présidente Mme ABEDELLI O. Maitre de Conférences (B) à l'UMMTO**

**Examineurs Mme LAMRI T. Maitre assistante (A) à l'UMMTO**

**Mme KITOUS.BENOUFELLA K. Maitre de conférences (B)  
à l'UMMTO**

**Promoteur Melle CHENNA M. Maitre de conférences (B) à M'sila**

**Co-promoteur Mme LARDJANE N. Maitre de conférences (A) à l'UMMTO**

**2016/2017**

Ce travail a été réalisé au sein de laboratoire de traitement et valorisation des ressources hydrique, sous la direction de Monsieur METAHRI et Madame Bachatene.

On remercie Mes directrices de mémoire, M<sup>elle</sup> Malika CHENNA et Madame LARDJANE Nadia, pour leurs accueils, leurs conseils et leurs suivis durant la réalisation de ce travail.

Nous sommes très honorées de compter parmi les membres du jury Madame ABEDELI .O, Maitre de Conférences (B) à l'UMMTO de présidé le jury ;

Nous tenons aussi à remercier madame LAMERI .T, maitre assistante A à la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques UMMTO d'avoir accepté de jugé notre travail ;

Nous tenons aussi à remercier madame KITOUS. K, maitre de Conférences B à la faculté des sciences biologiques et des sciences agronomiques UMMTO d'avoir accepté de jugé notre travail.

.Un grand « merci » à nos camarades de travail M<sup>er</sup> BENSAAD Ahcene et OULD SI SAID Ramdane pour leurs aides.

Un très grand « Merci » à tous les enseignants et à tous ceux qui ont contribué, de près ou de loin à ma formation.

Enfin, je suis heureux de remercier mes camarades du département de biologie, en particulier du PROMO GDS, pour les bons moments passés ensembles.

## Dédicaces

Je rends grâce à DIEU, LE CLEMENT, LE MISERICORDIEUX, qui m'a donné la santé, la force et les moyens nécessaires pour mener à terme ce travail et à qui je le dédie :

A mes très chers parents

Tous les mots ne sauraient exprimer l'immense amour que je vous porte, ni la profonde gratitude que je vous témoigne pour toutes les peines endurées, toutes les privations et sacrifices consentis, pour faire de moi ce que je suis aujourd'hui.

Que Dieu vous garde et vous procure santé, bonheur et longue vie pour que vous demeuriez le flambeau qui illumine le chemin de vos enfants.

A mes sœurs, à mes adorables frères MEHIDINE et BOUKALFA pour tant d'amour et de patience et à qui je souhaite un avenir brillant et une vie comblée de bonheur.

A mes amis pour leur générosité et leur soutien.

A tout mes camarades de la promo master 2 Gestions des déchets solides

A toutes les personnes qui m'ont aidé de près ou de loin et que j'ai oublié de citer.

**Dehbia.**

## **Dédicaces**

*A toute ma famille*

*A ma mère en particulier qui m'a beaucoup encouragée*

*A mon père*

*A mon frère Brahim et ma sœur Amel*

*A mes cousines et cousins*

*(Nath, Meriem, Lila, amine, Sofiane)*

*A tous mes amis (es)*

*En particulier Dihya, lamia, lydia, rania, razen, souhila.*

***Kahina.***

## Liste des abréviations

---

**POA** : procédés d'oxydation avancée

**C<sub>i</sub>** : Concentration initiale

**A** : Absorbance

**λ** : Longueur d'onde

**pH** : Potentiel d'hydrogène

**k** : Constante cinétique

**MES** : Matières en suspension

**FTIR** : Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier

**MEB** : Microscopie électronique à balayage

**SEM**: Scanning Electron Microscopy

**Pz**: Potential de zeta

**DCO** : Demande Chimique en Oxygène (mg O<sub>2</sub>/L)

**Ddl** : degré de liberté

**L** : Litre

**ppm** : Partie par million

**UV** : Ultra-Violet

**U<sub>1</sub>** : premier paramètre

**U<sub>2</sub>** :deuxième paramètre

**U<sub>3</sub>** :Troisième paramètre

**U<sub>4</sub>** :quatrième paramètre

**U<sub>5</sub>** :cinquième paramètre

**Y** : Équation de la réponse obtenue par le modèle

**Φ**: Potentiel total à l'interface

**Φ<sub>o</sub>**: Potentiel différentiel dans la couche adsorbée

**U<sub>i</sub>** : Facteur quantitatif continu

**U<sub>min</sub>** : Limite minimum du facteur

## Liste des abréviations

---

**U<sub>max</sub>** : limite maximum du facteur

**Tr/min** : Tour par minute

**I<sub>0</sub>**: Intensité du faisceau incident.

**I** : Intensité du faisceau transmis

**C** : Concentration de la solution à analyser

**ε** : Coefficient d'absorption molaire

**l** : Épaisseur de la cuve

**T** : Température absolue

**IR** : Le rayonnement infrarouge

**Y** : Réponse expérimentale

**X<sub>i</sub>**: Variables codées (-1 ou +1)

**a<sub>i</sub>** : Estimation de l'effet principal du facteur i pour la réponse Y

**b<sub>ij</sub>** : Estimation de l'effet d'interaction entre le facteur i et le facteur j pour la réponse Y

## Liste des figures

---

<b>Figure 1</b> : Structures des colorants (Benaissaa ,2012) .....	12
<b>Figure 2</b> : Structure de colorant azoïque (Robert et coll, 2000.Guillard et cool, 2003).....	13
<b>Figure 3</b> : La molécule anthraquinone (Stol et al ,2001) .....	13
<b>Figure 4</b> : Structure d'un colorant indigoïdes (Lamri, 2010) .....	14
<b>Figure 5</b> : Structure des colorants nitrés (Hammami, 2008) .....	14
<b>Figure 6</b> : Comportement du colorant direct en présence des fibres (Mansouri, 2010) .....	16
<b>Figure 7</b> : Structure du colorant développé (Errais, 2011).....	17
<b>Figure 8</b> : Coagulation/floculation (Lakhdari , 2011) .....	21
<b>Figure 9</b> : potentiel électrique de particules colloïdales (Bensadouk , 2007).....	24
<b>Figure 10</b> : Domaine expérimental continu avec contraintes (Louvet et al, 2004).....	28
<b>Figure 11</b> : Domaine expérimental cubique (Louvet et al, 2004) .....	29
<b>Figure 12</b> : Domaine expérimental sphérique (Louvet et al, 2004) .....	29
<b>Figure 13</b> : points expérimentaux d'un plan CCC pour $k = 2$ facteurs (Louvet et al, 2006) .....	33
<b>Figure 14</b> : le dispositif expérimental (Jar test).....	35
<b>Figure 15</b> : Le mode opératoire en Jar test.....	37
<b>Figure 16</b> : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage (Rahil, 2008).....	40
<b>Figure 17</b> : Le colorant avant et après traitement.....	43
<b>Figure 18</b> : Modélisation de l'influence de la concentration du coagulant sur l'élimination de colorant.....	44
<b>Figure 19</b> : Influence de la concentration de coagulant sur l'élimination du colorant pour une durée de traitement de 30 minutes.....	44
<b>Figure 20</b> : Modélisation de l'influence de la vitesse d'agitation et de temps d'agitation.....	45
<b>Figure 21</b> : Influence de la vitesse d'agitation sur le taux de concentration résiduelle (exprimées en $C/Co$ ) dans le cas de coagulation floculation d'une solution Colorée (jaune terazil).....	46
<b>Figure 22</b> : Modélisation de l'influence de la concentration initiale du colorant .....	46
<b>Figure 23</b> : l'influence de la concentration initiale du colorant .....	47
<b>Figure 24</b> : Modélisation de l'influence du pH de la solution.....	48
<b>Figure 25</b> : l'Influence du pH sur le taux concentration résiduelle (exprimées en $C/Co$ ) dans le cas de coagulation floculation de solution colorée (jaune terazil).....	48
<b>Figure 26</b> : MEB de colorant jaune terazil avant traitement.....	50

## Liste des figures

---

<b>Figure27</b> : MEB de colorant jaune terazil après traitement.....	51
<b>Figure28</b> : Caractérisation par Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier.....	52
<b>Figure 29</b> : Graphe d'adéquation du modèle de taux d'abattement avec interaction.....	58
<b>Figure 30</b> : présentation des valeurs des effets.....	59
<b>Figure 31</b> : présente le diagramme de Pareto .....	59
<b>Figure 32</b> : Des effets des facteurs .....	60
<b>Figure 33</b> : Tracé de l'interaction moyenne .....	61
<b>Figure 34</b> : Présente la surface de réponse en fonction de la concentration en colorant X1 et concentration du coagulant X2 dans un espace à trois dimensions.....	62
<b>Figure 35</b> : Présente la Surface de réponse en fonction de la concentration en colorant et la vitesse d'agitation dans un espace à trois dimensions.....	62
<b>Figure36</b> : Présente la Surface de réponse en fonction de la concentration en colorant et le temps dans un espace à trois dimensions .....	63
<b>Figure 37</b> : présentent les graphes des surfaces de réponses d'abattement du colorent1par coagulation floculation.....	63

## Liste des tableaux

---

<b>Tableau 1</b> : Classification des composés de l'effluent suivant leur taille .....	6
<b>Tableau 2</b> : Valeurs limites des paramètres de rejets d'effluent textiles.....	10
<b>Tableau 3</b> : Caractéristiques des colorants utilisés .....	34
<b>Tableau 4</b> : Produits chimiques utilisés dans cette étude .....	35
<b>Tableau 5</b> : Domaine expérimental pour l'étude de la disparition de jaune terazil .....	54
<b>Tableau 6</b> : Matrice d'expérience, plan d'expérience et résultats expérimentaux du colorant jaune terazil .....	55
<b>Tableau 7</b> : D'analyse des coefficients .....	56
<b>Tableau 8</b> : Coefficient du modèle.....	57
<b>Tableau 9</b> : d'analyse de Régression.....	57

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

INTRODUCTION GENERALE.....	1
<b>I-CHAPITRE I: POLLUTION ET COLORANTS TEXTILES</b>	
I-1-Généralités sur la pollution.....	3
I-2-Classification des pollutions.....	3
I-2-1-Pollution selon le type de polluant.....	4
➤ Pollution physique.....	4
➤ Pollution chimique .....	4
➤ Pollution biologique .....	4
I-2-2-Pollution selon l'origine du polluant.....	4
➤ Pollution domestique.....	4
➤ Pollution urbaine .....	5
➤ Pollution agricole .....	5
➤ Pollution industriel .....	5
I-3-La pollution des eaux .....	6
<b>I-3-1-les effluents textiles .....</b>	<b>7</b>
I-3-2-Les dangers des rejets de textiles .....	7
❖ Les dangers évidents .....	8
• Eutrophisation .....	8
• Sous-oxygénation .....	8
• Couleur, turbidité, odeur .....	8
❖ Les dangers à long terme.....	8
• La persistance .....	8
• Bioaccumulation.....	9
• Cancer.....	9
• Sous-produits de chloration (SPD).....	9
I-4-Impacts environnementaux .....	9
I-5- Législation Sur l'environnement .....	10

II- Les colorants de textile.....	10
II-1 -Définition d'un colorant.....	11
II-2- Propriétés des colorants textiles.....	11
II-3-Classification des colorants textiles .....	12
II-3-1-Classification chimique .....	12
➤ Les colorants azoïques .....	12
II-3-2-Les propriétés physico-chimiques .....	13
➤ Colorants anthraquinoniques.....	13
➤ Les colorants indigoïdes.....	13
➤ Les colorants xanthène .....	14
➤ Les phtalocyanines .....	14
➤ Les colorants nitrés et nitrosés .....	14
II-3-3- Classification tinctoriale .....	15
➤ Les colorants acides ou anioniques .....	15
➤ Les colorants basiques ou cationiques.....	15
➤ Les colorants de cuve .....	15
➤ Les colorants directs.....	16
➤ Les colorants à mordants.....	16
➤ Les colorants réactifs.....	16
➤ Les colorants développés .....	17
➤ Les colorants dispersés.....	17

## **CHAPITRE II : LES PROCEDES DE TRAITEMENT DES EFFLUENTS TEXTILE**

I-Méthodes physiques .....	18
I-1-Adsorption (sur charbon actif) .....	18
I-2-Filtration sur membrane .....	18
II-Méthodes Chimiques.....	19
III- Méthodes biologiques .....	19
IV- La Coagulation-floculation.....	20
IV-1- Généralité .....	20
IV-2-Principe.....	22
IV-3-Optimisation de la Coagulation.....	22

IV-4-Coagulants usuels .....	22
IV-5-Théorie de la double couche.....	23
➤ Mécanismes de déstabilisation des suspensions colloïdales par la coagulation.....	24
➤ Les étapes de l'agitation .....	25
➤ Applications .....	25
V- Théorie sur les plans d'expériences à surface de réponse.....	26
V.1. Définition des facteurs et des niveaux.....	26
V.2. Définition d'une réponse .....	27
V.3. Définition du domaine expérimental .....	27
V.4. Modèle empirique.....	30
V.4.1. Plans de Box-Behnken .....	31
V.4.2. Les plans de Doehlert .....	31
V.4.3. Les plans composites centrés .....	32

### **CHAPITRE III : MATERIELS ET METHODES**

I- Matériels .....	34
I-1- Caractéristiques des colorants utilisés.....	34
I-2- Caractéristiques de coagulant utilisé.....	34
I-3- Produits chimique utilisés .....	35
I-4- Dispositif expérimental .....	35
I-5-Mode opératoire .....	36
I-6- Méthodes .....	37
➤ Spectrophotométrie .....	37
➤ Microscopie Electronique à Balayage MEB .....	38
➤ Principe.....	39
➤ Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier .....	41
➤ Introduction .....	41
➤ Principe.....	42

### **CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET DISCUSSION**

I-Mise en évidence des floccs formés .....	43
II-Optimisation des conditions opératoires .....	43
II-1-Modélisation de l'influence de la concentration du coagulant .....	43
II-2-Modélisation de l'influence de la vitesse d'agitation .....	45

II-3-Modélisation de l'influence de la concentration initiale du colorant.....	46
II-4-Modélisation de l'influence du pH de la solution.....	47
II-5-Caracterisation des floes formées .....	49
III- Application de plan d'expérience pour surface de réponse sur l'élimination de jaune terazil.....	53
III.1 Analyse globale des résultats d'essais.....	54
III.1.1 Analyse mathématique des résultats d'essais.....	55
III.1.2 Analyse statistique du modèle.....	56
III.1.3 Analyse de la variance.....	57
III.1.3.1 Graphe d'adéquation du modèle.....	58
III.1.3.2 Diagramme des effets.....	59
III.1.3.3 Diagramme de Pareto .....	59
III.1.3.4Tracé des interactions.....	60
III-1-4- Représentation graphique des surfaces de réponse .....	61
Conclusion.....	64

Références bibliographique

Annexe

# Introduction

---

L'eau est la matière première la plus importante sur notre planète, que ce soit pour les êtres humains, les animaux, les plantes ou les microorganismes. Pratiquement, tous les phénomènes vitaux de la biosphère sont liés à la disponibilité de l'eau. L'eau n'est donc pas uniquement un espace vital, un vecteur énergétique ou un moyen de transport, mais également un élément essentiel pour tout genre de production.

A la fin du siècle dernier, le nombre de personnes qui n'avaient pas accès à l'eau potable était estimé à 1,1 milliards soit 1/6 de la population mondiale (Holt et *al.* 2005). Les besoins en eau potable augmentent régulièrement avec l'accroissement démographique et l'industrialisation dont de nombreux pays émergents. Souvent réputée être liée au tiers monde, la problématique de l'eau potable s'est généralisée au point que les pays développés commencent à ne plus négliger la préservation de cette ressource naturelle.

La contamination des eaux par des polluants d'origines diverses est un problème d'actualité ; dans l'industrie de textile en particulier, les eaux résiduaires sont l'une des plus importantes sources de pollution des eaux superficielles et des nappes souterraines, surtout envers les terres agricoles (qualité de la récolte) et sur la faune et la flore (A. Belaroussi et S. Belkacem Saadoun.2014).

Les rejets de l'industrie textile constituent d'énormes nuisances pour la santé humaine et l'environnement. En fait, les différents colorants utilisés causent de sérieux problèmes en raison de leur stabilité et de leur faible biodégradabilité. Ainsi, il est nécessaire de traiter ces rejets avant qu'ils soient déversés dans le réseau d'assainissement (A. Belaroussi et S. Belkacem Saadoun.2014).

Actuellement, les rejets d'eaux industrielles contenant des quantités relativement importantes de substances colorantes, constituent un problème de plus en plus préoccupant. Leur présence dans les effluents est une menace pour tout organisme biologique. En effet, le secteur de l'eau demeure caractérisé par l'acuité de certains problèmes notamment la dégradation qualitative et quantitative des ressources en eau, auxquels s'ajoutent ceux causés par les conditions climatiques et la prolifération des foyers de pollution. L'eau devient ainsi un vecteur de pollution (Zaroual et *al.* 2006).

Plusieurs travaux publiés en vue de déterminer un rendement important de décoloration portent sur les techniques de floculation et coagulation, l'osmose inverse, l'oxydation ou la

## Introduction

---

réduction chimique , la dégradation photocatalytique ,ect (R.K.Sani , U.C.Banerjee.1999) cependant , de fait de la composition très variable de ces eaux et à cause de la complexité de la manipulation des produits chimiques, la plupart de ces méthodes conventionnelles commencent à s'avérer insuffisantes pour traitement simple et efficace et nécessitant une consommation minimale en réactifs. L'électrocoagulation peut ainsi constituer une alternative (Zaroual et *al.* 2006).

Pour éliminer ces particules, on a recours aux procédés de coagulation et de floculation. La coagulation a pour but principal de déstabiliser les particules en suspension ( Bensadok 2009) , c'est-à-dire de faciliter leur agglomération. En pratique, ce procédé est caractérisé par l'injection et la dispersion de produits chimiques (coagulent). La floculation a pour but de favoriser, à l'aide d'un mélange lent, les contacts entre les particules déstabilisées. Ces particules s'agglutinent pour former un floc qu'on pourra facilement éliminer par décantation.

L'objectif de cette étude est de montrer l'intérêt d'un procédé électrochimique sur l'élimination de jaune terazil (colorants de textile) en solution synthétique est de déterminer les conditions optimales de l'élimination. Dans ce contexte, l'étude est structurée en quatre chapitres :

Le premier et second chapitre de ce mémoire sera consacré à une étude bibliographique sur la pollution et les colorants textiles, et sur une synthèse bibliographique sur les méthodes de traitement des eaux usées contaminées par les colorants de textile.

Dans le troisième chapitre, une introduction présente les méthodes de plan d'expériences et plan pour surface de réponse la forme des modèles recherchés. L'obtention de ces modèles nécessite dans un premier temps de limiter l'étude aux facteurs ayant une influence statistiquement significative sur les réponses observées.

Dans le quatrième chapitre, nous présenterons les résultats obtenus sur l'étude de l'élimination de jaune terzil par procédé électrochimique (coagulation-floculation).

En conclusion, une synthèse des résultats obtenus sera présentée, en insistant sur les points les plus pertinents rencontrés lors de cette étude qui incluant quelques perspectives technologiques et scientifiques viendront clore ce manuscrit.

# *Chapitre I*

## I-GENERALITES SUR LA POLLUTION

### I-1- Définitions

La pollution est l'introduction ou la présence d'un altéragène dans un milieu et le résultat de son action. Cette pollution est essentiellement attribuée aux activités humaines, mais quand on analyse les différentes pollutions produites, on s'aperçoit qu'en dehors de l'homme qui est au centre de cette responsabilité, il y a aussi des causes naturelles (les volcans, les orages, les tremblements de terre, etc.).

Plusieurs définitions ont été proposées pour le terme « **pollution** » parmi les quelles (Kayalto ,2009) :

#### I-1-1- Définition selon le dictionnaire Larousse

La pollution est une dégradation d'un milieu naturel par des substances chimiques et des déchets industriels ou naturels (à l'exemple des ordures ménagères).

#### I-1-2- Définition admise par le comité scientifique officiel de la Maison-Blanche pour la protection de l'environnement en 1965

La pollution est une modification défavorable du milieu naturel qui apparaît en totalité ou en partie comme le sous-produit de l'action humaine, au travers d'effets directs ou indirects altérant les modalités de répartition des flux d'énergie, des niveaux de radiation, de la constitution physico-chimique du milieu naturel et de l'abondance des espèces vivantes. Ces modifications peuvent affecter l'homme directement ou au travers des ressources en produits agricoles, en eau, et autres produits biologiques. Elles peuvent aussi l'affecter en altérant les objets physiques qu'il détient, les possibilités régénératrices du milieu ou encore en enlaidissant la nature.

La pollution de l'eau est due essentiellement aux activités humaines ainsi qu'aux phénomènes naturels. Elle a des effets multiples qui touchent aussi bien la santé publique que les organismes aquatiques, ainsi que la flore et la faune terrestre.

### I-2-Classification des pollutions

On appelle pollution de l'eau toute modification de la composition de l'eau ayant un caractère gênant ou nuisible pour les usages humains. Cette modification peut être causée par l'ensemble des rejets de composés toxiques que l'homme libère dans l'écosphère. On peut

# Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

---

utiliser divers critères de classification, reposant sur l'origine, la nature des polluants, la nature des nuisances créées (répercussions sur la santé publique, sur l'équilibre écologique en rivière ou en lac...), ou selon d'autres critères.

## **I-2-Classification selon le type de polluant**

Il existe plusieurs manières de classer la pollution. Selon le type de polluant, on peut classer la pollution en trois catégories : pollution physique, pollution chimique et pollution Biologique.

### ➤ **Pollution physique**

On parle de ce type de pollution quand le milieu pollué est modifié dans sa structure physique par divers facteurs. Elle regroupe la pollution mécanique (effluents solides), la pollution thermique (réchauffement de l'eau par des usines) et la pollution nucléaire (Retombées de radioéléments issus des explosions d'armes nucléaires, résidus des usines atomiques et accidents nucléaires).

### ➤ **Pollution chimique**

Elle est due au déversement des rejets industriels apportant de grandes quantités de Substances chimiques dont certaines sont non dégradables.

### ➤ **Pollution biologique**

Il s'agit de la pollution par les micro-organismes (bactéries, virus, parasites, Champignons..... etc.).

### ➤ **pollution selon l'origine de polluant**

Selon l'origine de la pollution, on distingue quatre catégories : pollution domestique, urbaine, agricole et pollution industrielle.

### ➤ **Pollution domestique**

Elle provient des habitations et elle est en générale véhiculée par le réseau d'assainissement jusqu'à la station d'épuration. La pollution domestique se caractérise par la présence des germes fécaux, de fortes teneurs en matières organique, des sels minéraux et des

## Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

---

détergents. Elle peut être responsable de l'altération des conditions de transparence et d'oxygénation de l'eau ainsi que du développement de l'eutrophisation dans les rivières.

### ➤ **Pollution urbaine**

Ce sont les eaux des habitations et des commerces qui entraînent la pollution urbaine de l'eau. Les polluants urbains sont représentés par les rejets domestiques, les eaux de lavage collectif et de tous les produits dont se débarrassent les habitants d'une agglomération notamment des rejets industriels rejetés par les entreprises en quantités variables selon l'importance de l'agglomération et son activité.

Le « tout -à- l'égout » est une expression significative ; elle exprime cette diversité. On trouve les excréments, les restes d'aliments, les déversements d'abattoirs, les déversements hospitaliers, les lessives, les détergents, les insecticides, les hydrocarbures, les déchets de la petite industrie et divers produits toxiques.

### ➤ **Pollution agricole**

L'agriculture, l'élevage, l'aquaculture et l'aviculture sont responsables du rejet de nombreux polluants organiques et inorganiques dans les eaux de surface et souterraines. Ces contaminants comprennent à la fois des sédiments provenant de l'érosion des terres agricoles, des composés phosphorés ou azotés issus des déchets animaux et des engrais commerciaux, notamment des nitrates.

### ➤ **Pollution industrielle**

Le développement accéléré des techniques industrielles modernes a engendré une pollution très importante. En effet, celle-ci est devenue plus massive, plus variée et plus insidieuse. Devant l'extrême diversité de ces rejets, une investigation propre à chaque type d'industrie est nécessaire : il est donc primordial d'être parfaitement informé sur les procédés de fabrication et le circuit des réactifs et des produits (Hamsas ,2008). Il est évident que les effluents déversés sans traitement approprié entraînent des changements indésirables dans le milieu récepteur et des pollutions très néfastes. A ce propos, parmi les grandes industries polluantes, l'industrie textile occupe une place suffisamment importante pour être prise en compte (Dégremont ,1984).

# Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

## I -3-La pollution des eaux

La pollution de l'eau correspond à la présence de minuscules organismes extérieurs, de produits chimiques ou de déchets industriels. La contamination des eaux est un souci majeur pour la protection des écosystèmes et des ressources en eaux. Elle est l'objet de beaucoup d'études aussi bien au niveau des eaux superficielles que souterraines. La contamination par tous les intrants peut être de différentes sortes selon le type d'eau et son emplacement. Pour l'eau superficielle, la pollution peut être :

- ✚ directe et volontaire par une utilisation normale des produits phytosanitaires et autres produits à des fins dans la vie courante (lutte antiacridienne, utilisation des pesticides ou engrais dans l'agriculture, eaux usées des usines, etc.....) ;
- ✚ indirecte par ruissellement ou transfert des produits suite à leur épandage dans le milieu ou drainage des eaux usées ;
- ✚ la conséquence de l'eutrophisation qui est due à la présence de plantes ou autres êtres vivants. Pour l'eau souterraine, elle peut être :
- ✚ directe et volontaire suite au rejet de produits ou de déchets dans la source ;
- ✚ indirecte suite à l'utilisation normale des produits dans la vie et qui se trouvent lessivés des sols vers les eaux souterraines ou dans le cas où les puits ne seraient pas protégés contre les intrants qui sont liés aux conditions climatiques (comme le vent de sable en Mauritanie) (Dégremont ,1984).

L'évaluation de la pollution est donc basée sur des classifications selon les propriétés globales de l'effluent tableau (1).

**Tableau (1) :** Classification des composés de l'effluent suivant leur taille (Sperandio, 1998)

Classification	Diamètre des particules (µm)	Caractéristique	Exemple de composé
Exemple de composé	<0.08		Carbohydrates simples, acides aminés, acides gras volatils, protéines, polysaccharides (amidon, cellulose),...
Colloïdale	0.08 – 1	Limite entre Phase solide et soluble	Graisses, bactéries libres, débris cellulaires,...
Supra – colloïdale	1 – 100	Matières fines en suspension, visibles à l'oeil nu, Contribue à la turbidité de l'eau	Fibres cellulosiques, agrégats lipidiques, floccs bactériens, macro protéines
Particule	>100		Composés grossiers

# Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

---

## I-3-1-Les effluents textiles

Parmi les industries consommatrices d'eau en grande quantité, on trouve celle du textile avec celle de la tannerie en tête de liste. Les secteurs de teintures, de l'impression ou du finissage du textile y occupent une place de choix. Ces activités génèrent une pollution importante en eaux résiduaires.

- La finition textile est généralement très polluante, elle peut se caractériser par les produits suivants :

- ❖ **AOX** : Tous les produits plus ou moins halogénés sont considérés comme dangereux. Ils peuvent donner des composés qui appartiennent à la classe des AOX. On parle d'halogènes adsorbables type trihalométhane. Ces AOX proviennent des produits auxiliaires de teinture, de certains colorants, des produits de blanchiment, surtout l'eau de javel (ou hypochlorite  $\text{ClO}^-$ ) et à moindre titre du chlorite ( $\text{ClO}_2^-$ ) (Dupont ,2002).
- ❖ **Urée** : Pour dissoudre de grandes quantités de colorants, (pour la teinture Par foulardage ou pour les pâtes d'impression), l'ennoblisseur peut utiliser des produits hydro tropes comme l'urée et plus rarement la thio-urée. Rejetés dans les cours d'eau, ces produits, comme les nitrates et phosphates, favorisent la prolifération des algues. Ces algues consomment énormément d'oxygène dans l'eau et ceci au détriment des espèces animales qui sont ainsi asphyxiées (Dupont ,2002).

## I-3-2-Les dangers des rejets de textiles

Les eaux résiduaires de l'industrie de textile présentent généralement des problèmes de couleur, de température relativement élevée et de concentrations élevées de DBO5, de DCO, de solides en suspension, ainsi que de toxicité et de conductivité élevée. Leurs Caractéristiques peuvent être extrêmement variables en raison du large spectre de colorants, de pigments, de produits auxiliaires et de procédés utilisés.

## ❖ Les dangers évidents

### • Eutrophisation

Sous l'action des microorganismes, les colorants libèrent des nitrates et des phosphates dans le milieu naturel. Ces ions minéraux introduits en quantité trop importante 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.

### • Sous-oxygénation

Lorsque des charges importantes de matière organique sont apportées au milieu via des rejets ponctuels, les processus naturels de régulation ne peuvent plus compenser la consommation bactérienne d'oxygène. Manahan estime que la dégradation de 7 à 8 mg de matière organique par des micro-organismes suffit pour consommer l'oxygène contenu dans un litre d'eau.

### • Couleur, turbidité, odeur

L'accumulation des matières organiques dans les cours d'eau induit à l'apparition de mauvais goûts, prolifération bactérienne, odeurs pestilentielles et colorations anormales. Willmott et *al.* 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.

## ❖ Les dangers à long terme

### • La persistance

Les colorants organiques synthétiques sont des composés non biodégradables. 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 ;

# Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

---

- ✚ La persistance des aromatiques augmente avec le nombre de substituant ;
- ✚ Les substituant halogènes augmentent plus la persistance des colorants que les groupements alkyles.

- **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, cette substance s'accumule. Les espèces qui se trouvent à l'extrémité supérieure de la chaîne alimentaire, y compris l'homme, se retrouvent exposées à des teneurs en substances toxiques pouvant être jusqu'à mille fois plus élevées que les concentrations initiales dans l'eau.

- **Cancer**

Si la plupart des colorants ne sont pas toxiques directement, une portion significative de leurs métabolites l'est. Leurs effets mutagènes, tératogènes ou cancérigènes apparaissent après dégradation de la molécule initiale en sous-produits d'oxydation : Amine cancérigène pour les azoïques, leuco-dérivé pour les triphénylméthanes (Bouafia ,2010).

- **Sous-produits de chloration (SPC)**

Le chlore utilisé pour éliminer les microorganismes pathogènes réagit avec la matière organique pour former des trihalométhanes (THM) pouvant atteindre plusieurs centaines de mg/L. Les SPC sont responsables de développement de cancer du foie, des poumons, des reins et de la peau chez l'homme (Lamri ,2010).

## **I-4-Impacts environnementaux**

Le principal problème environnemental qui se pose dans l'industrie textile est celui des quantités d'eau rejetées et de leur charge chimique. Les autres questions importantes sont la consommation énergétique, les émissions dans l'atmosphère, les déchets solides et les odeurs qui peuvent représenter des nuisances significatives dans certains traitements .Les émissions dans l'atmosphère sont habituellement captées à la source. Comme elles sont contrôlées depuis longtemps dans différents pays.

On dispose de bonnes données historiques sur les rejets atmosphériques pour Chaque procédé spécifique. Ce n'est pas le cas pour les émissions dans l'eau. En effet, les flux

## Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

provenant des différents procédés sont mélangés et donnent un effluent final dont les caractéristiques résultent d'une combinaison complexe de facteurs, tels que les types de fibres et les présentations de matières traitées, les techniques mises en œuvre et les types de produits chimiques et d'adjuvants utilisés (Hamsas, 2008).

### I-5-Législation Sur l'environnement

La législation sur les rejets d'eaux résiduaires devient de plus en plus stricte. L'Algérie est dotée d'une réglementation 06-141 sur les rejets d'effluents textiles dans le milieu hydrique. Le tableau (2) précise les limites réglementaires de ces rejets (Bouafia, 2010).

**Tableau (2) :** Valeurs limites des paramètres de rejets d'effluent textiles (Bouafia, 2010).

PARAMETRES	UNITE	VALEURES LIMITES	TOLERANCES AUX VALEURES LIMITES ENCIENNE INSTALLATIONS
Température	C°	30	35
pH	-	6.5-8.5	6-9
DBO <sub>5</sub>	Mg/l	150	200
DCO	-	250	300
Matières décan table	-	04	05
Matières non dissoute	-	30	40
Oxydabilité	-	100	120
Permanganate	-	20	25

### II-Les colorants de textile

Les colorants ont été appliqués dans pratiquement toutes les sphères de notre vie quotidienne pour la peinture du papier, de la peau et des vêtements, etc. jusqu'à la moitié du 19<sup>ème</sup> siècle. Les colorants appliqués étaient d'origine naturelle. Des pigments inorganiques tels que l'oxyde de manganèse l'hématite et l'encre étaient utilisés. Par ailleurs, des colorants naturels organiques ont été appliqués. Surtout dans l'industrie textile. Ces colorants sont tous des composés aromatiques qui proviennent essentiellement des plantes, telles que l'alizarine et l'indigo. L'industrie des colorants synthétiques est née en 1856 quand le chimiste anglais William Henry pékin, dans une tentative de synthèse de la quinine artificielle pour soigner la malaria, a obtenu la première matière colorante synthétique qu'il appela « mauve » (aniline, colorant basique). Pékin a breveté son invention et il a installé une chaîne de production, qui serait bientôt suivie par d'autres. De nouveaux colorants synthétiques commencent à paraître

# Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

---

sur le marché. Ce processus a été stimulé par la découverte de la structure moléculaire du benzène en 1865 par Kekulé (Chebli ,2012).

## II-1-Définition d'un colorant

Un colorant est une matière colorée par elle-même, capable de se fixer sur un support. La coloration plus ou moins intense des différentes substances est liée à leur constitution chimique. En fait, un colorant est un corps susceptible d'absorber certaines radiations lumineuses et de réfléchir alors les couleurs complémentaires. Ce sont des composés organiques comportant dans leurs molécules trois groupes essentiels : le chromophore, l'auxochrome et la matrice. Le site actif du colorant est le chromophore, il peut se résumer à la localisation spatiale des atomes absorbant l'énergie lumineuse. Le chromophore est constitué de groupes d'atomes dont les plus classiques sont le nitro ( $-\text{NO}_2$ ), le diazo ( $-\text{N}=\text{N}-$ ), le nitroso ( $-\text{N}=\text{O}$ ), le thiocarbonyl ( $-\text{C}=\text{S}$ ), le carbonyle ( $-\text{C}=\text{O}$ ), ainsi que les alcènes ( $-\text{C}=\text{C}-$ ). L'absorption des ondes électromagnétiques par le chromophore est due à l'excitation des électrons d'une molécule. La molécule qui les contient devient chromogène. La molécule chromogène n'a des possibilités tinctoriales que par l'adjonction d'autres groupements d'atomes appelés «auxochrome». Ces groupes auxochrome permettent la fixation des colorants et peuvent modifier la couleur du colorant. Ils peuvent être acides ( $\text{COOH}$ ,  $\text{SO}_3$ ,  $\text{OH}$ ) ou basiques ( $\text{NH}_2$ ,  $\text{NHR}$ ,  $\text{NR}_2$ ). Le reste des atomes de la molécule correspond à la matrice, la troisième partie du colorant (Benaïssa ,2012).

## II-2-Propriété des colorants textiles

Les colorants constituent un groupe très diversifié ayant en commun la propriété de colorer d'une manière permanente les tissus, cuirs ou papiers. Tous ces colorants sont des composés aromatiques dont les électrons très délocalisés peuvent adsorber la lumière pour certaines longueurs d'ondes. Les propriétés colorantes des composés organiques dépendent de leur structure et de leur composition chimique. Exemple de structures de colorants :

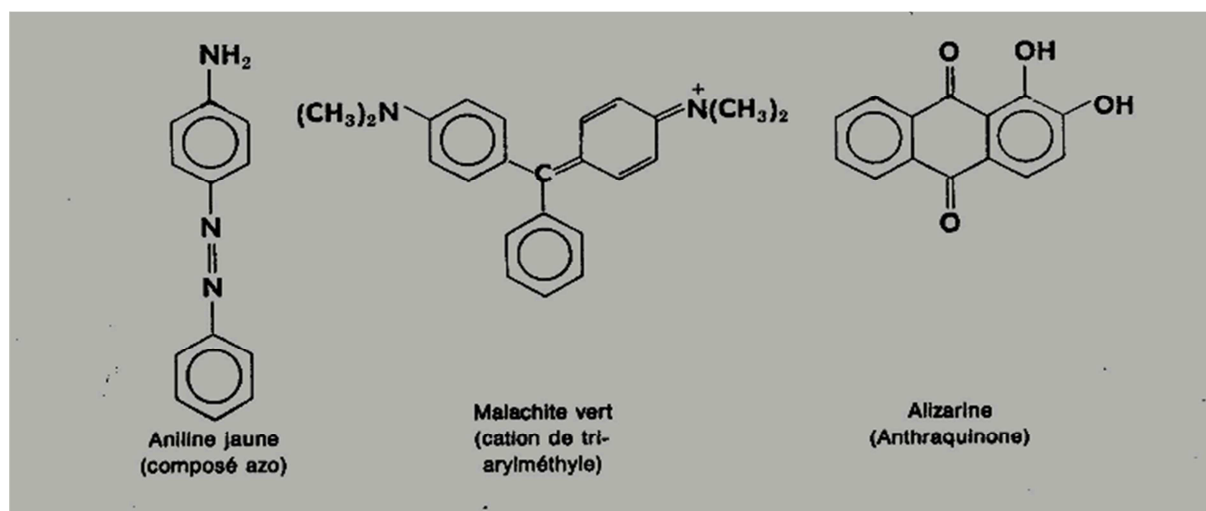


Figure (1) : Structures des colorants (Benaïssa ,2012).

Les colorants rejetés par les industries textiles et les officines de nettoyage des vêtements, sont peu ou pas biodégradables et résistent bien aux traitements classiques d'épuration. Ils créent surtout une nuisance visuelle dans les eaux contaminés bien qu'un certain nombre d'entre eux est mutagène et cancérigène (Benaïssa ,2012).

### II-3-Classification des colorants textiles

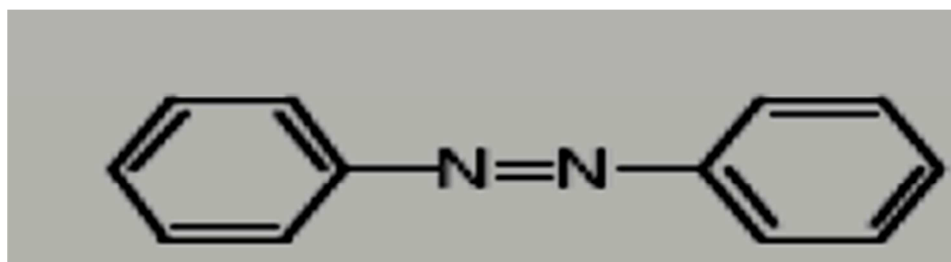
Les principes de classification les plus couramment rencontrés dans les industries, sont basés sur les structures chimiques des colorants synthétiques et sur les méthodes d'application aux différents substrats (textiles, papier, cuir, matières plastiques, etc.)(Kushwaha et al ,2011).

#### II-3-1-Classification chimique

Le classement des colorants selon leur structure chimique repose sur la nature du groupe chromophore.

- **Les colorants azoïques**

Les colorants azoïques sont caractérisés par la présence au sein de la molécule d'un groupement azoïque (-N=N-) reliant deux noyaux benzéniques. Cette catégorie de colorant est actuellement la plus répandue sur le plan de l'application, puisqu'ils représentent plus de 50% de la production mondiale de matières colorantes (Robert et coll ,2000.Guillard et coll ,2003).



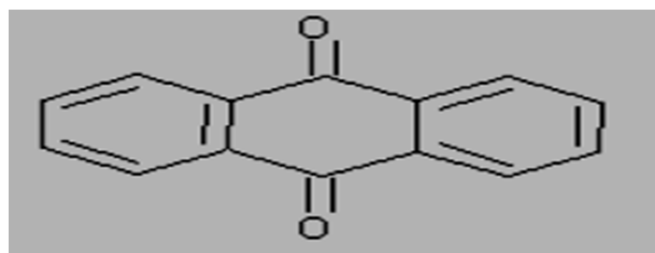
**Figure (2) :** structure de colorant azoïque (Robert et coll, 2000.Guillard et coll ,2003).

### II-3-2-Propriétés physique et chimique

- **Colorants anthraquinoniques**

Les colorants anthraquinoniques sont d'un point de vue commercial, les plus importants, après les colorants azoïques. Leur formule générale dérivée de l'antracène montre que le chromophore est un noyau quinonique sur lequel peuvent s'attacher des groupes hydroxyles ou amino. Ces produits sont utilisés pour la coloration des fibres polyester, acétate et tri acétate de cellulose. Ils constituent en effet la classe de colorants présentant la plupart du temps les meilleures stabilités à la lumière et aux agents chimiques.

La molécule de base de ce groupe de colorants est l'antraquinone qui présente le groupe chromophore carbonyle ( $>C=O$ ) sur un noyau quinonique, qui est le chromogène (Stole et al, 2001).



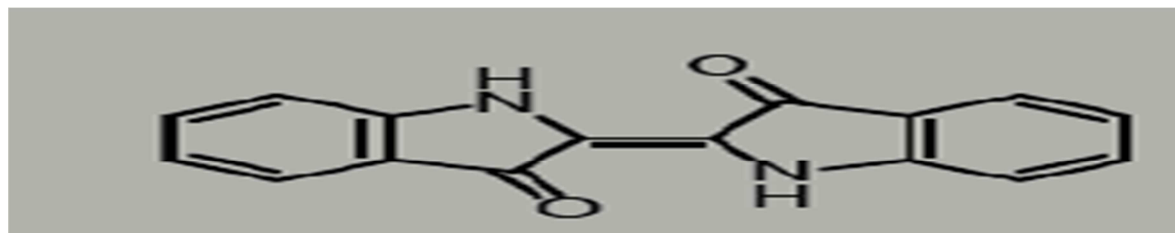
**Figure (3) :** La molécule anthraquinone (M.Stole et al ,2001).

- **Les colorants indigoïdes**

Les colorants indigoïdes tirent leur appellation de l'indigo dont ils dérivent. Ainsi, les homologues sélénisés, soufrés et oxygénés du bleu indigo provoquent d'importants effets hypochromes avec des coloris pouvant aller de l'orange au turquoise. Les colorants indigoïdes sont utilisés comme colorant en textile, comme additifs en produits pharmaceutiques, la

## Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

confiserie, ainsi que dans des diagnostics médicales (Lamri,2010.Amalric et al ,1976.Chen, wang ,2004).



**Figure (4) :** Structure d'un colorant indigoïdes (Lamri ,2010).

- **Les colorants xanthène**

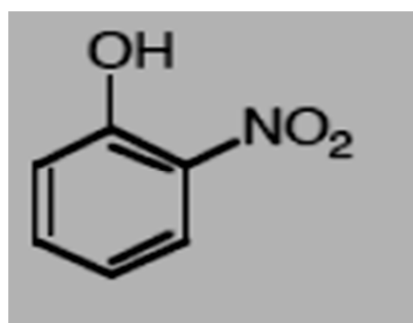
Ce sont des composés qui constituent les dérivés de la fluorescéine. Ils sont dotés d'une intense fluorescence. Peu utilisés en tant que teinture, leur faculté de marqueurs lors, d'accidents maritimes ou de traceurs d'écoulement pour des rivières souterraines est malgré tout bien établie. Ils sont aussi utilisés comme colorants alimentaires, cosmétiques, textiles et impression (Colin ,1970.Nestmann et al ,1976).

- **colorants phtalocyanines**

Les phtalocyanines ont une structure complexe possédant un atome métallique central. Les colorants de ce groupe sont obtenus par réaction du dicyanobenzène en présence d'un halogénure métallique (Cu, Ni, Co, Pt, etc.)( Lemechichi ,2012).

- **Les colorants nitrés et nitrosés**

Ces colorants forment une classe très limitée en nombre et relativement ancienne. Ils sont actuellement encore utilisés, du fait de leur prix très modéré lié à la simplicité de leur structure moléculaire caractérisée par la présence d'un groupe nitro (-NO<sub>2</sub>) en position ortho d'un groupement électro-donneur (hydroxyle ou groupes aminés) ( Hammami ,2008).



**Figure (5) :** Structure des colorants nitrés ( Hammami ,2008).

## II-3-3-Classification tinctoriale

Si la classification chimique présente un intérêt pour le fabricant de matières colorantes, le teinturier préfère le classement par domaines d'application. Ainsi, il est renseigné sur la solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour les diverses fibres et sur la nature de la fixation. Celle-ci est de force variable selon que la liaison colorant/substrat est du type ionique, hydrogène, de Van der Waals ou covalente. On distingue différentes catégories tinctoriales définies cette fois par les auxochrome (Lemkchichi ,2012).

- **Les colorants acides ou anioniques**

Ils sont solubles dans l'eau grâce à leurs groupements sulfonates ou carboxylates, ils sont ainsi dénommés parce qu'ils permettent de teindre les fibres animales (laine et soie) et quelques fibres acryliques modifiées (nylon, polyamide) en bain légèrement acide. L'affinité colorant-fibre est le résultat de liaisons ioniques entre la partie acide sulfonique du colorant et les groupements amino des fibres textiles.

- **Les colorants basiques ou cationiques**

Les colorants basiques ou cationiques sont des sels d'amines organiques, ce qui leur confère une bonne solubilité dans l'eau. Les liaisons se font entre les sites cationiques des colorants et les sites anioniques des fibres .En phase de disparition dans la teinture et de la soie, ces colorants ont bénéficié d'un regain d'intérêt avec l'apparition des fibres Acryliques, sur lesquelles ils permettent des nuances très vives et résistantes.

- **Les colorants de cuve**

Les colorants de cuve sont des colorants insolubles dans l'eau. Cependant, sous l'action d'un réducteur, le dithionite de sodium ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ), un colorant de cuve donne son leuco-dérivé c'est-à-dire le produit de réduction incolore ou blanc et soluble dans l'eau.

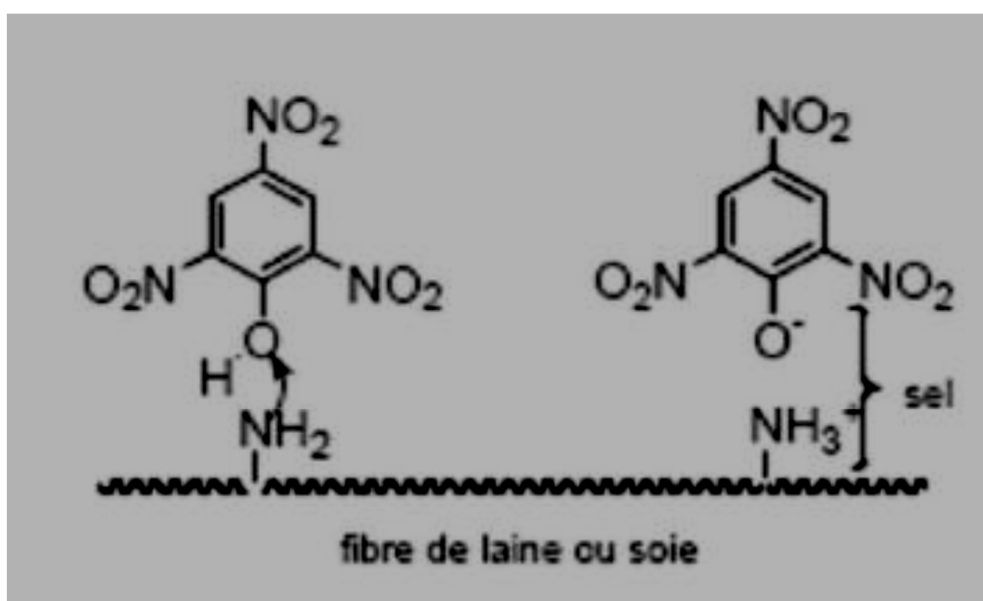
Le leuco-dérivé présente une affinité pour certaines fibres textiles telles que le coton, le lin, la laine et la soie. Par oxydation par l'air ou à l'aide d'un agent oxydant, le colorant initial insoluble dans l'eau est régénéré au sein de la fibre .Les colorants de cuve appartiennent la classe chimique des anthraquinones et à celle des indigoïdes, leurs qualités de résistance notamment en font un des groupes les plus importants des colorants synthétiques. Quelques

## Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

colorants de cuve ont trouvé une place parmi les pigments de l'industrie des vernis, en raison de leur grande stabilité à la lumière (Oubagha ,2011).

- **Les colorants directs**

Les colorants directs contiennent ou sont capables de former des charges positives ou négatives électro statiquement attirées par les charges des fibres (figure 6). Ils se distinguent par leur affinité pour les fibres sans application de mordant, liée à la structure plane de leur molécule (Benaissa ,2012.Mansouri ,2010).



**Figure (6) :** Comportement du colorant direct en présence des fibres (Mansouri ,2010).

- **Les colorants à mordants**

Les colorants à mordants généralement un ligand fonctionnel capable de réagir fortement avec un sel d'aluminium, de chrome, de cobalt, de cuivre, de nickel ou de fer pour donner différents complexes colorés avec le textile(Haddad ,2010).

- **Les colorants réactifs**

Les colorants réactifs Contiennent des groupes chromophores issus essentiellement des familles azoïques, anthraquinoniques et phtalocyanine. Leur appellation est liée à la présence d'une fonction chimique réactive, de type triazinique ou vinylsulfone assurant la formation d'une liaison covalente forte avec les fibres. Solubles dans l'eau, ils entrent de plus en plus

# Chapitre I : Généralités sur la pollution et les colorants textiles

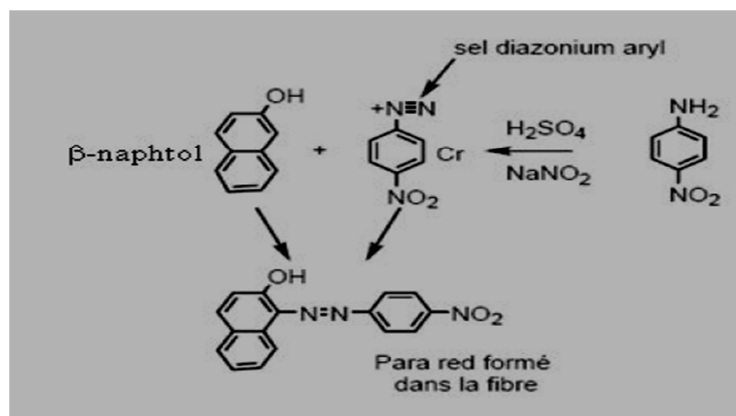
fréquemment dans la teinture du coton et éventuellement dans celle de la laine et des polyimides (Errais ,2011).

- **Les colorants dispersés**

Les colorants dispersés sont très peu solubles dans l'eau et sont appliqués sous forme d'une fine poudre dispersée dans le bain de teinture. Ils sont en mesure, lors d'une teinture à haute température, de diffuser dans les fibres synthétiques puis de s'y fixer (Lemkchichi ,2012).

- **Les colorants développés**

Les colorants développés ou azoïques insolubles sont formés directement sur la fibre. Au cours d'une première étape, le support textile est imprégné d'une solution de naphtol (copulant). Les précurseurs de la molécule suffisamment petits pour diffuser dans les pores et les fibres sont ensuite traités avec une solution de sel de diazonium qui, par réaction de copulation entraîne le développement immédiat du colorant azoïque (Errais, 2011). La figure 7 donne un exemple de colorant Azoïque insoluble.



**Figure (7) :** structure du colorant développé (Errais, 2011).

# *Chapitre II*

# Chapitre II : les procédés de traitement des effluents textile

---

## I-INTRODUCTION

Un grand nombre de procédés physiques, chimiques, photochimiques et électrochimiques ont été utilisés pour le traitement des eaux polluées par des composés organiques réfractaires, toxiques et non biodégradables, issues des activités industrielles qui génèrent selon le ou les types de fabrication des rejets polluants continus ou discontinus d'une extrême diversité.

L'objectif du traitement de ces effluents est essentiellement la protection du milieu naturel, c'est-à-dire l'obtention d'une eau épurée qui satisfait aux normes de rejet édictées par la législation, autant qu'une bonne gestion de l'eau en milieu industriel. C'est dans ce contexte qu'on a développé des techniques de traitement rapides, moins onéreuses et plus adaptées à ce type de pollution que les procédés d'oxydation avancée (POA) ont vu le jour.

En Algérie, d'après le rapport publié en 2002 par CAR/PP, L'Algérie est dotée de 39 entreprises dans le secteur de textiles, et y consomme 40.12 tonnes de colorants et pigments/an, 16356 t/an de matières auxiliaires et une quantité d'eau dépassant 4.8 millions t/an. Ce qui génère des rejets volumineux et chargés. Cependant, selon les données publiées par la même référence, 30% des industries correspondant aux sous-secteurs textiles de la teinture, du finissage et de l'impression procèdent des stations d'épuration des eaux résiduaires et 70% réalisent le rejet sans épuration préalable.

## II-Méthodes physiques

### II-1-Adsorption sur charbon actif et autres matériaux

L'adsorption est un procédé d'élimination des polluants organiques ou minéraux présents dans des effluents aussi bien liquides que gazeux. Plusieurs modèles théoriques ont été élaborés pour décrire les mécanismes de ces phénomènes.

Par ce procédé, le polluant est transféré de la phase fluide vers la surface du solide. Même avec le charbon actif considéré comme l'adsorbant le plus efficace, ce mode de traitement reste très limité pour l'élimination de tous les colorants. Seuls les cationiques, colorant à mordant, dispersés ou dits de cuve et réactifs sont éliminés par cette technique (Lamri, 2010).

### II-2-Filtration sur membrane

Dans ce procédé, les polluants sont retenus par une membrane semi perméable dont le diamètre des pores est inférieur à celui des molécules à éliminer. Cette technique est largement utilisée dans le dessalement de l'eau de mer. Selon la qualité de l'eau désirée, on

## Chapitre II : les procédés de traitement des effluents textile

---

distingue la microfiltration, l'ultrafiltration ou la nano filtration ou encore l'osmose inverse. La nano filtration s'applique surtout au traitement des bains de teinture de colorants réactifs en agissant comme un filtre moléculaire tandis que la microfiltration retient les matériaux colloïdaux tels que les colorants dispersés ou de cuve grâce à une «membrane écran».

L'ultrafiltration ne s'applique qu'à la réduction de DCO et des solides en suspension, et ne se montre réellement efficace qu'en combinaison avec la coagulation/floculation. Actuellement, des recherches sont menées dont le but de mettre en œuvre des membranes nouvelles à prix abordable. En effet, ces procédés restent très limités dans leurs applications car ils nécessitent des investissements importants à cause en grande partie du prix des matériaux utilisés (Lamri ,2010).

### III-Méthodes Chimiques

Les techniques d'oxydation chimiques sont généralement appliquées pour

- ✓ le traitement des organiques dangereux présents en faibles concentrations ;
- ✓ en prétraitement avant les procédés biologiques pour diminuer la charge polluante ;
- ✓ le traitement d'eaux usées chargées de constituants résistants aux méthodes de Biodégradation ;
- ✓ en post-traitement pour réduire la toxicité aquatique.

Les deux réactifs les plus souvent cités pour ce type de traitement sont  $H_2O_2$  et le Chlore. Le peroxyde d'hydrogène est un oxydant fort et son application pour le traitement des polluants organiques et inorganiques est bien établie. Mais l'oxydation seule par  $H_2O_2$  n'est pas suffisamment efficace pour de fortes concentrations en colorant (Hamada et *al.*

Ont proposé de traiter les colorants azoïques par hypochlorure de sodium. Cependant, si la molécule initiale est détruite, les halogènes sont susceptibles de former des trihalométhanés comme sous-produits de dégradation lesquels sont cancérigènes pour l'homme (Lamri ,2010).

### IV- Méthodes biologiques

La présence dans les eaux ou dans le sol, de polluants organique a toujours existé .Leur élimination par des microorganismes constitue le moyen biologique que la nature a utilisé pour l'épuration des milieux naturels. Ces procédés biologiques se produisent selon deux modes : traitements en aérobie (ils sont effectués en présence de l'oxygène) et traitement en

## Chapitre II : les procédés de traitement des effluents textile

---

anaérobie (dans ce cas les microorganismes dégradent la matière organique en absence de l'oxygène).

### ➤ **Traitement aérobie**

Ce procédé est resté longtemps un moyen pour dégrader un grand nombre de polluants organique. Il s'est avéré efficace pour une certaine catégorie de rejets textiles .Notons cependant que des colorants tels que les azoïques, les colorants acides et le colorants réactifs se sont révélés persistants et résistent à ce mode de traitement. La décoloration observée dans ces cas n'est attribué qu'à l'adsorption de ces polluants sur la boue activée et non à leur dégradation (Lamri ,2010).

### ➤ **Traitement anaérobie**

Ce procédé utilisé sur les boues résiduaire des stations d'épuration des eaux permet de produire des quantités importantes en méthane. Ce dernier est utilisé comme source d'énergie notamment pour le chauffage ou pour l'éclairage. Des études ont montré que la réduction, voire la disparition, de la couleur n'est pas accompagnée de la minéralisation des colorants. La formation de composés intermédiaires plus toxiques, notamment des amines a été signalée dans la littérature. Venceslau *et al.* Ont estimé la réduction de coloration par les procédés biologiques à seulement 10à 20%. Cette constatation laisse à présager d'autres techniques qui permettraient d'abaisser le degré de réfractabilité de la charge polluante en association avec les méthodes biologiques (Lamri ,2010).

## **V- La Coagulation-floculation**

### **V-1- Généralité**

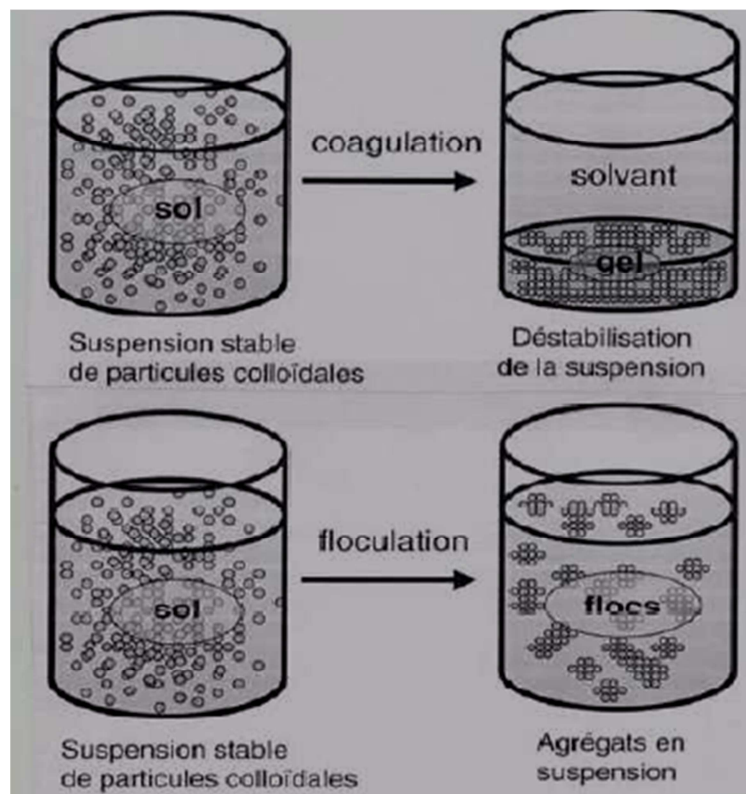
La coagulation est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques amenant une suspension stable de particules de très petite taille en solution (les colloïdes) à se séparer en deux phases distinctes. La floculation est l'ensemble des phénomènes physico-chimiques menant à l'agrégation de particules stabilisées pour former des flocons ou « flocs ». 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 de colloïdes initiale.

La coagulation-floculation facilite l'élimination des MES (Matières En Suspension) et des Colloïdes en les rassemblant sous forme de flocs dont la séparation s'effectue par décantation, Flottation et/ou filtration. C'est donc un traitement physique qui permet d'éliminer tous ou

## Chapitre II : les procédés de traitement des effluents textile

une Partie des polluants des effluents notamment les fractions particulaires inertes ou vivantes, les Fractions floculables des matières organiques et de certains métaux lourds, les micropolluants Associés aux MES et les macromolécules colloïdales. Figure (8).

La Coagulation et la floculation sont des processus souvent indissociables. En effet, la coagulation, en diminuant les forces de répulsion entre les particules, favorise les collisions et la formation d'agrégats ; et la floculation, en permettant la croissance des agrégats accélère la séparation des phases.



**Figure (8) :** Coagulation/floculation (Lakhdari ,2011).

Le temps de décantation des particules coagulées dépend du type de particules, du diamètre des particules et de leur surface spécifique. Ce temps va d'une seconde pour du gravier Coagulé ayant un diamètre de 10 mm et une surface spécifique de  $6.10^2 \text{ m}^2.\text{m}^{-3}$  à 20 ans pour du colloïde de  $10^{-2} \mu\text{m}$  ayant une surface spécifique de  $6.10^8 \text{ m}^2.\text{m}^{-3}$ . Il est donc impossible que certaines particules notamment les colloïdes et les particules à surface spécifique très élevée décantent naturellement. Pour obtenir la décantation de ces particules, il faudrait assembler un très grand nombre de colloïdes en agrégats d'au moins 10 à 100  $\mu\text{m}$ .

Malheureusement, ces particules exercent entre elles des forces de répulsion de nature électrostatique empêchant leur assemblage (Lakhdari ,2011). La déstabilisation des entités en

## Chapitre II : les procédés de traitement des effluents textile

---

suspension passe par des phénomènes d'adsorption, expliqués par la théorie de la double couche. Elle explique comment les colloïdes sont traités par coagulation.

### V-2-Principe

Cette technique de traitement physico-chimique est utilisée pour enlever davantage la DCO et la couleur avant un traitement biologique. Ce procédé est basé sur l'addition d'un coagulant qui avec les polluants organiques forme des floes. Ces floes sont ensuite éliminés par décantation et filtration (Boucherit, 2016).

### V-3-Optimisation de la Coagulation

Lors de la coagulation, il faut chercher :

- La maximisation de la déstabilisation des particules et des colloïdes organiques pour faciliter leur agglomération et leur enlèvement subséquent, par un procédé de séparation solide-liquide ;
- La minimisation de la concentration en coagulant résiduel ;
- La minimisation de la production des boues ;
- La minimisation des coûts d'opération ;

La coagulation optimale correspond au dosage de coagulant et au pH qui assurent l'atteinte de tous ces objectifs (Chenna, 2016).

### V-4-Les coagulants usuels

Les coagulants usuels sont :

- ❖ Sulfate d'aluminium hydraté (appelé communément alun) :  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 14\text{H}_2\text{O}$ ; dosages moyens 15 à 40 mg/l, chaque ppm d'alun produit 0,26 ppm de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  et consomme 0,5 ppm d'alcalinité;
- ❖ Chlorure ferrique :  $\text{FeCl}_3$  ; moins sensible que l'alun au contrôle du pH, et meilleur dans le traitement de la couleur; chaque ppm de  $\text{FeCl}_3$  produit 0,66 ppm de  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  et consomme 0,9 ppm d'alcalinité;
- ❖ Poly-alumino-silico-sulfate (PASS):  $\text{Al}_a(\text{OH})_b(\text{SO}_4)_c(\text{SiO}_x)_d$ ;
- ❖ Aluminate de Sodium :  $\text{NaAlO}_2$ .

Les deux derniers coagulants sont ceux qui sont les moins sensibles aux basses températures, mais sont également les plus coûteux. Ils sont relativement moins utilisés au Québec et utilisés seulement à certaines périodes de l'année.

### V-5-Théorie de la double couche

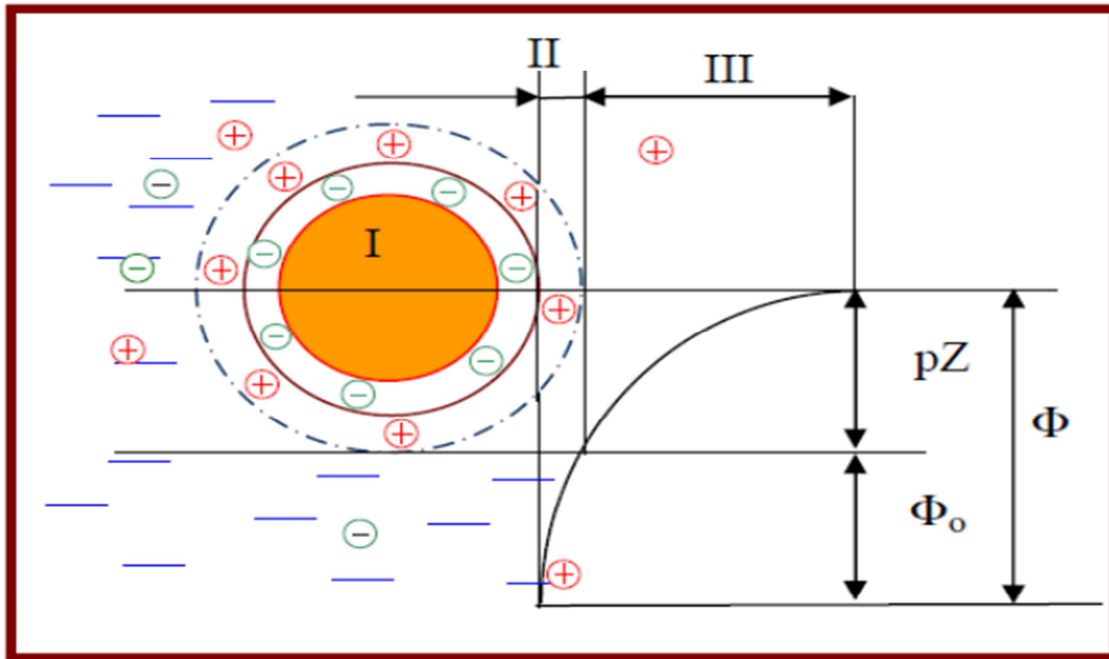
La difficulté de séparation des colloïdes présents dans une eau par simple décantation ou filtration provient du fait que ces particules, qui sont d'origine minérale (argiles), végétale (acides humiques ou fulviques, algues), animale (zooplancton), humaine (suspensions graisseuses) ou industrielle (eaux résiduaires diverses), se trouvent dans l'eau à l'état de particules chargées électriquement (Mouchet.2015). Les anions étant en général moins hydratés que les cations, ils s'approchent davantage de la surface des particules et leur confèrent une charge négative. C'est la raison pour laquelle des composés présumés neutres présentent des charges de surfaces négatives en solution (Benyoub, 2014). Afin de neutraliser cette charge négative de surface, des ions positifs présents dans l'eau brute sont attirés et forment une couche autour du colloïde.

- Au centre : l'ion colloïdal.
- A l'extérieur : les ions libres de charge électrique équivalente et de signe contraire à celle de l'ion colloïdal et formant deux couches :

- Ions de parois (couche dense-théorie d'Helmholtz) indissolubles de l'ion colloïdal qui présentent une charge toujours inférieure à celle de l'ion colloïdal (le niveau énergétique à cette distance est caractérisé par le potentiel Zêta), c'est une couche d'ions positifs qui le recouvre intégralement la surface du colloïde et assure la neutralité de l'ensemble (couche fixée).

- Ions complémentaires (théorie de Gouy-Chapman) formant une couche diffuse à une plus grande distance de l'ion colloïdal, en équilibre avec le solvant, présentant un appauvrissement progressif en ions de signe contraire à celui de l'ion colloïdal, accompagné d'un enrichissement correspondant en ions de l'autre signe ;

- Théorie de Stern qui combine les deux théories précédentes et considère la formation d'une double couche : la première formée d'ions du liquide mais adhérente au colloïde, la seconde diffuse dans le liquide environnant. Comme illustré sur la figure 9, le potentiel subit une première chute significative dans la couche fixée, puis diminue plus lentement à mesure que la distance augmente jusqu'à son annulation au point A (point isoélectrique). La figure (9) montre les différentes couches et le potentiel électrique des particules colloïdales. (Khuri et al, 2005).



**Figure (9) :** Potentiel électrique de particules colloïdales (Bensadok, 2007)

I - Particule colloïdale ; II - Couche adhérente de Stern ; III- Couche diffuse de Gouy-Chapman

$\Phi$ : Potentiel total à l'interface ;  $\Phi_0$ : Potentiel différentiel dans la couche adsorbée

$pZ$  : Potentiel Zéta

Un colloïde se caractérise par deux potentiels

- ❖ Potentiel thermodynamique ou potentiel de Nernst ;
- ❖ Potentiel zêta ou potentiel électrocinétique.

La potentielle thermodynamique est présente à la surface même du colloïde mais il est malheureusement non mesurable par des méthodes simples. Le potentiel zêta reste négatif comme l'interaction mutuelle des colloïdes et se mesure par électrophorèse. Cette relation simple existe entre l'électrophorèse et le potentiel zêta permettant de déterminer ce dernier. Un appareil de mesure directe du potentiel existe et est appelé zétamètre, son principe repose sur la mesure de la vitesse de déplacement des colloïdes sous l'effet d'un champ magnétique

### ➤ Mécanismes de déstabilisation des suspensions colloïdales par la coagulation (Cabana, 2015).

Le mécanisme de déstabilisation des suspensions se fait par l'ajout de coagulants qui :

- ✓ Compressent la couche double ;

## Chapitre II : les procédés de traitement des effluents textile

---

- ✓ Neutralisent les charges de surface ;
- ✓ Piègent le colloïde dans un précipité ;
- ✓ Favorisent le pontage intra-particulaire.

Pour s'assurer une déstabilisation adéquate, Il est impératif de disperser rapidement le coagulant de façon à :

- ✓ Éliminer les réactions entre les espèces responsables de la coagulation ;
- ✓ Uniformiser le coagulant ;
- ✓ Fournir l'énergie nécessaire au pontage inter particulaire ;
- ✓ Nécessite un mélange court et intense.

### Les étapes de l'agitation

Les étapes de l'agitation doivent :

- ✓ fournir suffisamment d'énergie pour disperser les coagulants utilisés ;
- ✓ Les réactions de coagulation ont lieu rapidement;
- ✓ Réactions de précipitation sont plus lentes;
- ✓ Utilisation du gradient de vitesse pour déterminer l'efficacité de l'agitation.

### ➤ Applications

Très récemment, plusieurs travaux ont été réalisés sur le traitement des colorants de textile par coagulation (Tan (2000) ; Georgiou (2003) ; Kim (2004) et Yang(2005)), alors que d'autres ont couplé la coagulation avec les techniques d'oxydation et d'ozonation pour le traitement des rejets textile (Kang, 2002 et Selcuk, 2005). Tulay(2002) a étudié le traitement des rejets textiles par coagulation, en utilisant les coagulants  $Al_2(SO_4)_3$ ,  $Fe(SO_4)_3$  et  $FeCl_3$  avec et sans présence de chaux, un bon abattement de turbidité et de coloration ont été réalisés. Le sulfate d'alumine est le coagulant le plus largement utilisé (Edzwald, 1993) du fait de sa flexibilité avec différents types d'eau usée et de surface et son faible coût.

Golob(2005) a utilisé la coagulation floculation comme technique de traitement des eaux usées pour la décoloration des effluents de teinture résiduels contenant des colorants acides et réactifs. Il a été montré que la combinaison du sulfate d'aluminium et un floculant organique cationique permet un traitement efficace pour les eaux usées de teinture résiduelle et assure une décoloration complète, le COT, DCO, AOX et la DBO sont réduits et la biodégradabilité augmente. Sanghi (2006) a utilisé un coagulant naturel extrait à partir des plantes pour la

## Chapitre II : les procédés de traitement des effluents textile

---

décoloration d'une solution synthétique contenant des colorants de textile. La dose du coagulant, le pH et la structure chimique du colorant ont une influence importante sur la coagulation.

### **VI- Théorie sur les plans d'expériences à surface de réponse**

Les plans d'expériences pour l'étude des surfaces de réponses sont apparus dans la seconde moitié du XX<sup>ème</sup> siècle en 1951 (Box et Wilson, 1951). Ils sont développés dans différents domaines scientifiques. L'objectif de cette méthodologie est, plus que de hiérarchiser les effets des différents facteurs, de décrire le plus précisément possible le comportement de la réponse en fonction des variations des facteurs. Le but de ce type d'étude est donc de parvenir à une modélisation du phénomène étudié basée sur l'expérimentation (Khuri et al 2005 ; Box et al 1951).

Ces plans permettent de déterminer à quelles valeurs les facteurs d'entrée d'un dispositif doivent être ajustés pour obtenir une ou plusieurs réponses souhaitées ; ils s'appuient sur l'usage de modèles de nature polynomiale. Le nombre d'essais d'un plan d'expériences pour l'étude des surfaces de réponses croît rapidement en fonction du nombre de facteurs. Pour qu'un plan d'expériences constitue une stratégie efficace et économique, il convient donc de limiter le nombre de facteurs mis en œuvre.

C'est pourquoi, les plans pour l'étude des surfaces de réponses succèdent généralement à une première étape de criblage des facteurs, sauf si les paramètres influents du dispositif à optimiser sont connus. De nombreuses références existent sur le sujet (Osborne, 1997 ; Louvet et Delplanque, 2005). La construction d'un plan pour l'étude de surfaces de réponses nécessite la connaissance des facteurs d'entrée qui influent sur les réponses qu'on souhaite optimiser (Louvet et al ,2004).

#### **VI-1- Définition des facteurs et des niveaux**

Les paramètres de réglage d'un processus sur lesquels on décide d'agir pour rechercher un optimum sont appelés, d'un point de vue méthodologique, des facteurs. Les facteurs dans un plan à surfaces de réponses doivent être quantitatifs et continus. Les niveaux de ces facteurs sont fixés par la méthode de construction du plan, au sein d'un intervalle de variation dont les limites sont précisées par l'utilisateur. Les facteurs d'entrée d'un processus traduisent le plus souvent des grandeurs différentes et/ou s'expriment dans des unités différentes. Il convient donc de standardiser les variations de ces variables pour les rendre comparables et sans unité. Il s'agit d'une relation de codage (centrage et réduction) des facteurs, donnée par la formule suivante :

$$X_i = \frac{U_i - \frac{U_{max} + U_{min}}{2}}{\frac{U_{max} - U_{min}}{2}} \quad (1) \quad (\text{Box et Wilson, 1951}).$$

Dans la relation (1),  $U_i$  est un facteur quantitatif continu et  $X_i$  est sa valeur codée (centrée et réduite),  $U_{min}$  et  $U_{max}$  représentent les limites du facteur qui sont précisées par l'utilisateur. Les bornes de variations des facteurs  $U_{min}$  et  $U_{max}$  doivent être définies en tenant compte, si nécessaire, de l'existence de contraintes (contraintes de simulation ou de fabrication).

Les valeurs des facteurs  $X_i$  (sans unité) appartiennent en général à l'intervalle borné  $[-1, +1]$ . Les valeurs codées des facteurs  $X_i$  sont utilisées pour construire la matrice d'expériences qui permet, après recodage à l'aide de la relation (1), d'obtenir un plan d'expérimentations à réaliser.

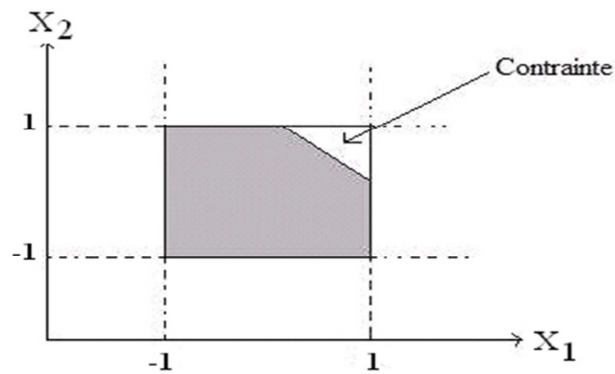
$$U_i = X_i \left( \frac{U_{max} - U_{min}}{2} \right) + \left( \frac{U_{max} + U_{min}}{2} \right) \quad (2) \quad (\text{Box et Wilson, 1951}).$$

### VI-2- Définition d'une réponse

Une réponse  $Y$  correspond à un paramètre de sortie du système étudié. Elle doit être représentative et le moins dispersée possible pour des variables d'entrées constantes. La réponse  $Y$  peut être exprimée sous la forme  $Y = f(X_1, X_2, X_3, \dots, X_n)$  où  $f$  est la relation fonctionnelle qui lie la réponse aux  $n$  facteurs  $X_1, X_2, X_3, \dots, X_n$ . Dans le cadre des processus d'optimisation, la grandeur étudiée dont on recherche les meilleures valeurs est généralement appelée fonction objectif.

### VI-3- Définition du domaine expérimental

Un domaine expérimental continu est délimité par des facteurs quantitatifs. La figure 9 illustre le domaine expérimental de deux facteurs  $U_1$  et  $U_2$ . En utilisant la relation de codage (3), les facteurs  $U_1$  et  $U_2$  sont transformés en facteurs codés  $X_1$  et  $X_2$  qui varient entre  $-1$  et  $+1$ .



**Figure (10):** Domaine expérimental continu avec contraintes(Louvet et al ,2004).

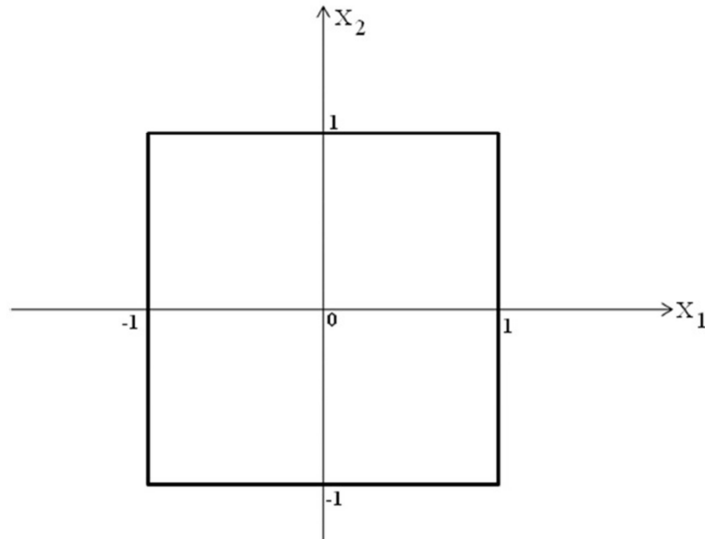
Lorsqu'il n'existe pas de contraintes relationnelles définies entre tout ou partie des  $k$  facteurs indépendants, le domaine expérimental est limité par un hyper-cube, chacun des facteurs variant dans l'intervalle  $[-1, +1]$  d'après la relation de codage. On parle alors d'un domaine expérimental isotrope. La géométrie régulière d'un tel domaine facilitera la distribution uniforme des expériences en son sein.

Les valeurs considérées des facteurs sont centrées et réduites (relation (1)). Les dimensions caractérisant le domaine expérimental d'un plan d'expériences sont obligatoirement liées à la disposition des points d'expériences dans ce domaine, et également, de façon implicite, à la qualité du modèle dans ce même domaine. On définit ainsi deux géométries (Louvet et al ,2004).

- Le domaine expérimental cubique ;
- Le domaine expérimental sphérique.

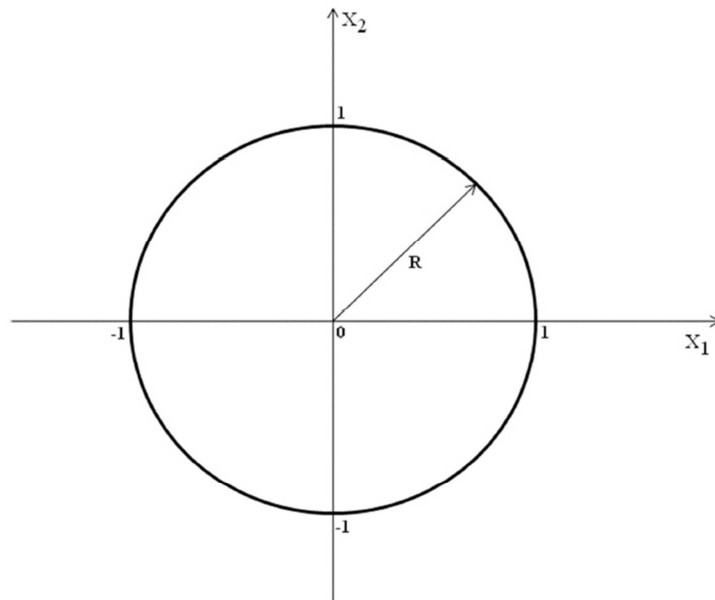
Dans le premier cas, tous les points du plan sont disposés sur la surface d'un hypercube. Dans le cas de deux facteurs d'entrée, les points expérimentaux se situent au bord d'un carré (voir figure 10) sauf un seul point qui se situe au centre du domaine. La figure 10 montre le domaine expérimental cubique pour deux facteurs centrés et réduits  $X_1$  et  $X_2$ .

Un plan à surfaces de réponses dans un domaine cubique est utilisé en l'absence d'un point de fonctionnement particulier. La surface est alors limitée par un carré (l'optimum peut être trouvé sur des valeurs extrêmes des facteurs d'entrée), et dans ce cas, chaque facteur nécessite trois niveaux qui sont  $-1, 0$ , et  $1$ .



**Figure (11) :** Domaine expérimental cubique (Louvet et al ,2004).

Lorsque les points expérimentaux sont placés à une même distance d'un point donné (qui est en général le centre du domaine), le plan est dit d'influence sphérique. On introduit alors la grandeur  $R$  désignant le rayon d'un cercle dans le cas de deux facteurs d'entrée (figure 11).



**Figure (12):** Domaine expérimental sphérique (Louvet et al ,2004).

La géométrie sphérique est utilisée lorsqu'on dispose d'un point de fonctionnement qui est en général le centre du domaine. Dans ce cas, et compte tenu de la relation de codage des

## Chapitre II : les procédés de traitement des effluents textile

facteurs, le domaine expérimental est en général limité par un cercle de rayon unitaire, le nombre de niveaux des facteurs d'entrée dans ce domaine est différent d'un plan à un autre.

### VI-4- Modèle empirique

Le modèle sous-jacent à la construction de tout plan pour l'étude des surfaces de réponses est un modèle polynomial (modèle continu, à dérivées continues). Plus le degré de ce polynôme est élevé, plus on approche finement le phénomène observé, mais le nombre d'expériences devient plus important, ce qui nous a conduit à adopter un compromis dans le cadre de la recherche expérimentale : il s'agit d'un polynôme de degré 2 qui s'écrit sous la forme suivante :

$$Y = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i \times X_i + \sum_{i=1}^k b_i \times X_i^2 + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k b_{ij} \times X_i \times X_j \quad (3)$$

(Box et Wilson, 1951).

Dans cette expression, Y représente la réponse à modéliser,  $b_0$  représente la constante du modèle qui sert à estimer la réponse Y lorsque les valeurs de tous les facteurs sont fixées à zéro en variable codée (centre du domaine). De même  $b_i$ ,  $b_{ij}$  sont les coefficients du polynôme à estimer. Le signe et l'amplitude des coefficients  $b_{ij}$  traduisent l'orientation des axes principaux de la surface de réponse par rapport aux axes du repère initial. Le nombre d'inconnues d'un modèle de second degré est donné par la formule suivante :

$$p = \frac{(k+2) \times (k+1)}{2} \quad (4) \quad (\text{Box et Wilson, 1951}).$$

Il sera nécessaire de réaliser un nombre d'expériences supérieur ou égal au nombre p d'inconnues pour les estimer. Il apparaît aussi qu'il va falloir limiter le nombre de facteurs étudiés, le nombre d'essais nécessaires augmentant de façon factorielle avec celui-ci. L'écriture du modèle permet de définir le nombre d'inconnues à estimer à partir de l'analyse des résultats d'essais, suite aux résultats du plan d'expérimentation.

Il existe dans la littérature différents types de plans d'expériences qui font appel à la méthodologie des surfaces de réponses (Myers et Montgomery, 1995).

## Chapitre II : les procédés de traitement des effluents textile

---

Parmi les nombreux types de plans permettant de construire des surfaces de réponses, nous ne présenterons ici que les plans les plus classiquement utilisés : les plans de Box-Behnken les plans de Doehlert et les plans composites centrés.

### VI-4-1-Plans de Box-Behnken

Box et Behnken ont proposé en 1960 ces plans qui permettent d'établir directement des modèles du second degré. Tous les facteurs ont trois niveaux :  $-1$ ,  $0$  et  $+1$ . Ces plans sont faciles à mettre en œuvre et possèdent la propriété de séquentialité. On peut entreprendre l'étude des  $k$  premiers facteurs en se réservant la possibilité d'en ajouter de nouveaux sans perdre les résultats des essais déjà effectués.

Le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est construit sur un cube. Pour quatre facteurs ce plan est construit sur un hypercube à quatre dimensions. On place les points expérimentaux non pas aux sommets du cube ou de l'hypercube, mais au milieu des arêtes ou au centre des faces (carrés) ou au centre des cubes. Cette disposition a pour conséquence de répartir tous les points expérimentaux à égale distance du centre du domaine d'étude, donc sur une sphère ou sur une hypersphère suivant le nombre de dimensions. On ajoute des points au centre du domaine d'étude (Louvet et al, 2006).

### VI-4-2-Les plans de Doehlert

Les points d'expériences des plans proposés par David H. Doehlert en 1970 remplissent de manière uniforme l'espace expérimental. Pour deux facteurs les points expérimentaux sont situés aux sommets d'un hexagone régulier et il y a un point au centre. Ayant sept points expérimentaux, ce plan permet de calculer au moins sept inconnues, donc sept coefficients. Comme les points expérimentaux sont régulièrement répartis dans l'espace expérimental, il sera facile d'étendre le plan vers n'importe quelle direction de l'espace en ajoutant des points qui seront, eux aussi, régulièrement répartis.

Ces plans permettent également l'introduction facile de nouveaux facteurs. Les nouvelles expériences viendront compléter les premières et aucune expérience ne sera perdue. La seule précaution à prendre est de maintenir les facteurs non étudiés à une valeur constante (niveau 0) pendant l'étude des facteurs actifs (Goupy et al, 2006).

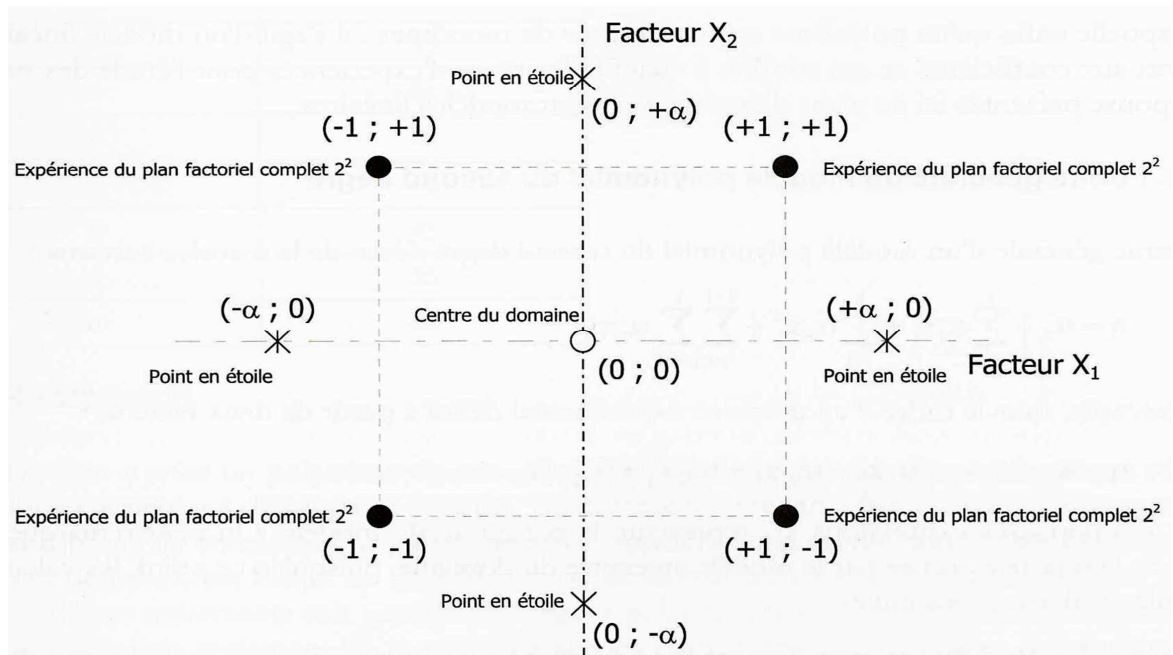
### VI-4-3-Les plans composites centrés

Les plans composites centrés (Gao *et al.* 2002 ; Louvet et Delplanque, 2005) font appel à la méthodologie des surfaces de réponses, leur construction consiste à ajouter des points en étoile à partir d'un plan factoriel complet. Ils sont cependant assez "gourmands" en termes de nombre d'essais par rapport à d'autres types de plans mais ce nombre reste raisonnable lorsque le nombre de facteurs étudiés est faible (entre 2 et 4). Le nombre d'expériences dans un plan composite centré est donné par la relation suivante :

$$N = 2^k + 2k + n_0 \quad (5) \quad (\text{Louvet et Delplanque, 2005})$$

Où  $k$  est le nombre de facteurs d'entrée. Un plan composite centré se décompose en somme de trois quantités (Louvet et Delplanque, 2005) :

- un plan factoriel complet  $2^k$  ;
- deux points en étoile par facteur qui sont positionnés sur les axes de chacun de ceux-ci à une distance  $\alpha$  du centre du domaine, nous verrons par la suite que  $\alpha = \sqrt[4]{2^k}$ . Ces points contribuent à l'évaluation des termes quadratiques du modèle polynomial, c'est-à-dire qu'ils donnent des informations sur la courbure de la surface de réponse ;
- $n_0$  répétitions au centre du domaine expérimental, dédiées à l'analyse statistique. Dans le cas où les expériences sont des simulations numériques, le nombre de répétitions au centre du domaine expérimental est égal à 1 (pas d'erreur expérimentale) ;
- Dans ce type de plan, chaque facteur prend 5 niveaux et le domaine expérimental est un domaine sphérique. Dans ce cas, et compte tenu de la relation de codage des facteurs, le domaine expérimental est donc inscrit dans un cercle de rayon  $\alpha$  (voir figure 12). Les deux axes de la figure représentent la variation de deux facteurs codés. Ce plan est composé de trois familles de combinaisons entre les niveaux des facteurs :



**Figure (13) :** points expérimentaux d'un plan CCC pour  $k = 2$  facteurs.

Les sommets du domaine, définis à partir des combinaisons des niveaux  $-1$  et  $+1$  des facteurs. Ces points représentent les traitements expérimentaux d'un plan factoriel complet. Lorsque le nombre de facteurs devient important ( $k > 4$ ), pour que le nombre d'expériences n'augmente pas rapidement, il est possible de ne réaliser qu'une fraction régulière ou irrégulière de cet ensemble de sommets. Pour  $k = 5$  à  $7$  facteurs, on réalise  $2^{k-1}$  sommets ; pour  $k = 8$  et  $9$  facteurs, on réalise  $2^{k-2}$  sommets ;

- Les points en étoile qui se situent sur chacun des axes (deux points par axe). L'objectif ici est d'estimer les courbures de la surface de réponse. Ils sont situés à une distance  $\alpha$  à déterminer ;
- Le centre du domaine  $(0, 0)$  qui fait l'objet de répétitions dont le nombre est noté  $n_0$  (Louvet et al, 2006).

# *Chapitre III*

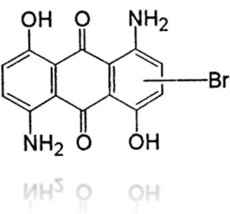
### I-Matériels

#### I-1- Caractéristiques des colorants utilisés

Le colorant qui a fait l'objet de cette présente étude est un colorant direct qui se distingue par son infinité pour les fibres sans application de mordant, liée à la structure plane de leur molécule.

Le tableau(3) Donne le colorant étudié avec son nom chimique et quelques caractéristiques.

**Tableau (3): Caractéristiques des colorants utilisés**

Noms chimiques	Abréviations	Structures	Classe chimique	$\lambda_{max}$ (nm)
Jaune terazil	Jt		directe	280

#### I-2- Caractéristiques de coagulant utilisé

Le chlorure de fer (III), également appelé chlorure ferrique ou perchlorure de fer, est un sel de fer de formule chimique  $FeCl_3$ . C'est un composé très hygroscopique, qui émet des vapeurs dans l'air humide sous l'effet de l'hydrolyse. La réaction de dissolution dans l'eau est très exothermique et forme une solution acide marron. Ce liquide corrosif est utilisé pour traiter les eaux usées et les eaux d'adduction. Il est également utilisé pour des attaques métallographique sur des cuivreux (notamment ceux présents dans les circuits imprimés) ainsi que l'acier inoxydable. La gamme de pH d'utilisation est de 5,5 à 8,5 (Optimum 8).

- **Présentation de Chlorure de fer ( $FeCl_3$ ) :**

- ✚ Sublimé ou cristallisé ( $FeCl_3$  ou  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ ) ;
- ✚ Sa formule à l'état pur est  $FeCl_3$  ;
- ✚ Pour le traitement des eaux, il est uniquement utilisé sous forme de solution aqueuse d'environ 592 g/l (41 % en  $FeCl_3$ , en poids) ;
- ✚ Il est stocké en bonbonnes, en containers ou citernes (Mouchet, 2015 ; Errias, 2011).

### I-3- Produits chimiques utilisés

Les produits chimiques utilisés au cours de cette étude Tableau (4) sont de qualité analytique. Ils ont été utilisés sans purification préalable. Les solutions ont été préparées avec de l'eau distillée.

Tableau (4): Produits chimiques utilisés dans cette étude

Produit	Formule	Pureté
Hydroxyde de Sodium	NaOH	98%
Acide Chlorhydrique	HCl	99%

### I-4- Dispositif expérimental

Dans les essais de coagulation floculation par Jar test de type Wise Stir nous avons testé le coagulant chlorure de fer  $\text{FeCl}_3$ , le système « Jar test » est constitué de six béchers d'un litre mené chacun d'un bras équipé de pale capable de générer une vitesse de rotation maximale de 300 Tr/min et équipé d'une lampe à la base qui nous permet de visualiser les floccs formés.



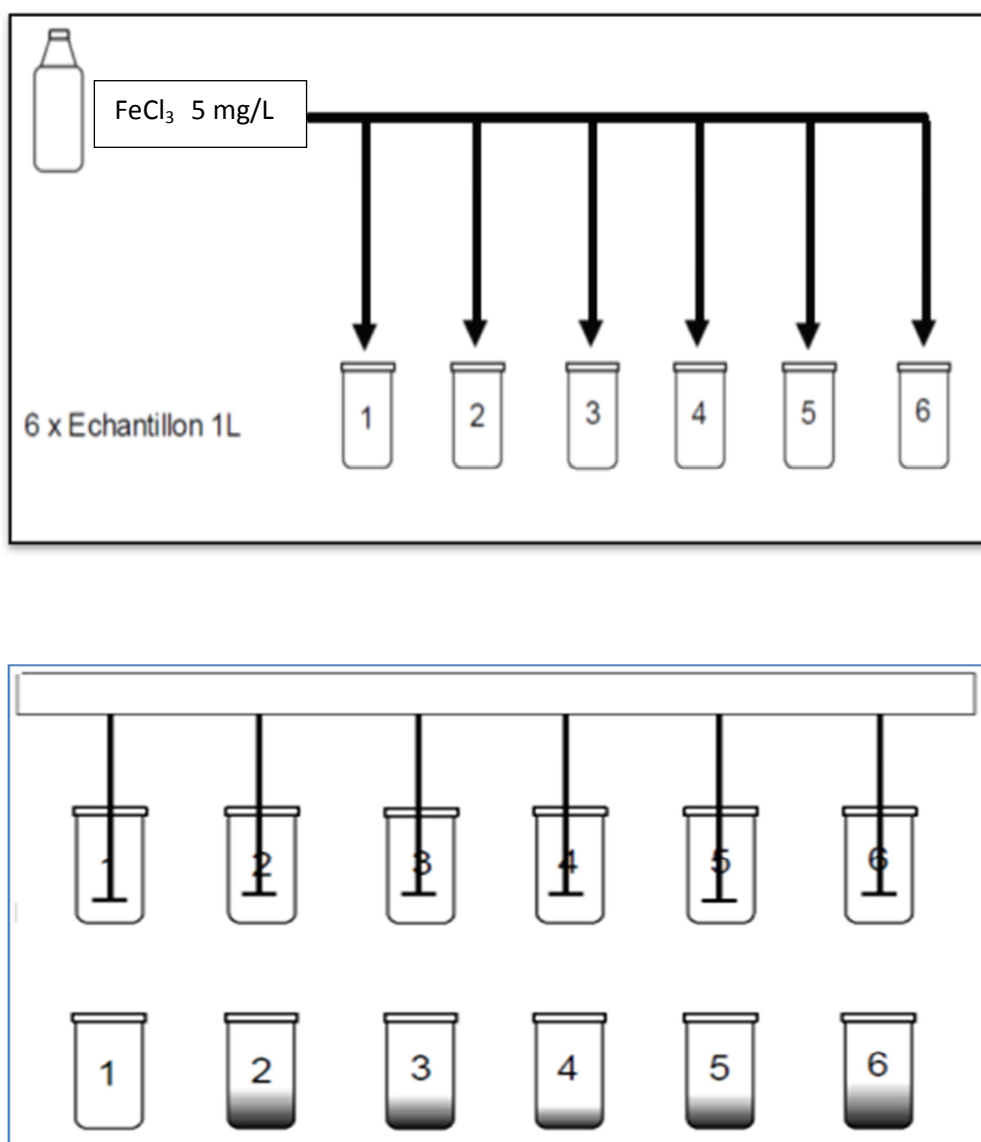
Figure (14) : Le dispositif expérimental (Jar test)

### I-5-Mode opératoire

Cette étude décrit le traitement de colorant en utilisant le procédé physico-chimique qui consiste en une coagulation-floculation à différentes concentrations du coagulant( $\text{FeCl}_3$ ), à différentes concentration de colorants et différentes valeurs de pH dont le but de déterminer les conditions optimales de la coagulation floculation.

Les expériences ont été effectuées en utilisant le dispositif expérimental JAR TEST avec une Température ambiante. Selon le mode opératoire suivant :

- Préparer les béchers de 1 litre (06 béchers) en y versant 1 litre de solution à traiter est préparée à partir d'une eau distillée et de colorant ; les différentes concentrations sont obtenues par dilution ;
- Les pH acides ou basiques sont obtenus par ajustement de la solution à l'aide d'une solution de soude NaOH à 1 N et d'acide sulfurique  $\text{H}_2\text{SO}_4$  à 1 N.
- Placer les béchers sur la rampe de floculation à  $\frac{3}{4}$  de la profondeur ;
- Ajouter simultanément le coagulant  $\text{FeCl}_3$  à différentes concentrations ;
- l'ajout de coagulant est suivi d'un mélange rapide en bécber à environ 200 Tr/min pendant 60 secondes. Afin d'obtenir des floccs plus gros et plus facilement décantables le mélange est suivi d'une période de 40 à 60 minutes durant laquelle la vitesse de rotation des pales est de 40 à 150 Tr/min ;
- des prélèvements sont effectués : 60 secondes juste après l'ajout du coagulant (après la phase de la forte agitation) ensuite chaque 1 minute pendant un intervalle de 5 minutes puis chaque 10 minutes pendant un intervalle de 20 minutes puis chaque 15 minutes pendant un intervalle de 30 minutes ;
- Filtrer les prélèvements récupérés à l'aide d'un papier filtre N° 5 ;
- Analyser par spectrophotomètre la solution filtrée et Caractériser les floccs récupérés.



**Figure (15) :** Mode opératoire en Jar test

### I-6- Méthodes

#### ➤ Spectrophotométrie

Il s'agit d'une méthode optique d'analyse qui utilise la variation de l'intensité d'un faisceau lumineux de longueur d'onde déterminée. Lorsque celui-ci traverse la solution, une partie de son rayonnement est absorbée par les molécules présentes dans la solution, l'autre partie est transmise. La loi qui permet de relier l'intensité d'absorption à la concentration est celle de Beer-Lambert

$$\log \frac{I_0}{I} = \varepsilon.l.C \quad (1) \text{ Beer-Lambert}$$

$I_0$  : intensité du faisceau incident.

$I$  : intensité du faisceau émergent.

$C$  : concentration de la solution à analyser.

$\varepsilon$  : coefficient d'absorption molaire (sa valeur dépend de la longueur d'onde).

$l$  : épaisseur de la cuve.

On appelle absorbance ou densité optique, l'expression  $\log$  ainsi l'équation (1) devient comme suit :

$$A = \varepsilon.l.C(2) \text{ (Hamsas, 2008).}$$

L'absorbance varie avec la longueur d'onde de la lumière : elle passe par un maximum qui correspond à une longueur d'onde pour laquelle la sensibilité est maximale et les fluctuations minimales. L'absorbance (grandeur la plus utilisée) est proportionnelle à la concentration pour une épaisseur donnée. La linéarité de la loi de Beer-Lambert n'existe que dans un certain domaine de concentration appelé .domaine de validité de la méthode. Déterminé par étalonnage (Hamsas, 2008).

### ➤ **Principe de la spectroscopie UV-visible**

Il s'agit d'une méthode optique d'analyse qui utilise la variation de l'intensité d'un faisceau lumineux de longueur d'onde déterminée. Lorsque celui-ci traverse la solution, une partie de son rayonnement est absorbée par les molécules présentes dans la solution, l'autre partie est transmise. La loi qui permet de relier l'intensité d'absorption à la concentration est celle de Beer-Lambert.

### ➤ **La microscopie électronique à balayage (MEB)**

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM Scanning Electron Microscopy) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules. Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface. Dans la pratique, au XXI<sup>e</sup> siècle, un grand nombre de constructeurs proposent des microscopes à balayage de série équipés de détecteurs d'électrons

## Chapitre III : Matériels et Méthodes

---

secondaires et dont la résolution se situe entre 1nm à 20 nm. Le MEB fonctionne sous vide de l'ordre de  $10^{-3}$ Pa, avec toutes sortes d'échantillons sans préparation particulière.

- **Principe**

La figure ci-dessous montre le schéma de principe d'un MEB : une sonde électronique fine est projetée sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre la sonde électronique et l'échantillon génère des électrons secondaires, de basse énergie qui sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal. À chaque point d'impact correspond ainsi un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature l'échantillon au point d'impact qui détermine le rendement en électrons secondaires et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Il est ainsi possible, en balayant le faisceau sur l'échantillon, d'obtenir une cartographie de la zone balayée.

La sonde électronique fine est produite par un canon à électrons qui joue le rôle d'une source réduite par des lentilles électroniques qui jouent le même rôle vis-à-vis du faisceau d'électrons que des lentilles conventionnelles *photoniques* dans un microscope optique. Des bobines disposées selon les deux axes perpendiculaires à l'axe du faisceau et parcourues par des courants synchronisés en permettent de soumettre la sonde à un balayage du même type que celui de la télévision.

Les lentilles électroniques, qui sont généralement des lentilles magnétiques et les bobines de balayage forment un ensemble que l'on appelle la colonne électronique. L'image de l'échantillon apparaissait alors sur l'écran phosphorescent du tube cathodique et pouvait être enregistré sur un film photographique. Un microscope électronique à balayage est essentiellement composé d'un canon à électrons et d'une colonne électronique dont la fonction est de produire une sonde électronique fine sur l'échantillon, d'une platine porte-objet permettant de déplacer l'échantillon dans les 3directions et de détecteurs permettant de détecter et d'analyser les rayonnements émis par l'échantillon. En outre l'appareil doit nécessairement être équipé d'un système de pompes à vide.

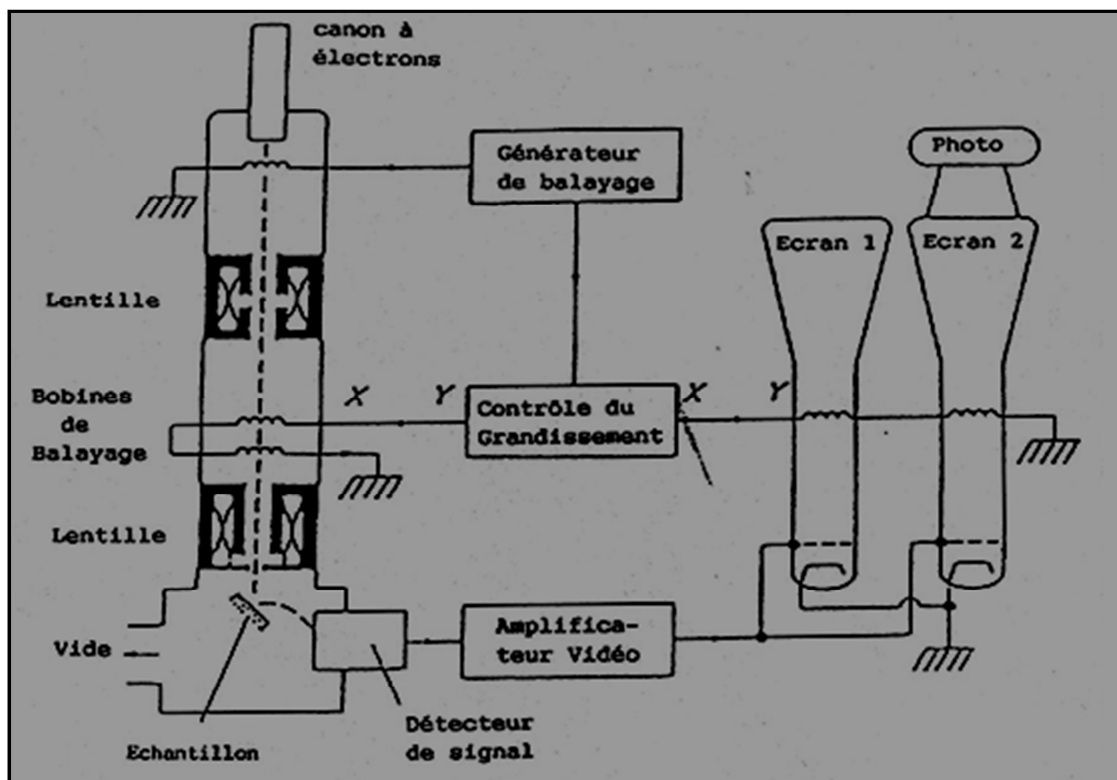
Pour obtenir certaines figures de diffraction (pseudo-Kikuchi, Kossel), on est amené à pervertir le système de balayage de l'instrument : au lieu de générer un balayage en mode rectangulaire, on excite des bobines de déflexion de façon à faire pivoter le faisceau de plusieurs degrés autour d'un point fixe de l'échantillon. L'image générée est alors une figure de diffraction correspondant à une zone de l'échantillon de quelques micromètres.

## Chapitre III : Matériels et Méthodes

La microscopie Electronique à balayage est actuellement la méthode la plus utilisée pour observer la morphologie des films minces et pour mesurer leur épaisseur. Ces observations apportent également des compléments d'information sur le mode de croissance des couches. On peut obtenir des images de surface de pratiquement tous les matériaux avec une grande profondeur de champ.

Le MEB est composé de :

- d'une colonne électronique,
- d'une pompe à palette (vide primaire) et d'une pompe à diffusion (vide secondaire). Ce vide est nécessaire pour l'isolation électrique de l'accélérateur, la conservation du filament à haute température, la préservation de l'échantillon contre l'oxydation...
- d'une platine porte-échantillon qui permet des déplacements dans les directions x et y pilotés par un moteur pas à pas, et effectués manuellement dans la direction, ainsi qu'une rotation  $\Theta$  de  $360^\circ$  avec des graduations de  $0,1$  (Rahil, 2008).



**Figure (16) :** Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage (Rahil, 2008).

### Spectroscopie infrarouge

- **Introduction**

Le rayonnement infrarouge (IR) est un rayonnement électromagnétique d'une longueur d'onde supérieure à celle de la lumière visible mais plus courte que celle des microns des. L'infrarouge est une onde électromagnétique de fréquence inférieure à celle de la lumière rouge (et donc de longueur d'onde supérieure à celle du rouge qui va de 500 à 780 nm). La longueur d'onde de l'infrarouge est comprise entre 780 nm et 1 000 000 nm(ou encore entre 0,78  $\mu\text{m}$  à 1 000  $\mu\text{m}$ ). L'infrarouge est subdivisé en :

- a. IR proche (PIR : de 0,78  $\mu\text{m}$  à 1,4  $\mu\text{m}$ ),
- b. IR moyen (MIR : de 1,4 à 3  $\mu\text{m}$ )
- c. IR lointain (de 3  $\mu\text{m}$  à 1 000  $\mu\text{m}$ ).

Cette classification n'est cependant pas universelle : les frontières varient d'un domaine de compétence à l'autre sans que l'on ne puisse donner raison à qui que ce soit. Le découpage peut être lié à la longueur d'onde (ou à la fréquence) des émetteurs, des récepteurs (détecteurs), ou encore aux bandes de transmission atmosphérique.

L'infrarouge est associé à la chaleur car, à température ambiante ordinaire, les objets émettent spontanément des radiations dans le domaine infrarouge ; la relation est modélisée par la loi du rayonnement du corps noir dite aussi loi de Planck. La longueur d'onde du maximum d'émission d'un corps noir porté à une température absolue T (en kelvin) est donnée par la relation  $0,002898/T$  connue sous le nom de loi du déplacement de Wien. Cela signifie qu'à température ambiante ordinaire (T aux environs de 300 K), le maximum d'émission se situe aux alentours de 10  $\mu\text{m}$ , la plage concernée étant 8-13 $\mu\text{m}$ . Placé à la surface terrestre, un télescope observant dans cette gamme de longueur d'onde serait donc aveuglé par le fond thermique émis par les objets environnants, c'est pourquoi on envoie les télescopes infrarouges dans l'espace. Cette association entre l'infrarouge et la chaleur n'est cependant due qu'à la gamme de température observée à la surface de la Terre. Il est parfaitement possible de générer un rayonnement infrarouge qui ne soit pas thermique, c'est-à-dire dont le spectre ne soit pas celui du corps noir ; par exemple, les diodes électroluminescentes utilisées dans les télécommandes « n'émettent pas de chaleur » (Massy ,2004).

- **Principe**

La région infrarouge du spectre électromagnétique se situe juste au-delà de la partie rouge du visible, d'où son nom. L'unité commensurable à énergie que l'on utilise est le nombre d'ondes par centimètre (1cm). La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier est une technique d'analyse qui est liée aux propriétés de vibration des liaisons interatomiques. La méthode consiste à irradier l'échantillon par un rayonnement infrarouge. Quand la fréquence du rayonnement correspond à une fréquence de vibration des molécules exposées, il se produit un phénomène d'absorption. Ceci se traduit par un pic d'absorption sur le spectre en absorbance. La spectroscopie infrarouge est généralement utilisée sur les diamants pour identifier leur type. Dans le cadre de cette étude, elle nous permettra également d'identifier les éventuelles impuretés (Massy ,2004).

# *Chapitre IV*

### I-Mise en évidence des floccs formés

Comme le montre la figure l'ajout de  $\text{FeCl}_3$  associé aux étapes de coagulation-floculation et sédimentation produit des floccs Figure (17) susceptibles de contenir une partie de  $\text{FeCl}_3$  présent dans l'effluent traité en Laboratoire.

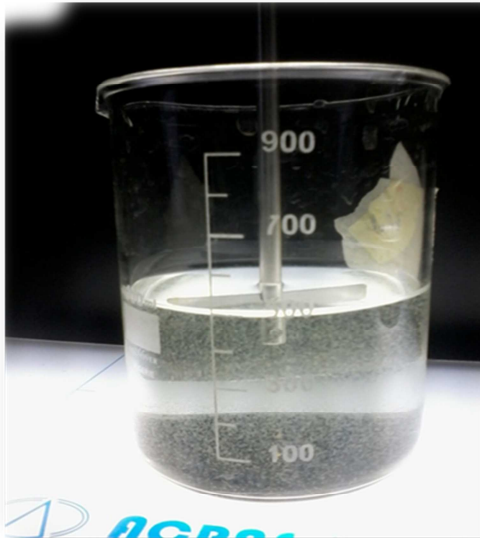


Figure (17): Le colorant avant et après traitement.

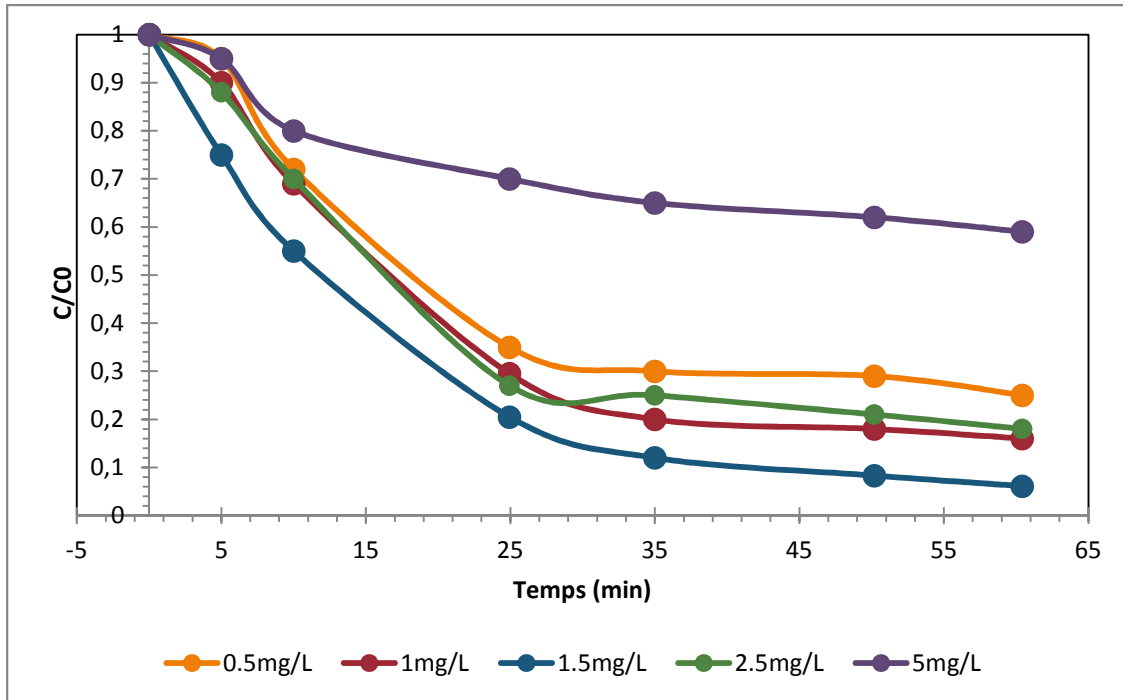
### II-Optimisation des conditions opératoires

La détermination des cinétiques de réaction ainsi que l'influence de certains paramètres physico-chimiques sur la conception et l'optimisation des systèmes industriels est une étape importante pour l'étude des cinétiques de réaction coagulation floculation de colorant en fonction de la dose du coagulant et du temps, de la concentration initiale a été réalisée.

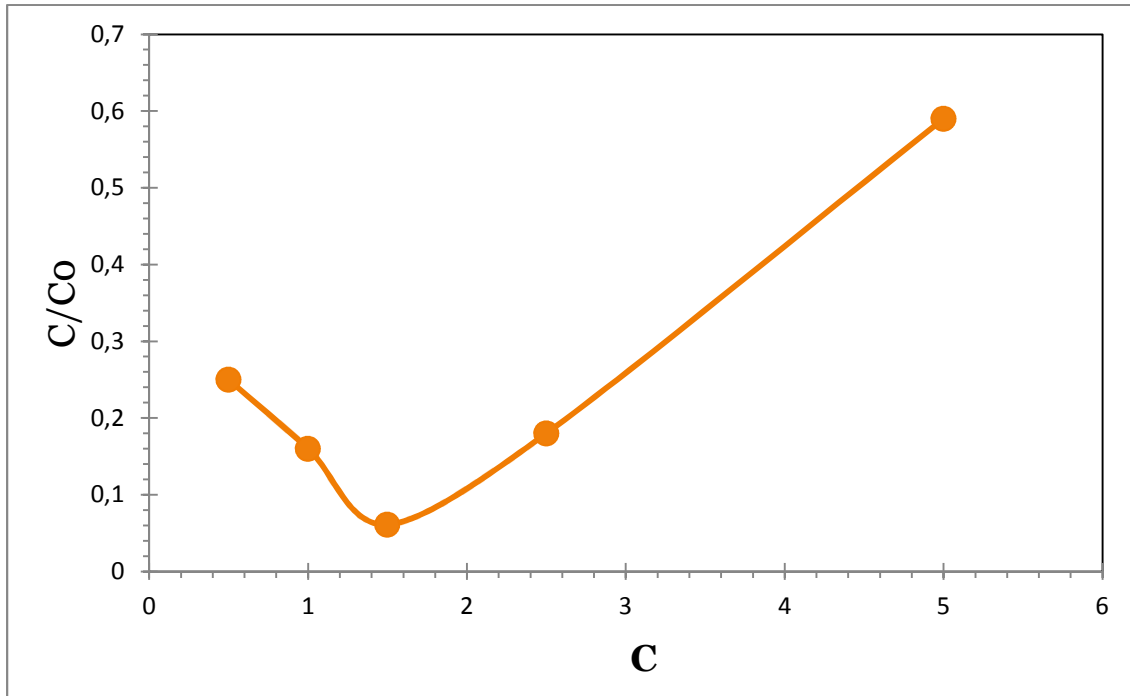
#### II-1-Modélisation de l'influence de la concentration du coagulant

Premièrement dans le but de déterminé l'influence de la concentration du coagulant sur le colorant étudié. Nous avons établi une série d'essais, ont faisant varier les concentrations de coagulant de  $0.5$  à  $2.5 \text{ mg L}^{-1}$ , ces teneurs sont celles qu'on retrouve dans la bibliographie. La teneur en colorant a été fixée à  $5 \text{ mg L}^{-1}$ . Le volume réactionnel est de  $500\text{mL}$ . Le pH initial est de  $7.5$ . Les résultats obtenus sont représentés sur les Figures (18) et (19) :

## Résultats et Discussion



**Figure (18) :** Modélisation de l'influence de la concentration du coagulant sur l'élimination de colorant



**Figure (19) :** Influence de la concentration de coagulant sur l'élimination du colorant pour une durée de traitement de 60 minutes.

## Résultats et Discussion

Le temps de traitements considéré est de 60 minutes. Nous avons portées les données en fonction de la charge en coagulant utilisée. Ce type de graphe permet une meilleure visualisation des optima (figure (18) et (19)).

Nous pouvons constater d'après les figures qu'une décoloration est obtenue pour le colorant étudié, nous avons constatés une meilleure élimination pour une concentration de 1.5 mg/L, ou le meilleur taux d'abattement se situe aux environs de 92% au-delà le taux d'abattement diminue.

### II-2-Modélisation de l'influence de la vitesse d'agitation

Nous sommes intéressés à l'étude de l'influence de la vitesse d'agitation et du temps d'agitation. Pour déterminer cette influence, nous avons établi une série d'essais, ou nous avons fait varier la vitesse d'agitation des pales du jar test de 20 à 150 tours/min. La teneur en colorant a été fixée à  $5\text{mg l}^{-1}$  et le volume réactionnel est de 500 ml. Le pH initial est de 7.5. Le meilleur rendement de décoloration est obtenu à une vitesse 60 tr/min ou nous avons un degré d'élimination important de colorant. Les résultats obtenus nous montrent qu'un temps de traitement supérieur à 30 minutes n'est pas nécessaire ou un temps supplémentaire n'apporterait que des gains non significatifs.

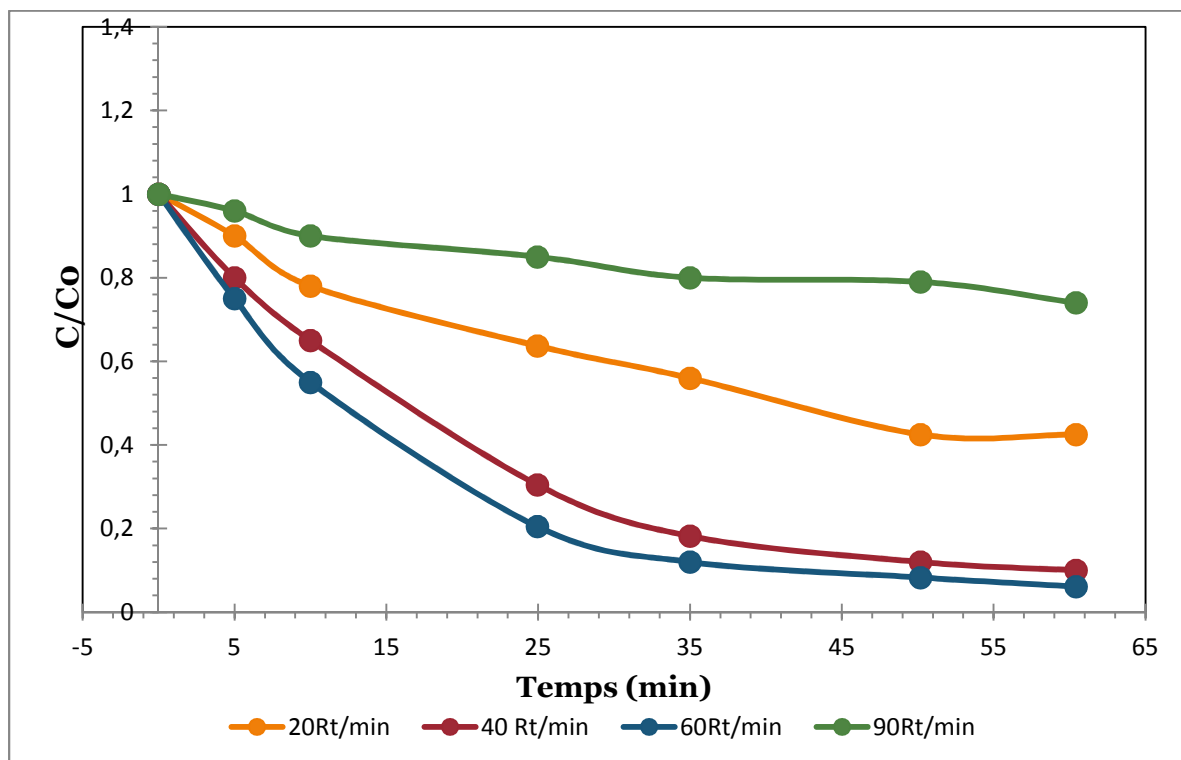
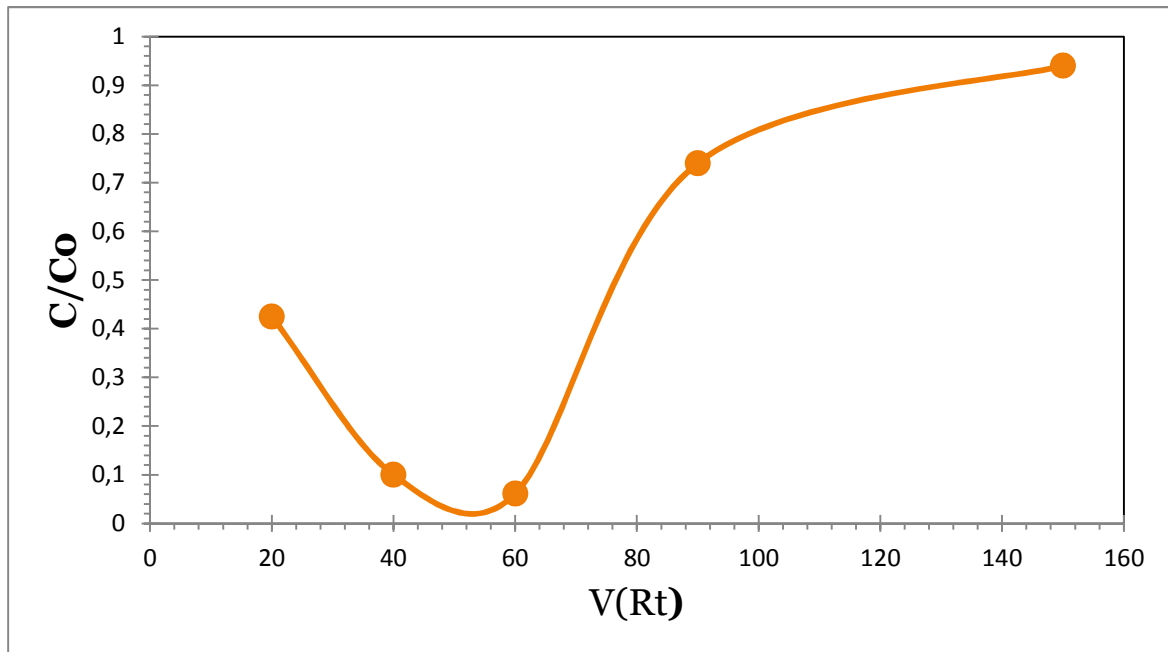


Figure (20) : Modélisation de l'influence de la vitesse d'agitation et de temps d'agitation

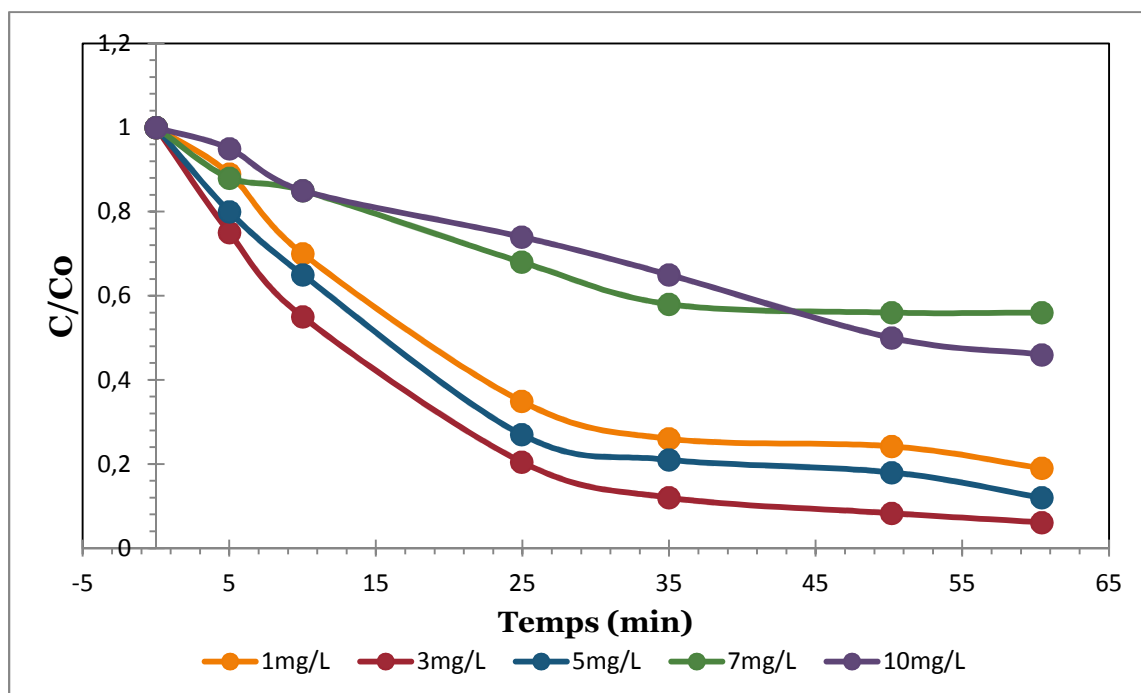
## Résultats et Discussion



**Figure (21) :** Influence de la vitesse d'agitation sur l'élimination du colorant jaune terazil pour une durée de traitement de 60min.

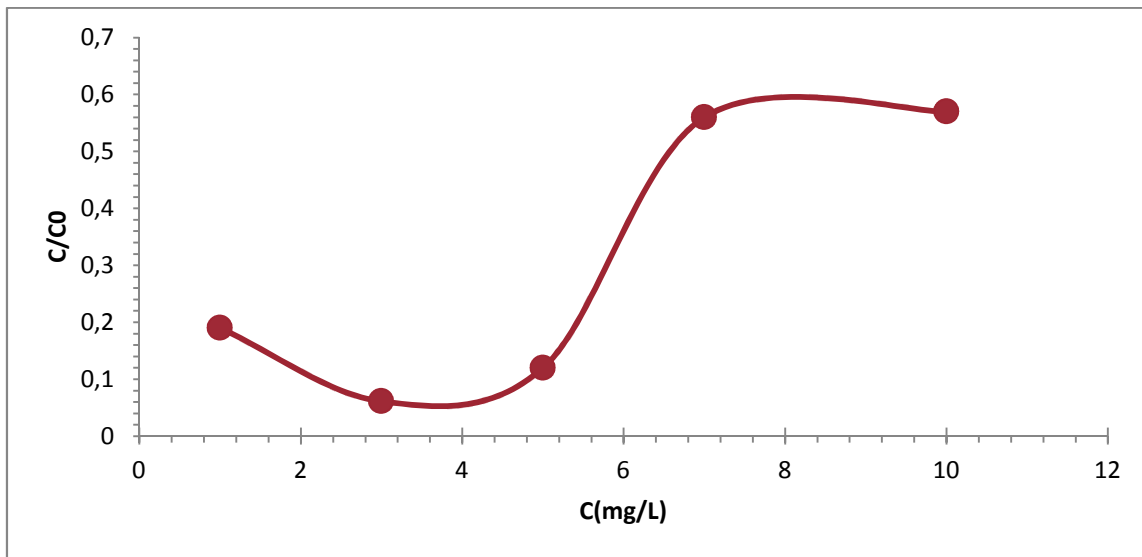
### II-3-Modélisation de l'influence de la concentration initiale du colorant

Pour déterminer l'influence de la concentration du coagulant sur l'élimination de différentes concentrations de colorant étudié. Nous avons établi une série d'essais, ont faisant varier les concentrations de colorant de 1 à 10 mg L<sup>-1</sup> ; Le volume réactionnel est de 500 ml. Le pH initial est de 7.5. Les résultats sont représentés dans les figures (22) et (23) :



## Résultats et Discussion

**Figure (22) :** Modélisation de l'influence de la concentration initiale du colorant



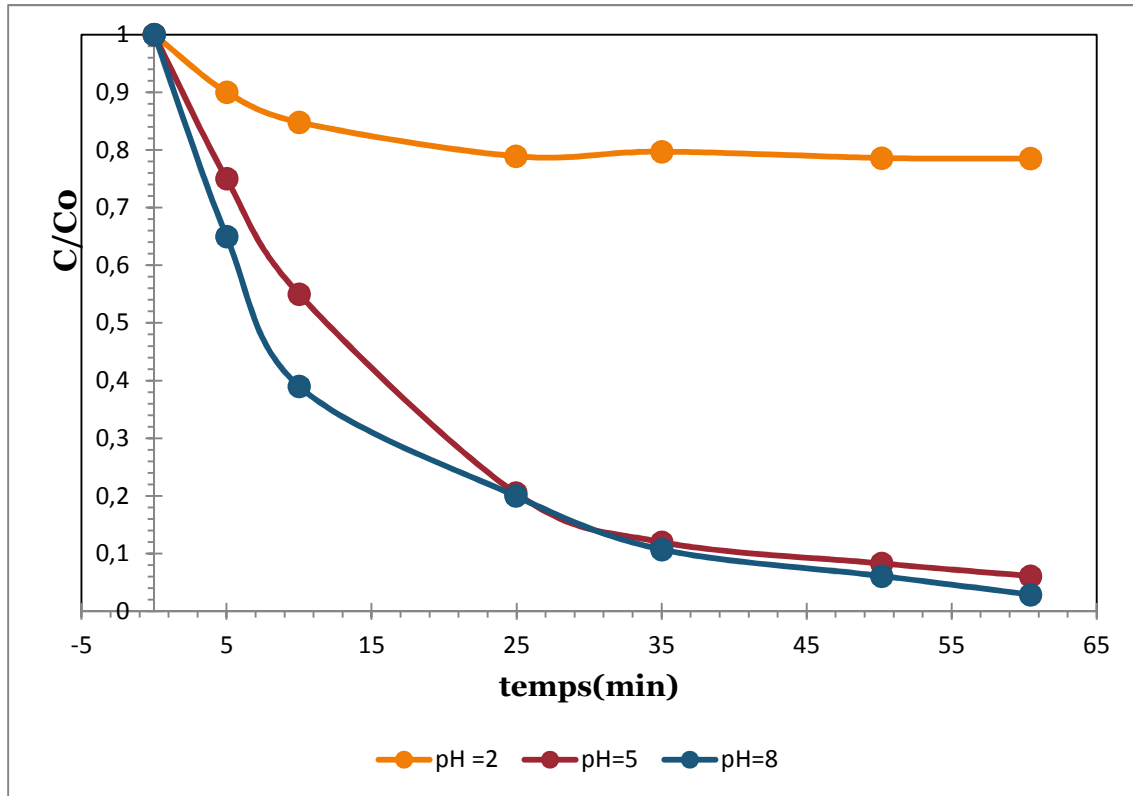
**Figure (23) :** L'influence de la concentration initiale du colorant

Selon les figures le meilleur résultat d'élimination est obtenu à la concentration de 3 mg L<sup>-1</sup>, car ce dernier est optimal pour la concentration de coagulant. Nous pouvons également constater que, pour toutes les teneurs en colorants testées, il existe toujours une dose optimale de chlorure de fer à partir de laquelle l'élimination se stabilise.

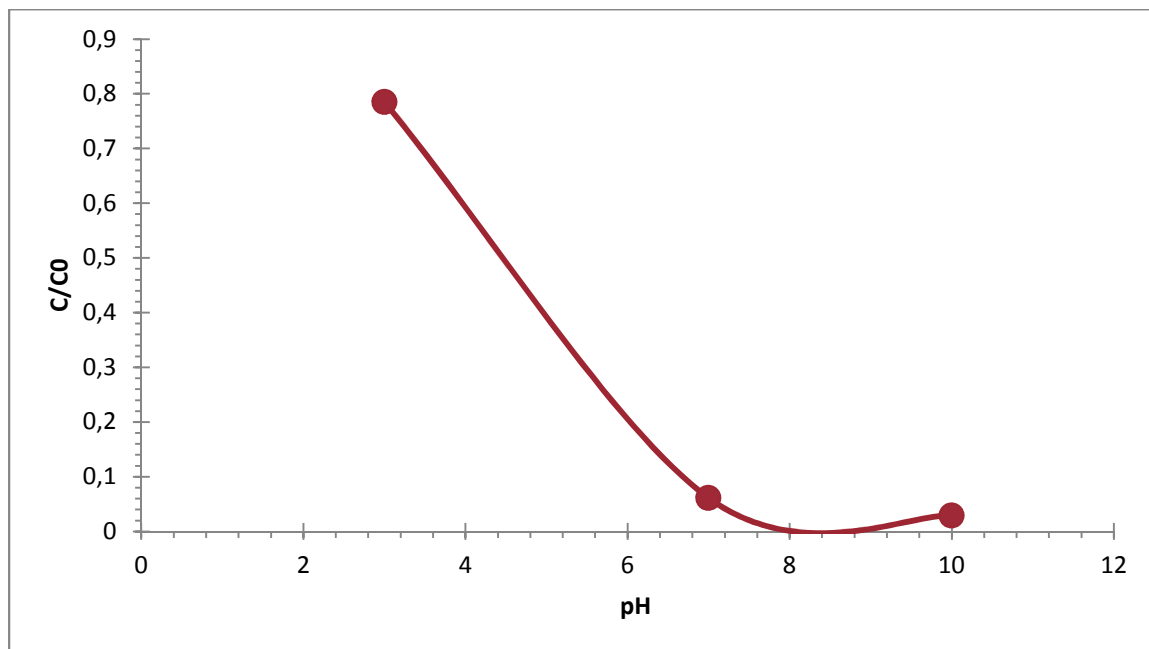
### II-4-Modélisation de l'influence du pH de la solution

Le quatrième paramètre étudié est le pH, pour cela nous avons lancé une série d'essais ; ou nous avons fait varier les pH de la solution (acide, neutre, basique) avec les valeurs suivantes 2,5,8 (figures 24 et 25). La concentration de colorant a été fixée à 5 mg /L ; avec une concentration de coagulant de 1.5mg /l. Le volume réactionnel est de 500 ml.

## Résultats et Discussion



**Figure (24) :** Modélisation de l'influence du pH de la solution



**Figure (25) :** l'Influence du pH sur le taux de concentration résiduelle (exprimées en C/Co)

Dans le cas de coagulation floculation de solution colorée (jaune terazil).

## Résultats et Discussion

---

Selon les figures (24) et (25) Les résultats de ces expériences montrent que le meilleur rendement de la coagulation floculation est obtenu en milieu basique de la solution et le milieu neutre. L'interprétation de l'effet du pH semble être délicate en raison de la complexité du mécanisme réactionnel de la coagulation floculation qui dépend à la fois du pH ; la dose en coagulant ; vitesse d'agitation et éventuellement du caractère acido-basique du colorant suivant le pH du milieu (Zaroualz, 2006).

Vu que nous avons un coagulant à pH basique ( $\text{pH} > 7$ ), le milieu réactionnel se trouve toujours basique. On déduit que les résultats sont obtenus en pH basique et on peut expliquer cela par le fait, qu'en milieu basique la solution devient chargée positivement, ce qui favorise l'adsorption des colorants sur le coagulant.

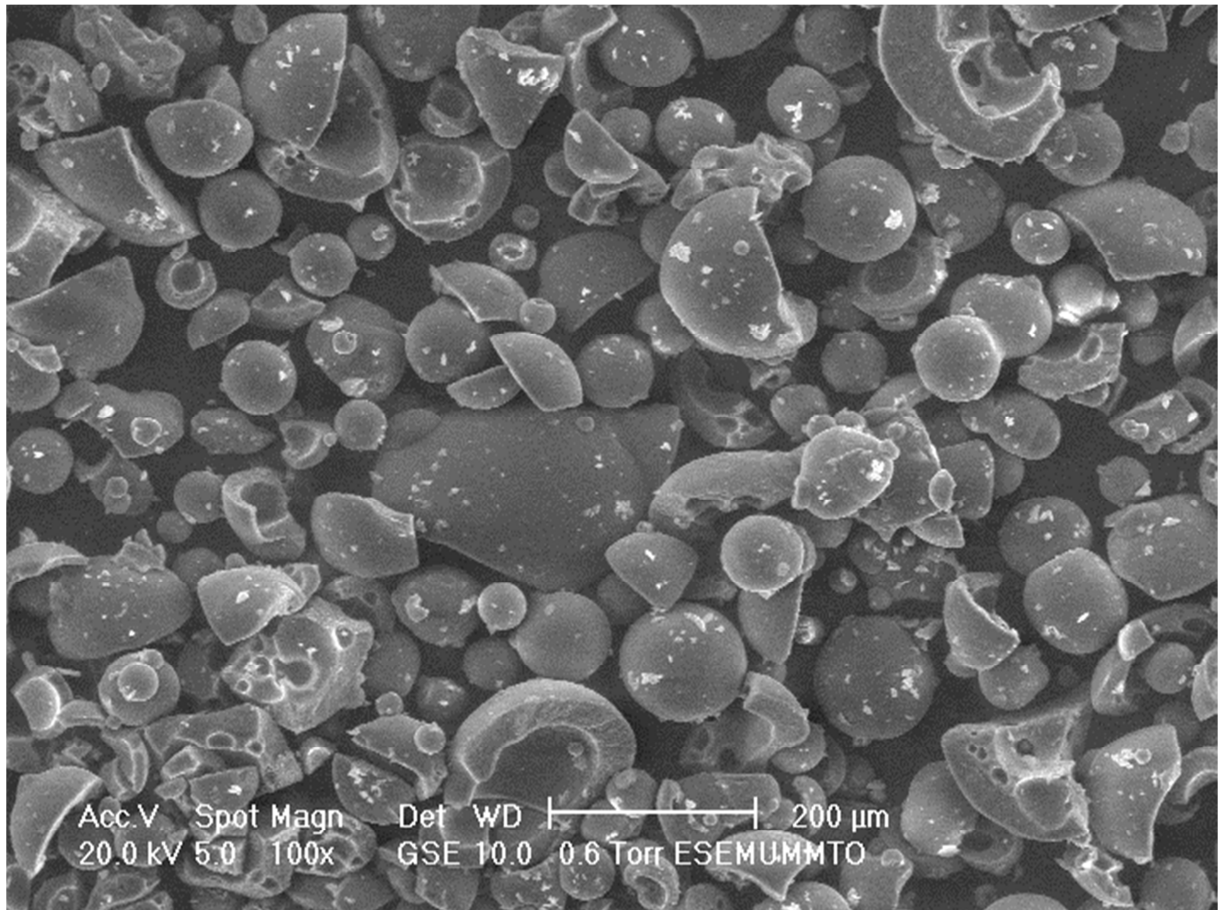
### **II-5- Caractérisation des floes formés :**

La mise au point de protocoles de fonctionnalisation de surfaces est tout d'abord étroitement associée à des méthodes analytiques spécifiques qui permettent par exemple de déterminer des changements morphologiques, structuraux ou de compositions chimiques des surfaces. Ces modifications de surface induisent à leur tour différentes fonctionnalités recherchées dans ce travail de mémoire.

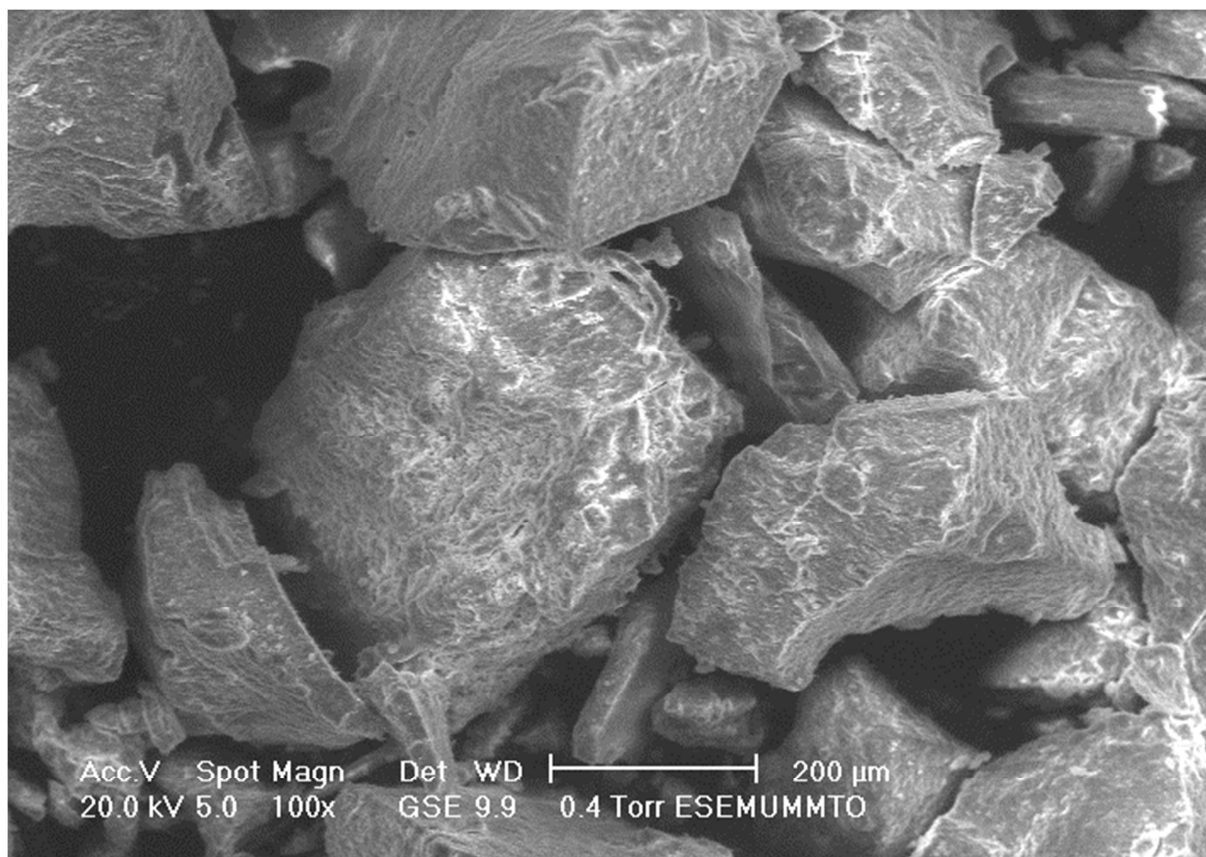
#### **➤ Caractérisation par microscopie électronique es à balayage :**

Nous obtenons par cette méthode des informations sur le relief de l'échantillon, la morphologie des grains et leur agencement. Pour compléter cette analyse, un spectre infra rouge est exposé.

Nous avons caractérisé les floes avant et après traitement par microscopie électronique à balayage afin d'obtenir le maximum d'information sur l'état de la surface et sur l'homogénéité des floes formés .Les figures suivantes représentent les différentes morphologies en surfaces des floes avant et après traitement.



**Figure 26 :** MEB de colorant jaune terazil avant traitement



**Figure 27 :** MEB de colorant jaune tartrazine après traitement

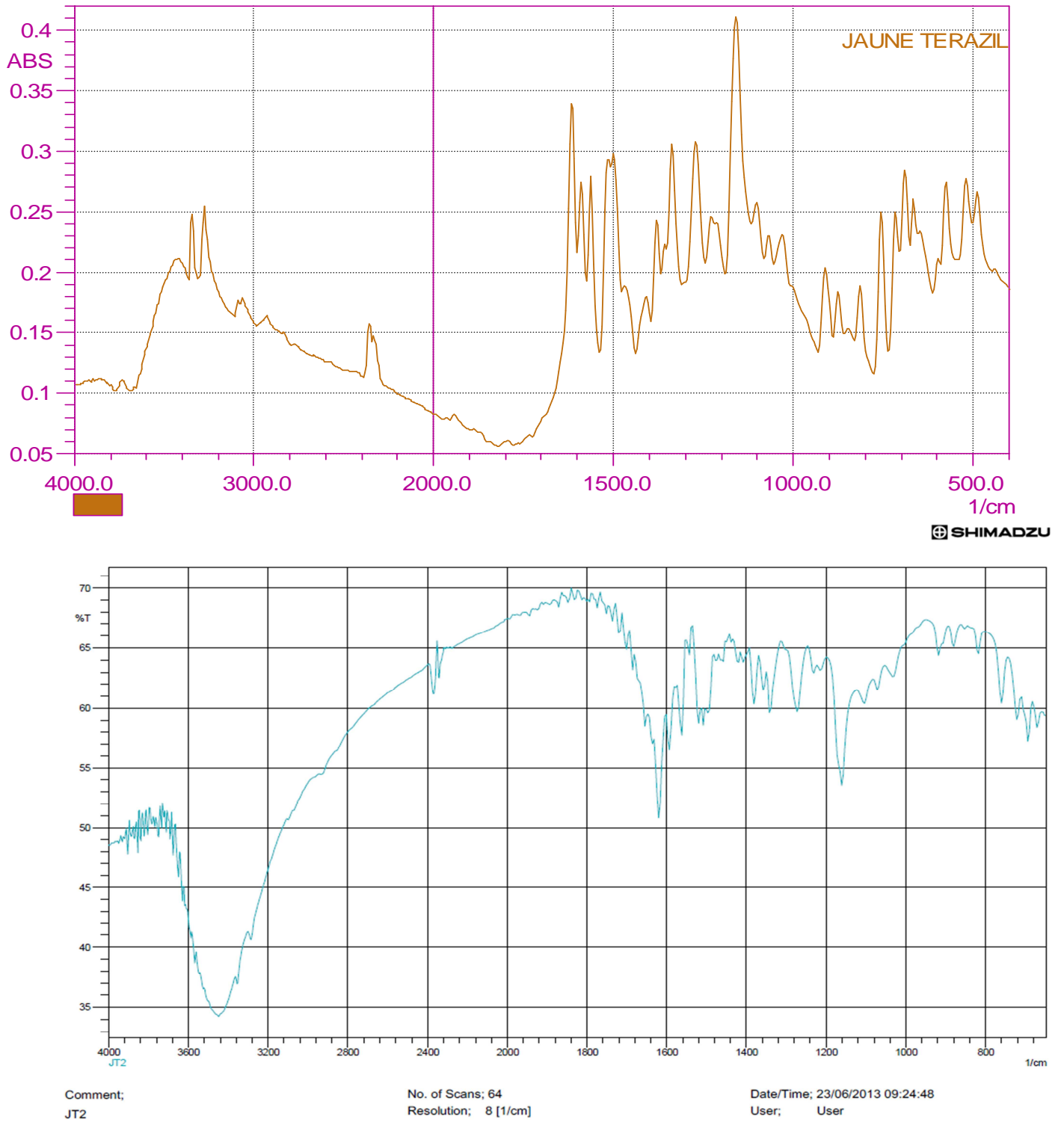
### **Discussion :**

Nous avons caractérisé nos floes par la microscopie électronique à balayage afin d'obtenir le maximum d'information sur l'état de surface et l'homogénéité des colorants avant et après traitement.

Les images prises avant traitement montrent des cristaux fins de colorant dispersés par contre les images prises après traitement montrent la formation des floes homogènes ce qui explique l'interaction forte entre les molécules du coagulant.

# Résultats et Discussion

## ➤ Caractérisation par Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier :



**Figure (28):** Caractérisation par Spectroscopie Infra Rouge à Transformée de Fourier

## Résultats et Discussion

Nous remarquons la présence de tous les groupements fonctionnels de colorant dans les spectres avant traitement et l'apparition de nouvelles zones dans les spectres après traitement qui correspond aux groupements fonctionnels du coagulant.

### III- Application de plan d'expérience pour surface de réponse sur l'élimination de jaune terazil

Nous avons étudié, dans cette partie, l'influence des cinq facteurs à savoir : La Concentration du colorant ( $U_1$ ), concentration de coagulant ( $U_2$ ), la vitesse d'agitation ( $U_3$ ), le temps ( $U_4$ ) et le pH ( $U_5$ ) sur la cinétique de disparition. Nous avons adopté la méthodologie de recherche expérimentale moyennant par surface de réponse (Goup Jet Goupy 1996). En général, les modèles polynomiaux sont les plus utilisés. Ils se développent en série de Taylor et peuvent être exprimés de la manière suivante.

$$\begin{aligned}
 Y = & a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_4X_4 + a_5X_5 \\
 & + a_{12}X_1X_2 + a_{13}X_1X_3 + a_{14}X_1X_4 + a_{15}X_1X_5 + a_{23}X_2X_3 + a_{24}X_2X_4 + a_{25}X_2X_5 + a_{34}X_3X_4 + a_{35}X_3X_5 \\
 & + a_{123}X_1X_2X_3 + a_{124}X_1X_2X_4 + a_{125}X_1X_2X_5 + a_{134}X_1X_3X_4 + a_{135}X_1X_3X_5 + a_{234}X_2X_3X_4 + \\
 & a_{235}X_2X_3X_5 + a_{245}X_2X_4X_5 + a_{345}X_3X_4X_5 + a_{1234}X_1X_2X_3X_4 + \\
 & a_{1235}X_1X_2X_3X_5 + a_{1245}X_1X_2X_4X_5 + a_{1345}X_1X_3X_4X_5 + a_{2345}X_2X_3X_4X_5.
 \end{aligned}$$

Equation I

Avec:

$Y$  : réponse expérimentale;

$X_i$  : variables codées (-1 ou +1)

$a_i$  : estimation de l'effet principal du facteur  $i$  pour la réponse  $Y$ ;

$a_{ij}$  : estimation de l'effet d'interaction entre le facteur  $i$  et le facteur  $j$  pour la réponse  $Y$ .

La réponse étudiée dans notre étude est la constante cinétique apparente ( $k_{app}$ ) de la réaction coagulation floculation du colorant jaune terazil. Une fraction du plan factoriel intégrant toutes les interactions possibles entre les différents facteurs nous a conduits à réaliser une matrice factorielle  $2^{5-2}$ . La transformation des variables codées de la matrice d'expériences en variables naturelles correspondantes conduit au plan d'expérimentation donné dans le tableau (5) :

## Résultats et Discussion

**Tableau (5) :** Domaine expérimental pour l'étude de la disparition de jaune terazil.

Variables Codées( $X_i$ )	Facteurs ( $U_i$ )	unité	Niveau		
			<i>Inférieur</i>	<i>supérieur</i>	
$X_1$	$U_1$ : $C_{\text{colorant}}$	mg/L	1	5	3
$X_2$	$U_2$ : $C_{\text{Coagulant}}$	mg/L	2	3	2.5
$X_3$	$U_3$ : vitesse d'agitation	Rt/min	20	60	40
$X_4$	$U_4$ : Temps	min	10	40	25
$X_5$	$U_5$ : pH		2	8	5

Les réponses mesurées  $Y_i$ , quantitatives et continues dans le domaine expérimental, sont représentées dans le plan d'expérimentation. Nous avons calculé pour ces réponses les effets directs des facteurs  $X_i$  et les effets interactions. Les résultats obtenus sont représentés sous forme diagramme en bâtons et de diagrammes d'interactions.

### III-1- Analyse globale des résultats d'essais

Les résultats obtenus pour la réponse sont résumés dans le tableau (6) suivant :

## Résultats et Discussion

**Tableau (6) :** Matrice d'expérience, plan d'expérience et résultats expérimentaux du colorant jaune terazil.

Expérience N°	X1	X2	X3	X4	X5	U1	U2	U3	U4	U5	K
1	0	0	1	0	0	3	2.5	60	25	5	0,008
2	-1	1	1	-1	-1	1	3	60	10	2	0,084
3	-1	1	1	1	1	1	3	60	40	8	0,084
4	1	-1	1	1	1	5	2	60	40	8	0,084
5	-1	0	0	0	0	1	2.5	40	25	5	0,084
6	1	1	-1	1	1	5	3	20	40	8	0,084
7	-1	-1	-1	-1	-1	1	2	20	10	2	0,118
8	-1	-1	-1	1	1	1	2	20	40	8	0,066
9	0	0	0	0	0	3	2.5	40	25	5	0,084
10	1	0	0	0	0	5	2.5	40	25	5	0,084
11	0	0	0	0	1	3	2.5	40	25	8	0,066
12	-1	-1	1	1	-1	1	2	60	40	2	0,084
13	0	-1	0	0	0	3	2	40	25	5	0,1
14	-1	1	-1	-1	1	1	3	20	10	8	0,066
15	-1	1	-1	1	-1	1	3	20	40	2	0,0854
16	0	0	0	0	0	3	2.5	40	25	5	0,101
17	0	0	0	-1	0	3	2.5	40	10	5	0,066
18	1	1	-1	-1	-1	5	3	20	10	2	0,101
19	0	0	0	1	0	3	2.5	40	40	5	0,066
20	0	1	0	0	0	3	3	40	25	5	0,101
21	0	0	0	0	-1	3	2.5	40	25	2	0,201
22	1	1	1	-1	1	5	3	60	10	8	0,117
23	0	0	-1	0	0	3	2.5	20	25	5	0,066
24	1	-1	1	-1	-1	5	2	60	10	2	0,101
25	-1	-1	1	-1	1	1	2	60	10	8	0,101
26	1	1	1	1	-1	5	3	60	40	2	0,084
27	1	-1	-1	1	-1	5	2	20	40	2	0,601
28	1	-1	-1	-1	1	5	2	20	10	8	0,3

La dose de coagulant et le pH jouent un rôle déterminant dans le résultat des essais. Nous remarquons également l'importance de l'effet de la concentration sur la cinétique de la réaction. Une analyse plus précise permet de confirmer ces premiers constats.

### III-1-1 Analyse mathématique des résultats d'essais

L'analyse mathématique consiste à estimer, grâce à la méthode des moindres carrés, les p coefficients du modèle et les N résidus, à savoir les écarts entre les valeurs mesurées (ou simulées) et les valeurs prévues par le modèle pour chacun des traitements du plan d'expérience.

## Résultats et Discussion

**Tableau (7) : Analyse des coefficients**

Coefficient	Valeur	Ecart type	statistique t	Prob> t
Constante	0,0976947	0,015926	6,13	0,0005
X <sub>1</sub>	-0,022889	0,010778	-2,12	0,0713
X <sub>2</sub>	-0,029422	0,010778	-2,73	0,0293
X <sub>3</sub>	0,0238333	0,010778	2,21	0,0627
X <sub>4</sub>	-0,012389	0,010778	-1,15	0,2881
X <sub>5</sub>	0,0411667	0,010778	3,82	0,0065
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub>	0,039	0,011432	3,41	0,0113
X <sub>1</sub> *X <sub>3</sub>	-0,0455	0,011432	-3,98	0,0053
X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub>	-0,041125	0,011432	-3,60	0,0088
X <sub>1</sub> *X <sub>4</sub>	0,050625	0,011432	4,43	0,0030
X <sub>2</sub> *X <sub>4</sub>	0,0505	0,011432	4,42	0,0031
X <sub>3</sub> *X <sub>4</sub>	-0,05275	0,011432	-4,61	0,0024
X <sub>1</sub> *X <sub>5</sub>	-0,01625	0,011432	-2,42	0,1982
X <sub>2</sub> *X <sub>5</sub>	-0,011875	0,011432	-2,04	0,3335
X <sub>3</sub> *X <sub>5</sub>	0,014125	0,011432	1,24	0,2565
X <sub>4</sub> *X <sub>5</sub>	-0,01475	0,011432	-1,29	0,2379
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub>	-0,015118	0,029218	-2,52	0,6208
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub> *X <sub>5</sub>	0,0440817	0,029218	3,51	0,1751
X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub> *X <sub>5</sub>	-0,006618	0,029218	-3,23	0,8273
X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub> *X <sub>4</sub>	0,0013817	0,029218	0,05	0,9636
X <sub>1</sub> *X <sub>4</sub> *X <sub>5</sub>	0,0013817	0,029218	0,05	0,9636

### III-1-2 Analyse statistique du modèle :

Les différents coefficients du modèle peuvent aussi être analysés statistiquement. Un test statistique visant à rejeter l'hypothèse (H<sub>0</sub>) selon laquelle le modèle ne permet pas de décrire la variation des essais est alors étudiée pour chacun des coefficients, selon laquelle ceux-ci sont nuls. La probabilité associée à cette hypothèse notée Significatif est obtenue à partir d'un test statistique de comparaison d'une moyenne à la valeur zéro. Pour ce faire, la statistique  $t_{exp}$  qui dépend de l'estimation de l'écart type de  $b_i$  est alors calculée :

$$t_{exp} = \frac{b_i}{S(b_i)}$$

De faibles valeurs de Significatif (souvent inférieure à 5 %) indiquent la bonne significativité du coefficient du modèle. Il est alors possible de déterminer quels sont les coefficients à conserver.

## Résultats et Discussion

- Coefficient du modèle

**Tableau (8) : Coefficient du modèle**

Coefficient	T statistique	T théorique	Résultat
Constante	6,13	3,499	Non Significatif
X <sub>1</sub>	-2,12	3,499	Significatif
X <sub>2</sub>	-2,73	3,499	Significatif
X <sub>3</sub>	2,21	3,499	Significatif
X <sub>4</sub>	-1,15	3,499	significatif
X <sub>5</sub>	3,82	3,499	NonSignificatif
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub>	3,41	3,499	Significatif
X <sub>1</sub> *X <sub>3</sub>	-3,98	3,499	Non Significatif
X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub>	-3,60	3,499	Non Significatif
X <sub>1</sub> *X <sub>4</sub>	4,43	3,499	non Significatif
X <sub>2</sub> *X <sub>4</sub>	4,42	3,499	Non Significatif
X <sub>3</sub> *X <sub>4</sub>	-4,61	3,499	Non Significatif
X <sub>1</sub> *X <sub>5</sub>	-2,42	3,499	Significatif
X <sub>2</sub> *X <sub>5</sub>	-2,04	3,499	Significatif
X <sub>3</sub> *X <sub>5</sub>	1,24	3,499	Significatif
X <sub>4</sub> *X <sub>5</sub>	-1,29	3,499	significatif
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub>	-2,52	3,499	Significatif
X <sub>1</sub> *X <sub>2</sub> *X <sub>5</sub>	3,51	3,499	Non significatif
X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub> *X <sub>5</sub>	-3,23	3,499	Significatif
X <sub>2</sub> *X <sub>3</sub> *X <sub>4</sub>	0,05	3,499	Significatif
X <sub>1</sub> *X <sub>4</sub> *X <sub>5</sub>	0,05	3,499	Non significatif

### III-1-3 Analyse de la variance

L'analyse de variance, des cinq facteurs X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, X<sub>3</sub>, X<sub>4</sub>, X<sub>5</sub>, sont significatifs au niveau de 99% environ. Nous avons 1% de risque pour rejeter à tort l'hypothèse d'égalité avec la variance résiduelle. Le test de Fisher opéré dans L'ANOVA étant réalisé en prenant la variance résiduelle comme référence, ses résultats en dépendant, Ainsi, le nombre de facteurs rejetés peut être différent suivant le modèle calculé. Par contre le teste de Fischer est vérifié (F<sub>obs</sub> supérieur à F<sub>crit</sub>) donc l'hypothèse H<sub>0</sub> est acceptée. D'après les résultats obtenus par le logiciel JMP (Goupy, 1999) les réponses mesurées sont quantitatives et continues dans le domaine expérimental. Les équations du modèle faisant intervenir le poids des facteurs et des interactions influentes s'écrit donc :

Tableau (9): Analyse de Régression

Source	DDL	Somme des carrés	Carré moyen	Fisher
Liaison	20	0,29974059	0,014987	7,1676
Résidus	7	0,01463661	0,002091	Prob> F
C. Total	27	0,31437720		0,0063

## Résultats et Discussion

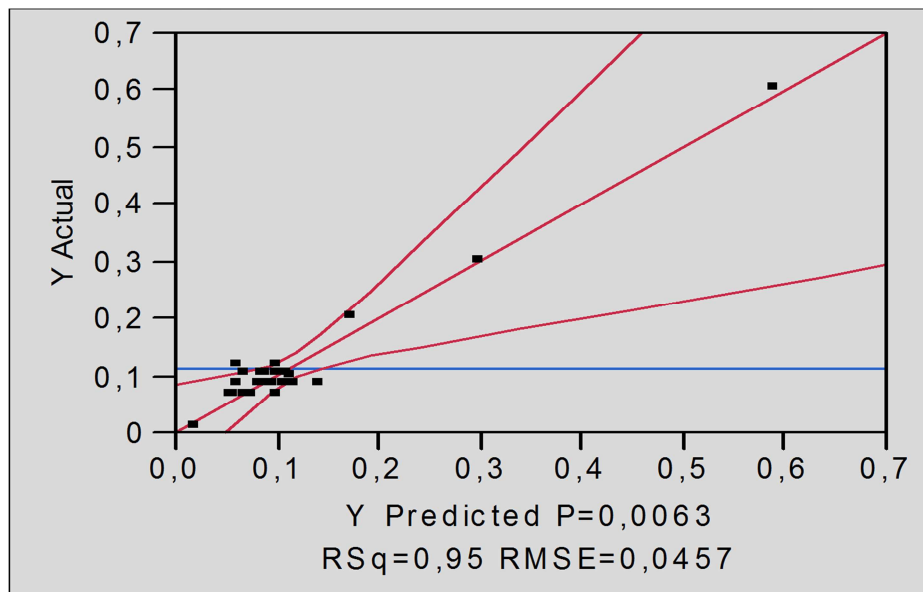
$$Y=0.09769-0.02288*X1 -0.029422*X2+0.02383*X3-0.01238*X4+0.04116*X5+0.039*X1*X2-0.0455*X1*X3-0.041125*X2*X3+0.05062*X1X4+0.055*X2*X4-0.05275*X3*X4-0.01625*X1X5-0.01187*X2X5+0.01412*X3*X5-0.014753X4*X5-0.01511*X1*X2*X3+0.04408*X1*X2*X4-0.00661*X1*X2*X5+0.00138*X2*X3*X4+0.00138*X2*X3*X5$$

### Equation II

#### III-1-3-1-Graphe d'adéquation du modèle

Il est possible d'observer la qualité descriptive grâce à un graphique d'adéquation du modèle comme le montre la figure (28).

Les résultats obtenus peuvent alors être représentés graphiquement afin de comparer dans un premier temps les réponses mesurées et les réponses estimées par le modèle. Pour cela, il est nécessaire de tracer le graphe d'adéquation du modèle. Les réponses mesurées (expérimentales) sont placées en abscisse et les réponses estimées (calculées par le modèle) en ordonnée.



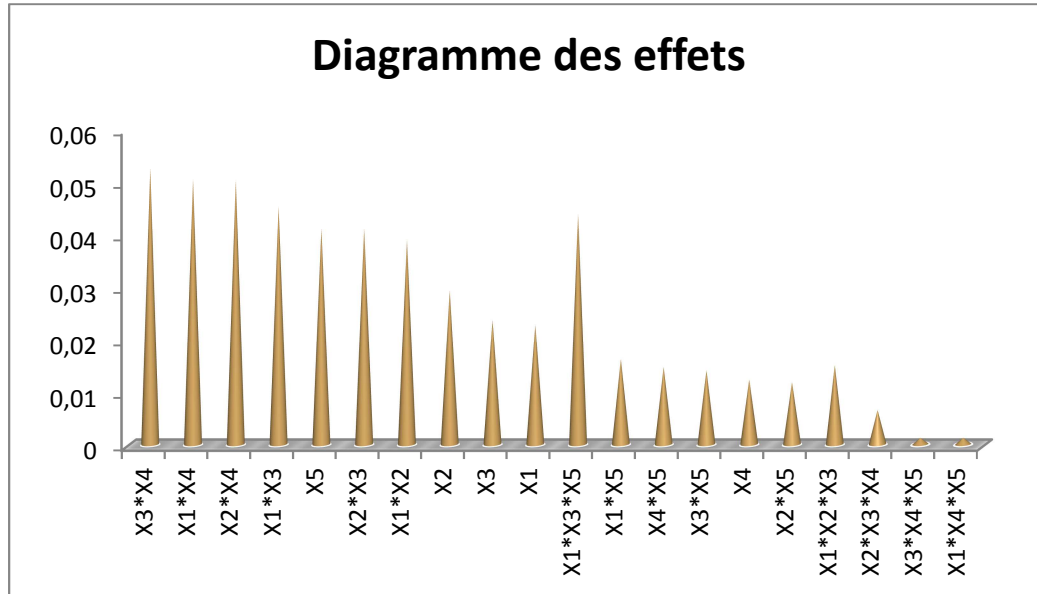
**Figure (29) :** Graphe d'adéquation du modèle de la constante cinétique avec interaction

Le nuage de points est aligné sur la droite d'équation  $y = x$ , la qualité descriptive du modèle sera excellente (on considère que les valeurs calculées par le modèle sont très proches des valeurs mesurées).

## Résultats et Discussion

### III-1-3-2- Diagramme des effets

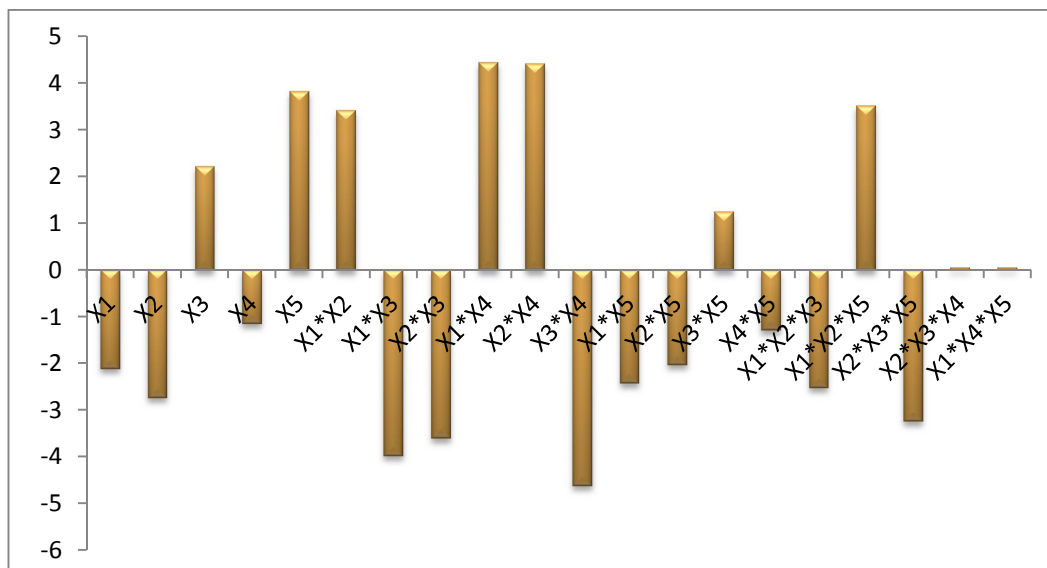
Les valeurs des effets des variables sont représentées dans des diagrammes en « bâtons » la surface de chaque bâton est proportionnelle à la valeur de l'effet (figure 30).



**Figure (30) :** présentation des valeurs des effets

D'après la figure (30) les interactions les plus déterminantes sur la constante cinétique sont :  $X_3X_4$ ,  $X_2X_4$ ,  $X_1X_3X_5$ .

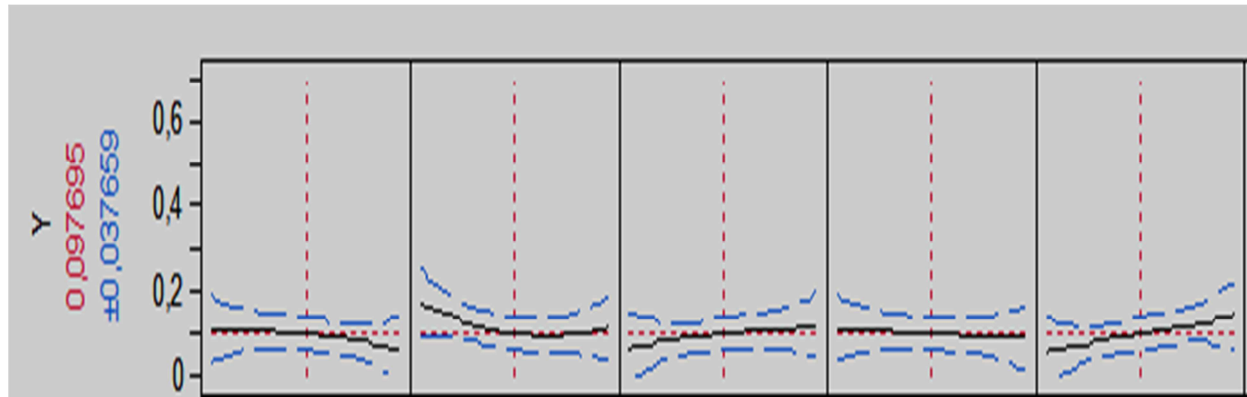
### III-1-3-3-Diagramme de Pareto



**Figure (31) :** Diagramme de Pareto

## Résultats et Discussion

La figure (31) montre que les facteurs  $X_1$  et  $X_2$  sont les facteurs les plus déterminants sur la constante cinétique car il présente plus de 50% de la réponse pour le jaune terazil. Il est usuel de représenter l'effet d'un facteur par un segment de droit dont le coefficient directeur vaut cet effet. Il s'agit simplement de la transcription graphique des relations générales de calcul de ces grandeurs. La Figure (32) ci-dessus représente les effets des facteurs.



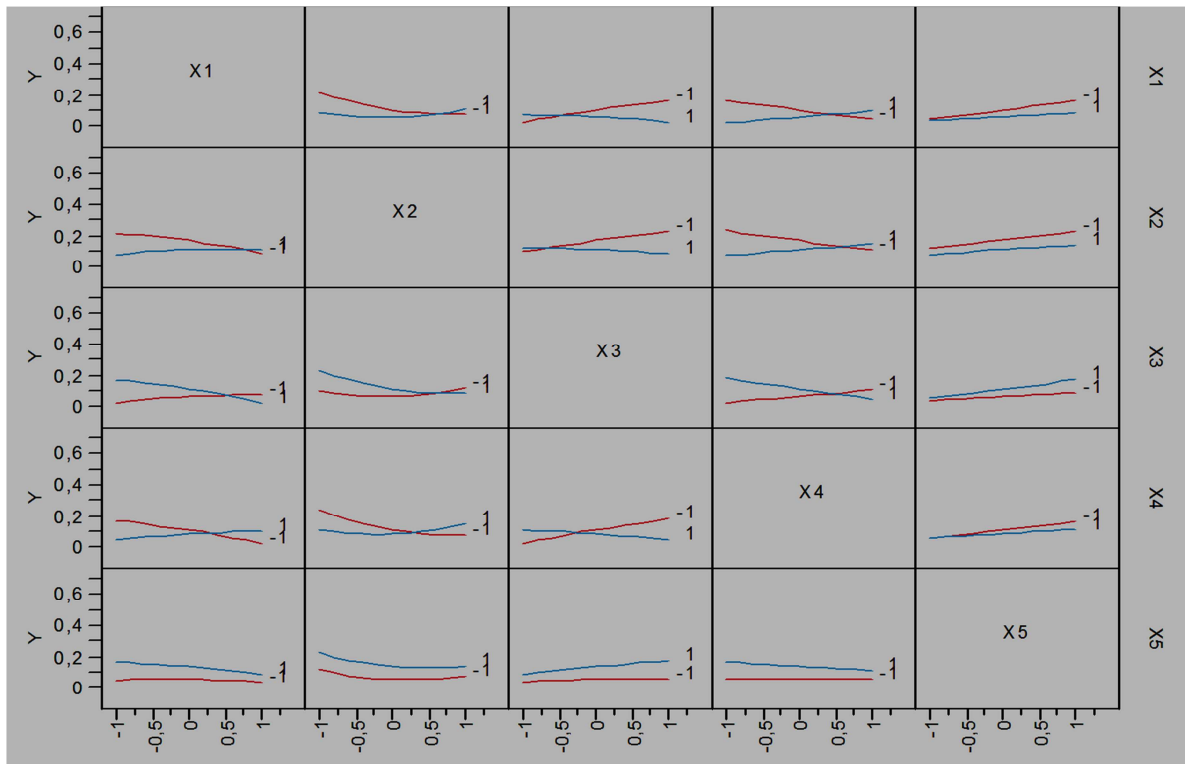
**Figure (32):** Effets des facteurs

Ce type de graphe indique les effets principaux des facteurs c'est-à-dire les coefficients des termes du premier degré de modèle mathématique. Ce diagramme peut être construit avec les unités codées ou avec les unités normales ils donnent la variation de la réponse en fonction de notre paramètre.

### III-3-4-Tracé des interactions

Dans un système complexe, les paramètres sont souvent couplés. La connaissance des effets de chaque paramètre sur la réponse n'est pas possible car lorsqu'on change le niveau d'un facteur, on modifie les effets de tous les autres facteurs. Une interprétation basée uniquement sur les effets principaux des facteurs serait source d'erreurs. Il faut donc une information sur l'influence de la variation de chacun des facteurs sur l'effet des autres facteurs Cette notion, appelée interaction, est représentée graphiquement par la figure (33).

## Résultats et Discussion



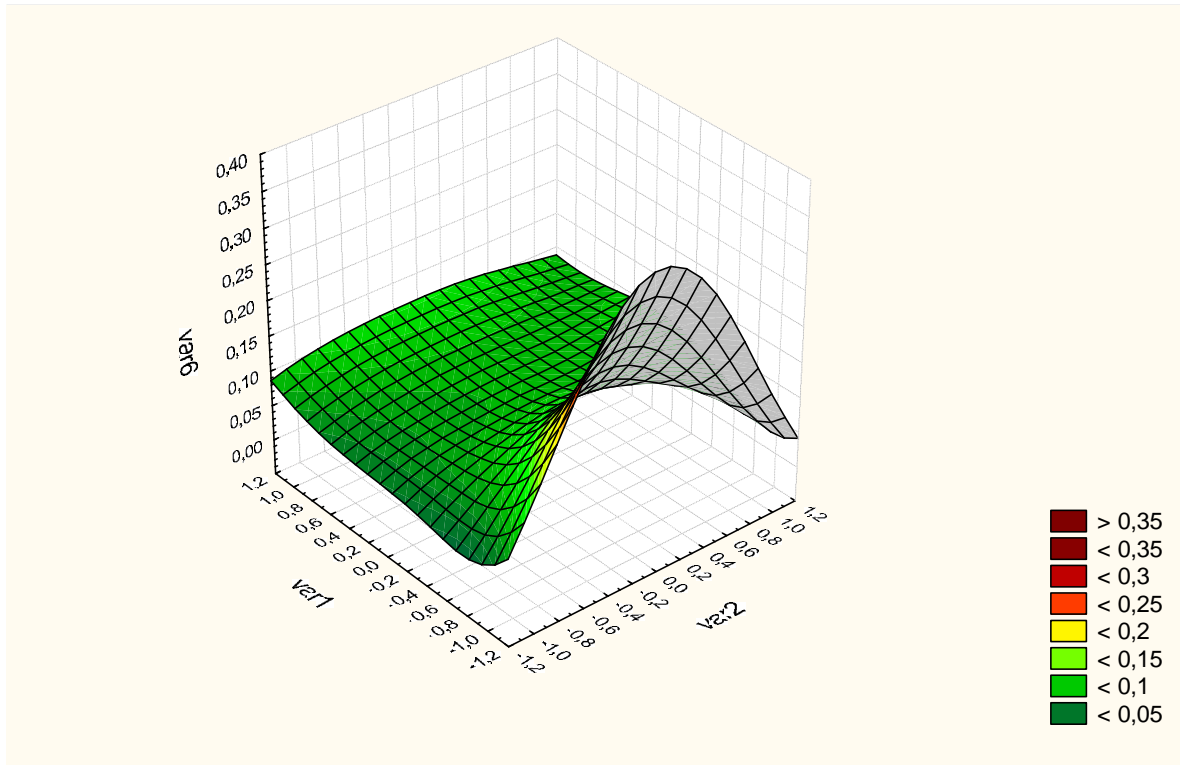
**Figure (33) :** Tracé de l'interaction moyenne

A l'observation des graphes on note qu'il y a une forte interaction entre la concentration de coagulant et la concentration du colorant, la concentration de coagulant et le pH, par contre l'interaction entre le temps et le pH, et la vitesse d'agitation et le pH sont des faibles interactions.

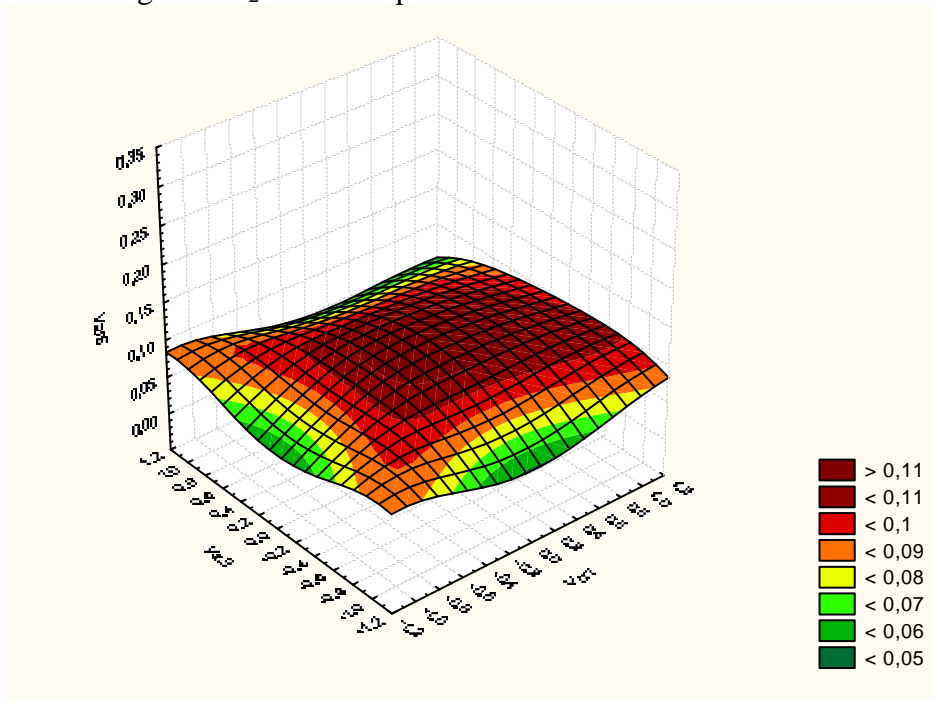
### III-1-4- Représentation graphique des surfaces de réponse :

Les résultats du plan expérimental étudié pour l'élimination du colorant Jaune terazil par le processus de coagulation floculation ont permis d'obtenir les surfaces de réponse et les contours illustrés par les figures (34), (35), (36) et (37). L'exploitation des graphes permet de visualiser et de déterminer les conditions optimales dans le domaine d'étude défini. En fixant le niveau d'une variable indépendante au centre du domaine expérimental, il est possible de suivre l'évolution des deux autres variables et leur influence sur le pourcentage de décoloration des eaux

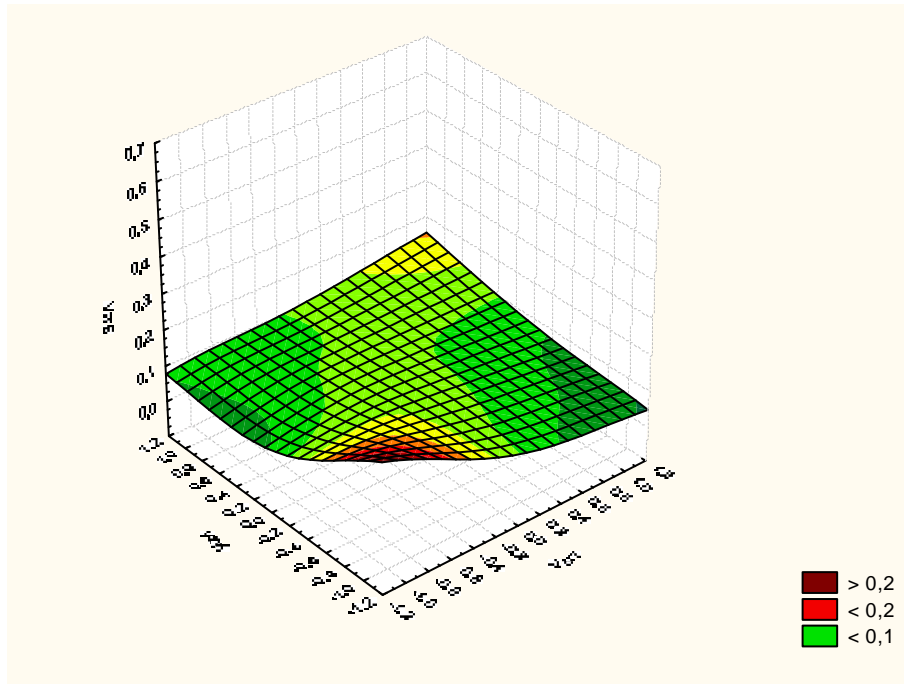
## Résultats et Discussion



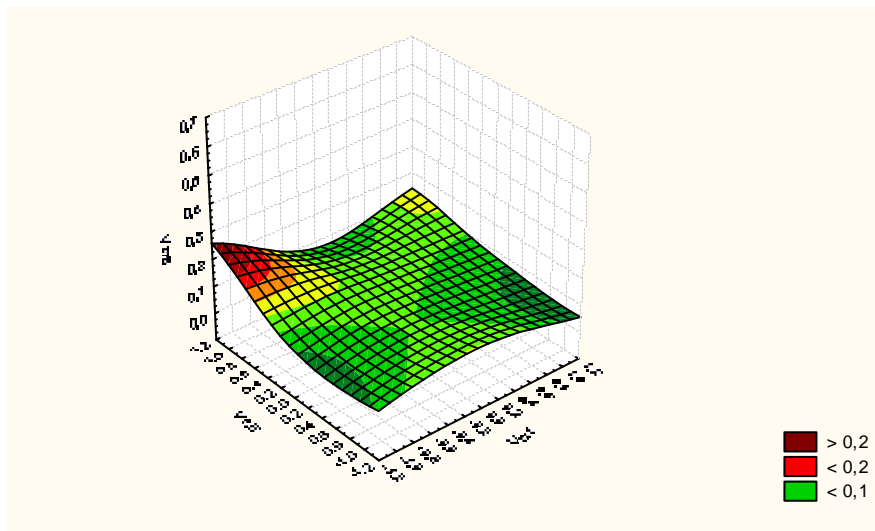
**Figure (34)** : Présente la surface de réponse en fonction de la concentration en colorant  $X_1$  et concentration du coagulant  $X_2$  dans un espace à trois dimensions



**Figure (35)** : Présente la Surface de réponse en fonction de la concentration en colorant et la vitesse d'agitation dans un espace à trois dimensions.



**Figure(36)** : Présente la Surface de réponse en fonction de la concentration en colorant et le temps dans un espace à trois dimensions.



**Figure (37)** : Présente la Surface de réponse en fonction de la concentration en colorant et le pH dans un espace à trois dimensions

D'après les figures ci-dessus, nous constatons que l'augmentation du pH favorise l'augmentation de la cinétique du Jaune terazil. Plus le potentiel en Hydrogène est basique, plus la minéralisation est meilleure. La réponse est maximale lorsque la concentration et au centre du domaine choisie. La surface de repense possède une concavité dirigé vers le haut c'est à dire il possède un maximum.

## Conclusion

---

L'objectif de cette étude est l'élimination d'un colorant synthétique présent dans les effluents d'industrie du textile. Par l'utilisation d'une méthode électrochimique qui est la coagulation-floculation en utilisant le chlorure ferrique comme agent coagulant, cette technique est basée sur la neutralisation des charges négatives des matières en suspension.

Dans cette étude, nous avons deux étapes essentielles. La première étape est consacrée à l'étude cinétique de l'effet de la concentration de la solution et de la dose en coagulant, le pH de la solution, ainsi la vitesse de l'agitation et le temps. Une deuxième étape, basée sur l'utilisation des plans pour surface de réponse avec détermination des niveaux des facteurs à tester.

Les résultats expérimentaux ont prouvé que :

- La modélisation pour l'élimination du colorant par coagulation floculation du système colorant– chlorure ferrique a montré qu'une augmentation excessive de la quantité de chlorure ferrique dans la solution peut influencer négativement sur la fixation des cations par le colorant. Par contre, une augmentation du pH dans la solution entraîne une augmentation de la quantité de colorant éliminé.
- Les floes formés par le système coagulation-floculation chimique ne sont pas vraiment compacts par conséquent les boues produites sont en grandes quantités par rapport au système électrocoagulation.

Nous nous sommes ensuite intéressés à trouver une méthodologie qui permette de faire une analyse globale qui servira pour la pratique par utilisation des plans d'expérience pour surface de réponse.

La matrice utilisée (plan pour surface de réponse) se compose de 28 expériences. Les analyses mathématiques puis statistiques des 28 valeurs mesurées pour chacune des réponses ont permis de calculer dans un premier temps les 21 coefficients des modèles et dans un deuxième temps d'affiner ces modèles en maximisant leurs qualités descriptive et surtout prédictive. Au final, les modèles de constante cinétique se composent plus que de éléments et vous sont présentés par l'équation :

## Conclusion

---

$$Y=0.09769-0.02288*X_1 -0.029422*X_2+0.02383*X_3-0.01238*X_4+0.04116*X_5+0.039*X_1*X_2-0.0455* X_1*X_3-0.041125*X_2*X_3+0.05062*X_1X_4+0.055*X_2*X_4-0.05275*X_3*X_4-0.01625*X_1X_5-0.01187*X_2X_5+0.01412*X_3*X_5-0.014753X_4*X_5-0.01511*X_1*X_2*X_3+0.04408*X_1*X_2*X_4-0.00661*X_1*X_2*X_5+0.00138*X_2*X_3*X_4+0.00138*X_2*X_3*X_5$$

Ces modèles, possédant des indicateurs de qualité descriptive et prédictive supérieur à 98%, ont été validés et traduisent donc correctement la constante cinétique dans le domaine expérimental choisi.

Pour compléter le présent travail nous recommandons :

- d'étudier l'influence de la température et de la force ionique sur la performance de la coagulation-floculation.
- d'étudier la performance du chlorure ferrique pour d'autres colorants ;
- de Mesurer le potentiel zêta du mélange durant les processus de coagulation-floculation et de décantation ;
- de coupler ce procédé avec les procédés biologiques, et de construire un réacteur prototype pour le procédé ;
- d'identifier et de suivre les intermédiaires aromatiques formés suites à la dégradation.

# *Conclusion*

*Références  
bibliographiques*

## Références Bibliographique

---

A. Colin, 1970. Chimie organique. Tome 2 éditions paris, pp120.

A.K. Kushwaha, N. Gupta, M.C. Chattopadhyaya, 2011. Removal of cationic methylene blue and malachite green dyes from aqueous solution by waste materials of *Daucus carota*. Journal of Saudi Chemical Society, pp.233-245.

Anonyme : septembre 2002, l'industrie textile, prévention de la pollution dans la région méditerranéenne, centre d'activités régionales pour la production propre (CAR/PP), pp.29-31.

Belaroussi Asma et Belkacem Saadoun Soumia, 2014. Etude d'extraction de colorant par adsorption sur des substances naturelles, Mémoire de Fin d'Etude Pour l'Obtention du Diplôme de Master en Chimie Industrielle, Université des Sciences et de la Technologie Boudiaf Mohamed d'Oran.

Benaissa Asma, 2012. Etude de la faisabilité d'élimination de certains colorants textiles par certains matériaux déchets d'origine naturelle, Mémoire de fin d'études pour l'obtention du diplôme de Master en Chimie, Université Abou Bakr Bal kaid Tlemcen.

Bensadok. K, 2007. Procédé de traitement d'émulsion huile/eau et eau/huile cas particulière d'émulsion d'huile de coupe, thèse de doctorat d'état, université des sciences et de technologie Haouari boumadienne.

Bouafia Souad, 2008. Dégradation des colorants textiles par procédés d'oxydation avancée basée sur la réaction de fenton application à la dégradation des rejets industrielles, thèse pour l'obtention du diplôme de docteur de l'université paris-EST et Saad Dahlab, université Saad Dahlab (faculté des sciences de l'ingénieur) et paris-est (institut francilien de sciences appliquées).

Boucherit Nabila, 2016. Traitement des colorants textiles par procédé de couplage : fenton-enzyme, thèse de doctorat université Mouloud Mammeri Tizi-ouzou.

Box G.E.P., Wilson K.B, 1951. On the Experimental Attainment of Optimum Conditions.

Chebli Derradji, 2012. Traitement des eaux usées industrielles: Dégradation des colorants azoïques par un procédé intégré couplant un procédé d'oxydation avancée et un traitement biologique, Mémoire Doctorat En Sciences.

CHEN J P., WANG L, 2004. Photo degradation of surfactants on the nanosized TiO<sub>2</sub> prepared by hydrolysis of the alkoxide titanium, *Chemosphere*. Vol 54, pp.397-404.

Chenna Malika, 2016. Elimination des molécules récalcitrantes par procédés d'oxydation avancés & procédé électrochimique, thèse de doctorat université Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou.

Dégremont. Memento, 2002. Technique de l'eau. 7<sup>ème</sup> Edition Dunod, Paris (France). 1984. G.Dupont. La Teinture. Editions de l'industrie textile, Paris, pp.167-180

## Références Bibliographique

---

E.R. Nestmann, G.R. Douglas, T.I. Matula, C.E. Grant, D.J. Kowbel, 1979. *Cancer Res*, pp.4412-4417.

Edzwald J.K, 1993. Coagulation in drinking water treatment: particles, organics and coagulants. *Wat. Sci. Technol*, pp. 21

Emna Errais, 2011. *Reactivité de surface d'argiles naturelles étude de l'adsorption de colorants*, thèse de doctorat université de Strasbourg, pp.75-86

Georgiou D., Aivazidis A., Hatiras J. and Gimouhopoulos K, 2003. Treatment of cotton textile wastewater using lime and ferrous sulfate, *Water Research*, pp.2248-2250

Golob V., Vinder A., Simonic M, 2005. Efficiency of the coagulation/flocculation method for the treatment of dyebath effluents, *Dyes and Pigments*, pp.93-97

Goupy, J., Creighton, L, 2006. *Introduction aux plans d'expériences*. 3<sup>ème</sup> édition, EAN13 : 9782100497447.

Haddad Djamel, Mokhetari Said, 2010. *Elimination de polluants sur une argile anionique modifiée*, Mémoire d'ingénieur université USTO.

Hammami Samiha, 2008. *Étude de dégradation des colorants de textile par les procédés d'oxydation avancée. Application à la dépollution des rejets industriels*, thèse de doctorat, Université Paris-Est et Tunis El Manar.

Hamsas Sabrina, 2008. *Contribution à l'étude de la décoloration des eaux sur grignons d'olives valorisés. Etude dynamique*, mémoire de magister, université m'Hamed bougara boumerdes, Alger.

Hubert Cabana, 2015. *Coagulation –flocculation*, Cours de traitement des eaux, pp. 17 et 35

Kang S-F., Liao C-H., Chen M-C, 2002. Pre-oxidation and coagulation of textile wastewater by the Fenton process, *Chemosphere*, pp. 923-928

Kayalto Barnabas, 2009. *Contribution A L'évaluation De La Contamination Par Les Métaux Lourds, De Trois Espèces De Poissons, Des Sédiments et des eaux du Lac Tchad (DEA) en Sciences Alimentaires/Nutrition université de Ngaoundere*.

Khuri and M. Conlon, 2005 *Simultaneous Optimization of Multiple Responses Represented by l'association Expérimentique (partie III)*, n° ISBN: 2-952512-60-4.

Kim T.H, Park C., Shin E.B and Kim S, 2004. Decolorization of disperse and reactive dye solutions using ferric chloride, *Desalination*, pp. 49-58.

Lakhdari Bouazza, 2011. *Effet de la coagulation-flocculation sur la qualité des eaux épurées de la STEP de Ain El Houtz*. Mémoire de Magister. Département de chimie. Université Abou Bekr Belkaid-Tlemcen.

## Références Bibliographique

---

Lamri naidja, 2010. Elimination du colorant orange II en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption, mémoire de magister, université Mentouri, Constantine.

Lemkchichi Wahiba, 2012. Elimination de la pollution des eaux industrielles par différents procédés d'oxydation et de Co-précipitation, thèse de doctorat, université Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou.

Louvet F., Delplanque, L, 2004. Design of Experiments: the frenstouch, Témoignage de Myers R. and D. Montgomery. Response Surface Methodology, Process and Product n° ISBN: 2-10-048659-4.

Mansouri L, 2010. Dégradation des matières organiques (colorants) en milieux aqueux par les procédés d'oxydation avancés, Thèse de Magister, Université Badji mokhtar Annaba, pp 23-27.

Massy S, 2004. Contribution à la réalisation de fonctions optiques à base de cristaux photoniques sur LiNbO<sub>3</sub>, Thèse de doctorat.

Oubagha noura, 2011. Décontamination des eaux contenant les colorants textiles et les adjuvants par des métaux naturels et synthétique, mémoire de magister, université Mouloud Mammeri, Tizi Ouzou.

P.K. Holt, G.W. Bartom, C.A. Mitchell, 2005. The future for electrocoagulation as a localised 2 water treatment technology, pp.355-367.

Pierre Mouchet, 2000. Traitement des eaux avant utilisation. Matières particulaires. Technique d'ingénieur. pp.170.

Rahil I, 2008. Elaboration et caractérisation de revêtements durs Mo-Cr et Mo-Cr-N, mémoire pour obtenir le grade de magistère physique.

Sanghi R., Bhattacharya B, 2006. Dixit A. and Singh V., Ipomoea dasisperma seed gum: An effective natural coagulant for the decolorization of textile dye solutions, *Journal of Environmental management*, pp.36-41.

Selcuk H, 2005. Decolorization and detoxification of textile wastewater by ozonation and coagulation processes, *Dyes and pigments*, pp.217-222.

Tan B.H., Teng T.T and Mohd Omar A. K ,2000. Removal of dyes and industrial dye wastes by magnesium chloride, *Water Research*, pp.597-601.

Tulay A. Ozbelge, Onder H. Ozbelge & Songul Z. Baskaya, 2002. Removal of phenol compounds from rubber-textile wastewater by physico-chemical methods, *Chemical Engineering and processing*, pp.719-730.

Zaroual Z ;Azzi M ;Saib N ;Chainet E ,2006. Contribution to the study of of electrocoagulation mechanism in basic textile in basic textile effluent . *Journal of Hazardous Materials*, pp. 73-78.

# *Annexe*

# Annexe I

---

## Vocabulaire employé lors d'une étude par plan d'expériences

**Analyse de régression** : ensemble de tests statistiques permettant de prendre une décision sur un modèle dans sa globalité (test F de Fisher), sur chacun des coefficients (test t de Student) et sur les résidus (test de la normalité des résidus...).

**Analyse de variance** (ANOVA ou ANAVAR) : test statistique (test F de Fisher) permettant de décomposer la variation d'une réponse à partir des changements des modalités des facteurs et du modèle postulé.

**Coefficients** : valeur numérique à estimer dans l'équation du modèle.

**Désirabilité** : indice de satisfaction appartenant à l'intervalle [0 ; 1] caractérisant le niveau d'une réponse par rapport à un objectif fixé.

**Domaine expérimental** : espace défini par les variations des facteurs quantitatifs et/ou par les combinaisons des modalités des facteurs qualitatifs. Le modèle n'est pas valide à l'extérieur du domaine expérimental. Le domaine expérimental peut être de différentes natures :

**Effet moyen d'un facteur** : variation de la réponse observée ou modélisée lorsque le facteur change de modalité.

**Facteur** : variable quantitative ou qualitative sur laquelle on agit au cours du plan d'expériences.

**Fonction de variance** : expression mathématique permettant de traduire l'incertitude sur la prévision ou la prédiction d'une réponse obtenue à partir d'un modèle.

**Interaction** : modification de l'effet d'un facteur en fonction de la modalité d'un autre facteur.

**Méthode des moindres carrés** : méthode mathématique permettant d'obtenir une estimation non biaisée des coefficients par minimisation de la somme des carrés des résidus.

**Modalités** : états distincts que l'on attribue à un facteur au cours du plan d'expériences.

**Modèle** : expression de la relation de cause à effet entre la variation d'une réponse et les variations des facteurs. Ce modèle permet des représentations graphiques et des prédictions dans le domaine expérimental. Il peut être de 2 types :

- **Modèle additif** : modèle utilisé pour estimer les effets des facteurs.
- **Modèle polynomial** : modèle utilisé pour estimer une surface de réponse.

**Niveau** : valeur numérique définie au sein de l'intervalle de variation d'un facteur quantitatif.

**Optimisation** : procédure permettant de fixer les niveaux des facteurs pour atteindre une désirabilité.

# Annexe I

---

**Plan d'expériences** : organisation raisonnée d'essai.

**Plan de criblage** : plan d'expériences visant à hiérarchiser les effets moyens d'un grand nombre de facteurs.

**Plan pour l'étude des surfaces de réponse** : plan d'expériences destiné à optimiser une ou plusieurs réponses.

**Q<sup>2</sup>** : indicateur permettant de préciser la qualité prédictive d'un modèle.

**R<sup>2</sup>** : indicateur permettant de préciser la qualité descriptive d'un modèle sans tenir compte de sa complexité.

**R<sup>2</sup> ajusté** : indicateur permettant de préciser la qualité descriptive d'un modèle en tenant compte de sa complexité.

**Randomisation** : affectation d'un ordre aléatoire à la réalisation des essais afin de neutraliser l'éventuelle influence perturbatrice de facteurs non contrôlés.

**Réponse** : caractéristique mesurable d'un produit ou d'un processus dont on analyse l'évolution en fonction des variations des facteurs. Il convient que la réponse soit représentative du phénomène observé.

**Résidu** : écart entre la valeur observée d'une réponse et sa prévision par le modèle.

**Significativité** : traite du caractère significatif d'un facteur ou d'une interaction sur une réponse.

**Surface de réponse** : représentation graphique de la relation liant une réponse quantitative à 2 Facteurs quantitatifs continus selon le modèle d'exploration choisi et paramétré à partir des réponses mesurées.

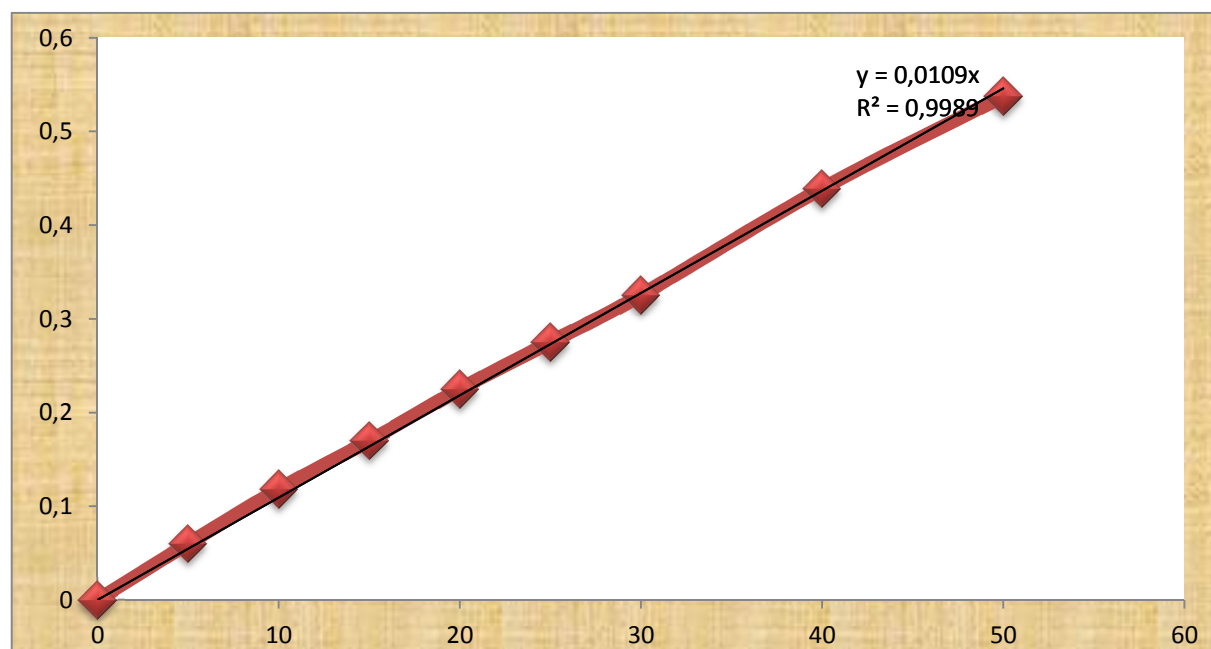
**Test statistique** : procédure permettant d'affecter une probabilité à une hypothèse. Dans le cadre des plans d'expériences, les tests statistiques les plus utilisés sont le test F de Fisher, pour l'analyse de variance et le test t de Student, pour l'analyse de régression.

**Validation** : vérification de l'adéquation du modèle paramétré par l'intermédiaire des réponses du plan d'expériences, en utilisant de nouveaux essais dans le domaine expérimental.

## Annexe II

### La courbe d'étalonnage du colorant:

Concentration (mg/L)	5	10	20	15	25	30	40	50
L'adsorption	0.06	0.118	0.17	0.225	0.275	0.3225	0.439	0.5376



**Figure :** La courbe d'étalonnage de colorant jaune tartrazine

**Résumé :**

Notre investigation consiste à étudier l'efficacité et l'applicabilité d'un procédé physicochimique appelé floculation coagulation pour le traitement des rejets de l'industrie textiles pollués par le colorant textile : jaune terzile en utilisant  $\text{FeCl}_3$  comme agent coagulant floculant .la performance de la floculation coagulation sur la qualité d'eau traitée, a été évaluée par l'absorbance UV à différentes longueurs d'onde ainsi que la Microscopie électronique à balayage et l'infrarouge transformé de fourrier. Les résultats obtenus montrent l'efficacité du procédé avec un meilleur rendement de 92% tout en optimisant les différents paramètres (pH, la dose de coagulant, et la concentration des solutions initiales, et la vitesse d'agitation)

**Mot clés :** floculation coagulation,  $\text{FeCl}_3$ , colorant textile.

**Abstract:**

Our investigation is to study the effectiveness and applicability of a physico-chemical process called flocculation coagulation for the treatment of waste from the textile industry polluted by textile dyes jaune terzile yusing  $\text{FeCl}_3$  as coagulant flocculant. Performance of flocculation coagulation on the quality of treated water was measured by UV absorbance at different wavelengths and the scanning electron microscopy and infrared transformed quarter master. The results show the efficiency of the process with a better yield of 92% while optimizing parameters (pH, coagulant dose and the concentration of the initial solution, and the stirring speed) .

**Key words:** coagulation flocculation,  $\text{FeCl}_3$ , textile dyes.