

---

---

## *Matériel et méthodes*

### **I.1. Introduction**

Au cours de ce chapitre, nous nous proposons de décrire les différentes méthodes analytiques et expérimentales au cours de notre étude. Nous précisons la préparation des réactifs utilisés, leurs caractéristiques et les différents milieux de dilution (eau distillée et eau de surface). Enfin, les méthodes de dosage de différents paramètres physico-chimiques seront présentées, ainsi que le protocole expérimental de la méthode de coagulation –floculation ou essais de « jar –test » au sulfate d'aluminium seul et en combinaison avec le charbon actif en poudre ou en grains.

### **I.2. Solutions et réactifs utilisés**

#### **I.2.1. Solutions des composés organiques**

Toutes les expériences de coagulation- floculation ont été conduites sur des solutions préparées par dissolution de composés organiques (substances humiques, acide pyroméllitique, phloroglucinol) dans l'eau distillée.

La solution mère est préparée à partir d'une quantité précise de 100 mg/l pour chaque composé que l'on dissout dans un volume correspondant d'eau distillée, afin d'obtenir la concentration désirée. Ensuite, nous diluons dans des proportions différentes la solution mère afin de préparer des solutions étalons et d'autre part les solutions synthétiques lors des essais.

L'introduction de tampon phosphate (ou autre) a été volontairement évitée afin de ne pas provoquer de réaction secondaire avec le coagulant lors de l'ajustement du pH. Des solutions ont été alors utilisées pour acidifier ou basifier le milieu tel que l'acide chlorhydrique (HCl) 0,1 N et la soude (NaOH) 1 N.

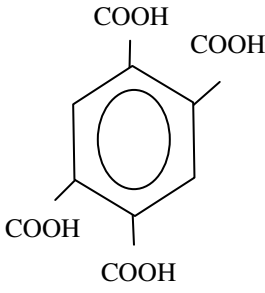
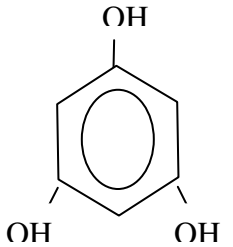
#### **I.2.1.1. Caractéristiques des composés organiques**

Nous avons testé lors de notre étude deux types de composés organiques :

- Composés simples représentés par l'acide pyroméllitique et le phloroglucinol, et qui contiennent dans leur structure chimique des fonctions hydroxylées et carboxylées. Pour les besoins de notre étude, nous avons utilisé des produits commercialisés par Aldrich.
- Composés de structure plus complexe, contenant des fonctions hydroxyles et carboxyles, les substances humiques qui représentent majoritairement, selon la bibliographie, la charge organique d'une eau de surface. Nous avons utilisé l'acide humique commercialisé par Aldrich.

Les principales caractéristiques de ces produits sont récapitulées dans le tableau 12 et le tableau 13.

**Tableau 12:** Caractéristiques des composés organiques simples étudiés

Composé organique	Structure chimique	Masse molaire (g)
Acide pyroméllitique		254
Phloroglucinol		162

**Tableau 13:** Caractéristiques des substances humiques étudiées (*Achour, 2001*)

Analyse élémentaire (%)	Fonctions carboxyles (meq.mg.g <sup>-1</sup> )	Fonctions hydroxyles (meq.g <sup>-1</sup> )	Aromaticité unité DO mg <sup>-1</sup> SH
C : 51,5 ; O : 29,3 ; H : 4,6 ; N : 0,7	3,4	0,8	0,015

### I.2.1.2. Milieux de dilution

#### a) Eau distillée

Durant la période de nos essais, nous avons utilisé de l'eau distillée qui possède une conductivité variant entre 2  $\mu\text{s}/\text{cm}$  et 5  $\mu\text{s}/\text{cm}$  et un pH compris entre 6,17 et 6,75.

#### b) Eau de surface

Les expérimentations ont été conduites sur une eau brute provenant du barrage Foug El Gherza, situé au pied des massifs des Aurès, à 18 km à l'Est de Biskra. Le tableau 14 regroupe les différentes caractéristiques de cette eau.

**Tableau 14** : Caractéristiques de l'eau de surface étudiée

Caractéristiques	Barrage Foum El Gherza
Eau de dilution	
T (°C)	15
pH	7.69
TAC (°F)	12.2
TH (°F)	71
Cl <sup>-</sup> (mg/l)	47,71
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (mg/l)	590
Conductivité (µs/cm)	723
Turbidité (NTU)	35
Substances humiques (mg/l)	5,0
Abs (254 nm)	0.105

## I.2.2. Charbon actif

### I. 2.2.1. Caractéristiques du charbon actif en poudre (CAP)

Granulométrie de 20 µm

Mésoporeux

Surface spécifique : 658 m<sup>2</sup>/g

### I.2.2.2. Caractéristiques du charbon actif en grains (CAG)

DARCO, produit Aldrich

Granulométrie : 12-20 mesh (0,3 à 0,5 mm)

pH acide

Surface spécifique : 550 m<sup>2</sup>/g

### I.2.3. Sulfate d'aluminium (SA)

Comme sel coagulant, nous avons utilisé le sulfate d'aluminium en poudre de formule chimique : [Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>, 18H<sub>2</sub>O] et de masse molaire égale à 666.6 g/mole.

Une solution mère de 10 g/l est préparée périodiquement par dissolution de cette poudre dans de l'eau distillée, cette solution permet un ajout de faibles quantités pour les doses voulues de coagulant.

## I.3. Méthodes de dosage

### I.3.1. Dosage des composés organiques

#### I.3.1.1. Spectrophotométrie

Le dosage des composés simples a été réalisé sur un spectrophotomètre de type « Spectrophotomètre Jenway 6405 UV/Vis » à différentes longueurs d'onde (Tableau 15).

**Tableau 15** : Longueurs d'onde pour chaque composé organique.

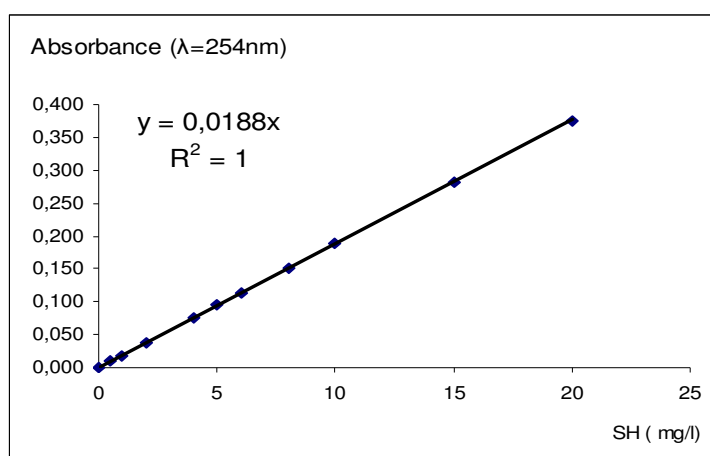
Composé organique	Longueur d'onde (nm)
Substance humique	254
Phloroglucinol	270
Acide pyroméllitique	220

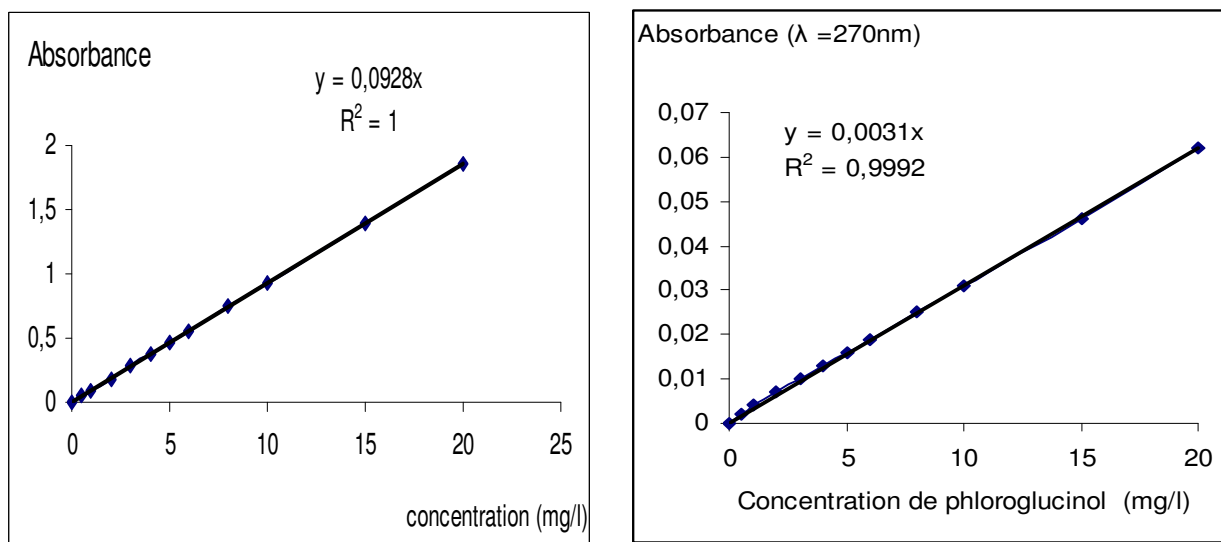
### I.3.1.2. Etalonnage

#### ▪ En eau distillée

Pour tracer les courbes d'étalonnage des composés organiques, nous avons déterminé les valeurs de l'absorbance correspondant aux différentes concentrations des solutions étalons.

Dans notre étude, l'étalonnage est répété avant chaque série d'essais. Nous représentons ci-après des exemples de courbes d'étalonnage pour chaque composé organique testé en eau distillée (figure 4).

**Figure 4 a** : Etalonnage des substances humiques en eau distillée ( $\lambda = 254 \text{ nm}$ )



**Figure 4b :** Etalonnage des composés organiques en eau distillée

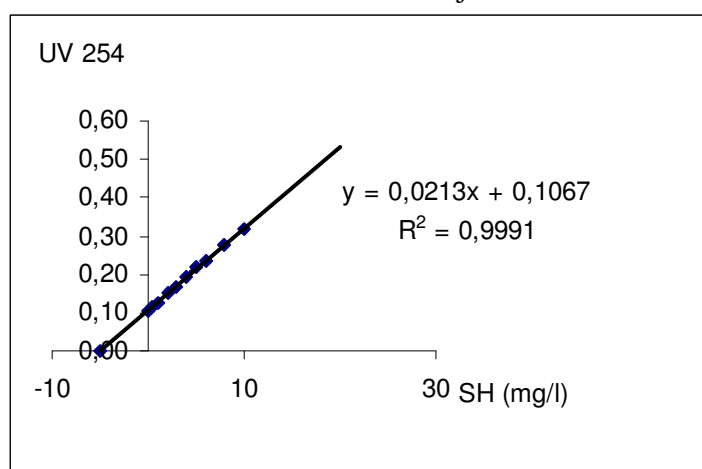
b) Acide pyroméllitique ( $\lambda = 220 \text{ nm}$ )

c) Phloroglucinol ( $\lambda = 270 \text{ nm}$ )

#### ▪ En eau de surface

Pour déterminer la teneur en SH dans l'eau brute (eau de barrage Foum El Gherza) proposée pour nos essais, nous utilisons la méthode des ajouts dosés. Il faut tracer la courbe d'étalonnage des substances humiques ajoutées pour cette eau, en déterminant les valeurs de l'absorbance correspondant aux différentes concentrations des solutions étalons (mg/l). Le dosage de SH s'effectue sur un spectrophotomètre de type « Spectrophotomètre Jenway 6405 UV/Vis » à la longueur d'onde  $\lambda = 254 \text{ nm}$ .

La figure 5 présente la corrélation entre teneurs en SH ajoutées et l'absorbance en UV à 254 nm.



**Figure 5 :** Corrélation entre teneurs en SH ajoutées et Absorbance en UV 254 nm

### I.3.2. Paramètres de qualité de l'eau

Les méthodes de dosage utilisées sont décrites par *Rodier* (1996), *Tardat-Henry* et *Beaudry* (1984) ou par les catalogues de l'appareillage utilisé :

- **pH** : On mesure le pH d'une eau à l'aide d'un pH mètre HANNA instruments (pH 902). Avant chaque essai, nous procédions à l'étalonnage de cet appareil à l'aide des solutions tampons 4.01 et 9.18.
- **Conductivité** : Elle est mesurée au moyen d'un conductimètre électrique de type « Biobloc scientifique LF 315 » donnant des mesures en  $\mu\text{s}/\text{cm}$  et en  $\text{ms}/\text{cm}$ .
- **Titre alcalimétrique complet (T.A.C)** : L'échantillon d'eau à analyser est additionné de quelques gouttes (2 à 3) de méthylorange puis titré à l'aide d'acide sulfurique jusqu'au virage au jaune orange. Le TAC est exprimé en milliéquivalents par litre ou en degrés français. (*Tardat-Henry, 1984*).
- **Titre hydrométrique (TH)** : La dureté totale ou hydrométrique (TH) est la somme des concentrations en  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$ . Le mode opératoire consiste à prélever 100 ml d'eau à analyser, ajouter 5 ml de solution tampon (pH = 10) et quelques gouttes d'indicateur coloré (noir d'eriochrome T). Enfin, on verse la solution d'EDTA jusqu'au virage du rouge vieux au bleu vert, ce volume versé correspond à la dureté totale (en °F) (*Rodier, 1996*).
- **Turbidité** : Elle est mesurée au laboratoire par la méthode néphélométrique à l'aide d'un turbidimètre « HACH », les résultats sont exprimés en NTU.
- **Dosage des chlorures** : Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent ( $\text{AgNO}_3$ ) en présence de chromate de potassium ( $\text{KCrO}_4$ ) jusqu'à apparition d'une coloration rouge brique, c'est le principe de la méthode de Mohr (*Rodier, 1996*).
- **Dosage des sulfates** : Le dosage est réalisé par colorimétrie sur un photomètre « Palintest ».
- **Le dosage de l'aluminium résiduel** : A été effectué par photomètre du type « HANNA C 100 multiparameter ion specific meter ». La gamme de détection de cet appareil s'étend de 0 à 1 mg/l.
- **Température** : On mesure la température de l'eau à l'aide d'un thermomètre gradué à 1/10.

## I.4. Description des essais de floculation

### I.4.1. Essais de coagulation- floculation

#### I.4.1.1. Conditions d'agitation

Les essais de jar-test ont été réalisés sur un floculateur à 6 agitateurs (Floculateur Fisher 1198) avec une vitesse de rotation individuelle variant entre 0 et 200 tr/min. Cet appareil permet

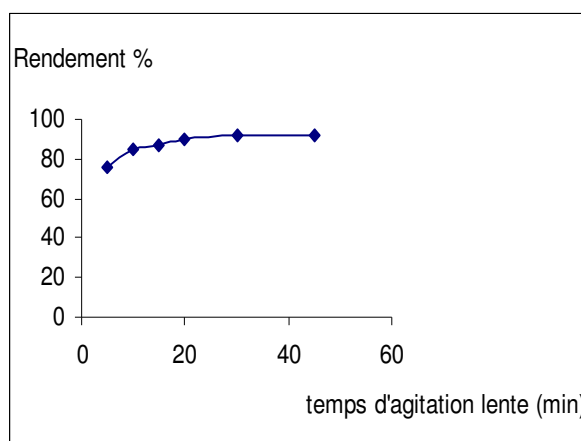
d'agiter simultanément le liquide contenu dans une série de béchers remplis chacun de 500 ml d'eau.

Au cours de notre étude, les solutions enrichies en composés organiques et en coagulant sont soumises pendant 3 min à une agitation rapide de 200 tr/min. La vitesse est par la suite réduite à 60 tr/min pour une durée d'une demi-heure. Après une décantation de 30 minutes, le surnageant est récupéré pour être filtré sous vide sur membrane OSMONICS INC de porosité 0.45  $\mu\text{m}$ . Le filtrat est ensuite dosé par analyse au spectrophotomètre.

Ces conditions expérimentales peuvent se justifier par les résultats d'études antérieures (*Achour et Guesbaya, 2005 ; Rezeg, 2004, Hecini et Achour, 2008*) se rapportant à la coagulation-floculation de divers composés organiques.

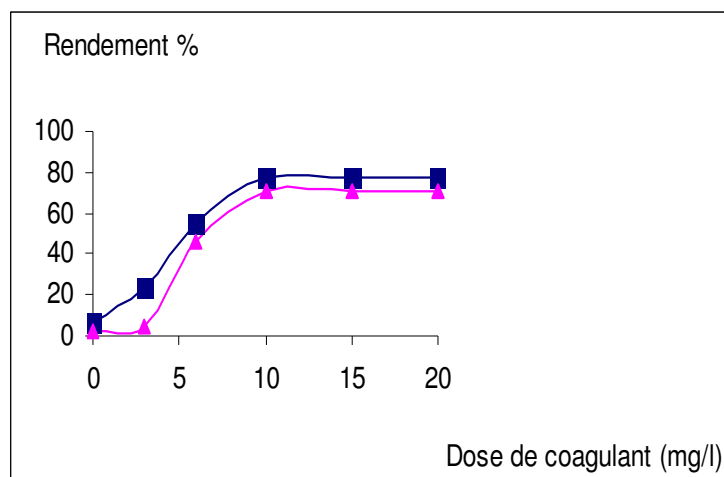
Au cours de nos manipulations, 3 minutes d'agitation rapide ont été nécessaires du fait que l'ajustement du pH à l'aide de solution de soude et d'acide chlorhydrique a été effectué au cours de cette phase rapide. Ce laps de temps permet aussi d'introduire le charbon actif en même temps que le coagulant. Pour la phase d'agitation lente, l'étude réalisée par *Guesbaya (1998)* et *Rezeg (2004)* sur la coagulation-floculation de composés organiques, a montré que le meilleur floc est obtenu à 60tr/min pendant 30 min.

Nous avons ainsi vérifié par un essai sur les SH ( $C_0= 5\text{mg/l}$ , pH non ajusté) que le temps optimal d'agitation lente était bien de 30min. Les résultats obtenus sont présentés sur la figure 6.



**Figure 6 :** L'effet du temps de l'agitation lente sur la coagulation-floculation de SH.

De même, nous avons comparé, en eau distillée, l'abattement des composés organiques par les mesures d'absorbance après une demi-heure de décantation + filtration sur membrane, et par décantation seule de 3 heures. Nous distinguons que la première technique (la technique adoptée) a abouti aux meilleurs résultats. La figure7 montre, à titre d'exemple, l'influence des deux techniques sur les pourcentages d'élimination des substances humiques en eau distillée.



**Figure 7 :** Influence des conditions de décantation et de filtration sur l'élimination des substances humiques (5 mg/l)  
 ( ■ ) : Une demi-heure de décantation + filtration ; ( ▲ ) : après 3 heures de décantation

#### I.4.1.2. Description des essais réalisés

En tenant compte de l'influence de la dose de coagulant et du paramètre pH sur les rendements d'élimination des composés organiques, nos essais ont été conduits dans un premier temps en eau distillée seule.

Chacun des composés organiques (substances humiques, acide pyromellitique et phloroglucinol) a été dissous en eau distillée puis coagulé à différentes teneurs en sulfate d'aluminium afin de déterminer les doses optimales de coagulant.

En outre, d'autres essais expérimentaux ont été réalisés permettant de mieux discuter les mécanismes d'interaction entre les composés organiques et le sulfate d'aluminium tels que l'ajustement du pH = 3 à 9 par ajout de solution de soude ou d'acide chlorhydrique. Le tableau 16 récapitule les conditions expérimentales des essais de floculation en eau distillée.

**Tableau 16:** Conditions expérimentales des essais de floculation en eau distillée.

Paramètres	Composés organiques		
	Substances humiques	Acide pyromellitique	Phloroglucinol
Concentration initiale $C_0$ (mg/l)	5	10	10
Dose de sulfate d'aluminium (mg/l)	0 à 20	0 à 400	0 à 100
pH	3 à 9	5.5 et 7	7



### I.4.2. Essais de combinaison sulfate d'aluminium / charbon actif

Les essais de combinaison en eau distillée sont réalisés en présence des mêmes composés organiques que pour les essais de coagulation–floculation (substances humiques, acide pyroméllitique, phloroglucinol). Les réactifs utilisés sont le sulfate d'aluminium (SA), et le charbon actif en poudre (CAP) et en grains (CAG). Les essais ont été effectués en tenant compte de différents paramètres (Dose de Charbon actif, dose de coagulant, pH, concentration initiale des composés organiques). Le tableau 17 récapitule les conditions expérimentales adoptées au cours des essais.

**Tableau 17 :** Conditions expérimentales des essais de combinaison Sulfate d'aluminium / Charbon actif en eau distillée.

Paramètres	Composés organiques		
	Substances humiques	Acide pyroméllitique	Phloroglucinol
Concentration initiale $C_0$ (mg/l)	5	5 et 10	10
Dose de coagulant (mg/l)	5 et 10	25 à 200	10
Dose de charbon actif (mg/l) (CAP ; CAG)	0 à 2000	0 à 4000	0 à 4000
pH (CAP)	2.52 à 9	3 à 8	3 à 9
pH (CAG)	/	3 à 8	3 à 9

Le pourcentage d'abattement de composés organiques lors des essais en solutions synthétiques est évalué par le rendement exprimé par :

$$R\% = \frac{C_0 - C_f}{C_0} \times 100$$

$C_0$  et  $C_f$  représentent respectivement les concentrations initiales et finales en composé organique exprimées en mg/l.

Les concentrations finales des composés organiques sont déduites à partir des courbes d'étalonnage qui ont été établies préalablement pour chaque composé dans l'eau distillée.

Concernant les essais en eau de surface (Eau du barrage Foug El Gherza), les essais de jar-test sont réalisés sur les eaux de surface brutes puis sur les mêmes eaux dopées en composés organiques. Pour chaque cas, le sulfate d'aluminium est testé seul puis en combinaison avec le charbon actif. Du fait que la matrice organique de cette eau de surface est complexe, le rendement d'élimination est exprimé à partir de l'abattement de l'absorbance UV à une longueur d'onde de 254 nm.

## **I.5. Conclusion**

Ce chapitre nous a permis de faire la lumière sur le mode expérimental concernant notre étude ainsi que les appareils et les réactifs utilisés. Nous avons d'abord décrit la préparation des solutions nécessaires à nos essais ainsi que les principales méthodes analytiques. Les conditions expérimentales du Jar Test ont également été présentées pour les essais en présence du sulfate d'aluminium seul puis combiné au charbon actif en poudre et en grains. Les résultats et leurs interprétations sont présentés dans les chapitres suivants.