الجـــــمـــهـــوريـــــــة الجـــــــــزائـــريـــة الديمـــــــقـــراطـيـــة الـشـــــــــعـبـيـــة

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التـــــعـــــليـــم العـــالي والبـــحث العـــلـــمـــــي

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة محمد البشير الإبراهيمي - برج بوعريريج

Université de Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi - Bordj Bou Arreridj

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Génie de l'Environnement

MÉMOIRE

Présenté pour l'obtention du **diplôme** de **MASTER**

En : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des procédés de l'environnement

Par : BENAMMAR Ferial

Sujet

Étude de l'élimination d'un colorant par coagulation-floculation

Soutenu publiquement, le 04 /06 /2026, devant le jury composé de :

Mme TABTI Lilia	MCB	**Univ-BBA**	Présidente
Mme BEKRI Sarra	MCB	**Univ-BBA**	Examinatrice
Mme ABDOUNE Yamina	MCB	**Univ-BBA**	Encadrante

Année Universitaire 2025/2026

RESUME

L'objectif de ce travail est l'élimination du Rouge Congo présent dans l'eau par un traitement physico-chimique basé sur le procédé de coagulation-floculation. Deux coagulants ont été utilisés à savoir le chlorure ferrique et la poudre de caroube

Les résultats obtenus montrent que le $FeCl_3$ permet une bonne élimination du colorant, avec un rendement de coagulation de 97 % pour une dose optimale de chlorure ferrique de 50 mg/L, une concentration du Rouge Congo de 50 mg/L et un pH de 6.5. Pour la poudre de caroube, elle a permis d'éliminer 68 % de Rouge Congo pour une dose optimale de la poudre de caroube de 4 g/L, une concentration du Rouge Congo de 30 mg/L et un pH de 6.5.

Mots-clés : eau, colorants, Rouge Congo, coagulation-floculation, chlorure ferrique, caroube.

Abstract

The objective of this work was the removal of Congo Red from water using a physicochemical treatment based on the coagulation-flocculation process. Two coagulants were used: iron chloride and carob powder.

The results obtained show that $FeCl_3$ effectively removed the dye, with a coagulation efficiency of 97% for an optimal ferric chloride dose of 50 mg/L, Congo Red concentration of 50 mg/L, and pH of 6.5. For carob powder, it eliminated 68% of Congo Red with an optimal carob powder dose of 4 g/L, Congo Red concentration of 30 mg/L and pH of 6.5.

Keywords: water, dyes, Congo Red, coagulation-flocculation, ferric chloride, carob.

ملخص

كان الهدف من هذه الدراسة إزالة صبغة الكونغو الحمراء من الماء باستخدام معالجة فيزيائية كيميائية تعتمد على عملية التخثير والتلبيد. استُخدم نوعان من المُخثِّرات: كلوريد الحديد ومسحوق الخروب.

أظهرت النتائج أن كلوريد الحديد أزال الصبغة بكفاءة عالية، حيث بلغت كفاءة التخثير 97% عند استخدام جرعة مثلى من كلوريد الحديد مقدارها 50 ملغ/ل، وتركيز صبغة الكونغو الحمراء 50 ملغ/ل، ودرجة حموضة 6.5. بالنسبة لمسحوق الخروب، فقد أتاح ذلك إمكانية التخلص من 68٪ من صبغة الكونغوالحمراء للحصول على جرعة مثالية من مسحوقا لخروب تبلغ 4 غ/ل، وتركيز صبغة الكونغو الحمراء 30 ملغ/ل، ودرجة حموضة 6.5.

الكلمات المفتاحية: الماء، الأصباغ، الأحمر الكونغولي، التخثر والتلبد، كلوريد الحديديك، الخروب.

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail,

À mes très chers parents,
aucun mot ne saurait exprimer ma profonde gratitude pour votre amour infini, vos sacrifices, vos encouragements constants et votre soutien indéfectible tout au long de mon parcours. Que Dieu vous protège et vous accorde santé et bonheur.

À ma chère mère,
pour sa tendresse, sa patience, ses prières et son amour inconditionnel. Merci d'avoir toujours cru en moi.

À mon cher père,
pour ses précieux conseils, son soutien moral et les valeurs qu'il m'a transmises, qui m'ont guidée vers la réussite.

À mes frères et sœurs,
pour leur présence, leur affection et leurs encouragements qui m'ont donné la force d'avancer.

À toute ma famille,
pour leur soutien et leurs prières.

À toutes les personnes qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.

Je dédie également ce travail à tous ceux qui m'aiment et me souhaitent la réussite.

REMERCIEMENTS

Avant tout, je remercie Allah le Tout-Puissant de m'avoir accordé la santé, la volonté, la patience et le courage nécessaires pour accomplir ce modeste travail.

Je tiens à exprimer ma profonde gratitude à mon encadrante, pour son accompagnement, sa disponibilité, ses précieux conseils et son soutien tout au long de la réalisation de ce mémoire.

J'adresse également mes sincères remerciements aux membres du jury pour l'honneur qu'ils me font en acceptant d'évaluer ce travail, ainsi que pour leurs remarques pertinentes et leurs suggestions constructives.

Mes remerciements s'adressent également à l'ensemble des enseignants qui ont contribué à ma formation, ainsi qu'au personnel du laboratoire de traitement des eaux de l'Université Mohamed El-Bachir El-Ibrahimi pour leur aide et leur collaboration.

Je remercie chaleureusement ma famille pour son soutien moral, ses sacrifices et ses encouragements constants tout au long de mes études.

Enfin, je remercie toutes les personnes qui ont contribué, directement ou indirectement, à l'aboutissement de ce travail.

Liste des abréviations

CAP : charbon actif en poudre

IR : Infrarouge

PC : Poudre de caroube

pH : Potentiel hydrogène

RC : Rouge Congo

Re : Rendement

LISTE DES FIGURES

Figure I. 1 : Fruit du caroubier. 9
Figure I. 2 : Nature et taille des particules colloïdales dans l'environnement 10
Figure I. 3 : Potentiel zéta. 12
Figure I. 4 : Effet de la distance sur la force de répulsion électrostatique, la force d'attraction et l'énergie résultante 13
Figure I. 5 : Mécanisme de coagulation par balayage et piégeage mécanique des colloïdes. 15
Figure I. 6 : Processus de floculation par adsorption et pontage interparticulaire à l'aide de macromolécules de polymères. 15
Figure I. 7 : Mécanisme d'action des polyélectrolytes synthétiques par adsorption et pontage macromoléculaire. 16
Figure I. 8 : Clarification de l'eau par coagulation –floculation en utilisant Moringa oleifera 17

Figure II. 1: pH mètre. 19
Figure II. 2 : Spectrophotomètre UV-Visible. 19
Figure II. 3 : La Balance. 20
Figure II. 4 : Spectrophotomètre IR. 20
Figure II. 5 : Jar-test de laboratoire utilisé pour les essais de coagulation-floculation. 21
Figure II. 6 : La poudre de caroube. 22
Figure II. 7 : Solution d'étalonnage du Rouge Congo. 23
Figure II. 8 : Courbe d'étalonnage du Rouge Congo à pH = 4 et pH = 6,5. 24

Figure III. 1 : Evolution du rendement d'élimination du Rouge Congo en fonction de la dose de $FeCl_3$ et PC. 28
Figure III. 2 : Couleur des solutions de RC traité par $FeCl_3$ avant (a) et après la coagulation (b). 29
Figure III. 3 : Evolution de pH final de la solution de RC en fonction de la dose de $Fecl_3$ et de la PC. 30
Figure III. 4 : Couleur des solutions de Rouge Congo à différentes dose après la coagulation avec $FeCl_3$. 31
Figure III. 5 : Evolution de l'efficacité d'élimination du RC en fonction de la variation de sa teneur initiale dans les conditions optimum de la dose de coagulant. 32
Figure III. 6 : Couleur des solutions de RC à différents pH. 33
Figure III. 7 : Evolution de l'efficacité d'élimination du RC en fonction de pH dans les conditions optimum 34
Figure III. 8 : Photo présente la couleur de la solution après coagulation avec chlorure ferrique(a) et la poudre de caroube (b) pour différentes dose de charbon actif 35
Figure III. 9 : Evolution de l'efficacité d'élimination du RC en fonction de la variation de la dose de CAP dans les conditions optimum de la dose de coagulant, de RC et de pH. 36
Figure III. 10 : Le spectre IR de la poudre de caroube. 37

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I. 1 : Les principaux groupes chromophores et auxochromes. 4
Tableau I. 2 : Classification des colorants..... 5

Tableau II. 1 : Les produits chimiques utilisés au cours des essais. 21

Tableau III. 1 : Les nombres d'onde des pics du spectre IR et l'attribution des bandes d'élongation de la composition chimique de caroube 38

TABLE DES MATIÈRES

Résumé
Dédicace
Remerciements
Liste des abréviations
Liste des figures
Liste des Tableaux
Introduction générale 1
Chapitre I : Synthèse bibliographique
I.1 Introduction 3
I.2 Colorants 4
I.2.1 Définition d'un colorant 4
I.3 Classification des colorants 5
I.4 Colorant Rouge Congo 6
I.4.1 Caractéristiques chimiques du Rouge Congo 6
I.5 Domaines d'application des Colorants 7
I.6 Effets toxiques des colorants 7
I.6.1 Effet de la toxicité des colorants sur la santé humaine 7
I.6.2 Toxicité des milieux aquatiques par les rejets industriels colorés 7
I.6.3 Toxicité par les colorants alimentaires 8
I.7 Présentation de la plante de caroubier 8
I.7.1 Caractères généraux 8
I.7.2 Le fruit 8
I.7.3 Distribution géographique 9
I.8 Coagulation-floculation 10
I.9 Stabilité des suspensions colloïdales 11
I.9.1 Théorie de la double couche 11
I.9.2 Forces d'attraction–répulsion 12
I.10 Coagulation 13
I.10.1 Réduction du potentiel zêta 13
I.10.2 Utilisation de polymères organiques 13
I.11 Mécanisme de la coagulation 14

I.11.1 Compression de la double couche (coagulation électrostatique) 14
I.11.2 Adsorption et la neutralisation des charges électriques 14
I.11.3 Emprisonnement des particules dans un précipité (coagulation par balayage) 14
I.11.4 Adsorption suivie d'un pontage interparticulaire 15
I.12 Types de coagulants 16
I.12.1 Coagulants minéraux (sels métalliques) 16
I.12.2 Coagulants synthétiques organiques (poly électrolytes) 16
I.12.3 Coagulants naturels 17
I.13 Floculation 17
I.14 Comparaison entre les coagulants chimiques et naturels 17
Chapitre II : Matériel et méthodes
II.1 Introduction 19
II.2 Matériel et réactifs 19
II.2.1 Matériel utilisé 19
II.2.2 Réactifs 21
II.3 Préparation de la poudre de caroube 21
II.4 Préparation des solutions 22
II.4.1 Préparation de la solution de chlorure ferrique 22
II.4.2 Préparation de la solution de Rouge Congo 23
II.5 Courbes d'étalonnage de Rouge Congo 23
II.6 Description des essais de coagulation-floculation 24
II.7 Paramètres testés 25
II.7.1 Influence de la dose du coagulant 25
II.7.2 Influence de la teneur initiale en Rouge Congo 25
II.7.3 Influence du pH 26
II.7.4 Influence de la masse de charbon actif 26
II.8 Analyse de la poudre de caroube par spectroscopie infrarouge (IR) 26
II.9 Conclusion 26
Chapitre III : Résultants et discussion
III.2 Effet de la variation de la dose du coagulant 27
III.3 Effet de la teneur initiale de Rouge Congo 30
III.7 Conclusion 38
Conclusion générale 39
Bibliographie

Introduction générale

Introduction générale

La pollution des eaux par les colorants synthétiques constitue une problématique environnementale majeure en raison de leur large utilisation dans les industries textiles, papetières et pharmaceutiques. Une partie importante de ces colorants est rejetée dans les effluents sans traitement approprié, provoquant une coloration persistante des eaux, une diminution de la pénétration de la lumière et une perturbation des écosystèmes aquatiques **[1].**

Parmi ces colorants, le Rouge Congoqui est un colorant azoïque anionique largement utilisé dans divers procédés industriels. Sa structure chimique complexe lui confère une grande stabilité physico-chimique et une forte résistance à la biodégradation, ce qui rend son élimination difficile par les procédés classiques de traitement biologique. De plus, sa dégradation peut générer des composés aromatiques toxiques susceptibles de présenter des risques pour la santé humaine et l'environnement **[2].**

Afin de réduire l'impact de ces rejets, plusieurs techniques de traitement ont été développées, notamment l'adsorption, l'oxydation avancée, la filtration membranaire et les procédés physicochimiques. Parmi ces méthodes, la coagulation-floculation se distingue par sa simplicité, son efficacité et son coût relativement faible **[3]**. Ce procédé consiste à déstabiliser les particules colloïdales et les molécules dissoutes à l'aide d'un coagulant, favorisant ainsi leur agglomération en flocs facilement éliminables par décantation ou filtration.

L'efficacité de ce traitement dépend de plusieurs paramètres opératoires tels que le pH, la dose de coagulant, le temps d'agitation et la nature du coagulant utilisé **[4].** L'optimisation de ces paramètres permet d'améliorer considérablement le rendement d'élimination du colorant.

Dans ce contexte, ce travail porte sur l'étude de l'élimination du Rouge Congo (RG) par coagulation-floculation par deux coagulants : chlorure ferrique ($FeCl_3$) et la poudre de caroube (PC). L'objectif principal est d'évaluer l'influence des différents paramètres expérimentaux (la dose de coagulant, de Rouge Congo, le pH et l'effet de charbon actif comme adjuvant) afin de déterminer les conditions optimales permettant d'obtenir une élimination maximale du colorant.

Pour aboutir à notre objectif et présenter le travail réalisé, nous l'avons scindé notre mémoire en chapitres structuré comme suit :

La première partie de l'étude est une synthèse bibliographique organisée autour :

- Chapitre 1 : présente une généralité sur les colorants, dans ce chapitre il sera question de décrire les propriétés générales des colorants et leurs différents types ; la classification des colorants ; une description générale du colorant Rouge Congo ; domaine d'utilisation des colorants ; les colorants utilisés dans l'industrie et leurs effets toxiques, ainsi que la théorie du procédé de le coagulation-floculation.

La deuxième partie comporte deux autres chapitres :

- Chapitre 2 : décrit l'ensemble des méthodes expérimentales et les différents coagulants utilisés ainsi que le matériel utilisé dans cette étude.
- Chapitre 3 : correspond à la présentation et à la discussion des résultats obtenus au cours de cette étude.

En conclusion, une synthèse des résultats obtenus sera présentée, en insistant sur les points les plus pertinents rencontrés lors de cette étude.

Chapitre I
Synthèse bibliographique

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.1 Introduction

La prise de conscience des dangers que représente la pollution de notre espace de vie constitue aujourd'hui une réalité incontournable et une nécessité impérieuse, qui doit se traduire par une lutte active sous toutes ses formes. La pollution affecte l'ensemble des compartiments de l'environnement, notamment l'eau, l'air et le sol **[5]**. Elle résulte principalement de la dispersion de contaminants organiques et inorganiques.

Parmi les différentes formes de pollution, celle des ressources en eau occupe une place prépondérante dans les préoccupations environnementales actuelles. Cette situation s'explique, d'une part, par la limitation des ressources hydriques et, d'autre part, par l'intensification des activités industrielles et économiques, générant des volumes croissants d'eaux usées **[6].**

Parmi les secteurs industriels les plus consommateurs d'eau, les industries textile et de tannerie figurent en tête de liste **[7, 8]**. Ces industries utilisent une grande variété de substances colorantes, notamment des colorants synthétiques, en raison de leur facilité de production, de leur coût relativement faible et de la diversité des teintes qu'ils offrent comparativement aux colorants naturels.

Cependant, malgré leurs avantages, les colorants synthétiques présentent des inconvénients majeurs. Ils sont souvent toxiques, persistants dans l'environnement et certains d'entre eux sont reconnus pour leur caractère cancérigène pour les organismes vivants. Les rejets issus de ces industries contiennent des eaux fortement colorées, susceptibles d'altérer la qualité des milieux récepteurs tels que les rivières, les mers ou les sols **[9].**

Face à ces enjeux, les réglementations environnementales imposent aux industries de traiter leurs effluents avant leur rejet dans le milieu naturel, afin de réduire leur toxicité et de respecter les normes en vigueur. Pour atteindre ces objectifs, plusieurs procédés de traitement sont mis en œuvre au sein d'une chaîne de traitement adaptée.

Dans ce contexte, il apparaît essentiel de s'intéresser aux colorants, à leurs caractéristiques et aux méthodes permettant leur élimination. Ce chapitre est consacré à une étude bibliographique portant sur les colorants et le procédé de coagulation–floculation.

I.2 Colorants

I.2.1 Définition d'un colorant

Un colorant est une substance colorée naturelle ou synthétique qui mise en contact avec le milieu (ou un support) auquel elle est destinée, interagit avec celui-ci en s'y dissolvant et/ou s'y dispersant lui conférant la propriété de teindre. Cette propriété résulte d'une affinité particulière entre le colorant et la fibre, selon le type d'application et d'utilisation .de ce fait, il se fixe sur la fibre de manière à lui donner une coloration durable **[10].**

I.2.2 Caractéristiques générales des colorants

Un colorant possède généralement une très grande aptitude à se fixer par teinture ou impression sur la plupart des textiles, c'est le plus souvent un composé organique.

Ces composés chimiques colorés contiennent habituellement certains groupes qui s'appellent chromophores attachées généralement aux cycles aromatiques (Tableau I.1). La coloration de ces composés peut être intensifiée ou modifiée par certains d'autres groupes appelés auxochromes **[11].**

Tableau I. 1: Les principaux groupes chromophores et auxochromes.

Groupes chromophores	**Groupes auxochromes**
Azo (-N=N-)	Amino ($-NH_2$)
Nitroso (-NO ou –N-OH)	Méthylamino ($-NHCH_3$)
Carbonyl (=C=O)	Diméthylamino ($-N(CH_3)_2$)
Vinyl (-C=C-)	Hydroxyl (-HO)
Nitro ($-NO_2$ou =NO-OH)	Alkoxyl (-OR)
Sulfure (>C=S)	Groupes donneurs d'électrons

Il peut être difficile de faire la distinction entre les colorants proprement dites, les pigments et les pigments laqués.

- Les colorants : sont des substances solubles dans les solutions pour donner leurs couleurs ;
- Les pigments : sont des corps insolubles, utilisés dans l'industrie pour obtenir des couleurs ;
- Les pigments laqués : sont des pigments solubles que l'on fixe sur un support minéral.

I.3 Classification des colorants

Les colorants peuvent être classés selon différents critères ; le tableau suivant montre ces classifications.

Tableau I. 2 : Classification des colorants.

Critère de classification	Type de colorant	Description	Exemples
Selon l'origine	Naturels	Colorants extraits de sources naturelles (végétales, animales, minérales)	Indigo, curcuma, cochenille
	Synthétiques	Produits par synthèse chimique, largement utilisés en industrie	Rouge Congo, bleu de méthylène
Selon la structure chimique	Azoïques (–N=N–)	Contiennent un ou plusieurs groupements azo	Rouge Congo
	Anthraquinoniques	Basés sur le noyau anthraquinone	Alizarine
	Triphénylméthanes	Structure à trois noyaux benzéniques	Vert malachite
	Indigoïdes	Dérivés de l'indigo	Indigo
Selon la solubilité	Solublesdansl'eau	Se dissolvent facilement dans l'eau	Colorants acides, directs
	Insolubles (pigments)	Nécessitent un liant pour application	Pigments industriels
Selon la charge ionique	Anioniques	Chargés négativement	Colorants acides, directs
	Cationiques	Chargés positivement	Colorants basiques
	Non ioniques	Sans charge	Colorants dispersés
Selon le mode d'application	Acides	Utilisés en milieu acide pour fibres protéiques	Laine, soie
	Basiques	Pour fibresacryliques	Acrylique
	Directs	Application directesurcoton	Coton
	Réactifs	Liaison chimique avec la fibre	Coton, viscose
	Dispersés	Pour fibres synthétiques	Polyester

I.4 Colorant Rouge Congo

Le Rouge Congo est un colorant appartenant à la famille des colorants polyazoïques. Il possède deux chromophores de type azoïque (–N=N–), chacun constitué de deux atomes d'azote liés par une double liaison et porteurs de substituants variés.

Ces groupements azo sont responsables de ses propriétés colorantes et de sa forte intensité de teinte [12].

I.4.1 Caractéristiques chimiquesdu Rouge Congo

Le Rouge Congo est un colorant azoïque anionique largement utilisé dans les domaines textiles et analytiques.

Son nom chimique est *3,3'-[(1,1'-biphényl)-4,4'-diylbis(azo)]bis(4-aminonaphtalène-1-sulfonate) de disodium*, et il est identifié par le numéro CAS 573-58-0 ainsi que par l'index de couleur C.I. 22120. Également connu sous le nom de *Direct Red 28*, il possède la formule chimique $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$ et une masse molaire de 696,66 $g \cdot mol^{-1}$. Sa structure contient des groupements azo (–N=N–) responsables de sa coloration, ainsi que des groupements sulfonates ($–SO_3^-$) qui lui confèrent un caractère anionique et une bonne solubilité dans l'eau. La longueur d'onde maximale d'absorption du Rouge Congo est d'environ 500 nm, ce qui correspond à une absorption dans le domaine du vert et explique sa couleur rouge. Par ailleurs, ce colorant présente une sensibilité au pH, se transformant en bleu en milieu acide et en rouge en milieu basique, propriété qui le rend utile comme indicateur dans certaines applications **[13].**

I.4.2 Caractéristiques physiques du Rouge Congo

Le Rouge Congo présente des propriétés physiques caractéristiques qui influencent son comportement dans les procédés de traitement des eaux.

Ce colorant possède une température de fusion élevée (> 360 °C), ce qui traduit sa stabilité thermique importante. À pression atmosphérique normale (760 mmHg), il se présente généralement sous forme de poudre solide. En ce qui concerne sa solubilité, le Rouge Congo est soluble dans l'eau à raison d'environ 25 $g \cdot L^{-1}$ à 20 °C, ce qui favorise sa dispersion dans les milieux aqueux, notamment dans les effluents industriels. Il est également très soluble dans l'alcool, ce qui confirme sa nature organique et

facilite son utilisation dans diverses applications. Ces propriétés physiques jouent un rôle essentiel dans sa mobilité, sa persistance dans l'environnement et son traitement par des procédés physico-chimiques tels que la coagulation-floculation **[14].**

I.5 Domaines d'application des Colorants

Les colorants présentent de nombreuses applications dans différents domaines, dont voici quelques-unes essentielles **[15].**

- Dans l'industrie des matières plastiques (pigments).
- Dans l'industrie du bâtiment : peintures (pigments).
- Dans l'industrie pharmaceutique (colorants).
- Dans l'industrie des cosmétiques.
- Dans l'industrie agroalimentaire (colorants alimentaires).
- Dans les industries des carburants et des huiles.
- Dans l'imprimerie (encre, papier)

I.6 Effets toxiques des colorants

I.6.1 Effet de la toxicité des colorants sur la santé humaine

Plusieurs travaux de recherche ont montré que les ouvriers des usines de fabrication des colorants de la série du triphénylméthane sont souvent exposés à des risques d'eczéma et d'ulcération [16]. D'autres études ont également signalé que les colorants aminés peuvent provoquer des irritations cutanées ainsi que des dermites [17]. Selon plusieurs recherches, des réactions allergiques, parfois accompagnées d'asthme et surtout de dermites eczémateuses, ont été observées avec divers colorants aminés azoïques et anthraquinoniques, ainsi qu'avec certains colorants du groupe des naphtalènes.

I.6.2 Toxicité des milieux aquatiques par les rejets industriels colorés

Les rejets d'effluents des industries textiles, chargés en colorants, dans les rivières, peuvent nuire grandement aux espèces animales, végétales ainsi qu'aux divers microorganismes vivant dans ces eaux. Cette toxicité pourrait être liée à la diminution de l'oxygène dissous dans ces milieux. Par ailleurs, leur très faible biodégradabilité, due à leur poids moléculaire élevé et à leurs structures complexes, confère à ces composés un caractère toxique pouvant être élevé ou faible [18]**.** De ce fait,

ils peuvent persister longtemps dans ce milieu, engendrant ainsi des perturbations importantes dans les différents mécanismes naturels existant dans la flore (pouvoir d'auto épuration des cours d'eau, inhibition de la croissance des végétaux aquatiques…) et dans la faune (destruction d'une catégorie de poissons, de microorganismes…). Dans ces conditions, la dose létale 50 (DL_{50}) reste le meilleur paramètre pour évaluer les effets toxiques causés par ces déversements.

I.6.3 Toxicité par les colorants alimentaires

L'emploi des colorants dans l'industrie alimentaire, particulièrement les synthétiques, se pose depuis plus d'un siècle. L'histoire a montré que l'usage de ces produits répondait à des considérations socio-psychologiques (l'homme a toujours cherché à se vêtir et à se nourrir selon ses goûts) et économiques. Pour ce dernier point, il faut signaler que le profit qui est pratiquement l'unique objectif du producteur, a poussé ce dernier à intégrer plusieurs colorants dans les divers procédés de fabrication des aliments. Ce qui a engendré des problèmes de santé chez l'être l'humain, à cause de la toxicité de ces composés.

I.7 Présentation de la plante de caroubier

I.7.1 Caractères généraux

Le caroubier est un arbre ou un arbuste sclérophylle, sempervirent, qui peut atteindre 7 à 20 m de hauteur et une circonférence à la base du tronc de 2 à 3m. Il possède une écorce lisse et grise lorsqu'il est jeune, puis brune et rugueuse à l'âge adulte. Son bois de couleur rougeâtre est très dur. Le caroubier peut vivre jusqu'à 200 ans [19].

I.7.2 Le fruit

Le fruit du caroubier (Figure I.1), appelé caroube ou carouge, est une gousse indéhiscente à bords irréguliers, de forme allongée, rectiligne ou courbée, de 10 à 20 cm de longueur, 1,5 à 3 cm de largeur et de 1 à 2,5 cm d'épaisseur. La gousse est composée de trois parties :

- Epicarpe ou peau, de nature fibreuse et colorée ;

- Mésocarpe ou pulpe, de nature charnue, riche en sucres. Il représente environ 70 à 95% du fruit entier ;

- Endocarpe, de nature fibreuse ; il recouvre l'intérieur du fruit en le divisant en segments ou loges carpellaires où se situent les graines, appelées *garrofines* en espagnol [20]**.**



Figure I. 1 : *Fruit du caroubier.*

Le nombre de fruits résultant de chaque inflorescence est variable selon la variété et il est généralement compris entre 1 et 6 fruits [21].

I.7.3 Distribution géographique

En Algérie, le caroubier est fréquemment cultivé dans l'Atlas Saharien et il est commun dans le tell. On le trouve à l'état naturel en association avec l'amandier, *Oleaeuropea* et *Pistaciaatlantica* dans les états semi-aride, chaud, subhumide, avec une altitude allant de 100m à 1300m dans les vallons frais qui le protègent de la gelée ; avec une température de 5°C jusqu'à 20°C et une pluviométrie de 80 mm à 600 mm/an. Sur la base de ces critères climatiques, l'aire de répartition du caroubier en Algérie a été établie.

Ses lieux de prédilection sont les collines bien ensoleillées des régions littorales ou sublittorales : Sahel algérois, Dahra, Grande–Kabylie et Petite– Kabylie, vallée de la Sommam (1074 ha) et de l'Oued-Isser, collines d'Oran et des coteaux Mostaganem à étage semi-aride chaud, plaines de Bône, Mitidja et les vallées intérieures (1054 ha). Il descend jusqu'à Bou-Saâda, mais n'y porte pas de fruit, et dans la zone de Traras au Nord de Tlemcen (276 ha) [22].

I.8 Coagulation-floculation

La coagulation-floculation est un procédé de traitement de l'eau visant à éliminer les matières en suspension (MES) et les particules colloïdales (Figure I.2). Elle consiste à regrouper ces particules en agrégats appelés flocons, qui peuvent ensuite être retirés facilement par décantation, flottation ou filtration.

Il s'agit d'un traitement physico-chimique permettant d'éliminer les polluants inertes ou biologiques, les fractions floculables de la matière organique, certains métaux lourds ainsi que les micropolluants fixés sur les MES et les suspensions colloïdales.

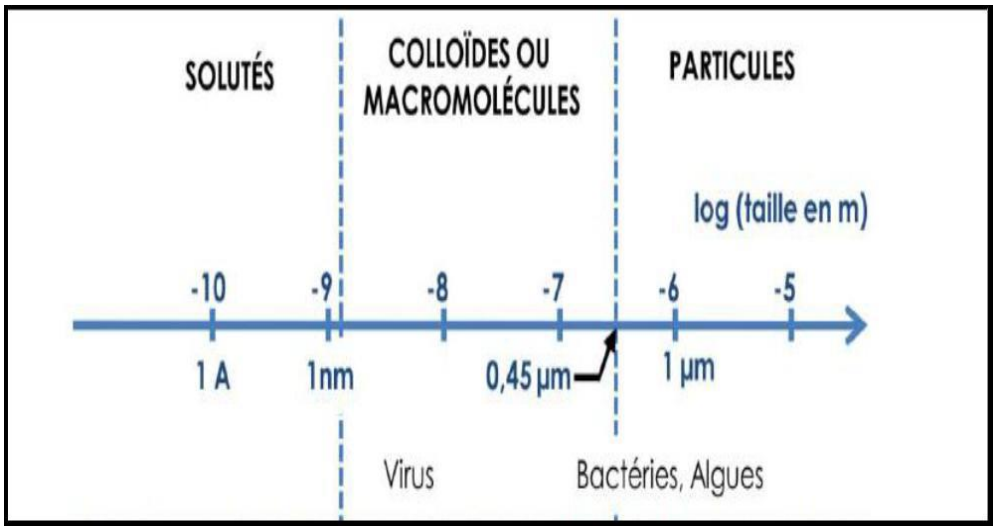


Figure I. 2 : *Nature et taille des particules colloïdales dans l'environnement [23].*

La cinétique de décantation des particules varie en fonction de leur nature, de leur diamètre et de leur surface spécifique. Le temps de sédimentation peut aller d'environ une seconde pour des particules grossières comme le gravier (≈ 10 mm de diamètre et une surface spécifique de l'ordre de 6 × 10^2 $m^2 \cdot m^{-3}$) jusqu'à plusieurs années pouvant atteindre 20 ans pour des colloïdes très fins (≈ 10^{-2} µm) présentant une surface spécifique très élevée (≈ 6 × 10^8 $m^2 \cdot m^{-3}$) **[24].**

Ainsi, certaines particules, en particulier les colloïdes et celles ayant une grande surface spécifique, ne peuvent pas décanter naturellement. Pour permettre leur sédimentation, il est nécessaire d'assembler un grand nombre de colloïdes en agrégats atteignant une taille comprise entre 10 à 100 µm.

Cependant, ces particules sont soumises à des forces électrostatiques répulsives qui empêchent leur rapprochement et leur agrégation. Ce phénomène explique la stabilité de nombreuses suspensions colloïdales.

La déstabilisation de ces suspensions repose sur des mécanismes d'adsorption décrits par la théorie de la double couche électrochimique. Cette théorie permet de comprendre le comportement des colloïdes et les principes de leur traitement par coagulation-floculation.

I.9 Stabilité des suspensions colloïdales

I.9.1 Théorie de la double couche

Les particules colloïdales dispersées dans un milieu polaire contenant des ions exercent une attraction électrostatique sur les ions de charge opposée. Il en résulte la formation, à la surface de ces particules chargées, d'une organisation particulière des charges électriques constituée de deux couches distinctes. Plusieurs modèles théoriques ont été proposés pour expliquer cette structure **[25].**

a. **Modèle de Helmholtz**

Selon cette théorie, la surface du colloïde est entièrement recouverte par une couche compacte d'ions de charge opposée. Cette disposition assure localement l'électroneutralité du système.

b. **Modèle de Gouy-Chapman**

Ce modèle considère que les ions de charge opposée ne sont pas uniformément répartis, mais forment une couche diffuse autour du colloïde. La neutralité électrique n'est atteinte qu'à une certaine distance de la surface de la particule.

c. **Modèle de Stern**

La théorie de Stern combine les deux approches précédentes. Elle distingue une couche interne compacte (semblable à celle décrite par Helmholtz) et une couche externe diffuse (comme dans le modèle de Gouy-Chapman). L'ensemble constitue la double couche électrique responsable de la stabilité des colloïdes.

La figure I.3 illustre les différentes couches entourant les particules colloïdales ainsi que la variation du potentiel électrique associé.

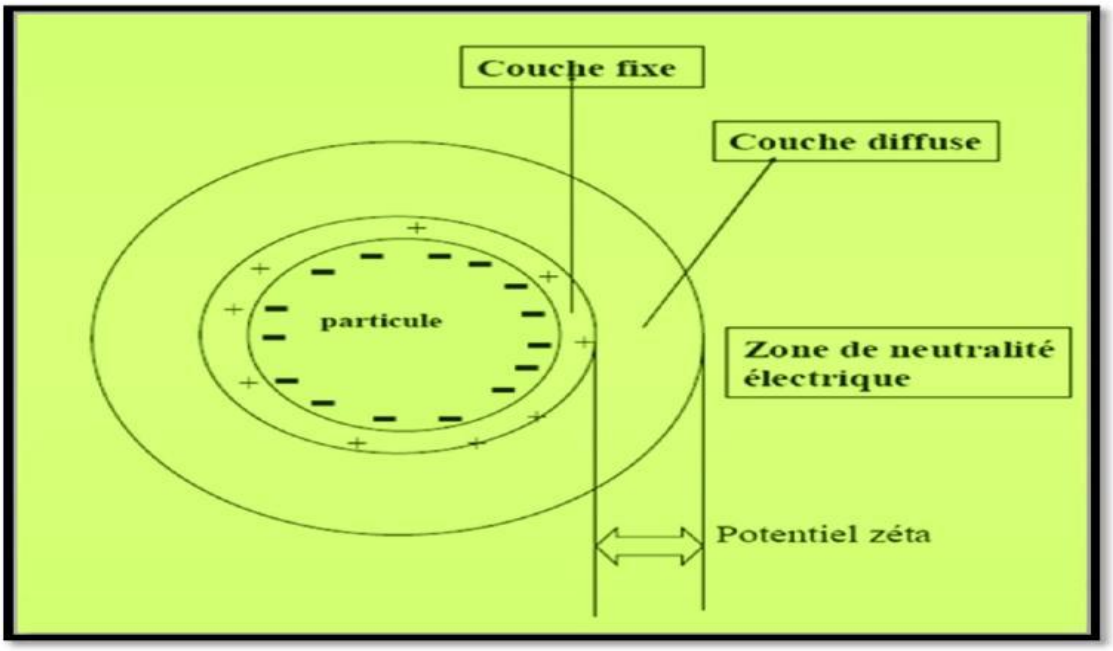


Figure I. 3 : *Potentiel zéta [26].*

I.9.2 Forces d'attraction-répulsion

Les suspensions colloïdales présentent généralement une stabilité cinétique due aux charges électriques (positives ou négatives) portées par leurs particules. Ces charges engendrent des forces de répulsion électrostatique qui empêchent leur rapprochement et maintiennent les particules dispersées dans le milieu.

Parallèlement, il existe des forces d'attraction intermoléculaires, notamment les forces de van der waals, qui favorisent au contraire le rapprochement des particules dispersées. L'équilibre entre ces forces attractives et répulsives conditionne la stabilité ou l'instabilité de la suspension colloïdale.

Lorsque les forces d'attraction deviennent prédominantes par exemple après neutralisation partielle des charges, deux particules peuvent entrer en contact et s'agglomérer pour former un agrégat stable, se comportant alors comme une entité unique de taille plus importante.

La figure I.4 illustre la variation des forces d'attraction et de répulsion en fonction de la distance (d) séparant deux particules colloïdales.

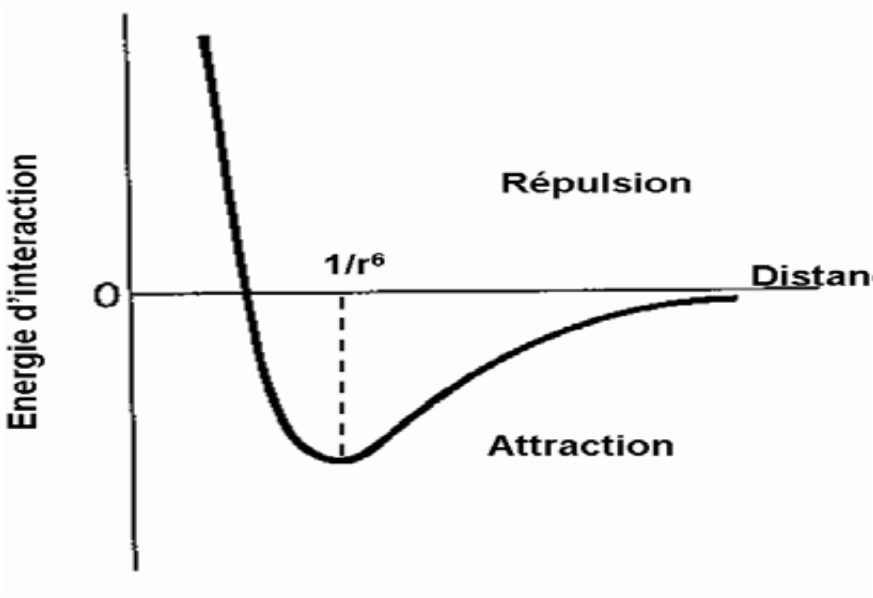


Figure I. 4 : *Effet de la distance sur la force de répulsion électrostatique, la force d'attraction et l'énergie résultante [27].*

I.10 Coagulation

La coagulation correspond à la phase de déstabilisation des particules colloïdales, conduisant à leur agglutination et à la formation de flocs susceptibles d'être éliminés facilement par sédimentation.

Afin de surmonter la barrière énergétique d'interaction entre les particules colloïdales, deux approches principales peuvent être envisagées :

I.10.1 Réduction du potentiel zêta

Elle consiste à ajouter des réactifs minéraux contenant des cations multivalents (tels que Al^{3+} ou Fe^{3+}) capables de s'adsorber à la surface des particules. Cette adsorption entraîne une neutralisation des charges électriques et diminue les forces de répulsion électrostatique. Ce qui favorite le rapprochement des colloïdes.

I.10.2 Utilisation de polymères organiques

Les polymères peuvent provoquer l'agglomération des colloïdes non seulement par neutralisation partielle des charges, mais également par un mécanisme de pontage entre particules. Ils agissent comme un réseau retenant les particules en suspension.

I.11 Mécanisme de la coagulation

D'après la littérature, quatre mécanismes fondamentaux de déstabilisation des particules colloïdales peuvent être distingués [28].

I.11.1 Compression de la double couche (coagulation électrostatique)

Lorsqu'on rapproche deux particules colloïdales semblables, leurs couches diffuses interagissent et génèrent une force de répulsion. Pour vaincre cette force, on ajoute un réactif qui va créer au sein de l'eau une force ionique plus élevée qui va contribuer à faire diminuer l'épaisseur de la double couche **[29].**

Lorsque l'épaisseur diminue, les particules peuvent se rapprocher d'avantage et les forces d'attraction de Van der Waal vont être supérieures aux forces électrostatiques ce qui va favoriser l'agrégation des particules. La figure 9 est représentation schématique de la compression de la couche diffuse **[30]**.

I.11.2 Adsorption et la neutralisation des charges électriques

Ce mécanisme repose sur l'ajout suffisant de cations afin de neutraliser la charge négative des particules stables par adsorption des cations sur leur surface. Par contre, la surdose de coagulant, source de cations, peut résulter en une adsorption trop importante de cations et inverser la charge des particules qui devient alors positive. Les particules seraient ainsi rentabilisées [31].

I.11.3 Emprisonnement des particules dans un précipité (coagulation par balayage)

Cette mécanique intervient lorsqu'on ajoute une dose relativement élevée de coagulants métalliques (sels d'aluminium ou de fer) à un pH approprié. Les ions métalliques s'hydrolysent rapidement pour former un précipité de masse volumique importante d'hydroxydes métalliques (comme l'hydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$ ou de fer $Fe(OH)_3$). En se précipitant et en décantant, ce réseau d'hydroxydes agit comme un filet : il "balaye" et emprisonne mécaniquement les particules colloïdales en suspension dans l'eau, favorisant ainsi leur élimination (Figure I.5) [32].

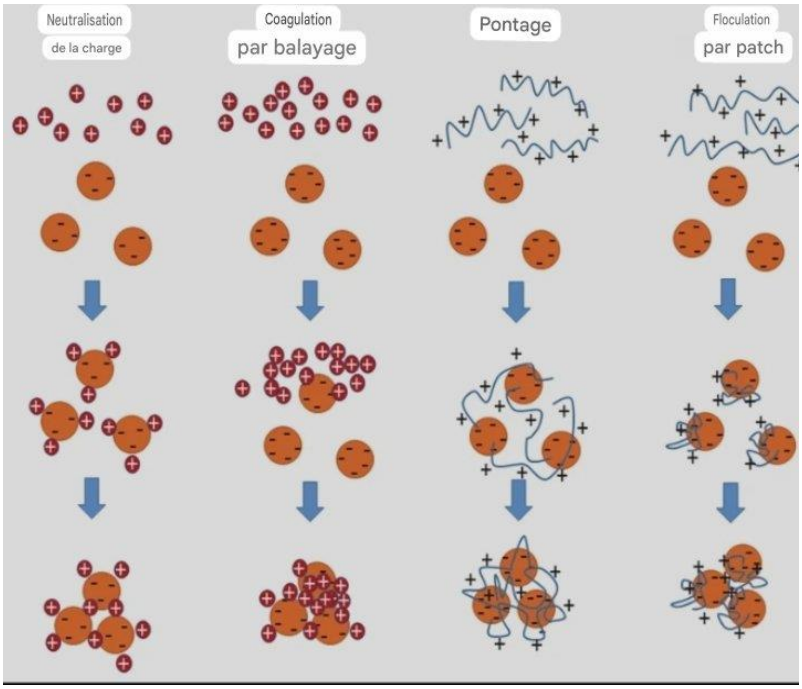


Figure I. 5 : *Mécanisme de coagulation par balayage et piégeage mécanique des colloïdes.*

I.11.4 Adsorption suivie d'un pontage interparticulaire

Ce mécanisme est caractéristique de l'utilisation de polymères (ou polyélectrolytes) à longue chaîne carbonée et à haut poids moléculaire. Dans un premier temps, une section de la molécule de polymère s'adsorbe (se fixe) sur un site actif à la surface d'une particule colloïdale. Le reste de la longue chaîne de polymère reste étendu dans l'eau et va venir se fixer sur une seconde particule disponible. Ce phénomène crée un "pont" physique reliant plusieurs particules entre elles, formant ainsi des flocs plus volumineux, lourds et résistants (Figure I.6) [33].

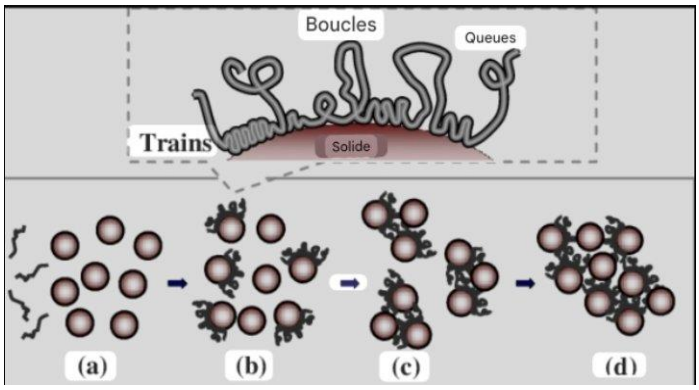


Figure I. 6 : *Processus de floculation par adsorption et pontage interparticulaire à l'aide de macromolécules de polymères.*

I.12 Types de coagulants

I.12.1 Coagulants minéraux (sels métalliques)

Les sels métalliques sont certainement les coagulants les plus utilisés dans le monde actuellement ce sont généralement des sels de métaux qui donnent des cations métalliques, principalement des sels d'aluminium ou de fer **[34].**

Ces produits agissent en neutralisant la charge négative des composés dissous et des particules en suspension dans l'eau au moyen de la charge positive de l'aluminium ou du fer. Cette action entraîne la formation de particules plus grosses qui se déposent rapidement au fond de l'eau **[35]**.

I.12.2 Coagulants synthétiques organiques (poly électrolytes)

Les coagulants synthétiques organiques, communément appelés polyélectrolytes, sont des polymères à longue chaîne carbonée formés par la répétition d'unités monomériques contenant des groupes ionisables. Selon la nature de leur charge électrique en solution aquatique, ils sont classés en trois catégories : cationiques (charge positive, hautement efficaces pour neutraliser les colloïdes négatifs), anioniques (charge négative) et non-ioniques (neutres). Ces macromolécules agissent principalement par deux mécanismes complémentaires : la neutralisation des charges (effet "patch" électrostatique) et le pontage interparticulaire, permettant ainsi la formation de flocs d'une grande taille, d'une forte cohésion et à vitesse de décantation rapide (Figure I.7) [36].

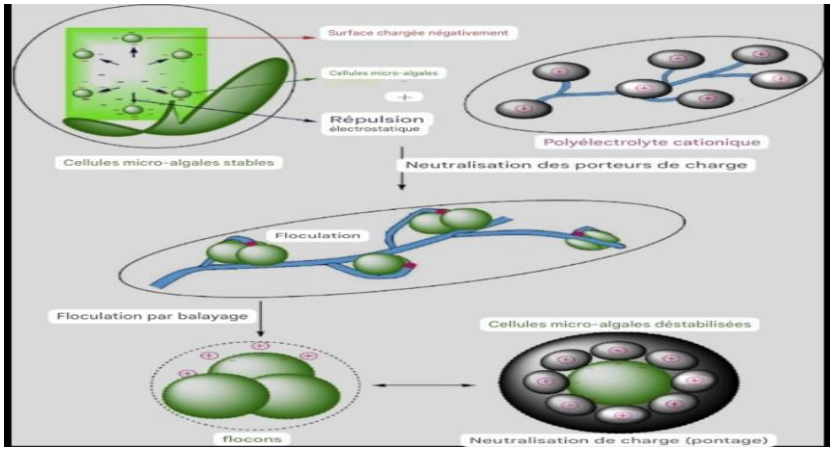


Figure I. 7 : *Mécanisme d'action des polyélectrolytes synthétiques par adsorption et pontage macromoléculaire des particules en suspension [37].*

I.12.3 Coagulants naturels

L'utilisation des coagulants naturels suscite un intérêt croissant en tant qu'alternative écologique, biodégradable et non toxique aux coagulants chimiques traditionnels. Ces agents de coagulation sont extraits de ressources renouvelables d'origine végétale (graines de *Moringa oleifera*, extraits de cactus et amidon) ou animale (chitane/chitosane) (Figure I.8). Ils contiennent des polymères naturels (protéines solubles ou polysaccharides) actifs qui portent des charges électriques capables d'interagir avec les impuretés de l'eau. Leurs principaux mécanismes de déstabilisation reposent sur l'adsorption suivie d'un pontage interparticulaire ou sur la neutralisation des charges, réduisant ainsi efficacement la turbidité sans altérer le pH de l'eau traitée ni générer de boues métalliques toxiques [38].

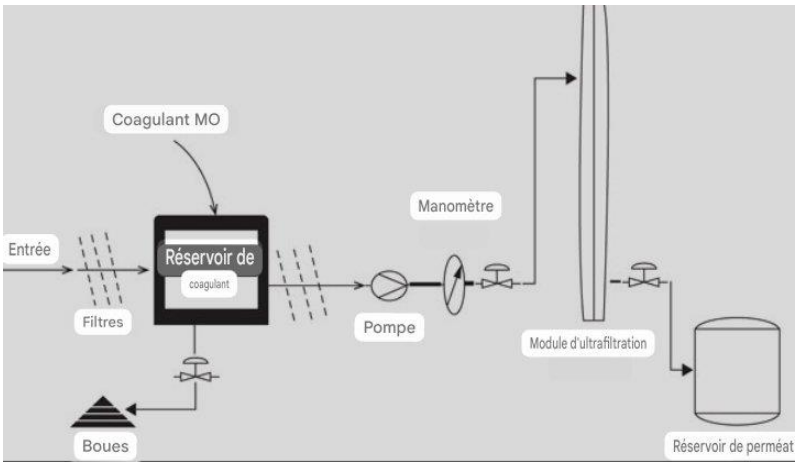


Figure I. 8 : *Clarification de l'eau par coagulation –floculation en utilisant Moringa oleifera [39].*

I.13 Floculation

Après leur déstabilisation, les particules colloïdales ont tendance à s'agréger lorsqu'elles entrent en contact. La floculation vise à favoriser ces contacts afin d'augmenter la taille des agrégats formés.

Cette étape repose généralement sur une agitation lente et contrôlée permettant aux particules déstabilisées de se rencontrer sans que les flocs formés ne soient détruits.

I.14 Comparaison entre les coagulants chimiques et naturels

Contrairement aux coagulants chimiques, les coagulants naturels à base de plantes sont sans danger, écologiques et généralement sans produits toxiques. Il a été constaté que les coagulants naturels génèrent non seulement un volume de boues beaucoup plus petit, jusqu'à cinq fois inférieur,

mais aussi une valeur nutritionnelle des boues plus élevée. Ainsi, les coûts de traitement de l'eau et des boues sont réduits, ce qui en fait une option plus durable. Les extraits de plantes brutes sont souvent disponibles localement et constituent donc une alternative peu coûteuse aux coagulants chimiques [40].Comme les coagulants naturels ne consomment pas d'alcalinité contrairement à l'alun, les ajustements du pH peuvent être omis, ce qui permet de réaliser des économies supplémentaires [41].

Les coagulants naturels sont également non corrosifs, ce qui élimine les problèmes d'érosion des tuyaux. Ces avantages sont particulièrement augmentés si la plante à partir de laquelle le coagulant est extrait est autochtone à la communauté locale. Dans de nombreuses études récentes, diverses matières végétales ont été signalées comme source de coagulants naturels. Le plus étudié est le *Moringa oleifera* dont l'efficacité a été approuvée pour l'élimination de la turbidité, ainsi que ses propriétés antimicrobiennes [42].

L'utilisation de produits naturels réduit également la formation de désinfectants qui menacent la santé humaine et leurs sous-produits sont organiques et biodégradables et réduisent les risques de manipulation. De plus, les boues produites par les polymères naturels peuvent être traitées par des procédés biologiques ou éliminées comme un conditionneur de sol en raison de leur non-toxicité. Ainsi, les coûts de traitement et de manutention des boues sont réduits, ce qui rend les coagulants d'origine végétale une option plus durable [41].

Les coagulants polymères à base de plantes présentent également certains inconvénients. Les polymères naturels sont généralement non toxiques, mais les polymères synthétiques sont plus efficaces en raison de la possibilité de contrôler leurs propriétés telles que le nombre et le type d'unités chargées et le poids moléculaire. De plus, en raison de leur biodégradabilité, les polymères naturels ont une durée de conservation plus courte que les polymères synthétiques. Malgré les promesses de ces matériaux, leur application n'a pas encore fait la transition des essais en laboratoire aux essais sur le terrain et à l'application dans les usines de traitement industriel [41].

L'un des problèmes liés à l'utilisation de coagulants à base de plantes est l'augmentation substantielle de la charge organique de l'eau traitée, qui peut entraîner des activités microbiennes indésirables et accrues, ce qui a de graves conséquences sur les processus de désinfection ultérieurs au chlore. La matière organique est considérée comme une source d'odeur, de couleur et de goût. Ces matières organiques pourraient constituer un précurseur des trihalométhanes (THM), dont beaucoup sont cancérogènes et nécessitent également un traitement au chlore [41].

Chapitre II
Matériel et méthodes

Chapitre II : Matériel et méthodes

II.1 Introduction

Au cours de ce chapitre, nous présentons le matériel et les réactifs utilisés, ainsi que les principales techniques expérimentales mises en œuvre dans cette étude.

II.2 Matériel et réactifs

II.2.1 Matériel utilisé

- **pH-mètre :** Les mesures du pH des différentes solutions ont été effectuées à l'aide d'un pH-mètre. Au préalable, le pH des solutions a été ajusté par addition de solutions de HCl (0,1 N) ou de NaOH (0,1 N) (Figure II.1).



Figure II. 1: *pH mètre.*

- **Spectrophotomètre UV-Visible** : Les mesures d'absorbance ont été réalisées à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible de marque SHIMADZU (Figure II.2).



Figure II. 2 : *Spectrophotomètre UV-Visible.*

- **Balance :** Les pesées ont été effectuées à l'aide d'une balance analytique (Figure II.3).

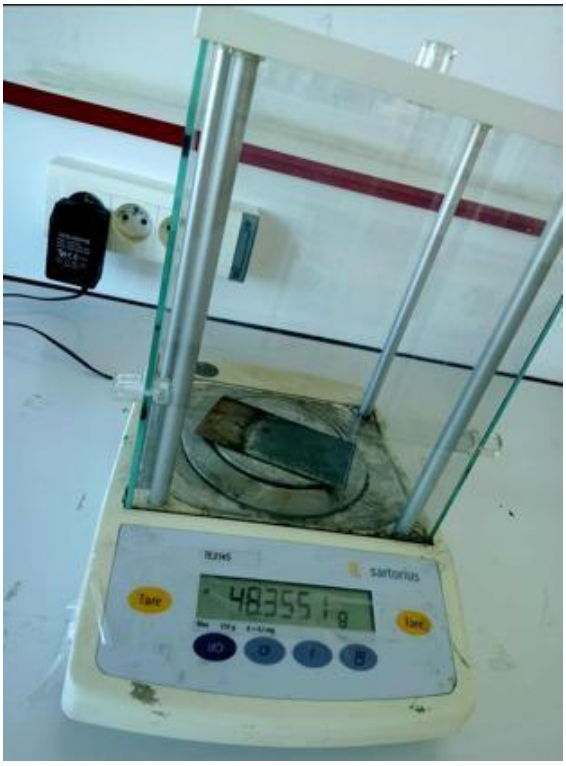


Figure II. 3 : *Balance analytique.*

- **Spectrophotomètre IR** : Est un appareil permettant de mesurer l'absorbance des échantillons dans le domaine de l'infrarouge (Figure II.4)



Figure II. 4 : *Spectrophotomètre IR.*

- **Jar-Test** à 6 agitateurs **(**Figure II.5).

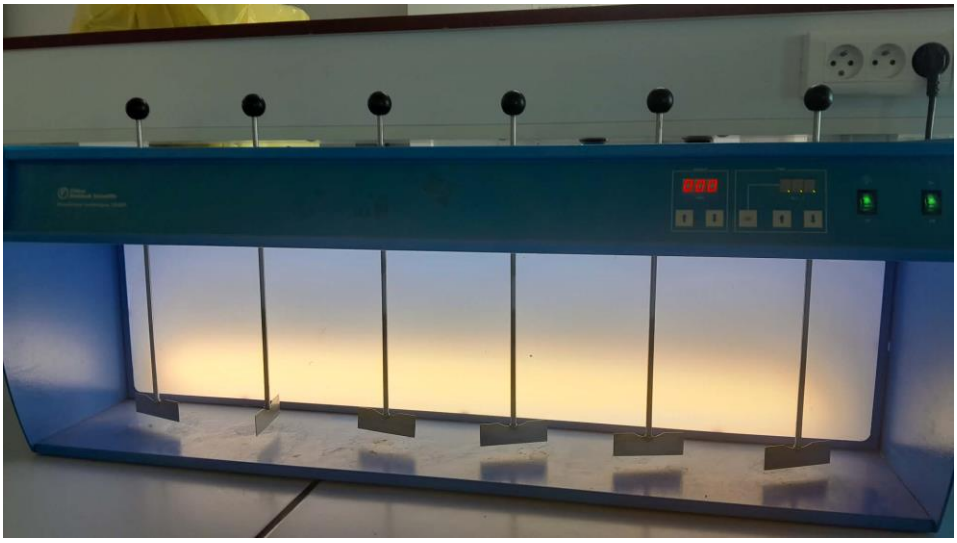


Figure II. 5 : *Jar-Test de laboratoire utilisé pour les essais de coagulation-floculation.*

II.2.2 Réactifs

Pour la réalisation de l'ensemble de nos essais expérimentaux qui ont pour objectif l'élimination des colorants par coagulation-floculation. Nous avons utilisé des réactifs chimiques récapitulés dans le tableau suivant.

Tableau II. 1 : Les produits chimiques utilisés au cours des essais.

Réactif	**Formule**
Acide chlorhydrique	HCl
Hydroxyde de sodium	NaOH
Chlorure ferrique	$FeCl_3$
Rouge Congo	$C_{32}H_{22}N6\ Na_2O_6S_2$

Au cours de ce travail, nous avons utilisé aussi la poudre de caroube et du charbon actif.

II.3 Préparation de la poudre de caroube

Dans ce travail, nous avons utilisé la poudre de la caroube comme coagulant naturel. La caroube est riche en polysaccharides (galactomannane**)**, sucres**,** fibres**,** minéraux et composés phénoliques. La présence des groupes hydroxyles (-OH) et carboxyles (-COOH) lui donne des propriétés de

coagulation et d'adsorption**,** ce qui permet son utilisation comme coagulant naturel dans le traitement des eaux polluées.

Les gousses de caroube ont été récoltées dans la région d'el euch à Bordj Bou Arreridj. Les étapes de préparation de la poudre de caroube étaient comme suit :

- Nettoyage des gousses à l'eau du robinet, puis à l'eau distillée,
- Séchage à l'air libre,
- Découpage des gousses et élimination des grains,
- Séchage à l'aire libre, puis à l'étuve à 45° C.
- Broyage des gousses de la caroube par un broyeur électrique,
- Tamisage de la poudre par un tamis de maille 75 µm (Figure II.6),
- Conservation de la poudre dans un flacon hermétique jusqu'à son utilisation.



Figure II. 6 : *La poudre de caroube.*

II.4 Préparation des solutions

II.4.1 Préparation de la solution de chlorure ferrique

Une solution mère de 20 g/L a été préparée à partir de $FeCl_3$, $2H_2O$. Ce dernier est caractérisé par une masse molaire égale à 162.204 g/mol.

II.4.2 Préparation de la solution de Rouge Congo

La solution mère de Rouge Congo est préparée à une concentration de 100 mg/L dans de l'eau distillée.

II.5 Courbes d'étalonnage de Rouge Congo

Il est nécessaire d'effectuer plusieurs spectres de balayage par spectroscopie UV-Visible à des valeurs de pH de 4 et 6,5 pour pouvoir réaliser les courbes d'étalonnages à ces différentes valeurs de pH.

La longueur d'onde maximale (λ_{max}) d'absorption du colorant a été fixée à 495 nm pour le pH 4 et de 565 nm pour le pH 6,5.

À partir de la solution mère de Rouge Congo de concentration 100mg/L, deux séries de solutions étalons ont été préparées par dilution l'une à un pH de 4 et l'autre à un pH de 6,5. Les concentrations des solutions diluées sont comprises entre 5 et 80 mg/L (Figure II.7).

L'analyse des solutions étalons par spectrophotométrie UV-Visible a permis d'établir la droite d'étalonnage reliant la densité optique à la concentration (Figure II.8).

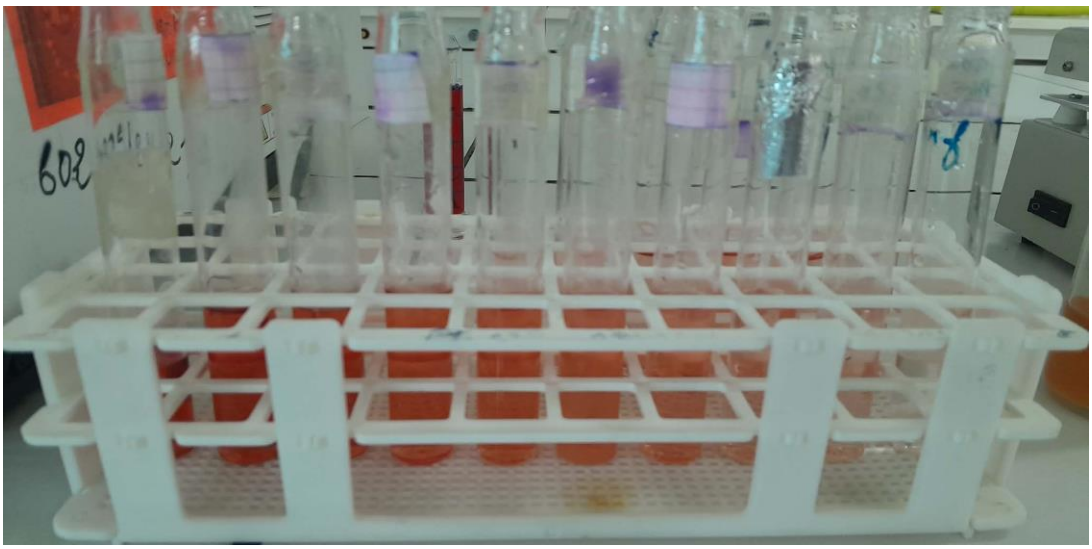


Figure II. 7 : *Solution d'étalonnage du Rouge Congo.*

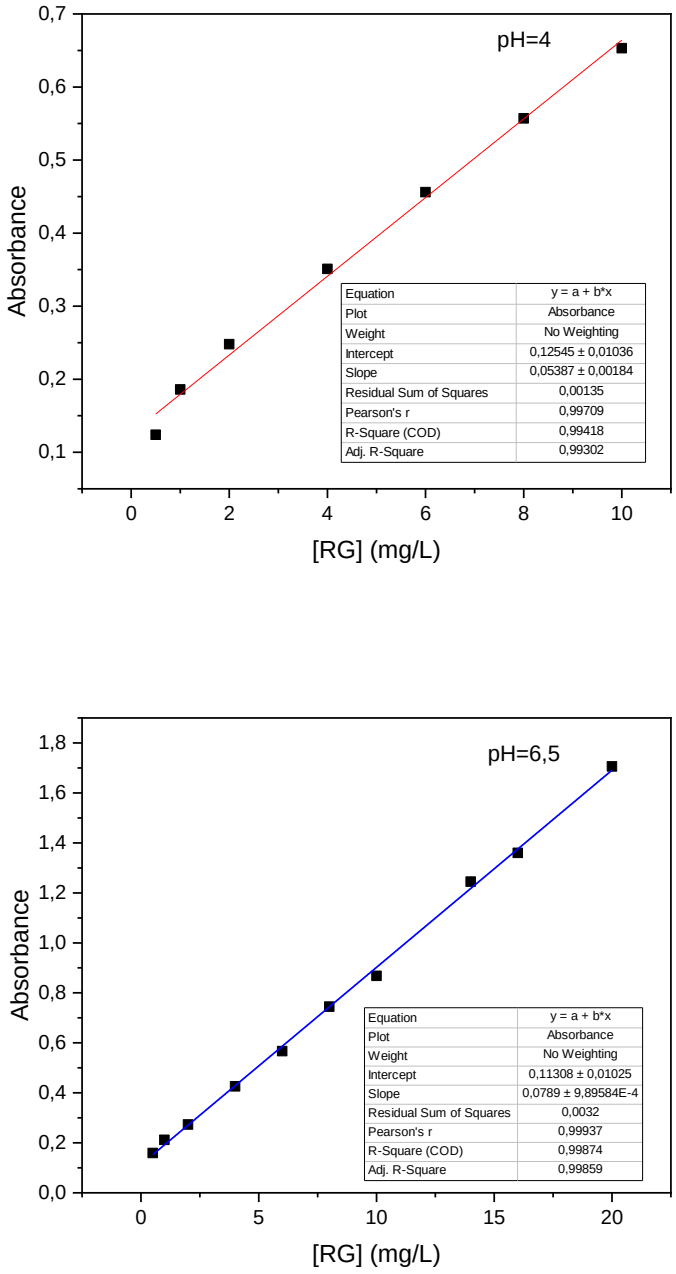


Figure II. 8 : *Courbe d'étalonnage du Rouge Congo à pH = 4 et pH = 6,5.*

II.6 Description des essais de coagulation-floculation

Les essais de Jar-Test ont été réalisés à l'aide d'un appareil à six agitateurs (Figure II.5), permettant une agitation simultanée de plusieurs béchers contenant chacun 250 ml de solution, avec une vitesse de rotation réglable entre 0 et 200 tr/min.

Au cours de cette étude, les solutions contenant le colorant Rouge Congo et le coagulant ont d'abord été soumises à une agitation rapide de 150 tr/min pendant 3 min, afin d'assurer une bonne dispersion du coagulant. La vitesse d'agitation a ensuite été réduite à 40 tr/min pendant 20 min pour favoriser la formation des flocs.

Le rendement d'élimination du Rouge Congo (Re) a été calculé selon la relation suivante :

$$\boldsymbol{Re}\ (\%) = \frac{\boldsymbol{C_0 - C_f}}{\boldsymbol{C_0}} * \mathbf{100}$$

C_0 : Concentration initiale du Rouge Congo (mg/L).

C_f : Concentration résiduelle du Rouge Congo (mg/l).

Cette méthode permet d'évaluer l'efficacité du procédé de coagulation-floculation dans l'élimination du colorant.

II.7 Paramètres testés

II.7.1 Influence de la dose du coagulant

L'étude a été réalisée à température ambiante et au pH de l'eau distillée (pH = 5,4). Le protocole expérimental adopté est le suivant : 250 mL d'eau distillée contenant 30 mg/L du colorant Rouge Congo a été introduit dans chaque bécher. Des doses variables de coagulant ont ensuiteété ajoutées, avec des concentrations allant de25 à 150 mg/L pour le chlorure de fer, et de 1 g/L à 7 g/L pour la poudre de la caroube.

Le mélange obtenu est soumis à une agitation rapide, suivie d'une agitation lente afin de favoriser la formation et la croissance des flocs. Après une phase de décantation, la concentration résiduelle du colorant est déterminée par spectrophotométrie UV-Visible.

II.7.2 Influence de la teneur initiale en Rouge Congo

Le protocole expérimental adopté pour cet essai est le suivant : Dans chaque bécher, 250 mL de solution de Rouge Congo a été introduit avec des concentrations initiales de 5, 10, 20, 30, 40, 50, 55, 60, 70, 75 et 80 mg/L. À chacune de ces solutions a été ajoutée une même dose optimale de coagulant, préalablement déterminée par l'essai de Jar-Test.

Le mélange ainsi obtenu a été soumis à une agitation rapide, suivie d'une agitation lente afin de favoriser la formation des flocs. Après une phase de décantation, la concentration résiduelle du colorant a été mesurée à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible.

II.7.3 Influence du pH

En appliquant la même méthodologie expérimentale que précédemment, en maintenant constantes la concentration initiale du colorant et la dose optimale de coagulant déterminée, nous avons étudié l'influence du pH sur le traitement.

Dans ce cas, la masse du Rouge Congo ainsi que celle du coagulant ont été fixées, tandis que le pH du milieu a été varié dans une gamme allant de 2 à 10. L'ajustement du pH a été réalisé à l'aide des solutions de HCl et de NaOH (0,1 N).

Cette série d'essais permet d'évaluer l'effet des conditions acido-basiques sur l'efficacité du procédé de coagulation-floculation.

II.7.4 Influence de la masse de charbon actif

On suit le même protocole décrit précédemment mais on fixant la masse du colorant et la dose du coagulant et en variant la concentration de charbon actif en poudre comme suite : 0.03, 0.1, 0.2, 0.4, 0.5 (g/L)

II.8 Analyse de la poudre de caroube par spectroscopie infrarouge(IR)

L'analyse IR, nous permet de d'identifier les groupes fonctionnels présents dans la poudre de caroube. Cette analyse a été menée sur un appareil de spectroscopie infrarouge de type FTIR Cary 630KBr (Agilent Technologies). L'analyse a été faite sur une plage de longueur d'onde allant de 400 cm^{-1}.

II.9 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté, d'une part, le matériel ainsi que les méthodes d'analyse utilisés au cours de cette étude. D'autre part, nous avons donné une description détaillée des essais de coagulation-floculation réalisés dans le but d'éliminer le colorant Rouge Congo. Les résultats obtenus à partir de ces méthodes seront présentés, interprétés et discutés dans le chapitre suivant.

Chapitre III
Résultants et discussion

Chapitre III : Résultants et discussion

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, différents paramètres réactionnels sont étudiés afin d'évaluer l'efficacité d'élimination du Rouge Congo par coagulation-floculation à l'aide du chlorure ferrique et de la poudre de caroube.

Les paramètres étudiés sont l'effet de la dose du coagulant, la concentration initiale en Rouge Congo, le pH de la solution et la dose de charbon actif.

III.2 Effet de la variation de la dose du coagulant

La figure III.1présente l'évolution du rendement d'élimination de RC en fonction de la dosede chlorure ferrique et de la poudre de caroube.

Les résultats obtenus nous amènent à remarquer clairement que les rendements d'élimination de Rouge Congo augmentent avec l'augmentation de la dose du coagulant, aussi bien pour la poudre de caroube et pour le chlorure ferrique, jusqu'à atteindre une valeur maximale, puis une diminution plus ou moins importante est apparue.

Il est intéressant de noter que cette diminution peut être expliquée par la déstabilisation des particules colloïdales, provoquée par le surdosage du coagulant. En effet, lorsque celui-ci est en excès, il joue un rôle inverse en neutralisant toutes les charges des particules, qui deviennent alors chargées positivement. Des forces de répulsion réapparaissent entre elles, entraînant ainsi une mauvaise clarification de l'eau et une eau fortement chargée en coagulant **[43].**

Selon les résultats présentés dans la figure III.1, on remarque que la dose optimale du coagulant de caroube est de 4 g/L corresponde à un rendement maximal de 66.8%, tandis que, le chlorure ferrique est de50mg/L et qui corresponde à un rendement maximal de 79.4 %.

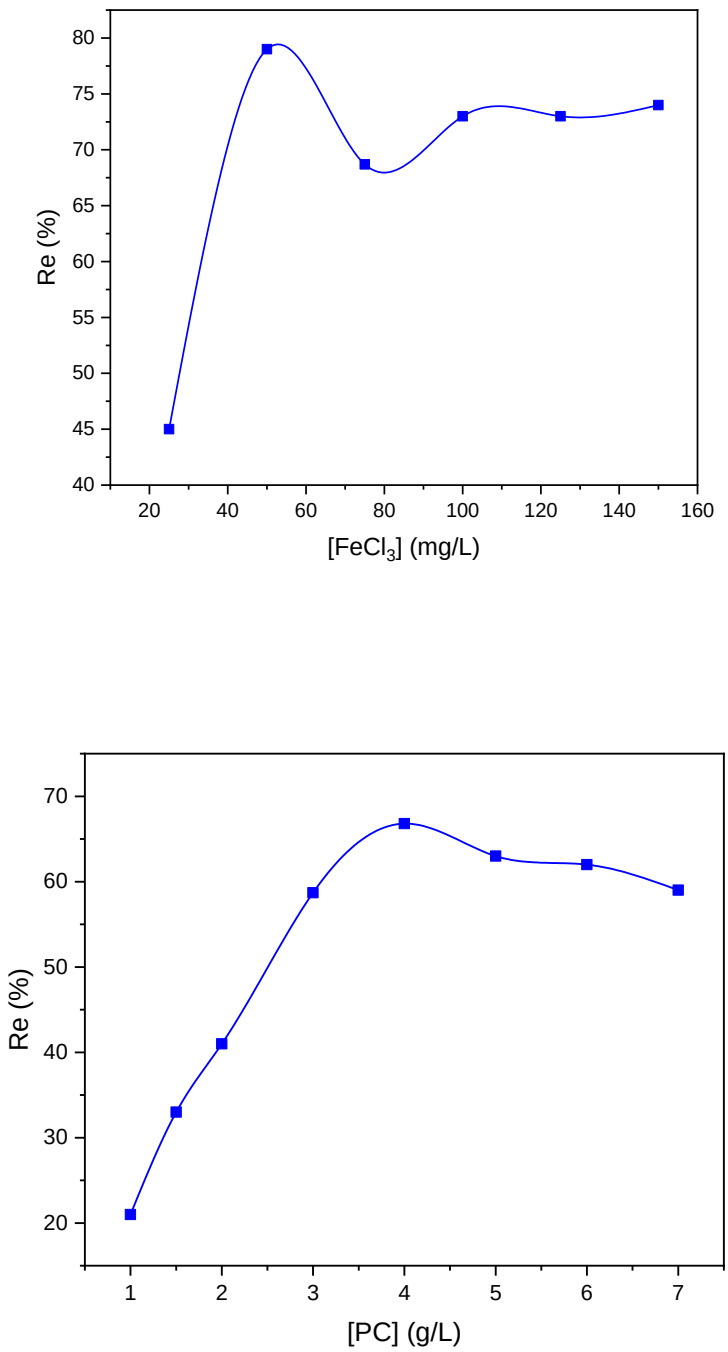


Figure III. 1 : *Evolution du rendement d'élimination du Rouge Congo en fonction de la dose de $FeCl_3$ et PC.*

Après l'essai de Jar-Test la couleur des solutions traitées par le chlorure de fer a été changée de rouge au bleu (Figure III.2). Cela est dû au changement du pH final de la solution qui est montré sur la figure III.3.

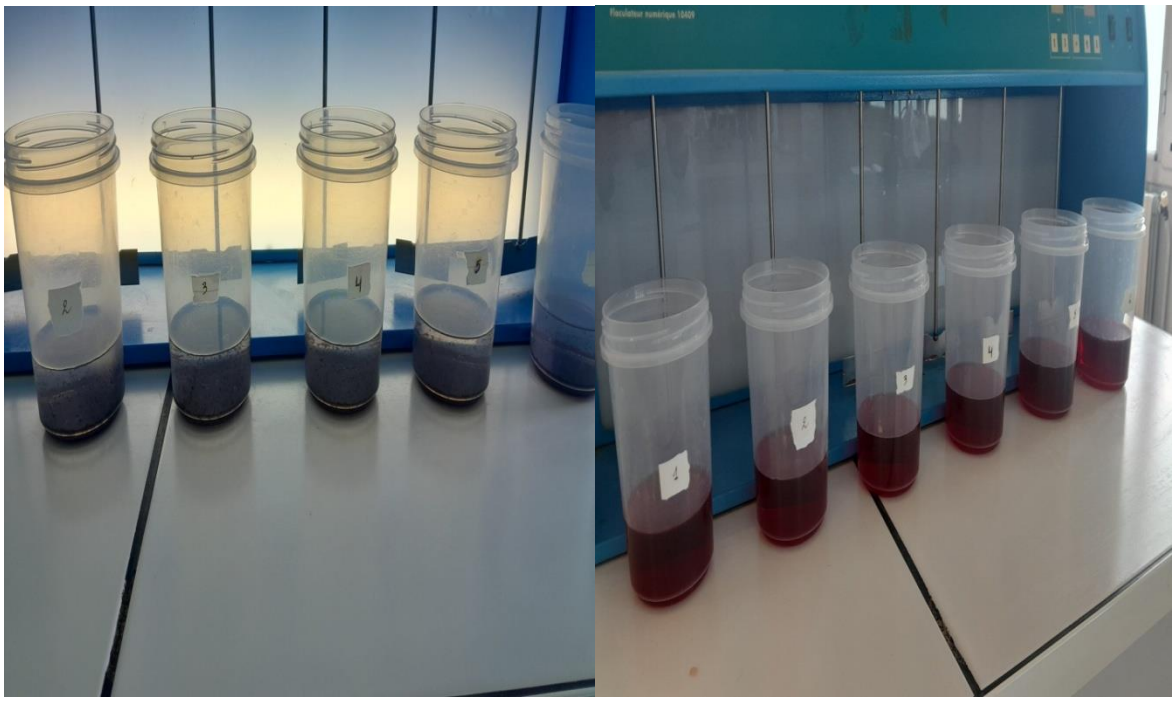


Figure III. 2 : Couleur des solutions de RC traité par $FeCl_3$ avant (a) et après la coagulation (b).

La figure III.3 montre l'évolution du pH final de la solution de RC en fonction de la dose de $FeCl_3$ et de la PC. L'analyse des résultats illustre que le chlorure ferrique ($FeCl_3$) provoque une baisse importante du pH avec l'augmentation de la concentration, ce qui confirme son caractère acide. En revanche, la caroube entraîne une variation plus faible du pH et maintient une meilleure stabilité du milieu. Cela montre que la caroube est moins agressive que le chlorure ferrique sur l'équilibre physicochimique de l'eau traitée. Ces résultats montrent que la poudre de caroube perturbe moins le pH du milieu que le chlorure ferrique, ce qui constitue un avantage environnemental pour son utilisation comme coagulant.

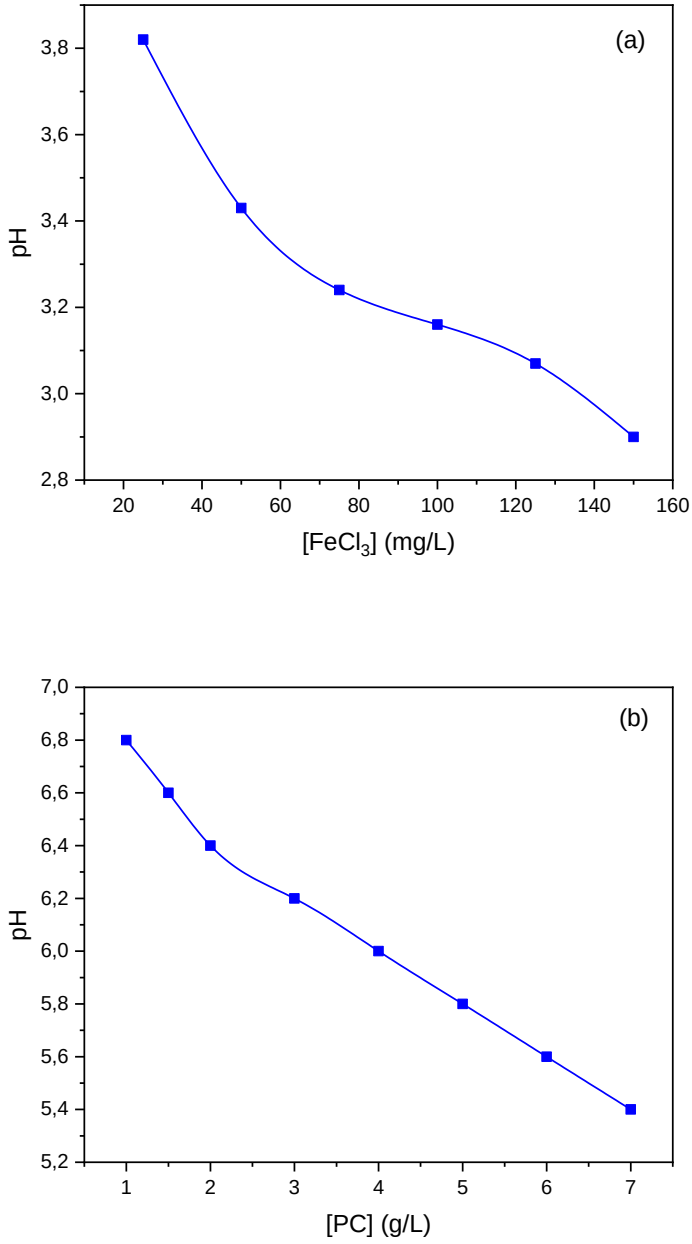


Figure III. 3 : *Evolution de pH final de la solution de RC en fonction de la dose de Fecl₃ et de la PC.*

III.3 Effet de la teneur initiale de Rouge Congo

Pour étudier l'effet de la teneur initiale du Rouge Congo, nous avons fixé la dose du coagulant à 4 g/L pour la poudre de caroube et à 50 mg/L pour le chlorure ferrique, ces doses correspondent aux doses optimales et nous avons varié la concentration de RC de 5 à 80 mg/L (Figure III.4).

La figure III.5 représente l'évolution de l'efficacité d'élimination du RC en fonction de la variation de sa teneur initiale. Les résultats obtenus avec le chlorure ferrique et le coagulant naturel montrent des comportements nettement différents vis-à-vis de l'élimination du colorant Rouge Congo. En effet, le $FeCl_3$ présente une très forte efficacité, avec un rendement atteignant un maximum de 97 % à 50 mg/L, suivi d'une légère diminution et d'une stabilisation à des valeurs élevées (82-88 %) pour les concentrations supérieures, ce qui traduit une excellente capacité de coagulation et de formation de flocs denses malgré un possible effet de surdosage. À l'inverse, le coagulant à base de caroube affiche des performances plus modérées, avec un rendement maximal de 68 % à 30 mg/L, puis une diminution progressive jusqu'à environ 60-64 % à fortes concentrations, ce qui peut être attribué à la saturation des sites actifs et à la nature principalement adsorbative de ce matériau organique. Ainsi, bien que le chlorure ferrique demeure nettement plus efficace, la caroube constitue une alternative naturelle intéressante, présentant un potentiel écologique mais nécessitant des améliorations pour optimiser ses performances.

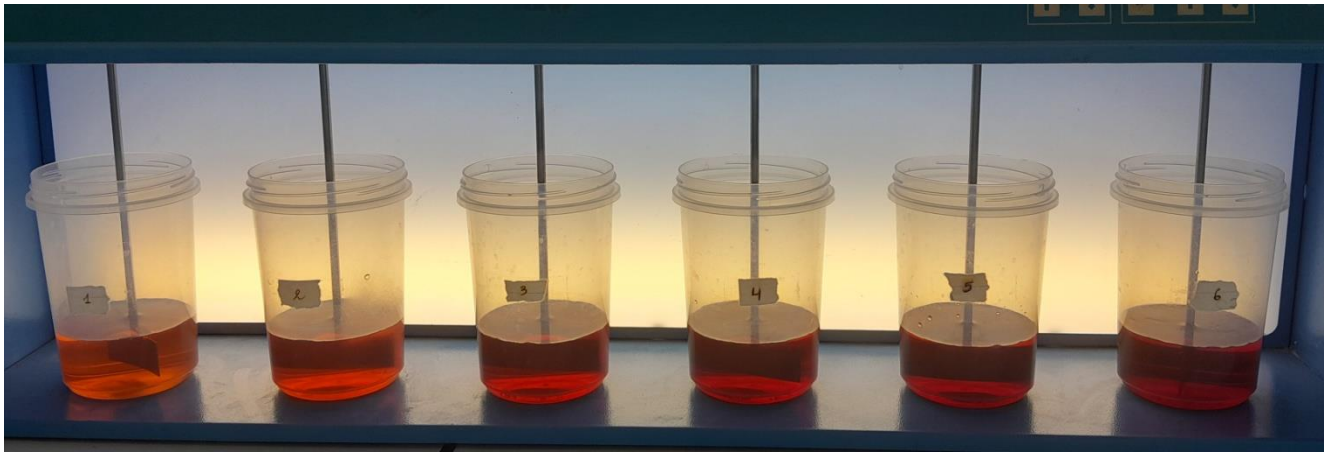


Figure III. 4 : *Couleur des solutions de Rouge Congo à différentes dose après la coagulation avec $FeCl_3$.*

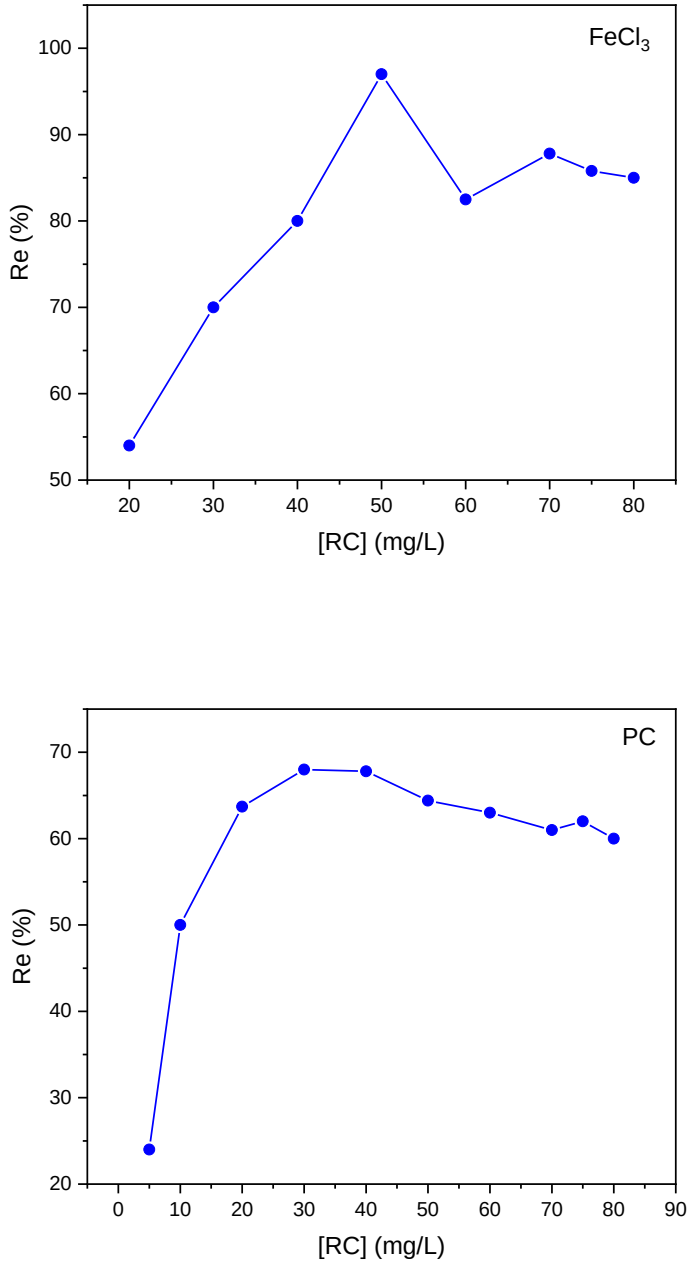


Figure III. 5 : *Evolution de l'efficacité d'élimination du RC en fonction de la variation de sa teneur initiale dans les conditions optimum de la dose de coagulant.*

III.4 Effet de la variation du pH

Au cours de cette étape, nous avons tenté d'examiner la coagulation-floculation du colorant Rouge Congo sous les conditions de la variation du pH de la solution de RC.

D'autre part, après l'ajout du coagulant, la couleur des solutions synthétiques (eau distillée et Rouge Congo) dans les différents béchers se change selon le pH (Figure III.6).

Le changement de couleur dans tous les béchers du rouge ou rouge foncé, à l'exception le bécher de pH égal à 2 ou nous avons observé un changement de couleur du rouge ou noir. De même cette observation pourrait être confirmée par le fait que l'inconvénient principal d'un surdosage de coagulant à base des ions ferriques est la couleur résiduelle assez élevée causée par la présence du fer dans l'eau qui lui confère un aspect rouge fort **[44]**.

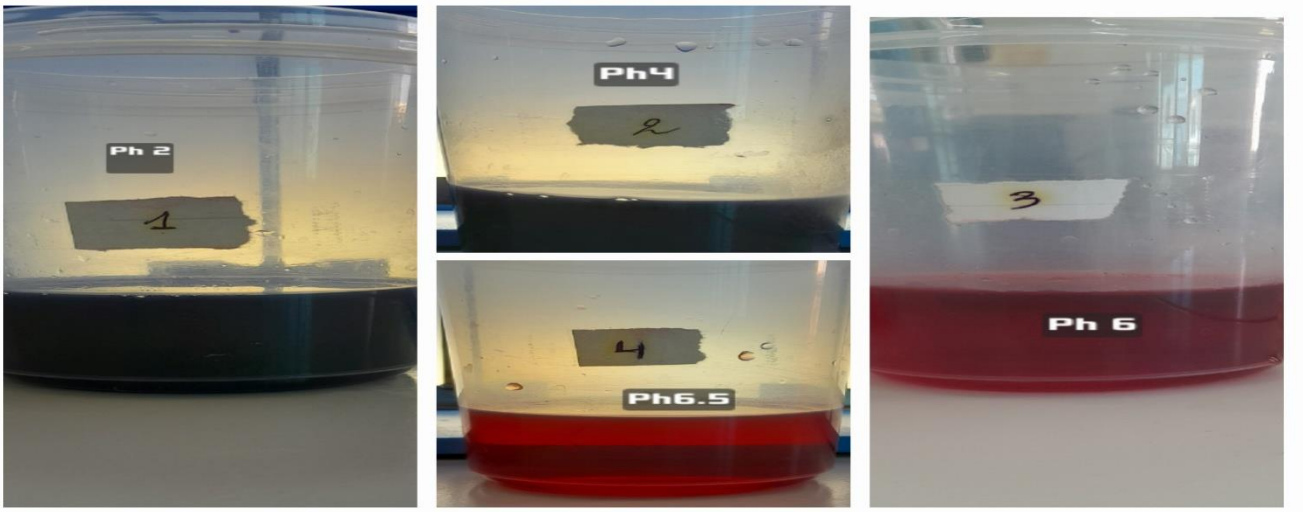


Figure III. 6 : Couleur des solutions de RC à différents pH.

Selon la figure III. 7, l'étude de l'effet du pH montre que le coagulant $FeCl_3$atteintson efficacité optimale en milieu légèrement acide à neutre, notamment au pH 6, 5 où le $FeCl_3$présente son rendement maximal est de 97 %.Ces résultats sont conformes à ceux obtenus par Oubagha **[45].** En revanche, la PC affiche une efficacité relativement stable dans une plage de pH acide à légèrement neutre, avant de diminuer en milieu basique. Le rendement maximal est de 68 % pour le pH 6,5. Ces variations s'expliquent par les changements de charge des espèces en solution ainsi que par la stabilité des flocs formés.

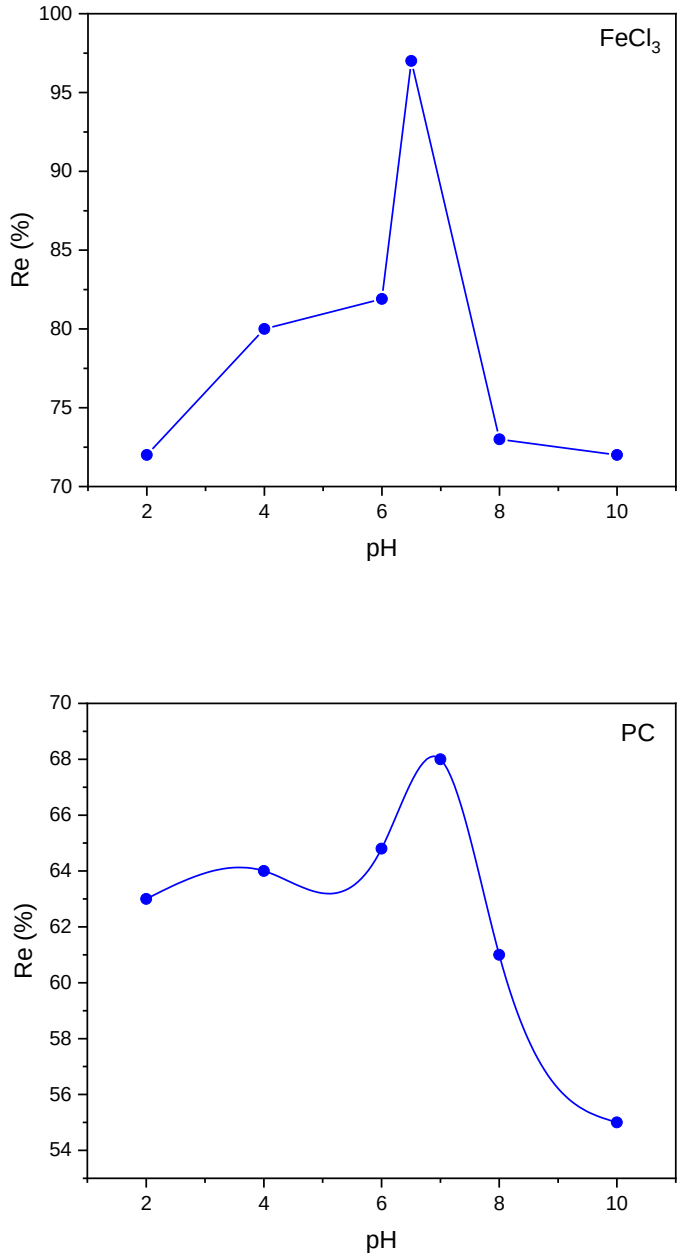


Figure III. 7 : Evolution de l'efficacité d'élimination du RC en fonction de pH dans les conditions optimum

III.5 Effet du charbon actif comme adjuvant

Dans le souci d'améliorer le rendement d'élimination du Rouge Congo par coagulation-floculation en utilisant la poudre de caroube ou le chlorure ferrique, nous avons testé le charbon actif comme adjuvant.

Pour aboutir à notre objectif, nos essais ont été effectués selon le protocole du Jar-Test dans les conditions optimales préalablement définies. De ce fait, nous avons coagulé à la dose optimale de coagulant, soit 4 mg/Lde la poudre de caroube et 50 mg/L pour le chlorure ferrique contenant des doses croissantes de charbon actif en poudre (0.0075 à 0,125 g).

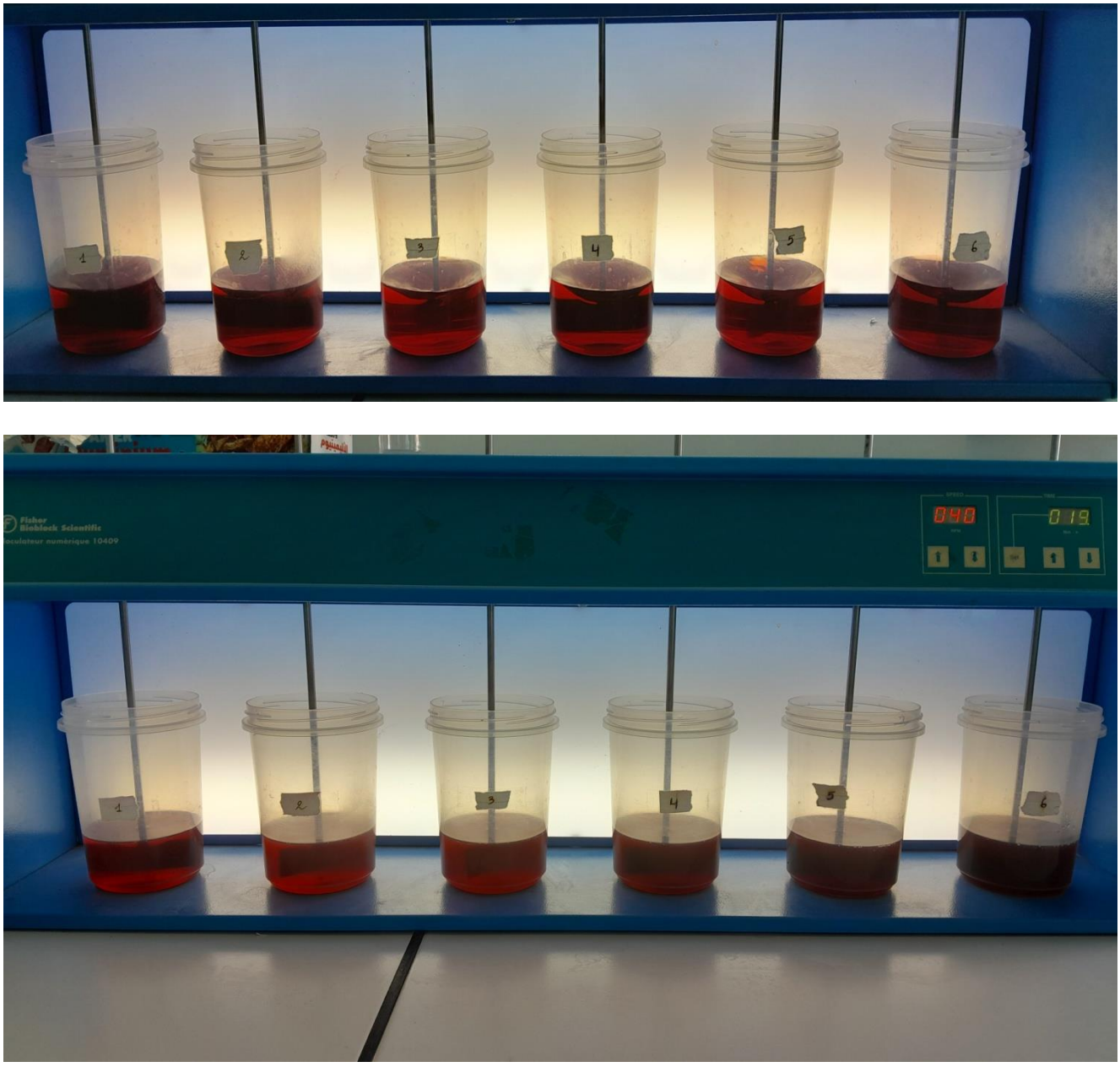


Figure III. 8 : Photo présente la couleur de la solution après coagulation avec chlorure ferrique(a) et la poudre de caroube (b) pour différentes dose de charbon actif

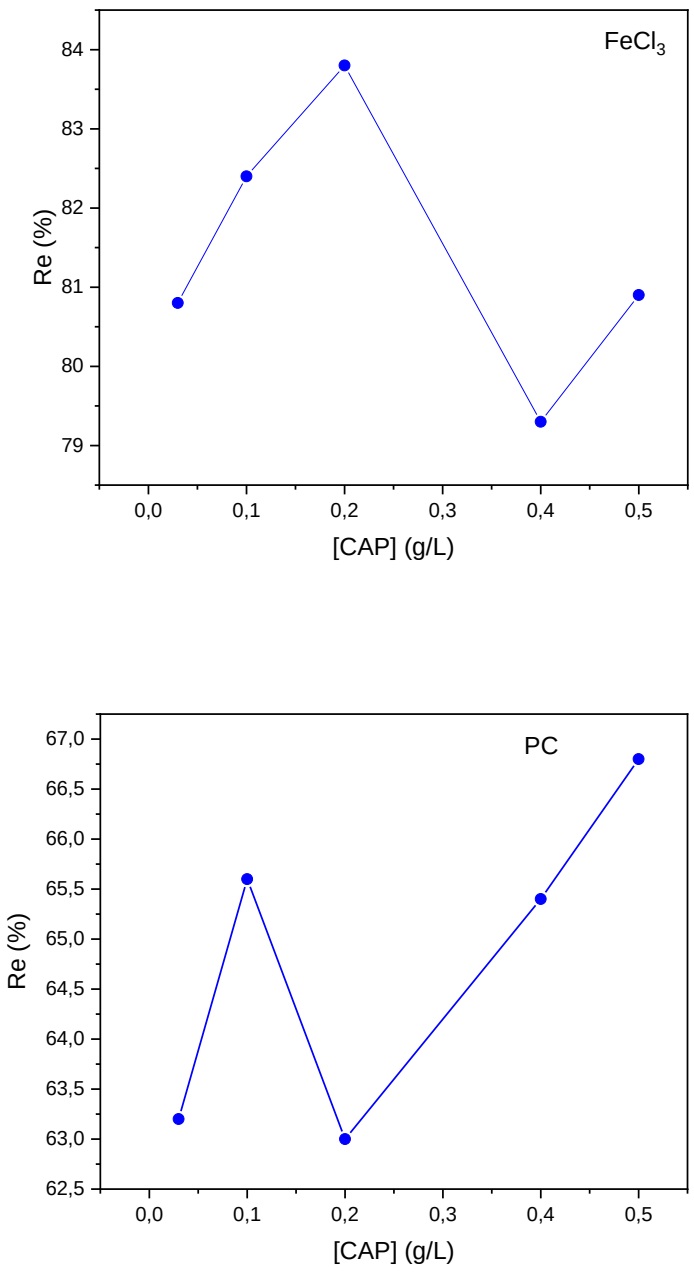


Figure III. 9: Evolution de l'efficacité d'élimination du RC en fonction de la variation de la dose de CAP dans les conditions optimum de la dose de coagulant, de RC et de pH.

Á travers les résultats de la Figures II.9, on observe qu'il ya une augmentation dans les rendements d'élimination de RC jusqu'à une valeur optimale, puis une diminution et ensuite une augmentation des rendements. On constate que le CAP n'a pas porté un grand effet sur l'élimination de RC.

III.6 Analyse par spectroscopie infrarouge

La spectroscopie IR permet de repérer la présence de certaines liaisons et d'en déduire les groupes caractéristiques présents dans la molécule.

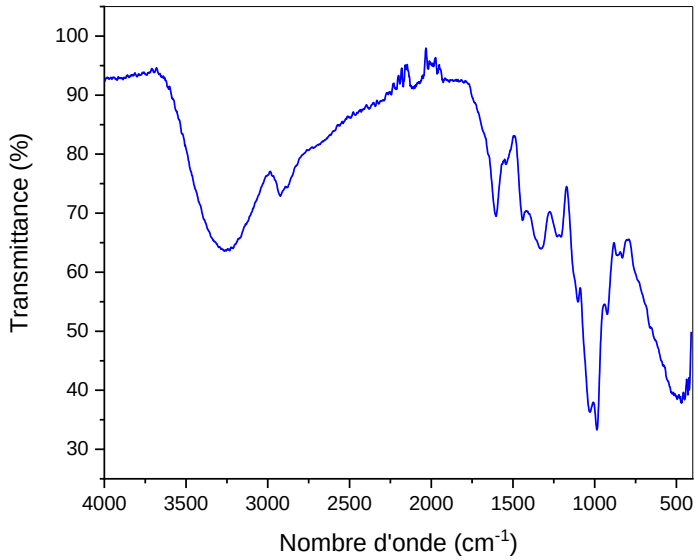


Figure III. 10 : Le spectre IR de la poudre de caroube.

La figureIII.10présente le spectre IR de la poudre de caroube. Elle présente des bandes d'absorption entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1}. Le groupe hydroxyle et la vibration d'allongement de O-H présents dans les polysaccharides (cellulose et hémicelluloses) sont représentés par la première bande d'absorption, centrée à 3253.24 cm^{-1} [46]. La vibration d'élongation de C-H dans la cellulose et les hémicelluloses est représentée par la bande à 2924.16 cm^{-1} [47]. La bande de déformation H-O-H présente un pic à 1604 cm^{-1}, associée à l'absorption d'eau [48]. Le pont C-O-C asymétrique présent dans la cellulose et les hémicelluloses est responsable du pic intense à1032.48 cm^{-1} [49].Un dernier pic, de faible intensité, a été observé à 831.26 cm^{-1}, correspondant à la bande d'élongation des liaisons β-glycosidiques entre les monosaccharides [49]. Les nombres d'onde des pics du spectre FTIR et l'attribution des bandes d'élongation de la composition chimique de caroube sont résumés dans le tableau III.1.

Tableau III. 1 : *Les nombres d'onde des pics du spectre IR et l'attribution des bandes d'élongation de la composition chimique de caroube*

Nombre d'ondes (cm^{-1})	**Mode(s) de vibration**	**Références**
3253,24	Élongation O–H	[46]
2924,16	Élongation C–H	[47]
1604	Déformation H–O–H de l'eau absorbée	[48]
1032,48	Élongation C–O	[49]
831,26	Élongation liaison β-glycosidique	[49]

III.7 Conclusion

Ce chapitre a permis d'étudier l'effet de deux coagulants la poudre de caroube et le chlorure ferrique dans l'élimination d'un colorant azoïque connu sous la dénomination du Rouge Congo. L'ensemble des résultats que nous avons obtenus ont bien montré que le $FeCl_3$ est un coagulant meilleur que le la poudre de caroube.

- Pour 30 mg/L de la concentration en Rouge Congo, une dose de 4g/L de caroube et 50mg/L de chlorure ferrique sont capables à éliminer une fraction très importante de ce colorant. Cette élimination est accompagnée par une diminution dans le pH finale des solutions de Rouge Congo.
- La variation de la teneur initiale en Rouge Congo a marqué qu'il y'a une augmentation dans les rendements d'élimination du colorant jusqu'à un optimum, puis une légère diminution et une augmentation est réapparue.
- Le pH optimal du traitement est de 6.5 pour les deux coagulants étudiés.

Conclusion générale

Conclusion générale

Le traitement des eaux polluées par les colorants est devenu une priorité dans notre monde moderne. La mise au point de méthodes et l'optimisation des procédés existants, qui doivent être aussi efficaces que peu coûteux, font donc l'objet d'un nombre considérable de travaux. De ce fait, la coagulation-floculation est un procédé de traitement physicochimique de l'eau qui consiste à ajouter des réactifs chimiques tels que le sulfate d'aluminium, chlorure ferrique… à l'eau brute pour éliminer les colloïdes et les polluants présents dans cette dernière.

Dans ce contexte, l'objectif de notre travail est d'étudier les performances de deux coagulants, le $FeCl_3$ et la poudre de caroube, dans l'élimination du Rouge Congo. Ce dernier est un colorant azoïque utilisé très souvent dans l'industrie textile et se trouve en quantité assez importante dans les eaux à rejeter.

Plusieurs paramètres ont été étudiés à savoir la dose de coagulant, de RG, le pH de la solution et l'ajout du charbon actif en poudre comme adjuvant.

De l'étude de ses paramètres, nous avons constaté que le $FeCl_3$ permet une bonne élimination des colloïdes, avec un rendement de coagulation de 97 % pour une dose optimale de chlorure ferrique de 50 mg/L, une concentration de RG de 50 mg/L et un pH de 6.5.

Les essais réalisés ont montré que la poudre de caroube permet d'éliminer 68 % de RG pour une dose optimal de PC de 4 g/L, une concentration de RG de 30 mg/L et un pH de 6.5.

La combinaison de caroube, du chlorure ferrique avec le charbon actif en poudre, n'est pas assez importante, la variation du taux d'élimination et en particulier dans les faibles concentrations en adjuvant.

Cependant, il est important de signaler que le procédé de la coagulation-floculation en utilisant le $FeCl_3$ comme coagulant est apparu comme un procédé très efficace pour la dépollution des eaux contaminées par le Rouge Congo.

Références bibliographiques

BIBLIOGRAPHIE

[1] Robinson, T, McMullan, G, Marchant, R., Nigam, P. Remediation of dyes in textile effluent: a critical review on current treatment technologies with a proposed alternative. Journal of Bioresource Technology, 77: 247-255. 2001.

[2] Forgacs, E., Cserháti, T., Oros, G. Removal of synthetic dyes from wastewaters. Journal of Environment International, 30: 953-971. 2004.

[3] Bratby, J. Coagulation and Flocculation in Water and Wastewater Treatment. IWA Publishing. 2006.

[4] Gregory, J. Particles in Water : Properties and Processes. CRC Press. 2006.

[5] Natarajan, S., Bajaj, H. C., Tayade, R. J. Recent advances based on the synergetic effect of adsorption for removal of dyes from waste water using photocatalytic process. Journal of Environmental Sciences, 65 **:** 201-222. 2018.

[6] Mohan, N., Balasubramanian, N., Basha, C. A. Electrochemical oxidation of textile wastewater and its reuse. Journal of hazardous materials, 147 : 644-651. 2007.

[7] Hao, O. J., Kim, H., Chiang, P. C. Decolorization of wastewater. Critical reviews in environmental science and technology, 30 : 449-505. 2000.

[8] Caldera-Villalobos, M., Peláez-Cid, A. A., Martins-Alho, M.A, Herrera-González, A.M. Removal of textile dyes in wastewater using polyelectrolytes containing tetrazole groups. Korean Journal of Chemical Engineering, 35 : 2394 -2402.2018

[9] Papić, S., Koprivanac, N., Božić, A. L., Meteš, A. Removal of some reactive dyes from synthetic wastewater by combined Al (III) coagulation/carbon adsorption process. Dyes and pigments, 62 **:** 291-298. 2004.

[10] Goudjil, S. Possibilité d'élimination des colorants par coagulation–floculation : effet des paramètres réactionnels. Thèse de doctorat, université Mohamed Khider, Biskra. 2023.

[11] Turner, G. P. A. Introduction to Paint Chemistry and Principles of Paint Technology: Colour, Chapman and Hall, USA; 3ème Edition. 1988.

[12] Ouari, W. Oxydation des colorants par POAs sur catalyseurs à base d'argile commerciale K10 modifiée. Mémoire de master, Université de Tlemcen. 2017.

[13] Bahia M. Adsorption des polluants organiques et inorganiques sur des substances naturelles : Kaolin, racines de Calotropisprocera et Noyaux de dattes. Thèse de doctorat, Université de Tlemcen. 2015.

[14] Ouelaa, S. Etude de biosorption de Rouge Congo en milieu aqueux sur un déchetorganique naturel : coquilles de cacahuètes. Mémoire master, université kasdi marbah, Ouargla. 2018.

[15] Ghozlane F. Elimination du colorant bleu de méthylène sur un charbon actif préparé à partir des noyaux de dattes. Mémoire de master, Université de Biskra. 2018.

[16] Abouzaid. A. Etude de différents traitements des effluents de l'industrie textile. Thèse de doctorat, Université Chouaib Doukkali, Maroc. 2001.

[17] Desoille. H, Scherrer. J, Truhauter. R. Précis de médecine du travail, 5ème Edition Masson. 1987.

[18] Rais, A., Rajeev, K. Adsorptive removal of congo red dye from aqueous solution using bael shell carbon. Applied Surface Science, 257 : 1628-1633. 2010.

[19] Ait Chitt M., Belmir H. &Lazrak A. Production de plants sélectionnés et greffés de caroubier. Transfert de technologie en agriculture. Maroc. 2007.

[20] Caja G. La Garrofa: Composición, procesado y ususagroindustriales. Jornadas de la Garrofa. Liria, Valencia - Espagne. 1985.

[21] Melgarejo, P., Salazar, D.M. Tratado de fruticultura para zonas áridas y semiáridas. Vol). II. Mundi-Prensa. España. 2003.

[22] Zitouni, A. Monographie et perspectives d'avenir du caroubier (*Ceratoniasiliqua*) en Algérie. Thèse de doctorat, INA, El-Harrach. 2010.

[23] Moulai Hadj, H. Etude de l'influence des particules argileuses sur traitement des eaux. Mémoire de master, Université de Abou Bekr Belkaid, Tlemcen. 2015.

[24] Degrémont, S. A. Mémento technique de l'eau (10ème édition). Degrémont. 2005.

[25] Bensadok, K. Procédé de traitement d'émulsions huile/eau et eau/huile- Cas particulier d'émulsions d'huile de coupe. Thèse de Doctorat, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumedienne, Algérie. 2007.

[26] Necib, S. Valorisation et traitement des eaux huileuses dans l'industrie pétrolière. Mémoire de Master, Université Mohamed Khider, Biskra. 2015.

[27] Nigen, M. Interactions et assemblages entre l'alpha-lactalbumine et le lysozyme : mécanismes, structures et stabilité. 2008.

[28] Benefield, L.D., Judkins, J.F., Weand, B.L. Process Chemistry for Water and Wastewater Treatment. Prentice-Hall, Englewood Cliffs. 1982.

[29] Aouabed, A. Réduction de la turbidité d'une eau du barrage de keddara. Mémoire de magister, Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumedienne, Algérie. 1991.

[30] Matijevic, E. Colloid stability and complex chemistry. Journal of Colloid and Interface Science. 43: 217-245. 1973.

[31] Tharajah, A., O'mella. C. R. Coagulation processes : destabilization, mixing and flocculation. MCGRAW-HILL, INC, (USA). 1990.

[32] Chaussade, J. L ., Mestrallet G ., Rovel, J. M. Mémento technique de l'eau. Tome 1, (10ème Édition). Lavoisier, Paris. 2005.

[33] Bratby, J. Coagulation and Flocculation in Water and Wastewater Treatment (3ème Edition). IWA Publishing. 2016.

[34] Boumati, R., Sadok, F. Prétraitement des eaux de mer par coagulation-Floculation. Mémoire de master, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou. 2017.

[35] Gadri, H. Effet de Coagulation à base de fer sur l'épuration par coagulation-Floculation des eaux usées provenant de rejet de la wilaya de Biskra. Mémoire de master. Université Mohamed Khider, Biskra. 2019.

[36] Bratby, J. Coagulation and Flocculation in Water and Wastewater Treatment (3ème édition), IWA Publishing. 2016

[37] Edzwald, J. K. Water Quality & Treatment: A Handbook on Drinking Water (6ème édition). McGraw-Hill, New York. 2011.

[38] Yin C. Emerging usage of plant-based coagulants for water and wastewater treatment. Process Biochemistry, 45 :1437-1444. 2010.

[39] Ndabigengesere, A., Narasiah, K.S., & Talbot, B.G. Active agents and mechanism of coagulation of turbid waters using Moringaoleifera. Water Research, 29: 703-710. 1995.

[40] SookYan, C., Krishna, M .N. P., Ta Yeong, W., Mavinakere, E. R., Ramakrishnan, N. R. Utilization of plant-based natural coagulants as future alternatives towards sustainable water clarification. Journal of Environmental Sciences, 26 : 2178-2189. 2014.

[41] Freitas, T. K. F. S., Almeida, C. A., Manholer, D. D., Geraldino, H. C. L., Ferreira de Souza, M.T. & Garcia, J.C. Review of Utilization Plant-Based Coagulants as Alternatives to Textile Wastewater Treatment. 2018.

[42] Mirjana, G. A., Marina, B. S., Jelena, M. P. Evaluation of the efficiency of natural coagulant obtained by ultrafiltration of common bean seed extract in water turbidity removal. Ecological Engineering, 49 : 48-52. 2012.

[43] Zongo, I. Etude expérimentale et théorique du procédé d'electrocoagulation application au traitement de deux effluents textiles et d'un effluent simulé de tannerie. Thèse de doctorat, Université de Lorraine. 2009.

[44] Dupaigne, P. Les colorants rouges d'origine naturelle. Fruits, 29 : 797-814. 1974.

[45] Zitouni, A. Monographie et perspectives d'avenir du caroubier (*Ceratoniasiliqua*) en Algérie. Thèse de doctorat, INA, El-Harrach, 2010.

[46] Hossain M. K., Dewan , M. W., Hosur, D., Jeelani, S. Effect of surface treatment and nanoclay on thermal and mechanical performances of jute fabric/biopol 'green' composites. Journal of reinforced plastics and composites, 30 : 1841–1856. 2011.

[47] Kovačević, Z., S. B. Vukušić et M. Zimniewska,. Comparaison des fibres de genêt d'Espagne (*Spartiumjunceum* L.) et de lin (*Linumusitatissimum*)). Textile research journal, 82 : 1786-1798. 2012.

[48] Jabbar, A., Militky, J., Wiener, J., Javaid, MU., Rwawiire, S. Tensile, surface and thermal characterization of jute fibres after novel treatments. Indian Journal of Fibre & Textile Research, 41 : 249-254. 2016.

[49] Zannen, S., Ghali, L., Halimi, M. T, Ben Hssen, M. Effect of Chemical Extraction on Physicochemical and Mechanical Properties of Doum Palm Fibres. Advances in Materials Physics and Chemistry, 4 : 203-216. 2014.