

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE DE OUARGLA

Faculté des sciences et des sciences de l'ingénieur  
département des sciences de l'ingénieur



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES

EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME D'INGENIEUR D'ETAT

Spécialité : Génie des procédés

Option : Génie d'environnement

Présenté par :

LAQUINI Salah Eddine      MEHDA Mohammed Yacine

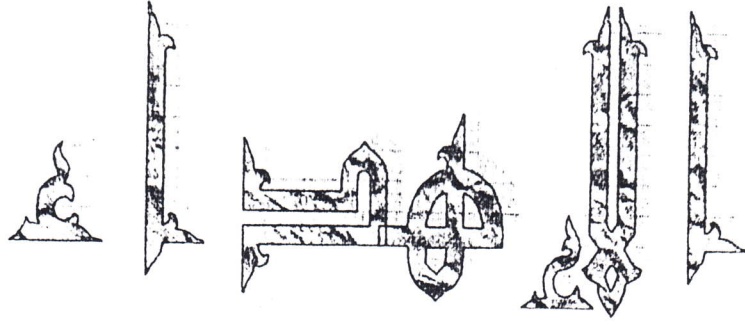
*Thème*

MISE EVIDENCE ET VALORISATION DES HUILES DE CADES.  
POSSIBILITE D'APPLICATION EN TRAITEMENT DES EAUX

Soutenu publiquement le 21/10/2002 à 14<sup>h</sup>00 devant le jury composé par:

Mr. A. BEBA	MACC	U.Ourgla	président
Mr. M <sup>cd</sup> . OUAHRANI	MC	U.Ourgla	examineur
Mr.L. SAKHRI	MACC	U.Ourgla	examineur
Mr.A. MESSÏTFA	MC	U.Ourgla	Encadreur

Année Universitaire 2001/2002




أهدي عصارة جهدي

إلى أبي الغالي الصادق  
إلى أمي الحبيبة زبيدة

إلى كل إخواني و أخواتي كل واحد بإسمه

إلى كل الأهل و الأقارب  
إلى كل الأصدقاء  
إلى كل الأساتذة

إلى كل الطلبة خريجي دفعة 2002.

صلاح الدين 

# Remerciements

- ❖ Nous remercions notre encadreur Dr. MESSAÏFA Ammar, maître de conférence à l'université de Ouargla pour ces conseils, et ces encouragements sa disponibilité tout au long de ce travail.
- ❖ Nous remercions aussi Monsieur LAAROUSSI LAAROUSSI du Centre de Recherche et de Développement (CRD) de Hassi Massaoud pour son aide dans la réalisation des analyses bactériologique, sans oublier aussi Monsieur D.LAZERO, Ingénieur au laboratoire des huile essentielle (CRD).

Nous exprimons notre Remerciements

- ❖ Monsieur MHAOUA M<sup>ed</sup> EL-SSEKIR du laboratoire de l'INA(Institut National d'Agronomie) pour les analyses en adsorption atomique.
- ❖ Monsieur BAMER LOTFI pour tous les conseils précieux.
- ❖ A tout le personnel du laboratoire d'EPEG du Gardaia.
- ❖ En fin nous remercions à tous ceux qui on participé de près ou loin à la réalisation de ce modeste travail.

SOMMAIRE.....	1
LISTE DES TABLEAUX .....	3
LISTE DES FIGURES.....	4
INTRODUCTION GENERAL.....	5

## CHAPITRE I

### Généralité sur l'huile de cade

1. IDENTIFICATION D'HUILE DE CADE.....	7
1.1.definition.....	7
1.2. extraction de l'huile essentielle de cade.....	7
1.3..les principaux composantes d'huile de cade .....	8
1.4. les propriétés médicinales d'huile de cade.....	11
1.5. description de la plante cade.....	12

## CHAPITRE II

### Matériels et Méthodes

1. LA DURETE.....	13
1.1 l'analyse de la dureté. ....	13
1.2 la dureté calcique .....	15
1.3 la dureté magnésienne.....	16
2. ANALYSE BACTERIOLOGIQUE DES EAUX USEES.....	16
2.1. Démembrement des coliformes fécaux Escherichia coli.....	17
2.1.1. Les coliformes.....	17
2.1.2.Intérêt hygiénique de la recherche de coliformes dans l'eau.....	17
2.2 Méthode de dénombrement par inoculation en milieux liquide.....	17
3. DETERMINATION DE LA DEMANDE BIOLOGIQUE EN OXYGENE (DBO <sub>5</sub> ) .....	23
3.1. mode opératoire.....	23
4. CARACTERISTIQUE PHYSICO-CHIMIQUE D'HUILE DE CADE .....	24

4.1. dosage des éléments majeurs.....25  
4.2. dosage des métaux lourds.....27

*Chapitre III*

*Résultats et discussion*

1.RESULTAT D'ENQUETE.....28  
2.EXPERIMENTATION AU LABORATOIRE.....30  
1. la dureté.....30  
1.1. La dureté totale.....30  
1.2. La dureté calcique.....31  
1.3. La dureté magnésienne.....32  
2. effet d'huile de cade sur l'activité micro biologique.....32  
3.variation de la de la demande biologique d'oxygène (DBO<sub>5</sub>) en fonction des teneurs en huile de cade .....33  
4.Les principaux caractéristiques de l'huile de cade.....34  
4.1. Les éléments majeurs .....34  
4.2. Les métaux lourds .....35  
4.3. Le pH de l'huile de cade .....36  
5.diagramme potentiel-pH du chlorure.....36  
6. analyse comparative du pouvoir désinfectant entre l'huile de cade et l'eau de javel.....41  
6.1.Variation de la teneur DBO<sub>5</sub> en fonction de la concentration en eau de Javel.....41  
6.2. Résultat Comparative entre l'huile de cade et l'eau de Javel.....44  
CONCLUSION GENERALE.....46  
BIBLIOGRAPHIQUES.....47  
ANNEXE.....48

---

## LISTE DES TABLEAUX

Tableau 1. Le nombre plus probable (N.P.P)

Tableau 2. Les différentes prises d'essais et leurs coefficients de conversion.

Tableau 3. L'effet d'huile de cade sur la dureté totale et calcique.

Tableau 4. Nombre le plus probable (N.P.P) des Escherichia coli et coliformes fécaux.

Tableau 5. Evolution de la concentration en  $DBO_5$  en fonction de la concentration en huile de cade.

Tableau 6. La concentration de quelques éléments en huile de cade.

Tableau 7. Le pH des huiles de cade

Tableau 8. Caractéristiques d'eau de Javel et extrait de Javel

Tableau 9. Comparaison entre l'efficacité de l'huile de cade et l'eau de Javel sur la désinfectant des eaux usées.

---

## LISTE DES FIGURES

Figure 1. La structure du cadinène

Figure 2. La structure du comphène

Figure 3. La structure du Bornéol

Figure 4. La structure des différents isomères du terpinéol

Figure 5. Evolutions de  $DBO_5$  en fonction de la concentration en huile de cade.

Figure 6. Le point d'intersection du pH et  $E(v)$  d'huile de cade dans diagramme potentiel-pH du chlore et détermination du produit dans l'huile de cade.

Figure 7. Composition d'une eau de Javel en fonction du pH [9].

Figure 8. Comparaison du pouvoir désinfectant entre huile de cade et l'eau de Javel.

Schéma 1. *Juniperus oxycedrus* L.

# **Introduction générale**



## **INTRODUCTION GENERALE**

Pour la majorité des régions du sud algérien, l'huile de cade, est largement utilisé dans les eaux de consommation. Cependant, aucune informations scientifique n'est disponible pour le moment dans le région concernant l'utilité de l'utilisation de ces huile. Par ailleurs, pour les années à avenir, les enjeux de la valorisation des produite=s naturels ( notamment local ) prennent de plus en plus d'importance. La présent thème, traite la possibilité d'une éventuelle utilisation de cette ressource naturel dans le domaine de traitement des eaux. La valorisation et la recherche des intérêts de ces huiles naturelles, dans le traitement des eaux de consommation, semblent représente un atoût de développement pour l'économie de pays d'une part et la recherche scientifique d'autre part.

L'approche scientifique développée dans ce thème, consiste à décrire, à valorisé et à mettre en évidence les principaux intérêts de ces huiles pour une éventuelle application d'intérêts publics. Le travail comportera deux volets complémentaires ; des suivis sur le terrain ( enquêtes ) et des expérimentations au laboratoire. Le premier volet vise principalement à établir une enquête détaillée sur l'intérêt de l'utilisation de ces huiles dans les eaux. Le principe de l'enquête consiste à interroger la majorité de la composante de société ( sexes masculin et féminin, les vieux et les jeunes, les étudiants, les cadres supérieures, ... ect ) et enfin établir une recherche bibliographique d'intérêt et en relation avec les objectifs du thème. Le deuxième volet de l'étude à pour objectif essentiel de connaître et de suivre,

dans des conditions contrôlées, le pouvoir traitabilité de ces huiles ainsi, que les conditions aux limites. Il s'agit en premier lieu d'établir les principaux caractéristiques physico-chimique de ces huiles ,et en deuxième temps ,de suivre le comportement de la qualité chimique des eaux usées en fonction de la concentration des huiles de cades, enfin par l'analyse des principaux éléments chimiques majeurs (  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{Mg}^{+2}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{SO}_4^{-2}$ ,  $\text{Cl}^-$  ...) et des métaux lourds (Cu , Zn , Cr , Pb Ni , Cd ...) que peuvent contenir les huiles de cade, un bilan de traitement sera dressé.

*Chapitre I :*

**Généralité**  
**Sur**  
**l'huile de cade**

## **CHAPITRE I**

### **GENERALITE SUR L'HUILE DE CADE**

#### **1. IDENTIFICATION D'HUILE DE CADE**

##### **1.1. Définition**

C'est un extrait végétal (cade) liquide de couleur brun rougeâtre, appelé goudron de cade [2] ou huile de cade [4] d'aspect homogène[5], a odeur forte et empyreumatique particulière, insoluble dans l'eau à laquelle il communique une réaction acide partiellement soluble dans l'alcool, l'éther, l'acide acétique, le benzène et le chloroforme [4]. Sa composition est analogue au goudron végétal, bien que la proportion des carbures soit plus élevée. Elle ne contient pas des glycérides et d'acide gras et ne peut donc être saponifié [5].

##### **1.2. Extraction de l'huile de cade**

C'est le résultat de la carbonisation du bois d'un conifère le genévrier cade (*Juniperus oxycédrus*), d'une composition très variable, cette huile donne à la rectification, entre 150 °C et 300 °C, une essence riche en cadinène ( $C_{11}H_{24}$ ),  $\alpha$  pinène ( $C_{10}H_{16}$ ), comphène ( $C_{10}H_{16}$ ), borneol ( $C_{10}H_{18}O$ ), isoborneol ( $C_{10}H_{18}O$ ) et terpineol ( $C_{10}H_{18}O$ )[1].

La carbonisation du bois du cade, libère tout d'abord un liquide aqueux de couleur brun rougeâtre, puis un goudron épais de couleur foncée. Laisse au repos, ce pyroligneux se sépare en deux couches, l'huile proprement dite surnageant un magma plus ou moins lourd et sans valeur.

Connaissant qu'une charge moyenne de 250 kg de bûchettes du bois de cade donne entre 4 et 5 kg de l'huile brute qui, à la réactification à température comprise entre 150 et 300 °C laisse entre 3 et 3,5 kg d'essence, de densité comprise entre 0,92 et 0,95 [2].

### 1.3. Les principaux composants de l'huile de cade

- Cadinène : composé sesquiterpénique, bicyclique ( $C_{15}H_{24}$ ) a deux double liaisons (figure 1) sous forme de "L". Il se trouve à des proportions allant de 58 à 70% [1].

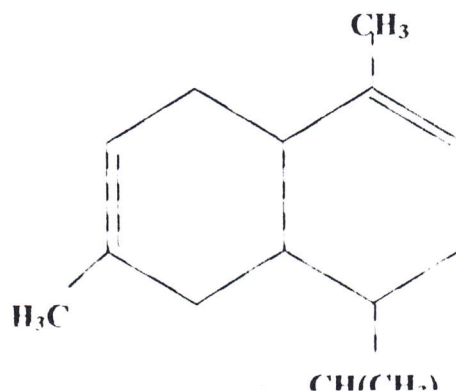


Figure 1 . La structure du Cadinène

- $\alpha$ -pinène : terpène bicyclique ( $C_{10}H_{16}$ ) constituée par le triméthyl-2,6,6 bicyclo [3,1,1] heptane-2. La température d'ébullition est de 156 °C [1].

- Comphène : terpène bicyclique ( $C_{10}H_{16}$ ) constitué par méthène-2 diméthyl-3,3 bicyclo (2,1,1) heptane ( formule de Wagner ). La température d'ébullition est de  $160^{\circ}C$  (figure 2) [1] .

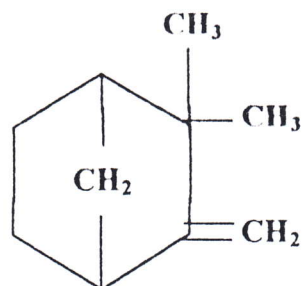


Figure 2. La structure du Comphène

- Bornéol : Alcool bicyclique ( $C_{10}H_{18}O$ ) (figure 3) [1] .

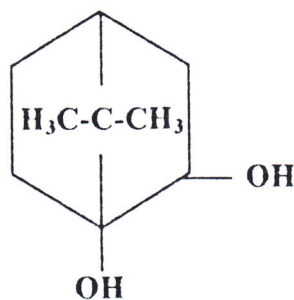


Figure 3. La structure du Bornéol

- Isobornéol : Alcool à la formes L,d, L+d et à odeur de houblan ( $C_{10}H_{18}O$ ) stéréo-isomères du bornéol [1] .

- **Terpinéol** : Alcools terpéniques non saturés ( $C_{10}H_{18}O$ ) des trois isomères  $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$  (figure 4) [1] .

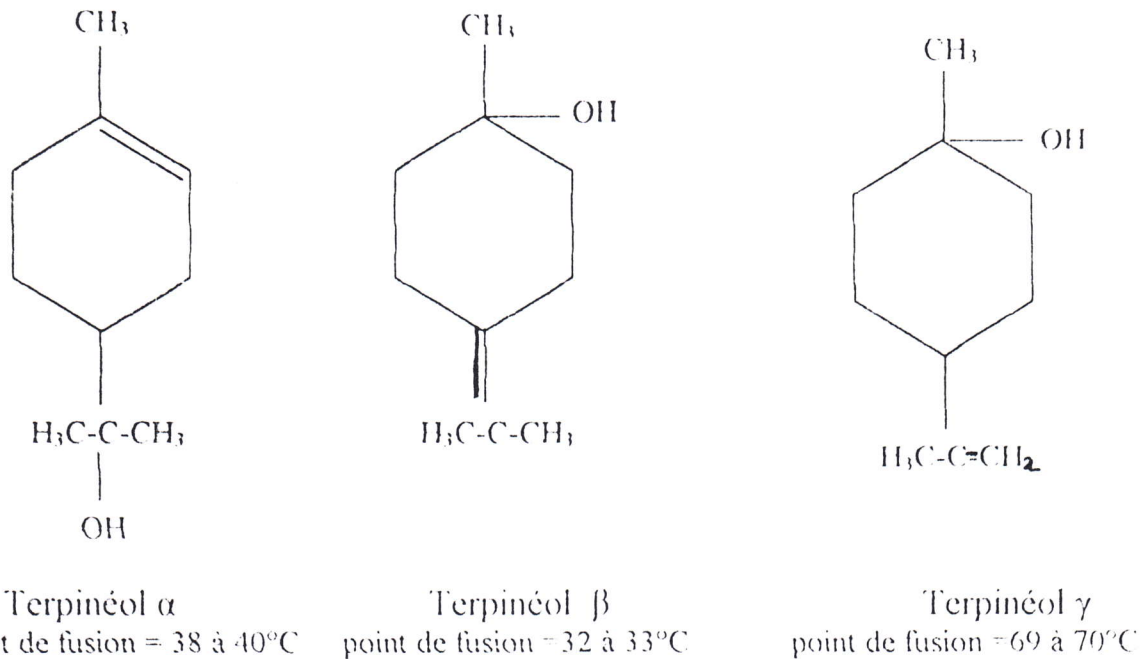


Figure 4. La structure des différents isomères du terpinéol

#### 1.4. Les propriétés médicinales de l'huile de cade

L'huile de cade est largement employée dans de nombreuses affections de la peau (eczéma, psoriasis), et comme parasiticide. Sous forme de glycérolé, elle entre dans la préparation de la pommade à l'ichthyolammonium [4]. C'est un antiparasite, un vermifuge, un résolutif pectoral, un antiseptique, vulnéraire, elle est indiquée dans les problèmes de dermatoses, de gale, de maladie du cuir chevelu, contre les vers intestinaux, les névralgies dentaires, contre le coryza (rhume de foin), et enfin est un antidesquamant [3].

## **1.5. Description de la plante cade**

Le genévrier cade ou *Juniperus oxycedrus* (schéma 1 ) se développe sur les coteaux arides et les roches, les pelouses et les garrigues ainsi que dans les pinèdes sur chauffées. D'une taille allant de 1 à 8 mètres, ses feuilles sont étroites et mesurent de 1 à 2 cm, groupées par trois et sont creusées sur la face supérieure de deux sillons blanchâtres. Elles se terminent en une pointe piquante. Ses baies sont plus grosses, de 6 à 8 mm de diamètre, commencent vertes, puis marrons et finissent par rouges clairs. Le cœur du bois est riche en huile essentielle (huile de cade).

### **1.5.1. Systématique de la plante**

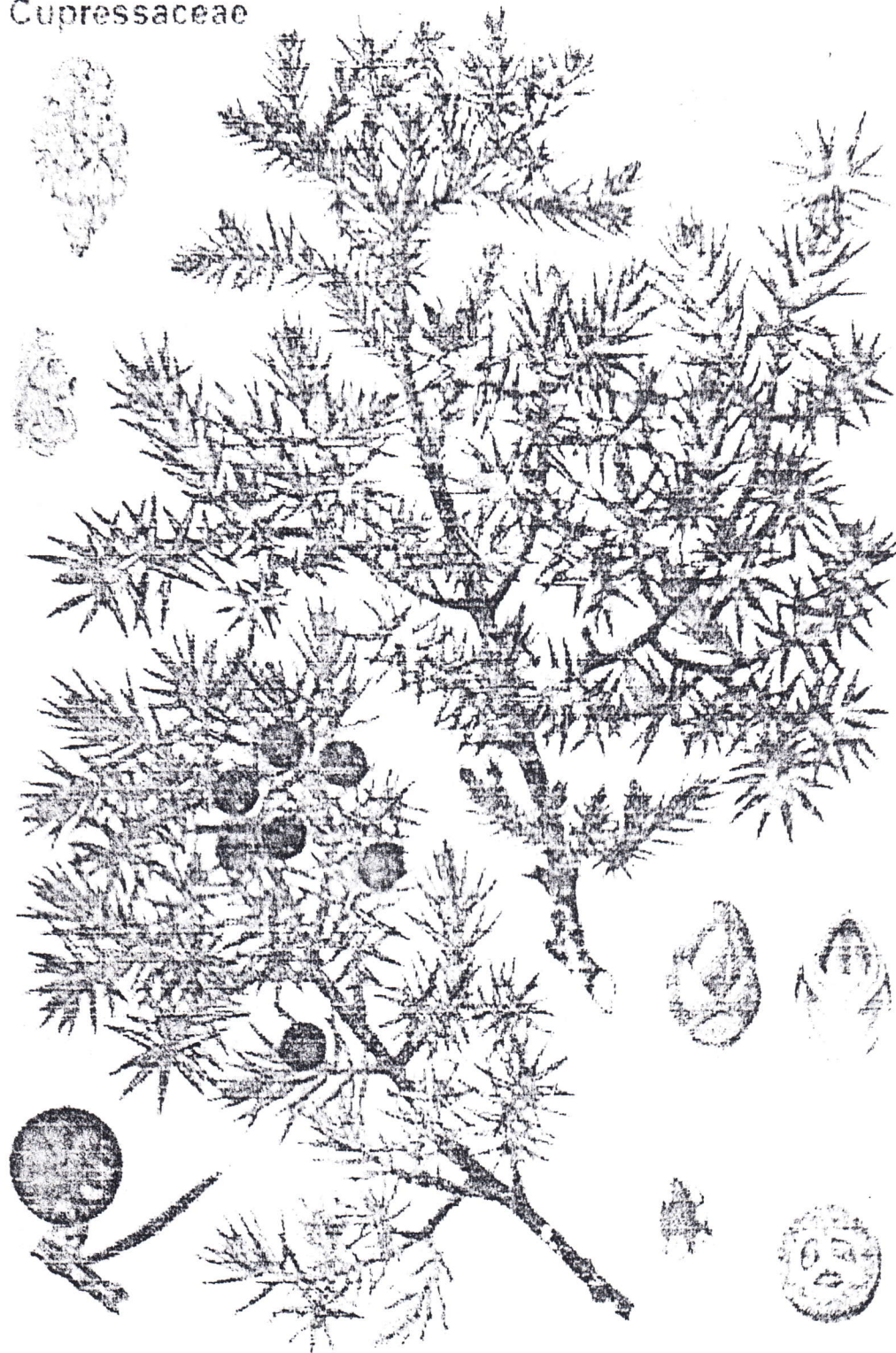
- ♦ Embranchement : phanérogame
- ♦ Sous-embranchement : gymnospermes
- ♦ Ordre : cupressale
- ♦ Catégorie : arbuste

### **1.5.2. Caractéristiques de la plante**

- Port : dressé puis pleureur
- Feuillage : persistant, bleu-vert
- Croissance : moyenne
- Plantation : début automne ou printemps
- Multiplication : semi(long), bouture à talon en été
- Sol : drainé, même calcaire ou sec
- Emplacement : soleil, mi-ombre



Cupressaceae



*Juniperus oxycedrus* L.

Schema 1. *Juniperus oxycedrus* L.

**Chapitre II:**

***Matériels  
et  
Méthodes***

## **CHAPITRE II**

### **MATERIELS ET METHODES**

#### **1. LA DURETE**

##### **1.1. Analyse de la dureté**

La dureté est encore appelée dureté calcique et magnétique. Elle s'exprime en milliéquivalents de  $\text{CaCO}_3$ . Elle est aussi très souvent donnée en degré français. Dans l'eau sont déterminent[6].

##### **1.1.1. Principe de la méthode complexométrique**

Les alcalino-terreux présents dans l'eau, sont amenés sous forme complexe, de type chélate, par le sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracitrique (EDTA). Par ailleurs en milieu convenablement tamponné, pour empêcher la précipitation du magnésium, la méthode permet de doser la somme des ions calcium et magnésium. La disparition des dernières traces d'élément libres à doser est décelée par le virage d'un indicateur spécifique (methylene d'orange).

La méthode nécessite les réactifs suivants :

- *Solution de noir d'eriochrome T dans l'alcool éthylique absolu à 0.4%.*
- *Solution tampon, composé de :*
  - L'ammoniaque(densité = 0,925) .....285 ml.
  - Le chlorure d'ammonium.
  - Le tartre double de potassium et sodium .....200g.
  - L'eau distillée .....1000 ml
- *Solution EDTA N/50*
  - Sel disodique de l'acide éthylène diamine tétraacétique.....4 g.
  - Chlorure de magnésium ( $MgCl_2, 2H_2O$ ).....0,1 g.
  - Eau distillée.....1000 ml.

### 1.1.2. Mode opération

Nous prélevons sept échantillons de 100 ml chacun d'eau à analyser, et on chauffe la prise d'essai a une température d'environ 60 °C, puis on ajoute 5 ml de la solution tampon (pH = 9.5 - 10) et une quinzaine de gouttes de l'indicateur coloré.

On titre la solution d'EDTA j'us qu'au virage ( rouge vineux au bleu-vert ) connaissant le volume de la solution d'EDTA versé(V).on peut facilement déterminé la concentration..

## 1.2. La dureté calcique

Le principe est identique à celui de la méthode décrite pour la dureté totale : Cependant, comme le dosage se fait à des pH élevés (12 à 13), le magnésium se précipite sous forme d'hydroxyde ( $Mg(OH)_2$ ), ainsi l'indicateur choisi ne se combine donc qu'avec le calcium.

Les réactifs utilisés sont :

- **Une solution EDTA N/50 (0,01 M) :**

Pour l'obtenir, en dissous 3,721 g de sel disodique de l'acide éthylène diamine tétracétique (cristallisé) dans un litre d'eau distillée.

- **Une solution d'hydroxyde de sodium 2N.**
- **Un indicateur de Patton et reeder.**
- **Une solution d'acide ascorbique à 5%.**
- **Un agent masquant :**

Cyanure de potassium..... 3 g

Triéthanolamine..... 25 ml

Eau distillée..... 100 ml

- **Une solution de magnésium 0,05 M.**
  - Chlorure de magnésium hydraté ( $6H_2O$ )..... 10,165 g.
  - Eau distillée..... 1000 ml
- **Une solution étalon de calcium 0,05 M.**

### 1.2.1. Mode opératoire

Comme dans le cas de la dureté totale, chacun des sept échantillons, contenant 50 ml d'eau à analyser, on introduit successivement :

- Un agent masquant ..... 1 ml .
- Une solution d'acide ascorbique ..... 3 gouttes.
- Une solution d'hydroxyde de sodium ..... 5 ml.
- Un indicateur ..... 50 à 100 mg.

En fin on ajoute le volume nécessaire (V) en d'EDTA pour avoir le virage. Pour une prise d'essai de 50 ml, la teneur en calcium est donnée par la forme suivante:

$$\text{Ca(mg/l)} = \frac{V \times 0,4008 \times 1000}{50}$$

### 1.3. La dureté magnésienne

La différence entre la dureté totale et la dureté calcique, donne directement la dureté magnésienne de l'eau .

## 2. ANALYSE BACTERIOLOGIQUE DES EAUX USEES

L'objectif de cette analyse bactériologique est d'étudier la possibilité d'utiliser de l'huile de cade comme un désinfectant des eaux, c'est dire de répondre à la questions est il possible que l'addition de d'huile de cade aux eaux usés urbains peuve désinfecté ces eaux ?.

Les principaux germes analysés dans ces eaux sont : Les coliformes fécaux et *Escherichia coli*.

## **2.1. Démembrement des coliformes fécaux et *Escherichia coli***

### **2.1.1. Les coliformes**

Par coliformes, on entend de nombreuses espèces bactériennes appartenant à la famille des *Enterobacteriaceae* ; sont des micro-organismes non sporogènes à coloration de Gram négative, oxydase négative, aérobies ou facultativement aérobies, capables de croître en présence de sels biliaires ou d'autres agents de surface possédant des activités de croissance. Ces bactéries sont capables de fermenter le lactose avec production de l'acide et de l'aldéhyde.

### **2.1.2. Intérêts hygiéniques de la recherche des coliformes dans les eaux**

L'analyse des coliformes est très intéressante, car ces derniers peuvent vivre en abondance dans les matières fécales des animaux à sang chaud. Par ailleurs, ils constituent un bon indicateur d'une pollution fécale. Ainsi, leur résistance aux agents antiseptiques, et notamment au chlore et ses dérivés est voisine de la résistance des bactéries pathogènes, ils constituent ainsi, un bon indicateur de l'efficacité de traitement appliqué.

### **2.1.3. Méthode de dénombrement par inoculation en milieu liquide**

#### **2.1.3.1. Principe**

Après ensemencement dans des séries de tubes contenant un milieu d'inoculation permettant de mettre en évidence la fermentation du lactose

avec production de gaz, on repiquer les tubes « positif » sur un milieu liquide contenant du sel biliaire, la température d'incubation est de 37 °C.

Concernant les *Escherichia coli*, le milieu est le tryptophane et la température d'incubation est de 44 °C.

### 2.1.3.2. Milieu de culture et réactifs

#### 1. Milieu de culture

- *Bouillon lactos*.
- *Formule concentrée* (pour la recherche de l' *Escherichia coli*).
  - Extrait de viande de bœuf.....6 g.
  - Peptone.....10 g.
  - Lactose .....10 g.
  - Eau distillée .....1000 g.
- *Formule normal* (pour la recherche de coliforme).
  - Extrait de viande de bœuf .....3 g.
  - Peptone .....5 g.
  - Lactose .....5 g.
  - Eau distillée .....1000 g.
- *Milieu de sodium*.
- *Formule simple*.

Après préparation le milieu de culture, ce dernier est dans des tubes à raison de 5 ml par tube.

#### 2. Milieu de confirmation

- *Bouillon lactosé* (pour la recherche de l'indol)
- *Eau peptonée*.





### 3. Réactifs

- Réactif d'Erlich-kovacs pour recherche de l'indol.
- Alcool isoamylique et acide nitrique pour recherche de indol.
- Réactif pour mettre en évidence l'oxydase.

### 4. Mode opératoire

- Premier étape : INOCULATION

Après inoculation et sans faire pénétrer d'air dans la cloche de Durham, on agite pour homogénéiser, et on places les tubes dans une étuve à 37 °C pendant 24 heures. Considérer comme « positifs » tout les tubes où il se produit un trouble dans toute la masse liquide et un dégagement de gaz dans la cloche.

- Deuxième étape : REPIQUAGE SUR MILIEU DIT DE CONFIRMATION

- *Utilisation de bouillon lactosé*

En vue du démembrement de ce coliforme, chacun des milieux « positif » de la première étape est repiqué avec une pipette pasteur, dans un tube de bouillon lactose bilié au vert brillant pour incubation à température de 37 °C. Concernant le démembrement des coliformes fécaux et *Escherichia coli* un second tube de ce milieu ainsi qu'un tube d'eau peptonée, pour incubation à 44 °C est préparé .

Après une incubation appropriée ( 24 heures, puis a la 48 heures), la lecture des tubes positif permettent de calculer le N.P.P (le Nombre le Plus Probable) Sont considérés comme positif :

Les tubes où se manifeste une croissance bactérienne et un dégagement de gaz dans la cloche de Durham ; les tubes d'eau peptonée où l'addition d'un ml de réactif de Kovacs donne les N.P.P. Les résultats sont exprimés sous la forme : nombre le plus probable de coliforme fécaux et *Escherichia Coli* par 100 ml (voir le tableau I).

Tableau 1. Le Nombre Plus Probable(N.P.P)

Nombres de tubes positifs			N.P.P pour 100 ml
1 fois 50 ml	5 fois 10 ml	5 fois 1 ml	
0	0	0	1
0	0	1	1
0	0	2	2
0	1	0	1
0	1	1	2
0	1	2	3
0	2	0	2
0	2	1	3
0	2	2	4
0	3	1	5
0	4	0	5
1	0	0	1
1	0	1	3
1	0	2	4
1	0	3	4
1	1	0	3
1	1	1	5
1	1	2	7
1	1	3	9
1	2	0	5
1	2	1	7
1	2	2	10
1	2	3	12
1	3	0	8
1	3	1	11
1	3	2	14
1	3	3	18
1	3	4	21
1	4	0	13
1	4	1	17
1	4	2	22
1	4	3	28
1	4	4	35
1	4	5	43
1	5	0	24
1	5	1	35
1	5	2	54
1	5	3	92
1	5	4	160
1	5	5	240

### 3. DETERMINATION DE LA DEMANDE BIOCHIMIQUE EN OXYGENE (DBO<sub>5</sub>)

L'analyse de la DBO<sub>5</sub>, comme indicateur de pollution, nous permet de suivre l'efficacité et le pouvoir désinfectant des huiles de cades et ces conditions aux limites vis à vis des bactéries présentes dans les eaux usées. Ce paramètre (DBO<sub>5</sub>) constitue un bon indicateur de la teneur en matières organiques biodégradables d'une eau.

La DBO signifie la quantité de l'oxygène nécessaire aux micro-organismes aérobies pour oxyder les matières organiques dissoutes ou en suspension dans l'eau. Il s'agit donc d'une consommation d'oxygène par voie biologique. La DBO est mesurée au bout de 5 jours (DBO<sub>5</sub>) et à 20 °C.

#### 3.1. Mode opératoire

Un volume d'eau usée à analyser est introduit dans des flacons bruns. Les valeurs en DBO<sub>5</sub> prises pendant les cinq jours sont enregistrées automatiquement en mg/l. Les résultats obtenus seront en suite multipliés par le coefficient de conversion.

Tableau 2. Les différentes prises d'essais et leurs coefficients de conversion

Marge DBO <sub>5</sub>	Volume d'eau (ml)	Coefficient de conversion
0 à 40	432,0	1
0 à 80	365,0	2
0 à 200	250,0	5
0 à 400	164,0	10
0 à 800	97,0	20
0 à 2000	43,5	50
0 à 4000	22,7	100

## 4. CARACTERISTIQUES PHYSICO-CHIMIQUES DE L'HUILE DE CADE

Les caractéristiques physico-chimiques de l'huile de cade analysés concernent les éléments majeurs (  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Cl}^-$ ...), les métaux lourds (  $\text{Cd}$ ,  $\text{Ni}$ ,  $\text{Hg}$ ,.....) et le pH. Les analyses permettent de connaître la composition chimique de ces huiles pour une éventuelle utilisation pratiques.

A l'exception des chlorures, l'ensemble de ces éléments sont analysé par spectrométrie d'adsorption atomique, les analyses ont été effectués après filtration de l'huile de cade plusieurs fois pour éliminer les impuretés particulaires que peuvent contenir l'huile de cade, et ce dans l'objectif de protéger l'analyseur.

### 4.1. Dosage des éléments majeurs

#### 4.1.1. Dosage du calcium

- *Étalonnage*

A partir de solutions de calcium, on prépare une gamme de solution, comprises entre 0 et 40 mg/ml. La longueur d'onde de détection est de 422,7nm.

Afin d'éviter les interactions liée à la présence de la silice et du phosphore on ajoute du lanthane . Les résultats sont exprimés en milligrammes de calcium par litre d'huile de cade.

#### 4.1.2. Dosage du magnésium

Comme dans le cas du calcium ,a partir d'une solution mère de magnésium, on prépare une gamme de solution étalon de magnésium compris entre 0 et 1,5 mg/ml. La longueur d'onde de détection est de 285.2 nm. Les interférences avec la silice et le phosphore sont éliminés par l'addition de lanthane . Les résultats sont exprimés en milligramme de magnésium par litre de l'huile de cade.

#### 4.1.3. Dosage du Sodium et du Potassium

Après préparation des étalons, les deux éléments présents dans les huiles de cade sont analysés selon des longueurs d'onde caractéristique, le sodium à une longueur d'onde de 589,0 nm et le potassium à une longueur d'onde de 766,5 nm. Les résultats sont exprimés en milligramme de sodium ou de Potassium par litre de l'huile de cade.

#### 4.1.4 Dosage des Chlorures

Les chlorures présents dans les huiles de cades sont déterminés selon la méthode de Mohr. La fin de la réaction est indiquée par l'apparition d'une teinte rouge caractéristique du chromate d'argent. Dans ces conditions on utilisée les réactives suivants :

- L'acide nitrique pur,
- Le carbonate de calcium pur,
- Une solution de chromate de Potassium à 10 %.
- Une solution de nitrate d'argent à N/10.

• **Principe de la méthode**

On introduit 20 ml d'huile de cade préalablement filtrée et 80 ml d'eau distillée dans un erlenmeyer de 250 ml. On additionne 2 à 3 gouttes d'acide nitrique, une pincée de carbonate de chaux et 3 gouttes de solution de chromate de Potassium à 10 %. A l'aide d'une burette, on titre la solution de nitrate d'argent jusqu'à l'apparition de la teinte rougeâtre. Soit " V " le volume de nitrate d'argent utilisé, la concentration en chlorure est déterminée selon la formule suivante :

$$[\text{Cl}^-] \text{ mg/l} = V \times 10 \times 3,55 \times 5$$

**4.2. analyse des métaux lourds**

**4.2.1 Le Plomb**

▪ *Étalonnage*

Pour obtenir l'étalonnage nous avons préparé respectivement 1.2.5. 10,55 ml dans des ampoules à décantation de la solution mère du plomb à 1mg/l. La longueur d'onde de détection est de 283,3nm. Les résultats sont exprimés en micro-gramme par litre.



#### 4.2.2 Le Cadmium

- *Étalonnage*

Le principe est identique à celui de la méthode décrite pour le plomb. on prépare respectivement 1, 2, 3, 4 et 5 ml de la solution mère de cadmium dans une série d'ampoule et en ajoute respectivement 35, 34, 33, 31 et 30 ml d'eau distillée. La longueur d'onde caractéristique est de 228,8 nm. Les résultats sont exprimés en microgramme de cadmium par litre .

#### 4.2.3 Le Mercure

- *Étalonnage*

Nous avons prélever 1, 2, 3, 4 et 5 ml de la solution mère de mercure à 1 ml et on ajoute respectivement 35, 34, 33, 31 et 30 ml d'eau distillée. La longueur d'onde caractéristique est de 253,7 nm. Les résultats sont exprimés en micro gramme de mercure par litre de l'huile de cade.

*Chapitre III :*

**Résultats  
et  
discussion**

## **CHAPITRE III**

### **RESULTATS ET DISCUSSIONS**

#### **1. Résultats d'enquête**

Cette partie de l'étude, décrit l'utilité de l'utilisation des huiles de cade dans la région d'étude. Il s'agit de mettre en évidence, selon une enquête détaillée, les intérêts de l'utilisation de ces huiles. Ce travail est basé sur un questionnaire étudié et soumis à la majorité de la composante de la société enquêtée, notamment les vieux, les jeunes, les étudiants, les cadres supérieures et les sexes masculin et féminin.

Pour la catégorie des vieux, la majorité (soit 80% des enquêtés) indique que l'huile de cade confère à l'eau un goût agréable et notamment en été, alors, que 20% d'entre eux suggèrent que l'huile de cade est largement utilisée pour le traitement des maladies dermatologiques des animaux (Dromadaire par exemple).

Concernant les médecins et les pharmaciens, ils présentent l'huile de cade comme un désinfectant, un parasiticide, un antiseptique, un vermifuge, un résolutif pectoral. Il est aussi indiqué dans les problèmes de dermatoses, des maladies du cuir chevelu et rentre comme agent antipelleculaire dans la préparation du shampooing

Pour les étudiants et les cadres supérieurs, 72% d'entre eux confirme ceux indiquées par les vieux, c'est à dire, l'huile de cade donné a l'eau un goût agréable. Alors que 28% des étudiants et des cadres supérieures, indique que l'huile de cade donne à l'eau un goût désagréable.

D'une manière générale, les 74% des interrogés indiquent que l'huile de cade donne à l'eau un goût agréable, alors que les 26% des enquêtés estimes que l'huile de cade est un désinfectant.

## 2. EXPERIMENTATION AU LABORATOIRE

### 1. LA DURETE

#### 1.1. Dureté totale

D'après les résultats (tableau4), on constate que l'huile de cade présente un effet sur la dureté totale de l'eau. Cette dernière augmente avec l'augmentation de la concentration en huile de cade. Elle passe de 830 mg/l, pour une concentration nulle en huile de cade à 1002 mg/l pour 0,2 ml en huile de cade, soit une augmentation de 17,2%. Cette augmentation est attribuée à la présence de calcium dans les huiles de cade comme l'indique le tableau 6.

Tableau 3. Effet de l'huile de cade sur la dureté totale et calcique.

Numéro d'échantillon	Volume d'huile de cade utilisé(ml)	Dureté totale (mg/l)	Dureté calcique (mg/l)	Dureté magnésienne (mg/l)
1	0,00	830,0	572,8	257,2
2	0,02	900,9	641,2	259,7
3	0,04	946,7	688,2	258,5
4	0,08	952,9	703,0	249,9
5	0,12	979,0	720,0	259,0
6	0,16	990,2	734,0	256,2
7	0,20	1000,2	780,0	252,0

## 1.2. La dureté calcique

D'après les résultats consignés dans le tableau 3, on constate que la teneur en calcium augmente en fonction de l'augmentation de la concentration en huile de cade ajoutée. Pour des teneurs nulle en huile de cade, la dureté calcique est de 572,8 mg/l et augmente progressivement avec l'augmentation de la concentration en huile de cade. L'augmentation est de plus de 20%. Cette augmentation est attribuée à la présence du  $\text{Ca}^{+2}$  dans les huiles de cade.

L'analyse de ce dernier, montre que la teneur en calcium est de 34 mg/l (tableau 6)

## 1.3 La dureté magnésienne

Concernant le  $\text{Mg}^{+2}$  (tableau 3), on déduit rapidement que l'huile de cade est pauvre en élément  $\text{Mg}^{+2}$  (tableau 6). La concentration en ce dernier reste constante pour l'ensemble des échantillons analysés et pour les différentes concentrations en huile de cade.

## 2. EFFET DE L'HUILE DE CADE SUR L'ACTIVITE MICROBIOLOGIQUE

D'après les résultats consignés dans le tableau 4, on constate que le nombre le plus probable (N.P.P) varie un versement à la concentration de l'huile de cade additionnée. Le nombre des germes passe de 240 pour des concentrations nulle en huile de cade à 22 germes pour 1 ml en huile cade additionné. Soit un taux de disparition plus de 90 %.

Tableau 4. Nombre le plus probable(N.P.P) des Escherichia coli et coliformes fécaux.

volume d'huile ajouté (ml)	Nombre de tube donnant une réaction positive			N.P.P dans 100 ml
0,00	4	5	5	240
0,25	1	5	4	161
0,50	1	5	2	54
0,75	1	4	5	43
1,00	1	4	2	22

### 3. VARIATIONS DE LA DEMANDE BIOLOGIQUE EN OXYGENE(DBO<sub>5</sub>) EN FONCTION DES TENEURS EN HUILE DE CADE

Les résultats consignés dans le tableau 5 et la figure 5, montrent que les teneurs en DBO<sub>5</sub> sont inversement proportionnelles à la concentration en l'huile de cade additionné. Les concentrations passent de 320 mg/l pour l'échantillon témoin (0 ml en huile de cade) à 9 mg/l en huile de cade, soit une diminution de plus de 97 %.

Tableau 5. Evolution de la concentration en  $\text{DBO}_5$  en fonction de la concentration en huile de cade.

Numéro d'échantillon	Volume d'huile de cade ajouté (ml)	$\text{DBO}_5$ (mg/l)
1	0,00	320
2	0,25	290
3	0,50	260
4	0,75	220
5	1,00	180
6	1,25	135
7	1,50	90
8	1,75	47
9	2,00	9



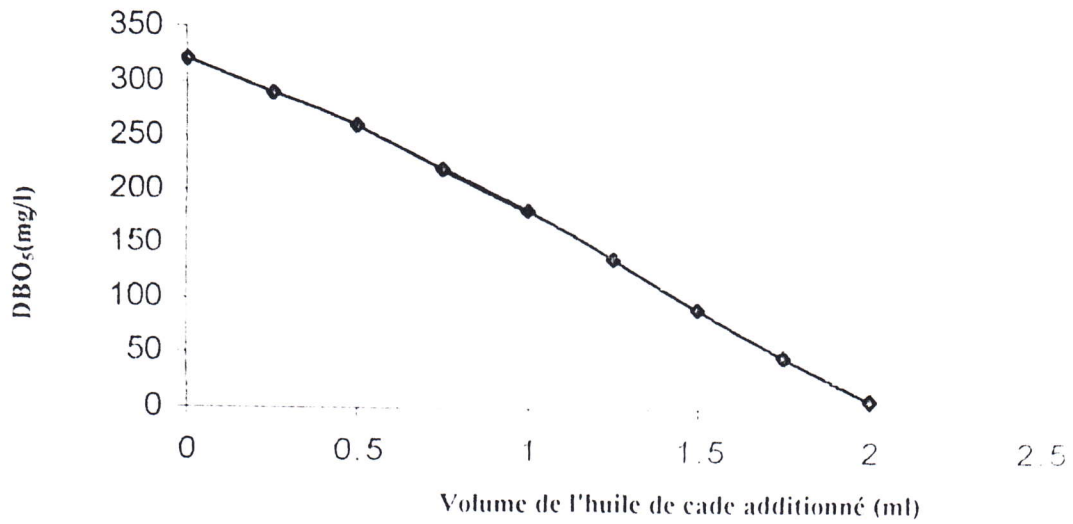


Figure 5. Evolutions de la teneur en DBO<sub>5</sub> en fonction de la concentration en huile de cade.

## 4. LES PRINCIPAUX CARACTÉRISTIQUES DE L'HUILE DE CADE.

### 4.1. Les éléments majeurs

#### 4.1.1. Le calcium et le magnésium

L'échantillon d'huile de cade analysé a enregistré une teneur en calcium de 34 mg/l. Alors que la teneur en magnésium est 100 fois plus faible (0,32 mg/l) que celle observée pour le calcium (tableau 6).

### **4.1.2. Le potassium et le sodium**

La teneur en potassium contenant dans l'huile de cade est de 2,03mg/l, et de 29,2 mg/l pour le sodium (tableau 6). Ce résultat témoigne que ces huile est riche en sodium que le potassium.

### **4.1.3 Les chlorures**

L'huile de cade est plus riche en chlorure que les éléments précédents. Les teneurs en chlorure en atteint 71,2 mg/l (tableau 6).

## **4.2. Les métaux lourds**

Les teneurs en métaux lourds (Plomb, Mercure et Cadmium) contenue dans les huiles de cade, sont très faibles (tableau 6). Les teneurs allant de 0,03µg/l pour le plomb à 0,12 µg/l pour le mercure ; elle est uniquement de 0,045 µg/l pour le cadmium. Si ces teneurs sont loins d'être un dangé pour la santé publique, il faut gardé à l'esprit que l'effet accumutatif est un phénomène a prendre en considération.

Tableau 6. La concentration de quelques éléments composants l'huile de cade.

Elément	Concentration
Calcium	34,00 mg/l
Magnésium	0,32 mg/l
Potassium	2,03 mg/l
Sodium	29,20 mg/l
Chlorure	71,20 mg/l
Plomb	0,03 µg/l
Mercure	0,12 µg/l
Cadmium	0,045 µg/l

### 4. 3. Le pH des huiles de cade

Plusieurs testes d'analyse de pH ont été entrepris (tableau 7). la moyenne est de 3,90.

Tableau 7. Le pH des huiles de cade

Numéro des échantillons	pH
1	4,00
2	3,80
3	4,02
4	3,97
5	3,92
La moyenne	3,90

## 5. Diagramme potentiel-pH du chlore

Nous tracerons le diagramme pour les trois degrés d'oxydation -1, 0 et 1. nous disposons de deux potentiels redox.

$\text{ClO}^-/\text{Cl}^-$  : 1,695v,  $\text{HClO}/\text{Cl}_2$  : 1,58v,  $\text{Cl}_2/\text{Cl}^-$  : 1,36v,  $\text{Cl}^-/\text{HClO}$  : 1,47v et d'une constante d'acidité

$$\text{pKa}(\text{HClO}/\text{ClO}^-) = 7,5$$

On trace l'évolution du potentiel d'équilibre entre les formes réduites et les formes oxydantes pour une concentration donnée, on applique l'équation de NERNST

$$E = E_0 + \frac{0,06}{n} \cdot \log \frac{[\text{Ox}]}{[\text{Réd}]}$$

$n$  : nombre d'électrons échangée

$E_0$  : potentiel chimique standard du couple Ox/Réd

$[\text{Ox}]$  : concentration d'oxydant

$[\text{Réd}]$  : concentration de réducteur

$E$  : potentiel chimique du couple Ox/Réd

### 5.1. Couple Cl<sub>2</sub>/Cl<sup>-</sup>

L'équation redox est :



$$E_1 = 1,36 + (0,06/2) \cdot \log(P_{\text{Cl}_2}/[\text{Cl}^-]^2)$$

$$E_1 = 1,36 + 0,03 \cdot \log \frac{1}{(10^{-1})^2}$$

$$E_1 = 1,36 + 0,03 \times 2 = 1,42 \text{ v}$$

### 5. 2. Couple HClO/Cl<sub>2</sub>



$$E_2 = 1,52 - 0,06 \text{ pH}$$

### 5. 3. Couple Cl<sup>-</sup>/HClO

Si on trace les deux droites précédentes dans un repère  $E = f(\text{pH})$ , on déduit qu'elle se coupe au point  $1,42 = 1,25 - 0,06 \text{ pH}$ .

Au-delà du pH=1.66, il s'agit d'exprimer le potentiel de passage de  $Cl^-$  à  $HClO$  directement [9].



On applique l'équation de NERNST

$$E_3 = E_3^0 + \frac{0,06}{2} \log \frac{[HClO][H^+]}{[Cl^-]}$$

le potentiel d'équilibre est :

$$E_3 = 1,47 - 0,03 pH$$

#### 5.4. Couple $ClO^-/Cl^-$

Au-delà de pH = 7,5, nous avons affinité au couple  $ClO^-/Cl^-$ .



En applique l'équation de NERNST :

$$E_4 = E_4^0 + \frac{0,06}{2} \log \frac{[ClO^-][H^+]}{[Cl^-]}$$

Le potentiel d'équilibre est :

$$E_4 = 1,695 - 0,06 pH$$

connaissant le pH d'huile de cade (3,90) et son potentiel chimique moyen ( $E(v)=1,47v$ ), on déduit de la figure 6, que l'acide hypochloreux ( $HOCl$ ) est le produit actif de l'huile de cade pour la désinfection des eaux

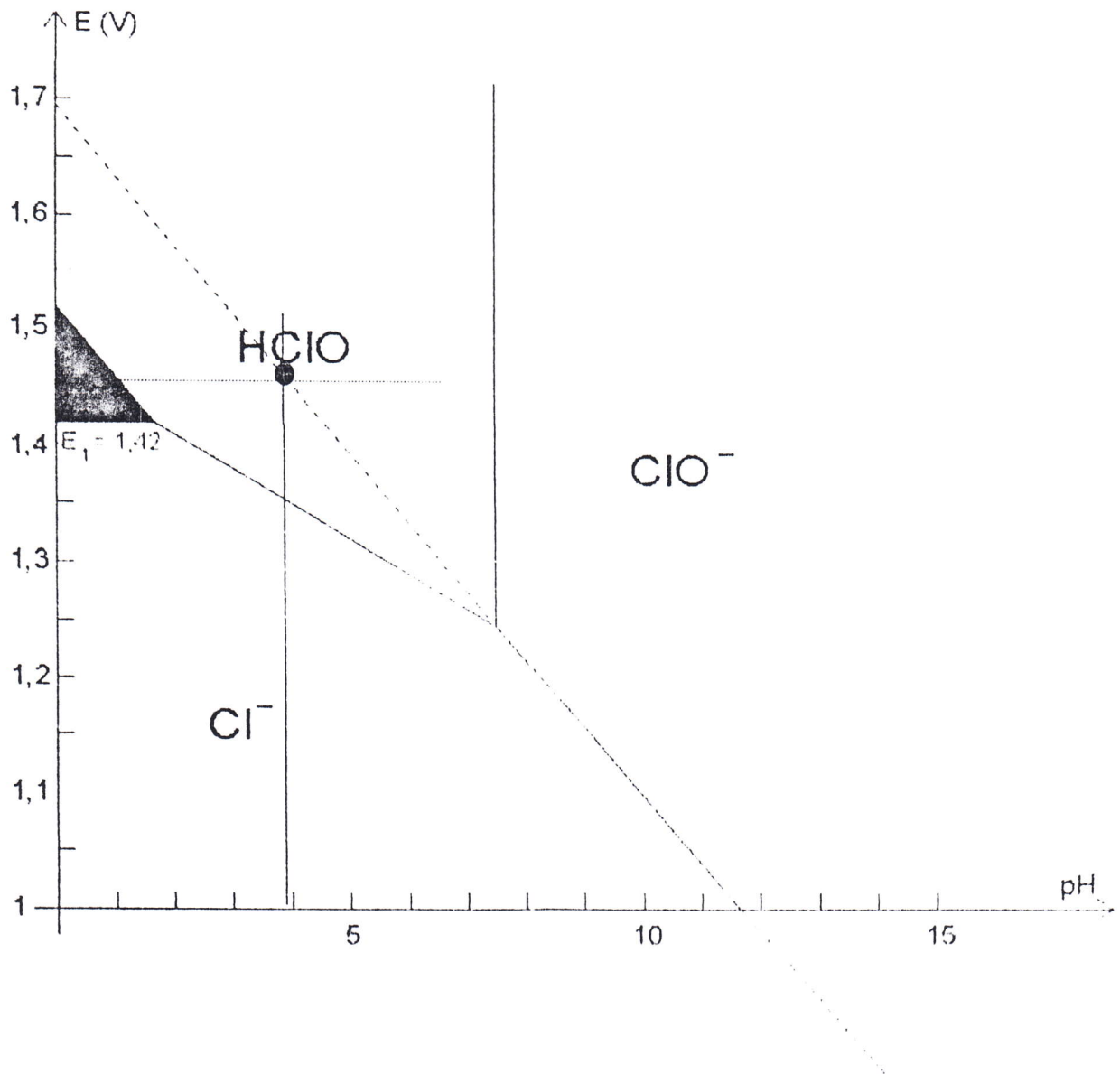


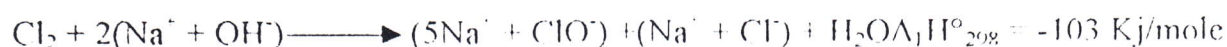
Figure 6. Le point d'intersection du pH et  $E(v)$  d'huile de cade dans diagramme potentiel-pH du chlore et détermination du produit actif dans l'huile de cade

## 6. ANALYSE COMPARATIVE DU POUVOIR DESINECTANT ENTRE L'HUILE DE CADE ET L'EAU DE JAVEL.

### 6.1. Variation de la teneur en DBO<sub>5</sub> en fonction de la concentration en eau de Javel

#### 6.1.1. Généralité sur l'eau de Javel.

Pour information, la réaction de fabrication de l'eau de Javel est la suivante :



La réaction est fortement exothermique, la température ne doit pas dépasser 40°C afin de limiter la dismutation des ions hypochlorites en ions chlorates et chlorures. Les principales caractéristiques de l'eau de Javel est consignée dans le tableau 8.

Tableau 8. Caractéristiques d'eau de Javel et extrait de Javel[9].

	Chl	% de Cl <sub>2</sub> actif	Cl <sub>2</sub> actif	Densité moyenne	pH
Extrait de Javel	48	12,51 à 12,97	152,16g/l	1,216 à 1,173	2,5
Eau Javel	12	3,61 à 3,65	38,04 g/l	1,054 à 1,043	1,5



### 6.1.2. Propriétés

La composition de l'eau de Javel est fonction du pH (figure 6), selon les équilibres chimiques suivants :



A des pH < 5, les équilibres ci-dessus, sont déplacés avec libération de Cl<sub>2</sub>. La réaction de l'eau de Javel avec un acide (HCl par exemple ) est l'une des méthodes de préparation de Cl<sub>2</sub> au laboratoire. L'ion hypochlorite se dismute avec une élévation de la température et en donnant des ions chlorates



L'ion hypochlorite, en solution dans l'eau, est fortement oxydant comme l'indique la réaction suivante :



L'eau de Javel est d'autant plus oxydante que son pH est faible. Elle peut ainsi oxyder de nombreux composés toxiques en composés inoffensifs tels que: SO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, NH<sub>3</sub>, CN... Son action décolorante et désinfectante est en partie, due à sa capacité d'oxyder de nombreux composés organiques.

Ces propriétés désinfectantes sont dues au pouvoir de l'acide hypochloreux qui se diffuse à travers la paroi des cellules bactériennes en détruisant ces protéines membranaires. Par ailleurs, le HClO agit sur le métabolisme de synthèse des bactéries. Dans le cas des virus, HClO agit par attaque des liaisons amidées des protéines.

A des concentrations inférieures aux doses létales, l'eau de Javel inhibe le développement des bactéries ce qui permet la protection de l'eau potable lors de son transport par canalisations.

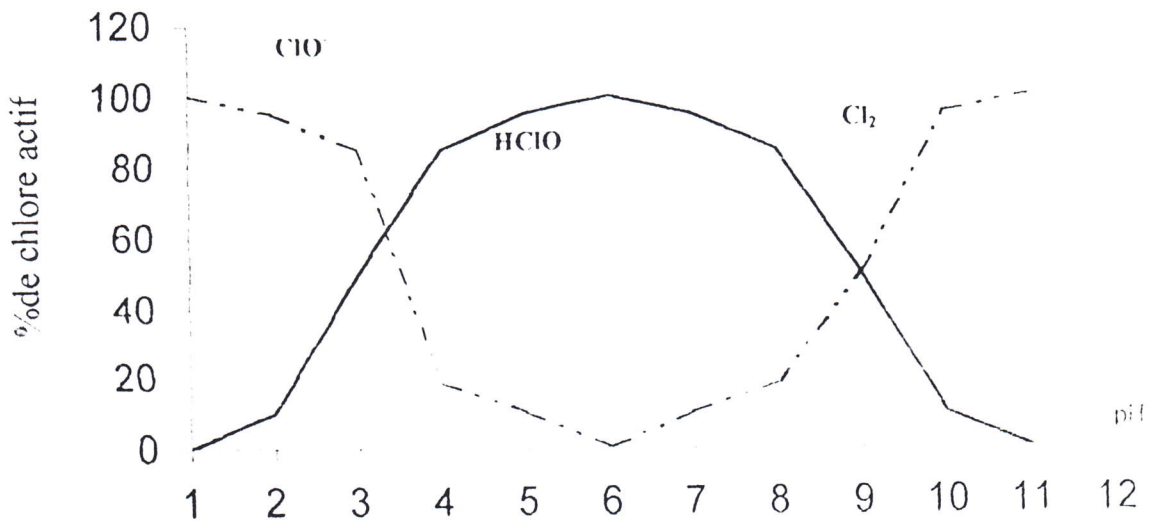


Figure 7. Composition d'une eau de Javel en fonction du pH [9].

## 6.2 Résultat Comparative entre l'huile de cade et l'eau de Javel

D'après le tableau 9 et la figure 8, on constate que pour les mêmes concentrations en huile de cade et en eau de Javel, les teneurs minimales en DBO<sub>5</sub> est de 9 mg/l pour l'huile de cade et 68 mg/l pour l'eaux de Javel. Cette différente témoigne de l'efficacité de ces huiles vis à vis la désinfection des eaux.

Tableau 9. Comparaison entre l'efficacité l'huile de cade et de l'eau de Javel sur le désinfection des eaux usées .

Numéro d'échantillon	Prise d'essai (ml)	Volume d'huile de cade ajouté et eau de Javel (ml)	DBO <sub>5</sub> (mg/l)	
			Huile de cade	Eau de Javel
1	164	0,00	320	320
2		0,25	290	295
3		0,50	260	270
4		0,75	220	235
5		1,00	180	220
6		1,25	135	170
7		1,50	90	175
8		1,75	45	102
9		2.00	9	68

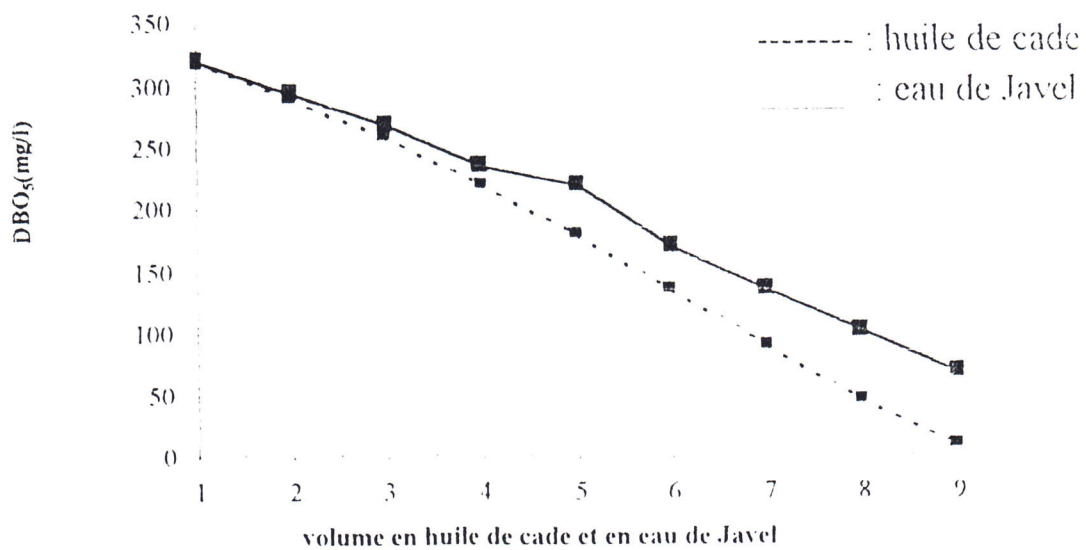


Figure 9. Comparaison du pouvoir désinfectant entre huile de cade et l'eau de Javel

**Conclusion**

**générale**

## CONCLUSION GENERALE

L'étude de la possibilité d'utilisation des huiles de cade dans le domaine de traitement des eaux en général, et les eaux de consommation en particulier, nous a permis de mettre en évidence de nombreuses informations d'ordre pratique. L'enquête établie et qui a touché les principales composantes de la société, suggère le rôle laxatif des huiles, vis-à-vis les eaux de consommation. Alors que l'étude expérimentale nous a permis de montrer que :

- l'huile de cade est un bon désinfectant
- l'huile de cade est riche en calcium et en chlorure .
- l'huile de cade est faiblement contaminée par les métaux lourds.
- L'analyse comparative entre l'huile de cade et l'eau de Javel vis-à-vis le pouvoir désinfectant est en faveur des huiles de cade que l'eau de Javel .

En fin, si cette étude a permis d'imprimer de nombreuses informations très utiles dans le domaine pratique, il reste néanmoins de poursuivre cette étude pour caractériser et confirmer le rôle de cette huile essentielle notamment et d'extraire le produit actif.

## *Bibliographiques*

- [1] Clement Duval et Raynolds Duval ; dictionnaire de la chimie et des ses applications, 3<sup>ème</sup> édition (1977).
- [2] Paul Band ; Traite de chimie industrielle, tome III, industrie organique, 4<sup>ème</sup> édition (1951).
- [3] E.Gildemiester et Fr.Hoffman ; Les huile essentielles, 4<sup>ème</sup> édition (1992)
- [4] Dovalt ; L'officine. XXI<sup>ème</sup> 2dition, page 732-733
- [5] G.Légrand ; Manuel du préparation en pharmacie. 8<sup>ème</sup> édition, page 612
- [6] J.Rodier ; L'analyse de l'eau, 7<sup>ème</sup> édition, paris 1984.
- [7] Maurice Pinta ; spectrométrie d'absorption atomique, application à l'analyse chimique. tome 2, 2<sup>ème</sup> édition.
- [8] Usher.G ; A Dictionnaire of Plants Used by Man .Constable 1974.
- [9] Rushforth .K : La désinfection par le chlore. 1987.

# **Annexe**



## ANNEXE

## • la dureté calcique

Numéro d'échantillon	Volume d'EDTA verser (ml)	Volume d'huile de cade à utilisé (ml)	Dureté calcique mg/l (CaCO <sub>3</sub> )
1	23.06	0.02	641,2
2	34.41	0.04	688,2
3	35.15	0.08	703,0
4	36	0.12	720,0
5	36.7	0.16	734,0
6	36.5	0.2	780,0
7	28.64	0	572,8

- Les différents essais de DBO<sub>5</sub> et leurs moyennes

Pour l'huile de cade

Numéro d'échantillon	Essai N°1	Essai N°2	Essai N°3	Essai N°4	Essai N°5	Les moyennes (mg/l)
1	10	7	11	8	9	9
2	49	47	43	42	44	45
3	49	87	90	89	90	90
4	130	138	140	128	139	135
5	170	192	182	179	177	180
6	220	215	210	225	228	220
7	250	245	270	278	257	260
8	290	283	300	294	297	290
9	320	315	310	325	330	320

**Pour l'eau de Javel**

Numéro d'échantillon	Essai N°1	Essai N°2	Essai N°3	Essai N°4	Essai N°5	Les moyennes (mg/l)
1	75	68	71	76	70	72
2	100	102	107	110	106	105
3	139	126	132	137	141	135
4	160	165	175	177	173	170
5	205	197	194	209	195	200
6	225	237	234	239	240	235
7	265	272	274	269	270	270
8	290	297	292	299	297	295
9	320	315	310	325	330	320

**• Potentiel chimique d'huile de cade E(v)**

Les essais	E(v)
1	1,45
2	1,44
3	1,48
4	1,51
La moyenne	1,47

## RESUME

Pour la majorité des régions du sud algérien, l'huile de cade, est largement utilisé dans les eaux de consommation. Cependant, aucune informations scientifique n'est disponible pour le moment dans le région concernant l'utilité de l'utilisation de ces huile. L'approche scientifique développée dans ce thème, consiste à décrire, à valorisé et à mettre en évidence les principaux intérêts de ces huiles pour une éventuelle application d'intérêts publics.

## ملخص

في مناطق الجنوب الجزائري يستعمل زيت القطران بكثرة في المياه الصالحة للشرب، ولا توجد أي معارومات علمية إلى حد الآن في هذه المناطق فيما يتعلق بفائدة استعماله في المياه، هذا الموضوع يتطرق إلى دراسة زيت القطران وأخذته بعين الاعتبار حول إمكانية استعماله في معالجة المياه الصالحة للشرب، والمياه بصفة عامة.

## ABSTRACT

For the majority of the areas of the Algerian south, oils cade, is largely used in water of consumption. However, no information scientist is available for the moment in the area relating to utility of use of these oil approaches scientific developed in this topic, consists in describing, with developed and highlighting the principal interests of these oils for a possible public interests application.