



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITE KASDI MERBAH
OUARGLA**

**FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE
ET SCIENCES DE LA MATIERE
Département des sciences de la matière**

Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de Magister en chimie organique
Option : chimie organique et physico-chimie moléculaire

Réalisé par :

M^{elle}: Houria MESSROUK

THEME

**Contribution à l'évaluation et au traitement
des eaux usées dans la région de Ouargla:
Cas des composés phénoliques**

Soutenu publiquement le:02/11/2011

Devant le jury composé de :

Président	SAIDI Mokhtar	Professeur	Univ. Ouargla
Examinatrice	HADJ- SAID Samia	Maître de conférences	Univ. Ouargla
Examineur	BEBBA Ahmed Abdelhafid	Professeur	Univ. Ouargla
Rapporteur	HADJ MAHAMMED Mahfoud	Professeur	Univ. Ouargla
Invité	TOUIL Youcef	Maître assistant	Univ. Ouargla

Introduction générale

« L'environnement est la clé d'une meilleure santé » déclare l'OMS (Organisation Mondiale de la Santé) à la Conférence ministérielle « Santé et Environnement » (Londres, juin 1999) [1]. Cet environnement est influencé par la pollution dans ses différents compartiments (l'eau, sol et air), qui résulte des processus d'industrialisation ou tout simplement de l'activité humaine [2].

«L'eau constitue l'une des ressources naturelles les plus sensibles à la pollution. Tout au long de son parcours, elle reçoit les apports réguliers et directs des polluants d'origines urbaine et industrielle ou les apports surtout diffus et irréguliers de polluants d'origine agricole.» [3].

L'histoire du développement industriel s'est construite en association avec l'eau qui réunit un ensemble exceptionnel de propriétés physiques et chimiques; elle peut devenir solvant, fluide thermique ou simplement liquide facile à manipuler.

Ces propriétés expliquent pourquoi l'eau est impliquée dans toutes les grandes activités industrielles; les usines utilisent l'eau de manière répétée au cours des stades successifs de la chaîne de fabrication.

Utiliser l'eau, c'est pratiquement accepté de la polluer... En effet, toute activité industrielle engendre des rejets polluants qui renferment tous les sous-produits et les pertes de matières premières qui n'ont pu être récupérées ni recyclées [4].

Le rejet des eaux usées chargées en substances polluantes, dans le milieu récepteur sans aucun traitement préalable est un motif de préoccupation croissant compte tenu des effets indésirables qu'elles peuvent engendrer sur l'environnement et sur la santé. Cependant de nombreux composants organiques sont non biodégradables et se retrouvent en faible concentration dans les cours d'eau et les nappes sous-terraines. Ils traversent les stations d'épuration sans être dégradés, résistent à l'auto-épuration représentent un risque pour l'environnement qui, en raison de leur toxicité, de leur persistance, de leur bio-accumulation, sont de nature à engendrer des nuisances même lorsqu'elles sont rejetées en très faibles quantités. On parle alors de micropolluants organiques qui sont d'origine agricole (pesticides par exemple) ou urbaine ou surtout industrielle. Certains peuvent être toxiques pour l'homme et pour la flore bactérienne ou peuvent donner à l'eau un goût et une odeur désagréables.

Dans l'optique de s'attaquer à cette pollution, un certain nombre de substances considérées comme particulièrement dangereuses pour le milieu et pour l'homme ont été définies comme prioritaires par la directive européenne 2000/60/CE sur l'eau du 23/10/2000.tels que les détergents, les hydrocarbures ou encore les phénols [5,6].

Les composés phénoliques et leurs dérivés sont présents dans les eaux usées de nombreuses industries, telles que la chimie des polymères, des produits pharmaceutiques; les raffineries de pétrole et les procédés pétrochimiques.

Les polluants incriminés sont responsables de sérieux dommages pour de nombreuses fonctions biochimiques de la flore, de la faune, ainsi que de l'être humain de différentes manières. C'est pour cela que diverses autorités ont imposé des restrictions sévères quant à la concentration de rejet de ces eaux, qu'il faut impérativement traiter [7].

L'objectif est donc d'évaluer et ensuite réduire progressivement, voire de supprimer, les rejets et les émissions de ces substances. Dans certains cas il faudra traiter ces pollutions à la source, Il y a donc un vaste domaine de recherche ouvert sur ce traitement des polluants dans lequel s'inscrit notre travail.

Parmi les nombreux thèmes de recherche sur le traitement des eaux au Laboratoire de biogéochimie des milieux désertiques, nous nous intéressons entre autres à approfondir les techniques hybrides couplant la filtration sur sable et l'adsorption sur le charbon actif en valorisant les matériaux locaux.

Ce travail se répartit en sept chapitres :

1. Généralités et présentation de : l'eau, quelques polluants chimiques et les composés phénoliques.
2. Présentation de la région d'étude (ville de Ouargla).
3. Choix et présentation de sites et composés étudiés (d'après une enquête), et l'échantillonnage.
4. Caractérisation de la pollution surtout organique (DCO, DBO5, MO.....) des effluents industriels de la région de Ouargla.
5. Analyse colorimétrique (indice de phénol).
6. Extraction et l'analyse qualitative des extraits phénoliques.
7. Elimination des composés phénoliques par système de traitement bicouche (cas de sable de dune et charbon actif).

Remerciements

Dieu merci pour m'avoir donné la santé, la volonté et le courage sans lesquels ce travail n'aurait pu être réalisé.

*Le présent travail a été réalisé au niveau des deux Laboratoires “ Biogéochimie des Milieux Désertiques ” et d'analyses physico-chimiques de l'université de Ouargla, sous la direction de monsieur **Hadj Mahammed Mahfoud**, professeur et de monsieur **Touil Youcef**, Maître Assistant, à l'université de Ouargla. Je tiens à les remercier pour la confiance qu'il m'ont témoigné en me proposant ce sujet, pour avoir aiguisé mon sens critique et pour m'avoir permis d'affiner mes compétences de chercheur.*

*J'adresse également mes respectueux remerciements à tous **les membres du jury** qui m'ont fait l'honneur de participer à l'évaluation de mon travail: Messieurs **SAIDI Mokhtar** et **BEBBA Ahmed Abdelhafid** ainsi que Madame **HADJ SAID Samia**, Maître de conférences à l'université de Ouargla. Je suis certaine de pouvoir compter sur leurs vastes connaissances et leur esprit critique constructif pour m'aider, par leurs commentaires et leurs discussions, à mieux comprendre certains problèmes rencontrés au cours de ce travail de recherche.*

Il est difficile, dans un si petit espace, de remercier toutes les personnes qui ont eu une influence sur ma vie de tous les jours pendant la durée de mon mémoire. Toutes les personnes qui m'ont entouré durant les nombreuses heures de travail et qui ont toujours manifesté à mon égard leur intérêt et leur aide, leur gaieté et leur bonne humeur, auront toujours dans mon coeur une place privilégiée et dans mon esprit une valeur d'exemple.

*Ma profonde reconnaissance et mes sincères remerciements s'adressent à mon enseignant et mon frère **Sekirifa Med Lamine** Maître Assistant à l'université de Ouargla, pour son aide, ainsi que pour ses nombreux et précieux conseils.*

*Je suis très reconnaissant envers les autres membres du Laboratoire de Biogéochimie des Milieux Désertiques, en particulier: Melle **G. Yamina**, Melle **B.Soraya**, **M. Nefssi**, sans oublier Mmes **M. KRIKER** et **K. DEHAK**, Mrs **B. HAMDI AISSA**, **F.Chebrouk**, ainsi que les laborantines Mlles **Habiba** et **Wafa***

Que:

*-Mrs. **Kriker, Zenkheri, Belfar, Douadi, Ghareiani, Mekharmech, El Ayach**, et tous les agents de l'université de Ouargla.*

*-Les directions de : l'agronomie (**M.Khamera.B**), l'industrie (**M.Meameri**), ANRH, ADE (**Mme.Atlili, Aicha**), de Ouargla*

*-L'hôpital Med Boudiaf (**M.Messrouk**)*

-UTPS de Ouargla (le directeur, les agents).

*-Mes cousins : **M.Mesrouk, M** et **M.Telili***

et toutes mes amies que je n'ai pu citer, qui ont contribué de près ou de loin pour faire aboutir ce travail, trouvent ici l'expression de ma gratitude et de mes remerciements

Grâce à Dieu, vous tous et toutes, je continuerai...

I.1.Introduction

Le terme de pollution désigne l'ensemble des rejets de composés toxiques que l'homme libère dans l'écosphère, mais aussi les substances qui, sans être vraiment dangereuses pour les organismes vivants, exercent une influence perturbatrice sur l'environnement.

En ce qui concerne l'eau, la distinction entre eau polluée et eau non polluée est souvent relative et dépend des exigences d'utilisation. Différentes définitions ont été données par les experts ; citons seulement celle qui assimile la pollution à "une composition ou un état directement ou indirectement modifiés du fait de l'activité de l'homme, de telle façon que cela se traduit par une moindre utilisation de l'eau" [8].

L'eau qui est un composé chimique ubiquitaire sur la Terre, s'est révélée être indispensable au développement de la vie humaine, animale et végétale, ainsi qu'à tous les écosystèmes. Sa maîtrise a été le moteur de l'évolution des sociétés et des civilisations anciennes et récentes [9]. Elle couvre les trois quarts de la surface de la terre. Elle est aussi emmagasinée dans les cavités de son sous-sol et suspendue dans l'atmosphère qui l'entoure. Elle se présente sous trois formes (solide, liquide et vapeur) [9].

L'eau est le dissolvant universel, elle est utilisée et ensuite rejetée, contenant souvent des polluants en suspension, flottants et dissous. Suite à la croissance et l'expansion des secteurs industriels, l'assimilation de ces polluants par des processus naturels d'épuration dans les rivières et les lacs ne peut pas suffire pour éviter l'accroissement de la pollution. La qualité de l'eau constitue donc aujourd'hui un enjeu environnemental primordial [10].

I.2. Cas des eaux usées

Les eaux usées résiduelles urbaines (ERU), ou eaux usées, dans les réseaux d'égouts, sont composées d'un mélange de déchets liquides, de matières solides, de débris et de polluants chimiques provenant essentiellement de l'activité humaine. (Résidentielle, institutionnelle, commerciale et industrielle). Du fait de cette charge polluante, il est important d'épurer ces eaux, au niveau de stations d'épuration, avant de les rejeter dans l'environnement ou le milieu récepteur. En effet, ce rejet peut avoir des conséquences néfastes pour le milieu récepteur, en particulier pour les organismes vivants qu'il héberge, mais également pour l'homme ou pour les activités qu'il réalise au niveau de ce milieu [11,12].

Les charges polluantes contenues dans les eaux usées ont des origines diverses. On s'accorde à considérer l'industrie comme le principal agent polluant.

Les 3 principales catégories de pollueurs sont : l'industrie, l'agriculture, et l'urbanisation. Le rejet de ces eaux dans le milieu naturel est la principale pollution qui affecte nos cours d'eaux et plus généralement tout le milieu naturel [10].

I.2.1. Les différents types d'eaux usées

a) **Les eaux usées urbaines** : Elle constituent généralement l'essentiel de la pollution et se composent :

- Des eaux ménagères qui contiennent des matières en suspension provenant du lavage des substances alimentaires et des produits détergents utilisés pour le lavage et ayant pour effet la solubilisation des graisses ;
- Des eaux de salle de bains chargées en produits utilisés pour l'hygiène corporelle, généralement des matières grasses hydrocarbonées;
- Des eaux de vannes qui proviennent des sanitaires, très chargées en matières organiques hydrocarbonées, en composés azotés, phosphorés et en microorganismes.
- Des eaux des activités particulières [10].

b) Les eaux pluviales

Ce sont des eaux de ruissellement qui se forment après une précipitation. Elles peuvent être particulièrement polluées, surtout en début de pluie, par deux mécanismes :

- Le lessivage des sols et des surfaces imperméabilisées. Les déchets solides ou liquides déposés, par temps sec, sur ces surfaces sont entraînés dans le réseau d'assainissement par les premières précipitations qui se produisent ;
- La remise en suspension des dépôts des collecteurs. Par temps sec, l'écoulement des eaux usées dans les collecteurs du réseau est lent, ce qui favorise le dépôt de matières décantables. Lors d'une précipitation, le flux d'eau plus important permet la remise en suspension de ces dépôts.

Elles sont de même nature que les eaux usées domestiques, avec en plus, des métaux lourds et des éléments toxiques provenant essentiellement de la circulation automobile [10].

c) Les eaux agricoles

Provenant de l'élevage, dont les fumiers et lisiers, riches en matières organiques azotées, mais dont certains composés, les nitrates par exemple, peuvent être entraînés, en raison de leur grande solubilité, par les eaux de lessivage et de percolation [10].

d) Les eaux industrielles

Leur composition est liée au type d'industrie implantée dans la commune, elle dépend d'une multitude de paramètres (type d'industrie, production, nettoyage,...), les différentes étapes du procédé industriel, l'état des équipements,...etc. Par ailleurs, il existe des caractéristiques communes entre les effluents de la même industrie.

En terme de volume et type de polluants, les effluents industriels présentent le plus souvent une charge importante et un risque de dysfonctionnement structurel et fonctionnel des réseaux d'assainissement et des dispositifs de traitement des eaux usées. Ces risques sont d'autant plus grands que les industries sont localisées en amont du réseau d'assainissement. Parmi les polluants transitant dans les eaux usées d'origine industrielle nous pouvons citer les métaux, les toxines organiques, les huiles et graisses, les hydrocarbures, ...etc. [11-13].

I.2.2. Classification des polluants

Les effluents des eaux usées entraînent une pollution du milieu aquatique que l'on peut classer en plusieurs types :

I.2.2.1. Polluants Physiques

La pollution thermique: par l'élévation de température ce type de pollution, lié à l'utilisation de l'eau comme liquide de refroidissement par les industriels, Elle réchauffe à leur tour les eaux dans lesquelles elle est déversée, et qu'elle induit la diminution de la teneur en oxygène dissous. Ce qui peut perturber la vie aquatique, animale ou végétale, notamment en modifiant les rythmes physiologiques des espèces [6, 10,14].

La pollution mécanique: (sédiments, flottants), elle provient essentiellement du lessivage des sols lors de pluies abondantes et des travaux réalisés par l'homme qui rendent le sol imperméable, provoquant des flux polluants importants entraînant avec eux des boues. Celles-ci colmatent les lits des ruisseaux et des rivières et diminuent ainsi les échanges possibles entre l'eau et la Terre [10,14].

La pollution hydraulique : modification des écoulements.

I.2.2.2. Polluants chimiques: génèrent des nuisances souvent dramatiques pour les écosystèmes à cause de leur concentration dans le milieu naturel à certaines époques de l'année, tels que :

Majeurs: matière organique (MO), Azote (N), Phosphore (P) et les sels majeurs.

Micropolluants: certains métaux et métalloïdes (mercure, cadmium, arsenic, plomb, chrome, sélénium, cuivre, thallium,...), et des micropolluants organiques (des composés phénoliques, **des**

organohalogénés, des organophosphorés, certaines huiles minérales et certains hydrocarbures (HPA), ou encore certains dérivés nitrés.

Emergents: perturbateurs endocriniens, médicaments, des soins corporels [6, 10,14].

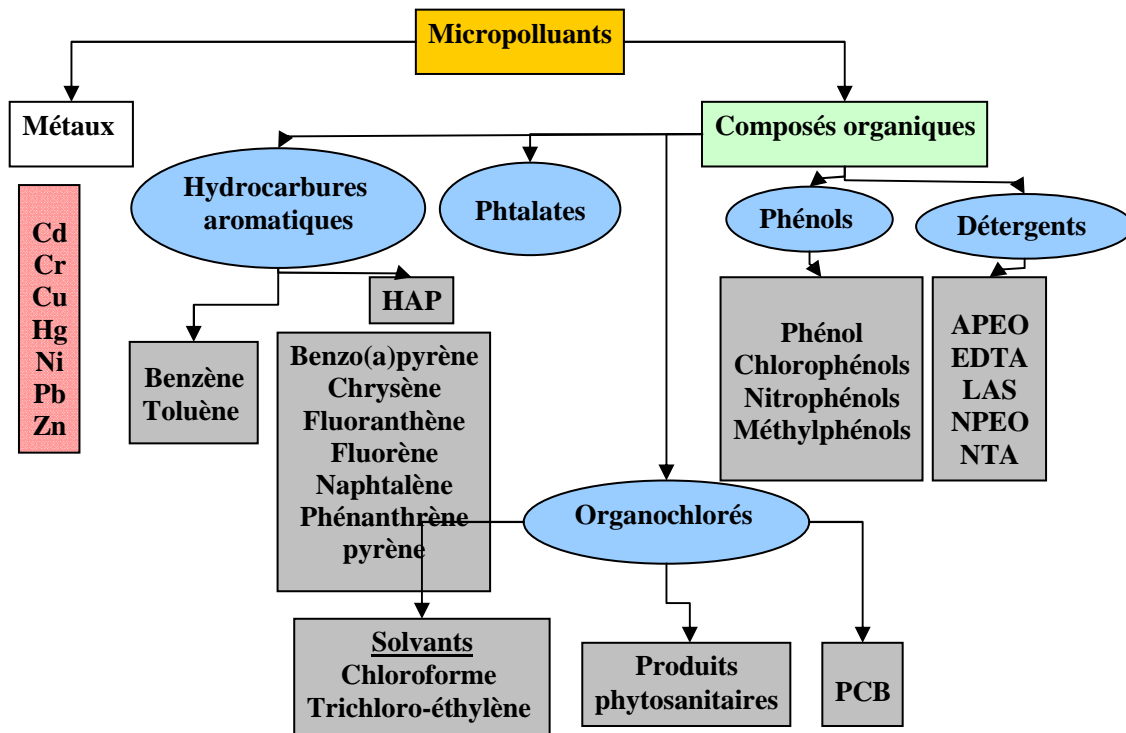
I.2.2.3. Polluants Biologiques: Les algues, la pollution microbiologique **qui** se développe conjointement à la pollution organique par une prolifération de germes d'origines humaine ou animale dont certains sont éminemment pathogènes, et les microorganismes: bactéries fécales, virus, parasites [10,14].

I.2.2.4. Polluants Radioactifs: Les éléments radioactifs peuvent persister pendant des Années. Ils ont un effet direct sur les peuplements aquatiques en raison de leur toxicité propre et des propriétés cancérigènes et mutagènes de leurs rayonnements. Ils sont rejetés, à titre indicatif, par les usines de retraitement, les installations militaires et les hôpitaux. [6, 10,14].

I.3. Exemples de quelques polluants chimiques

Les contaminants ou les micropolluants de caractère chimique peuvent être divisés selon le schéma illustré dans la Figure (1).

Figure (1): la liste de 132 substances dangereuses prioritaires considérées par la communauté européenne « liste noire » [6]



Cas des composés phénoliques

Le terme "phénol "désigne habituellement un ensemble de composés aromatiques avec un ou plusieurs groupes d'hydroxyles fixés directement sur le noyau du benzène.

Les composés phénoliques comprennent le phénol et ses dérivés substitués tels que les chlorophénols, les nitrophénols, les crésols, les diméthylphénols ou xylols [15,16].

Le phénol a été découvert en 1650 par Johann Rudolf Glauber lors de la distillation du goudron de houille. Deux siècles plus tard, Friedrich Ferdinand Runge parvient à l'isoler et le nomme alors Acide carbolique, il est synthétisé en 1889 par la firme BASF.

En 2005, 8 800 000 tonnes de phénol ont été produites dans le monde. Le principal producteur est INEOS Phénol (Royaume Uni) avec une capacité de production de 1 600 000 tonnes. Le phénol est synthétisé en majeure partie à partir du cumène. C'est un intermédiaire important pour la production de molécules pharmaceutiques (ex. paracétamol), des produits cosmétiques, des détergents, des colorants, d'insecticides, ...etc.

Le phénol est toxique pour les bactéries et les champignons et est donc utilisé comme désinfectant et fongicide. Vu son importance industrielle, et donc sa fréquence dans les effluents industriels, il est le polluant le plus souvent retenu comme modèle dans les études académiques de nouveaux procédés de dépollution de l'eau.

Les chlorophénols sont produits par action du chlore sur le phénol. A l'exception du 2-chlorophenol qui est liquide a température ambiante, les autres chlorophénols sont solides. Ils ont une biodégradabilité faible, et, par conséquent, sont des polluants persistants, posant des risques sérieux à l'environnement. Une petite quantité de chlorophénol (de l'ordre du ppb) peut donner du goût à l'eau. Les chlorophénols servent d'intermédiaires dans la synthèse des colorants, des pigments et des résines phénoliques. Certains chlorophénols sont utilisés comme fongicides, antiseptiques (4-chlorophenol), désinfectants et agents anti-gommages pour l'essence.

Enfin, les hydrocarbures aromatiques avec un groupement nitro (nitrophénols) sont utilisés pour la production de pesticides, explosifs, colorants, produits pharmaceutiques et plastiques.

Le 4-nitrophenol sert principalement de précurseur pour la synthèse de la phénétidine et de l'acétophénétidine (antipyrétique et antalgique), d'indicateur de pH et de matière première pour les fongicides. C'est également un intermédiaire de synthèse et un produit de dégradation du paracétamol [17,18].

Propriétés physico-chimiques des phénols :

Le phénol en tant que tel (C_6H_5OH) peut être détecté par son odeur ou goût dans l'eau aux niveaux de 0.01 à 0.1mg /l.

Les phénols sont volatils à des températures variables, ils se dissolvent dans l'éthanol et l'éther diéthylique et sous forme des phénolates avec des alcalis. En ce qui concerne l'évaluation, il est important de classer des phénols dans ceux qui sont distillables avec la vapeur et ceux qui ne le sont pas.

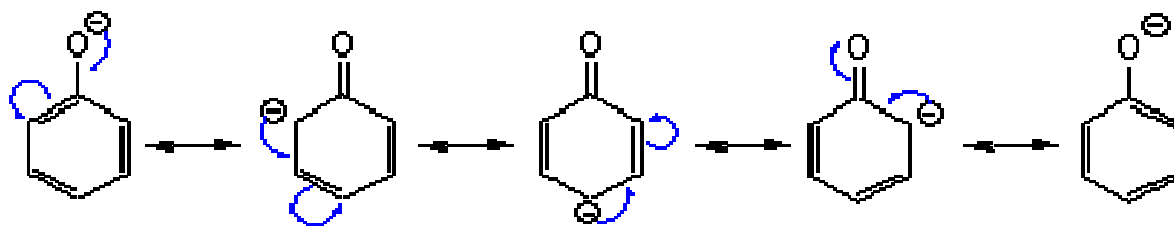
Les composés phénoliques ont deux sites, l'un hydrophile capable de former des liaisons hydrogènes et l'autre site hydrophobique avec une haute densité électronique [17,18].

En effet ils sont relativement polaires et solubles dans l'eau avec des basses pressions de vapeur et leur caractère lipophile est augmenté avec le nombre de substituants.

Le résultat de leurs propriétés chimiques et physiques est une variété de comportement phénolique dans l'environnement, selon la nature et le nombre de substituants. En conséquence, le phénol et les dérivés monosubstitués sont transférés facilement dans les eaux environnementales. En revanche les dérivés multisubstitués et particulièrement le pentachlorophénol, présentent un transport limité dans l'eau et sont fortement adsorbés dans la matière organique du sol, ou ils montrent une persistance élevée [17,18].

Les phénols sont plus acides que les alcools, ce qui est dû au noyau aromatique qui permet une délocalisation de la charge négative de l'anion phénolate. En conclusion, si la charge négative d'un ion phénolate est stabilisée (par résonance) alors le phénol correspondant est "acide". Il est donc possible de substituer le noyau de façon à y introduire des groupements plus ou moins stabilisants et qui par conséquent rendront le phénol plus ou moins acide [17,18].

Figure (2): La délocalisation de la charge négative de l'anion phénolate [17,18].



Effet des phénols sur l'environnement

Le phénol est classé par l'Union Européenne comme mutagène catégorie 3. En raison de sa forte toxicité dans l'eau, il est nécessaire de traiter les solutions aqueuses de phénol, avant de les rejeter dans le milieu naturel [5]. La présence des phénols dans les effluents, même à l'état de trace pose de grands problèmes vu que ces composés, et particulièrement les chloro- et les nitrophenols, sont toxiques pour les organismes vivants y compris l'être humain. Ainsi, le 2,4-dichlorophénol, le 2,4,6-trichlorophénol et le pentachlorophénol sont suspectés d'être cancérogènes.

La toxicité des phénols augmente avec leur acidité, donc les nitrophenols et les polychlorophénols sont les plus toxiques. Cependant, les nitrophenols sont plus facilement biodégradés dans l'environnement par réduction à leurs amines correspondantes, par contre, les chlorophénols sont fortement persistants et ils peuvent polluer l'environnement [19,20].

L'agence américaine pour la protection de l'environnement (USEPA) et l'union européenne (EU) ont inclus 11 phénols dans leur liste de polluants prioritaires parmi eux, cinq (5) chlorophénols et quatre (04) nitrophenols [20].

La structure et les propriétés de ces onze composés phénoliques sont illustrées dans la Figure (3) et le Tableau (1) respectivement [14].

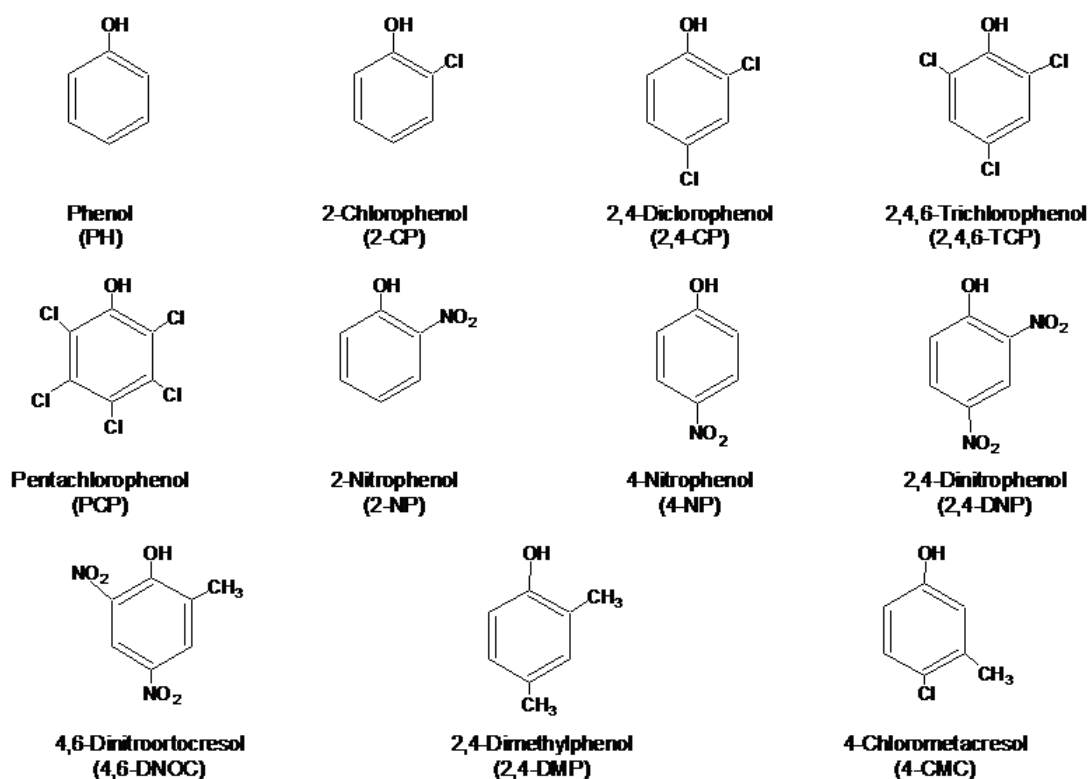
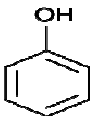

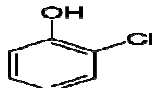
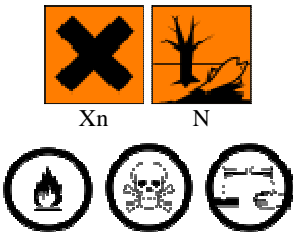
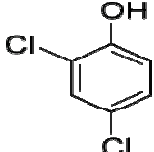

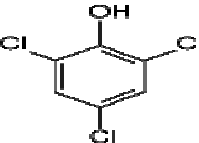
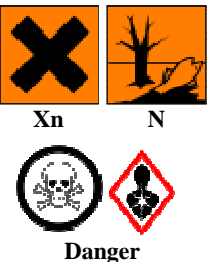


Figure (3) : Structure des composés phénoliques considérés prioritaires par (US EPA) [20].

Le composé	Apparence	M (g/mol)	pKa	Tf	Teb	Solubilité	Log p	ρ	Précautions
 Phénol	cristaux incolores à jaunes ou rose clair, d'odeur caractéristique.	94,1112	9,95	43 °C	182 °C ¹	98 g·l ⁻¹ d'eau	1,46	1,073 g·c m ⁻³ ·c	
 2-chlorophénol	liquide incolore, d'odeur caractéristique.	128.556	8,56	9,8 °C	174 °C	28,5 g·l ⁻¹ (eau, 20 °C)	2,15	1,2573 g ·cm ⁻³ à 25 °C	
 2,4-dichlorophénol	Solide sous forme de cristaux ou d'aiguilles	163		42-43 °C	210	4. 5 g.l ⁻¹ à 20 - 25 °C	3,05	1..38g/c m ³	
 2,4,6 trichlorophénol	cristaux incolores à jaune, d'odeur caractéristique.	197,446	6,21	69,5 °C	240 °C	0,8 g·l ⁻¹ à 25 °C	3,87	1,675 g·c m ⁻³ à 25 °C	

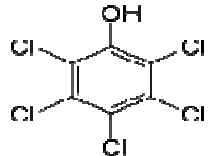
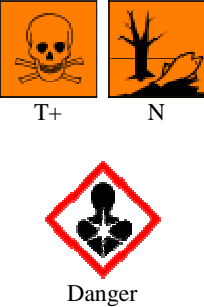
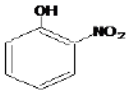

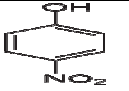

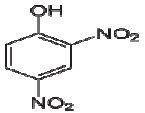

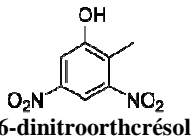

 <p>Pentachlorophénol</p>	Solide incolore ayant une odeur forte.	266,35		190 °C	300 °C (décomposition)	20 mg/l	5,01	1,978 g/cm ³	 <p>T+ N Danger</p>
 <p>2-nitrophénol</p>	cristaux incolores à jaune pâle, d'odeur caractéristique	139,11	7.222	44-45	214-216	2,10	-	-	
 <p>4-nitrophénol</p>	cristaux incolores à jaune pâle, d'odeur caractéristique.	139,1088	7,08	111 à 116 °C	(décomposition) : 279 °C	dans l'eau à 25 °C : 12,4 g·l ⁻¹	1,91	1.5	
 <p>2,4-dinitrophénol</p>	un solide cristallin jaune qui a une odeur douceâtre de moisi	184,1064	4.09	115 °C	113 °C	2,79 g·l ⁻¹ (eau, 20 °C)		184,1064	 <p>T N</p>
 <p>4,6-dinitroorthrésol</p>	cristaux jaunes, sans odeur	198,1329	4,31	87,5	312	dans l'eau à 20 °C : 6,94 g·l ⁻¹		1,58	 <p>T+ N</p>

Tableau (1): Propriétés de quelques composés phénoliques considérés prioritaires par (US EPA) [21-24].

II.1.La présentation générale

Ouargla est l'une des plus vieilles villes sahariennes d'Algérie et le chef lieu d'une immense wilaya du sud (Wilaya d'Ouargla). Elle est aussi une destination touristique et l'un des pôles économiques des plus importants du pays en raison de la présence des champs pétroliers de Hassi-Messaoud et autres importants gisements. C'est également une wilaya à vocation agropastorale, jouissant de grandes potentialités agricoles [25,26].

II.2.Situation géographique et administrative

II.2.1.La situation géographique

La wilaya de Ouargla située au Sud-est de l'Algérie, distante de la capitale de 800 km, elle couvre plus de 163 233 km², est limitée :

- Au Nord Ouest la Wilaya de Djelfa et Nord Est, la Wilaya d'El oued.
- A l'Est, la Wilaya d'El oued et la frontière Algéro –Tunisienne.
- Au sud Est, la Wilaya de d'Ilizi et au Sud Ouest, la wilaya de Tamanrasset.
- A l'Ouest, la Wilaya de Ghardaïa.

Elle est située dans le prolongement de l'exutoire naturel du grand bassin versant du Sahara septentrional. La cuvette est limitée au nord par l'Atlas Saharien et au sud par le plateau de Tadmait, à l'est et à l'ouest par les ergs oriental et occidental.

Les coordonnées géographiques de la région sont :

Altitude moyenne: 134 m

Latitude: 31° 58' Nord.

Longitude : 5° 20' Est [25,26].

II.2.2.Situation administrative

La vallée de Ouargla comprend plusieurs municipalités. La plus importante est la commune de Ouargla, les autres agglomérations sont Rouissat, Aïn Beïda, Sidi Khouiled et N'Goussa. L'agglomération de Ouargla comprend Ouargla, Rouissat et Aïn Beïda qui forment une seule unité urbaine. Sidi Khouiled est situé à l'est de Ouargla et N'Goussa se trouve à 22 km au nord de Ouargla sur la route W202 [26].

II.3. Milieu physique

II.3.1.Présentation climatique

La région de Ouargla (région aride) est caractérisée par un climat de type saharien avec des températures élevées, une faible pluviométrie et une forte évaporation [26].

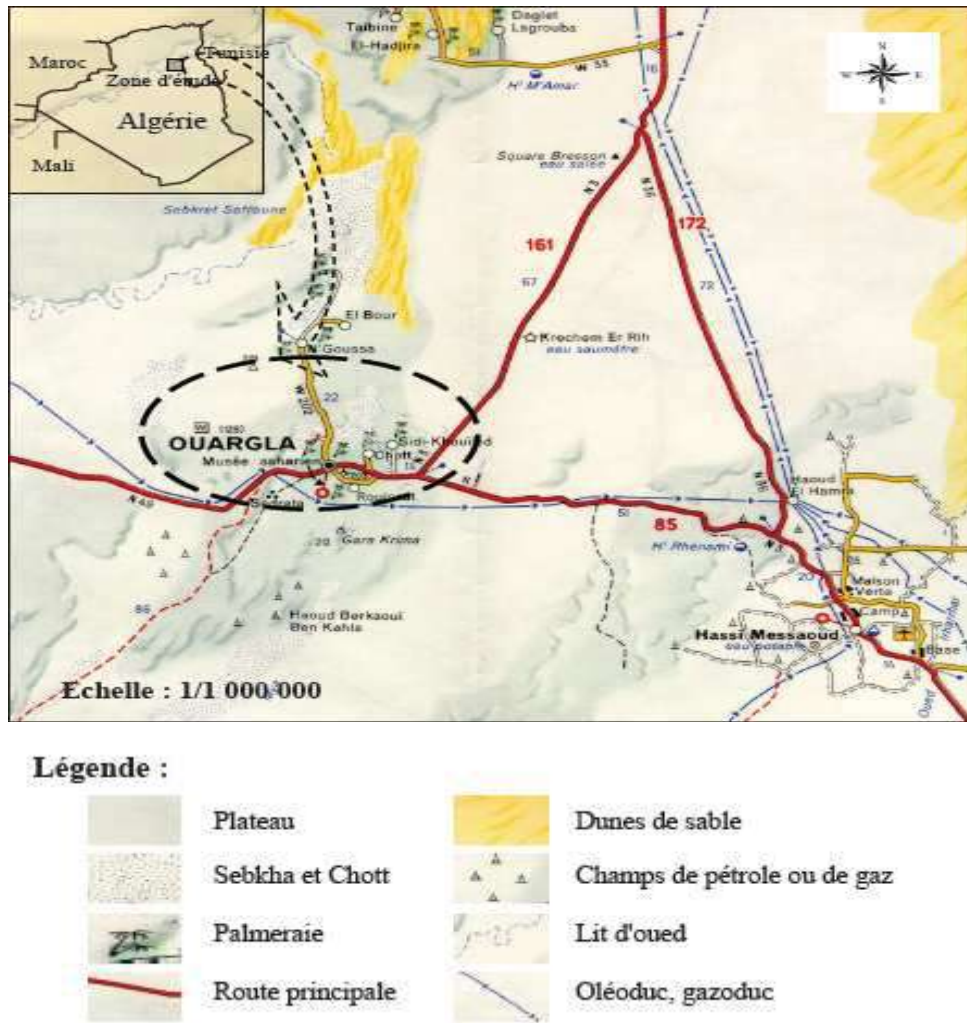


Figure (4): La carte de situation de la cuvette de Ouargla [26].

La température moyenne maximale du mois le plus chaud est en Juillet avec une valeur de 43.54°C, et la minimale est en Janvier avec une valeur de 4.825°C.

En outre, ses précipitations sont très faibles qui n'atteignent pas les 39.15 mm en moyenne par an. Les vents sont très fréquents et peuvent souffler durant 50 jours au printemps, provoquant ainsi des problèmes d'ensablement ; les plus dominants ont une direction Nord-Nord-Est et Sud-Sud-Est. La vitesse moyenne annuelle des vents est de 3.755 m/s.

La ville de Ouargla reçoit les radiations solaires d'une durée d'ensoleillement moyenne maximale de l'ordre de 336.4 heures en Août et une moyenne minimale de 199 heures en Décembre. Ce qui conduit à une évaporation de l'eau de l'ordre de 3398.6 mm/ an.

L'humidité de l'air moyenne minimale est de 25% en juillet et de 61% en décembre .Ces données climatiques de la ville de Ouargla sont prélevée d'une étude statistique préparée par l'Office National de Météorologie pour les années de 1998 à 2009[25].

II.3.2.Géologie

La vallée de Ouargla est creusée dans les formations continentales du Mio-Pliocène. Il s'agit de sables rouges et de grès tendres à stratifications entrecroisées, avec nodules calcaires, entrecoupés de niveaux calcaires ou gypseux que l'on voit affleurer sur ses bords Est et Ouest. Au-dessous du fond de la vallée. [26].

II.3.3.Géomorphologie

La région de Ouargla est caractérisée par :

- La formation dunaire composée de sables fins à des hauteurs qui peuvent atteindre 150 m et occupant la plus grande partie de la région.
- Les terrains du chott et sebkhas qui représentent les zones basses de la cuvette. Ces dernières sont formés sable et de grandes quantité de sels et elles couvrent une superficie de plus de 4 000 hectares.
- Les zones correspondant aux dépôts alluviaux destinées à la culture des palmeraies [25].

II.3.4.Ressources en eaux souterraines

A Ouargla, comme dans la plupart des oasis du Sahara, les seules ressources hydriques disponibles sont d'origine souterraine. Les formations géologiques de la région de Ouargla contiennent deux grands ensembles de formations aquifères séparés par d'épaisses séries évaporitiques ou argileuses: de la base du crétacé supérieur l'ensemble inférieur appelé le Continental Intercalaire (CI) ou "Albien", et l'ensemble supérieur appelée le Complexe Terminal (CT). Une troisième formation, d'importance plus modeste, s'ajoute aux deux précédentes: la nappe phréatique [27].

Nappe superficielle (nappe phréatique)

Son niveau est souvent proche de la surface (parfois moins de 1 mètre), généralement entre 1 et 2 m, mais qui peut dépasser 18 m au Sud de Ouargla ou sous les reliefs. Cette nappe circule dans les sables dunaires et les alluvions de l'oued Mya. Elle couvre pratiquement toute la cuvette de Ouargla [26].

L'alimentation des nappes phréatiques et en particulier celle de la ville, pose un sérieux problème dans la maîtrise et le développement de l'agriculture irriguée. 80 % des eaux usées et 30 % des eaux d'irrigation rejoignent la nappe (Les apports pluvieux sont moins

significatifs) [étude UNESCO] [25]. Elle forme un dôme au niveau de la ville de Ouargla provoquant des nombreuses nuisances :

- Remontée des eaux dans les constructions, techniques de construction particulières à mettre en oeuvre pour les fouilles des fondations.
- Remontée des eaux au niveau de la palmeraie engendrant des asphyxies au niveau des palmiers et des baisses de production [26].

La qualité des eaux de la nappe phréatique est très dégradée. La conductivité est très forte, elle augmente en allant du Sud vers le Nord. A Safioune, la conductivité varie de 199 000 à 214 000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ à 25°, ce qui correspond à environ 250-300 g/l de sel. Au niveau de N'Goussa, la teneur en sel est d'environ 30 g/l.

Des analyses des eaux du chott d'Aïn Beïda effectuées en novembre 2001 donnent des valeurs de conductivité de 49 000 à 315 000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ à 20°C, ce qui correspond à des teneurs en sels variants de 45 g/l à 300 g/l. Les teneurs en azote total (19,8 mg/l) et phosphore (17,89 mg/l) sont également très élevées dans les eaux du Chott indiquant une pollution organique d'origine urbaine et agricole importante [26].

L'ensemble aquifère du Complexe Terminal (CT)

Ce complexe couvre la majeure partie du bassin oriental du Sahara septentrional sur une superficie d'environ 350 000 Km². Il comprend trois aquifères qui du haut en bas sont : La nappe du Mio-Pliocène, la nappe du Sénonien et la nappe du Turonien

Dans la cuvette de Ouargla seules sont exploitées les nappes du mio-pliocène et sénonien.

La nappe Mio-Pliocène est la nappe la plus importante et la plus exploitée pour satisfaire les besoins en eaux, des superficies agricoles et la consommation en eau potable. Elle s'écoule du Sud-Sud Ouest vers le Nord- Nord Est en direction du chott Melghir, avec une profondeur qui varie de 60 à 200 m. La salinité de l'eau varie de 1,8 à 4 g/l (dans certains cas elle atteint les 7 g/l), avec une température de 23 à 25°C. Elle est exploitée par pompage avec une capacité de 15 à 40 l/s.

Mise à part le complexe terminal, il existe d'autres nappes très mal connues, il s'agit du : Sénonien Lagunaire, du Sénonien Carbonate et le Turonien. Parmi ces nappes le Sénonien carbonaté est le plus exploité pour l'alimentation en eau potable en raison de sa bonne qualité chimique par rapport aux autres nappes. L'exploitation de la nappe du Sénonien est en revanche beaucoup plus récente, puisqu'elle remonte seulement à 1953.

Les nappes du Complexe Terminal sont essentiellement alimentées par les eaux de ruissellement qui proviennent des reliefs de la périphérie du bassin, ainsi que par les

infiltrations qui s'effectuent à travers le Grand Erg Oriental [27]. Actuellement, il existe à Ouargla 114 forages du Complexe Terminal sur un ensemble de 657 forages pour l'ensemble de la wilaya. Comme pour la nappe du Continental Intercalaire, ces forages sont essentiellement utilisés pour couvrir les besoins domestiques et agricoles.

En 2004, les débits exploités, dans la wilaya de Ouargla, à partir des deux aquifères du Complexe Terminal (53,6 m³.s⁻¹) seront plus de 4 fois plus importants que ceux qui étaient exploités, en 1970, dans toutes les régions du bas Sahara (12,6 m³.s⁻¹) [27].

Nappe du Continental Intercalaire "Albien"

La nappe du Continental Intercalaire couvre une superficie de 800 000 Km² de Sahara septentrional, et est une des plus grandes réserves souterraines au monde. C'est une nappe fossile qui n'est pas réalimentée par la climatologie actuelle. Elle contenue dans les argiles sableuses et les grès du continental intercalaire elle constitue un très important réservoir. Cet aquifère est homogène avec une formation diversifiée en couches isolées les unes des autres. Sa hauteur dépasse 150 m et atteint 1000 m au Nord-Ouest et se trouve à environ 300 m de profondeur dans la ville de Ouargla. Son eau jaillit à la surface à une température de 57°C avec une faible teneur en sel (2g/l) et est captée entre 1120 et 1380 m de profondeur dans la région. Le sens d'écoulement se fait du sud vers le Nord. Un forage artésien peut donner un débit de 200 l/s avec une pression à la sortie de 20 bars et une conductivité hydraulique de 8.10^{-3} m²/s dans la région d'étude [25].

En 2005 on a compté dans l'ensemble de la wilaya de Ouargla, 87 forages du Continental Intercalaire, dont 53 forages sont en production. Ils sont essentiellement utilisés pour l'irrigation, mais aussi pour couvrir les besoins domestiques et industriels. La demande en eau industrielle est cependant faible, étant donné qu'il n'existe pas d'unités industrielles importantes nécessitant une grande consommation d'eau [26].

La répartition de la ressource en eau mobilisée

Cette ressource est répartie en eaux :

- Irrigation : 971.25Hm³/an soit 85.46%.
- potable : 14.80Hm³/an soit 12.91%.
- Industrie et divers : 18.48 Hm³/an soit 1.63%.

L'alimentation en eau potable est assurée par 117 forages en exploitation débitant 250.819 m³/jour pour une dotation moyenne de 468l/j/hab.

La desserte s'effectue à partir de 74 ouvrages dont 64 châteaux d'eau d'une capacité totale de stockage de 48.305 m³ et un réseau linéaire de 2 047,8 km dont 225,6 km en réseau d'adduction avec un taux de couverture de 98% [26].

II.4. Les eaux de rejet dans la ville de Ouargla

II.4.1. L'assainissement agricole et ses problèmes

Les palmeraies de la « Cuvette » existent depuis plus d'un millénaire, essentiellement grâce au fameux puits artésiens d'Aïn Sfa de l'ancienne cité de Sédrata. Et elles ont connu une extension maximum vers 1958 (année de la réalisation du premier forage Albien).

Ce développement s'est poursuivi avec le début du pompage de la nappe Mio-pléocène en 1962. Toutefois les premiers travaux de drainage se situent entre 1949 et 1952.

Ce n'est qu'en 1949 qu'un effort systématique d'assainissement fut entrepris pour lutter contre le paludisme, il a été construit un véritable réseau de drains aboutissant dans le chott vers la zone déprimée du pied du baten.

Actuellement, le réseau de drainage s'étend sur une longueur totale d'environ 80 km. Un canal collecteur à ciel ouvert, d'une longueur égale à 10,5 km traverse la sebkha de Bamendil ainsi que toute la partie Nord de Ouargla. Créant une ceinture de clôture à l'ancienne palmeraie de Ouargla, ce drain n'a pas été réalisé suivant les normes requises puisque l'étude propose une largeur de drain à 12 m et non pas à 6 m, comme c'est le cas actuellement.

Les études et les observations faites sur l'état actuel des réseaux de drainage, montrent que la majeure partie des canaux sont inefficaces et à faibles capacités d'évacuation des eaux excédentaires de l'intérieur des palmeraies à cause de sa mal réalisation et organisation et aussi le manque de son entretien. Et la position topographique qu'occupent certaines palmeraies [27].

II.4.2. L'assainissement urbain

II.4.2.1. Réseau d'assainissement

Le réseau d'assainissement urbain de la ville de Ouargla est de type unitaire. Il couvre actuellement les trois communes : Ouargla, Rouissat et Aïn Beïda. Il repose sur 66 stations de pompage (relevage et refoulement). On distingue deux types d'assainissement, la majorité des citoyens sont branchés au réseau d'égout, mais il existe aussi des réseaux d'assainissement selon le mode autonome.

La proportion de raccordement au réseau public pour les trois communes concernées est répartie comme suit :

- 70 % pour Ouargla,
- 50 % pour Rouissant,
- 80 % pour Ain Beïda.

Le réseau d'assainissement de la ville s'étend sur une longueur de 120 km, dont les diamètres varient de 200 mm pour les canalisations secondaires à 1800 mm pour les collecteurs principaux [27].

II.4.2.2. Localisation des points de rejet

Le premier schéma directeur d'assainissement de la ville de Ouargla propose de faire canaliser les eaux usées vers la station d'épuration d'où elles sont évacuées vers un seul point de rejet (le chott de Ain Beïda). Le développement de la population, qui n'a pas suivi l'évolution prévue dans l'étude du schéma d'assainissement, a engendré l'augmentation du débit rejeté. De plus, l'absence d'une gestion permanente du système d'assainissement (dysfonctionnement de la station d'épuration et les arrêts très fréquents des pompes) a imposé la modification de ce plan par la création de plusieurs points de rejet tout au long du canal.

Le canal est composé de deux parties, l'ancienne partie qui se trouve à Ain Beïda, réalisée depuis 1983 où l'on trouve les points de rejet de Ain Beïda, Ouargla, Chott (1992) et Saïd Otba (1993). La deuxième partie, dont les travaux d'exécution ont commencé en 1991 à partir de Chott jusqu'à Haï El Nasr en passant par Bamendil, avec une longueur de 10,5 km et une pente de 1 ‰. La création, en 1992, du point de rejet de Bamendil, a vu le raccordement des effluents de Bamendil village et Bouameur respectivement en 1998 et 2000.

En 1992, le bassin de décantation de Haï El Nasr a été réalisé avant l'achèvement du canal. Enfin, le point de rejet de la route de Ghardaïa a été créé en 1998 [27].

Actuellement, les eaux usées brutes sont orientées vers une station d'épuration par lagunage par refoulement, et subissent les différents traitements conventionnels d'un effluent urbain. La station de lagunage D4 Ouargla, mise en service en 2009. Elle se situe au Nord de Said Outba. Les eaux usées à traiter arrivent à la station d'épuration par l'intermédiaire de cinq stations de refoulement, qui amènent les eaux usées des stations de pompage nœud hydraulique de Chott, de sidi Khouiled; de la nouvelle station de pompage Caserne/Hôpital, de la station de pompage Douane, et de la route N'Goussa. Les eaux épurées sont évacuées par gravité vers le canal de transfert vers Sebkhata safioune (S.T.E.P.Ouargla, 2009).

II.4.2.3. Diagnostic des installations d'assainissement

Au terme du diagnostic des installations d'assainissement de l'agglomération on avait mis en évidence un certain nombre de carences et des dysfonctionnements importants qui sont rappelés ci- dessous :

- Des systèmes d'assainissement autonome.
- Colmatage des collecteurs (29% du linéaire sur le réseau principal est colmaté à plus de 50% en 2001.
- La dénivelée totale entre le point haut du Ksar et le niveau du Chott est de 9 m seulement.
- Mauvaise qualité de matériaux des conduites
- Mauvais état de bon nombre de couronnement de regards et sa défectuosité provoquant des nuisances en surface et dans les voies publiques.
- Les stations de pompage sont dans une situation critique (la nature très sableuse du milieu naturel). Elles ne sont pas entretenues convenablement, l'absence systématique de grillage ainsi que la présence de dépôts importants dans les bâches.
- L'une des stations d'épuration n'est pas opérationnelle, et même sa réparation ne semble pas être une solution d'un point de vue technique [27].

II.4.2.4. Effet des eaux usées surtout industrielles sur le milieu naturel

Le réseau d'assainissement de la ville de Ouargla a un rôle de transporteur des eaux usées brutes d'une partie de la ville de Ouargla vers le point de rejet Sebkhaf Safioune, avec tous les risques sanitaires possibles.

Les eaux usées qui sont rejetées s'infiltrent et regagnent la nappe phréatique avec toutes les conséquences que cela peut engendrer. Dans ce centre urbain, on assiste à une concentration humaine de plus en plus importante due à une croissance démographique globale d'une part et à un exode rural d'autre part. A ceci s'ajoute une activité économique (industrie, artisanat,.....) qui engendre une augmentation de la demande en eau pour les différents usages, d'où des rejets de plus en plus grands en rapport avec l'intensité d'utilisation.

Les eaux usées résiduelles de la ville de Ouargla ont une certaine spécificité, car elles proviennent d'un hôpital, d'un abattoir, des stations de lavage, des petites industries dont la plupart est localisée dans la zone industrielle comme l'abattoir par exemple. Et leurs eaux usées sont rejetées dans le réseau d'assainissement sans aucun traitement.

III.1.Introduction

La région de Ouargla connaît divers problèmes liés à l'eau et notamment les rejets : ceux –ci entraînent une pollution ayant des effets sur la faune et la flore et la santé de l'homme .Afin d'évaluer la gravité de cette pollution, nous nous sommes proposés d'en étudier une partie relative aux polluants organiques. La ville de Ouargla a été choisie comme la région d'étude.

III.2. Le choix des composés étudiés


La tâche de cette partie de chapitre était de vérifier la nécessité de cibler les composés phénoliques pour faire notre étude.

En préambule, il est important de souligner que ces composés doivent être présents dans les milieux pris en compte (les eaux usées) à des teneurs compatibles avec l'analyse par les méthodes disponibles, et que leur choix doit être pertinent avec les questions environnementales qui se posent.

Ce choix est un véritable défi au vu du très large spectre des composés et du manque de moyen d'analyse. De plus, ce choix est difficile et ce pour plusieurs raisons. Parmi celles-ci, on peut citer la faiblesse des concentrations en contaminants organiques ou inorganiques.

L'encadré ci-après précise les critères à prendre en compte pour retenir les contaminants [28]:

Tableau (2): Critères pertinents justifiant les contaminants à sélectionner [28]

Le critère	Les composés phénoliques
Apparaît sur la liste de 132 polluants prioritaires considérés par EU	L'agence américaine pour la protection de l'environnement (USEPA) et l'union européenne (EU) ont inclus 11 phénols dans leur liste de polluants prioritaires parmi eux, cinq (5) chlorophénols et quatre (04) nitrophénols [5,20,29,30].
Concentrations significatives dans les rejets des eaux usées	Des concentrations allant jusqu'à 0.86 mg/l Pour les eaux usées prélevées de quelques sites de la ville de Ouargla [2].
La bioaccumulation	Introduction [7, 30,31].
Présence des effets toxiques (niveau moléculaire ; organisme et population)	 Voir le Paragraphe I.3 [30, 32, 33,34].
Persistence dans l'environnement	Voir la Paragraphe I.3 [20].
Faisabilité de l'échantillonnage et de l'analyse	Les méthodes d'analyse (dosage colorimétrique, IR, UV) chapitre VI
L'existence de sources de la contamination	Tableaux 3,4
Données rares ou inexistantes	Oui

D'après une recherche bibliographique et une enquête, qui ont été réalisées par nos soins, nous avons sélectionné les composés phénoliques répondant aux critères résumés dans le Tableau (2).

III.3.1. Le choix des sites d'étude

Le choix des sites d'étude est orienté par :

1^{ère} étape: Une recherche bibliographique

- Une recherche bibliographique sur les sources possibles de la contamination par les composés phénoliques, les résultats de cette recherche sont regroupés dans le tableau (3):

Tableau (3): les sources possibles de la contamination par les composés phénoliques [3,19,20,29,30,31,33,34,35,36].

Domestique	Industriel	Agricole
Agents de préservation pour le bois	Les résines	pesticides, herbicides, fongicides et insecticides
Les peintures	Les colorants	aiguilles de pin
L'utilisation de revêtement bitumineux dans des canalisations ou des réservoirs peut, à l'occasion de mise en service ou de réparations, être la cause de l'introduction de quantités limitées de phénols dans les réseaux	La chloration de matières humiques ou d'acides carboxyliques naturels au cours de la chloration de l'eau potable des réseaux publics	urine des herbivores (sulfate phénolique)
Les champoings	Les désinfectants	
	Les parfums	
	Les lubrifiants	
	Les solvants	
	Les peintures	
	Les produits pharmaceutiques	
	L'industrie du papier	
	Les champoing	
	Les fibres végétales et le cuir	
	Le goudron de houille	
	Les produits de pétrochimie	
	L'industrie du plastique	

Les résultats de cette recherche bibliographique nous ont orientés vers les sites industriels qui effectuent des rejets d'eaux usées chargées par les matières organiques de mauvaise biodégradabilité comprenant entre autres les composés phénoliques.

2^{ème} étape: Une enquête

Les résultats de la recherche bibliographique sont extrapolés sur une liste des industries inventoriées par la direction de l'industrie (tableau 4)

Tableau (4): Quelques industries de la Daïra de Ouargla (d'après la direction de l'industrie de la Wilaya de Ouargla).

N°	Activité	N°	Activité
1	Fabrication des moules en béton	15-16	02 Torrifications
2	Commercialisation et stockage	17	Vente des véhicules et maintenance
3	Transformation du plastique	18	Traitement et commercialisation des dattes
4	Fabrication du carrelage	19-24	06 Stations d'enrobage carrière d'agrégat
5	Production de l'acétylène et O2 et N2	25	Transformateurs PCB (station de lavage et graissage)
6	Production du pétrole	26	Dépôts explosifs
7	Nettoyage et hygiène	27	Production de farine
8	Abattoir décharge PCB	28	Transformateurs PCB
9	Matériaux de construction	29-31	03 Vente carburant
10	Confiserie d'olive et huilerie	32-39	08 Stations service
11	Briqueterie	40-49	10 Stations lavage
12-14	03 Stations de lavage et graissage		

Nous avons sélectionné sept sites industriels, indexés selon le tableau (5) :

Tableau (5): Les sites d'étude sélectionnés.

Symbole	Le site
St1	L'hôpital de Mohamed Boudiaf
St2	Station de lavage1 (CHTIOI)
St3	Station de lavage2 (SEDIKI)
St4	Station de lavage3 (GHARBI)
St5	L'abattoir 1
St6	L'abattoir 2
St7	L'usine de transformation du plastique

III.3.2. La présentation des sites d'étude

Les sept sites d'étude choisis sont localisés dans ce que nous allons appeler l'ensemble de Ouargla (Figure 5). Avec une population de 100.693 habitants (estimée en 2006), cet ensemble représente la plus grande partie de la ville de Ouargla, il regroupe les quartiers de : Beni Thour, Sidi Boughoufala, Sidi Amrane, une partie de Mekhadma, Centre Ville, Gara Nord, Tazegrarte, une partie de Gherbouz et la partie Sud du Ksar. Les effluents de la station de pompage de la Douane (qui regroupe les eaux usées des stations de Souk Essebt et cité Bouzid) et ceux de la nouvelle station de Caserne/Hôpital arrivent à la station d'épuration par lagunage. Les eaux épurées sont évacuées par gravité vers le canal de transfert vers Sebkhat safioune (S.T.E.P.Ouargla, 2009) [27].

Les effluents des hôpitaux constituent l'un des principaux problèmes environnementaux, par leur rejet, au même titre que les effluents classiques urbains vers les réseaux d'assainissement sans aucun traitement préalable. Le traitement des effluents issus des centres hospitaliers montre que certaines substances quittent le plus souvent les stations d'épuration (STEP) partiellement ou non dégradées vers les eaux de surface. Ce sont en partie des dérivés halogénés ou des résidus de médicaments difficilement dégradables, qui sont ainsi déversés directement dans le milieu naturel en plus de ceux relargués par les STEP fonctionnelles. C'est le cas de certains antibiotiques qui ont une grande pérennité dans ce milieu [37].

Le Site (1): L'hôpital de Mohamed Boudiaf :

Il se situe au centre ville de Ouargla, dans une zone anciennement appelée Ifri. Il est limité au Nord par l'institut paramédical, au Sud par une cité universitaire (département de géologie en 2009-2010), à l'Est des palmeraies et à l'Ouest la rue de Si El Houasse.

L'hôpital a une capacité de 625 lits. Il se compose d'un service de radiologie et de 19 salles de soins, une pharmacie et un laboratoire. Il est alimenté par l'eau potable de forage (HOPITAL). La quantité des eaux usées rejetée par l'hôpital Mohammed Boudiaf est estimée en moyenne à 7882.2 l/jour. Elle est constituée par les détergents, les alcools, les antibiotiques, etc. L'évacuation s'effectue dans le réseau d'assainissement.

Les stations de lavage :

L'activité principale de ces stations est le lavage des véhicules de transport. Leurs rejets des eaux usées sont principalement chargés par les huiles, les graisses et les détergents.

Dans le présent travail, nous avons choisis trois stations de lavage à des endroits déférents:

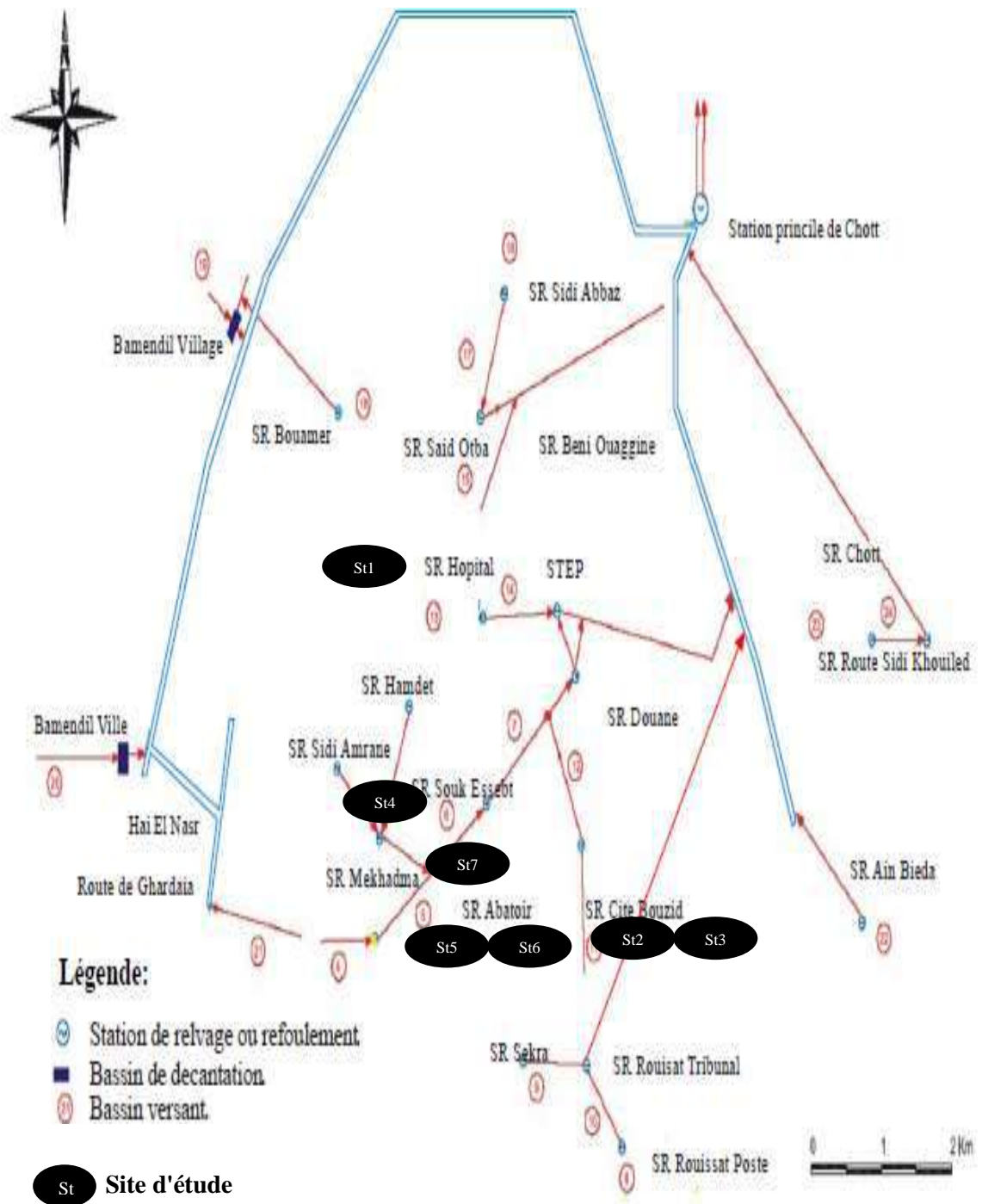


Figure (5): Localisation de sites d'étude dans la ville de Ouargla

Le Site (2): La station de lavage 1 (station CHETIOI): C'est une station de lavage pourvue de deux salles de lavage. Elle se situe à la cité Beni Thor, et alimentée par les eaux potables de son forage à des pH et conductivité de 7.7 et 3580 $\mu\text{s}/\text{cm}$ respectivement (selon des analyses faites par l'ADE en octobre 2010).

Le Site (3): La station de lavage 2 (station SEDIKI): C'est aussi une station de lavage pourvue de deux salles de lavage. Elle se situe à la cité Bouzid. Elle est alimentée par les eaux potables de forage de Beni Thor à des pH et conductivité de 7.7 et 3580 $\mu\text{s}/\text{cm}$ respectivement.

Le site (4): La station de lavage 3 (station GHARBI): C'est une station de lavage pourvue de deux salles de lavage. Elle se situe à coté de la SNTV, et alimentée par les eaux potables du complexe Mekhadma à des pH et conductivité de 7.59 et 2770 $\mu\text{s}/\text{cm}$ respectivement (ADE 2010).

L'abattoir :

Les effluents de ce rejet contiennent les eaux de lavage des sols, des zones de stabulation, des eaux utilisées pour l'entraînement des matières stécoraires, le sang, etc. Alors qu'elles sont chargées par les déchets solides, des matières grasses, l'abondance de la matière organique (débris de panse) et sont concentrées par le sang des animaux abattus, mais aussi des bactéries, parasites et kystes [38,39].

Les Sites (5) et (6):

Dans la cuvette de Ouargla, il existe un seul abattoir. Il se situe au Sud-Ouest de la zone d'activité industrielle à environs 07 Km de la ville de Ouargla, sur une superficie de 13570 m^2 . Il est limité par la route nationale n°49 au Nord, la commune de Sokra au Sud, Souk El Sebt à l'Est et l'Université de Ouargla à l'Ouest.

L'abattage est estimé en moyenne mensuelle pendant l'année 2010 à 25 têtes de bovins, 965 têtes d'ovins, 28 têtes de camelins et 13 têtes de caprins (Tableau 6) (La direction de l'Agronomie).

Tableau (6): Statistiques d'animaux abattus dans l'abattoir de Ouargla durant l'année 2010.

Mois	Bovins	Ovins	caprins	camelines
Janvier	39	1163	14	39
Février	25	987	8	31
Mars	16	961	4	25
Avril	18	915	8	28
Mai	26	1084	12	32
Juin	29	958	10	27
Juillet	26	755	10	25
Août	28	1262	19	18
Septembre	25	1022	24	19
Octobre	35	1104	16	27
Novembre	25	535	10	29
Décembre	31	834	22	33

L'abattoir est alimenté par les eaux potables de forage (CHATEAU ABATTOIR) de pH et CE de 7.7 et 2610 $\mu\text{s/cm}$ respectivement (ADE 2010). La quantité, des eaux usées rejetées par les activités de l'abattoir, est estimée en moyenne journalière à 677.5l/jour. L'évacuation des eaux se fait dans un bassin pour faire une simple décantation afin d'éliminer le gros des matières, et ensuite rejetés dans le réseau d'assainissement sans traitement.

Pour réaliser notre travail, nous avons choisi deux points de prélèvement pour l'abattoir à partir des regards, l'un avant le bassin de décantation et l'autre après celui-ci afin de caractériser ces eaux usées et aussi évaluer l'efficacité du bassin (Figures 6 et 7).



Figure (6): Photo de premier point de prélèvement (site 5)



Figure (7): Photo de deuxième point de prélèvement (site 6)

Le Site (7): L'usine de transformation du plastique:

Il se situe dans la zone d'activité industrielle de la ville de Ouargla, derrière la SNTV .Il couvre une surface de 4374.78 m² . Il a commencé son activité depuis 1984. Il est spécialisé dans la production des produits plastiques tels que : sachets de taille et de couleur et utilisation différentes, les bandes pour l'utilisation agricole, le conditionnement des produits alimentaires (sucre, sel...), le transport des matières premières pour l'industrie pétrolière (Sonatrach de Skikda) et le conditionnement de divers produits commerciaux (UTPS).

III.4.Mode de prélèvement et de conservation

Compte tenu de la diversité de la nature des eaux usées ainsi que des systèmes de transfert et de dilution, il est difficile de définir une technique de prélèvement satisfaisante en toutes circonstances. Le but à atteindre consiste essentiellement à obtenir des prélèvements représentatifs du rejet et du milieu récepteur.

Les prélèvements sont effectués dans des flacons bien propres en polyéthylène ou en verre borosilicaté, rincés au moment de l'emploi avec l'eau à examiner. Les récipients sont remplis complètement. Les échantillons soigneusement étiquetés sont transportés jusqu'au laboratoire dans un laps de temps ne dépassant pas 24 heures. Toutefois, un certain nombre de mesures sont effectuées sur place: la température et le pH. En ce qui concerne les matières en suspension, leur mesure doit intervenir dans les 6 heures qui suivent le prélèvement [40]. Et pour les analyses des composés phénoliques, on acidifie l'échantillon à pH < 2 en ajoutant suffisamment de H₂SO₄ 9N (environs 4 ml par litre d'échantillon).

L'échantillon est conservé à environs 4 °C. Le délai de conservation entre le prélèvement et l'analyse ne doit pas excéder 28 jours [41].

Nous avons prélevé les eaux usées des sites étudiés à 03 périodes différentes : Juin, Octobre et Novembre –Décembre 2010, manuellement selon la procédure décrite ci-dessus.

IV.1.Introduction

Le traitement efficace d'un rejet liquide nécessite, au préalable, une bonne connaissance de la quantité, la qualité et les variations temporelles de la composition de l'effluent.

Dans le processus de l'identification des eaux résiduaires, la caractérisation physico-chimique est incontournable si on espère définir avec bonne qualité, les caractéristiques d'un procédé de traitement. En outre, la connaissance de certains paramètres physico-chimiques donne une appréciation préliminaire de la qualité et le degré de la pollution d'une eau [6,13]

Nous présentons dans ce chapitre :

- la caractérisation de la pollution surtout organique (DCO, DBO5, MO.....) des rejets industriels de la ville de Ouargla et l'étude de leur nocivité et effets sur le milieu naturel ;
- l'évaluation quantitative de la pollution des rejets industriels, car la lutte contre la pollution industrielle passe obligatoirement, dans un premier stade, par une meilleure connaissance, par la mesure et le contrôle, de la production polluante [4].

IV.2.Matériels et méthodes

Les différentes analyses physico-chimiques des eaux usées industrielles de la région d'étude ont été effectuées au laboratoire de biogéochimie des milieux désertiques (université de Ouargla). Pour les échantillons des eaux usées prélevées de nos 7 sites étudiés nous avons déterminés, selon la norme AFNOR et ISO, les paramètres suivants:

IV.2.1. Les paramètres physico-chimiques

IV.2.1.1. La température

Il est primordial de connaître la température d'une eau. En effet, elle joue un rôle très important dans la solubilité des sels et surtout des gaz, et la détermination du pH.

La mesure de la température est très utile pour les études limnologiques et le calcul des échanges. Elle agit aussi comme un facteur physiologique agissant sur le métabolisme de croissance des micro-organismes vivant dans l'eau [13, 40].

Nous avons déterminé la température en même temps que le pH à l'aide d'un pH -mètre.

IV.2.1.2.Le pH

Le pH mesure la concentration des ions H^+ dans l'eau. Ce paramètre caractérise un grand nombre d'équilibres physico-chimiques. La valeur du pH peut altérer la croissance et la

reproduction des micro-organismes existants dans une eau. La plupart des bactéries peuvent croître dans une gamme de pH comprise entre 5 et 9, l'optimum est situé entre 6,5 et 8,5, des valeurs de pH inférieures à 5 ou supérieures à 8,5 affectent la croissance et survie des micro-organismes aquatiques selon l'organisation Mondiale de la Santé (OMS) [13, 40].

IV.2.1.3. La conductivité électrique (CE) et la salinité

La mesure de la conductivité de l'eau nous permet d'apprécier la quantité des sels dissous dans l'eau (chlorures, sulfates, calcium, sodium, magnésium...). Les matières organiques et colloïdales n'ont que peu de conductivité. Dans les eaux résiduaires cette mesure ne donnera pas forcément une idée immédiate de la charge du milieu. Elle est plus importante lorsque la température de l'eau augmente. La conductivité électrique d'une eau usée dépend essentiellement de la qualité de l'eau potable utilisée et du régime alimentaire de la population et des activités industrielles [13, 40].

La mesure de la CE a été faite à l'aide de deux conductimètres.

Corrections en fonction de la température

La conductivité d'un liquide dépend largement de la température. Cette dernière sera relevée très exactement au cours de la mesure. En dehors de 25°C, effectuer une correction de la conductivité électrique mesurée à T°C d'après la formule :

$$C_{25^{\circ}\text{C}} = C_T \times f$$

C_T : Conductivité obtenue à la température lue sur le thermomètre.

f est donné par le tableau spécial voir l'annexes (tableau 2) [11, 40].

Détermination de la salinité (minéralisation globale) de l'eau

Il existe une relation entre la teneur en sels dissous d'une eau et sa conductivité. La minéralisation globale d'une eau peut être calculée à partir des relations empiriques voir l'annexes (tableau 3) [11, 40].

IV.2.1.4. La matière en suspension

La pollution d'une eau peut être associée à la présence d'objets flottants, de matières grossières et de particules en suspension.

Cette pollution particulière est à l'origine de nombreux problèmes comme ceux liés au dépôt de matières, à leur capacité d'adsorption physico-chimique ou aux phénomènes de détérioration du matériel (bouchage, abrasion, ...).

Leur principal effet est de troubler l'eau, diminuant ainsi le rayonnement lumineux indispensable pour une bonne croissance des végétaux au fond des cours d'eau : c'est la turbidité [5], elle

s'effectue par filtration. L'eau est filtrée, le poids de matière retenue par le filtre est déterminé par pesée différentielle (norme EN 872:1996). Sa valeur est donnée par l'expression :

$$\text{MES (mg/l)} = (b-a) \times 1000 / V$$

b: est la masse du papier filtre après filtration en mg.

a: la masse du papier filtre avant filtration en mg.

V: est le volume de l'échantillon en ml [11]

IV.2.1.5. Les matières organiques

IV.2.1.5.1. La demande biologique en oxygène à 5 jours (DBO₅)

La DBO correspond à l'oxygène qui a été utilisé par des bactéries aérobies pour détruire ou dégrader biochimiquement les matières organiques biodégradables présentes dans l'eau. Cette mesure traduit donc indirectement la fraction biodégradable dans l'eau et représente assez fidèlement le processus de dégradation naturel.

Les transformations des matières organiques s'effectuent en deux stades :

- le 1er stade, et durant les cinq premiers jours se rapportant aux composés carbonés,
- le 2ème stade, se rapportant aux composés azotés, ne commence qu'au bout du cinquième au vingtième jour, ce deuxième stade est généralement décalé dans le temps, du fait que la nitrification ne peut intervenir qu'après une dégradation avancée des substrats carbonés.

C'est pourquoi, il est convenu d'évaluer la demande biochimique en oxygène pendant 5 jours (DBO₅) pour ne prendre en compte que la dégradation de la pollution carbonée à 20°C. Le résultat est exprimé en mg/l d'oxygène consommé pendant 5 jours [5,11]. Dans notre étude nous avons utilisé un DBO-mètre (système manométrique).

IV.2.1.5.2. La demande chimique en oxygène (DCO)

La DCO correspond à la quantité d'oxygène (en milligramme) qui a été consommée par voie chimique pour oxyder l'ensemble des matières oxydables présentes dans un échantillon d'eau de 1 litre (quelle que soit leur origine, organique (biodégradable ou non) ou minérale (fer ferreux, nitrites, ammonium, sulfate et chlorures). Elle est moins représentative que la DBO de la décomposition des matières organiques qui a lieu dans le milieu naturel mais elle est rapide, et contrairement à cette dernière, elle possède une bonne reproductibilité. La DCO est particulièrement indiquée pour mesurer la pollution d'un effluent industriel. Elle exprime la

quantité d'oxygène fournie par du bichromate de potassium $K_2Cr_2O_7$, et nécessaire à l'oxydation de substances organiques pendant deux heures à l'ébullition à 150 °C en milieu acide et en présence de catalyseur ($HgSO_4/H_2SO_4$). L'excès de bichromate de potassium est dosé par le sel de Mohr (Sulfate de fer et d'ammonium). Elle est exprimée en mg O_2/l . Et donnée par l'expression (Norme NFT 90-101) :

$$DCO \text{ (mg/l)} = 8000 \cdot C_{Fe} \cdot (V_T - V_E) / E$$

V_T , V_E : volumes en ml de sel de Mohr utilisé pour titrer le témoin et l'échantillon respectivement.

E: volume en ml de la prise d'essai d'eau.

C_{Fe} : est la concentration, exprimée en mol par litre, de la solution sel de Mohr [5, 11, 13,40].

IV.2.1.5.3. L'indice de biodégradabilité (DCO / DBO5)

Le rapport DCO / DBO5 détermine la possibilité et le rendement de dégradation que l'on peut espérer par un traitement d'oxydation biologique.

Si le rapport DCO / DBO5 est inférieur à 3, on peut dire que l'effluent est facilement biodégradable, un traitement biologique devant être capable d'éliminer l'essentiel de la pollution [5].

IV.2.1.5.4. Matières organiques ou oxydables (MO)

La plupart des matières organiques ne deviennent polluantes que lorsqu'elles se retrouvent en excès dans le milieu. On distingue :

- les matières organiques biodégradables qui se décomposent dans le milieu naturel,
- les matières organiques non biodégradables (hydrocarbures).

De nombreux micropolluants organiques d'origine industrielle ou urbaine affectent la qualité des cours d'eau. Ils traversent les stations d'épuration sans être altérés, résistent à l'autoépuration et se retrouvent à l'état de traces dans les rivières. Outre la réduction d'oxygène dissous qu'ils entraînent, certains confèrent aux eaux de consommation des propriétés irritantes parfois toxiques ainsi qu'une odeur et un goût désagréables. Ces micropolluants peuvent avoir une action nuisible sur la flore bactérienne et gêner, sinon empêcher le bon fonctionnement des stations d'épuration [5].

Elle est calculée par la formule suivante:

$$MO = 1/3 DCO + 2/3 DBO_5$$

IV.2.2. Appareillage et matériels utilisés

1. pH mètre de marque PHB-1 portable.
2. Conductimètres de type WTW LF330/Tetra Con[®]325, et de type DDS J-308A.
3. Papier filtre WHATMAN 40, d=110 mm.
4. DBO mètre de marque WTW (incubateur réglé à T=20 C°, agitateur, des bouteilles brunes, des bouchons (OXITOP[®]) équipés par un afficheur qui affiche les valeurs mesurées.
5. système de ébullition à reflux (Chauffe ballons à 06 postes,des ballons rodés à fond rond de 500 ml,réfrigérants).
6. Agitateur magnétique de marque IKAMAG^R., et barreaux aimantés
7. Etuve de marque (MEMMERT).

IV.2.3. Réactifs utilisés

1. Bichromate de potassium $K_2Cr_2O_7$ (PROLABO).
2. Acide sulfurique H_2SO_4 (BIOCHEM ,96-98%, CAS n°7664-93-9).
3. Sulfate de mercure $HgSO_4$ (PROLABO).
4. Sulfate de fer $FeSO_4$ (MERCK).
5. Sulfate d'argent $AgSO_4$ (MERCK).
6. 1,10-Phinantroline (PROLABO).
7. Sulfate de fer et d'ammonium (PROLABO).

IV.3. Résultats et discussion

Les résultats des analyses physico-chimiques des eaux usées des sites étudiés sont présentés dans les tableaux (7), (8), (9):

Tableau (7): résultats des analyses physico-chimiques des eaux usées des sites étudiés pour la 1^{er} campagne (juin 2010).

Paramètre	VMA *	ST1	ST2	ST3	ST4	ST5	ST6	ST7
T (C°)	30	26	26	26	26	24	24	24
pH	5,5- 8,5	6.65	6.63	6.79	6.76	6.36	6	7.57
CE (ms/cm) à 25°C	2.5	4.35	6.54	6.59	6.57	5.39	5.19	2.99
Salinité (g/l)		2.95	4.44	4.48	4.46	3.66	3.52	2.032
DCO (mg/l)	130	422.4	1344	1504	1152	4531.2	2342.41	153.6

Tableau (8): résultats des analyses physico-chimiques des eaux usées des sites étudiés pour la 2^{ème} campagne (octobre 2010).

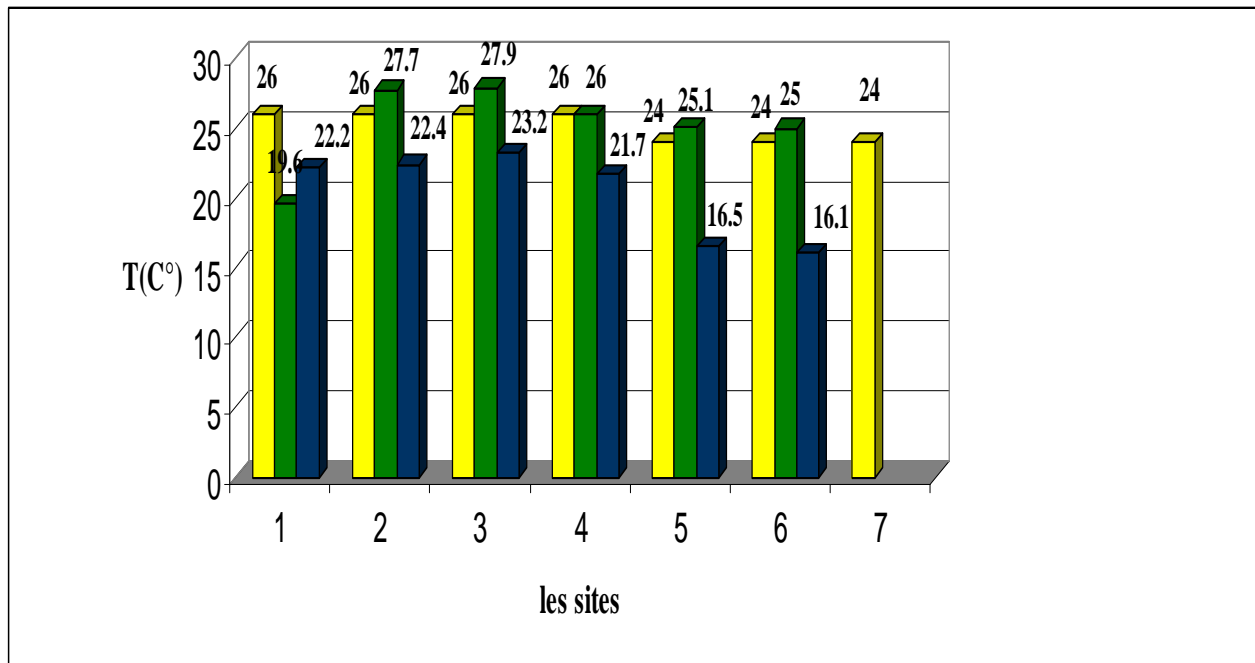
Paramètre	VMA *	ST1	ST2	ST3	ST4	ST5	ST6
T (C°)	30	19.6	27.7	27.9	26	25.1	25
pH	5,5- 8,5	7.08	6.33	6.79	6.8	5.67	5.81
CE (ms/cm) à 25°C	2.5	4.55	6.83	25.32	44.95	24.24	23.16
Salinité (g/l)		3.09	4.62	19.29	34.25	18.47	17.64
DCO (mg/l)	130	691.2	36120	20781	3463	18307	9024
DBO ₅ (mg/l)	40	150	2350	250	500	4700	3500
DCO/ DBO ₅		4.608	15.37	83.124	6.926	3.8951	2.5782
DBO ₅ / DCO		0.217	0.065	0.012	0.1444	0.2567	0.3878
MO (mg/l)		330.4	13606	7093.66	1487.66	9235.66	5341.33

Tableau (9): résultats des analyses physico-chimiques des eaux usées des sites étudiés pour la 3ème campagne (nov-déc 2010).

Paramètre	VMA *	ST1	ST2	ST3	ST4	ST5	ST6
T (C°)	30	22.2	22.4	23.2	21.7	16.5	16.1
pH	5,5- 8,5	7.86	6.66	7.39	6.88	8.02	8.07
CE (ms/cm) à 25°C	2.5	3.98	6.59	0	6.54	10.44	10.60
Salinité (g/l)		2.7	4.48	0	4.44	7.096	7.205
MES (mg/l)	30	29	716	14702	105	933.33	696.66
DCO (mg/l)	130	223.008	1357.44	-	1018.08	2068.48	1599.84
DBO ₅ (mg/l)	40	100	350	-	400	360	316.66
DCO/ DBO ₅		2.2301	3.8784	-	2.5452	5.7457	5.0522
DBO ₅ / DCO		0.4484	0.2578	-	0.391	0.174	0.198
MES /DBO ₅		0.29	2.045	-	0.2625	2.6	2.2
MO (mg/l)		141	685.81	-	606	929.5	744.38

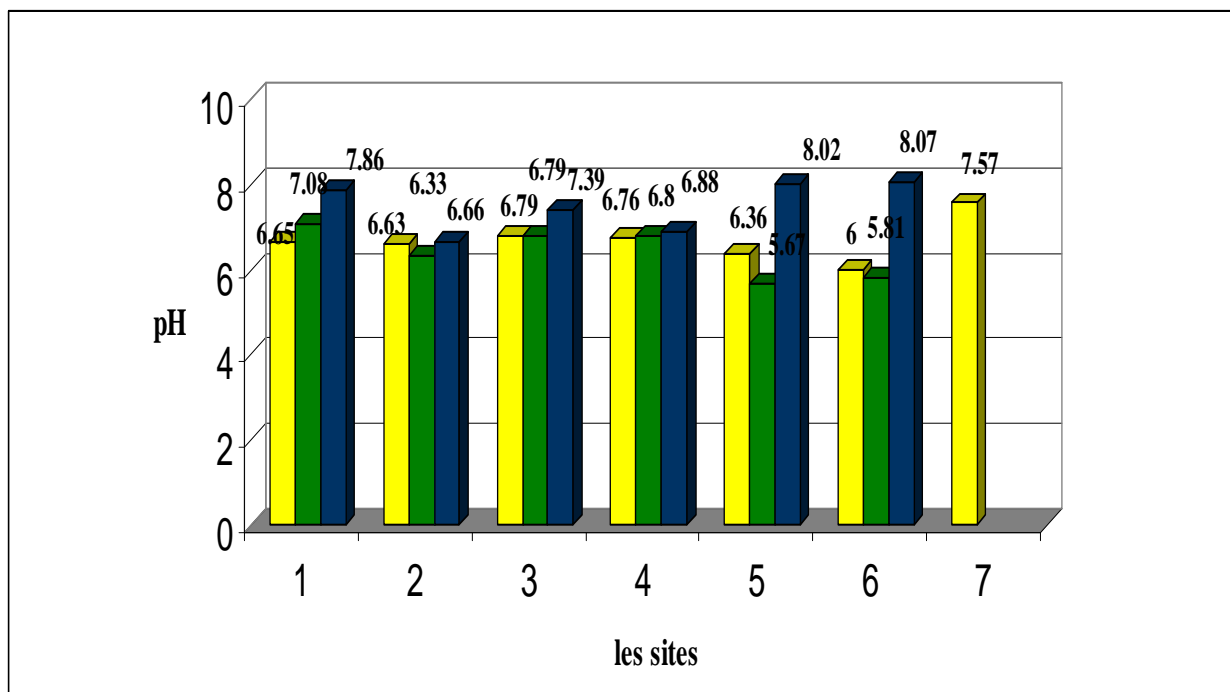
*Valeur maximal admissible (selon les normes algériennes du rejet des eaux usées industrielles).

Figure (8): Températures mesurées à partir des eaux des différents sites étudiés



■ Juin 2010
 ■ octobre 2010
 ■ nov-dec2010

Figure (9): pH mesurés à partir des eaux des différents sites étudiés.



■ Juin 2010
 ■ octobre 2010
 ■ nov-dec2010

De l'ensemble des analyses réalisées, il ressort que la plupart des valeurs mesurées ne sont pas conformes aux normes algériennes.

On remarque par ailleurs, qu'il y a une grande hétérogénéité dans les résultats. Le degré de pollution varie d'un site à l'autre.

La température est un facteur clé de l'activité biologique, en fonction de celle-ci, les microorganismes sont psychrophiles, mésophiles, ou thermophiles [42].

La figure (8) montre les variations des températures des eaux usées mesurées au cours de la période d'étude. Les valeurs de la température mesurées de 1^{ère} campagne dans les eaux des sites oscillent entre 24 et 26 °C et de 2^{ème} campagne de 19.6 à 27.9 °C et 16.1 à 23.2 °C pour la troisième campagne, En se référant aux valeurs limites maximales des paramètres des rejets d'installation de déversement industrielles tableau (9), on remarque que ces valeurs de la température sont inférieures à 30 °C considérée comme la norme algérienne des rejets industriels [6, 42].

La variation de température d'un site à l'autre et d'un prélèvement à l'autre est due aux conditions climatiques et au moment des prélèvements mais l'écosystème zonal peut aussi influencer. Cependant une température supérieure à 15 °C favorise le développement des microorganismes dans les canalisations en même temps qu'elle peut intensifier les odeurs et saveurs [40].

Le pH est également l'un des facteurs les plus importants qui influe sur l'activité biologique de la microflore des eaux. La grande majorité des microorganismes se développe dans une zone de 4.5-8. En outre, le pH est un élément important pour l'interprétation de la corrosion dans les canalisations des installations de l'épuration et il doit être étroitement surveillé au cours de toutes opérations de traitement [38].

Les valeurs moyennes de pH des eaux usées des différents sites de prélèvement sont généralement comprises entre 5 et 9 (Figure 9). Pour l'abattoir, on note occasionnellement des valeurs extrêmes de 5 à 8. Ces variations seraient liées au surdosage en produits de nettoyage acido-basiques [43].

L'acidité remarquée pour ces eaux a été causée par la dégradation des substances organiques, et peut conduire à la corrosion du ciment ou des métaux de canalisations avec l'entraînement de plomb par exemple [40].

Nous enregistrons pour l'hôpital et l'industrie de transformation de plastique un pH neutre de 7.2 et 7.57 respectivement et pour les stations de lavages un pH peu acide à cause d'une dégradation de la matière organique existante en anaérobiose sous la suspension huileuse [40].

La conductivité électrique est probablement l'une des plus simples et des importants paramètres pour le contrôle de la qualité des eaux usées. Elle traduit le degré de minéralisation globale, elle nous renseigne sur le taux de salinité.

Les résultats des tableaux (7), (8), (9) laissent apparaître des valeurs de la conductivité électrique variables d'un site à l'autre et d'une campagne aussi à l'autre. La valeur enregistrée pour l'hôpital a été assez stable pendant les trois campagnes. La valeur moyenne pour ce site a été 4.29 ms/cm. La plus faible valeur remarquée dans la figure (10) c'est pour les eaux d'usine de transformation du plastique, une valeur de 2.99 ms/cm. Des valeurs extrêmement grandes ont été enregistrées pendant la deuxième campagne pour les sites 3, 4, 5 et 6. Les valeurs sont 25.32, 44.95, 24.24 et 23.16 ms/cm respectivement, mais la plus grande a été enregistrée pour le site 4 (station de lavage 3). Cette variation de la conductivité électrique provient de la charge en sels des eaux d'alimentation. C'est pourquoi l'abattoir, la station de lavage (3) à côté de la SNTV présentent des valeurs de CE supérieures à 5 ms/cm, car leur alimentation s'effectue par le forage de MEKHADMA. C'est le forage le plus salé dans la cuvette de Ouargla destinée à l'alimentation par les eaux potables. Tandis que l'hôpital est alimenté par le forage de l'hôpital et les stations de lavage 1 et 2 par le forage de BENI THOUR. Elle est peut être causée aussi par l'utilisation des détergents et des produits de nettoyage.

Nous avons pas pu mesurer la valeur de la CE pour le site (3) (station de lavage 2) pour la troisième campagne et l'appareil nous indique un zéro, ce qui s'explique par la dominance d'huiles visqueuses dans l'échantillon (qui jouent le rôle d'isolants).

Les valeurs calculées de la salinité sont comprises entre 2.032 (pour l'UTPS) à 34.25 g/l (station de lavage 3), elles ont la même tendance que les valeurs de la conductivité.

Pour apprécier la qualité d'une eau, il est toujours nécessaire d'évaluer quantitativement sa charge en matière dissoute et particulaire. Les résultats de la mesure des matières en suspension (MES) la Figure (11), montrent que seul le site 1 (l'hôpital) ne dépasse pas le seuil des valeurs admissibles, limité à 30 mg/l avec une valeur de 29 mg/l. Les autres sites présentent une variation entre 105 mg/l et 14702 mg/l. La grande valeur a été trouvée pour la station de lavage (2) à cause des huiles lourds de grand poids moléculaire, les stations de lavage (1) et (3) présentent 716 mg/l et 105 mg/l respectivement.

L'abattoir montre des valeurs considérables 933.33 mg/l pour le premier point et 696.66 mg/l pour le deuxième, cette matière est composée par des matières fécales et des graisses de grande chaîne moléculaire. La diminution de la valeur de MES du point 1 à 2 résulte de l'accumulation

Figure (10): Conductivités électriques des eaux des différents sites étudiés.

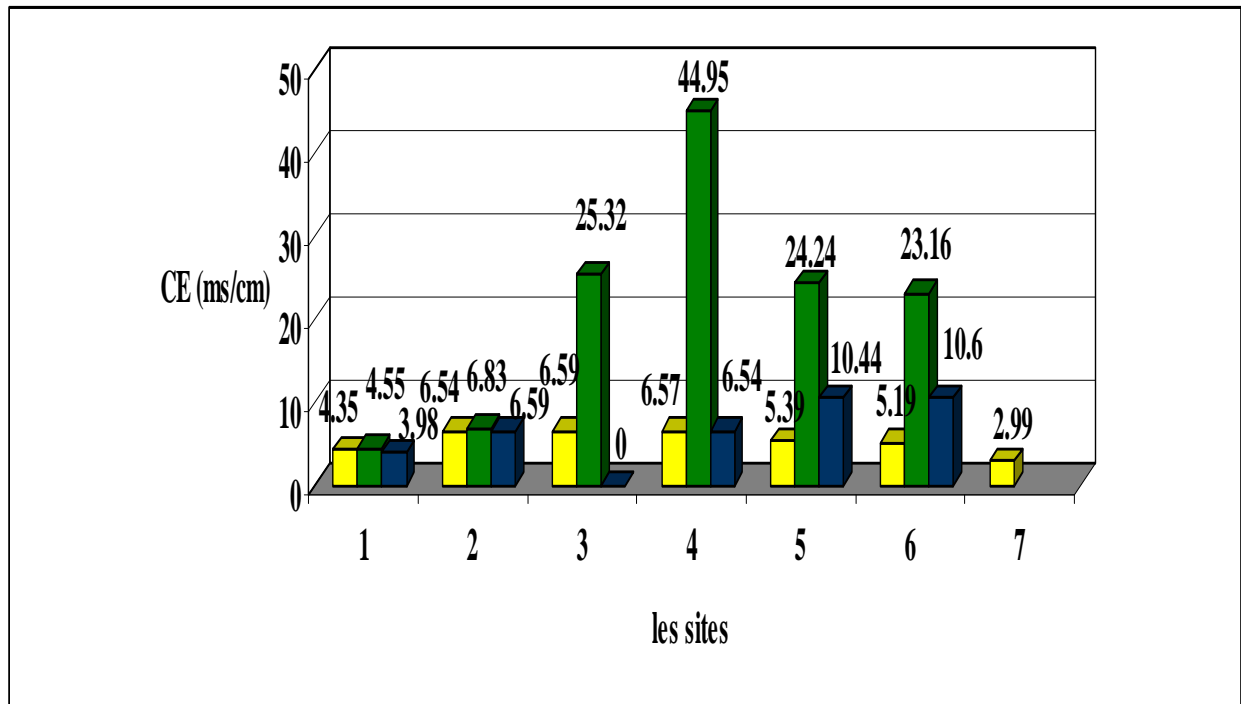
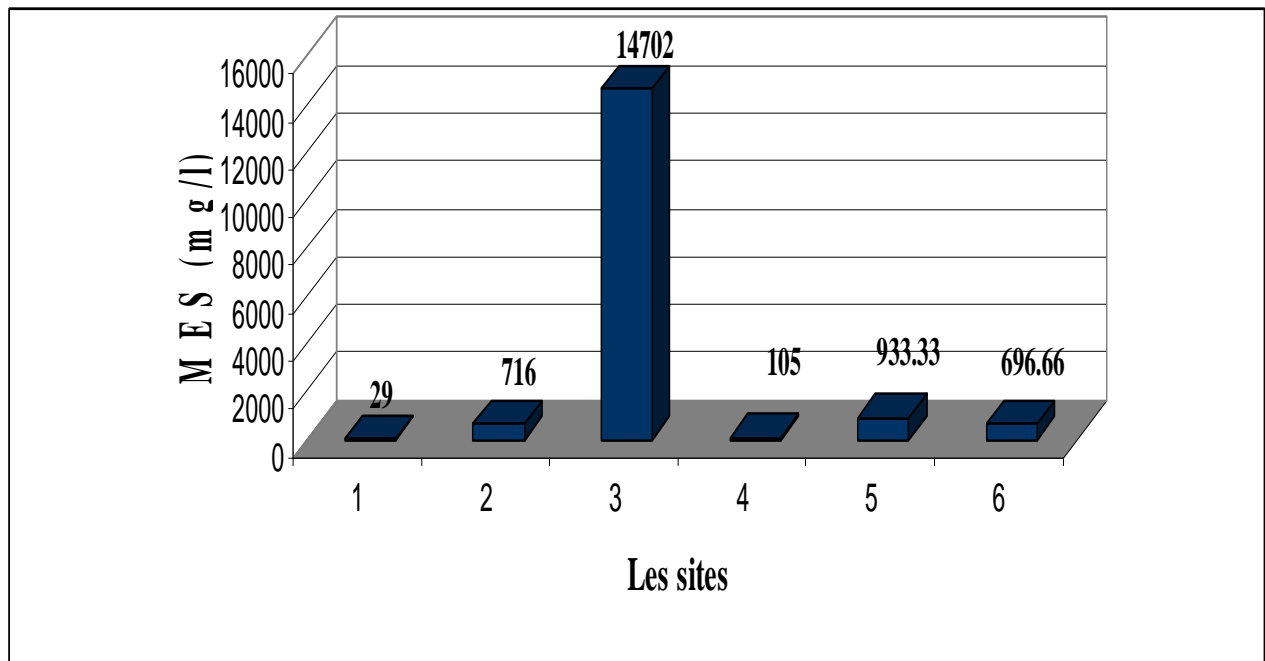


Figure (11): Teneurs en matières en suspension des eaux des différents sites étudiés.



■ Juin 2010
 ■ octobre 2010
 ■ nov-déc2010

de ces matières dans le bassin de décantation placé entre les deux points. La présence des ces MES dans les différents rejets peut altérer de manière sensible le fonctionnement du réseau d'égouts. D'autre part, elle peut causer des dangers tels que les dépôts de boues et le colmatage des fonds aquatiques récepteurs. Les boues décantées sont catastrophiques à la conservation des édifices biologiques naturels, tandis que le colmatage défavorise la biodégradation des micropolluants [42].

La demande chimique en oxygène est la teneur en O₂ consommée par les matières oxydables (réductrices) dans des conditions définies. D'après les résultats obtenus, on remarque des valeurs très élevées surtout pour les stations de lavage et l'abattoir pendant la deuxième campagne comme elle montre la Figure (12).

Les valeurs sont au-dessus de la valeur limite maximale des paramètres des rejets industriels, ou la valeur de la DCO est égale à 120 mg/l.

Elles varient de 153.6 mg/l pour l'usine de transformation du plastique à 36120 mg/l pour la station de lavage (1), c'est la valeur la plus importante.

L'hôpital présente une valeur moyenne de 445.54 mg/l causé par l'oxydation des produits chimiques et pharmaceutiques utilisés pour les analyses et les traitements médicaux et aussi pour le nettoyage. Des grandes valeurs de 12940 mg/l, 11142 mg/l et 1877 mg/l ont été enregistrées pour les stations de lavage respectivement. Ces valeurs se justifient par la présence de grandes quantités d'huiles de machines et de produits détergents. La production et le degré de pollution de ces composés sont souvent importants à la fin de la période de travail. A noter que certains de ces rejets sont occasionnels, et peuvent correspondre, par exemple, à des fuites accidentelles de produits lors de leur manutention ou de leur stockage [4].

Le premier et le deuxième point de l'abattoir, ont des valeurs de la DCO de 8302 mg/l et 4322 mg/l, traduisant l'oxydation de ces eaux riches en matière organique.

Les valeurs obtenues pour notre étude apparaissent très élevées. Des nuisances du milieu récepteur sont perceptibles s'il y a un apport élevé de matières organiques dans les eaux usées, engendrant une prolifération importante des micro-organismes pathogènes. La représentativité de la DCO n'est plus satisfaisante pour les eaux chargées en halogénures (rejets salins par exemple).

Figure (12): Valeurs de la DCO des eaux des différents sites étudiés.

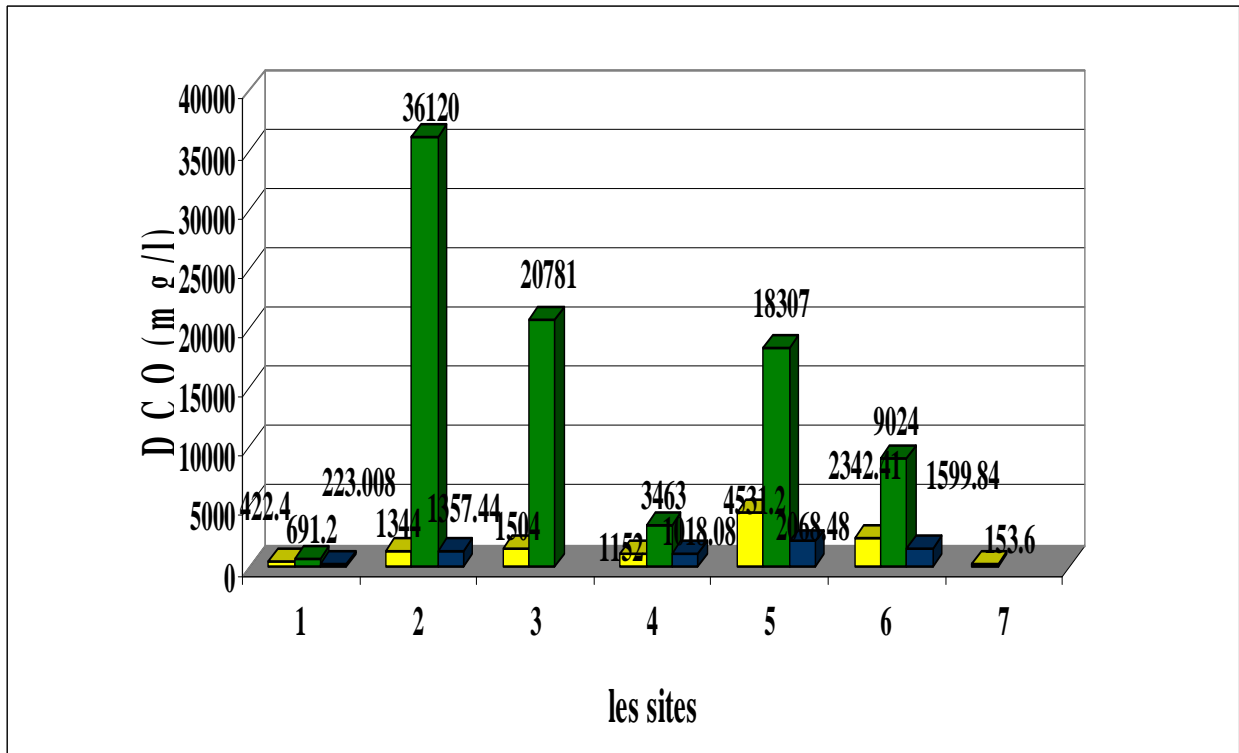
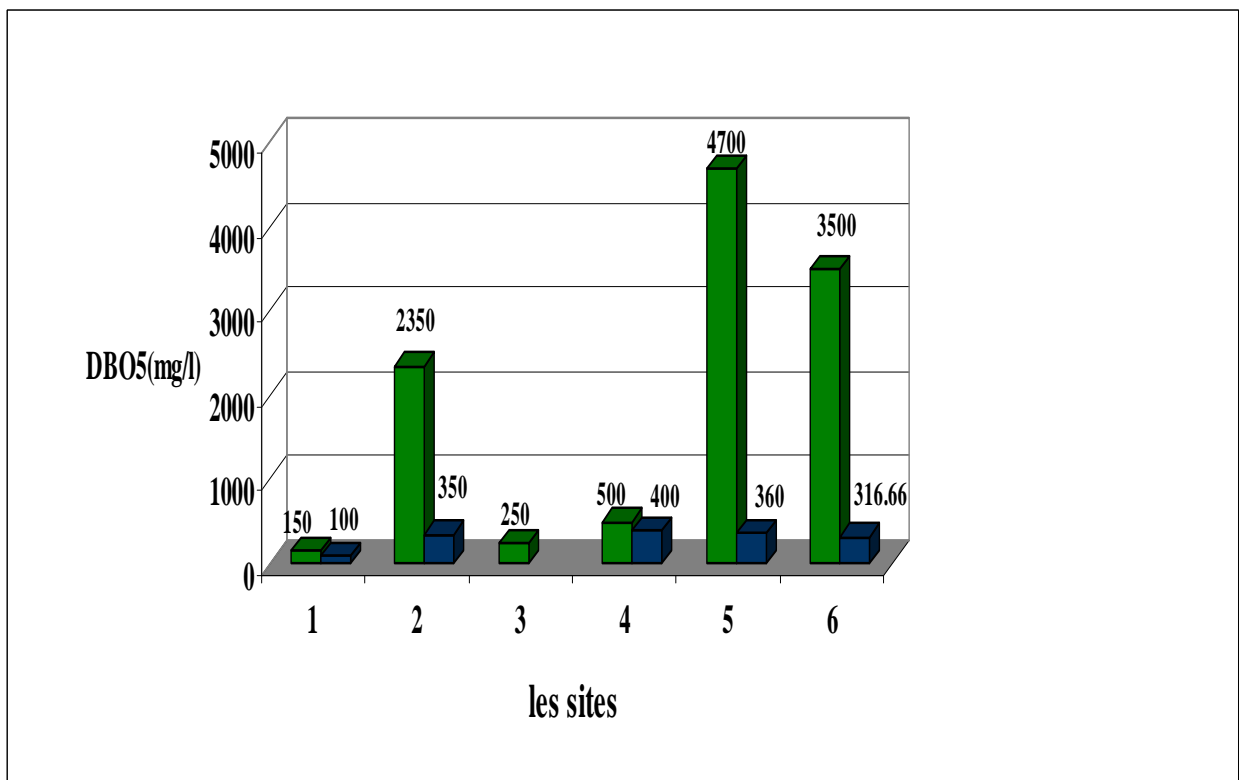


Figure (13): Valeurs de la DBO₅ des eaux des différents sites étudiés.



■ Junin 2010
 ■ octobre 2010
 ■ nov-dec2010

La demande biologique en oxygène, est la quantité d'oxygène en (mg/l) consommée pour épurer biologiquement l'eau en cinq jours à 20 C° et à l'obscurité.

Globalement les valeurs de la DBO₅ trouvées sont grandes pour tous les sites, elles sont comprises entre 100 et 4700 mg/l et dépassent les normes admissibles des rejets industriels limités à 40 mg/l. La valeur la plus faible est celle de l'hôpital 100 et 150 mg/l pour la première et la deuxième campagne respectivement, cette faible valeur traduit une faible activité microbienne à cause de l'existence de certains agents antimicrobiens (médicaments par ex) qui inhibent leur activité. Des valeurs trouvées de la DBO₅ sont importantes 350 et 2350 mg/l pour la station de lavage 1, 250 mg/l pour la station de lavage 2 et pour la station de lavage 3 de 400 à 500 mg/l. Nos échantillons de stations de lavage sont chargés par les huiles, mais dans ces zones les valeurs obtenues indiquent l'existence d'activité microbienne. La quantité des huiles déversée n'inhibe pas totalement l'activité microbienne de ces eaux car les anaérobies peuvent se développer. Les chiffres les plus importants de la DBO₅ sont enregistrés au niveau de l'abattoir 360 et 4700 mg/l pour le premier point et 316.66 et 3500 mg/l pour le deuxième point. Les valeurs élevées de la DBO₅ pourraient être expliquées par l'abondance de la matière organique (débris de panse), et par la concentration de cet effluent par le sang Figure (13) [38].

IV.3.1. Evaluation de la pollution organique des eaux usées

Pour une meilleure appréciation de l'origine des eaux usées de ces effluents étudiés de quelques sites industriels, le calcul des rapports DCO/DBO₅, DBO₅/ DCO, MES/ DBO₅ et l'estimation de la matière oxydable (MO), sont très importants. L'utilisation de ces paramètres de caractérisation constitue un bon moyen pour donner une image du degré de pollution des effluents bruts des sites étudiés et aussi pour optimiser les paramètres physico-chimiques de ces eaux usées afin de proposer un mode de traitement convenable.

IV.3.1.1. Le rapport DCO/DBO₅

Le rapport DCO/DBO₅ est l'indice de biodégradabilité en milieu liquide d'un effluent. Les résultats de ce rapport constituent une indication de l'importance des matières polluantes peu ou non biodégradables. Il permet de déduire si les eaux usées rejetées directement dans les milieux récepteurs ont des caractéristiques des eaux usées domestiques (rapport DCO/DBO₅ inférieur à 3). L'élévation de ce rapport indique un accroissement des matières organiques non biodégradables [40].

Pour la 2^{ème} campagne les valeurs du rapport DCO/DBO5 sont comprises entre 2.5 et 83.13 et entre 2.23 et 5.75 pour la troisième campagne. Les plus grandes valeurs sont trouvées pour les stations de lavage, surtout pour la station (2), où nous avons constaté une valeur très importante 83.124 pour la 2^{ème} campagne. Ces valeurs sont très loin du rapport standard des effluents résiduaires urbains donc la biodégradabilité est mauvaise.

Les eaux usées de l'abattoir présentent un rapport DCO/DBO5 variant de 2.5 à 5.75. Ces valeurs sont proches de la valeur du rapport standard des effluents résiduaires urbains. Donc, on peut conclure que même si les eaux usées de ce rejet présentent une charge organique élevée, elles sont moyennement biodégradables. L'examen de ce rapport souligne bien le caractère biodégradable des eaux usées de l'abattoir auxquelles un traitement biologique paraît tout à fait convenable. [38].

Les eaux usées de l'hôpital ont un caractère assez biodégradable avec des valeurs situées entre 2.23 et 4.6. Il y a une tendance vers une dégradation des produits chimiques comme les détergents (Figure 14).

IV.3.1.2. Le rapport DBO₅/DCO

Pour caractériser une pollution industrielle, on considère souvent le rapport DBO₅/DCO, qui donne des indications très intéressantes sur l'origine d'une pollution des eaux usées et ses possibilités de traitement. Pour notre étude ce rapport est faible. Il est compris entre 0.012 et 0.45. Les grandes valeurs ont été observées pour la 2^{ème} campagne dans les eaux usées de l'abattoir et pour la 3^{ème} dans les eaux usées de l'hôpital (Figure 15). C'est le cas général pour les rejets chargés en matières organiques. Cette charge organique rend ces eaux usées assez instables, c'est-à-dire qu'elles évolueront vite vers des formes "digérées" avec le risque de dégagement d'odeurs. En effet, les eaux usées de ces sites sont à dominante organique [38].

Figure (14): Valeurs du rapport DCO/DBO₅ des eaux des différents sites étudiés.

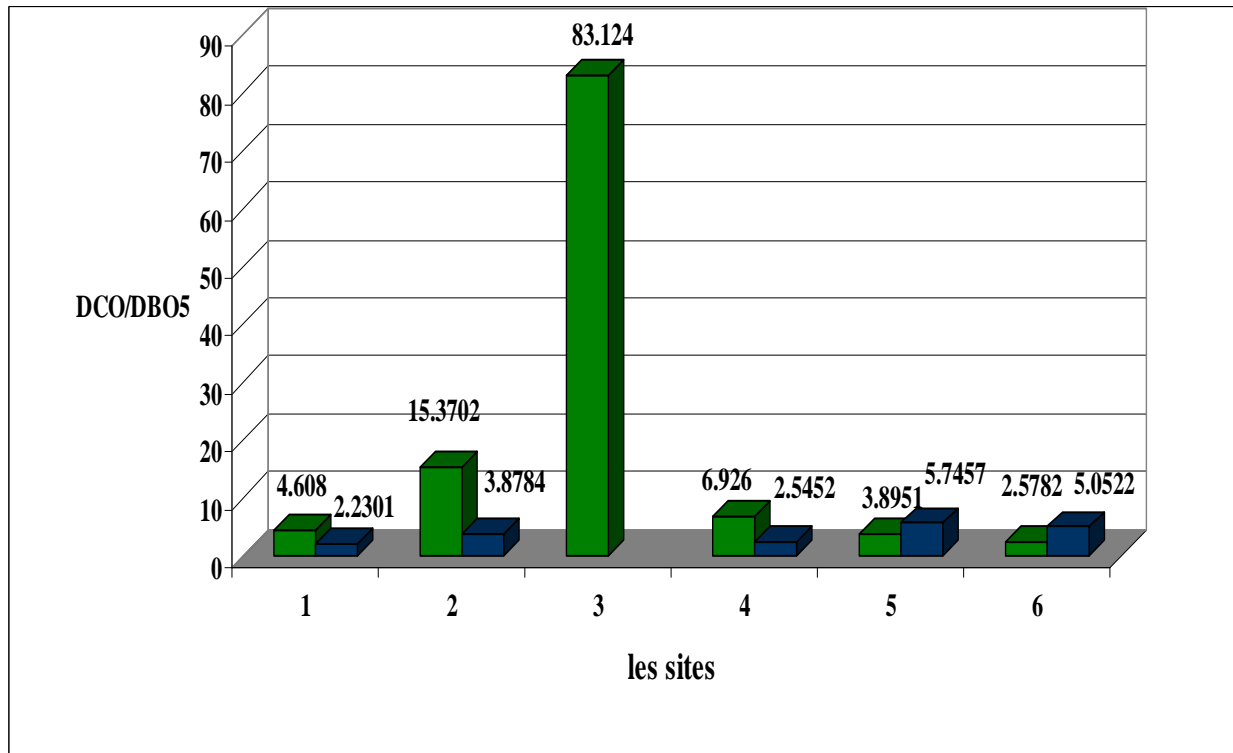
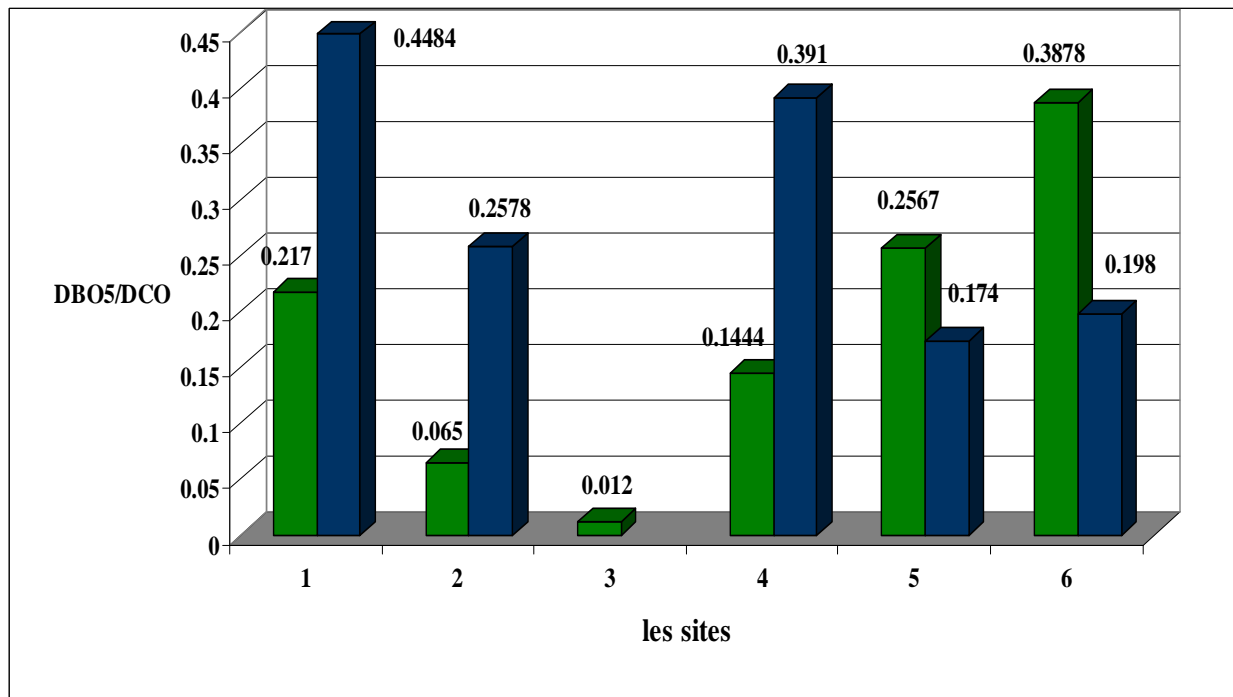


Figure (15): Valeurs du rapport DBO₅/ DCO des eaux des différents sites étudiés.



■ octobre 2010 ■ nov-déc2010

IV.3.1.3. Le rapport MES/ DBO₅ et matières oxydables (MO)

Au niveau des eaux usées de l'hôpital et l'abattoir, le rapport DBO₅ /DCO est assez élevé, ce qui confirme que les eaux usées drainées de ces sites sont fortement chargées en matières organiques. Ce résultat obtenu est confirmé par l'estimation de la matière oxydable, qui est environ 235.7 mg/l pour l'hôpital et 4062 mg/l pour l'abattoir. Et avec des rapports moyens de MES/ DBO₅ de 0.29 et 2.4 pour l'hôpital et l'abattoir respectivement. Par ailleurs, le rapport DCO/DBO₅ est assez faible, ce qui nous permet de déduire que la charge en matière organique dans les eaux usées de ces sites est moyennement biodégradable [38].

Par contre, pour les stations de lavage le rapport moyen de DBO₅ /DCO est faible et les valeurs moyennes de la matière oxydables est de l'ordre 4040.5 mg/. De même, les valeurs du rapport DCO/DBO₅ sont très importantes (Figures 16 et 17), ce qui nous informe que la charge en matière organique dans les eaux usées de ces sites est non biodégradable.

Les valeurs mesurées pour le rejet des eaux usées de site 3 (station de lavage 2) de la CE et de la salinité et de la MES, nous informent que ce rejet se constitue par une masse huileuse visqueuse, ce qui nous empêche de mesurer les autres paramètres DCO, DBO₅

Nous pouvons conclure que les eaux usées industrielles ont une mauvaise biodégradabilité à cause de l'existence de certains produits inhibiteurs de ce phénomène tels que les huiles, les graisses, les phénols, et certains agents antimicrobiens (médicaments).

Les résultats trouvés ont été confirmés par trois prélèvements à des saisons différentes, l'été, l'automne et l'hiver. Nous remarquons des variations de nos valeurs d'un prélèvement à l'autre et de même site mais nous pouvons dire que ce changement est relatif au taux d'activité qui change d'un jour à l'autre.

Figure (16): Valeurs du rapport MES / DBO₅ des eaux des différents sites étudiés.

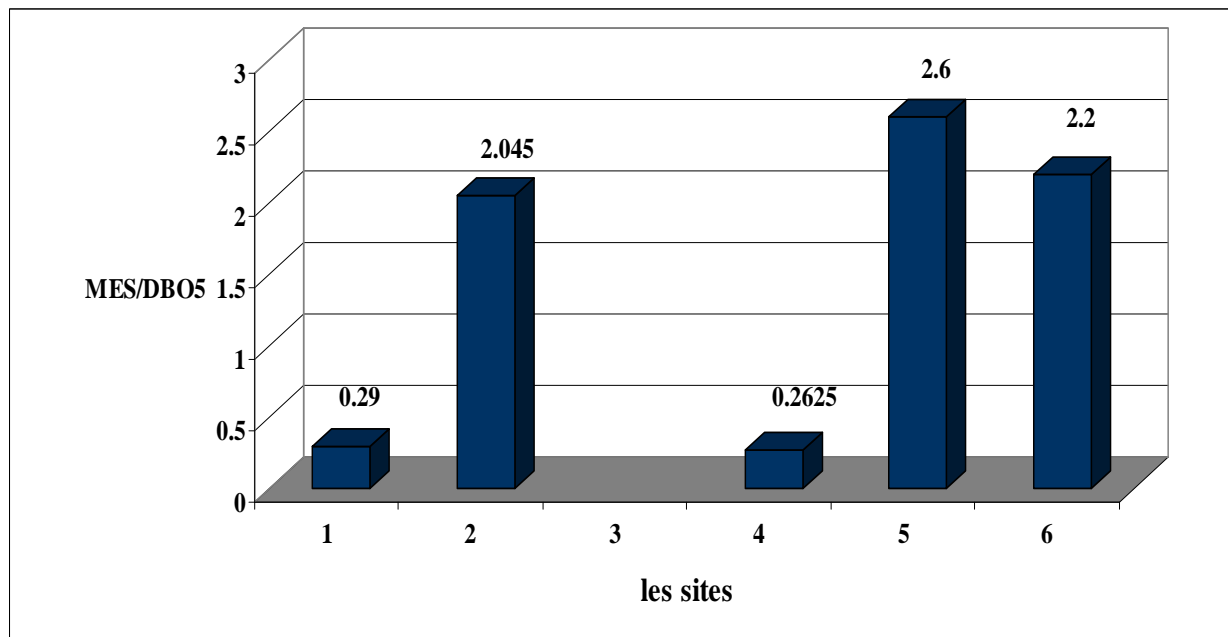
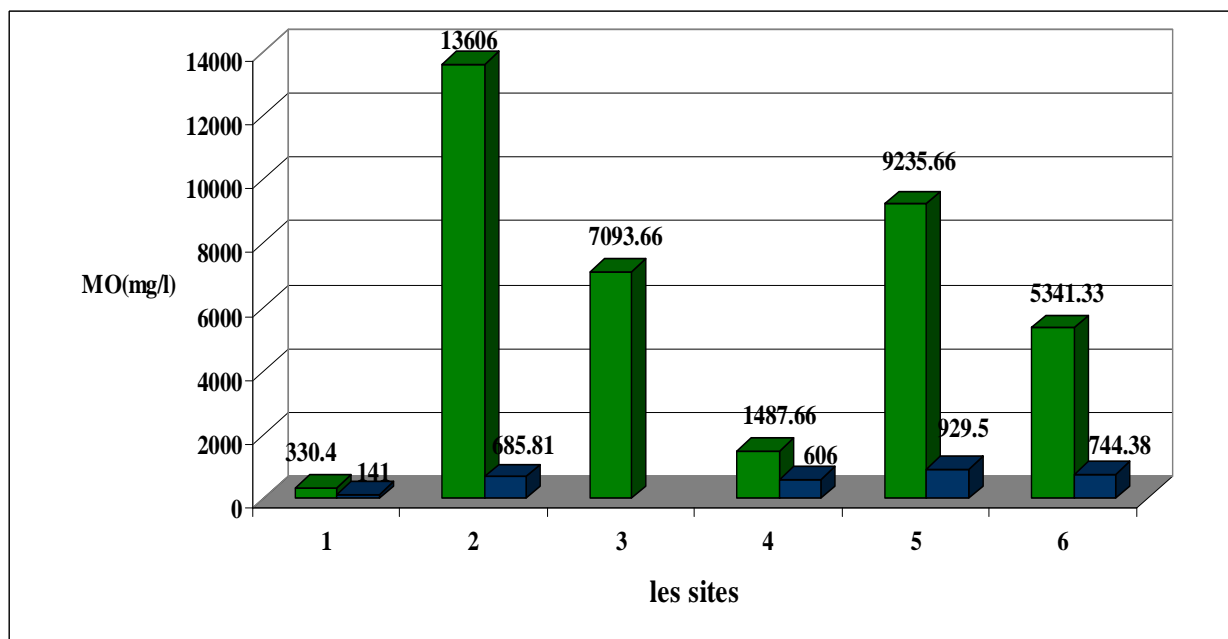


Figure (17): Valeurs du rapport MO des eaux des différents sites étudiés.



■ octobre 2010 ■ nov-déc2010

V.1.Introduction

La colorimétrie est probablement la méthode d'analyse la plus ancienne, elle a commencé à prendre un caractère scientifique quand Pierre Bouguer en 1729, émit le postulat de départ selon lequel "si une certaine épaisseur d'un verre coloré absorbe la moitié de la lumière issue de la source, une épaisseur de verre double réduit cette lumière au quart de sa valeur initiale". Enfin en 1850 Auguste Beer établit la relation entre concentration et densité optique (expression remplacée aujourd'hui par le terme absorbance), ce qui a conduit à la forme actuelle de la loi de Lambert et Beer [2].

V.2.Matériels et méthodes

V.2.1. L'analyse colorimétrique (indice de phénol)

La teneur des composés phénoliques dissous dans un échantillon d'eau a été évaluée par la méthode colorimétrique avec l'amino-4-antipyrine. Sa concentration est exprimée en mg/l. La portée de cette méthode englobe tous les phénols qui réagissent avec l'amino-4-antipyrine et qui forment des composés colorés absorbants à la longueur d'onde sélectionnée. L'expression "indice de phénol" a été choisie conformément à l'appellation de l'Organisation internationale de normalisation (ISO). Le conseil canadien des normes, la British Standards Institution et l'Association française de normalisation recommandent également cette expression.

La composition des différents phénols présents dans un échantillon n'est pas prévisible. De plus, aucun mélange universel d'étalons ne peut être sélectionné a priori. Par conséquent, le phénol (C_6H_5OH) sert d'étalon de référence. La réponse engendrée par tout autre composé phénolique sensible à ce test est reportée en tant que composés phénoliques. Tous les phénols ne réagissent pas également à ce test colorimétrique et leur sensibilité est généralement toujours plus faible que l'étalon choisi. Par conséquent, la concentration des composés phénoliques obtenue représente une concentration minimale en composés phénoliques.

La détermination de l'indice phénol est une méthode qui ne peut différencier les composés phénoliques présents dans les échantillons soumis au dosage, contrairement à des méthodes spécifiques utilisant la chromatographie et la spectrométrie de masse. La nature, la position, le nombre de substituants et le degré de substitution des composés phénoliques affectent la sensibilité. Les phénols substitués en position para avec un groupe alkyle, aryle ou nitro, ainsi que ceux qui sont fortement substitués comme le Pentachlorophénol ou le Pentabromophénol, ne donneront pas de coloration avec l'amino-4-antipyrine.

Cependant, si le groupe substitué en position para est un carboxyle, un halogène, un Méthoxy ou un Sulfonyle, il y aura coloration et détection de ces phénols. La détermination de l'indice phénol ne permet de doser que les produits qui dans les conditions prescrites au protocole, réagissent avec l' amino-4-antipyrine [41].

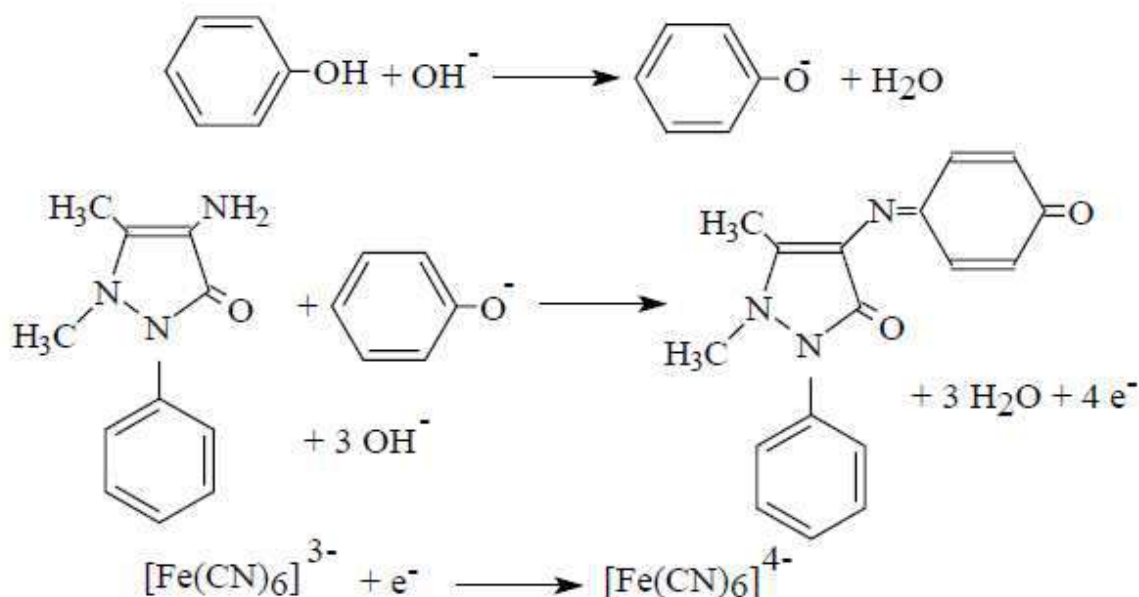
V.2.2. Principe et théorie

Si l'échantillon est turbide ou coloré ou il s'agit d'eaux usées, les phénols devront être séparés des autres constituants non volatils par distillation manuelle en milieu acide.

L'échantillon brut ou le distillat mélangé avec un tampon alcalin de ferricyanure de potassium et avec une solution d' amino-4-antipyrine pour former un complexe coloré. L'absorbance à 505 nm est mesurée et comparée à une courbe d'étalonnage obtenue avec le phénol (C₆H₅OH).

Il s'agit de la condensation en milieu basique de l'ion phénate sur la 4-amino antipyrine en présence d'un oxydant, l'hexacyanoferrate(III) de potassium (ferricyanure de potassium) [41].

Figure (18): Mécanisme de la réaction de coloration.



IV.2.3.Appareillage et matériels utilisés

1. Spectrophotomètre UV –visible dont la longueur d'onde a été fixée à 505nm et d'une cuve en quartz de 10 mm d'épaisseur de marque UNICAM voir l'annexe.
2. Balance de marque SARTORIOUS avec une sensibilité de 0.0001 g.
3. Système de distillation (chauffe ballon, réfrigérant, ballon de 500 ml).
4. Papier indicateur de pH.
5. Agitateur magnétique de marque IKAMAG^R.

V.2.4. Réactifs utilisés

1. Acide sulfurique, H_2SO_4 (BIOCHEM ,96-98%, CAS n°7664-93-9).
2. Chlorure de potassium, KCl (PROLABO,99%).
3. Ferricyanure de potassium, $K_3Fe(CN)_6$ (BIOCHEM ,99.5%,CAS n°13746-66-2).
4. Acide borique, H_3BO_3 (PROLABO,99%).
5. Amino-4-antipyrine, $C_{11}H_{13}N_3O$ (BIOCHEM,CAS n°83-07-8)
6. Phénol, C_6H_5OH (PROLABO)
7. Hydroxyde de sodium NaOH (PROLABO, 98%)

V.2.6. Protocole d'analyse**V.2.6.1. La distillation**

Cette étape sera nécessaire si les échantillons sont turbides ou colorés ou s'il s'agit d'eaux usées. On met 100 ml d'échantillon dans un ballon et on chauffe jusqu'à $220^\circ C$, le distillat recueilli est ajusté au $pH < 2$ avec H_2SO_4 9N [41].

V.2.6.2. Le développement de la coloration

On ajoute 5ml de solution tampon de $pH=10$ mélangée avec le ferricyanure de potassium à un volume de 10 ml de distillat. On verse 10 ml de solution d' amino-4-antipyrine, on mélange immédiatement, puis on laisse la coloration se développer pendant 2 minutes.

On effectue un essai à blanc en conduisant les opérations décrites ci -dessus sur un volume d'eau distillée égal à celui de la prise d'essai [5,41].

V.2.6.3. Mesure spectroscopique

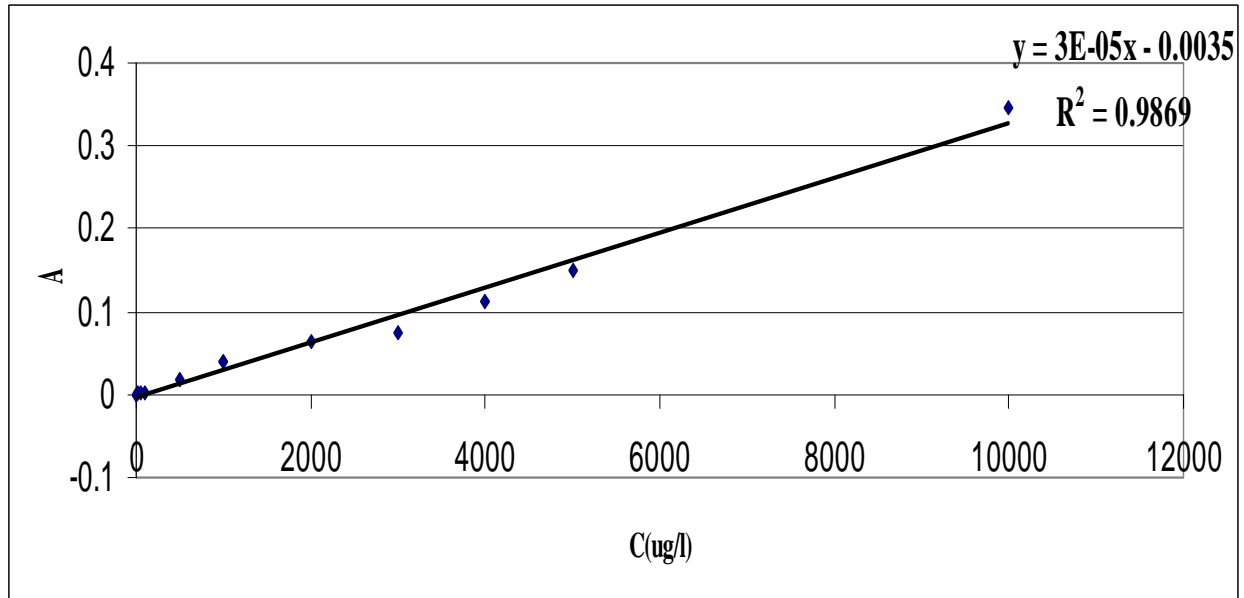
Pour chacun des termes de la gamme d'étalonnage, on opère à la longueur d'onde de 505nm après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport au terme zéro de cette gamme. Pour la solution d'essai, on opère à la même longueur d'onde après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à l'essai à blanc [5,41].

V .2.7. Calcul et expression des résultats

Après le traçage de la courbe d'étalonnage (Figure 19), nous avons calculé à l'aide du tableau Excel, les différents paramètres de la droite de régression (pente, ordonnée à l'origine et coefficient de corrélation en introduisant les différentes concentrations et absorbances obtenues.

Et nous avons déterminé ensuite l'indice phénol pour des échantillons inconnus à partir des valeurs d'absorbance obtenues.

Figure (19): La courbe d'étalonnage (1).



L'indice de phénol en µg/l est donné par la formule suivante :

$$\text{Ind. Phénol} = A + 0.0035 / 3 \times 10^{-5}$$

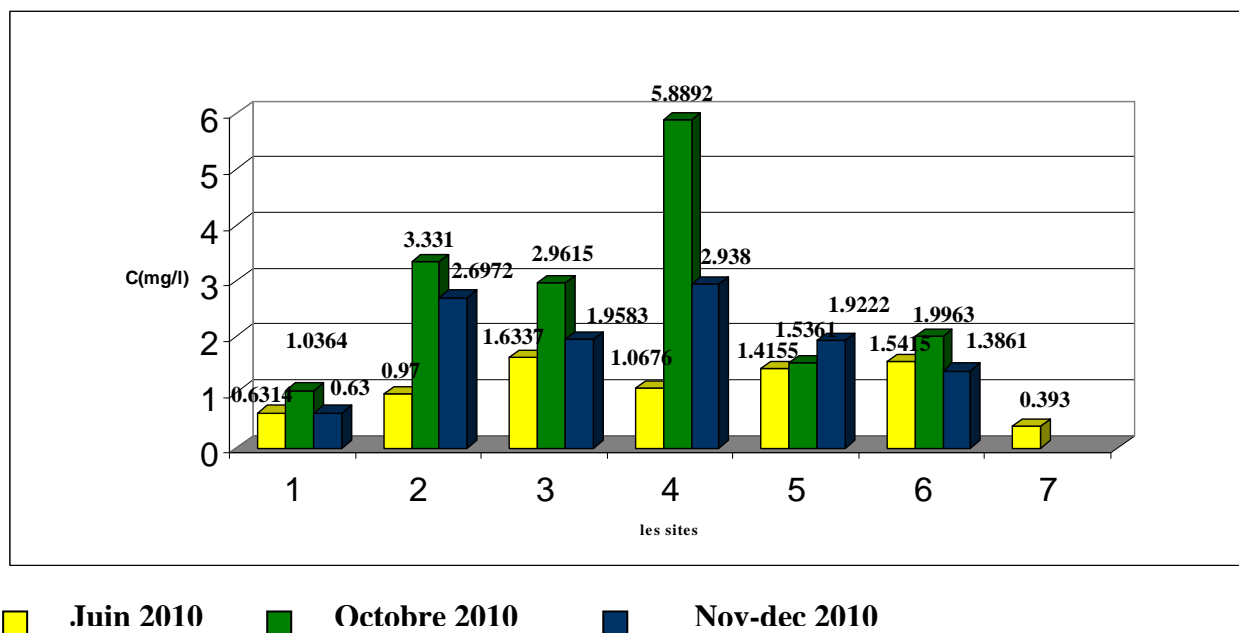
V.3. Résultats et discussion

Les valeurs de l'indice de phénol trouvées pour les sites étudiés sont regroupées dans le Tableau (10):

Tableau (10): Concentration des phénols dans les différents sites de prélèvement. (-) pas de prélèvement

SITE PRELEVEMENT	DE	ST1	ST2	ST3	ST4	ST5	ST6	ST7
Date	Indice de phénol en mg/l							
Jun 2010		0.6314	0.97	1.6337	1.0676	1.4155	1.5415	0.393
Octobre 2010		1.0364	3.331	2.9615	5.8892	1.5361	1.9963	-
Nov-dec2010		0.63	2.6972	1.9583	2.938	1.9222	1.3861	-
Valeur moyenne		0.766	2.3327	2.1845	3.2982	1.6246	1.6413	0.393

Figure (20): L'indice de phénol des eaux des différents sites étudiés à des périodes différentes.



Les résultats obtenus dans le Tableau (10) montrent que:

- La plupart des valeurs de l'indice de phénol trouvées pour les échantillons des eaux usées prélevées des sites étudiés ont dépassé la norme dont la concentration maximale admissible des rejets d'eaux industrielles "CMA" est 0.5mg/l, elles varient de 0.63 à 5.889 mg/l.
- Nous remarquons des valeurs élevées de l'indice de phénol pour les sites (2), (3), (4) (stations de lavage) et la plus grande valeur a été trouvée pour le Site (4) au mois d'octobre 5.8892mg/l (Figure 20). Ces phénols proviennent des huiles de machines, des produits détergents, des bactéricides ou bactériostatiques utilisés en désinfection, l'acier, et la peinture [44,45]. La production et le degré de pollution de ces composés sont souvent importants à la fin de la période de travail et au cours des nettoyages de fin de semaine et des périodes de congés. Rappelons que certains de ces rejets sont occasionnels, et peuvent correspondre, par exemple, à des fuites accidentelles de produits lors de leur manutention ou de leur stockage [4].
- Pour l'abattoir les valeurs de l'indice de phénol sont aussi considérables, elles varient de 1.3 à 2 mg/l. Ces phénols résultent selon les littératures, d'urine et des déchets (matières fécales) des animaux (herbivores), ces derniers avaleraient l'herbe contaminé par les pesticides [38, 39, 41,46].
- Nous remarquons aussi que les valeurs trouvées pour les eaux usées du deuxième point de prélèvement de l'abattoir, sont supérieures à celles trouvées pour le premier point.
- Les valeurs obtenues pour l'hôpital (site 1) varient de 0.63 à 1.0364 mg/l. Elles dépassent les normes, mais assez faibles par rapport aux autres sites. La source de ces composés peut-être des détergents, des désinfectants et des produits pharmaceutiques.
- Les eaux usées de site (7) (l'usine de transformation du plastique) montrent une faible concentration en composés phénoliques 0.393mg/l. Cette valeur est conforme à la norme. Les eaux de ce site ne sont que des eaux de refroidissement et généralement non polluées, car elles n'ont aucun contact avec les produits fabriqués.
- Les résultats trouvés ont été confirmés par trois prélèvements à des saisons différentes, l'été, l'automne et l'hiver. Nous remarquons des variations de nos valeurs d'un prélèvement à l'autre mais nous pouvons dire que ce changement est relatif au taux d'activité qui change d'un jour à l'autre.

VI.1.Introduction

Sur le plan chimique, les eaux usées sont constituées de mélanges complexes de composés organiques et de composés inorganiques. La pollution causée par ces mélanges est soit attribuée aux activités agricoles, industrielles ou domestiques. Elle se caractérise par son caractère insidieux et par sa complexité.

Étant donné les grandes variétés de ces composés, les difficultés analytiques peuvent être considérables; les techniques à utiliser sont toujours d'une mise en oeuvre délicate et longue tout en nécessitant des appareillages souvent très performants. Il nous a paru utile de réunir dans ce chapitre les méthodes de séparation (extraction liquide-liquide) et d'analyse qualitative (méthodes spectroscopiques) utiles pour l'identification de composés phénoliques [40].

VI.2.Fractionnement et identification des micropolluants organiques

Le protocole de fractionnement, permettant l'analyse d'une large gamme de micropolluants organiques, est basé principalement sur les propriétés physico-chimiques de ces micropolluants telles que la volatilité, l'hydrosolubilité, et le caractère acido-basique.

Ce fractionnement conduit à trois fractions représentatives:

- des composés organiques hydrophobes volatils (COV),
- des composés organiques hydrophobes non volatils, extractibles par un solvant,
- des composés organiques hydrophiles (non ionisables et ionisables).

Cependant, les frontières entre ces classes physico-chimiques sont parfois difficiles à établir et les familles de polluants citées ne sont que des exemples permettant de mieux définir ce mode de fractionnement (Figure 21) [40].

Les composés phénoliques qui sont le sujet de notre étude, sont classés dans la 2^{ème} catégorie des micropolluants organiques, ils sont hydrophobes non volatils extractibles par un solvant organique.

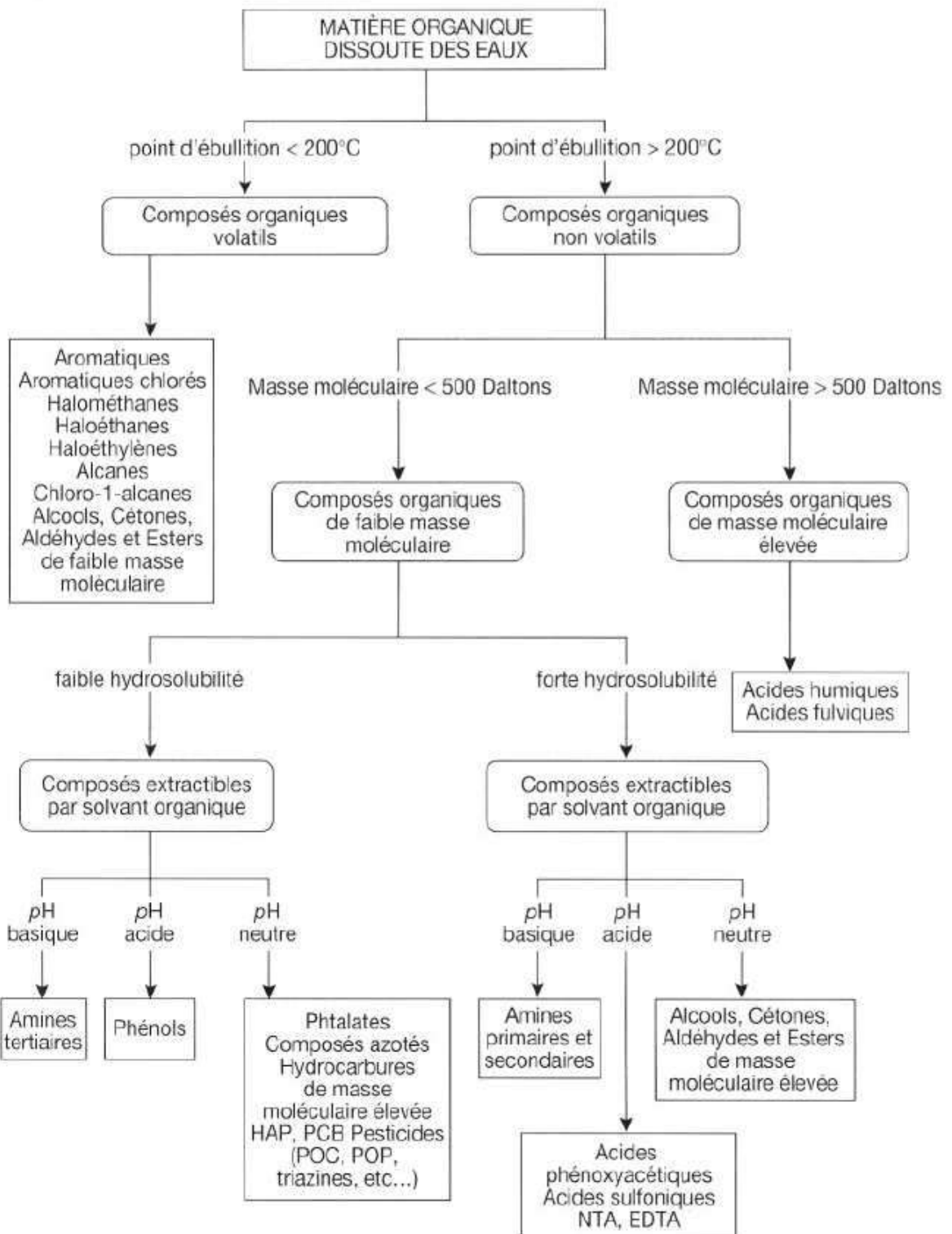


Figure (21): Fractionnement des micropolluants organiques en fonction de propriétés physico-chimiques : point d'ébullition, masse moléculaire, hydrosolubilité et pH [40].

VI.2.1.L'extraction liquide –liquide

Les composés organiques hydrophobes non volatiles sont généralement extractibles par un solvant et sont représentés par différentes familles telles que les phénols, les pesticides, les hydrocarbures aromatiques (HPA), les phtalates, etc.

L'extraction liquide-liquide est communément employée pour extraire ces composés. Elle s'effectue de façon discontinue. [40]

VI.2.1.1.Principe

Le principe de cette séparation repose sur le partage différentiel d'une substance entre deux solvants non miscibles (phase aqueuse et phase organique). C'est ce qu'on appelle une extraction liquide-liquide. Ce principe de base ne suffit toutefois pas à fractionner un mélange complexe. C'est pourquoi la méthode d'extraction fait également intervenir l'ionisation des molécules dans des milieux acides ou basiques. En effet, les molécules sous forme non ionisée, acide (AH) ou basique (B), sont en principe lipophiles, alors que leurs bases ou acides conjugués (A^- et BH^+) sont plutôt hydrophiles car chargés (ionisés) comme il montre le digramme de distribution des espèces prédominantes (figure 22).

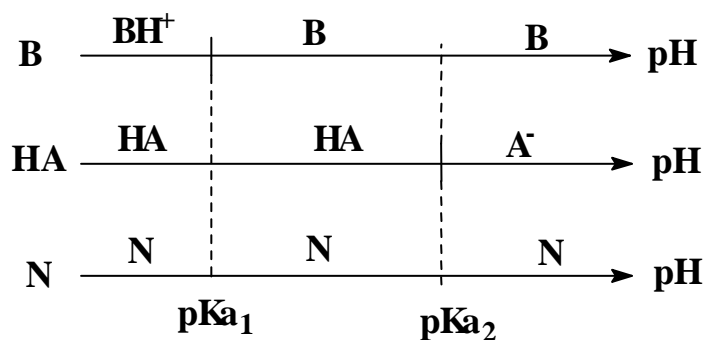


Figure 22: Digramme de distribution des espèces prédominantes

L'extraction selon la méthode de EPA fait donc subir à un échantillon d'eau usée toute une série d'extractions liquide-liquide. En faisant varier l'alcalinité ou l'acidité de la phase aqueuse, on pourra ainsi obtenir les extraits, correspondant chacun à un groupe de famille chimique.

L'extraction discontinue par une ampoule à décanter des composés phénoliques à partir d'un échantillon d'eau usée par du dichlorométhane s'effectue en deux étapes. Une première extraction à $pH > 12$ permet de recueillir les composés basiques et neutres. Puis une deuxième extraction à $pH < 2$ permet d'obtenir les composés à caractère acide (les composés phénoliques). L'extrait phénolique est ensuite concentré puis analysé par les méthodes spectroscopiques [47].

VI.2.1.2. Matériels et méthodes

VI.2.1.2.1. Protocole d'extraction

Pour obtenir les extraits phénoliques des échantillons d'eaux usées des 7 sites étudiés, nous avons suivi le schéma d'extraction décrit par l'EPA illustré par la Figure 23:

- On place dans une ampoule à décanter 500 ml d'eau usée ajustée à $pH = 2$ en utilisant l'acide sulfurique 9N.
- L'échantillon est extrait 3 fois par 30 ml de dichlorométhane en agitant pendant au moins 2 minutes, les phases organiques sont combinées, séchées par le sulfate de sodium anhydre et puis concentrées à un volume de 2ml à l'aide d'un évaporateur rotatif sous vide.
- On ajoute à cet extrait, 20 ml de dichlorométhane et de façon graduelle 20 ml d'eau distillée préalablement ajustée à $pH =$ de 12-13 avec de l'hydroxyde de sodium 10N en agitant pendant au moins 2 minutes. On répète l'extraction 2 fois par le dichlorométhane. L'extrait aqueux est ajusté à $pH =$ de 1-2 avec de l'acide sulfurique de même normalité.
- L'extrait aqueux est extrait 3 fois par 20 ml de dichlorométhane en agitant pendant au moins 2 minutes puis les phases organiques sont réunies, séchées par le sulfate de sodium anhydre et concentrées à un volume de 1ml par évaporation sous vide. [47]

VI.2.1.2.2. Appareillage et matériels utilisés

1. Evaporateur rotatif (type IKA RV 05-ST).
2. Etuve (type Memmert 854 Schwabach-GERMANY).
3. Pompe à vide (type KIF NEBERGER LABOPORT).
4. Bain marie (type IKA LABOPORT TECHN).)
5. Système de circulation d'eau (type JULABO).
6. Papier pH.
7. Balance de marque SARTORIOUS avec une sensibilité de 0.0001 g.

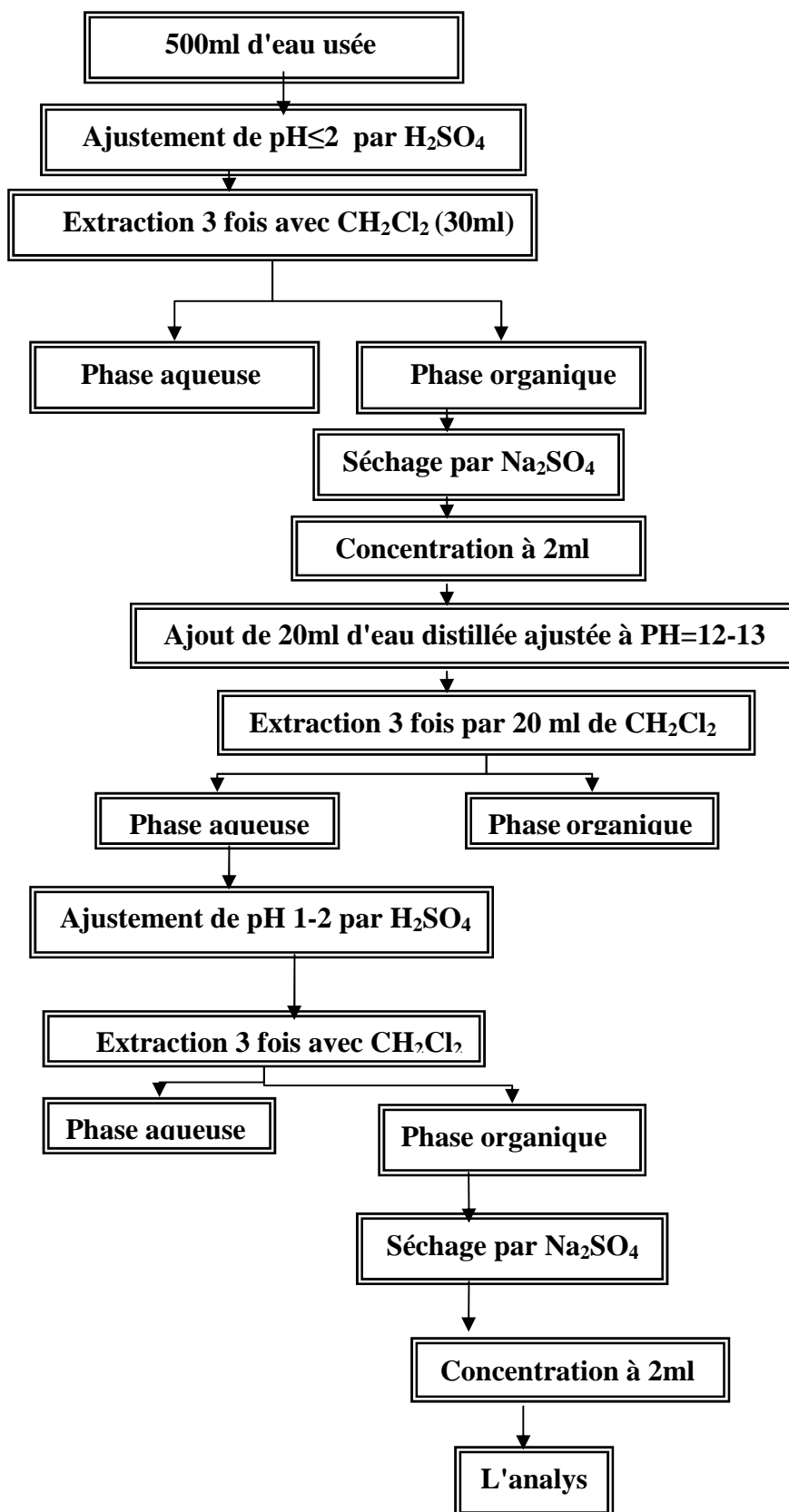


Figure 23: Protocole d'extraction des composés phénoliques [47].

VI.2.1.2.3. Réactifs utilisés

1. Acide sulfurique H_2SO_4 (BIOCHEM, 96-98%, CAS n°7664-93-9).
2. Hydroxyde de sodium NaOH (PROLABO, 98%).
3. Dichlorométhane CH_2Cl_2 (SIGMA-ALDRICH, 99%).
4. Sulfate de sodium Na_2SO_4 (MERCK eurolab, 99%).

VI.2.2.L'analyse qualitative

Parmi les nombreuses méthodes d'analyse qualitative, les techniques spectrométriques ont été retenues du fait de leur large domaine d'application et de leur adéquation avec nos besoins et bien sûr la disponibilité des équipements, puisque l'identification d'un composé inconnu doit s'effectuer en jumelant les techniques d'absorption infrarouge, d'absorption ultraviolette, de la résonance magnétique nucléaire et de la spectrométrie de masse.

Dans ce chapitre notre ambition se limitera à un niveau de connaissances relativement modeste. Des généralités sur les méthodes d'analyse spectroscopiques utilisées pour l'identification de nos échantillons : les spectroscopies UV/visible et IR. Ces méthodes sont basées sur l'interaction entre l'échantillon à analyser et le rayon électromagnétique [48,49].

VI.2.2.1.L'analyse par la spectrophotométrie ultraviolette (UV)

L'absorption moléculaire dans la région ultraviolette du spectre électromagnétique présente un grand intérêt pour le chimiste car elle dépend de la structure électronique de la molécule. Un spectre ultraviolet est une courbe précisant les variations d'absorption d'énergie d'une substance soumise aux rayonnements ultraviolets : le tracé de cette courbe représente, en effet, l'intensité de l'absorption (sous forme de densité optique) en fonction de la longueur d'onde ou de la fréquence. Les spectres ultraviolets donnent souvent moins de renseignements structuraux que les spectres infrarouges. Si tous les composés organiques possèdent une absorption caractéristique dans l'IR, beaucoup d'entre eux, sont par contre transparents dans le proche ultraviolet. Cependant, de nombreux composés, de structure électronique particulière (cétones, aldéhydes, composés aromatiques et phénoliques) présentent une absorption caractéristique. Cette absorption peut être utile dans la détermination d'une structure. Donc, le spectre ultraviolet servira à confirmer une structure qui aura été proposée par d'autres techniques. Dans notre cas nous allons essayer confirmer par les analyses spectroscopiques ultraviolettes et les spectres obtenus la présence de composés phénoliques dans nos extraits [48-51].

VI.2.2.1.1. Principe et théorie

La région ultraviolette du spectre électromagnétique s'étend de 10 à 380 nm. Le domaine du proche ultraviolet accessible aux appareils munis d'une optique en quartz s'étend de 200 à 380 nm et celui de l'U.V. lointain au dessous de 200 nm.

L'énergie absorbée par une molécule dans la région ultraviolette provoque des transitions entre les divers niveaux de cette énergie électronique. Les caractéristiques fondamentales d'une bande d'absorption sont sa position et son intensité: La position du maximum d'absorption (λ_{\max}) correspond à la longueur d'onde de la radiation dont l'énergie provoque la transition électronique. Les groupements chromophores sont des insaturations responsables de l'absorption et la coloration de substances colorées. Un groupement auxochrome est par contre, un groupement saturé qui, quand il est lié à un chromophore modifie à la fois la longueur d'onde et l'intensité de l'absorption maximum [48-51].

La figure 24 illustre les divers types de transition que nous pouvons décrire comme suit :

Transitions σ - σ^*

Les orbitales moléculaires (OM) σ sont des orbitales très stables. La différence d'énergie entre les OM σ et σ^* est relativement élevée. La transition σ - σ^* est située dans le lointain UV vers 130 nm (ex. éthane 135 nm). Ainsi, les hydrocarbures saturés qui ne renferment que les OM de ce type tels l'hexane ou le cyclohexane sont pratiquement transparents dès le proche UV.

Transitions n - σ^*

Les composés constitués d'un ou plusieurs atomes (O, N S, Cl) porteurs de doublets électroniques libres (niveaux n) présentent ce type de transitions. Les énergies mises en jeu sont généralement inférieures à celles des transitions σ - σ^* . Elles correspondent à des longueurs d'onde comprises entre 150 et 250 nm. Le nombre de groupes fonctionnels présentant de telles transitions dans le domaine visible du spectre est très réduit. Le coefficient d'absorption varie de 100 à 5000 L mol⁻¹ cm⁻¹.

Transitions n - Π^*

Ce type de transitions peu intense est rencontré dans le cas de molécules comportant un atome porteur de doublets électroniques libres (présence de niveaux n) appartenant à un système insaturé (présence de niveaux Π^*). La plus connue est celle qui correspond à la bande carbonyle; elle se situe entre 270 et 290 nm. Le coefficient d'absorption est généralement compris entre 10 et 100 L mol⁻¹ cm⁻¹.

Transitions $\Pi - \Pi^*$

Les composés qui possèdent une double liaison éthylénique isolée conduisent à une forte bande d'absorption vers 170 nm, et plus le nombre d'insaturations augmente plus cette longueur d'onde augmente (effet bathochrome), avec un coefficient d'absorption allant de 1000 à plus de 10000 L mol⁻¹ cm⁻¹[48-51].

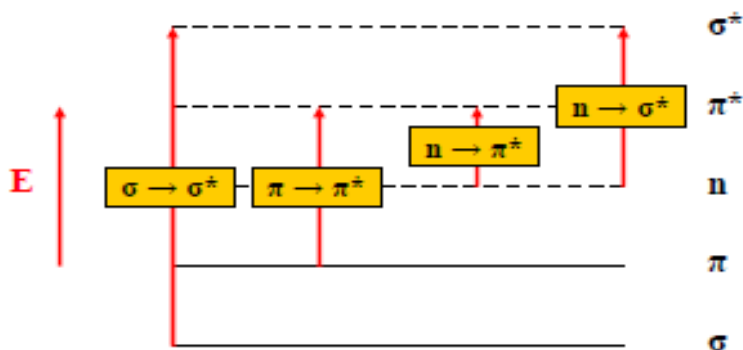


Figure 24: Type de transition des électrons [48-51].

Un spectrophotomètre est constitué de la réunion de trois parties distinctes : la source, le système dispersif et le détecteur. L'échantillon est intercalé sur le trajet optique avant ou après le système dispersif Figure 25.

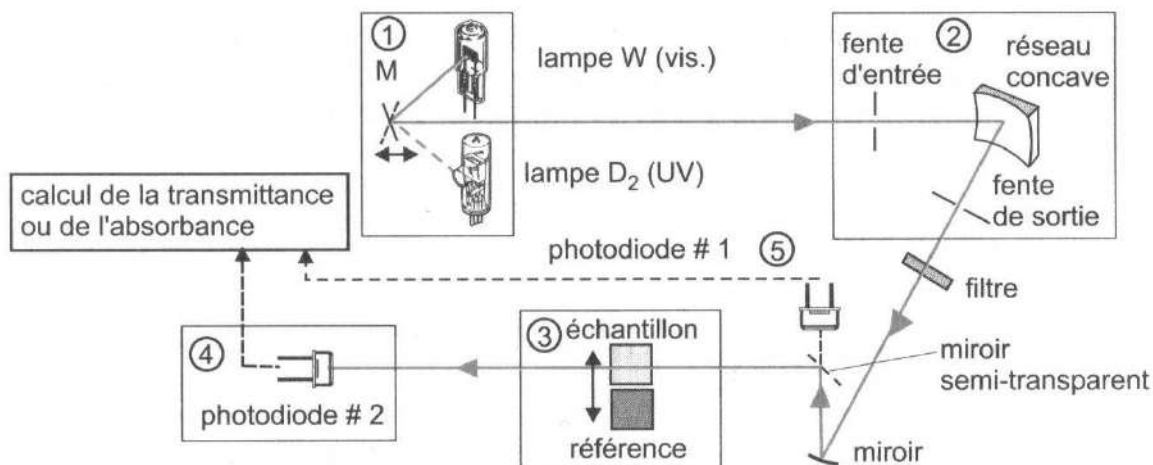


Figure (25): Représentation schématique d'un spectrophotomètre UV-visible. [51]

VI.2.2.1.2. Matériels et méthodes

Le spectrophotomètre UV utilisé dans notre étude est de marque UNICAM muni d'une cuve en quartz de 10 mm d'épaisseur. (voir annexe).

L'analyse est effectuée dans le domaine UV selon les étapes suivantes:

- Nous avons limité le domaine de longueurs d'ondes à $\lambda = [190-320]$ nm.
- le zéro de l'absorbance est obtenu en utilisant le Dichlorométhane (solvant de nos échantillons).
- L'extrait des eaux usées est ainsi placé dans le spectrophotomètre pour obtenir le spectre de chaque échantillon étudié dans ce travail.

Le solvant utilisé, le Dichlorométhane de pureté 99%, provient de la firme SIGMA-ALDRICH.

VI.2.2.2.L'analyse par la spectrophotométrie infrarouge (IR)

Le rayonnement infrarouge (IR) occupe la portion du spectre électromagnétique comprise entre celle du visible et celle des microondes. La région comprise entre 4000 cm^{-1} et 400 cm^{-1} est particulièrement utile au chimiste organicien.

Même une molécule très simple peut donner un spectre extrêmement complexe. Le chimiste organicien tire avantage de cette complexité en confrontant le spectre d'un composé connu à celui d'un échantillon inconnu. Une corrélation pic à pic est un excellent moyen d'identification. Il est peu probable que deux composés quelconques, excepté les énantiomères, aient le même spectre IR.

Des informations utiles sur la structure d'un échantillon peuvent être obtenues par simple examen du spectre en se référant à des tables générales regroupant les fréquences des groupes fonctionnels caractéristiques. Ces dernières nous seront des plus utiles [48,52].

VI.2.2.2.1.Principe et théorie

Les radiations infrarouges de fréquences comprises entre 10000 et 100 cm^{-1} sont absorbées par une molécule organique en tant qu'énergie de vibration moléculaire. Cette absorption est également quantifiée, et le spectre de vibration apparaît sous forme de bande. Nous travaillons à partir de ces bandes rotato-vibratoires, particulièrement celles comprises entre 4000 et 400 cm^{-1} . La position des bandes dans un spectre IR se présente sous la forme d'un nombre d'onde, dont l'unité est l'inverse du centimètre (cm^{-1}); cette unité est proportionnelle à l'énergie de vibration. Les intensités des bandes peuvent être exprimées soit en transmittance (T) soit en absorbance

(A). La transmittance est égale au pourcentage de rayonnement ayant traversé la cellule de mesure par rapport au rayonnement incident. Quant au nombre d'onde (exprimé en cm^{-1}), il est égal à l'inverse de la longueur d'onde. Pour interpréter un tel spectre, on utilise des tables indiquant les plages d'absorption caractéristiques des différentes fonctions chimiques. On peut en fait distinguer trois régions principales dans un spectre IR:

Zone des fonctions ($4000\text{-}1500 \text{ cm}^{-1}$): C'est dans cette région que se trouvent les pics correspondant aux transitions vibrationnelles d'allongement de la plupart des groupes fonctionnels (RO-H, $\text{R}_2\text{N-H}$, $\text{R}_2\text{C=O}$, ...).

Empreinte digitale ($1500\text{-}1000 \text{ cm}^{-1}$): Il s'agit d'une région complexe comportant de nombreux petits pics correspondant notamment aux transitions vibrationnelles de déformation, ainsi qu'au couplage de différentes autres transitions vibrationnelles. Ces pics sont très difficilement interprétables, mais cette région est totalement caractéristique de la molécule. Il est donc possible d'identifier cette dernière par comparaison directe de son empreinte digitale (finger print) avec celle d'un témoin.

Région de faible énergie ($1000\text{-}400 \text{ cm}^{-1}$): À ces énergies, on observe surtout des transitions vibrationnelles de déformation hors du plan des liaisons C-H des alcènes et des composés aromatiques. Il s'agit en fait d'une région moins importante que les deux précédentes [48,52].

Les spectres IR sont acquis à l'aide de spectromètres. La spectrométrie du moyen infrarouge a débuté commercialement dans les années 40 avec des instruments du type simple faisceau, permettant le tracé manuel du spectre en transmission, point après point. Les spectromètres actuels ; qui ne leur rassemblent plus guère, se répartissent en deux catégories : les appareils dispersifs qui fonctionnent suivant mode séquentiel dont ils font appel à un monochromateur muni d'un réseau motorisé balayant la plage spectrale étudiée, et les appareils à transformée de Fourier qui réalisent une analyse simultanée de toute la bande spectrale, basés sur l'emploi d'un interféromètre de Michelson ou d'un type assimilé, allié à un ordinateur spécialisé pour calculer le spectre à partir de l'interférogramme fourni par le blanc optique.

La spectrophotométrie à transformée de Fourier

Les spectromètres à transformée de Fourier apparus vers 1970, correspondent à un montage simple faisceau, qui diffère de celui des appareils séquentiels, le monochromateur étant remplacé par un interféromètre souvent de type Michelson placé entre la source et l'échantillon. Les radiations issues de la source viennent de frapper une séparatrice, formée d'un film de

germanium déposé sur une lame de KBr. La semi-transparence de ce dispositif permet de générer deux faisceaux dont l'un se dirige vers un miroir fixe et l'autre vers un miroir mobile dont on fait varier la distance [52].

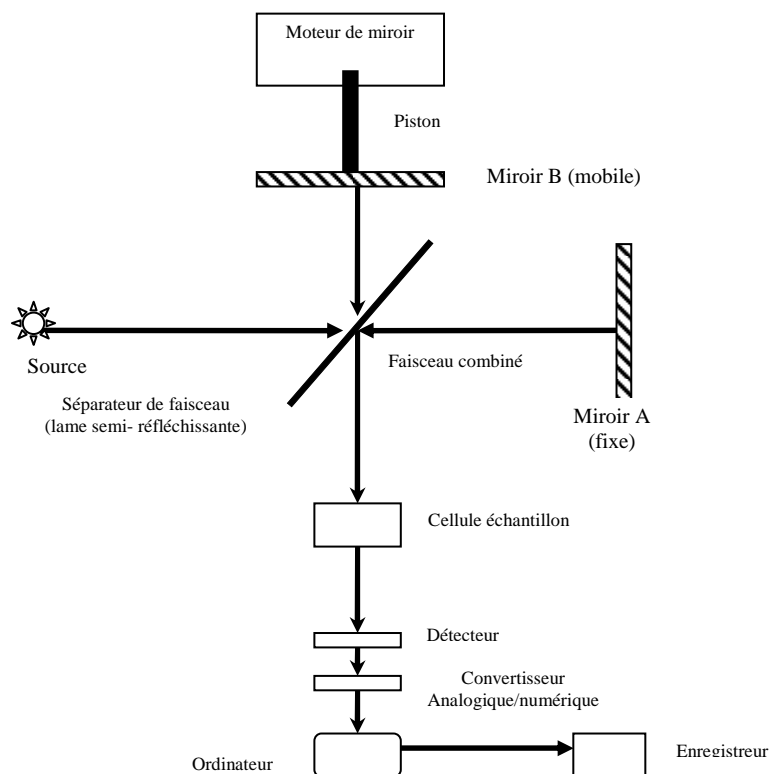


Figure 26: Schéma d'un spectromètre FT-IR [52].

Cette méthode d'obtention des spectres infrarouges, qui a bouleversé la méthode traditionnelle, présente plusieurs avantages:

- Une plus grande énergie lumineuse due à l'absence des fentes limitatrices de l'énergie (remplacement de la fente d'entrée par un iris conduit à un signal plus lumineux).
- Le rapport signal /bruit de fond est meilleur en raison de l'accumulation des résultats de plusieurs balayages.
- Les longueurs d'onde sont calculées avec une grande précision, ce qui permet des comparaisons des spectres.
- La résolution est constante sur tout le domaine étudié.
- La précision sur la fréquence est supérieure à 0.01 cm^{-1} , due à l'utilisation d'un signal de référence (laser He-Ne).
- L'analyse est très rapide ($< 60 \text{ sec/spectre}$).
- Le traitement des données est informatisé.
- Le coût est relativement raisonnable par rapport à la performance [48, 49, 52].

VI.2.2.2. Matériels et méthodes

Le spectre obtenu grâce à un spectromètre infrarouge à transformée de Fourier de type Shimadzu 8300, est comparé à celui d'un témoin. Les échantillons sont analysés sous forme de liquide en utilisant des cuves de NaCl. Le solvant utilisé est le dichlorométhane CH_2Cl_2 (SIGMA-ALDRICH, 99%). Les paramètres utilisés pour l'appareil sont regroupés dans le tableau 11.

Tableau (11): Les paramètres d'analyse par l'appareil d'IR.

Paramètre	Résolution	Nombre de balayage	Détecteur	Mode	Nombre d'onde
Réglage	4	10	Standard	Transmittance	400-4000 cm^{-1}

VI.3. Résultats et discussion**VI.3.1. La densité des extraits**

Les extraits phénoliques des 7 sites étudiés ont conduit aux densités regroupées dans le tableau 12. Ces densités varient de 1.1491 à 1.2913. Elles sont donc comprises dans l'intervalle des valeurs relatives au phénol et au dichlorométhane (solvant d'extraction).

Ces résultats nous donnent une idée sur la composition chimique de nos extraits, mais La confirmation de ces résultats doit passer par l'analyse des spectres UV et Ft-IR.

Tableau (12): Valeurs de la densité mesurées pour les extraits phénoliques.

Le composé	phénol	DCM	N°1	N°2	N°3	N°4	N°5	N°6	N°7
La densité	1.073	1.325	1.2913	1.2726	1.1786	1.1633	1.1491	1.1857	1.1622

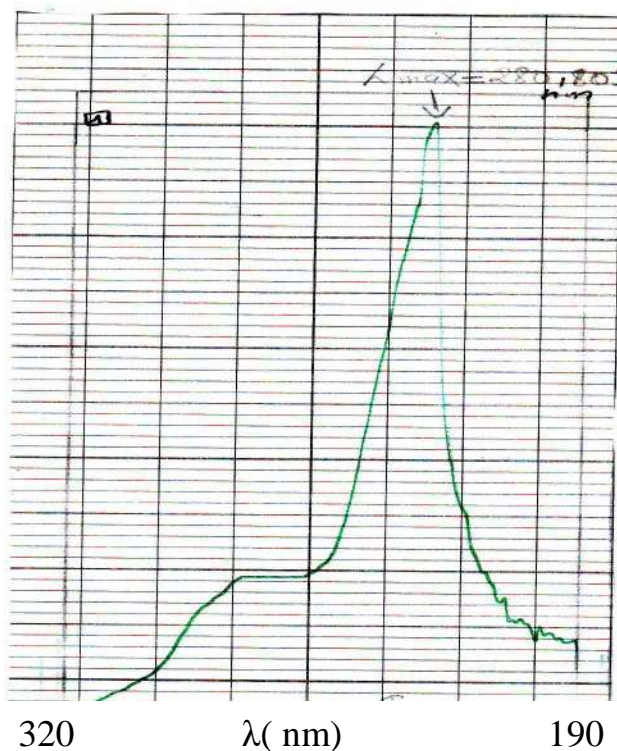
VI.3.2. L'analyse des spectres UV et Ft-IR**VI.3.2.1. L'analyse par la spectrophotométrie ultraviolette (UV)**

Suite aux précédents résultats, nous avons entrepris dans cette étape la confirmation de la présence de composés phénoliques dans nos extraits par l'analyse des spectres UV illustrés dans les figures de 27 à 33. Les spectres UV obtenus pour les extraits de nos échantillons nous montrent deux absorbances maximales à des longueurs d'onde enregistrées dans le tableau 13.

Tableau (13): Résultats des analyses par spectrophotométrie UV-Visible.

L'échantillon	λ_{\max_1} (nm)	λ_{\max_2} (nm)
L'extrait1	229.191	266.46
L'extrait2	230.15	272.21
L'extrait3	228.23	270
L'extrait4	230.15	270
L'extrait5	230.15	270
L'extrait6	232.06	279.853
L'extrait7	228.23	274.12
Phénol	210-235 ($\Pi - \Pi^*$)	270-287 ($n - \Pi^*$)

Nous remarquons que les absorbances sont à des longueurs d'onde de forte intensité comprises entre 228.23 et 232.06 nm. Comparativement aux spectres des étalons, ces résultats nous confirment bien que nos extraits contiennent majoritairement des composés phénoliques [50, 51,52].

**Figure (27):** Le spectre UV de l'extrait phénolique (1).

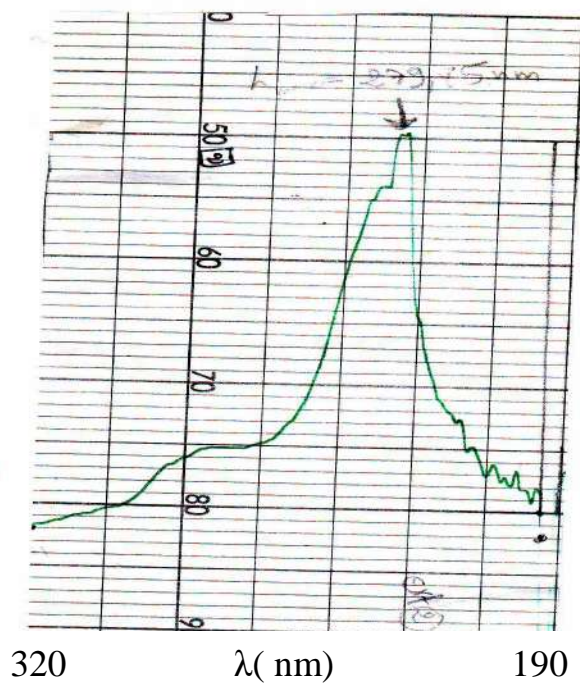


Figure (28): Le spectre UV de l'extrait phénolique (2).

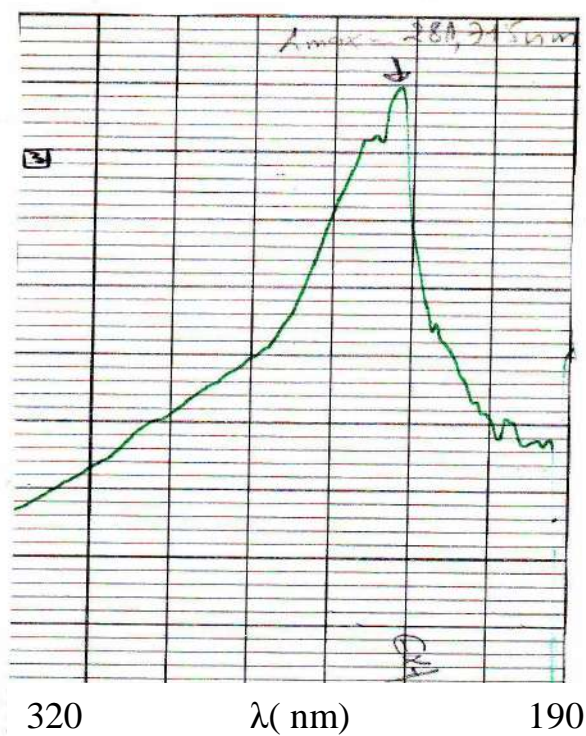


Figure (29): Le spectre UV de l'extrait phénolique (3).

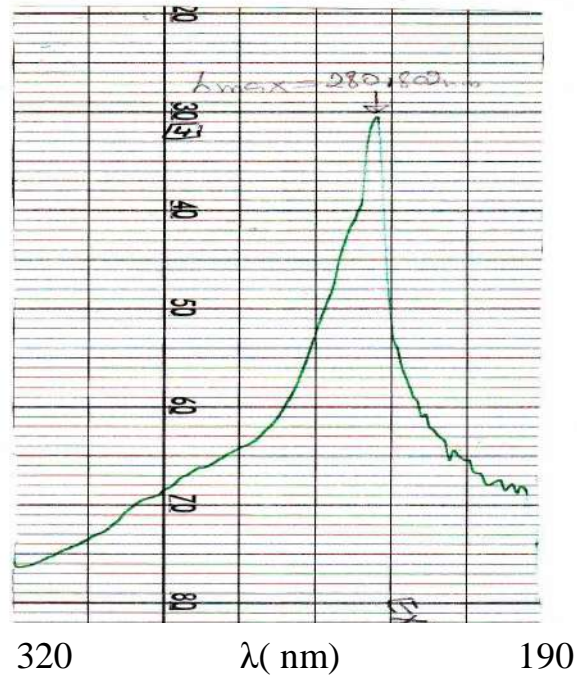


Figure (30): Le spectre UV de l'extrait phénolique (4).

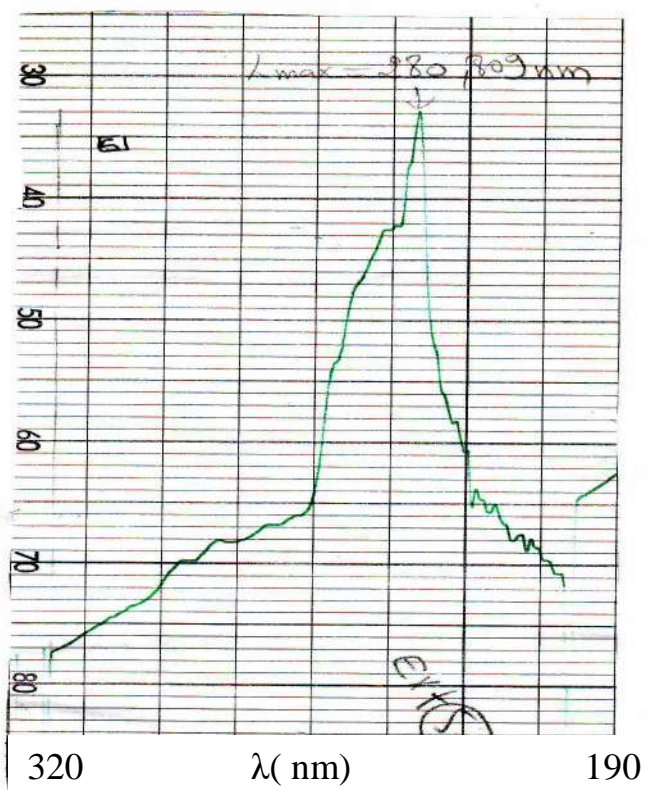


Figure (31): Le spectre UV de l'extrait phénolique (5).

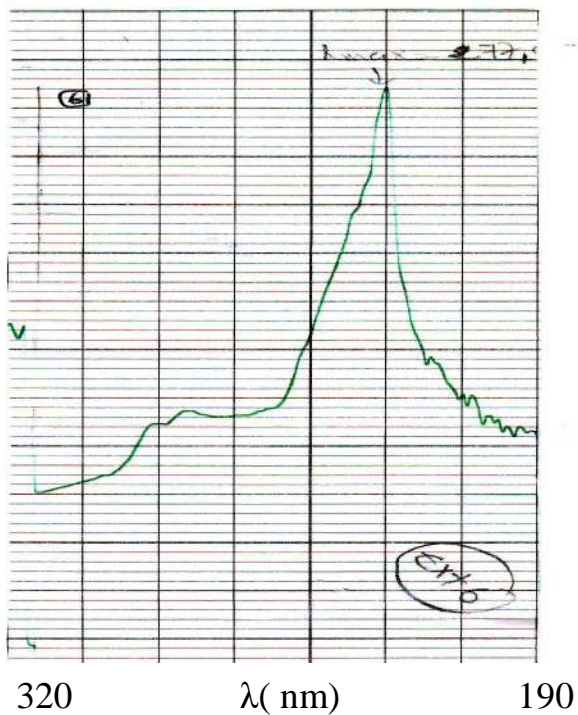


Figure (32): Le spectre UV de l'extrait phénolique (6).

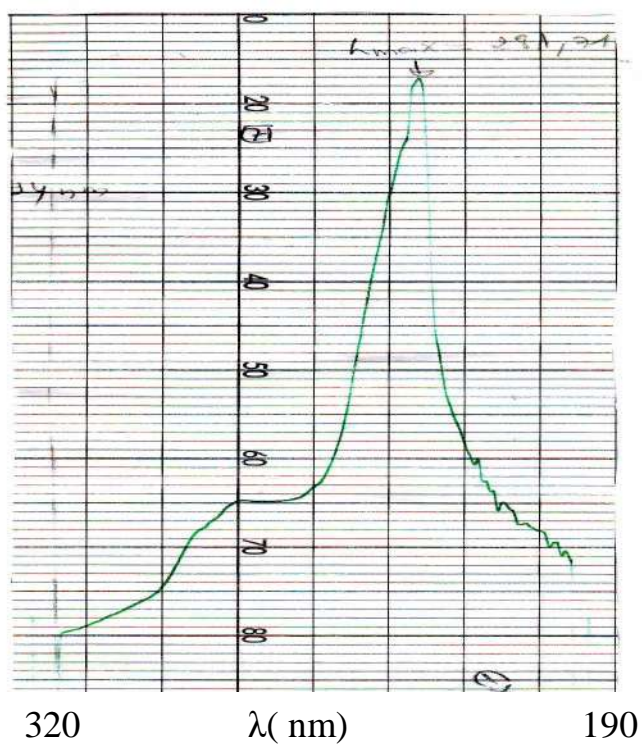


Figure (33): Le spectre UV de l'extrait phénolique (7).

VI.3.2.2. L'analyse par la spectrophotométrie infrarouge (IR)

Les spectres IR obtenus pour les extraits des échantillons des sites étudiés sont illustrés dans les figures de 34 à 40.

Lorsque l'on compare les spectres Ft-IR de nos extraits, on constate qu'ils sont relativement similaires. Les bandes caractéristiques observées sont résumées dans le tableau 14.

Tableau (14): Résultats des analyses les échantillons par spectrophotométrie IR.

Bande caractéristique des extraits	Interprétation [49, 50,52].
Large pic 3000-3700 cm^{-1}	de liaison hydrogène intermoléculaire élongation O-H
Petit pic à 3040, 3020 cm^{-1}	élongation C-H aromatique
2000-1667 cm^{-1}	bandes harmoniques ou de combinaison
1601, 1501,1478 cm^{-1}	élongation de cycle C=C
694.2	Déformation du cycle C=C hors du plan
Environ 650 cm^{-1}	déformation O-H en liaison hydrogène hors du plan
Des petits pics à 947,798.5, 742.5	Déformation $\text{C}_{\text{SP}}^2\text{-H}$

D'après les interprétations regroupées dans le tableau 14, nous pouvons à priori avec les résultats de la spectrophotométrie UV, confirmer la présence de composés phénoliques dans nos extraits.

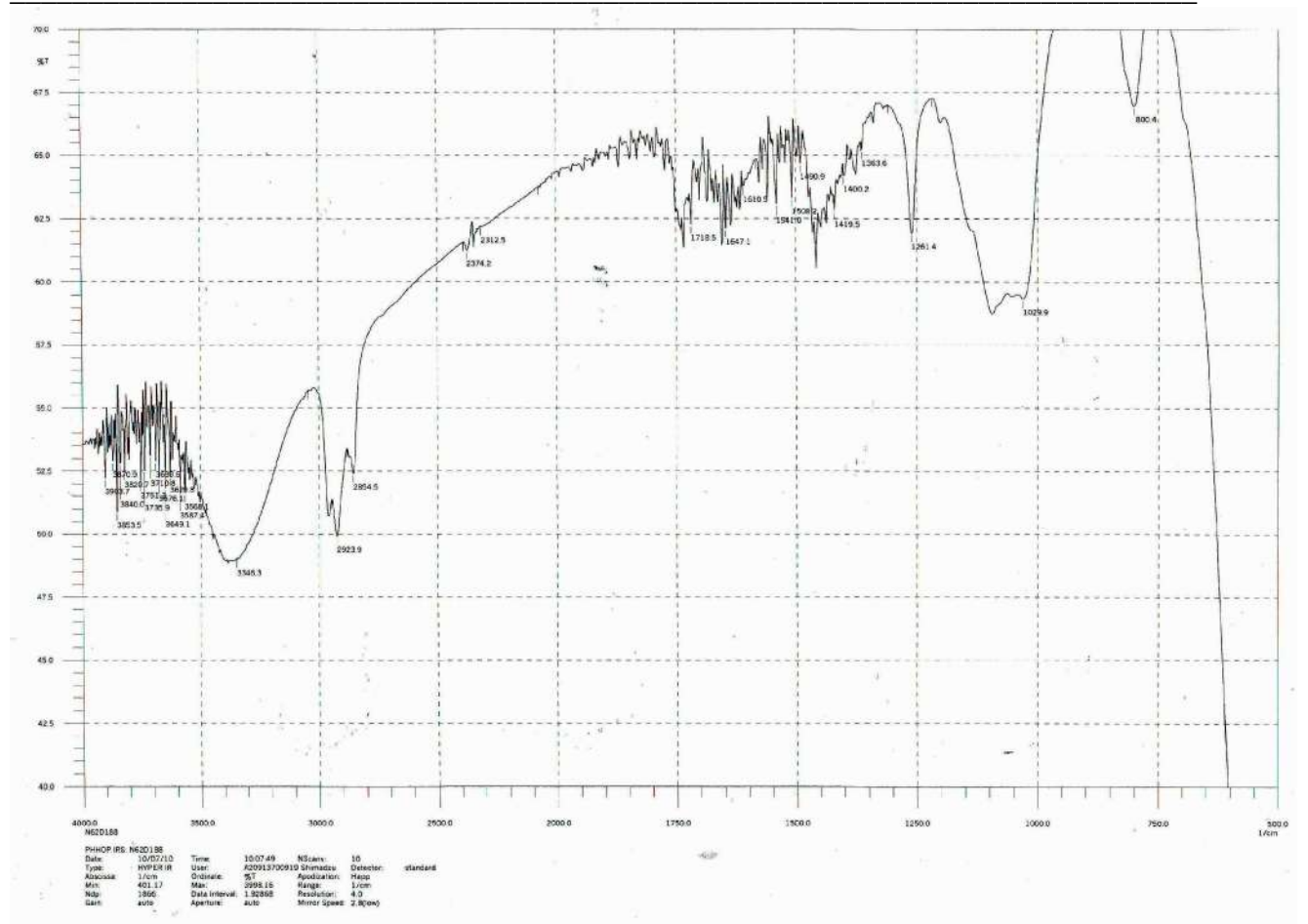


Figure (34): Le spectre IR de l'extrait phénolique (1).

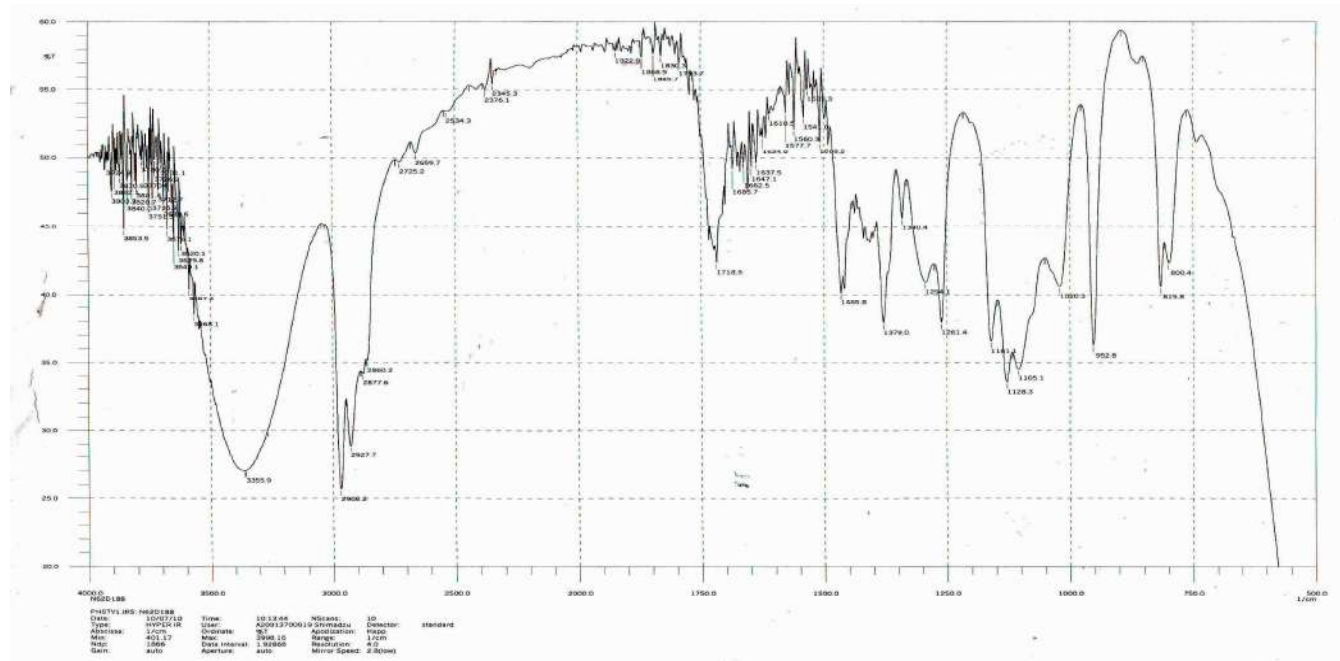


Figure (35): Le spectre IR de l'extrait phénolique (2).

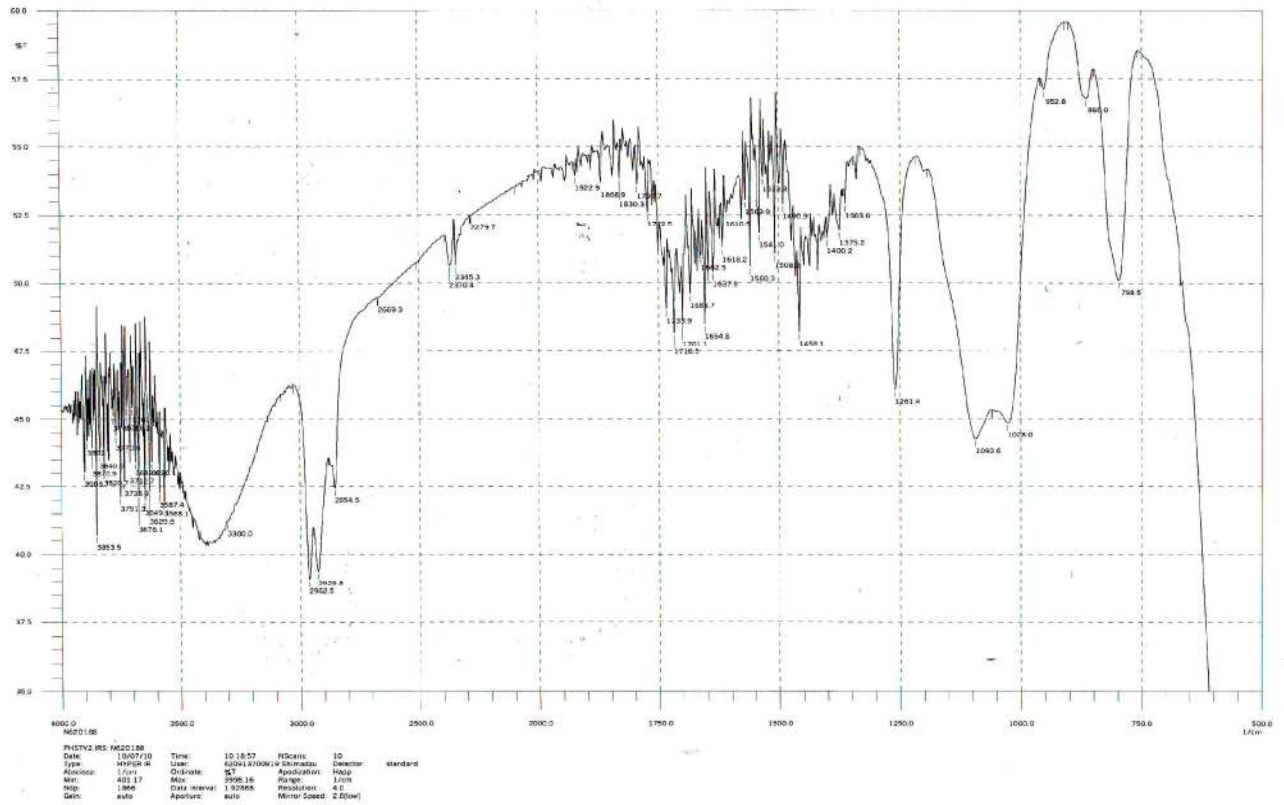


Figure (36): Le spectre IR de l'extrait phénolique (3).

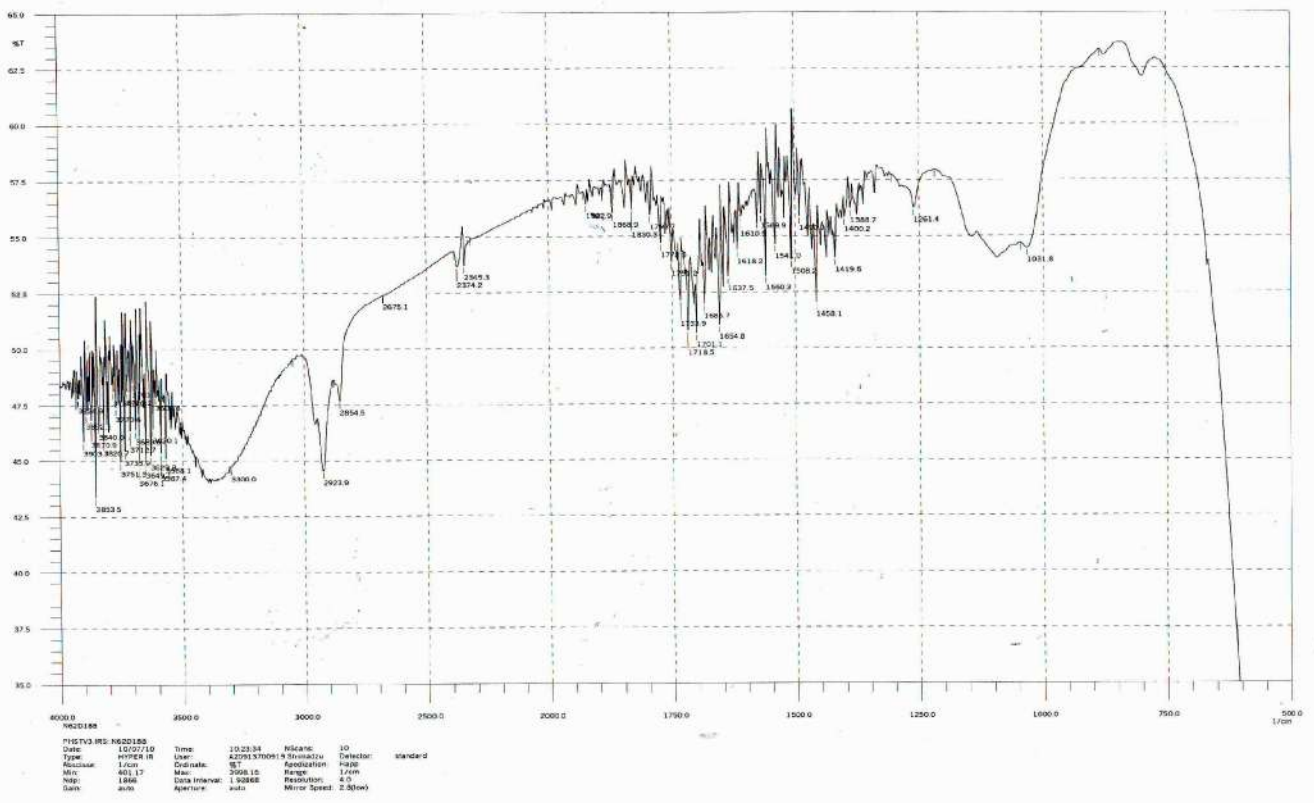


Figure (37): Le spectre IR de l'extrait phénolique (4).

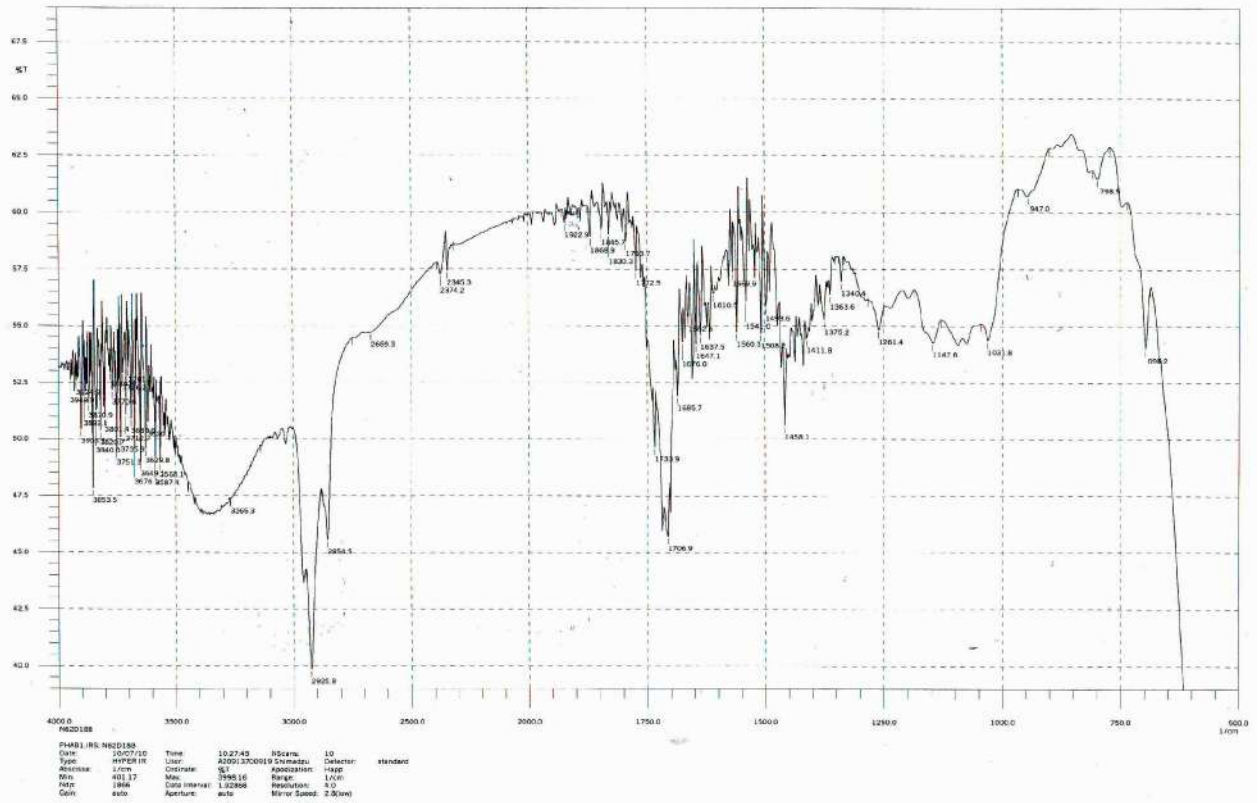


Figure (38): Le spectre IR de l'extrait phénolique (5).

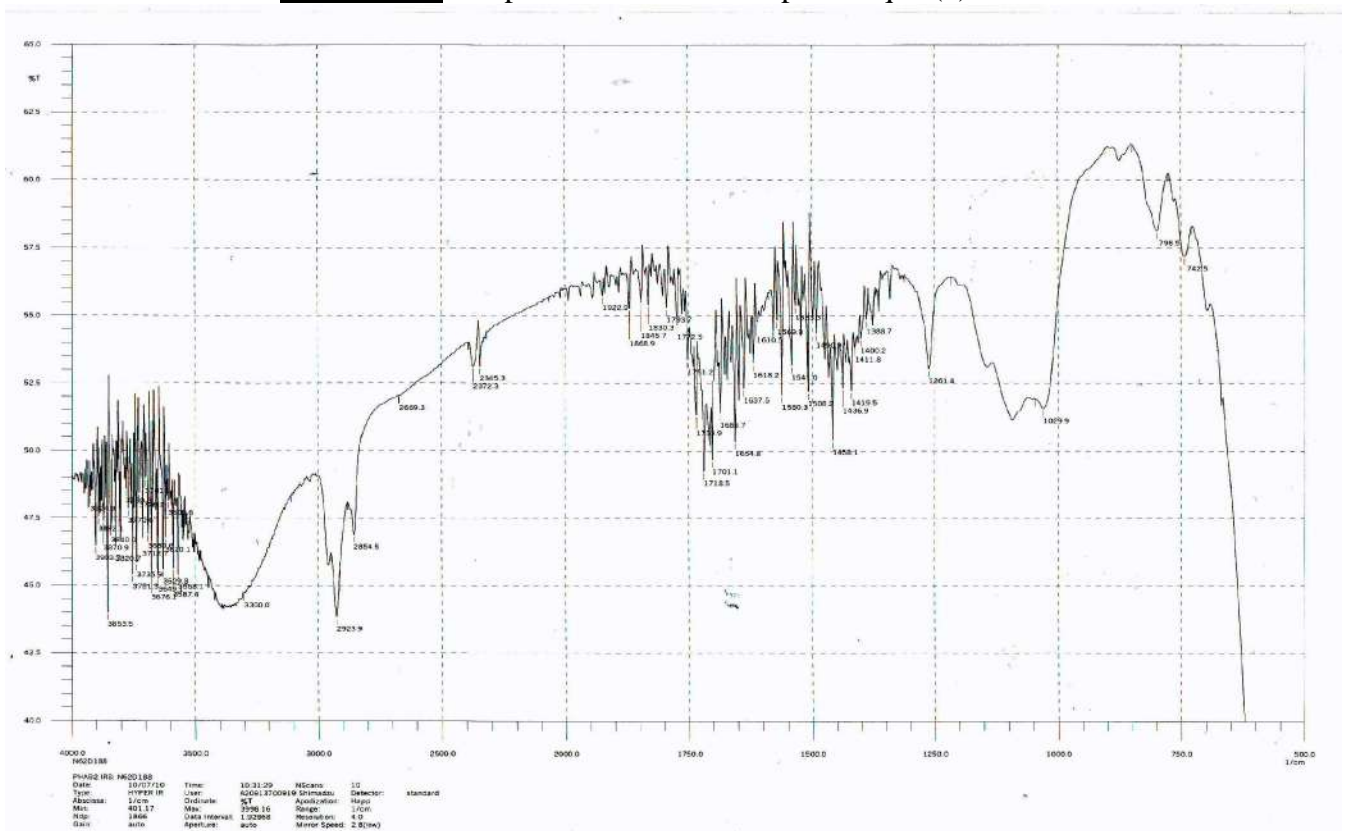


Figure (39): Le spectre IR de l'extrait phénolique (6).

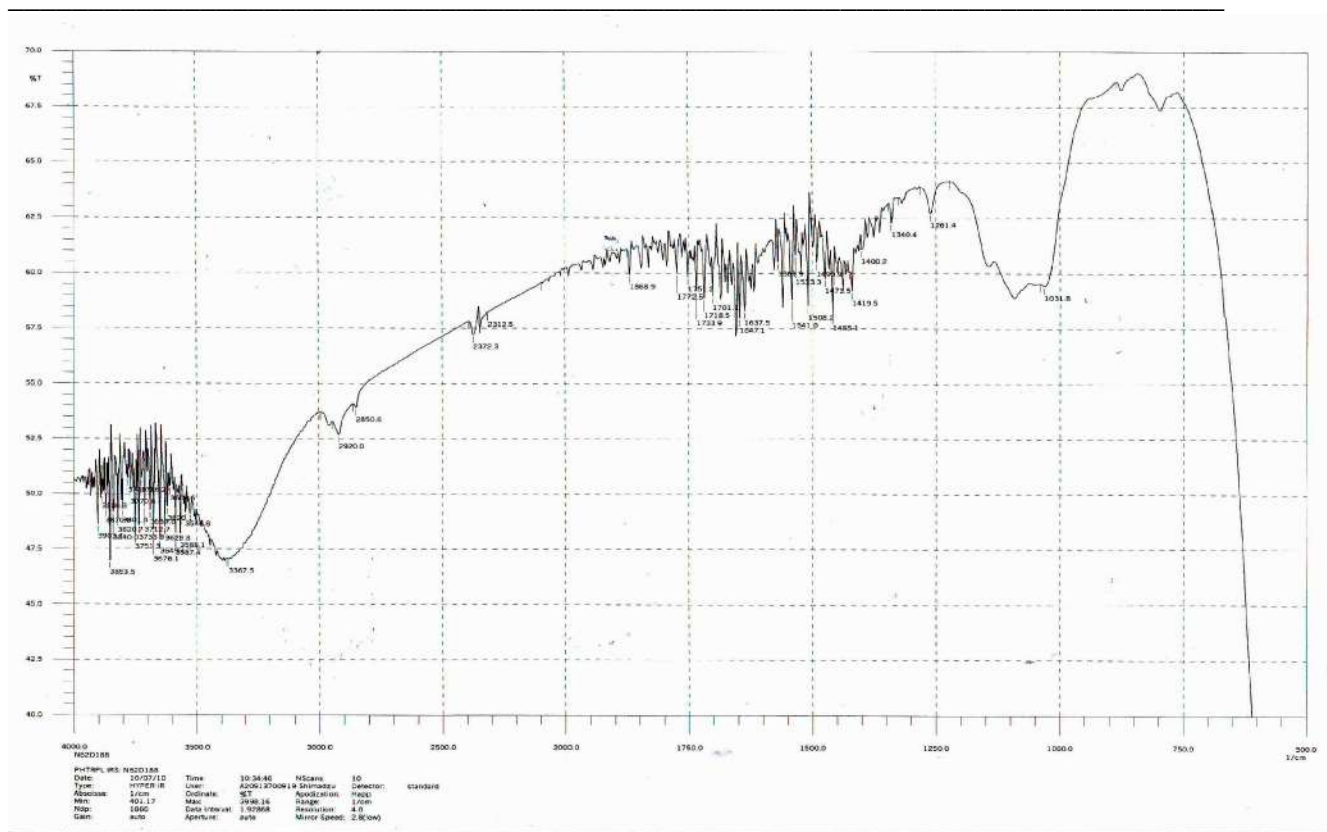


Figure (40): Le spectre IR de l'extrait phénolique (7).

VII.1. Introduction

Les effluents pollués par les matières organiques provenant de quelques sites industriels ou semi industriels de la ville de Ouargla, apparaissant très chargés tel que cela a été montré dans les chapitres précédents (DCO et indice de phénol), nécessitent un travail de recherche sur les moyens les moins onéreux permettant de réduire cette pollution qui peut engendrer la dégradation de la faune et de la flore. En effet, les procédés biologiques sont souvent sensibles aux concentrations élevées et les techniques d'adsorption sur charbon actif sont alors trop coûteuses [32,53, 54, 55,56].

C'est dans ce contexte que des travaux réalisés au sein de notre laboratoire de biogéochimie des milieux désertiques ont pour objectif de valoriser les ressources naturelles sahariennes tel que le développement d'un procédé d'épuration qui fournit une solution aux problèmes des rejets aqueux chargés en matière organique, il s'agit de la filtration sur sable. Dans ce présent travail (ce chapitre en particulier) s'articule autour de deux points essentiels :

- Etude de l'efficacité du sable de dune pour la filtration des eaux chargées en composés phénoliques.
- Etude de la possibilité de réduction du coût de traitement de ces eaux par le charbon actif.

Selon des travaux antérieurs de notre laboratoire, les procédés de traitement par le charbon actif et le sable de dune semblent apporter une solution efficace et moins coûteuse lorsque les conditions sont bien optimisées. De ce fait, la technique utilisée dans ce présent travail, pour l'élimination des dérivés phénoliques en milieux aqueux, est une adsorption/filtration dynamique sur une colonne bicouche de charbon actif et sable de dune.

VII.2. Principe et théorie

Les premiers principes de filtrations avaient été inspirés par le filtrage naturel de l'eau par les différentes couches de la Terre que traversait l'eau avant d'atteindre des " réservoirs souterrains ". Malheureusement ce procédé était beaucoup trop lent pour de grosses quantités d'eau à traiter. Il faut quand même noter que ce procédé est par contre excellent au niveau de la qualité de l'eau filtrée. On utilise maintenant des batteries de filtres en fonctions du traitement qu'a subi l'eau avant d'arriver à ce stade. Pour une station de traitement d'eau classique, les divers traitements ont été : mélange rapide avec un coagulant, floculation, décantation et filtration.

La filtration nécessaire après tous ces traitements est un filtrage rapide appelé filtration conventionnelle mono ou bi-couche. Les matériaux de filtration rencontrés dans le traitement des eaux sont nombreux. Ils doivent présenter les qualités suivantes : ils doivent être insolubles, non friables, et ne doivent relarguer aucune substance susceptible d'altérer les qualités de l'eau.

VII.2.1. Adsorption du charbon actif

Le terme adsorption a été proposé pour la première fois par Kayser en 1881 pour différencier entre une condensation de gaz à la surface et une adsorption de gaz, processus dans lequel les molécules de gaz pénètrent dans la masse. Enfin, le terme désorption a été proposé en 1909 par M.C. Bain. Il désigne aussi bien le phénomène d'adsorption que celui de désorption [57].

L'adsorption est un phénomène de surface où des molécules d'une espèce appelée adsorbat (gaz ou liquide) viennent se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. L'adsorption peut être physique ou chimique selon la nature des interactions qui se produisent entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant:

L'adsorption physique ou physisorption met en jeu de très faibles interactions entre entités moléculaires comme les forces d'attraction de van der Waals et des forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation peu spécifique, réversible (la désorption peut donc être totale), rapide et généralement limitée par les phénomènes de diffusion et peut se faire en monocouche ou multicouches.

L'adsorption chimique ou chimisorption très spécifique, est essentiellement irréversible et lente. Elle se déroule avec formation de liaisons de type chimique alors que est uniquement mono-moléculaire. La désorption est difficile.

De manière générale, l'adsorption est un phénomène exothermique qui se produit avec un dégagement de chaleur ce qui peut conduire à un échauffement du solide [5, 57,58].

En théorie tous les solides sont des adsorbants. Dans l'industrie, les solides les plus utilisés sont les charbons actifs, les zéolithes, les gels de silice et les alumines activées. Les capacités d'adsorption particulièrement élevées de ces matériaux sont en partie liées à leurs structures poreuses très développées et leurs grandes surfaces spécifiques [5].

La surface spécifique ou aire massique (en $\text{m}^2.\text{g}^{-1}$) est la surface totale par unité de masse d'adsorbant accessible aux molécules. Toute la surface des particules d'adsorbant est

considérée, porosité ouverte comprise, pour le calcul de la surface spécifique qui cumule donc la surface intérieure de tous les pores constituant le grain d'adsorbant. La surface spécifique comprend la surface externe et la surface interne d'un adsorbant Figure (41) [5]. Pour les charbons actifs, cette surface varie entre 10 et 200 m².g⁻¹ environ.

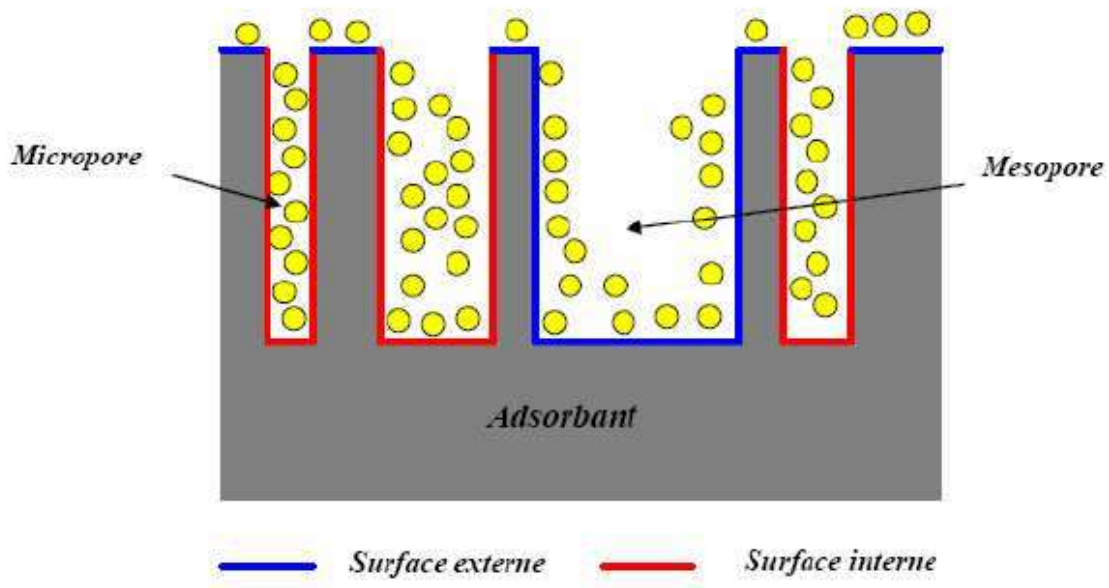


Figure (41): Représentation schématique de la surface interne et externe d'un adsorbant [5].

L'adsorption graduelle multicouche ne s'opère que dans les mésopores et macropores comme le décrit la méthode B.E.T. (Gregg et Sing, 1982). Rappelons que cette méthode permet d'obtenir la surface spécifique, le volume microporeux et le volume mésoporeux d'un solide par adsorption physique d'azote [5].

Le phénomène d'adsorption se déroule en quatre étapes (figure 42) :

- 1ère étape : transfert de l'adsorbant de la phase liquide vers la couche limite du film liquide liée à la particule solide (par convection ou diffusion). Etape très rapide.
- 2ème étape : Transfert de l'adsorbant à travers le film liquide vers la surface externe de l'adsorbant. Etape rapide.
- 3ème étape : Diffusion à l'intérieur de la particule d'adsorbant selon deux voies, sous l'influence du gradient de concentration. Etape lente. (3a : Sous l'état adsorbé, par diffusion de surface. 3b : A l'état libre, par diffusion de pore).
- 4ème étape : adsorption dans un micropore. Etape très rapide [58].

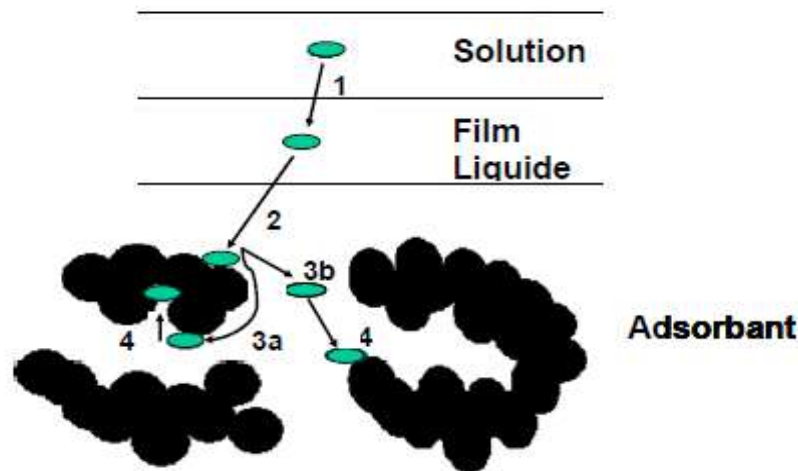


Figure (42): Les étapes de l'adsorption [58].

Les charbons actifs sont de loin les adsorbants les plus fabriqués et les plus utilisés industriellement. Ils sont préparés à partir de matériaux carbonés de nature minérale ou organique, carbonisés et activés.

Le charbon actif est utilisé depuis longtemps pour ses propriétés épuratoires dans le traitement de l'eau ou des gaz.

- 2000 ans avant JC : Utilisation par les médecins égyptiens.
- 1773 : Utilisation pour la purification des gaz.
- 1914 : Utilisation pour les masques à gaz.
- 1924 : Utilisation pour l'élimination des goûts et des odeurs.
- 1960 : Utilisation pour l'élimination du chlore.
- 1970: Utilisation comme adsorbant.
- 1976: Utilisation comme support biologique.

Pendant les guerres, le charbon actif a été développé pour le traitement des gaz toxiques. Après la seconde guerre mondiale, le milieu industriel s'est intéressé à ce matériau. Plus tard, l'apparition des micropolluants dans les eaux a nécessité de nouvelles techniques de traitements. La capacité du charbon actif à retenir des molécules à faible concentration convenait parfaitement. La banalisation de son utilisation est due à l'augmentation de la quantité de pesticides présents dans les eaux et à la législation de plus en plus stricte.

Néanmoins la connaissance de ce matériau reste partielle [58].

Tout matériau peu coûteux, contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique, peut servir à fabriquer des charbons actifs. Ils sont généralement obtenus à partir de bois, charbon, noix de coco, lignite, tourbe...

La valorisation de différents déchets, tels que ceux issus de l'industrie du pétrole et des huiles lubrifiantes, connaît actuellement un essor important [5, 18,58]. L'obtention de ce matériau passe par deux étapes essentielles :

- 1- **La carbonisation** : Elle est la décomposition thermique des matières carbonées : les espèces autres que le carbone sont éliminées. Cette étape de carbonisation s'effectue à des températures inférieures à 800°C et sous un courant continu d'un gaz inerte (absence d'oxygène). Une simple carbonisation n'aboutit pas à des produits ayant une forte capacité d'adsorption car elle donne des produits ayant une structure poreuse limitée (surface spécifique d'environ 10 m².g⁻¹). La structure poreuse est étendue durant le processus d'activation.
- 2- **L'activation**: Elle consiste à développer la structure poreuse et créer les fonctions de surfaces généralement oxydées qui sont à l'origine des interactions entre le solide et les molécules adsorbées.

L'activation physique permet de développer les pores existants et d'en créer d'autres. Elle est réalisée entre 800°C et 1000°C en présence d'un gaz oxydant tel que la vapeur d'eau, le CO₂, l'air ou des mélanges de ces gaz.

L'activation chimique est un autre procédé d'obtention des charbons actifs. La matière première est généralement le bois. Elle consiste à imprégner le matériau de départ d'une solution concentrée d'agent très oxydant et/ou déshydratant (acide phosphorique, chlorure de zinc...). Le matériau est ensuite pyrolysé entre 400°C et 800°C à l'abri de l'air, lavé et séché. Le charbon actif est ainsi obtenu en une seule étape. C'est le degré d'imprégnation du matériau en matière oxydante qui définit la répartition poreuse finale [5, 18,58].

VII.2.1.1. Les différentes formes du charbon actif

Selon leurs applications, les charbons actifs sont disponibles soit en poudre, soit en grains:

1- **Le charbon actif en poudre (CAP)** : Ils présentent une granulométrie inférieure à 100 µm avec un diamètre moyen situé entre 15 et 25 µm. Ils ont une large surface externe et une faible profondeur de diffusion : la vitesse d'adsorption est très rapide. De tels charbons

sont donc utilisés préférentiellement pour l'adsorption de solutions en batch. Les poudres fines sont utilisées en pharmacie et servent aussi à décolorer les huiles, les graisses, les vins, les sucres et de nombreux autres liquides organiques [5,58].

2- Le charbon actif en grains (CAG) : La forme granulaire du charbon actif est caractérisée par une taille de particule supérieure à 1 mm, un faible diamètre de pores, une grande surface interne et une surface externe relativement faible. Il en résulte que les phénomènes de diffusion à l'intérieur des pores prennent une grande importance dans les processus d'adsorption. Ces charbons sont préférentiellement utilisés en lit fixe pour l'adsorption des gaz et des vapeurs. Ils sont couramment utilisés pour le traitement de l'eau. Il peut être utilisé, soit en premier étage de filtration, en remplacement du filtre à sable ou dans un filtre bicouche sable/charbon. Soit en deuxième étage de filtration pour l'affinage.

On utilise principalement le CAG en deuxième étage car en premier étage la saturation des filtres est trop rapide donc son utilisation beaucoup plus onéreuse.

Le charbon actif en grains est utilisé pour éliminer les micropolluants, par adsorption, ou pour diminuer la matière organique (essentiellement biodégradable). Il permet alors d'avoir une eau plus stable dans le réseau.

Le CAG évolue en fonction du temps et de la température. Dans un premier temps, seul le phénomène d'adsorption est prépondérant. Ensuite l'activité bactérienne commence à se développer. Cette période peut être relativement longue. Enfin, le charbon devient saturé vis à vis des micropolluants et seule l'activité biologique perdure [5,58].

VII.2.1.2. Influence des caractéristiques physiques du charbon actif sur l'adsorption

Dans le cas des charbons actifs, nous considérons que l'adsorption en surface est très rapide. Si la vitesse de la phase fluide est suffisamment élevée, la vitesse globale d'adsorption est alors limitée par l'étape de diffusion interne (dans les pores et/ou de surface). Ce phénomène permet d'expliquer l'influence de la taille des particules sur la dynamique de l'adsorption. Une modification de la granulométrie du charbon (par broyage par exemple) va augmenter la cinétique effective de l'adsorption : l'accès au coeur du charbon est plus rapide puisque le chemin à parcourir pour les molécules est plus faible. Le broyage n'a par contre pas affecté la surface spécifique du charbon : la capacité d'adsorption reste la même. La capacité d'adsorption dépend en partie de l'adéquation entre la dimension des pores et la dimension des molécules adsorbées. Un charbon actif est un adsorbant généralement

microporeux ; il sera plus efficace pour les molécules de dimensions inférieures aux micropores que pour des molécules organiques plus volumineuses [18,58].

VII.2.1.3. Structure chimique à la surface du charbon actif

Suite à la carbonisation, la structure des charbons actifs est constituée d'une association aléatoire de plans d'atomes de carbone. Ces atomes sont organisés sous forme de cycles aromatiques qui forment des feuillets de carbone appelés graphène. Le graphène a une structure bidimensionnelle d'atomes de carbone rappelant celle d'un nid d'abeille Figure (43) le nuage d'électrons π délocalisés sur ces cycles donne au charbon son excellente qualité d'agent adsorbant. L'arrangement des plans de cycles aromatiques se fait d'une manière irrégulière créant entre les feuilles des interstices nommés *pores*, qui sont à l'origine de la grande surface spécifique des charbons actifs figure (44).

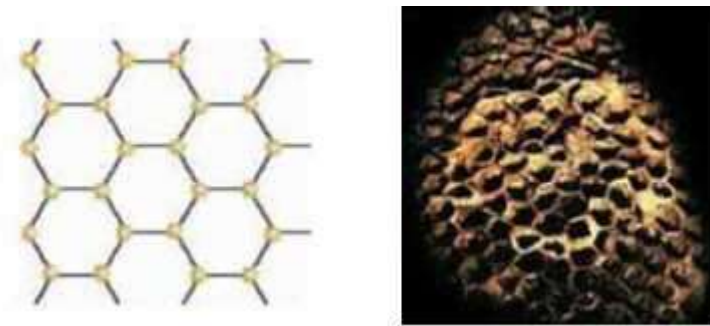


Figure (43): Une feuille de graphène [5].



Figure (44): Représentation schématique des microstructures du charbon actif [5,59].

Les couches de graphène constituent la structure de base du charbon actif. L'activité du charbon actif est due à la présence d'autres groupement cycliques ou fonctions de surface générées au cours de l'activation en présence d'air ou d'agent oxydant. Ces fonctions sont principalement des groupements oxygénés, mais l'activation peut aussi former des

groupements azotés, sulfurés ou halogénés. Elles se situent en général en périphérie des molécules de graphène. Dans l'eau, un charbon actif va alors développer en surface une charge qui va dépendre de ces fonctions de surface, mais aussi des molécules présentes dans la solution.

Comme le montre la Figure (45), le rôle joué par l'hétérogénéité et la diversité de la chimie de surface des charbons actifs devient encore plus complexe lorsqu'est pris en compte le *pH* de la solution aqueuse de polluant [5,18].

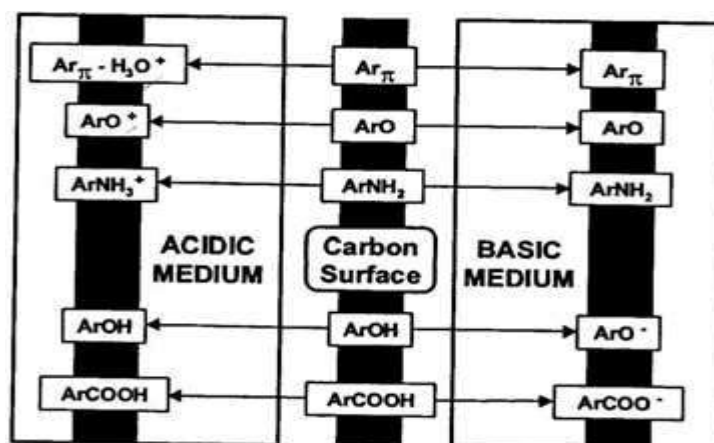


Figure (45): Représentation des groupements fonctionnels présents en surface du charbon actif [5,18].

VII.2.1.4. L'adsorption du phénol et de ses dérivés sur charbon actif

Globalement, trois mécanismes ont été proposés pour expliquer l'adsorption du phénol sur charbon actif : les interactions dites π - π , la formation d'un complexe donneur - accepteur et l'effet de solvant.

La présence de substituants supplémentaires sur le cycle du phénol aura une influence sur les capacités d'adsorption du charbon. La plupart des auteurs mettent en évidence l'influence de quatre paramètres qui peuvent présenter des effets antagonistes : la solubilité de la molécule, son hydrophobicité (pour les solutions aqueuses), l'influence des substituants sur la densité électronique du noyau aromatique et le *pH* de la solution [5,18].

Les Interactions « π - π » ont lieu entre les électrons π du noyau aromatique et les électrons π en surface du charbon actif, elles sont influencées par la nature des groupements fonctionnels en surface du charbon actif (donneur ou attracteur d'électrons)

- Les substituants ne semblent donc pas être impliqués directement dans l'interaction avec la surface du charbon, ce ne sont que leurs caractéristiques (donneur - accepteur) d'électrons qui vont intervenir en jouant sur la délocalisation des électrons π du noyau aromatique.
- Pour certains auteurs, la longueur de chaîne du substituant a aussi son importance. Ils ont conclu que l'adsorption augmente avec la longueur de chaîne et le nombre des substituants dans la molécule, mais n'ont proposé aucun lien avec la solubilité.
- Enfin, la place du substituant joue aussi un rôle important sur la capacité d'adsorption. On a expliqué la meilleure capacité d'adsorption de la molécule de paranitrophénol comparé aux isomères méta- et ortho- par son encombrement stérique plus réduit : l'arrangement des molécules adsorbées peut alors être plus dense [5,18].

Dans le mécanisme de formation d'un complexe donneur – accepteur, seuls les groupements carbonyles peuvent former un complexe donneur – accepteur. Le noyau aromatique du phénol, déficitaire en électrons, forme un complexe donneur - accepteur avec ces groupements C=O présents à la surface du charbon actif. L'oxygène est dans ce mécanisme donneur de paires d'électrons. Ce mécanisme permet d'expliquer pourquoi la présence de fonctions carbonyles sur un charbon favorise l'adsorption alors que les groupements de type carboxyliques et hydroxyles ont tendance à la diminuer [5,18].

VII.2.1.5. Effet du solvant

L'effet de solvant concerne des interactions de nature électrostatique entre les fonctions carboxyliques acides situés sur le charbon et les molécules d'eau formant ainsi des liaisons hydrogène. Les molécules d'eau sont elles aussi adsorbées, certains sites ne sont plus accessibles au phénol. Certains auteurs précisent que la nature des interactions est la même pour l'eau et le phénol : une liaison hydrogène entre le proton de chacune de ces molécules et l'oxygène de la fonction acide sur le charbon [5,18].

VII.2.1.6. Influence du pH

Pour un charbon donné, la nature des interactions et la capacité d'adsorption vont être modifiées en fonction de la valeur du pH . Des études ont montré que les quantités de phénol adsorbées diminuent si l'adsorption se fait à pH supérieur au pKa (9,89) ou à pH très faible. Pour un $pH > pKa$, le phénol prend la forme phénolate chargé négativement. La répulsion entre la couche de la surface du charbon actif et l'anion entraîne une diminution de

l'adsorption. Dans ce cas, les interactions de type électrostatique prennent une importance particulière. En milieu très acide, les protons s'adsorbent sur les sites carbonyles rivalisant ainsi avec le phénol. Comme dans le cas du phénol, les conditions de pH vont avoir une influence sur l'adsorption de ses dérivés substitués et sur la nature des interactions mises en jeu [5,18].

VII.2.1.7. Influence de la température sur l'adsorption du phénol

La température est une variable majeure dans les processus d'adsorption. Elle affecte la solubilité de l'adsorbat et la constante d'équilibre de l'adsorption. Comme l'adsorption est un phénomène exothermique, une augmentation de la température tend à diminuer la capacité d'adsorption de l'adsorbant. Dans le cas du phénol et de ses dérivés substitués, il peut exister le phénomène contraire. Une première explication serait l'influence de la taille des pores. Une fraction importante des micropores a la même taille que la molécule qui ne peut pénétrer dans ces pores que sous certaines conditions de température. Une autre explication serait l'effet favorable de la température sur l'adsorption irréversible de ces molécules adsorbées [5,18].

VII.2.1.8. Influence de la Solubilité

Plus un constituant est soluble dans l'eau, moins il s'adsorbe sur le charbon actif. Ce phénomène est dû à la compétition entre deux phénomènes : l'adsorption et la solubilisation [5,18].

En solution aqueuse, l'hydrophobicité des substituants présents sur le noyau aromatique augmente les capacités d'adsorption sur charbon actif. Quelques études montrent qu'un substituant hydrophobe situé près du substituant $-OH$ d'une molécule phénolique empêche la formation de liaison hydrogène avec l'eau et augmente donc la capacité d'adsorption. L'hydrophobicité des molécules est d'autant plus importante que le coefficient de partage octanol/eau LogKow est élevé [5,18].

Pour des solutions de produits purs, les influences de la solubilité, de l'hydrophobicité et des effets inductifs/mésomères des substituants ont été mises en évidence. La solubilité de l'adsorbat joue un rôle décisif dans les systèmes binaires, l'adsorbat la plus soluble est le moins adsorbé. L'hydrophobicité est le paramètre déterminant. Ce constat est d'autant plus significatif à faible concentration où la solubilité n'a que très peu d'effet. Pour le mélange phénol/p-chlorophénol, les deux effets se cumulent : le p-chlorophénol plus hydrophobe et moins soluble s'adsorbe préférentiellement.

L'adsorption sur charbon actif d'un mélange composé de plusieurs molécules aromatiques met aussi en jeu des interactions supplémentaires entre adsorbats. Pour les mélanges très dilués à trois constituants (acide syringique/acide gallique/acide p-hydroxybenzoïque), on a obtenu une meilleure adsorption de l'acide gallique en mélange que seul. Ils attribuent cette tendance à des interactions intermoléculaires supplémentaires [5,18].

VII.2.2. La filtration sur sable

La filtration est une méthode qui consiste à séparer les particules du milieu liquide à l'aide d'une matière poreuse. Il existe divers systèmes de filtration qui épurent les eaux en les faisant passer à travers un milieu filtrant.

Les filtres peuvent être faits de sable, de tourbe, de charbon activé, de terre à diatomées ou d'autres matériaux utilisés séparément, ou en combinaison pour filtrer l'eau et retenir les particules aussi pour promouvoir la croissance des micro-organismes qui décomposent les polluants [13,60,61]

On désigne par U et on appelle vitesse de filtration le quotient du débit Q passant dans un filtre par la surface de ce filtre. Cette vitesse est effectivement la vitesse de l'eau dans la couche qui surmonte le matériau filtrant. Cette définition rappelle d'ailleurs la notion de vitesse ascensionnelle de l'eau dans les décanteurs. Elle n'a aucune réalité physique à l'intérieur de la masse filtrante où la vitesse moyenne réelle de l'eau est sa vitesse interstitielle, soient en début de filtration :

$$u_f = \frac{u}{f}$$

En appelant f la porosité initiale du milieu, et au cours de la filtration:

$$u_f = \frac{u}{f - \frac{q}{\rho}}$$

q étant la masse des dépôts accumulés par unité de volume, et ρ la masse volumique de ces dépôts [61, 62,63].

La filtration sur sable est une des applications de l'écoulement de fluide au travers d'un milieu poreux, c'est un procédé de séparation qui retient les particules en suspension. Le sable utilisé en filtration est un matériau naturel, à base de silice, provenant de rivières, de

gisements naturels, de dunes ou obtenu à partir de galets marins. Sa densité réelle est d'environ 2.5 à 2.7 [25, 63].

La séparation s'effectue de deux façons :

- Écoulement de la suspension au travers de la masse poreuse à l'intérieur de laquelle les particules de la phase dispersée seront retenues, entraînant un colmatage progressif de la masse poreuse sera selon la texture de cette masse et les dimensions des particules de la phase dispersée, soit très pur soit au moins appauvrie en phase dispersée. C'est la filtration dans la masse, ou filtration en profondeur.
- Écoulement de la suspension au travers d'un support sur lequel les particules vont se déposer sous la forme d'un gâteau d'épaisseur croissante, c'est la filtration sur support à gâteau [25].

On ne distingue pas moins de six mécanismes de transport différents susceptibles d'amener une particule en suspension en contact avec la structure fixe du milieu filtrant:

- Interception directe où il y a un choc entre une particule et un grain fixe;
- Diffusion : les particules les plus petites sont soumises à un mouvement brownien qui peut les amener au contact d'un grain. Ce phénomène dépend de la température de l'eau et de la taille des particules. Il n'a d'importance que pour les particules inférieures au micron;
- Tamisage : les particules les plus grosses peuvent être éliminées par tamisage à l'entrée d'un pore, une faible proportion des particules est ainsi arrêtée dans le cas où cette proportion est importante. Cela signifie que la décantation, dans la mesure où elle existe est insuffisante. Dans le cas contraire, un micro tamisage mécanique en amont des filtres constitue une bonne forme de prétraitement;
- Inertie : l'inertie de la particule contraint cette dernière à continuer en ligne droite. Dans le cas où le courant d'eau qui l'entraîne s'incurve pour contourner un grain, ce phénomène a une grande importance en filtration d'air dont toute augmentation de la vitesse améliore le rendement de la filtration. Son importance est beaucoup plus limitée dans le cas de la filtration de l'eau. Nous le verrons par la suite que les nombres de Reynolds traduisant le rapport des forces d'inertie aux forces de viscosité se trouvent toujours très faibles ;

- Décantation : l'effet de gravité sur une particule peut l'amener à prendre une trajectoire différente des lignes d'eau ensuite revenir au contact du grain. L'importance de ce phénomène se caractérise par le rapport de la vitesse de Stokes à la vitesse de filtration. Ce rapport est très faible mais l'effet de décantation peut être mis en évidence expérimentalement;
- Hydrodynamique : les particules sont soumises sous l'action de diverses forces d'origine hydrodynamique à des mouvements de rotation.

Bien entendu, ces mécanismes de transport ne sont pas exclusifs les uns des autres. La diffusion joue un rôle important pour les particules les plus petites, la décantation pour les plus grosses et les plus denses, le tamisage pour les plus grenues et les effets hydrodynamiques pour les particules les plus dissymétriques.

La simple description des phénomènes permet de voir que généralement, la vitesse de filtration dont la définition exacte est donnée au dessus joue un rôle important. Plus elle est élevée plus les mécanismes énumérés perdent de leur efficacité. La plupart des chercheurs expliquent la fixation des particules sur le milieu filtrant par des forces physico-chimiques, type force de Van der Waals [60].

VII.2.2.1. Types de filtres

Il existe deux types de filtrations : filtres à sable rapides et filtres à sable lents.

La filtration rapide : elle s'effectue à des vitesses supérieures à 5 m/h. Elle est utilisée couramment dans le traitement des eaux potables, cette technique permet d'éliminer les particules non décantables.

La filtration lente (filtration biologique) : Dans ce type de filtration, l'élimination des matières organiques est réalisée sous l'action simultanée des enzymes sécrétées par les algues et des micro-organismes qui se fixent sur le sable. On assiste à la formation d'une membrane biologique autour des grains de sable.

En plus de la rétention mécanique des matières en suspension, la filtration lente permet également l'élimination des polluants biodégradables ; autrement dit la fixation des particules à la surface du matériau filtrant est favorisée par une faible vitesse d'écoulement, celle-ci est due à des forces d'origine physique (coincement, cohésion ...) et à des forces d'adsorption, principalement les forces de Van Der Waals

Pour ce type de traitement l'eau brute doit subir au préalable un prétraitement avant d'être envoyée sur le filtre. L'eau s'écoule avec une vitesse de l'ordre de 5 à 10 m/j et la surface du filtre peut atteindre 2000 m² [25].

VII.2.3. Caractéristiques des matériaux filtrants

La nature des matériaux filtrants granulaires utilisés en traitement d'eau s'est largement diversifiée. On se reporte aux recommandations de la norme française NF X 11.507 pour effectuer les analyses granulométriques dans les meilleures conditions. Il s'agira de :

- Tamiser un échantillon représentatif du matériau à analyser successivement sur le tamis normalisés AFNOR n°X 11.501 et noter la masse retenue sur chaque tamis.
- Calculer, à partir des résultats, la masse de matériau qui a traversé chaque tamis (total du matériau retenu ou non sur tous les tamis de dimension inférieure à celui considéré) et l'exprimer en pourcentage de la masse de matériau utilisé pour l'analyse.

L'exploitation des résultats est faite sous forme de courbe représentant ces pourcentages en fonction des vides de maille de chaque tamis. La série de tamis utilisé pour la caractérisation de nos matériaux filtrants est ordonnée comme suit : 0.05, 0.063, 0.08, 0.1, 0.125, 0.16, 0.2, 0.315, 0.5, 0.8, 1, 1.25, 1.6, 2, 2.5 mm [63,64].

Pour La taille effective (TE), elle est exprimée en mm (ou µm), elle correspond à l'ouverture de maille laissant passer 10 % en poids de l'échantillon soumis à l'analyse. Elle donne une indication sur les particules les plus fines, qui se retrouveront dans la partie supérieure de la couche filtrante [64].

Le coefficient d'uniformité (CU), quant à lui, c'est le rapport entre deux diamètres apparents définis de telle sorte que la taille de 60% et respectivement 10% des particules soit inférieure. Soit d_{60} et d_{10} étant les valeurs lues en abscisse pour les points de la courbe granulométrique correspondant aux ordonnées de 60% et 10%.

$$C_u = \frac{d_{60}}{d_{10}}$$

Ce coefficient donne une indication quant à l'homogénéité granulométrique de la masse filtrante. Un coefficient d'uniformité égal à 1 est représentatif d'un sable homogène.

L'uniformité d'une courbe est alors généralement déterminée par rapport à la référence suivante :

$C_u < 2 \Rightarrow$ la granulométrie est dite uniforme.

$C_u > 2 \Rightarrow$ la granulométrie est dite variée [64].

En ce qui concerne La masse volumique, nous distinguons deux paramètres :

- **La masse volumique apparente :** Cette grandeur définie par le rapport de la masse des éléments solides au volume total apparent du matériau, ce qui constitue un critère plus global de différenciation des matériaux : [64,65].

$$P_a = \frac{M_s}{V_{sa}} \left(\frac{\text{g}}{\text{ml}} \right)$$

On peut obtenir ce paramètre en divisant la masse d'un matériau solide versé dans une éprouvette sur la valeur de son volume lu.

- **La masse volumique réelle :** Elle est déterminée par la masse des grains solides M_s rapportée à leur volume réel V_s : [64, 65].

$$P_r = \frac{M_s}{V_{sr}} \left(\frac{\text{g}}{\text{ml}} \right)$$

Pour mesurer cette grandeur on pèse une masse du matériau solide, puis introduit dans une éprouvette contenant un volume d'eau. la masse volumique est obtenue en divisant sa masse sur la soustraction de la valeur du volume d'eau du volume totale : $V_{sr} = V_t - V_e$

Concernant la porosité qui est le rapport entre le volume des pores V_p et le volume total V_t $V_t = V_p + V_s$

Où V_s est le volume du squelette solide. On peut estimer la valeur de la porosité en fonction de la densité réelle et la densité apparente par la formule : [66].

$$n = \frac{V_p}{V_t} \quad n\% = \left(1 - \frac{P_a}{P_r} \right)$$

P_a : la masse volumique apparente et P_r : la masse volumique réelle

En ce qui concerne le pH d'un matériau filtrant, il rend compte de sa teneur en ions H^+ . Sa mesure pH est effectuée sur un extrait du matériau filtrant avec de l'eau distillée; de rapport 1/10 [67, 68].

Et enfin, la conductivité électrique qui représente l'aptitude d'une solution aqueuse pour conduire un courant électrique (Cette aptitude dépend de la teneur en sel d'un matériau filtrant), elle est mesurée à l'aide d'un conductimètre, selon les normes AFES (AFES 1995), sur un extrait du matériau filtrant (de même façon que le pH) [66, 68].

VII.3. Matériels et méthodes

VII.3.1. Systèmes étudiés

VII.3.1.1. Les eaux polluées

L'étude de l'efficacité de notre dispositif à traiter les eaux contenant les composés phénoliques a été faite sur un mélange équimolaire de 4 composés phénoliques.

Le choix des composés résulte de leur fréquence et à des concentrations significatives dans les eaux résiduaires issues de quelques industries dans la ville de Ouargla.

De plus, les recherches faites sur la destruction des polluants organiques en phase aqueuse s'intéressent le plus souvent aux composés réfractaires au traitement biologique que sont les composés aromatiques [5,18]. En plus du phénol, nous nous sommes intéressés à l'ortho-nitrophénol, au 2,4-dinitrophénol, et au para-nitrophénol, qui sont tous des phénols substitués avec un groupement nitro. Leurs propriétés physico-chimiques sont présentées dans le Tableau (15). Nous avons donc préparé un mélange équimolaire de 4 composés phénoliques cités au dessus, selon les paramètres regroupés dans le tableau (16).

Tableau (15): Propriétés physico-chimiques de polluants modèles étudiés [9, 21].


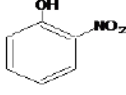
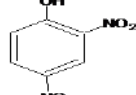

Polluants	Phénol	Ortho-nitrophénol	2,4-dinitrophénol	Para-nitrophénol
Formule moléculaire				
Structure chimique	C ₆ H ₆ O	C ₆ H ₅ NO ₃	C ₆ H ₄ N ₂ O ₆	C ₆ H ₅ NO ₃
Poids moléculaire (g/mol)	94.11	139.11	184.11	139.11
Solubilité (g.l ⁻¹)	98	2.10	2.79	12.4
pKa	9.95	7.222	4.09	7.08
Point d'ébullition sous pression atmosphérique (°C)	182	214-216	113 °C	279
Point de fusion (°C)	43	44-45	115 °C	116

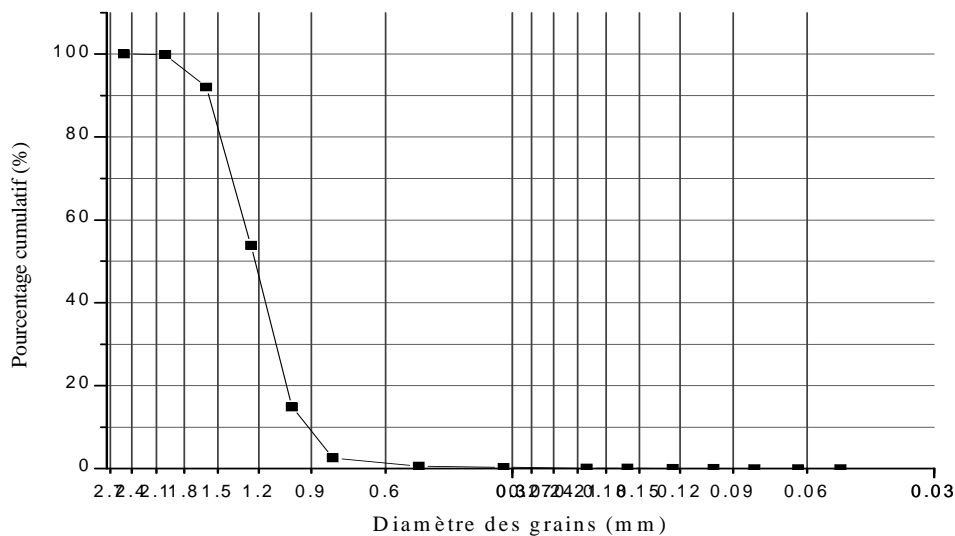
Tableau (16) : Les caractéristiques des eaux phénoliques préparées.

Paramètre	Concentration (mg/l)	Indice de phénol (mg/l)	DCO (mg/l)	T (°C)	pH	CE (µs/cm)
Valeur	1000	715.85	1848	21.2	4.05	76.8

VII.3.1.2. Matériaux filtrant

Les matériaux filtrants utilisés sont du charbon actif commercial et du sable de dune. Cette étude a été réalisée avec un charbon actif commercial en grains. Toutes les expériences ont été réalisées avec la fraction granulométrique 0.05-2.5 mm. Cette fraction avant l'utilisation, pour éliminer les impuretés et la stériliser, a été lavée par l'eau distillée, séchée à l'étuve à une température de 105 °C pendant 24 heures puis stockée dans un flacon hermétique [7,69].

Les principales propriétés physiques de CAG ont été déterminées au laboratoire de biogéochimie des milieux désertiques par les méthodes décrites plus haut et elles sont résumées dans la Figure (46) et le Tableau (17).

**Figure (46)**: La courbe granulométrique du charbon actif utilisé.

Le sable utilisé est du sable de dune de la région de OUARGLA (N' GOUSSA). Ces sables ont été étudiés antérieurement. Ils ont une composition chimique très uniforme à forte prédominance siliceuse, avec une granulométrie homogène adéquate pour les utiliser comme

un lit de filtration. Les caractéristiques de ce sable sont regroupées dans le tableau (17). **Nous avons** utilisé le sable après sa préparation par la même procédure que pour le charbon actif.

Tableau (17): Les caractéristiques du charbon actif et du sable utilisés.

Propriété	Charbon actif	Sable
Masse volumique apparente (ρ_{app})	376.63 kg/ m ³	1481 kg/m ³
Masse volumique réel (ρ_{vraie})	490.5 kg/m ³	2643.8 kg/m ³
Taille effective (TE)	0.92 mm	0.11 mm
Coefficient d'uniformité (CU)	1.4347	1.72
La porosité (η)	23.22 %	43.98 %
pH	6.23	8.46
Conductivité	750 μ s/cm	3.3 ms/cm

VII.3.2. Dispositif expérimental et mode opératoire

Pour l'étude de l'efficacité de traitement sur un lit fixe bicouche du charbon actif et du sable à éliminer les composés phénoliques des eaux usées, nous avons préparé un dispositif illustré dans la Figure (47). Nous avons utilisé 05 colonnes stérilisées en plastique de 3 cm de diamètre intérieur et de 10 cm de longueur, remplies du bas vers le haut par une couche de charbon actif et une couche de sable de dune. Le matériau filtrant maintenu sur un papier filtre a été inséré pour empêcher la perte de ces particules, un autre papier filtre a été placé pour séparer les deux couches et un autre au sommet du lit pour raison d'uniformité.

Cette expérience a été réalisée en faisant varier la hauteur du lit des matériaux filtrants (CAG, sable) comme indiqué dans le Tableau (18).

L'alimentation de la solution phénolique de concentration égale à 1g/l, se fait manuellement chaque heure avec un débit de 200 ml/h, et pH de 4.05 en continu pendant 24 heures L'expérience est réalisée à température ambiante. Les échantillons sont collectés à travers le tube de sortie, à des intervalles de temps réguliers de 3 heures afin de mesurer l'indice du phénol et la DCO du filtrat. Le dispositif est représenté sur la Figure (48).



Figure (47): Photo du dispositif expérimental.

Tableau (18): L'hauteur du sable et du charbon actif à prendre pour chaque colonne.

Colonne	1	2	3	4	5
Hauteur de sable (Hs) cm	8	7	6	5	0
Hauteur de charbon (Hc) cm	0	1	2	3	3

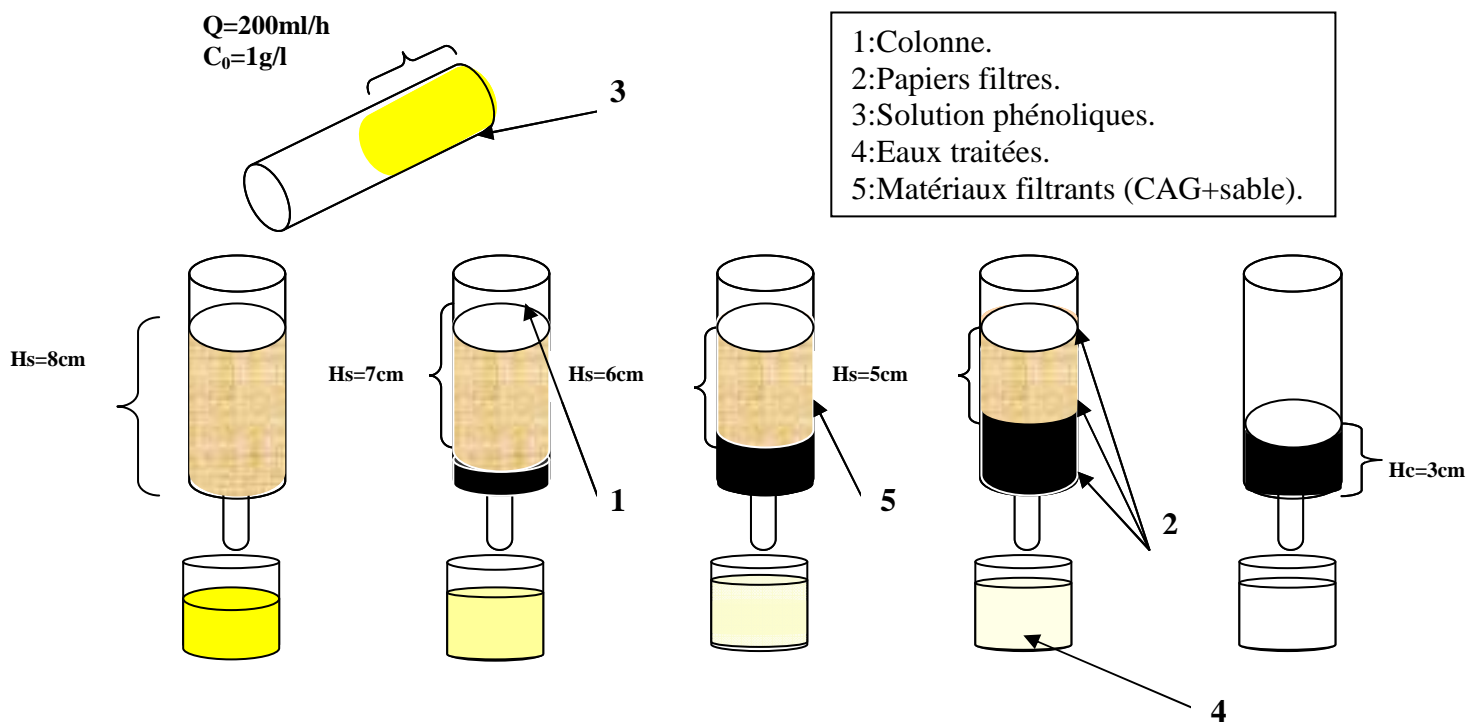


Figure (48): Colonne et procédé d'alimentation.

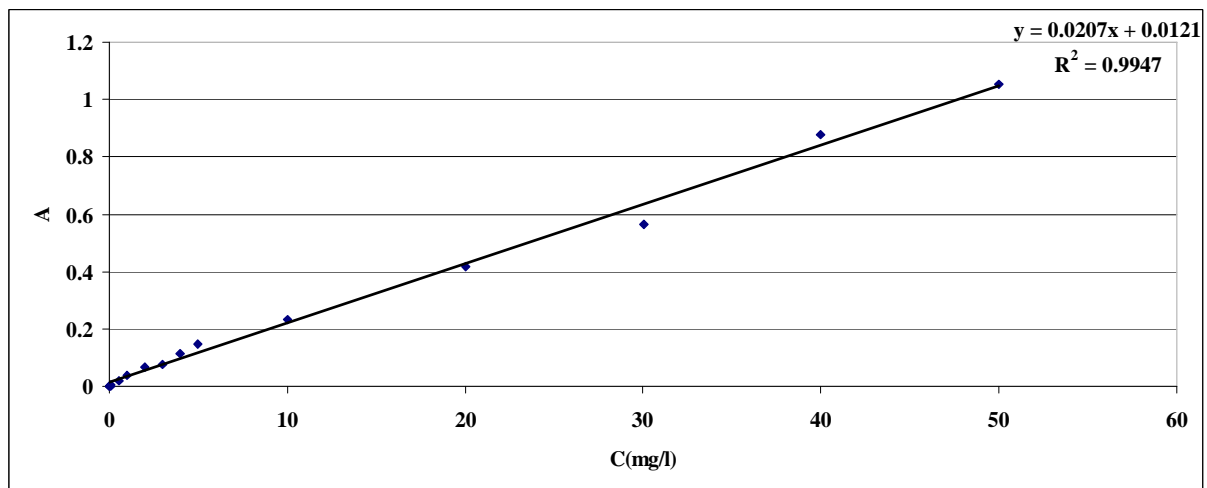
VII.3.3. Méthodes de dosage

Pour évaluer l'efficacité de nos colonnes à éliminer les composés phénoliques à partir des eaux, en plus de l'indice de phénol, les analyses effectuées concernent le plus important paramètre relatif à un traitement c'est la demande chimique en oxygène DCO.

VII.3.3.1. Dosage colorimétrique (indice de phénol)

L'indice de phénol de nos eaux traitées a été obtenu par la méthode de 4-aminoantipyrine décrite précédemment. Une courbe d'étalonnage $A = f(C)$ est établie à partir de solutions de concentrations connues du phénol (Figure 49).

Figure (49): La courbe d'étalonnage (2).



L'indice de phénol en mg/l est donné par la formule suivante :

$$\text{Ind. Phénol} = A - 0.0121/0.0207$$

Le rendement d'élimination R (%) des composés phénoliques des matériaux filtrants a été calculé par la formule suivante :

$$R (\%) = \frac{IPH_e - IPH_s}{IPH_e}$$

IPH_e: indice du phénol mesuré pour les eaux phénoliques préparées à l'entrée de la colonne.

IPH_s: indice du phénol mesuré pour les eaux phénoliques traitées à la sortie de la colonne.

VII.3.3.2. Dosage de la demande chimique en oxygène

La Demande Chimique en Oxygène DCO représente la quantité d'oxygène utilisée pour l'oxydation totale des substances organiques et minérales par les oxydants chimiques forts. Cette méthode est souvent utilisée dans les laboratoires municipaux et industriels pour mesurer le niveau global de contamination organique des eaux résiduaires. Cette quantité est exprimée en mg d'O₂ par litre d'échantillon.

L'estimation de la quantité nécessaire d'oxygène pour oxyder totalement les composés phénoliques a été faite selon la méthode décrite dans le chapitre IV (paragraphe IV.2.1.5.2).

Le rendement d'élimination R (%) des composés phénoliques en terme de la DCO des matériaux filtrants a été calculé par la formule suivante :

$$R (\%) = \frac{DCO_e - DCO_s}{DCO_e}$$

DCO_e: DCO mesurée pour les eaux phénoliques préparées à l'entrée de la colonne.

DCO_s: DCO mesurée pour les eaux phénoliques traitées à la sortie de la colonne.

VII.3.4. Appareillage et matériels utilisés

1. Colonne en plastique de marque (NORWICHCT.U.S.A12).
2. Balance de marque SARTORIOUS avec une sensibilité de 0.0001 g.
3. pH mètre de marque PHB-1 portable.
4. Conductimètres de type WTW LF330/Tetra Con[®] 325, et de type DDS J-308A.
5. Papier filtre WHATMAN 40, d=110 mm.
6. Spectrophotomètre UV-visible dont la longueur d'onde a été fixée à 505 nm et d'une cuve en quartz de 10 mm d'épaisseur de marque UNICAM. voir l'annexe.
7. Système d'ébullition à reflux (Chauffe ballons à 06 postes, des ballons rodés à fond rond de 500 ml, et des réfrigérants à boules).
8. Etuve de marque (MEMMERT).
9. Série de tamis en inox (NF.X11-504 PROLABO France).
10. Agitateur magnétique de marque IKAMAG^R., et barreaux aimantés

VII.3.5. Réactifs utilisés

1. Phénol, C₆H₅OH (PROLABO).
2. Ortho-nitrophénol , C₆H₅NO₃ (BIOCHEM pharma , CAS n°88-75-5)
3. 2,4-dinitrophénol, C₆H₄N₂O₆(réactif d'analyse BIOCHEM pharma, CAS n°51-28-5).

4. Para-nitrophénol, $C_6H_5NO_3$ (BIOCHEM pharma, CAS n°100-02-7).
5. Acide sulfurique, H_2SO_4 (BIOCHEM ,96-98%, CAS n°7664-93-9)
6. Chlorure de potassium, KCl (PROLABO,99%)
7. Ferricyanure de potassium, $K_3Fe(CN)_6$ (BIOCHEM ,99.5%,CAS n°13746-66-2).
8. Acide borique, H_3BO_3 (PROLABO,99%)
9. Amino-4-antipyrine, $C_{11}H_{13}N_3O$ (BIOCHEM,CAS n°83-07-8)
10. Hydroxyde de sodium $NaOH$ (PROLABO, 98%)

VII.4. Résultats et discussion

Après trois heures de fonctionnement de notre dispositif, nous avons effectué les analyses de l'eau brute et de l'eau traitée (sortie de la colonne) à des périodes régulières (03 heures). Les résultats obtenus sont regroupés dans les tableaux 19 et 20.

L'évolution dans le dispositif expérimental a été suivie pendant 24 heures. Durant cette période nous avons effectué 8 campagnes de mesure (indice de phénol et DCO). Les résultats obtenus sont représentés dans les figures : 50,51

Tableau (19): Résultats d'analyse de l'indice de phénol pour l'eau traitée de chaque
colonne en fonction du temps.

Temps (heures)	Eau brute	Eau traitée Colonne1		Eau traitée colonne2		Eau traitée Colonne3		Eau traitée Colonne4		Eau traitée Colonne5	
		IPH (mg/l)	IPH (mg/l)	R (%)	IPH (mg/l)	R (%)	IPH (mg/l)	R (%)	IPH (mg/l)	R (%)	IPH (mg/l)
3	715.85	481.062	32.8	278.165	61.14	177.245	75.24	48.87	93.17	6.31	99.12
6	715.85	503.29	29.69	316.81	55.74	252.075	64.79	110.81	84.52	44.97	93.72
9	715.85	529.37	26	398.455	44.34	340.97	52.37	219.94	69.28	178.94	75
12	715.85	483.53	32.45	449.71	37.18	404.78	43.45	339.88	52.52	349.23	51.21
15	715.85	585.46	18.22	458.4	35.96	440.48	38.47	450.47	37.07	533.24	25.51
18	715.85	655.94	8.37	453.53	36.64	395.07	57.4	311.01	56.55	576.28	19.5
21	715.85	451.11	36.98	471.4	34.15	420.84	41.21	357.78	50.02	606.19	15.32
24	715.85	430.82	39.82	375.75	47.51	522.59	27	487.4	31.91	795.07	-

Tableau (20): Résultats d'analyse de la DCO pour l'eau traitée de chaque
colonne en fonction du temps.

Temps (heures)	Eau brute	Eau traitée Colonne1		Eau traitée colonne2		Eau traitée Colonne3		Eau traitée Colonne4		Eau traitée Colonne5	
		DCO (mg/l)	DCO (mg/l)	R (%)	DCO (mg/l)	R (%)	DCO (mg/l)	R (%)	DCO (mg/l)	R (%)	DCO (mg/l)
3	1848	1344	27.27	1008	45.45	936	49.35	1344	27.27	57.6	96.88
6	1848	1008	45.45	1752	5.19	1056	42.86	1104	40.26	144	92.21
9	1848	1464	20.78	1632	11.68	1152	37.66	984	46.75	547.2	70.39
12	1848	1896	-	1536	16.88	1128	38.96	1296	29.87	777.6	57.92
15	1848	1896	-	1368	25.97	1536	16.88	1536	16.88	979.2	47.01
18	1848	1967.52	-	1632	11.68	1656	10.39	1536	16.88	1300	29.65
21	1848	1776	3.9	1656	10.39	1680	9.09	1512	18.18	1650	10.71
24	1848	1488	19.48	1400	24.24	1728	6.49	1368	25.97	1800	2.59

- valeur non significative.

Figure (50): La variation de l'indice de phénol des eaux traitées en fonction du temps pour chaque colonne.

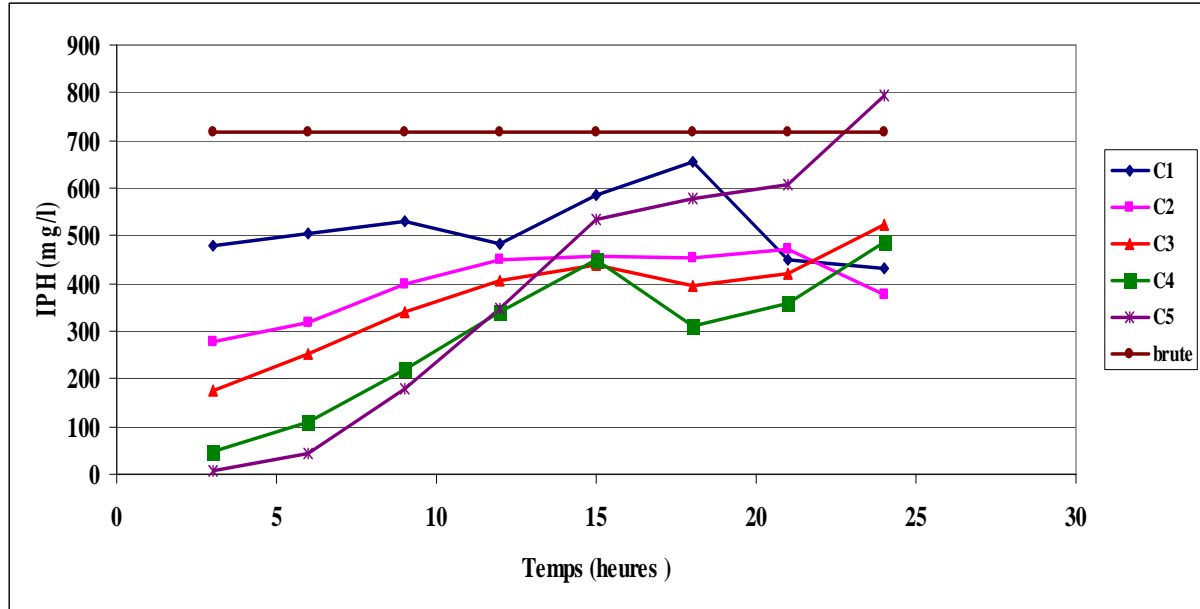
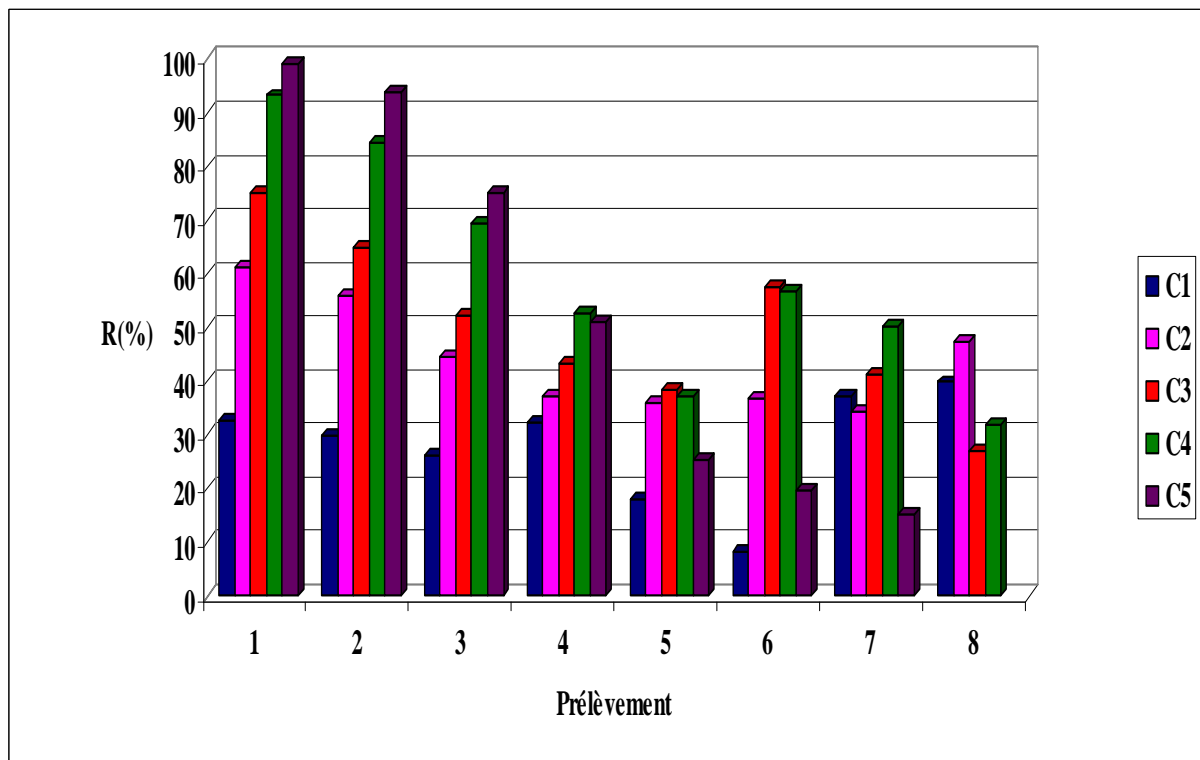


Figure (51): Evolution de rendement des colonnes avec le temps (en terme l'indice de phénol).



D'après ces résultats nous constatons pour :

VII.4.1. L'indice de phénol

La colonne 1:

- Le rendement épuratoire de cette colonne est limité entre 8.37-39.82%, c'est un rendement très acceptable par rapport à sa hauteur (8 cm de sable), qui est considéré petit par rapport aux travaux faits antérieurement [13, 25,63].
- Nous pouvons dire que les valeurs de rendement sont assez stables pour les premières 09 heures avec une légère variation de 26 à 32.8 %. Après 12 heures la colonne a enregistré une chute de la valeur de rendement à une valeur de 8.37% et ensuite une forte augmentation à une valeur de 39.82%.

La colonne 2:

- Le rendement épuratoire de cette colonne est limité entre 34.15-61.14%, c'est un rendement assez bon
- Cette colonne a commencé son fonctionnement par un rendement épuratoire de 61.14% c'est-à-dire deux fois plus grand que le rendement initial de la première colonne, puis diminue légèrement jusqu'à une valeur de 34.15% et enfin une forte augmentation est constatée atteignant la valeur de 47.51%.

La colonne 3:

- Les valeurs de rendement de cette colonne sont comprises entre 27-75.24%, elles diminuent régulièrement pour les premières 15 heures de son fonctionnement à une valeur de 38.47%, puis un meilleur rendement est constaté à une valeur de 57.4% puis diminue pour atteindre un minimum à 27%.
- Globalement cette colonne a montré un grand pouvoir épuratoire.

La colonne 4:

- Elle possède un grand pouvoir épuratoire allant jusqu'à une valeur de 93.17%.
- Les valeurs de rendement restent tout le temps bons malgré sa diminution observée de 37.07% au temps de fonctionnement de 15 heures. Puis redevient assez efficace avant de diminuer de façon régulière.
- Globalement les valeurs sont comprises entre 31.91 et 93.17%.

Figure (52): La variation de la DCO des eaux traitées en fonction du temps pour chaque colonne.

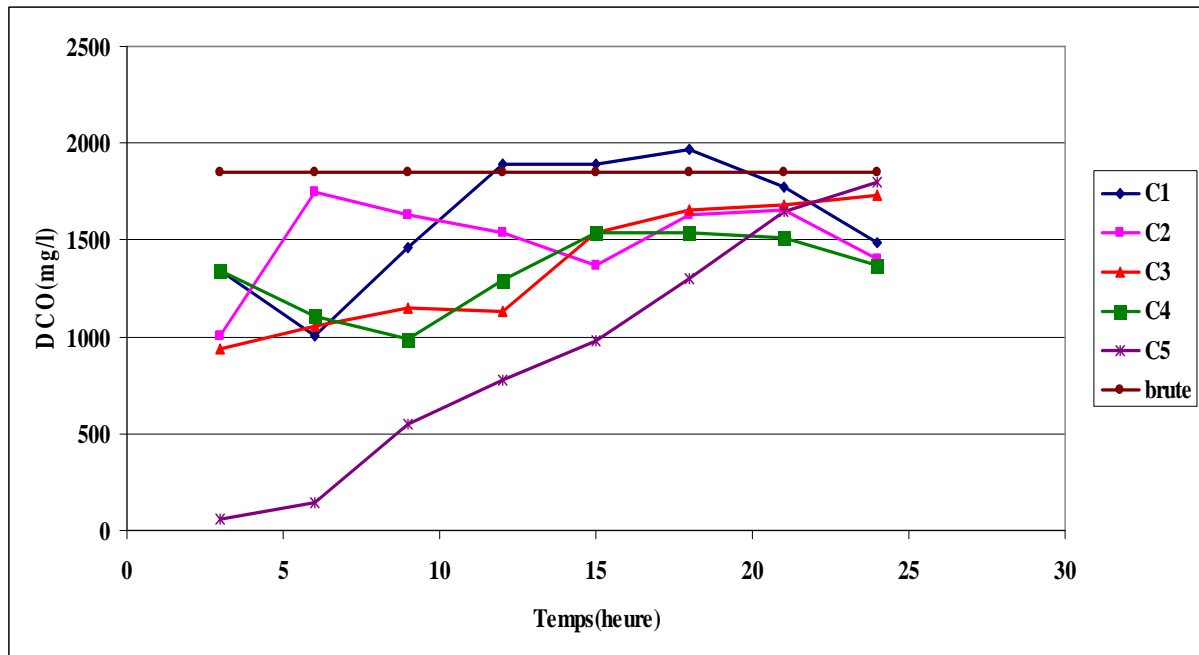
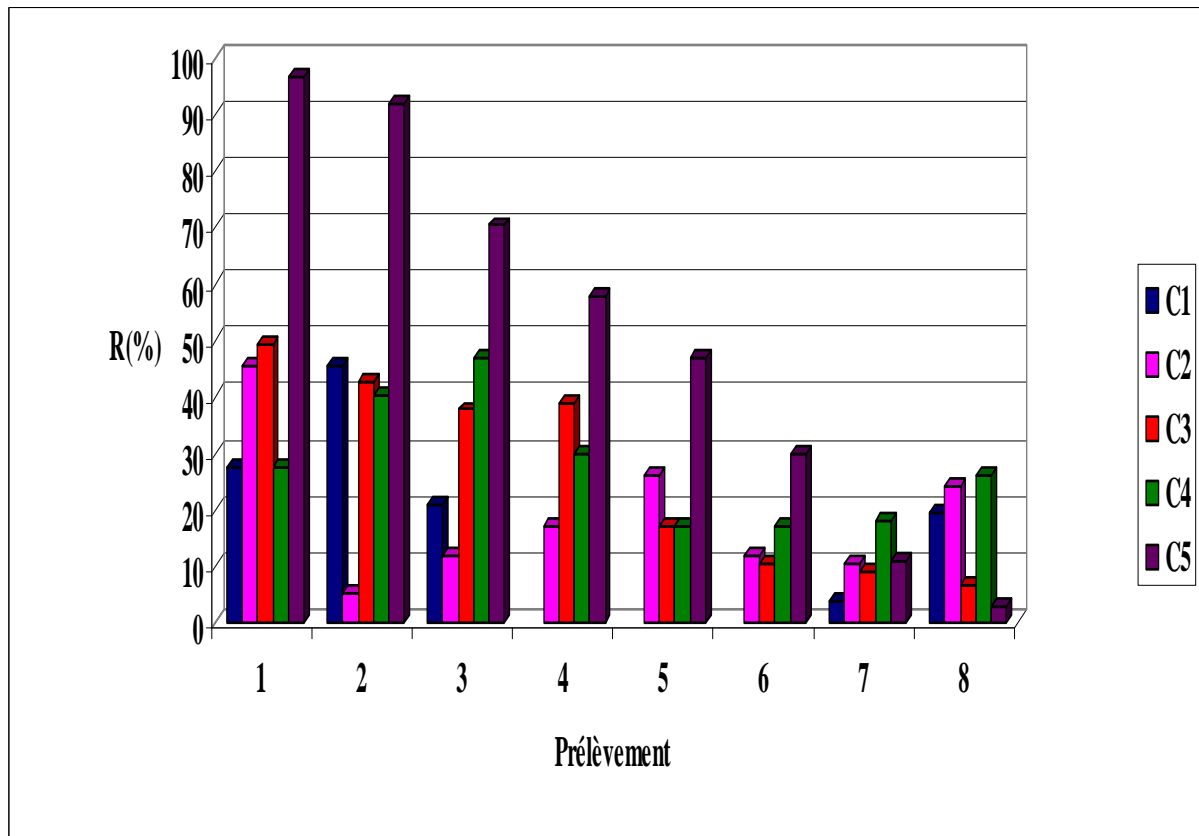


Figure (53): Evolution de rendement des colonnes avec le temps (en terme la DCO).



Colonne 5

- Nous avons observé le meilleur rendement pour cette colonne au début de son fonctionnement avec une valeur de 99.12%, et nous pouvons dire qu'elle a quasiment traité les eaux utilisées.
- Le rendement diminue régulièrement et reste quand même bon jusqu'à 12 heures de fonctionnement avec une valeur de 51.21%. Mais après cette durée, nous avons remarqué une forte diminution.
- Les valeurs de rendement sont comprises entre 15.32 et 99.12 %.

- Presque les mêmes allures de courbe ont été obtenues concernant l'évolution du rendement en fonction du temps pour les colonnes qui contiennent une couche de sable.

- Nous avons remarqué aussi que le rendement épuratoire de nos colonnes augmente avec la hauteur de la couche de CAG, ce qui est prévisible puisque la hauteur du lit est directement liée au nombre de sites d'adsorption et au temps de contact.

- La colonne monocouche de l'hauteur de 3 cm de CAG qui est choisie comme un repère a un bon rendement épuratoire mais perd de son efficacité rapidement, et nous constatons aussi un phénomène de désorption après 24 heures de fonctionnement .

- Par contre pour les colonnes de sable qui ont gardé un bon rendement avec le temps, ce caractère a diminué avec la diminution de la hauteur de la couche de sable. La diminution de l'efficacité de filtration avec le temps s'explique aussi par une diminution de la porosité du filtre de sable par un phénomène de colmatage [25,63].

VII.4.2. La DCO

Les mêmes constatations sont observées pour l'évolution du rendement en terme de la DCO que pour l'indice de phénol. Il s'agit d'une autre façon de dosage des composés phénoliques mais moins précise que le dosage colorimétrique.

Le rendement épuratoire a été variable d'une colonne à l'autre et avec le temps, et ses valeurs sont comprises entre 3.9 % et 45.45 % pour la première colonne, 5.19 % et 45.45 % pour la deuxième colonne 6.49 % et 49.35 %, 16.88% et 46.75% pour la troisième et la quatrième colonne respectivement et pour la cinquième colonne des valeurs de 2.59 % et 96.88%.

Et nous avons remarqué que leurs valeurs du rendement sont acceptables.

Conclusion générale

La quantité de polluants introduite dans l'environnement, via les réseaux d'assainissement, met sans aucun doute en danger l'équilibre écologique, si les eaux usées issues de différentes sources ne sont pas traitées au préalable de leur évacuation ou leur réutilisation. Parmi ces polluants, nous nous sommes orientés vers les composés phénoliques. En effet, des impacts négatifs sont observés sur les milieux récepteurs tels que la désoxygénation du milieu due aux apports de matière organique, la pollution microbiologique liée à l'apport d'agents pathogènes, et la pollution chimique associée aux micropolluants minéraux et organiques.

La compréhension du transfert des micropolluants dans un réseau d'assainissement passe principalement par la connaissance de leur mode d'introduction. Ce travail se présente donc comme une contribution à cette compréhension en passant par l'établissement d'un diagnostic global des eaux de prélèvement des différents sites étudiés.

Un premier constat peut être fait à travers nos résultats (valeurs moyennes trouvées en MES, DBO₅, et DCO), il s'agit de la présence d'une forte et irrégulière pollution organique des eaux résiduaires industrielles de la ville de Ouargla qui pourrait être dangereuse pour le milieu récepteur. De même, et au vu des valeurs de la conductivité électrique qui sont élevées, nous pouvons conclure à un autre type de pollution par les éléments minéraux.

En outre, la présence assez importante de composés phénoliques est mise en évidence dans les eaux des sites étudiés, dépassant dans la plupart des cas les normes admissibles des rejets d'eaux industrielles. Notamment au niveau du site 4 où la valeur de l'indice de phénol a atteint la valeur de 5.89 mg/l. Les techniques spectroscopiques Ft-IR et UV, nous ont permis de confirmer cette présence, mais il est sans doute nécessaire de recourir à des analyses plus poussées par d'autres techniques pour affiner cette caractérisation.

Une gestion rationnelle des ressources en eau et la mise en place de systèmes de purification des eaux usées de la ville de Ouargla nous semble indispensable pour minimiser les risques environnementaux liés aux rejets de ces eaux usées à l'état brut dans le milieu récepteur.

C'est dans ce contexte que nous avons entrepris l'étude de l'efficacité de la filtration tout en contribuant à la valorisation des matériaux locaux, afin d'améliorer la qualité de ces eaux et préserver le milieu récepteur des dangers de la pollution citée plus haut.

Le dispositif expérimental que nous avons ainsi proposé, est constitué par des colonnes contenant un lit fixe bicouche de charbon actif granulaire et du sable de dune (sable de N'GOUSSA de la région de Ouargla) à des hauteurs différents, a donné des résultats satisfaisants. Ces derniers ont montré une efficacité d'élimination des composés phénoliques, puisqu'un rendement allant jusqu'à 93.17% a été obtenu. Comparativement à des travaux antérieurs, la combinaison des deux matériaux sable et charbon actif a permis d'améliorer de façon considérable le rendement épuratoire.

Il apparaît nécessaire d'élargir le spectre de molécules couramment analysées aux autres composés organiques et inorganiques, afin d'améliorer le processus d'identification des sources de contamination. Néanmoins, l'utilisation des techniques couplées chromatographie-spectroscopie nous semble être plus indiquée pour une meilleure caractérisation aussi bien qualitative que quantitative.

Par ailleurs, il serait intéressant d'approfondir ce travail par l'étude d'autres modèles multicouches en matériaux locaux pour affiner le modèle de traitement qui pourrait être utilisé dans la lutte contre la pollution des effluents surtout industriels telle que celle des composés phénoliques.

LISTE DES TABLEAUX

Numéro	Titre	Page
01	Propriétés de quelques composés phénoliques parmi les 11 qui considérés prioritaires par (US EPA).	10-11
02	Critères pertinents caractérisants les contaminants à sélectionner	21
03	les sources possibles de la contamination par les composés phénoliques	22
04	Quelques industries de la Daïra de Ouargla (d'après la direction de l'industrie de Wilaya de Ouargla).	23
05	Les sites d'étude sélectionnés.	23
06	Etude statistique de nombre des animaux abattus dans l'abattoir de ville de Ouargla pendant l'année 2010.	27
07	Résultats des analyses physico-chimiques des eaux usées des sites étudiés pour la 1 ^{ère} campagne (juin 2010).	34
08	Résultats des analyses physico-chimiques des eaux usées des sites étudiés pour la 2 ^{ème} campagne (octobre 2010).	34
09	Résultats des analyses physico-chimiques des eaux usées des sites étudiés pour la 3 ^{ème} campagne (nov-déc 2010).	35
10	Concentration des phénols dans les différents sites de prélèvement	51
11	Les paramètres d'analyse par l'appareil d'IR	64
12	Les valeurs de la densité mesurées pour les extrais phénoliques	64
13	Résultats des analyses les échantillons par le spectrophotomètre UV-Visible	65
14	Résultats des analyses les échantillons par le spectrophotomètre IR	69
15	Propriétés physico-chimiques de polluants modèles étudiés	89
16	Les caractéristiques des eaux phénoliques préparées	90
17	Les caractéristiques du charbon actif et du sable utilisés	91
18	L'hauteur du sable et du charbon actif à prendre pour chaque colonne.	92
19	Résultats d'analyse de l'indice de phénol pour l'eau traitée de chaque colonne et avec le temps.	96
20	Résultats d'analyse de la DCO pour l'eau traitée de chaque colonne et avec le temps.	96

LISTE DES FIGURES

Numéro	Titre	Page
01	la liste de 132 substances dangereuses prioritaires considérées par EU « liste noire »	6
02	La délocalisation de la charge négative de l'anion phénolate	8
03	Structures d'onze composés phénoliques considérés prioritaires par (US EPA)	9
04	La carte de situation de la cuvette de Ouargla	13
05	Localisation de sites d'étude dans la ville de Ouargla	25
06	Photo de premier point de prélèvement (site 5)	27
07	Photo de deuxième point de prélèvement (site 6)	27
08	Températures mesurées à partir des eaux des différents sites étudiés	36
09	pH mesurés à partir des eaux des différents sites étudiés	36
10	Conductivités électriques des eaux des différents sites étudiés	39
11	Teneurs en matières en suspension des eaux des différents sites étudiés.	39
12	Valeurs de la DCO des eaux des différents sites étudiés	41
13	Valeurs de la DBO des eaux des différents sites étudiés	41
14	Valeurs du rapport DCO/DBO ₅ des eaux des différents sites étudiés	44
15	Valeurs du rapport DBO ₅ / DCO des eaux des différents sites étudiés	44
16	Valeurs du rapport MES / DBO ₅ des eaux des différents sites étudiés	46
17	Valeurs du rapport MO des eaux des différents sites étudiés	46
18	Mécanisme de la réaction de coloration	48
19	La courbe d'étalonnage (1).	50
20	L'indice de phénol des eaux des différents sites étudiés à des périodes différentes	51
21	Fractionnement des micropolluants organiques en fonction de propriétés physico-chimiques : point d'ébullition, masse moléculaire, hydrosolubilité et pH	54
22	le digramme de distribution des espèces prédominantes	55
23	Le protocole d'extraction des composés phénoliques	57
24	Types de transition des électrons	60
25	schématique d'un spectrophotomètre de type monofaisceau à monochromateur	60
26	Schéma d'un spectromètre FT-IR	63
27	Le spectre UV de l'extrait phénolique (1)	65
28	Le spectre UV de l'extrait phénolique (2)	66
29	Le spectre UV de l'extrait phénolique (3)	66
30	Le spectre UV de l'extrait phénolique (4)	67
31	Le spectre UV de l'extrait phénolique (5)	67
32	Le spectre UV de l'extrait phénolique (6)	68
33	Le spectre UV de l'extrait phénolique (7)	68
34	Le spectre IR de l'extrait phénolique (1)	70
35	Le spectre IR de l'extrait phénolique (2)	70
36	Le spectre IR de l'extrait phénolique (3)	71
37	Le spectre IR de l'extrait phénolique (4)	71
38	Le spectre IR de l'extrait phénolique (5)	72

39	Le spectre IR de l'extrait phénolique (6)	72
40	Le spectre IR de l'extrait phénolique (7)	73
41	Représentation schématique de la surface interne et externe d'un adsorbant	76
42	Les étapes de l'adsorption	77
43	Une feuille de graphène	80
44	Représentation schématique des microstructures du charbon actif	80
45	Représentation des groupements fonctionnels présents en surface du charbon actif	81
46	La courbe granulométrique du charbon actif utilisé	90
47	Photo du dispositif expérimental	92
48	Colonne et procédé d'alimentation	92
49	La courbe d'étalonnage (2)	93
50	La variation de l'indice de phénol des eaux traitées en fonction du temps pour chaque colonne	97
51	Evolution de rendement des colonnes avec le temps (en terme l'indice de phénol)	97
52	La variation de la DCO des eaux traitées en fonction du temps pour chaque colonne	99
53	Evolution de rendement des colonnes avec le temps (en terme la DCO)	99

BIBLIOGRAPHIE

- [1]: F. TEXIER, Colloque Santé et environnement : risques et enjeux, Université Senghor, Alexandrie, Egypte 17 - 18 février 2007
- [2]: A. DOUADI, Contribution à l'analyse qualitative et quantitative de quelques polluants organiques dans les eaux usées de la région de Ouargla, Mémoire de magister, Université de Ouargla, 2-26p, 2002.
- [3]: Ministère de l'Environnement et de la Faune du Québec, 1996
- [4]: J-C. BOEGLIN, Analyse des eaux résiduaires. Pollution industrielle de l'eau caractérisation, classification, mesure, Techniques de l'Ingénieur, traité Génie industriel, G 1 210, p1, 1997
- [5]: C. MANOLE-CREANCA, Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique), Thèse de doctorat, L'institut National Polytechnique de Toulouse, France, p1-iii-iv-v-8-9-10-14-15-16-17-18-19-58-63-66, 2007
- [6]: J. LESAVRE, Rapport, Agence de l'eau Seine-Normandie
- [7]: A. NAMANE, Y. CHERGUI, A. HELLAL, Sciences & Technologie A – N°27 Volume-B, pp. 79-83, Université Mentouri, Constantine, Algérie, Juin 2008
- [8]: F. BADIA-GONDARD, L'assainissement des eaux usées, Editions Techni.Cités, p5, 2003
- [9]: L. ZELLA, D. SMADHI, L'eau la gouvernance et l'éthique, Office des publications universitaires, p 9-11, Ed 2006
- [10]: A. RODRIGEZ-GRACIA, Etude de la congélation comme technique de traitement des eaux: applications spécifiques, Thèse de doctorat, L'institut National Des Sciences Appliquées de Toulouse, L'université de Toulouse, France, p9-10-11, 2004
- [11]: F. REJSEK, Analyse des eaux aspects réglementaires et techniques, Edition Centre régional de documentation pédagogique d'aquitaine France, p71-72-73-165-166-204-206-209-211-, 2002
- [12]: Conseil canadien des ministres de l'environnement, Proposition de Cadre Réglementaire sur les Eaux Usées, p1, Octobre 2007
- [13]: R. SALGHI, Différents filières de traitement des eaux, cours préparés, Ecole Nationale des Sciences Appliquées d'Agadir
- [14]: THEVENOT, Master SGE Module Eau (34U3), Centre d'Enseignement et de la recherche Eau Ville Environnement , Université de paris , France, 2005

- [15]:B. LEMIERE, J-J. SEGIN, C. LECNERN, D. GUYONNET, P. BARANGER, D. DARMENDRAIL, P. COUIL, Guide sur le comportement des polluants dans les sols et les nappes. BRGM/RP-50662-Fr, p103, 2001
- [16]: I. LIMAM, A. GUENNE, M-R, DRISS, L. MAZEAS, Journal de la Société Chimique de Tunisie, 12, p63-70, 2010
- [17]: J. F. BIERNAT, B. MAKUCH, Polish Journal of Environmental Studies Vol. 9, No. 2 , p71-75 ,(2000)
- [18]:C. AYRAL, Elimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif, Thèse de doctorat, L'Institut National Polytechnique de Toulouse, L'université de Toulouse, France,p8-11, 2009
- [19]:S. ACHOUR, S. GUERGAZI, Rev. Sci. Eau 15/3, p641-660, (2002)
- [20]:C. MAHUGO-SANTANA, Z. SOSA-FERRERA, E. TORRES-PADRON, J. JUAN, S. RODRIGUEZ, Molecules, 14, doi:10.3390/molecules14010298, p298-320, 2009
- [21]:M. BISSON, R. DIDERICH, G. LACROIX, J. LEFEVRE, S. LEVEQUE, H. MAGAUD, C. VILLEY, Phenol, INERIS– Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances chimiques-DRC-01-25590-01DR021.docVersion N°2-1, 2005
- [22]:M. BISSON, S. JOACHIM, G. LACROIX, S. LEVEQUE, J. LEFEVRE, L. MALLERET, D.OBERSON, M-P. Strub, 2, 4,6-Trichlorophénol, INERIS– Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances chimiques -DRC-01-25590 01DR034.docVersion1, 2 juin 2005
- [23]: J-M. BRIGNON, Pentachlorophénol, I N E R I S - Données technico-économiques sur les substances chimiques en France- INERIS –DRC-MECO Version N°1,mai 05 2005
- [24]:2,4-Dichlorophénol Safe handling guide, Dow AgroSciences L.L.C,Y44-135-001(9/00)ET,2000
- [25]:Y. TOUIL, Etude des possibilités de la réutilisation des eaux de drainage dans la cuvette de Ouargla, Mémoire de magister, Ecole Nationale supérieure d'hydraulique, Blida, 2002
- [26]:C. LEGER, Vallée de Ouargla- Etude d'assainissement des eaux résiduaires pluviales et d'irrigation, Mission IIB:Caractérisation environnementale de la situation actuelle, Office National de L'assainissement des Ressources en eau, Algérie, 2003
- [27]:R. SLIMANI, Contribution à l'évaluation d'indicateurs de pollution environnementaux dans la région de Ouargla: Cas des eaux de rejets (agricoles et urbaines), Mémoire de magister, Département des sciences agronomiques, Université de Ouargla, p11-13-20-24-25-29 2006

- [28]:Compte-rendu des groupes de travail, Colloque de Lancement du programme Medicis, 2003
- [29]:H. UCUM, E. YILDIZ, A. NUHOGLU, Journal of Bioresource Technology ELSEVIER, 101, p2965-2971, 2010
- [30]:N. AMIN, J. AKHTAR, H.-K. RAI, Journal of Chemical Engineering ELSEVIER , CEJ-6759, p8, 2010
- [31]:S. LIN, R. JUNG, Journal of Environmental Management ELSEVIER, 90, p1336-1349, (2009)
- [32]:M. SHOURIAN, K. NOGHABI, H-S. ZAHIRI, T. BAGHERI, G. KARBALLAEI, M. MOLLAEI, I. RED, S. AHADI, J. RAHEB, H. ABASI , Journal of Desalination ELSEVIER, 246, p 577-594 , (2009)
- [33]: B-C. MEIKAP, G-K. ROT, Journal of the IPHE, India, 3, 1997
- [34]:O. FIEHN, M. JEKEL, Journal of Chromatography ELSEVIER, A, 769, p189-200, 1997
- [35]:M. BAJAJ, C. GALLERT, J. WINTER, Journal of Biosource Technology ELSEVIER, 99, p8376-8381, 2008
- [36]: I-C. MCCALL, A. BETANZOS, D-A. WEBER, P. NAVA, G-W. MILLER-C- A. PARKOS, Journal of Toxicology and Applied Pharmacology ELSEVIER, 241 ,p61-70,2009
- [37]: L-D. KOUADIO, S-K. TRAORE, Y-A. BEKRO, M. VERONIQUR, A. DEMBELE, K. MAMADOU, P. MAZELLIER, B. LEGUBE, P. HOUENOU, Journal of Scientific Research, Vol. 27 No.1, p.140-151, 2009
- [38]:Y. ELGUAMRIL, D. BELGHYTIL, K. ELKHARRIM, S. RAWEH, I. SYLLA'L, M. BENYAKHEF, Sud Sciences et Technologie, n°16, 0796-5419, juin 2008
- [39]:V. JOHANET, M. MIZIER, L'eau, L'industrie, Les nuisances n°269
- [40]: J. RODIER, 8^e edition , Dunod, Paris, P59-61-64-66-369-379-381-535-537-564-567-1044, 2005
- [41]:Centre D'expertise En Analyse Environnementale Du QUÉBEC,Détermination des phénols (indice phénol) dans les eaux souterraines, les eaux de surface,l'eau potable et les eaux usées : méthode colorimétrique automatisée avec l' amino-4-antipyrine. MA. 400 – Phé 1.0, Ministère de l'Environnement du Québec, p15, 2003
- [42]: O. BORDJIBA, F. BEKHOUCHE, A. HASSAINE, R. DJENIDI, European Journal of Scientific Research ,Vol.26 No.1, p87-97, 2009
- [43]:S. HAZOURLI, L. BOUDIABA, M. ZIATI, Larhyss Journal, 1112-3680, n°06, p45-55, 2007
- [44]:J. BAI, J-P. WEN, H-M. LI, Y. JIANG, Process Biochemistry ELSEVIER, 42. P510-517, 2007

- [45]:G. TZIOTZIOS, M. TELIOU, V. KALTSOUNI, G. LYBERATOS, D-V. VAYENAS, Biochemical Engineering Journal ELSEVIER, 26, P65-71, 2005
- [46]: E-M. CONTRAS, M-E. ALBERTARIO, N-C. Bertola, N-E. ZARITZKY, Journal of Hazardous Materials ELSEVIER, 158, p366-374, 2008
- [47]: US EPA Method 3650B, Acide-Base Partition Cleanup, US EPA, 1996
- [48]: T-C. ZERARKA, Méthodes spectroscopiques d'analyses chimiques, Office des publications universitaires 09, p5, 1994
- [49]:P. GOSSART, Contribution à l'étude des interactions de la matière organique des sols avec les métaux lourds Etude structurale et analytique de molécules modèles,Thèse de doctorat,l'Université des sciences et Technologies de Lille, p46-49, 2001
- [50]: الدكتور ا.الصفار, الطرق الآلية في التحليل الكيميائي, ديوان المطبوعات الجامعية رقم النشر 1.03, 2375, ص52-50
1991, 122-99-50
- [51]:P. Galez, Techniques Spectroscopiques -Spectrophotométrie UV/visible, Mesures Physiques Annecy – MPh2 SE3 ME3 – PG, 2008
- [52]:R. SILVERSTEIN, F. WEBSTER, D. KIEMLE, Identification spectrométrique de composés organiques, Edition de Boeck et Larcier s.a., 2^{ème} édition, p72, 2007
- [53]: N. LAHBABI, Z. RAIS, M. HAJJAJI, S. KACIM, Afrique SCIENCE 05(3), p14 – 24, 2009
- [54]:H. DEBELLEFONTAINE, P. STRIOLO, M. CHAKCHOUK, J-N. FOUSSARD, J. BESOMBES-VAILHE, Revue des sciences de l'eau, p5555-572, 1992
- [55]: I. KAMENEV, R. MUNTER, L. PIKKOV, Estonian Academy Publishers, Oil Shale, Vol. 20, No. 4 ,p 443-457, 2003
- [56]:K. LIN, J. PAN, Y. CHEN, R. CENG, X. XU, Journal Of Hazardous Materials ELSEVIER , 161, p231-240, 2009
- [57]: S. HEMSAS, Contribution à l'étude de la décoloration des eaux sur grignons d'olives valorisés. Etude dynamique, Mémoire de magister, Université M'Hamed Bougara Boumerdès, , p41-44,2008
- [58]: C. DAINES, B. BOZKAYA, Elimination de la matière organique dans les concentrats membranaires, Veolia Environnement Centre de Recherche sur l'Eau, Anjou Recherche, 2008
- [59]:Z. MERZOUGUI, Préparation de matériaux à grand pouvoir adsorbant par activation de dérivés lignocellulosiques, Mémoire de magister, Université des sciences et de la technologie Houari Boumediene (U.ST.H.B) Alger, 1996
- [60]: R. COLOMB, Hydraulique urbaine, Edition Eyrolles Paris, 1989

- [61]:C. GOUGOUSSIS, Assainissement individuel et aptitude des sols a l'élimination et a l'épuration des effluents domestiques, Edition Institut national polytechnique de lorraine, 1979
- [62]: R. DISJADIND, Le traitement des eaux, Edition de l'école polytechnique de Montréal, 1997
- [63]:Y. GHERAIRI, Contribution à l'étude de l'efficacité de la filtration biologique sur sables de dunes, Université Kasdi Merbah Ouargla, 2008
- [64]:DEGREMONT, Mémento technique de l'eau, Edition du cinquanteaire,9^{ème} Edition,Tome1,1989
- [65]: A. MUSY, M. SOUTTER, Physique du sol, Presse polytechnique et universitaires romandes, 1991
- [66]: G. AUBERT, Méthodes d'analyse des sols, Edition centre régional de documentation pédagogique de Marseille, 1978
- [67]: A. LANCASTRE, Hydraulique générale, Edition Eyrolles Paris, 1996
- [68]: D. BAIZE, Guide des analyses en pédologie, Edition INRA éditions paris, 2000
- [69]: N. KARPEL-VEL-LEITNER, J. DE-LAAT, H. SUTY, M. DORE, Revue des sciences de l'eau / Journal of Water Science, vol. 8, n° 2, p163-181, 1995

Liste des abréviations

Abréviation	Signification
OMS	Organisation Mondiale de la Santé
DCO	Demande chimique en oxygène
DBO5	Demande biologique en oxygène de cinq jours
MO	Matière organique
ERU	eaux usées résiduaires urbaines
HAP	hydrocarbure aromatique
EU	Union Européenne
USEPA	agence américaine pour la protection de l'environnement
T _f	température de fusion
T _{eb}	température d'ébullition
Log p	logarithme de coefficient de partage
ρ	masse volumique
CI	Continental Intercalaire
CT	Complexe Terminal
UNESCO	ultraviolet
UV	infrarouge
IR	site
STEP	station d'épuration
ADE	Algérienne des eaux
pH	Potentiel d'Hydrogène
CE	conductivité électrique
UTPS	usine de transformation du plastique
MES	matière en suspension
CMA	concentration maximale admissible
COV	composés organiques volatiles
AH	acide
B	base
OM	orbital moléculaire
FT-IR	infrarouge transformée de Fourier
DN	diamètre nominal

RN	route national
CAP	charbon actif en poudre
CAG	charbon actif en grain

Tableau (1): Méthodes d'analyse des différents paramètres.

paramètres	Méthodes d'analyse	Unités	Sources
Température	pH mètre de marque PHB-1 portable	°C	Analyse de l'eau, Rodier, 2005
pH	pH mètre de marque PHB-1 portable		Analyse de l'eau, Rodier, 2005
Conductivité	Conductimètre de type (WTW LF330/Tetra Con [®] 325, et de type DDS J-308A)	µs/ cm	Analyse de l'eau, Rodier, 2005
Matière en suspension	Filtration sur papier filtre	mg/l	Norme EN 872:1996
DCO	Méthode par oxydation avec du KMnO ₄	mg/l	Norme NFT 90-101
DBO ₅	Méthode instrumentale	mg/l	Analyse des eaux aspects réglementaires et techniques, F.Rejsek, 2002
Indice de phénol	Méthode de dosage colorimétrique (par 4Aminoantipyrin)	mg/l	MA. 400 – Phé 1.0

Annexes

Tableau (2): Facteurs de correction de température, pour la conversion de valeurs de conductivité d'eaux naturelles mesurées à une température différente de 25°C [11, 40].

T °C	f ₂₅									
	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
15	1.256	1.253	1.249	1.246	1.243	1.240	1.237	1.234	1.231	1.228
16	1.225	1.222	1.219	1.216	1.214	1.211	1.208	1.205	1.202	1.199
17	1.196	1.193	1.191	1.188	1.185	1.182	1.179	1.177	1.174	1.171
18	1.168	1.166	1.163	1.160	1.157	1.115	1.152	1.149	1.147	1.144
19	1.141	1.139	1.136	1.134	1.131	1.128	1.126	1.123	1.121	1.118
20	1.116	1.113	1.111	1.108	1.105	1.103	1.101	1.098	1.095	1.093
21	1.091	1.088	1.086	1.083	1.081	1.079	1.076	1.074	1.071	1.069
22	1.067	1.064	1.062	1.060	1.057	1.055	1.053	1.051	1.048	1.046
23	1.044	1.041	1.039	1.037	1.035	1.032	1.030	1.028	1.026	1.024
24	1.021	1.019	1.017	1.015	1.013	1.011	1.008	1.006	1.004	1.002
25	1.000	0.998	0.996	0.994	0.992	0.990	0.987	0.985	0.983	0.981
26	0.979	0.977	0.975	0.973	0.971	0.969	0.976	0.965	0.963	0.961
27	0.959	0.957	0.955	0.953	0.952	0.950	0.948	0.946	0.944	0.942
28	0.940	0.938	0.936	0.934	0.933	0.931	0.929	0.927	0.925	0.923
29	0.921	0.920	0.918	0.916	0.914	0.912	0.911	0.909	0.907	0.905
30	0.903	0.902	0.900	0.898	0.896	0.895	0.893	0.891	0.889	0.888
31	0.886	0.884	0.883	0.881	0.879	0.877	0.876	0.874	0.872	0.871
32	0.869	0.867	0.866	0.864	0.863	0.861	0.859	0.858	0.856	0.854
33	0.853	0.851	0.850	0.848	0.846	0.845	0.843	0.842	0.840	0.839
34	0.837	0.835	0.834	0.832	0.831	0.829	0.828	0.826	0.825	0.823
35	0.822	0.820	0.819	0.817	0.816	0.814	0.813	0.811	0.810	0.808

Tableau (3): Calcule de la minéralisation à partir de la conductivité mesurée à 20°C [11, 40].

Conductivité en $\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$	Minéralisation en $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$
<50	1.365079 x conductivité (*) ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$) à 20°C
Entre 50 et 166	0.947658 x conductivité (*) ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$) à 20°C
Entre 166 et 333	0.769574 x conductivité (*) ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$) à 20°C
Entre 333 et 833	0.715920 x conductivité (*) ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$) à 20°C
Entre 833 et 10000	0.758544 x conductivité (*) ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$) à 20°C
> 10000	0.850432 x conductivité (*) ($\mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$) à 20°C
(*) x 1.116 pour 25°C.	

Tableau (4): Les normes algériennes de rejet des eaux et les paramètres d'analyse de la pollution (Journal officiel de la république algérienne, 1993)

Paramètre	Valeur limite
T (°C)	30
pH	5.5- 8.5
CE ($\mu\text{s}/\text{cm}$)	2500
DCO (mg/l)	120
DBO5 (mg/l)	40
MES (mg/l)	30
Cl^- (mg/l)	200
P2O5 (mg/l)	2
SO4^{2-} (mg/l)	250
NO3^- (mg/l)	80
NO2^- (mg/l)	0,1
Indice de phénol (mg/l)	0.5

II. Photos



Photo 01: Des échantillons collectés des eaux usées des sites étudiés.

1. Les analyses physico-chimiques



Photo 02: Montage à reflux pour la détermination de la DCO.



Photo 03: Titrage pour la détermination de la DCO.



Photo 04: La DBO mètre pour la détermination de la DBO.



Photo 05: Filtration pour la détermination de MES.

2. L'analyse colorimétrique (indice de phénol)



Photo 06: Montage de distillation des eaux usées.



Photo 07: Les solutions étalons de dosage colorimétrique (indice de phénol) par la méthode de 4-Aminoantipyrine.

3. L'extraction des composés phénoliques



Photo 08:Extraction liquide –liquide pour l'obtention des extraits phénoliques.



Photo 09:L'évaporation du solvant par la Rota-vap.

4. L'analyse qualitative (UV-Visible, IR)



Photo 10:Le spectrophotomètre UV-visible.

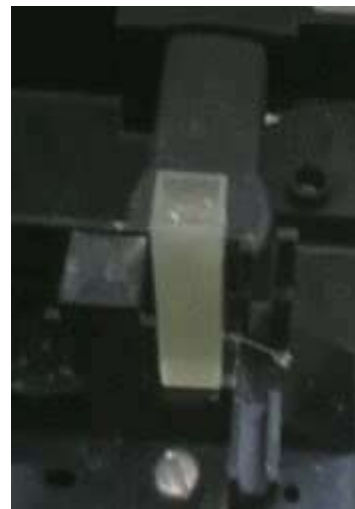


Photo 11:La cuve en quartz.



Photo 12:Le spectrophotomètre FTIR.

5. La caractérisation des matériaux filtrants



Photo 12: L'analyse granulométrique

Résumé

Des composés toxiques se trouvent fréquemment dans les rejets des eaux usées (domestiques ou industrielles) avec des biodégradabilités très variables. Parmi ceux-ci, nous pouvons citer les phénols. Le phénol et ses dérivés sont considérés par l'Agence de Protection de l'Environnement comme d'importants polluants organiques. L'objectif de cette étude est l'évaluation de la charge polluante des eaux résiduaires de quelques sites industriels de la ville de Ouargla et de proposer un traitement convenable permettant son recyclage, réduisant ainsi les nuisances que subit l'environnement récepteur. Les échantillons des eaux sont collectés à partir de sept sites différents, un hôpital, trois stations de lavage, un abattoir et une usine de transformation du plastique. La caractérisation physico-chimique des eaux usées brutes a révélé que ces rejets sont chargés en matière organique en terme de DCO (153.6 à 36120 mg/l) en DBO₅ (100 à 4700 mg/l) en MES (29 à 14702 mg/l) et une conductivité électrique (2.93 à 45.92 ms/cm) avec un pH (de 5 à 9). La norme Algérienne de rejet industriel est souvent dépassée pour la majorité des paramètres étudiés. Ces eaux usées présentent une charge organique élevée (rapport DBO₅/ DCO = 0.012 à 0.45 et MES/ DBO₅= 0.2625 à 73.51 DCO/ DBO₅= 2.2301 à 83.124), elle présente dans la plus part des cas une mauvaise biodégradabilité. La plus part des valeurs de l'indice de phénol trouvées pour les échantillons des eaux usées prélevées des sites étudiés dépassent la concentration maximale admissible "CMA" qui est 0.5 mg/l, elles varient de 0.63 à 5.889 mg/l. Les spectres UV et Ft-IR nous confirment bien que les eaux usées des sites étudiés contiennent des composés phénoliques. Par ailleurs, nous avons mis en place un dispositif permettant de réduire voir même d'éliminer les composés phénoliques, il s'agit d'une colonne de traitement composée d'un lit fixe bicouche de Charbon Activé Granulé (CAG) et du sable de dunes. Les résultats obtenus en termes de rétention des polluants phénoliques sont satisfaisants.

Les mots clés: Ouargla, micropolluants organiques, les composés phénoliques, indice de phénol, les eaux usées industrielles, traitement, charbon actif, sable de dune, colonne bicouche.

ملخص

من المركبات السامة التي تتواجد غالبا في مصبات المياه القذرة (المنزلية أو الصناعية) ذات التفكك البيولوجي المتغير و التي تشكل خطر على الأنظمة الحية نستطيع أن نذكر الفينولات. وكالة حماية البيئة تعتبر الفينول ومشتقاته من بين أهم الملوثات العضوية. الهدف من هذه الدراسة تقييم مدى تلوث المياه القذرة لبعض المناطق الصناعية لمدينة ورقلة و اقتراح طريقة مناسبة لمعالجتها تسمح بإعادة استعمالها, والتقليل من الخطر الذي تحمله للوسط المستقبل. عينات المياه المدروسة جمعت من سبع مناطق مختلفة, مستشفى واحد, ثلاثة محطات تنظيف, المذبح و مصنع لتحويل البلاستيك. التحاليل الفيزيوكيميائية للمياه القذرة الخام أظهرت أنها معبأة بالمواد العضوية, حيث أن قيم الطلب الكيميائي للأوكسجين تتراوح من 153.6 إلى 36120 مغ/ل. قيم الطلب البيولوجي للأوكسجين تتراوح من 100 إلى 4700 مغ/ل. المواد العالقة من 29 إلى 14702 مغ/ل. الناقلية الكهربائية من 2.93 إلى 45.92 مس/سم, و قيم للكومن الهيدروجيني تتراوح من 5 إلى 9. أغلبية القيم للخصائص المدروسة تتجاوز المعايير الجزائرية للمصبات الصناعية وتظهر كميات عالية من المادة العضوية (نسبة $DCO/ DBO_5 = 0.012$ إلى 0.45 و $DBO_5/ MES = 0.2625$ إلى 73.51 $DCO/ DBO_5 = 2.2301$ إلى 83.124) ذات تفكك بيولوجي سيء. أغلبية قيم معامل الفينول لعينات المياه القذرة المأخوذة من المواقع المدروسة تتجاوز المعايير حيث أن التركيز الأعلى المسموح به هو 0.5 مغ/ل. أطيفاف فوق البنفسج UV و تحت الحمراء Ft-IR, تؤكد لنا أن المياه القذرة للمواقع المدروسة تحوي مركبات فينولية.

سمحت هذه الدراسة بالتخلص من المركبات الفينولية من المياه القذرة باستعمالنا لنموذج معالجة يتمثل في عمود ثنائي الطبقة مكون من الفحم المنشط الحبيبي والرمل. أظهرت النتائج المحصل عليها فعلية جيدة في تنقية المياه من الملوثات الفينولية, و تعتبر جد مرضية.

الكلمات المفتاحية: ورقلة, الملوثات العضوية, المركبات الفينولية, معامل الفينول, المياه القذرة الصناعية, المعالجة, الفحم المنشط, الكثبان الرملية, عمود الطبقتين.

SOMMAIRE

Introduction générale	01
CHAPITRE I:GENERALITES	
I.1.Introduction	03
I.2. Cas des eaux usées	03
I.2.1. Les différents types d'eaux usées	04
I.2.1.a. Les eaux usées urbaines	04
I.2.1.b. Les eaux pluviales	04
I.2.1.c. Les eaux agricoles	04
I.2.1.d. Les eaux industrielles	05
I.2.2.Classification des polluants	05
I.2.2.1.Polluants physiques	05
I.2.2.2. Polluants chimiques	05
I.2.2.3. Polluants biologiques	06
I.2.2.4. Polluants radioactifs	06
I.3.Exemples de quelques polluants chimiques	06
CHAPITRE II:PRESENTATION DE LA REGION D'ETUDE (VILLE DE OUARGLA)	
II.1.La présentation générale	12
II.2.Situation géographique et administrative	12
II.2.1.La situation géographique	12
II.2.2.Situation administrative	12
II.3. Milieu physique	12
II.3.1.Présentation climatique	12
II.3.2.Géologie	14
II.3.3.Géomorphologie	14
II.3.4.Ressources en eaux souterraines	14
II.4.Les eaux de rejet dans la ville de Ouargla	17
II.4.1.L'assainissement agricole et ses problèmes	17
II.4.2.L'assainissement urbain	17
II.4.2.1.Réseau d'assainissement	17
II.4.2.2. Localisation des points de rejet	18
II.4.2.3.Diagnostic des installations d'assainissement urbain	19
II.4.2.4.Effet des eaux usées surtout industriel sur le milieu naturel	19
CHAPITRE III:LES SYSTEMES ETUDIÉS	
III.1.Introduction	20
III.2. Le choix des composés étudiés	20
III.3.1. Le choix de sites d'étude	21
III.3.2. La présentation des sites d'étude	24
III.4.Mode de prélèvement et de conservation	28
CHAPITRE IV:CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE DES EFFLUENTS INDUSTRIELLES DE LA VILLE DE OUARGLA	
IV.1.Introduction	29
IV.2.Matériels et méthodes	29

IV.2.1.Les paramètres physico-chimiques	29
IV .2.1.1.La température	29
IV.2.1.2.Le pH	29
IV.2.1.3.La conductivité électrique	30
IV.2.1.4.La matière en suspension	30
IV.2.1.5.Les matières organiques	31
IV.2.1.5.1. La demande biologique d'oxygène à 5 jours (DBO ₅)	31
IV.2.1.5.2. La demande chimique en oxygène (DCO)	31
IV.2.1.5.3. L'indice de biodégradabilité (DCO / DBO ₅)	32
IV.2.1.5.4.Matières organiques ou oxydables (MO)	32
IV.2.2. Appareillage et matériels utilisés	33
IV.2.3. Réactifs utilisés	33
IV.3.Résultats et discussion	34
IV.3.1.Evaluation de la pollution organique des eaux usées	42
IV.3.1.1Le rapport DCO/DBO ₅	42
IV.3.1.2.Le rapport DBO ₅ /DCO	43
IV.3.1.3.Le rapport MES/ DBO ₅ et matières oxydables (MO)	45
CHAPITRE V: ANALYSE COLORIMETRIQUE	
V.1.Introduction	47
V.2.Matériels et méthodes	47
V.2.1. L'analyse colorimétrique (indice de phénol)	47
V.2.2. Principe et théorie	48
V.2.3.Appareillage et matériels utilisés	48
V.2.4.Réactifs utilisés	49
V.2.6.Protocole d'analyse	49
V.2.6.1.La distillation	49
V.2.6.2.Le développement de la coloration	49
V.2.6.3.Mesure spectroscopique	49
V.2.7.Calcul et expression des résultats	49
V.3.Résultats et discussion	51
CHAPITRE VI:EXTRACTION ET ANALYSE QUALITATIVE DES EXTRAITS PHENOLIQUES	
VI.1.Introduction	53
VI.2.Fractionnement et identification des micropolluants organiques	53
VI.2.1.L'extraction liquide –liquide	55
VI.2.1.1.Principe	55
VI.2.1.2.Matériels et méthodes	56
VI.2.1.2.1.Protocole d'extraction	56
VI.2.1.2.2.Appareillage et matériels utilisés	56
VI.2.1.2.3. Réactifs utilisés	58
VI.2.2. L'analyse qualitative	58
VI.2.2.1.L'analyse par la spectrophotométrie ultraviolette (UV)	58
VI.2.2.1.1. Principe et théorie	59
VI.2.2.1.2.Matériels et méthodes	61
VI.2.2.2.L'analyse par la spectrophotométrie infrarouge (IR)	61
VI.2.2.2.1.Principe et théorie	61
VI.2.2.2.2.Matériels et méthodes	64

VI.3.Résultats et discussion	64
VI.3.1.La densité des extraits	64
VI.3.2.L'analyse des spectres UV et FT-IR	64
VI.3.2.1. L'analyse par la spectrophotométrie ultraviolette (UV)	64
VI.3.2.2. L'analyse par la spectrophotométrie infrarouge (IR)	69
CHAPITRE VII:ELIMINATION DES COMPOSES PHENOLIQUES PAR SYSTEME DE TRAITEMENT BICOUCHE	
VII.1. Introduction	74
VII.2. Principe et théorie	74
VII.2.1. Adsorption du charbon actif	75
VII.2.1.1.Les différentes formes du charbon actif	78
VII.2.1.1.1.Le charbon actif en poudre (CAP)	78
VII.2.1.1.2.Le charbon actif en grains (CAG)	79
VII.2.1.2.Influence des caractéristiques physiques du charbon actif sur l'adsorption	79
VII.2.1.3.Structure chimique à la surface du charbon actif	80
VII.2.1.4.L'adsorption du phénol et de ses dérivés sur charbon actif	81
VII.2.1.5.Effet de solvant	82
VII.2.1.6.Influence du pH	82
VII.2.1.7.Influence de la température sur l'adsorption du phénol	83
VII.2.1.8.Influence de la solubilité	83
VII.2.2.La filtration sur sable	84
VII.2.2.1.Types de filtres	86
VII.2.3.Caractéristiques des matériaux filtrants	87
VII.3.Matériels et méthodes	89
VII.3.1. Systèmes étudiés	89
VII.3.1.1. Les eaux polluées	89
VII.3.1.2. Matériaux filtrant	90
VII.3.2. Dispositif expérimental et mode opératoire	91
VII.3.3. Méthodes de dosage	93
VII.3.3.1. Dosage colorimétrique (indice de phénol)	93
VII.3.3.2. Dosage de la demande chimique en oxygène	94
VII.3.4. Appareillage et matériels utilisés	94
VII.3.5. Réactifs utilisés	94
VII.4.Résultats et discussion	95
VII.4.1. L'indice de phénol	98
VII.4.2. La DCO	100
Conclusion générale	101
Annexes	103