

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITÉ de BLIDA 1**

**Faculté de Technologie**

**Département de Génie des Procédés**



# Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

**MASTER EN GENIE DES PROCEDES**

**Spécialité :Eau ,Environnement et Développement durable**

Intitulé du mémoire

## **Utilisation d'un Biofloculant (Gel de Cactus ) dans la clarification des eaux**

Présenté par :

ASNAM Amira

Encadré par :

Pr. AOUABED Ali

Année universitaire 2015/2016

## **Remerciements**

*Je remercie tout d'abord **ALLAH** le tout puissant de m'avoir donné la santé la patience, la puissance et la volonté pour réaliser ce mémoire.*

*Ce travail a été effectué au niveau du laboratoire d'analyses fonctionnelles des procédés chimique de l'Université de Blida 1(LAFPC) sous la direction de Monsieur AOUBED Ali, professeur à l'Université de Blida 1 et directeur du LAFPC.*

*Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à mon directeur de thèse Monsieur AOUABED Ali de m'avoir accueillie dans son équipe, qui a accepté de m'encadrer et pour toute la confiance qui m'a accordé. Je le remercie pour son apport scientifique, sa disponibilité, sa patience et surtout pour ces qualités humaines. Je n'oublierai jamais son soutien.*

*Je tiens à remercier très vivement Monsieur BOURAS Omar, Professeur à l'Université de Blida 1, l'encyclopédie ambulante, qui répond toujours présent lorsque je le sollicite . Cela malgré son emploi du temps chargé.*

*Je remercie énormément Monsieur HADJ-SADOK, maitre de Conférence Habilité Professeur à l'Université de Blida 1, Monsieur NACEUR Wahib, Professeur à l'Université de Blida 1 et madame BOUTEMAK Khalida, Maitre de conférence B à l'Université de Blida 1 , pour leur disponibilité tout au long de mon travail, leur soutien, leur encouragement et leur aide toujours précieuse.*

*J'aimerais témoigner ma profonde reconnaissance à MOKDAD Romaiissa ,MAHMOUDI Meriem et LICHANI Zakaria pour leur aide dans le traitement des données , leur écoute et leur gentillesse. Merci pour tout.*

*Je voudrais remercier ma famille de m'avoir toujours soutenue : mes parents de m'avoir transmis l'amour des sciences. Ma sœur Hadjer ,mon frère Oussama, ma belle sœur Mimi, merci de me rassurer et d'être là dans tous les moments.*

*Tante Safia, toujours là pour moi. Quelle chance de t'avoir dans ma vie ! Je n'oublierai jamais comment tu m'as aidée à surmonter mes moments difficiles où j'ai failli abandonner le combat. Tu m'as poussée et ça a marché. Je te suis très reconnaissante.*

*Un grand merci à mes amis que j'ai rencontrés lors de mon Master 2: Imène, Meriem, Romaiissa, Mounia, Mouhamed, Raouf, Karim, Mokhtar, Nazim , Abd-Elrazak , Nassiba, Loubna, Nawal, Hamza.*

*Un immense merci à Cinthia, Chahrazed, Kamilia, Hanane, Zineb, Rekia, Lina, Lilia Hiba, Sabrina et Wassila votre encouragement et votre présence m'ont été précieux. Toujours du temps à me consacrer.*

## Dédicaces

*Je dédie ce travail à mes parents lumière de ma vie.*

*Mon frère, ma sœur, ma belle-sœur.*

*Mon neveu Chahine, mes nièces Rahil et Sarah .*

*Mes tantes et oncles paternels et maternels.*

*Mes cousins et cousines sans exceptions*

*Ma grande mère « Zoli » .*

*Mes voisines.*

*Mes ami(e)s.*

**Abstract :**

This work deals with the clarification of water by adding a bioflocculant. The product called "cactus gel" is extracted from cladodes of cactus by hot maceration.

The bioflocculant was characterized by different techniques to gain access to its functional group as well as its rheological behavior under different conditions.

Its effectiveness has been tested against the turbidity and organic matter to assess its flocculent appearance.

The best results were obtained with a gel volume of 0.08 ml per liter of sample where the reduction rate was more than 96% over the entire range of pH studied. However it is less effective against the humic acids.

The biomaterial extracted from cactus is available, biodegradable and offers excellent results without damaging the environment.

**Key words:** clarification, bioflocculant, maceration, cactus gel.

## ملخص

يتناول هذا العمل عملية تصفية المياه و ذلك بإضافة الملبد الحيوي . المستحضر الذي سمي "هلام الصبار " مستخلص من كلالود الصبار و ذلك بالنقع الساخن .

تمت دراسة هذا الملبد الحيوي بعدة تقنيات و ذلك للتمكن من معرفة المجموعات الوظيفية و كذا السلوكيات الانسيابية في ظل ظروف مختلفة .

و قد تم اختبار فعاليته مع العكارة و المواد العضوية لتقييم قدرته في التخثر .

ثم الحصول على أفضل النتائج مع حجم هلام يساوي 0.08 مل لكل لتر من العينة حيث بلغت نسبة 96% التخفيض أكثر من على كل نطاق الحموضة المدروس. و مع ذلك فانه اقل فاعلية مع الأحماض الدبالية

المستحضر الطبيعي المستخلص من الصبار متاح قابل للتحلل و يقدم فعالية ممتازة دون الإضرار بالبيئة.

الكلمات المفتاحية : تصفية، هلام الصبار، نقع، ملبد حيوي.

### Résumé :

Ce travail porte sur la clarification des eaux par l'ajout d'un biofloculant. Le produit qu'on a appelé « gel de cactus » est extrait à base des cladodes de cactus par une macération à chaud.

Le biofloculant a été caractérisé par différentes techniques afin d'avoir accès à ces groupement fonctionnels ainsi qu'à son comportement rhéologique dans différentes conditions. Son efficacité a été testée vis-à-vis la turbidité et la matière organique pour évaluer son aspect floculant.

Les meilleurs résultats ont été obtenus à un volume de gel de 0.08 ml par litre d'échantillon où le taux de réduction était supérieur à 96% sur toute la plage du pH étudié. Néanmoins son efficacité est moindre vis-à-vis les acides humiques.

Le biomatériau extrait du cactus est disponible, biodégradable et offre de très bons résultats sans porter atteinte à l'environnement.

**Mots clés :** clarification, biofloculant ,macération, gel de cactus.

## Sommaire

Résumé .....	3
Introduction général.....	13
1.....	15
1.1 Description générale d'une chaîne classique de traitement d'eaux de surface	16
1.1.1 Le pré-traitement.....	16
1.1.2 La clarification : .....	17
1.2 Etude sur l'OFI : .....	24
1.2.1 Description et distribution d'OFI :.....	24
1.2.2 Approches méthodologiques employées : .....	25
1.2.3 Caractérisation des cladodes et mucilage d'OFI :.....	27
1.2.4 Composition physicochimique du cladodes et du mucilage :.....	31
1.2.5 Elimination de la turbidité et de la DCO par coagulation-floculation en utilisant les matériaux d'OFI : .....	33
1.2.6 Coagulation-floculation des ions métalliques par les poudres et le mucilage d'OFI : .....	36
1.2.7 Mécanismes de coagulation-floculation de poudre et mucilage d'OFI :	38
1.3 Introduction à la rhéologie : .....	39
1.3.1 Ecoulement de cisaillement permanent : .....	39
1.3.2 La vitesse de cisaillement $\gamma$ (s-1) : .....	40
1.3.3 Comportement Newtonien : .....	40
1.3.4 Viscosité de cisaillement : .....	41
1.3.5 Comportement non Newtonien : .....	41

Le comportement rhéologique du sang et des milieux dispersés concentrés est relativement bien représenté par le modèle de Casson défini par la relation : ...	43
$k$ : la viscosité plastique (à l'infini) $\eta_{pi}$ ; $\tau_0$ : la contrainte seuil. ....	43
2.....	46
2.1 Provenance et caractéristiques des additifs chimiques utilisés : .....	46
2.2 Techniques d'analyse:.....	47
2.2.1 Analyse spectroscopique UV-Visible : .....	47
2.2.2 Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) : ..	47
2.3 Analyse spectroscopique de flamme : .....	48
2.4 Le pH : .....	48
2.5 La conductivité : .....	48
2.6 La turbidité : .....	49
2.7 La bentonite : .....	50
2.7.1 Préparation d'une eau turbide synthétique : .....	50
2.8 Les acides humiques : .....	50
2.8.1 Caractéristiques des acides humiques : .....	51
2.8.2 Préparation de la solution d'Acides Humiques (1g/l): .....	51
2.9 L'eau de surface : .....	51
2.10 Préparation du Biofloculant extrait des cladodes de cactus : .....	52
2.10.1 Préparation préliminaire de la matière première fraîche : .....	52
2.10.2 Méthode d'extraction : .....	52
2.11 Lyophilisation : .....	52
2.12 Analyse rhéologique : .....	53
2.13 Le jar-test : .....	54
3. Caractéristiques du gel : .....	55
3.1.1 Le pH : .....	55

3.1.2	La conductivité : .....	55
3.1.3	La densité : .....	55
3.1.4	Le taux d'humidité : .....	56
3.1.5	Analyse qualitative des sels ( $\text{Ca}^{2+}$ , $\text{Na}^+$ , $\text{K}^+$ ) : .....	56
3.2	Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (I.R.T.F) : .....	56
3.3	Test d'écoulement : .....	59
3.3.1	Modélisation rhéologiques et choix du modèle : .....	61
3.4	Effet de sels sur le comportement rhéologique du gel de cactus: .....	62
3.5	Effet du pH sur le comportement rhéologique du gel de cactus : .....	64
3.6	Elimination de la turbidité avec le gel de cactus : .....	66
3.6.1	La concentration optimale : .....	66
3.6.2	Le pH optimal: .....	67
3.6.3	Balayage du pH et du volume du gel de cactus ajouté (zone d'iso efficacité): .....	69
3.6.4	Effet de la force ionique sur le pouvoir coagulant du gel de cactus : .....	71
3.7	Pourcentage de réduction d'acide humique : .....	75
3.8	Acide humique + bentonite : .....	76
3.9	La turbidité en fonction du temps de décantation : .....	77
3.10	Taux de réduction en fonction du temps de conservation: .....	78
3.11	Application du gel de cactus à une eau de surface : .....	79
3.11.1	Le volume optimal: .....	79
3.11.2	L'effet du pH : .....	80



## **Liste des tableaux**

<b>Tableau1-1 : Les principes et les considérations de chaque mécanisme de coagulation.....</b>	<b>19</b>
<b>Tableau 1-2 : Longueurs d’ondes des bandes IR des structures constituant le cactus.....</b>	<b>28</b>
<b>Tableau 1-3 : La composition physicochimique des cladodes, fruit et mucilage d’OFI.....</b>	<b>33</b>
<b>Tableau 1-4 : Elimination de la DCO et de la turbidité par les cladodes et le mucilage de cactus.....</b>	<b>36</b>
<b>Tableau1-5 : Coagulation-floculation des métaux lourds par les cladodes et le mucilage du cactus.....</b>	<b>38</b>
<b>Tableau 2-1 : Caractéristiques des additifs chimiques et leur provenance .....</b>	<b>46</b>
<b>Tableau 2-2 : Caractéristiques des acides humiques.....</b>	<b>50</b>
<b>Tableau2-3 : Propriétés chimiques de l’eau de surface.....</b>	<b>51</b>

## Liste des figures

Figure 1-1 : Schématisation d'une station de potabilisation d'une eau de surface.....	16
Figure 1-2 : La plante d'Opuntia Ficus Indica.....	25
Figure 1-3 : Observation par MEB des fibres dérivés du cactus: (a) Fibre de Biochar activé (b) Fibre de feuilles de Cactus (c) Fibre de Cactus non traité.....	29
Figure 1-4 : Images d'OFI obtenues par MEB : (a) pelures de fruit (b) Ectodermis (c) carbone de déchets de fruits(d) déchets de fruit (e) poudre fine des cladodes purifiées à 20°C.....	29
Figure 1-5 :Structure de (a) l'acide galacturonique et (b) poly-a- (1-4) acide -D-galacturonique trouvé dans les matériaux OFI.....	31
Figure1-6 :Mécanismed'adsorption et pontage impliquant l'acide polygalacturonique, où P est un tensioactif cationique ou anionique polluant.....	39
Figure 1-7: Schéma de l'écoulement de cisaillement simple.....	39
Figure 1-8 :Schématisation du vitesse de déformation.....	40
Figure 2-1 :Schématisation du principe d'un turbidimètre.....	49
Figure 2-2 : Schématisation d'un appareil Jar Test.....	54
Figure 3 -1 :Spectre I.R du gel de cactus .....	57
Figure3-2: Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à T=20°C.....	59
Figure3-3:Evolution de la contrainte seuil en fonction de la vitesse de cisaillement..	60
Figure 3- 4 : Evolution de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la concentration du NaCl.....	63
Figure 3-5 : Evolution de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la concentration du CaCl <sub>2</sub> .....	63
Figure 3 -6: Evolution de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction du pH.....	65
Figure 3 -7 : Evolution du pouvoir de réduction en fonction des volumes ajouté.....	67

<b>Figure 3 - 8 : Evolution du pouvoir de réduction de turbidité en fonction du pH....</b>	<b>68</b>
<b>Figure 3-9 : Floccs obtenus à différents pH ;(A) floccs obtenus à pH &lt;5,(B) floccs obtenus à pH ≥5.....</b>	<b>68</b>
<b>Figure 3-10 : Le taux de réduction en fonction du pH et volume ajouté.....</b>	<b>70</b>
<b>Figure 3-11 : Le taux de réduction en fonction du volume ajouté du cactus dans une eau distillée.....</b>	<b>72</b>
<b>Figure -12: taux de réduction en fonction de la concentration du sel.....</b>	<b>73</b>
<b>Figure 3-13 :Les différentes formes de floccs ; (A) eau distillée,(B) 0.1NaCl,(C) 0.1 CaCl<sub>2</sub> .....</b>	<b>74</b>
<b>Figure 3 -14 : Le taux de réduction des acides humique en fonction du volume de gel de cactus ajouté à différents pH.....</b>	<b>75</b>
<b>Figure3 -15: Le taux de réduction des AH et bentonite en fonction du volume de gel de cactus ajouté à différents pH ;(A) à pH=6, (B) à pH=9.....</b>	<b>76</b>
<b>Figure 3-16 : La turbidité en fonction du temps de décantation.....</b>	<b>77</b>
<b>Figure 3-17 : Le taux de réduction de turbidité en fonction du temps de conservation.....</b>	<b>78</b>
<b>Figure 3-18: Le taux de réduction en fonction du volume du gel ajouté(application à une eau de surface).....</b>	<b>79</b>
<b>Figure 3-19: Le taux de réduction de turbidité en fonction du pH (application à une eau de surface).....</b>	<b>80</b>

## Liste des symboles et des abréviations :

<b>Symboles / Abréviations :</b>	<b>Désignation</b>
AH	Acides humiques
ATG	Analyse thermogravimétrique
CCM	Chromatographie sur couche mince
CPG	Chromatographie en phase gazeuse
Da	Dalton
DBO	Demande Biochimique en Oxygène (mg/l)
DCO	Demande chimique en Oxygène
DRX	Analyse diffraction rayon X
FTIR	Infrarouge à transformé de Fourier
HPLC	Chromatographie liquide haute performance
MEB	Microscope à balayage électronique
NTU	Nephelometric Turbidity Unit
OFI	Opuntia Ficus Indica
pH	Potentiel d'Hydrogène
PFC	Pelure des fruits de cactus
Rpm	Tour par minute
SM	Spectroscopie de masse
$\dot{\gamma}$	Vitesse de cisaillement ( $s^{-1}$ )
$\tau$	Contrainte seuil (Pa)
$\eta$	Viscosité (Pa.s)
$\mu S$	Micro Siemens

# **Introduction générale**

## Introduction générale

De nombreux travaux ont été menés afin d'éliminer la matière en suspension présentes dans les eaux par voie physicochimique. Pour éliminer ces particules, on a recours aux procédés de coagulation et de floculation. La coagulation a pour but principal de déstabiliser les particules en suspension, c'est-à-dire de faciliter leur agglomération. En pratique, ce procédé est caractérisé par l'injection et la dispersion de produits chimiques. La floculation a pour but de favoriser, à l'aide d'un mélange lent, les contacts entre les particules déstabilisées.

Ces particules s'agglutinent pour former un flocc qu'on pourra facilement éliminer par décantation. Ces produits chimiques appelés coagulants pourront avoir des effets néfastes sur la santé humaine et l'environnement. Le sulfate d'Aluminium est le coagulant le plus utilisé en coagulation-floculation de part sa disponibilité et son prix.

Néanmoins, l'Aluminium apporté par les coagulants représente un risque sanitaire et organoleptique important. En effet, s'il se retrouve dans les eaux de boisson, l'Aluminium apporté par le coagulant pénètre préférentiellement dans les cellules cérébrales et bloque leur fonctionnement. Ce processus pourrait entrer en cause dans la genèse de la maladie d'Alzheimer et d'autres maladies analogues. Une étude canadienne met en évidence une corrélation entre démence et absorption d'une eau riche en Aluminium et pauvre en Fluor. Outre ces aspects sanitaires, l'aluminium peut flocculer dans le réseau de distribution et troubler l'eau.[1,2]

Ces produits synthétiques ont des effets néfastes sur la santé humaine et sur l'environnement, cependant chercher des produits alternatifs devient une nécessité cruciale. Dans un contexte sanitaire, environnemental et de développement durable; nous allons concentrer nos études à faire intégrer des produits biodégradables dans le processus de traitement des eaux. Pour cette raison nous avons choisi de travailler sur la valorisation des cladodes de cactus produit localement.

L'objectif de notre travail est de substituer les produits synthétiques utilisés lors de la coagulation-floculation par d'autres produits naturels. Dans ce contexte et en premier lieu la partie bibliographique donne un aperçu sur le traitement des eaux potables, la plante d'Opuntia Ficus Indica, son utilisation dans le traitement des eaux

et nous terminons ce chapitre par une introduction à la rhéologie .En outre nous allons citer les différents matériels et méthodes suivis lors de la réalisation de ce travail. Par ailleurs, nous allons utiliser le gel biodégradable extrait à partir des cladodes du cactus comme agent flocculant en faisant varier le pH la concentration etc. En outre nous allons effectuer une caractérisation du gel de cactus pour mieux comprendre les mécanismes mis en jeu. Les différents résultats obtenus seront interprétés. Enfin la conclusion générale reprendra l'essentiel des résultats.

# **Chapitre 01 :**

## **Synthèse bibliographique**



## 1.1 Description générale d'une chaîne classique de traitement d'eaux de surface

Le principal objectif d'une station de production d'eau potable est de fournir un produit qui satisfait à un ensemble de normes de qualité à un prix raisonnable pour le consommateur.

L'efficacité du traitement adopté dépendra de la façon dont sera conduite l'exploitation de l'usine de traitement. Pour atteindre l'objectif souhaité, l'exploitant devra d'une part respecter certains principes élémentaires pour assurer le contrôle du processus de traitement et le contrôle de l'eau traitée, et d'autre part disposer d'un certain nombre de moyens technique et humains [3].

Le schéma classique d'une station de potabilisation d'une eau de surface est généralement constitué des étapes suivantes :



**Figure 1-1 : Schématisation d'une station de potabilisation d'une eau de surface.**

### 1.1.1 Le pré-traitement

Les eaux brutes doivent généralement subir, avant leur traitement proprement dit, un prétraitement comportant un certain nombre d'opérations :

#### 1.1.1.1 Le dégrillage et le tamisage : (réservés aux eaux de surface)

Ce sont des procédés physiques. Les gros déchets sont retenus par une simple grille, les plus fins dans des tamis à mailles fines.

#### 1.1.1.2 La préoxydation :

C'est un procédé chimique qui utilise le chlore (ou l'hypochlorite de sodium), l'ozone, le dioxyde de chlore ou le permanganate de potassium. Il est destiné à permettre l'élimination du fer et du manganèse (notamment pour les eaux souterraines), de la couleur et des algues (essentiellement pour les eaux. La préoxydation empêche le développement algal dans les bassins lorsque la station travaille à ciel ouvert (photosynthèse).[4]

### **1.1.2 La clarification :**

Clarifier une eau, c'est la débarrasser de toutes les particules colloïdales et en suspension qui ont échappé au prétraitement et qui communiquent à l'eau une turbidité et une couleur indésirable. Elle s'effectue par : Coagulation-floculation, décantation et filtration. Une attention particulière sera accordée dans cette partie à la coagulation-floculation puisque qu'elle constitue le traitement qui sera utilisé en partie expérimentale.

#### **1.1.2.1 La coagulation-floculation :**

##### **a. Définition :**

Pour comprendre les processus de la coagulation -floculation, la connaissance du terme colloïde est nécessaire. Un colloïde est un agrégat des atomes / ions ou molécules dont la densité est proche de celle de l'eau avec des diamètres assez petits que la gravité n'est pas en mesure de les déstabilisés. C'est une suspension de particules solides fines dans un solvant liquide. [5]

Les processus de coagulation- floculation sont les stratégies de traitement des eaux qui sont appliquées pour éliminer les particules colloïdales de l'eau. La coagulation est l'addition et l'agitation rapide de coagulant ( $\text{FeCl}_3$ ,  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , synthétiques, polymères naturels, etc.) dans les eaux à traiter en vue de déstabiliser les particules et initier l'agrégation des particules colloïdales par neutralisation des forces qui les maintiennent stables tandis que la floculation est l'agitation lente douce qui favorise l'agrégation des particules déstabilisées qui conduit finalement à la décantation rapides floccs [6]qui sont ensuite physiquement séparés de la phase liquide.

##### **b. Aspects théoriques : stabilité des suspensions colloïdales :**

Les particules en suspension dans l'eau sont soumises à des forces opposées qui varient avec la distance entre ces particules. L'énergie potentielle d'interaction entre deux particules est la somme de l'énergie d'attraction de van der Waals et de l'énergie de répulsion électrostatique liée aux charges de surface des colloïdes. Aux valeurs de pH habituelles d'une eau de surface (pH compris entre 5 et 8), la surface des colloïdes est généralement chargée négativement.

Lorsque les particules se rapprochent sous l'effet du mouvement brownien ou de l'agitation de la solution, l'énergie d'interaction quasi nulle à grande distance devient négative, les molécules s'attirent. Puis les forces électrostatiques deviennent prépondérantes. Les

particules se repoussent. Cette énergie de répulsion est maximale à un niveau correspondant à l'énergie d'activation ou « barrière d'énergie »  $E_{max}$ . Le système est d'autant plus stable que  $E_{max}$  est élevée. Si l'on arrive à surmonter cette barrière énergétique, les forces attractives deviennent à nouveau prépondérantes et il y a coagulation. Pour cela, il faudrait agiter ou chauffer l'eau pour que l'énergie cinétique des particules soit supérieure à  $E_{max}$ , ou bien il faut réussir à abaisser la valeur de la barrière d'énergie.

L'apport énergétique nécessaire étant considérable compte tenu des volumes mis en jeu, il est bien préférable de chercher à diminuer  $E_{max}$  par un ajout de cations susceptibles de neutraliser la charge de surface en s'adsorbant sur la surface des particules.

Il est possible de mesurer la différence de potentiel qui existe entre le voisinage d'une particule et le sein du liquide à l'aide d'un appareil appelé zétamètre qui la détermine par observation de la migration des particules sous l'action d'un champ électrique. Sous l'influence du champ électrique, les particules se déplacent jusqu'à atteindre une vitesse limite correspondant à l'équilibre entre la force électrique d'attraction et la force de friction due à la viscosité du milieu. La valeur du potentiel électrique correspondant, appelée "potentiel zêta" ou potentiel électrocinétique, est indépendante du diamètre de la particule. Le potentiel zêta caractérise la stabilité d'une suspension de colloïdes : plus sa valeur absolue est élevée et plus le système est stable. [7]

### **c. Les modes d'action des coagulants et flocculants:**

Pour favoriser la séparation des colloïdes, il faut d'une part déstabiliser la suspension par annulation du potentiel zêta - c'est l'étape de coagulation - et augmenter la taille des microflocs issus de la coagulation - c'est l'étape de flocculation.

### **d. Mécanisme de la coagulation-flocculation :**

On peut considérer qu'il existe quatre grands mécanismes qui agissant individuellement ou ensemble dans la coagulation flocculation [8,9]

- I. Réduction de l'épaisseur de la couche ionique (compression de la double couche): transportée par les particules, par augmentation de la force ionique de la solution.

- II. Adsorption et neutralisation des charges ioniques : par ajout d'un réactif chimique contenant des contres ions du colloïde.
- III. Adsorption et pontage entre les particules : par utilisation des polymères de haut poids moléculaire.
- IV. Piégeage des particules (sweep flocculation): par formation de polymères d'hydroxydes minéraux volumineux.

Le tableau1-1 donne un bref aperçu des principes et considérations expérimentales qui peuvent être expérimentalement utilisé pour différencier un mécanisme de l'autre.

**Tableau1-1 : Les principes et les considérations de chaque mécanisme de coagulation [11].**

Mécanismes	Adsorption et neutralisation de charge	Sweep flocculation	Compression de la double couche	Adsorption et pontage
Principe	Les particules colloïdales sont attirés /sorbés sur le coagulant avec une charge opposée qui les neutralisent	Les particules colloïdales sont emprisonnées /noyées dans le précipité d'hydroxyde amorphe croissant et sont effectivement éliminées	L'augmentation de la force ionique du système colloïdal cause la compression de la double couche entraînant une déstabilisation des particules. Les répulsions électrostatiques sont surmontés par les forces attractives de Van Der Waals	Lorsque de petites doses de macro-polymères sont ajoutées à un système de colloïdes, les particules s'adsorbent sur polymères, une chaîne individuelle devient attachée à plusieurs particules et les comblant ainsi ensemble (pontage ou réticulation)
Effet du dosage	Relation Stoichiometric entre la concentration de colloïde et le dosage optimal.	L'augmentation de coagulant progressivement améliore l'élimination des particules	Même quantité d'électrolyte est nécessaire.?	Relation Stoichiometric entre la concentration des colloïde et le dosage optimal.
Effet du dosage après l'optimum	Restabilisation des colloïdes  Ce qui implique une	Amélioration du % de réduction.  Le risque de	Pas du surdosage du coagulant.  Même quantité d'indifférent électrolyte	Floculation diminuée en raison de la stabilisation stérique.

La dureté du floc et ça rupture	diminution du % d' élimination des polluants  formation intégrale de floccs après rupture  petit mais résistant	surdosage est évité pour limiter le volume des boues  Floccs faibles. La rupture des floccs n'est pas entièrement réversible (grand mais lâche)	est nécessaire  -	Floccs solides qui ne peuvent pas réformer une fois rompue.  Adsorption est spécifique (Habituellement une liaison chimique).
Autres considérations	Donne une mauvaise élimination des particules dans les suspensions diluées.  Flocculation optimale au point de charge nulle.  [5]	Floccs se forment plus rapidement et  devient beaucoup plus grande, réalisation plus grande du degré de séparation que par neutralisation de charge. Les mécanismes les plus importants dans le traitement des eaux  [11]	Responsable du delta formation lorsque l'eau de la rivière se mélange avec l'eau salée (mer / l'océan)  Pas très efficace dans le traitement des eaux usées.  [8-12]	Il est possible d'absorber négatifs ou neutres polymères typiquement à la surface négative du colloïde.  [13]

En utilisant les informations présentées sur le tableau, les chercheurs ont pu identifier les mécanismes de coagulation-flocculation qui ont été impliqués lors de l'élimination des polluants. En faisant varier le dosage du flocculant du bas au surdosage, les mécanismes de sweep flocculation et de compression de la double couche peuvent être sans ambiguïté identifiés tandis que la neutralisation de la charge et le pontage montrent une relation stœchiométrique entre la concentration de colloïde et le dosage optimal. Les deux peuvent être différenciés par le contrôle de la réforme de floccs après leur rupture [5 ,14]

### e. Les coagulants usuels :

#### I. Les sels minéraux :

Ce sont des réactifs minéraux comme le sulfate et chlorure d'alumine  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3, 18 \text{ H}_2\text{O}$  et  $\text{AlCl}_3, 6 \text{ H}_2\text{O}$ , chlorure et sulfate ferrique  $\text{FeCl}_3, 6 \text{ H}_2\text{O}$  et  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3, 9 \text{ H}_2\text{O}$  sulfate ferreux  $\text{FeSO}_4, 7\text{H}_2\text{O}$ . Leur comportement est lié essentiellement au pH du milieu. A pH élevé Les hydroxydes de  $(\text{Al}(\text{OH})_3, \text{Fe}(\text{OH})_3)$  deviennent prépondérants, ce précipité floconneux possédant une surface spécifique très élevée et pouvant piéger et adsorber les particules avec lesquelles il rentre en contact, ce qui génère une floculation (actions des hydroxydes métalliques). Quant aux pH faibles le cation métallique ( $\text{Al}^{3+}; \text{Fe}^{3+}$ ) prédomine. Le potentiel Zêta passe d'une valeur négative à une valeur nulle, ce qui modifie la couche diffuse et rapproche les particules aboutissant à une coagulation (déstabilisation par les cations métalliques).

#### II. Les coagulants organiques synthétiques :

Ce sont des polymères organiques de synthèse de nature cationique, anionique ou non ionique qui ont un poids moléculaires élevé entre  $10^4 - 10^6 \text{ Da}$ .

Les polyélectrolytes cationiques ont le même mécanisme que lors de l'introduction de cations métalliques induisant une coagulation. Tandis que les polyélectrolytes anioniques et les polymères non ioniques possèdent des sites actifs qui leurs confèrent la capacité de s'adsorber à la surface des particules ce qui donne lieu à la formation de ponts / réticulation / floc ce qu'est appelé floculation

#### III. Les biofloculants :

Dans le but de valoriser les substances naturelles et de minimiser l'effet toxique des produits chimiques (chlorure de fer et sulfate d'alumine, polymères synthétique) utilisés dans les procédés de coagulation floculation, respecter les normes de plus en plus rigoureuses et réduire le coût du traitement des eaux dans le contexte du développement durable, les scientifique se sont tournés vers des produits alternatifs d'origine végétale (alginate, cactus, xanthan, amidon...) et animale (chitosan).

Ces biomatériaux se caractérisent par leurs abondances, biodégradabilité, ils sont aussi économiques (ne coutent pas cher), le plus important c'est qu'ils sont sûrs et ne portent pas atteinte à l'environnement et à la santé humaine (Ecofriendly).

## **f. Facteurs influençant la coagulation :**

Afin d'optimiser la coagulation, il faut tenir compte de plusieurs variables en interrelation, comme le pH, les sels dissous, la température et la couleur.

### **1 Influence du pH :**

Le pH est la variable la plus importante à prendre en considération au moment de la coagulation. Il existe une plage de pH pour laquelle la coagulation a lieu rapidement, plage qui est fonction du coagulant utilisé, de sa concentration et de la composition de l'eau à traiter. Lorsque la coagulation se produit hors de cette plage optimale, il faut soit augmenter la quantité de coagulant, soit se contenter d'une eau de moins bonne qualité.

Pour les sels de fer et d'aluminium, les plages de pH optimales s'étendent respectivement de 4 à 6 et de 5 à 7. Pour certaines eaux, il faut parfois corriger le pH à l'aide de divers produits (acide, chaux ou soude). [13]

### **2 Influence des sels dissous :**

Les sels contenus dans une eau exercent les influences suivantes sur la coagulation et la floculation : [13]

- a. modification de la plage du pH optimale ;
- b. modification du temps requis pour la floculation ;
- c. modification de la quantité de coagulant requis ;
- d. modification de la quantité résiduelle de coagulant dans l'effluent.

### **3 Influence de la température de l'eau :**

On dispose de peu d'information en ce qui concerne l'influence de la température de l'eau sur la coagulation. Toutefois, l'expérience révèle que durant l'hiver, lorsque la température de l'eau avoisine 0° C, le floc se décante plus difficilement et a tendance à pénétrer plus profondément dans les filtres due à l'augmentation de la viscosité de l'eau.

### **4 Influence du mélange :**

Au cours de la coagulation et de la floculation, on procède au mélange des produits chimiques en deux étapes. A la première étape, le mélange est énergique et de courte durée (120s au maximum) : c'est le mélange rapide. Ce mélange a pour but principal de disperser

les produits coagulants dans la totalité du volume d'eau à traiter..Un mélange rapide inadéquat entraîne un accroissement de la quantité de produits chimiques nécessaires.

A la deuxième étape, le mélange est lent et il a pour but de favoriser les contacts entre les particules de floc. Cependant, le mélange doit être suffisamment énergique pour engendrer des différences de vitesse de l'eau dans le bassin, mais pas trop pour ne pas briser les floes formés. La durée du mélange dans un bassin de floculation varie entre 15 et 20 min.[7]

## **5 Influence de la turbidité :**

La turbidité des eaux de surface est due à la présence de particules dont le diamètre varie de 0,2 à 5,0  $\mu\text{m}$ . La coagulation de ces particules est assez facile à réaliser lorsqu'on maintient le pH dans sa plage optimale. C'est un paramètre influant sur le bon fonctionnement du procédé de coagulation. Dans une certaine plage de turbidité, l'augmentation de la concentration en particules doit être suivie d'une augmentation de la dose de coagulant. Quand la turbidité de l'eau est trop faible, on peut augmenter la concentration en particules par addition d'argiles. Enfin, pour grossir et alourdir le floc, on ajoute un adjuvant de floculation.[3 ,7]

### **1.1.2.2 Décantation ou flottation :**

Ce sont des procédés physiques intervenant après la coagulation-floculation.de la gravité. L'eau coagulée et floculée entre dans le décanteur à vitesse réduite de façon à éviter les turbulences. Les floes se déposent au fond de l'ouvrage et l'eau clarifiée est récupérée en surface.

A l'inverse, la *flottation* consiste à favoriser la clarification par entraînement des particules en surface, grâce à la génération de bulles d'air, qui s'accrochent aux matières en suspension et aux floes. Les flottants sont récupérés en surface par bras racleur.



### **1.1.2.3 Filtration :**

C'est un procédé physique disposé généralement après la décantation ou la flottation. La filtration permet de retenir les matières en suspension qui n'ont pas été piégées lors des étapes précédentes ou qui ont été formées lors de la pré-oxydation. Elle est réalisée sur matériaux classiques (sable) ou sur membranes (cas des eaux souterraines karstiques). La plus répandue est la filtration sur lit de sable (lit filtrant) : une couche de sable retient les particules et laisse passer l'eau filtrée.

La filtration sur membranes (microfiltration notamment) est de plus en plus fréquemment utilisée, mais elle reste encore onéreuse. Elle est fondée sur l'utilisation de membranes de faible épaisseur, comportant des pores réguliers de très petites dimensions. Ces membranes peuvent être d'origine organique ou minérale [16].

## **1.2 Etude sur l'OFI :**

### **1.2.1 Description et distribution d'OFI :**

Le figuier de Barbarie est une plante arborescente robuste de 3 à 5 m de haut, possède un tronc épais et ligneux et une organisation en articles aplatis, de forme elliptique ou ovoïdale de couleur vert-mat, ayant une longueur de 30 à 50 cm, une largeur de 15 à 30 cm et une épaisseur de 1.5 à 3 cm appelés cladodes ou raquettes. Les cladodes assurent la fonction chlorophyllienne et sont recouvertes d'une cuticule cireuse (la cutine) qui limite la transpiration et les protège contre les prédateurs.[11]

La position systématique du figuier de barbarie est la suivante :

**Règne:** *Plantae*

**Ordre :** *Caryophyllales*

**Famille :** *Cactaceae*

**Genre :** *Opuntia*

**Espèce :** *Opuntia ficus indica*

**Nom commun :** Figuier de Barbarie

**Nom latin :** *Opuntia ficus*

**Autres noms :** Figuier des Indes, figue du désert, nopal, semelle du pape, figuier d'Espagne.



**Figure 1-2 : La plante d'Opuntia Ficus Indica.**

Le genre *Opuntia* est originaire des régions arides et semi-arides du Mexique. Sa distribution géographique est très large: Mexique, Sicile, Chili, Brésil, Turquie, Inde, Asie[17-18-19-20] , Corée, Argentine et Afrique du Nord[21-22] . Il a été introduit d'abord en Espagne et plus tard au 16ème siècle au Nord et au Sud de l'Afrique. Il s'est diffusé rapidement dans le bassin méditerranéen. Il est par essence développé sur la partie Ouest de la Méditerranée : Sud de l'Espagne, le Portugal, et l'Afrique du Nord (Tunisie, Algérie et Maroc) [23]. Dans certains pays tels que l'Italie, l'Espagne, le Mexique, la culture du cactus est pratiquée de façon intensive et moderne avec des programmes de recherche et développement pour la production du fruit ou de fourrage et même pour des usages industriels. La plante maintenant est trouvée dans la plupart des régions du monde [24]

## **1.2.2 Approches méthodologiques employées :**

### **1.2.2.1 La préparation d'OFI matériau pour le traitement des eaux :**

Il existe de variétés de méthodes qui sont employées dans la génération des cladodes du cactus qui sont utilisées dans le traitement des eaux (coagulation – floculation et/ ou biosorption).

Les cladodes sont utilisées fraîches ou après séchage comme poudre. Les étapes de préparation varient légèrement selon la matière utilisée (fraîche ou sèche).

### **1. Préparation des cladodes fraîches:**

Après avoir enlevé les épines du cactus, les cladodes sont nettoyés, ensuite elles sont disséquées manuellement. La peau est pelée sur toute la cladode et macérée.[26; 8]. Les variations de cette procédure comprenaient l'écrasement des petits morceaux de cladodes fraîche dans le mélangeur domestique produisant une pulpe qui est utilisée dans la coagulation floculation et dans le processus biosorption [18].

Dans une autre étude l'enzymes des cladode fraîche est désactivé par chauffage dans l'eau à 85°C pendant 20 min suivi par une neutralisation à pH 7 dans le but de destérification des groupes méthoxyl [27].

### **2. Préparation de l'extrait non gélatineux :**

Les cladodes sont lavées, les épines sont enlevées puis elles sont découpées en petits morceaux et bouillis pendant 20 min puis mixer. Le pH du mélange est neutralisé à 7 par la suite une centrifugation à 4000 rpm où le surnageant est traité avec du NaCl 1M (1 :10), suivi par une filtration, le filtrat est précipité avec l'acétone (1 :1). Le précipité est lavé avec l'isopropanol (1:1) puis séché à l'aire libre.

### **3. Préparation de l'extrait gélatineux :**

Le culot obtenu dans la méthode précédente est traité avec 50 mL de NaOH : 50 mM pendant 10min, le pH est ensuite ajusté à 2 avec du HCl suivi par une centrifugation(4000rpm). Ajustement du pH à 8 (avec du NaOH), filtration. Le filtrat est lavé avec l'isopropanol et séché.

### **4. Préparation de l'extrait combiné :**

Les mêmes étapes de préparation mais après la centrifugation le pH du surnageant est ajusté à 8 (avec du NaOH), précipitation avec l'acétone, le précipité est ensuite lavé avec l'isopropanol et séché.

### **5. Préparation de poudre sèche d'OFI :**

Les cladodes d'OFI sont nettoyés [27]. Elles sont découpées en bandes de 1 cm de largeur puis séchées au soleil pendant 2 semaines avant d'être séchées dans une étuve à 60°C pour 24h [28 ;29]. Il y avait quelques variations sur la température de séchage de l'étuve et le temps : une température de 100°C pendant 2h [30] 80°C pendant 8h [31] et 60°C pendant 48h [32]. La macération et le séchage de toute la cladode à 120°C sont

évités car elles ont abouti à une perte de l'activité coagulante [8]. Les bandes séchées des cladodes d'OFI sont broyées par la suite en fines particules en utilisant l'une des méthodes suivantes : un broyeur à couteaux du laboratoire [32], moulin à café [8], mixeur domestique [28-33] et mélangeur commercial [34], ensuite elles sont tamisées à la taille de particule requise prête à l'emploi dans la décontamination des eaux usées [35].

### **1.2.3 Caractérisation des cladodes et mucilage d'OFI :**

Une variété de techniques sont employées pour explorer les différents types de paramètres de la surface interne et de la poudre et du mucilage d'OFI. Cette partie examine les caractéristiques critiques qui sont établies en relation avec le traitement des eaux ( la surface d'adsorption, surface des groupes fonctionnels, texture de surface et morphologie ).

#### **1.2.3.1 Caractérisation IRTF et Raman :**

Plusieurs chercheurs ont caractérisé la poudre et /ou le mucilage par la technique de IRTF pour fournir des empreintes chimiques de surfaces [36]. Les résultats sont présentés dans le tableau 1-2,

Le spectre de Raman du mucilage a un large pic à  $3600-3200\text{ cm}^{-1}$  due au OH. Les pics à  $1730$ ,  $1630$  et  $1610$ ,  $1414\text{ cm}^{-1}$  sont dus aux vibrations des liaisons C=O, H-O-H, C=C et  $-\text{CH}_2$  respectivement, avec des pics en  $800\text{ cm}^{-1}$  recommandant le mode de libération des molécules d'eau résiduelles.

Il est évident dans le tableau que IRTF confirme que la surface d'OFI est multifonctionnelle comprenant les groupes phosphates, phénolique hydroxyle, carboxylates, carbonyle, amides et l'alkyl, à des nombres d'ondes d'absorption variées qui donnent lieu à l'efficacité de coagulation et de biosorption des polluants des eaux usées.

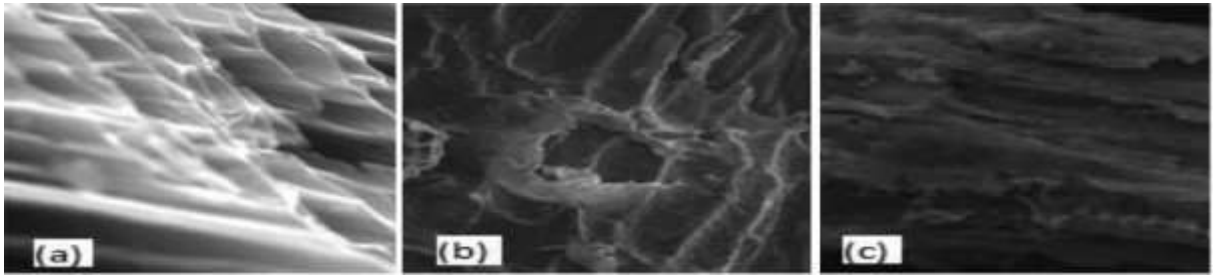
D'où l'exploitation de cette source naturelle renouvelable, abondante, simple pas chère, biodégradable et non toxique doit être encouragée pour développer le point d'utilisation d'eau propre dans le développement des pays [11].

**Tableau 1-2 : Longueurs d'ondes des bandes IR des structures constituant le cactus[11]**

Nombre d'onde / $cm^{-1}$	Inférence	Composés	Références
>3100	-OH, -NH	Acide carboxylique ,acide aminé, alcool	[37] [38]
3000	C=C-H	Cycle aromatique	[30]
2915	-CH <sub>3</sub> élongation	Alcanes	[39]
2850	-CH <sub>2</sub> élongation	Acides carboxyliques	[40]
1713	-C=O élongation	Groupes carbonyles	[17]
1658	-CONH <sub>2</sub>	Protéines	[31]
1618	C=C cycle	Alcènes	[17]
1574	NH déformation	Amines	[33]
1430	-OH élongation -C=O élongation	Phénols Carboxylates	
1321	ArNH <sub>2</sub> et CN élongation	Amine aromatique primaire	[30]
1250	COO- élongation	Sels d'acide carboxylique	[41]
1242	-COOH	Acides carboxyliques	[42]
1231	P=O	Phosphates	[17]
1162-1229	-OH	Alcool 1° et 2°	[43]
1080	P-OH	Phosphates	[17]
1072	-C-O C- et -OH	Polysaccharides	[44]
1041	HC-O-H élongation	Alcool cyclique	[36]
1027	R-CH <sub>2</sub> -OH	Unité de glucose dans les biopolymères	[45]
<1000	Aromatic	Groupes aromatiques	[30]

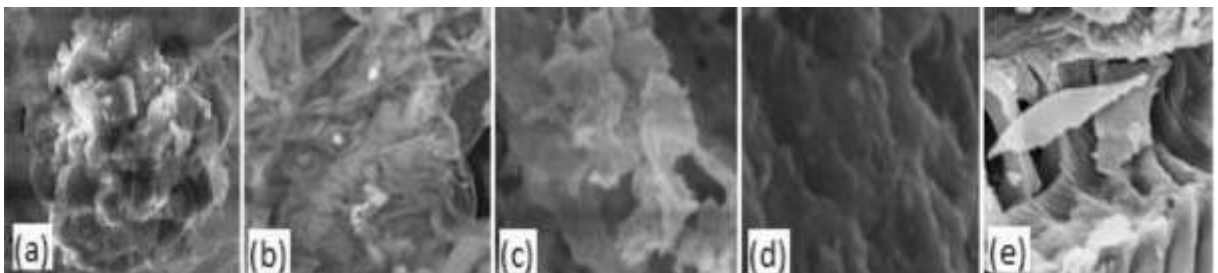
### **1.2.3.2 Caractérisation MEB-DRX d'OFI :**

Un meilleur aperçu de la nature du mucilage et de la poudre ainsi que la composition élémentaire sont obtenus à l'aide du MEB couplé avec une analyse DR X. La technique établit la morphologie, porosité, texture et la composition élémentaire avec le pourcentage relatif dans la surface. Le figure 1-3 montre l'image du biochar activé, fibres des feuilles du cactus et les fibres des cladodes utilisés dans l'élimination des polluants.



**Figure 1-3 :** Observation par MEB des fibres dérivés du cactus: (a) Fibre de Biochar activé [46] (b) Fibre de feuilles de Cactus [43] (c) Fibre de Cactus non traité [45]

La figure **1-3** a montre que le fibre biochar activé est composé des structures lamellaires, qui lui confèrent la résistance, la ténacité et la grande surface spécifique donnant la possibilité d'adsorber la plus grande quantité des substances possible[46]. La figure **1-3** b et c montrent une surface rugueuse et une texture feuilletée ainsi que la présence de cavités qui renforcent la diffusion intra -particulaire[43 ;45]. La technique du MEB a été encore employée pour étudier la structure de surface et la morphologie de poudre générée des cladodes du cactus, des pelures de fruits et de déchets. La figure **1-4** (a – e) montre les images du MEB.



**Figure 1-4 :** Images d'OFI obtenues par MEB (a) pelures de fruit [47] (b) Ectodermis[48] (c) carbone de déchets de fruits [49] (d) déchets de fruit [49] (e) poudre fine des cladodes purifiées à 20°C [50].

Les micrographies ont révélées une texture de surface rugueuse, la porosité ainsi que la présence des multicouches qui sont impliquées dans le processus d'adsorption[47]. La capacité d'élimination des substances polluantes provenant d'OFI biosorbants également émanée de la présence de cavités de formes irrégulières et de tailles visibles sur les figures **1-3** et **1-4** qui a permis l'adsorption des particules /molécules/ions de différentes tailles[49].

D'autres chercheurs ont établi une structure continue sur le revêtement cellulaire externe d'OFI (ectoderme) avec des fonctionnalités autour de 100 µm. La DRX et ATG sont employées pour étudier l'ectoderme d'OFI avant et après l'élimination du chrome pour surveiller la composition élémentaire et la réduction du poids due à la décomposition, respectivement [48]. La DRX confirme la présence du Cr sur l'ectoderme après l'adsorption tandis que l'ATG a produit une réduction de 60% du poids qui est importante pour une réduction des boues avant l'élimination des déchets.

Dans une autre recherche, ils ont examiné la morphologie de surface des pelures de fruits de cactus (PFC) avant et après la sorption du colorant vert brillant par MEB. La surface du PFC est observée comme rugueuse et poreuse a priori pour l'adsorption du vert brillant ce qui est confirmé par une analyse DRX avec l'augmentation du pourcentage du C et N après l'adsorption du vert brillant comparé avec les PFC avant l'adsorption. [47].

Une analyse morphologique est faite pour comprendre la structure microscopique de la surface et les mécanismes de biosorption des fibres du cactus. Les surfaces de ces fibres sont constatées comme rugueuse, fissurée et contiennent des cavités susceptibles de participer à la biosorption des polluants ( $\text{NH}_4^+$ ) à travers le mécanisme de diffusion intraparticulaire. La DRX a confirmé la diminution significative de  $\text{K}^+$  et  $\text{Ca}^{2+}$  sur le biosorbant après sorption des ions  $\text{NH}_4^+$  qui était la preuve de l'existence d'un mécanisme d'échange d'ions entre les ions des fibres de feuilles de cactus et les ions  $\text{NH}_4^+$  [43].

La littérature ouverte a révélé que les biosorbants à base d'OFI ont été trouvés pour offrir des surfaces idéales qui favorisent une adsorption efficace de divers polluants provenant des eaux usées. La technique du MEB a confirmé la présence d'une mince surface extérieure à paroi, forte, rugueuse, poreuse avec des grandes fissures et des cavités qui sont applicables à la chimie d'adsorption. La DRX a confirmé la présence d'ions des métaux alcalins et alcalino-terreux qui peuvent être activement impliqués dans le mécanisme d'échange d'ions avec les polluants appropriés.

### **1.2.3.3 Autres techniques employées pour étudier les produits dérivés d'OFI :**

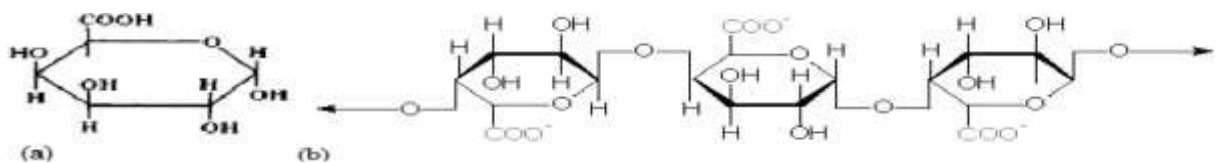
Les sucres dans les cladodes d'OFI ont été visualisés par la chromatographie sur couche mince (CCM) et la chromatographie liquide à haute performance ((HPLC) [51] tandis que la spectrométrie de masse et la chromatographie en phase gazeuse (GC-MS) ont été utilisées pour révéler quatre principaux acides gras palmitique, oléique,

stéarique et linoléique dans les graines d'OFI [ 24;52 ]. La composition des acides gras et des tocophérols dans les huiles de graines d'OFI est étudiée en utilisant la chromatographie de gaz et HPLC respectivement. HPLC est également utilisée pour déterminer les composés phénoliques bétaxantènes, bétaeyanines et de sucres [19], tandis que la spectroscopie d'absorption et d'émission atomique de flamme sont utilisées pour étudier les éléments cuivre, fer , sodium et le potassium respectivement [53 ;54,55].

D'autre part, la composition minérale (Ca, Mg, k et Na) d'OFI est estimée par spectroscopie d'absorption atomique de flamme (SAAF) tandis que la spectrométrie à couplage inductif du plasma mass (CPMS) est utilisée pour quantifier P, Mn, Fe, et Zn[56]. Dans le même travail la DRX est utilisée pour identifier les composés cristallins présents dans OFI. [57].

#### 1.2.4 Composition physicochimique du cladodes et du mucilage :

Les capacités de biosorption et de coagulation-floculation présentées par les cladodes et le mucilage d'OFI sont attribuées à des composés présents dans la plante .Kaur et ses collaborateurs ont rapporté la disponibilité de la littérature qui signale l'existence de <sup>L</sup>-arabinose. <sup>D</sup>-galactose. <sup>L</sup>-rhamnose. <sup>D</sup>-xylose et acide galacturonique dans le mucilage [27-58].L'acide polygalacturonique qui est dérivé de monomères galacturoniques est signalé à être le principal composant responsable de l'activité coagulante dans la poudre, le mucilage et les poly électrolytes d'OFI. Sa structure et celle de son monomère sont représentées sur la figure 1-8.



**Figure 1-5 :Structure de (a) acide galacturonique et (b) poly-acide-D-galacturonique trouvé dans les matériaux d'OFI**

En plus des glucides, des matériaux d'OFI contiennent également une gamme de produits phytochimiques: composés phénoliques, les caroténoïdes, les flavonoïdes et les flavonols [18 ;59]) acide .ascorbic et bétalaïnes, minéraux, plusieurs acides aminés [60-61] et des amines, des vitamines, des acides organiques, des lipides et des terpènes[62 ;63,64 ;65]. Ces composés, en se basant sur les groupes fonctionnels qu'ils possèdent contribuent à l'activité de coagulation et à la capacité d'adsorption d'OFI.



Le tableau 1-3 montre les résultats par différents chercheurs sur la composition des cladodes et mucilage à partir des lieux géographiques différents, il est évident dans le tableau que la variété des matériaux d'OFI et mucilage comprennent du pétrole brut, des protéines, des cendres, des fibres, glucides ou les fibres avec différents pourcentages [75] ce qui rendent la plante un bon candidat dans la chimie de surface où les groupes fonctionnels sur ces matériaux fournissent une surface active des groupes et des molécules complexes qui participent à la sorption et au processus de la coagulation - floculation dans le traitement des eaux potables et des eaux usées. La présence d'ions de métaux alcalins et alcalino-terreux [21] dans les cladodes promeut le mécanisme d'échange d'ions entre les eaux usées et la masse d'adsorbant. [78 ;79 ;80] . La présence de composés bioactifs peut aider, à leur éventuelle action antimicrobienne, dans la purification de l'eau par rapport aux micro-organismes d'origine hydrique ainsi que dans le domaine pharmaceutique. Les pH des biomatériaux étaient tous acides allant de 3,27 dans les cladodes frais à 6,03 dans la poudre du mucilage.

Bétatache et ces collaborateurs ont trouvé que le jus d'OFI a un pH de 4,76 avec un pH de point zéro charge de 4.1 ,3% de matières minérales .des glucides de concentration 4.109g/l , la matière organique de 98,7%. 28,6 g / l de matière sèche et 11.07g / l d'acide galacturonique [17].

**Tableau1-3 : La composition physicochimique des cladodes ,fruit et mucilage d’OFI [11]**

Composant %	Huile brute	Protéine	Cendre	Fibre	Glucide	pH	%H	Référence
-Poudre de cladodes	3.95	8.74	25.65	51.24	60.36	-	90.97	[66]
- Poudre de cladodes	3	14.22	18.41	55.09	-	4.26	4.06	[57]
- Poudre de cladodes	1-4	4-10	19-23	18	64-71	4.6	-	[63]
-Cladodes fraiches	0.87	2.64	1.85	3.64	91	3.27	94.05	[68]
- Cladodes fraiches	-	0.14	1.9	8.1	6.05	-	91.9	[53]
- Pulpe de fruits	0.09-0.7	0.2-1.6	0.3-1	0.02-3.1	10-17	5-7	84-90	[68]
- Pulpe de fruits	-	0.21	0.06	-	-	5.68	12.34	[69]
- Pulpe de fruits	0.4	1.03	4	1.37	92.57	-	87.07	[70]
- Pulpe de fruits	0.09-0.7	0.2-1.6	0.3-1	0.02-3.1	-	5-7	84-90	[71]
- Ecorces de fruits	2.4	8.3	12.1	40.8	26.2	-	-	[72]
- Pulpe de fruits	0.7-1	0.5-5.3	0.4-8.5	20.5	64.8	-	-	[72]
- Poudre de mucilage	0.42	6.82	33.96	0.06	-	6.03	11.57	[73]
-Polyelectrolytes	0.28	3.52	1.42	-	-	-	94.84	[74]
- Huile de graines	10.9	5.4	1.1	93	-	-	-	[52]
-cladodes fraiches	0.2	0.8	2	2	5	-	90	[75]
-Pulpe de fruits	0.5	1.5	0.3	1.7	12	-	84	[75]
-Mucilage	2.3	1.04	20.08	-	64.15	-	12.43	[76]
-Poudre de cladodes	1.42-2.38	5.84-8.99	17.6-24	11-23.3	42.9-60.8	-	4.2-8.8	[77]

### **1.2.5 Elimination de la turbidité et de la DCO par coagulation-floculation en utilisant les matériaux d’OFI :**

Dans cette étude l’OFI est utilisé avec la *Moringa Oleifera* dans l’élimination de la turbidité dans les solutions d’argile synthétique. L’activité coagulante est trouvée dans la majorité de la plante d’OFI sauf la peau qui varie selon le traitement .La macération et / ou séchage du cladode entière à 120° C a entraîné une perte d’activité coagulante.

Le coagulant naturel a permis de réduire la turbidité de 92 à 99% avec une turbidité résiduelle située entre 5 et 7 NTU à pH basic (pH entre 8 et 10). Le résultat a montré son efficacité de réduire la turbidité des eaux qui est attribuée à la présence d’acide galacturonique et d’autres composants supplémentaires dans l’*Opuntia* où l’acide

galacturonique combiné avec l'arabinose, le galactose et le rhamnose ne contribuent qu'à 50% de l'activité totale de coagulation, ce qui suggère l'existence d'autres composants d'OFI qui ont cette activité. [8]

Dans une étude similaire, ils ont étudié la possibilité d'élimination de la turbidité dans l'eau potable en utilisant l'extrait gélatineux (EG), l'extrait non gélatineux (EN) et l'extrait combiné EC (EG et EN) d'OFI en comparaison avec le sel d'aluminium  $Al_2(SO_4)_3$ . Le standard des essais effectués a montré que EG avait des floc de taille plus importante avec agréable vitesse de sédimentation de 2,2 cm / min par rapport à ceux du sel (0,67 cm / min), EN( 0,7 cm / min) et le CE ( 1,1 cm / min). L'étude de l'effet du dosage flocculant sur abattement de la turbidité indique l'équivalence des performances de l'aluminium et de GE à des doses de 3 mg / L et 0,1 mg / L respectivement.

Le mucilage a été trouvé pour augmenter la turbidité résiduelle d'eau à des dosages plus élevés; Cependant, les floccs obtenus étaient très grandes qu'ils peuvent être éliminés par des dispositifs de filtration secondaire. L'étude a démontré que l'EG d'OFI était un meilleur flocculant que le sel d'aluminium et devrait donc être employé dans le traitement des eaux.[81]

Le mucilage d'OFI est appliqué dans la dépollution des eaux usées à la station d'épuration du San Juan Ixhuatepec (Estado de Mexico) en comparaison avec  $FeCl_3$ . Le pourcentage d'élimination de la DCO était plus élevé (65%) à pH 10 avec une dose de 50 mg / l du flocculant. Le mucilage est trouvé pour produire moins de boues à des conditions optimales de fonctionnement et par conséquent une meilleure efficacité par rapport au  $FeCl_3$ . [66] .

Dans une autre étude, ils ont optimisé les doses des biopolymères extraits d'OFI et d'autres plantes appliqués à la dépollution des eaux [82 ;83 ;84] , les résultats sont présentés sur le tableau1-4 .

Le mucilage d'OFI est utilisé comme bioflocculant dans le traitement des eaux de textile d'une unité tunisienne de peintures et finition des tissus. Sous les conditions optimales (pH d'environ 7, dose d'OFI de 40 mg /L, vitesse d'agitation allant jusqu'à 50 rpm pendant 10 min, 99,84% de décoloration est obtenue .Cette recherche a montré que le mucilage avait une meilleure performance de flocculation que les flocculants commerciaux, EPENWATE EXP31 / 1 et polyacrylamide A100PWG.[33].

Une étude similaire est réalisée où ils ont employé le NaCl et le BaCl<sub>2</sub> dans l'extraction des composants actifs de la poudre des cladodes d'OFI et les ont appliqués dans la coagulation-floculation des effluents de peinture simulés. L'application des conditions optimales pour le traitement des effluents par rapport à FeCl<sub>3</sub> a produit des résultats similaires que le coagulant naturel prouvant une technologie verte prometteuses pour la bioremédiation des eaux usées en termes de couleur, de turbidité et de DCO [30].

Dans une autre approche le mucilage et la pectine sont extraits des cladodes fraîches et appliqués à la clarification d'eau turbide synthétique le pH, le temps et la concentration de bio-floculant sont optimisés pour l'élimination de la turbidité. L'effet de l'âge de la cladode sur le caractère floculant biologique des extraits est également étudié. Le pH optimal pour les deux mucilages et pectine était 3 et les doses optimales étaient de 8 ml/ l et de 6 mL / l pour le mucilage et la pectine, respectivement avec un temps de floculation d'environ 50 min. L'étude a montré que l'âge de cladodes n'avait aucun effet sur les caractéristiques de floculation du mucilage et de pectine. L'application de la pectine et mucilage dans l'abattement de la turbidité des eaux dans les conditions optimales a donné des pourcentages de réduction supérieurs à 98%. [85].

Le conditionnement des boues d'épuration par le jus d'OFI en comparaison à des polymères synthétiques est examiné. Le jus est extrait d'OFI en mélangeant des petits morceaux de cladodes fraîche dans un mélangeur interne avant le tamisage et le séchage du jus à 60°C pendant 3 jours. Il est constaté que de très faibles doses de jus OFI (0.2-2.8 g / kg de la matière sèche) a donné lieu à une très faible turbidité résiduelle comparé à Chimfloc C4346, Sedipur AF102 et Sedipur NF400 (2-30 g / kg de matière sèche) et le FeCl<sub>3</sub> et l'aluminium (10-100 g / kg de matière sèche). Parmi tous les floculants, les meilleurs résultats sont obtenus avec le jus de cactus. [17]

Par ailleurs, le processus d'utilisation des coagulants naturels pour éliminer la turbidité des eaux est modélisé dans des expériences de test jar en utilisant la poudre de cactus dérivé des plaquettes intérieures en comparaison avec Moringa Oleifera et le chitosan. Lorsqu'il est appliqué à l'eau synthétique de turbidité 314.4NTU, 40 mg / l de OFI réduit la turbidité à 24,5 NTU, qui traduit un pouvoir d'élimination de 92,2%, soit légèrement inférieur à celui de Moringa Oleifera (94,8%) et le chitosan (95,3%). La haute capacité coagulante d'OFI est attribuée à l'acide galacturonique une macromolécule impliquée dans la coagulation par l'adsorption et pontage.[31].

Le tableau résume les résultats obtenus :

**Tableau 1-4 : Elimination de la DCO et de la turbidité par les cladodes et le mucilage de cactus [11].**

Coagulant	Type d'effluent	Dosage du flocculant	Elimination de la turbidité %	Elimination de la DCO%	pH	Référence
Polyelectrolytes	Eau de port stagnante	10%	50	11	5.5	[86]
$FeCl_3$	Industrie de cosmétique	150mg/l	98.7	27.6	4.5	[84]
Poudre de cladodes	Industrie de cosmétique	150mg/l	88.4	41.4	4.55	[84]
Mucilage	Les eaux usées municipales	25mg/l	71.08	44.3	7.2	[87]
Poudre de cladodes	Eau usée de tannerie	400mg/l	78.54	80.65	5.5	[83]
Mucilage	Eau usée de textile	40mg/l	91.66	88.76	-	[33]
Extrait de NaCl	Industrie de la peinture	3g/l	82.60	78.20	7.3	[30]
Extrait de NaCl	Eau de lavage de jeans	2.6mg/l	91.26	64.77	5	[74]
Extrait de NaCl	Maille de fabrication de tissu	160mg/l	87.19	93.62	6	[74]
Poudre de cladodes	Eau usée de tannerie	8mg/l	70.93	70	8	[88]
Poudre de cladodes	Argile synthétique	40mg/l	92.2	-	-	[31]

### **1.2.6 Coagulation-floculation des ions métalliques par les poudres et le mucilage d'OFI :**

Les fruits d'OFI sont appliqués dans la bioremédiation de chrome des eaux usées d'industrie de fabrication de peinture. Les conditions optimales de floculation sont une dose de 1,5 g / l et un pH 7 qui étaient efficaces à toutes les concentrations initiales de Cr (VI) (faible ou élevé) avec des pourcentages de retrait entre 85-92%. Les fruits d'OFI réduisent de manière significative la conductivité, la salinité, la turbidité, l'acidité, alcalinité totale, la dureté totale et les solides totaux dissous dans l'eau usée des industries de fabrication de peinture [89].

Les polyélectrolytes naturels d'OFI sont extraits en mélangeant des morceaux frais avec de l'eau, ils sont ensuite broyés avec une agitation pendant 30 min, suivi par précipitation

avec l'éthanol puis stockés à 4°C avant leur utilisation Le dosage de polyélectrolyte et la vitesse d'agitation sont optimisées pour l'élimination des métaux des solutions aqueuses.

Lorsqu'il est appliqué à un véritable échantillon d'eau du port frais, le polyélectrolytes d'OFI réduit DCO, DBO, Cu (II), Cd (II), Fe (III) et le total des solides en suspension à des niveaux acceptables. Les résultats présentés dans le tableau 1-5, appellent à la mise en œuvre des techniques de la chimie verte dans la dépollution des eaux [86].

Dans une recherche similaire, ils ont étudié la suppression de Cr et Ni des solutions aqueuses à l'aide des polyélectrolytes naturels d'OFI .Des absorptions très élevées de Cr et Ni sont obtenues à une vitesse d'agitation optimale de 150 rpm pendant 18h à 30°C et une concentration en polyélectrolyte de 10% (v / v). Le potentiel d'élimination élevé des métaux, le caractère renouvelable et non toxique du mucilage d'OFI marquent cette ressource à être efficace dans le traitement d'eau potable [90] .

L'extrait gélatineux (EG) et l'extrait non gélatineux (EN) d'OFI ont été signalés à avoir la capacité d'éliminer l'As (V) de l'eau [36]. Dans cette approche, le type de mucilage, sa concentration allant de 5 à 100 mg /L et le pH sont étudiés. EG est trouvé pour être plus efficace à éliminer le As (V) en solution aqueuse que l'EN. Un manque de réponse à l'élimination As (V) avec l'augmentation du dosage de GE a été observé attribué à l'agrégation de mucilage qui va limiter les interactions As (V)-Mucilage.

Dans un travail récent, ils ont démontré que la poudre OFI était efficace dans la biocoagulation-floculation des ions Pb (II) à la fois dans des échantillons synthétiques et réels. [34]. L'application de la poudre OFI dans les conditions optimales à la dépollution de l'eau contaminée de la rivière de Mukuvisi à Harare, au Zimbabwe a donné un pourcentage d'élimination élevé de métaux comme indiqué dans le tableau 1-5, avec des différences de pourcentage d'élimination des métaux attribués aux propriétés physico-chimiques des métaux lourds [91] ce qui a démontré que la poudre d'OFI pourrait être utilisée pour l'élimination des ions de Pb (II), même en présence d'autres ions.

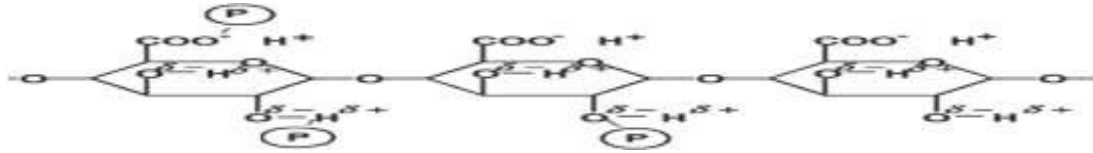
**Tableau 1-5 : Coagulation-floculation des métaux lourds par les cladodes et le mucilage du cactus.[11]**

Métal	Coagulant	Dosage	Ph	Pourcentage de réduction(%)	Référence
Cu(II)	Polyélectrolytes	10%	-	38.50	[86]
Cd(II)	Polyélectrolytes	5%	-	19.43	[86]
Fe(III)	Polyélectrolytes	10%	-	30.12	[86]
Cr	Polyélectrolytes	10%	-	68	[90]
Cr(VI)	Mucilage	4%	-	98.75	[92]
Ni(II)	Polyélectrolytes	10%	-	88.4	[90]
As(V)	GE	5mg/l	5.5-9	50	[36]
As(V)	EN	5mg/l	5.5-9	17	[36]
Cr(V)	Poudre de fruits d'OFI	1.5mg/l	6-7	85-92	[89]
Pb(II)	Cladodes	8g/l	5	100	[34]
Zn(II)	Cladodes	8g/l	5	85.74	[34]
Cd(II)	Cladodes	8g/l	5	84.16	[34]
Cu(II)	Cladodes	8g/l	5	93.02	[34]

### **1.2.7 Mécanismes de coagulation-floculation de poudre et mucilage d'OFI :**

L'étude du mécanisme prédominant dans la coagulation d'une eau turbide utilisant OFI a dévoilé que le mécanisme est postulée comme l'adsorption et pontage [8] . Des résultats similaires sont obtenus au cours du processus de coagulation appliqué à l'eau du barrage de Taksebt en Algérie en utilisant cette biomasse [93]. Les mécanismes d'élimination de Pb (II) par l'OFI trouvés sont l'adsorption-neutralisation et d'adsorption-pontage en raison de la nature anionique et la macromolécule de l'acide polygalacturonique déprotoné du coagulant [34]. La figure 1-8 montre la représentation schématique de l'action de l'acide polygalacturonique sur les matières polluantes en solution aqueuse.

Dans une autre étude où ils ont appliqué l'OFI dans le traitement d'eau turbide et d'effluent de peinture, respectivement, les mécanismes de coagulation-floculation responsables de l'élimination de la turbidité et la DCO de la suspension naturelle d'argile et des effluents de peintures sont adsorption et pontage [31] et l'adsorption neutralisation de la charge [30 ;95] respectivement. Le mécanisme de pontage était également rapporté au cours de l'interaction de l'As (V), des particules d'argile sanmix et de chrome avec le mucilage de cactus, respectivement [36 ; 85; 89 ] .



**Figure 1-6:** Mécanisme d'adsorption et pontage impliquant l'acide polygalacturonique, où P est un tensioactif cationique ou anionique polluant [95 ; 96].

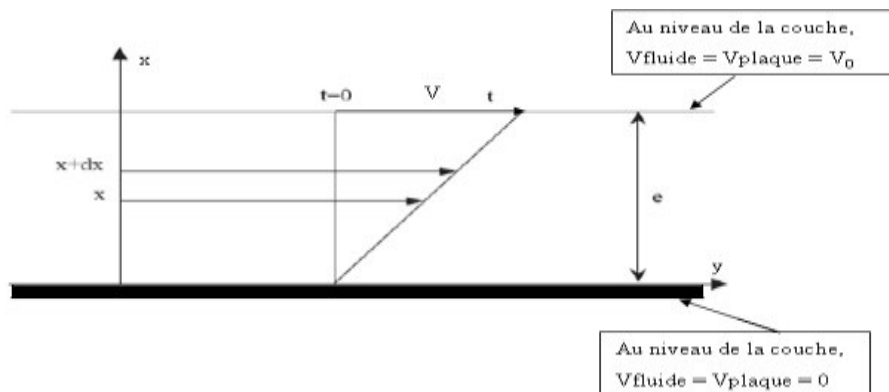
### 1.3 Introduction à la rhéologie :

La rhéologie est la science des déformations et écoulements de la matière, des contraintes qui en résultent et des efforts qu'il faut appliquer pour les obtenir [97]. L'objectif de la rhéologie est de déterminer les contraintes et les déformations en chaque point d'un milieu [98].

Pour aborder les propriétés d'écoulement des solutions polymériques, il est nécessaire au préalable de définir certaines notions de rhéologie.

#### 1.3.1 Écoulement de cisaillement permanent :

Dans un écoulement de cisaillement simple, le fluide est placé entre deux plans parallèles distants de "e", dont l'un est en translation par rapport à l'autre (fig. 1-7).



**Figure 1-7:** Schéma de l'écoulement de cisaillement simple.

Pour schématiser l'écoulement, on pose les hypothèses suivantes:

L'écoulement est laminaire ; les couches de fluide glissent les unes sur les autres.

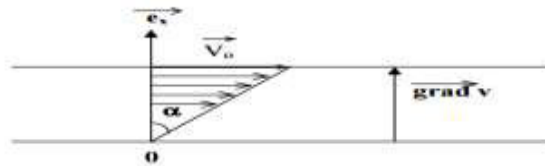
Le matériau est assimilé à une superposition de couches adjacentes, d'une très faible épaisseur.



Considérons un élément de volume infinitésimal situé à l'instant  $t = 0$  à une distance  $x$  du plan fixe. A un instant  $t$ , cet élément de volume aura parcouru la distance  $u(x,t)$ . On définit  $V$  la vitesse (m/s)  $\frac{\partial u}{\partial t}$

### 1.3.2 La vitesse de cisaillement $\dot{\gamma}$ (s<sup>-1</sup>) :

On peut aussi rencontrer comme dénomination « vitesse de déformation » ou « taux de cisaillement » est donc, dans le cas d'une symétrie plane représentée sur le schéma, le gradient de vitesse lorsque l'on passe de la couche  $x$  à la couche  $x+dx$ .



### 1-8:Schématisation du vitesse de déformation.

Ecoulement en cisaillement simple entre deux plaques infinies ( $v_0$  : vitesse du plan mobile). Elle est définie par la relation suivante:  $\dot{\gamma} = \frac{\partial v}{\partial x}$

Elle dépend de la vitesse de déplacement du plan mobile et de l'épaisseur " $e$ " cisailée. Si  $e$  est faible, il est possible d'atteindre des vitesses de cisaillement élevées, même avec  $V$  faible. D'autre part, la couche de matériau immédiatement en contact avec le plan fixe a une vitesse nulle, et la couche en contact avec le plan mobile a une vitesse  $V$  : c'est l'hypothèse de non-glissement à la paroi

### 1.3.3 Comportement Newtonien :

Le comportement rhéologique des solutions et suspensions dépend largement de leur concentration et de la nature de la matière qui les constitue. Il peut varier d'un comportement Newtonien à un comportement plus complexe.

Une solution ou une suspension est dite diluée si les particules sont suffisamment éloignées les unes des autres pour qu'on puisse négliger les interactions entre elles. Ces particules suivent un mouvement indépendant décrit expérimentalement par Perrin [99] et théoriquement par Einstein [100].

### **1.3.4 Viscosité de cisaillement :**

La viscosité est la grandeur la plus couramment utilisée pour décrire le comportement d'un fluide. C'est une propriété intrinsèque du matériau [101]. Le fluide est placé entre deux plans parallèles d'aire  $S$ . Une force  $\vec{F}$  est exercée sur le plan supérieur.

La contrainte tangentielle de cisaillement est :  $\tau = F/S$ .

Le gradient de vitesse  $\dot{\gamma}$  est donné par :  $V/e = \dot{\gamma}$

$\tau$  et  $\dot{\gamma}$  sont reliés par la relation  $\tau = \eta \dot{\gamma}$

Où  $\eta$  ( $Pa.s$ ) est la viscosité de cisaillement (loi de Newton).

Un fluide est dit Newtonien si sa viscosité dynamique  $\eta$  est indépendante de la contrainte appliquée et de la durée de cisaillement.

Quand le fluide est non-Newtonien, la viscosité n'est plus indépendante du taux de cisaillement.

Il existe un grand nombre de fluides très couramment utilisés qui ont un comportement sous écoulement plus complexe. Dans le cas des suspensions d'argile, lorsque la concentration en particules augmente, l'interaction particule – particule augmente. Les particules s'organisent en agrégats, susceptibles de se déformer ou de s'orienter sous l'effet des forces hydrodynamiques. La rhéologie permet de caractériser ces fluides et d'en déduire des hypothèses de structuration.

### **1.3.5 Comportement non Newtonien :**

#### **1.3.5.1 Comportements rhéofluidifiant et rhéoépaississant :**

Très souvent, dans les solutions de polymères ou les suspensions, la viscosité diminue quand le cisaillement auquel est soumis le fluide croît. Ce comportement est dit rhéofluidifiant. Ce phénomène peut être dû, dans le cas des suspensions à l'orientation des entités en suspension dans le sens de l'écoulement ou leur réorganisation sous l'effet du cisaillement. Dans le cas des solutions, cela peut être dû à un alignement de molécules anisotropes dans le sens de l'écoulement ou à une destruction de structures moléculaires [6]. Le rhéoépaississement est le comportement opposé à la rhéofluidification et correspond à une augmentation de la viscosité lorsque la contrainte de cisaillement augmente.

Dans la plupart des cas connus, le comportement rhéopaisissant n'est observé que sur une gamme limitée de taux de cisaillement. Le fluide possède également un comportement rhéofluidifiant des taux de cisaillement plus faibles.

### 1.3.5.2 Seuil d'écoulement :

La contrainte appliquée doit dépasser une valeur critique  $\tau_0$ , appelée contrainte seuil pour que l'écoulement commence à se produire. De nombreux auteurs ont précisé cette notion de contrainte seuil [102, 103 ; 104 ; 105 ; 106].

### 1.3.5.3 Modèles rhéologiques :

Le comportement rhéologique des fluides peut être décrit par plusieurs modèles. Ces modèles décrivent les comportements des fluides complexes à l'aide des fonctions  $\tau(\dot{\gamma})$  ou  $\dot{\gamma}(\tau)$  permettant de définir la viscosité non Newtonienne sous la forme:

$$\eta(\dot{\gamma}) = \frac{\tau(\dot{\gamma})}{\dot{\gamma}} \quad \text{ou} \quad \eta(\tau) = \frac{\tau}{\dot{\gamma}(\tau)}$$

Il est important de supposer que tout comportement rhéologique n'est stationnaire qu'à l'échelle macroscopique puisqu'il résulte d'un équilibre dynamique entre au moins deux processus antagonistes. L'un est responsable de la formation des structures, l'autre de leur rupture. Il en est de même pour le cas d'agrégation-désagrégation ou de floculation-défloculation dans le cas des dispersions des particules, et même d'orientation-désorientation dans le cas des suspensions de fibres ou des systèmes macromoléculaires" [107]. Les modèles les plus couramment utilisés sont :

#### 1.3.5.3.1 Modèles sans contrainte seuil

##### 1.3.5.3.1.1 Oswald-de-Waele :

C'est une loi de puissance, décrite par les relations :  $\tau = k\dot{\gamma}^n$

Où  $k$  représente la consistance du fluide et  $n$  l'indice de fluidification.

Cette loi décrit le cas des fluides à comportement indépendant du temps, qui peuvent présenter un comportement rhéofluidifiant ou rhéopaisissant. Lorsque  $n < 1$  (rhéofluidification)  $\eta$  décroît quand  $\dot{\gamma}$  croît. Dans le cas contraire quand,  $n > 1$  (rhéopaisissement),  $\eta$  croît avec  $\dot{\gamma}$ . Pour  $n=1$ , on retrouve le fluide Newtonien.

### 1.3.5.3.1.2 Modèle de Cross [108] :

Ce modèle, comme celui de Carreau-Yassuda [106], tient compte des limites du comportement rhéologique [102.106]. Aux faibles contraintes de cisaillement, on observe généralement un comportement Newtonien, avec un plateau de viscosité appelée viscosité à cisaillement nul et désignée par «  $\eta_0$  » (Pa.s).

Aux cisaillements élevés, un deuxième plateau apparaît et la viscosité est appelée viscosité à cisaillement infini désigné par «  $\eta_\infty$  » (Pa.s). Le modèle de Cross s'écrit :

$$\frac{\eta - \eta_\infty}{\eta_0 - \eta_\infty} = \frac{1}{1 + (\lambda \dot{\gamma})^n}$$

Où  $\lambda$  et  $n$  sont des constantes  $\lambda$  est un temps caractéristique de relaxation.  $\eta_0$  et  $\eta_\infty$  sont les viscosités respectives à cisaillement nul et infini.

### 1.3.5.3.2 Modèles avec contrainte seuil :

Les fluides à seuil sont des matériaux qui se comportent comme un solide si la contrainte appliquée est inférieure à la contrainte seuil ( $\tau_0$ ). Au delà de cette contrainte seuil, ils commencent à s'écouler.

#### 1.3.5.3.2.1 Modèle de Herschel-Bulkley :

Il est décrit par la loi:  $\tau = \tau_0 + k \dot{\gamma}^n$

Où  $k$  est la consistance du fluide et  $n$  l'indice d'écoulement. Si  $n < 1$  le fluide est rhéofluidifiant et si  $n > 1$  le fluide est rhéopaississant.

#### 1.3.5.3.2.2 Modèle de Bingham :

La représentation la plus simple d'un fluide à seuil est le modèle de Bingham

$\tau = \tau_0 + \eta_{pi} \dot{\gamma}$  où  $\eta_{pi}$  est la viscosité plastique.

#### 1.3.5.3.2.3 Modèle de Casson .:

Le comportement rhéologique du sang et des milieux dispersés concentrés est relativement bien représenté par le modèle de Casson défini par la relation :

$$\begin{aligned} \tau > \tau_0 \quad \tau^{1/2} &= \tau_0^{1/2} + k \dot{\gamma}^{1/2} \\ \tau < \tau_0 \quad \dot{\gamma} &= 0. \end{aligned}$$

$k$ : la viscosité plastique (à l'infini)  $\eta_{pi}$  ;  $\tau_0$ : la contrainte seuil.

# **Partie expérimentale**

Nous décrivons dans ce qui suit les différentes étapes d'extraction de notre biofloculant à base des cladodes de cactus ainsi que la caractérisation qualitative de notre produit. En outre, nous décrivons les techniques et les procédés adoptés et les matières premières utilisées au cours des différentes préparations ainsi que les différentes méthodes de caractérisation et de contrôle réalisés sur le gel et les suspensions. Et enfin, nous décrivons les études préliminaires effectuées et la méthodologie expérimentale employée.

## 2.1 Provenance et caractéristiques des additifs chimiques utilisés :

Le tableau ci-dessous présente les additifs utilisés lors de ce travail et leur provenance. Les produits concentrés d'hydroxyde de sodium et d'acide chlorhydrique ont été dilués. Les solutions diluées obtenues ont servi à modifier le pH de la suspension. Les sels de chlorure de sodium et de calcium sont ajoutés au suspension et au gel de cactus pour augmenter leur force ionique.

**Tableau 2-1 :Caractéristiques des additifs chimiques et leur provenance**

Nom usuels	Formule chimique	Propriété physique	Fournisseur
Acide chlorhydrique	HCl	Densité: 1.2g/ml à25°C Pression de vapeur:3.23psi (21.1°C) Pureté :37% $M_w$ : 36.46g/mol	SIGMA-ALDRICH
Hydroxyde de sodium	NaOH	$M_w$ : 40g/mol Pression de vapeur:<18mmHg (20°C) Solubilité :1260g/là 20°C Pureté :≥98%	SIGMA-ALDRICH
chlorure de sodium	NaCl	$M_w$ : 58.44g/mol Forme : poudre Pureté : 99.5% Solubilité :1M	SIGMA-ALDRICH
chlorure de calcium	$CaCl_2$	$M_w$ : 219.08 Forme :solide Pureté : 98%	SIGMA-ALDRICH

## **2.2 Techniques d'analyse:**

### **2.2.1 Analyse spectroscopique UV-Visible :**

La technique de spectrophotométrie est basée sur la propriété de la matière, et plus particulièrement de certaines molécules, d'absorber certaines longueurs d'ondes du spectre UV-visible.

Elle permet de réaliser des dosages grâce à la *loi de Beer-Lambert* qui montre une relation de proportionnalité entre l'absorbance et la concentration ( $A=\epsilon lc$ ).

Pour nos travaux, la spectroscopie UV-visible a été utilisée pour suivre l'évolution de la concentration d'acide humique dans l'eau traitée en fonction du volume du gel ajouté et du pH à une longueur d'onde de 254 nm.

Les spectres UV-visible ont été enregistrés sur un spectromètre de marque shimadzu UV-1601 avec des cellules de quartz (Hellma) de 10 mm de trajet optique.

### **2.2.2 Analyse spectroscopique infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :**

Le principe de cette spectroscopie est semblable à celui de la spectrophotométrie dans le visible. L'analyse des radiations absorbées permet d'identifier les transitions entre niveaux d'énergie et d'en déduire des informations sur la structure de la molécule. Dans l'infrarouge (longueur d'onde comprise entre 0,8  $\mu\text{m}$  et 1 000  $\mu\text{m}$ ), les énergies mises en jeu sont principalement des énergies de vibration (dans l'infrarouge proche) mais aussi de rotation (infrarouge lointain : longueur d'onde  $> 20 \mu\text{m}$ ).

Notre gel a été analysé par FTIR afin d'identifier les groupes fonctionnels de surface et localiser les différentes bandes d'absorption caractéristiques. Les analyses par FTIR ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre FTIR de marque JASCO FT/IR-4100 sur une gamme de fréquences comprises entre 400-4000  $\text{cm}^{-1}$

Les spectres FTIR ont été réalisés à partir du gel lyophilisé étalé sur une pastille KBr.

### **2.3 Analyse spectroscopique de flamme :**

Dans notre étude, on a utilisé un appareil de marque JENWAY PFP7 pour indiquer la présence ou l'absence des sels ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{N}^{+}$ ,  $\text{K}^{+}$ ) dans le gel.

#### **Mode opératoire :**

L'échantillon est aspiré à travers un capillaire à l'aide d'un gaz (l'air) ou comburant. Le capillaire amène la solution dans le nébuliseur dont le rôle est de produire un aérosol solution-gaz dans lequel les gouttes sont les plus fines possible. L'aérosol est mélangé ensuite avec un complément d'air et combustible (couramment acétylène) dans une chambre de pré-mélange. Ce mélange arrive à la base du brûleur et pénètre ensuite dans une flamme laminaire où s'effectuera l'atomisation. Lorsque la solution est pulvérisée dans la flamme, l'eau et le solvant s'évaporent, les sels et leurs produits de décomposition sont dissociés à l'état d'atomes ou de radicaux. Ceux-ci sont excités par l'énergie thermique de la flamme (2500 °K)

### **2.4 Le pH :**

Le potentiel hydrogène (ou pH) est une mesure de l'activité chimique des ions hydrogènes  $\text{H}^{+}$  (appelés aussi couramment protons en solution, évaluée sur une échelle logarithmique, qui varie en pratique de 0 à 14 pour les solutions aqueuses. Un pH inférieur à 7 signifie une solution acide, Au-dessus de 7, c'est une solution basique. Il dépend de plusieurs paramètres. Dans le traitement des eaux le pH est un facteur très important qui influence directement les équilibres physico-chimiques. Chaque type d'eau est caractérisé par une plage de pH bien définie

Dans notre travail la mesure du pH est réalisée à l'aide d'un multi paramètre de marque CRISON MM40 qui donne à le pH, la conductivité, la température et le TDS (total des solides dissouts).

### **2.5 La conductivité :**

La conductivité mesure la capacité de l'eau à conduire le courant entre deux électrodes. Elle donne un aperçu sur l'ensemble des sels minéraux présents dans une solution.



Une eau douce accusera généralement une conductivité basse et bien au contraire une eau dite dure affichera une conductivité élevée. Cette mesure détermine la quantité des ions liés contenue dans une solution qui sont séparés en deux groupes cations et anions. Ces sels dissouts vont accorder une valeur de conductivité mesurée en  $\mu\text{s}/\text{cm}$  en donnant une indication sur la qualité de l'eau employée.

Dans notre travail la mesure de la conductivité est réalisée à l'aide d'un multi paramètre de marque CRISON MM40.

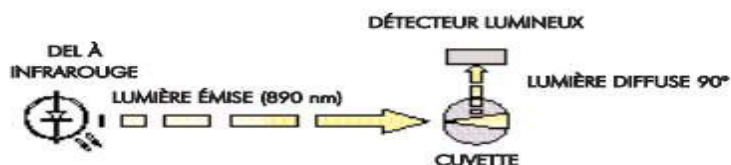
## 2.6 La turbidité :

La turbidité est l'effet optique qui traduit le caractère trouble de l'eau. Elle est due à la présence de diverses matière en suspensions finement divisées telles que les fines particules de matières organiques ou d'argiles et microorganismes ...etc. La turbidité se mesure par la technique optique : absorption ou de diffusion des rayons lumineux par les particules en suspension.

Les mesures de la turbidité des suspensions de bentonite à traiter sont réalisées à l'aide d'un turbidimètre de marque HANNA, modèles HI 93703 au niveau du laboratoire d'Analyses fonctionnelles des procédés chimiques, Université de Blida. Elle est exprimée en NTU. Différentes dilutions sont effectuées en cas de nécessité pour rentrer dans la gamme choisie.

Le turbidimètre utilisé envoie un faisceau de lumière infrarouge de 890 nm, ce dernier traverse la cuvette contenant l'échantillon à tester. Un capteur placé à un angle de  $90^\circ$  par rapport au faisceau incident permet à l'appareil de mesurer l'intensité de lumière en retour. La mesure de turbidité est relative.

L'appareil est étalonné pour mesurer une turbidité de 0, 10, 100 et 500 pour la suspension initiale sans traitement et pour l'eau claire.



**Figure 2-1 : Schématisation du principe d'un turbidimètre.**

## **2.7 La bentonite :**

La bentonite est une argile colloïdale . Connue aussi sous le terme de terre à foulon, elle peut être considérée comme une smectite, étant essentiellement constituée de montmorillonite  $(\text{Na, Ca})_{0.33}(\text{Al,Mg})_2\text{Si}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_2(\text{H}_2\text{O})_n$  (80 %) qui est une argile ce qui explique sa capacité de rétention d'eau car la montmorillonite est un type de smectite particulièrement gonflant. On trouve également d'autres minéraux comme le quartz, le mica, le feldspath, la pyrite ou la calcite. Les gisements de bentonites sont d'origines volcanique et hydrothermale

### **2.7.1 Préparation d'une eau turbide synthétique :**

Pour faire une simulation d'une eau turbide, 50 g de bentonite brute ont été versés dans un fut de 120l rempli avec l'eau du robinet .La suspension a été mise sous agitation manuelle durant 10 min après 2 heures l'agitation a été effectuée à nouveau pour assurer une dispersion uniforme des particules de la bentonite, la suspension n'est pas utilisée qu'après 24 heures pour assurer une hydratation complète de ces particules.300 mg de bentonite donnent une turbidité d'environ 100 NTU.

Pour avoir les gammes de turbidité voulus des dilutions ont été effectuées tout en ajoutant de l'eau du robinet .

## **2.8 Les acides humiques :**

Les substances humiques (SH) sont des composés organiques résultant de la transformation physique, chimique et microbiologique des résidus végétaux et animaux. Elles se retrouvent sous forme de macromolécules carbonées hétérogènes et complexes dans tous les écosystèmes au niveau des sols ainsi que des sédiments, des eaux de surface ce qui leur donne une coloration jaune brun en même temps qu'une acidité pouvant aller jusqu'à pH 4.

Dans notre travail nous avons utilisé acide humique du fournisseur BIOCHEM.

### 2.8.1 Caractéristiques des acides humiques :

**Tableau 2-2 : Caractéristiques des acides humiques**

Caractéristiques	Acides humiques
Couleur	Brun
Degré de polymérisation	Elevé
Poids moléculaire (Da)	300 000
Carbone	62 %
Oxygène	30 %
Acidité échangeable	< 500
Degré de solubilité	Faible

### 2.8.2 Préparation de la solution d'Acides Humiques (1g/l):

La solution est obtenue en dissolvant 1 gramme d'acide humique dans 62.5 ml d'une solution de NaOH à 2N , et complété avec de l'eau distillé jusqu'à 1 litre, cette solution est agitée pendant 24h et conservée à l'abri de la lumière à 4°C.

### 2.9 L'eau de surface :

Pour tester l'efficacité de notre biofloculant on l'avait appliqué sur une eau réelle. L'eau a été ramenée de la rivière de Hamam Melouane située à 30 Km du sud -est de Blida. Les échantillons ont été prélevés à 20 cm de l'interface supérieure.

#### **Propriétés de cette eau :**

**Tableau 2-3 : Propriétés de l'eau de surface**

propriété	valeur
<b>pH</b>	<b>8.25</b>
<b>conductivité (µs/cm)</b>	<b>560</b>
<b>turbidité (NTU)</b>	<b>16</b>
<b>TDS (mg/l)</b>	<b>359</b>

## **2.10 Préparation du Biofloculant extrait des cladodes de cactus :**

### **2.10.1 Préparation préliminaire de la matière première fraîche :**

Les cladodes (raquettes) d'OFI (cactus) ont été collectées durant le mois de Mai 2016 de la région de Sidi Aissa située à la commune de Gherouaou wilaya de Blida (Algérie), dont la température moyenne est de 22 °C. Pendant les mois les plus chauds elle est de l'ordre de 33 °C, tandis qu'elle varie entre 0 et 7 °C pendant les mois les plus froids. La pluviométrie moyenne est de l'ordre de 600 mm.

### **2.10.2 Méthode d'extraction :**

Après avoir enlever les épines du cactus à l'aide d'un couteau, les cladodes ont été rincées soigneusement avec l'eau du robinet puis avec l'eau distillée. Elles ont été ensuite coupées en petits dés de 1 cm où la peau a été pelée pour augmenter la surface de contact de la partie intérieure avec l'eau. 500g des cladodes coupées a été introduit dans un cristalliseur avec 200ml d'eau distillée. L'ensemble a été mis à l'étuve à 100 °C pour une macération pendant 2h après cette période on récupère le gel extrait des cladodes et on refait l'opération avec les mêmes conditions (200 mL d'eau distillée à 100°C pendant 2h) 5 à 6 fois jusqu'à l'obtention d'un gel moins visqueux (voir l'annexe du pouvoir coagulant en fonction de l'extraction). Le produit obtenu a été conservé au réfrigérateur à 4 °C et à l'abri.

## **2.11 Lyophilisation :**

La lyophilisation, autrefois appelée **cryodessiccation**, consiste à déshydrater un produit préalablement surgelé, par sublimation.

Pour notre cas la lyophilisation a été effectuée sur le gel pour pouvoir l'analyser par FTIR sans l'interférence des molécules d'eau.

La manipulation a été faite au niveau du CNRDPA de Bousmail (Tipaza), à l'aide d'un lyophilisateur de marque CHRIST Alpha 1-2LD.

### **Protocole expérimental :**

Pour commencer le produit liquide (600ml du gel de cactus) a été congelé, à une température de l'ordre de -70°C. Il a été ensuite soumis à une évaporation sous vide ou dessiccation primaire. Cela permet de faire passer l'eau contenue dans le

produit **directement de l'état solide à l'état gazeux**. La vapeur d'eau ainsi produite par congélation a été capturée, à l'aide d'un condenseur.

Enfin, la dessiccation secondaire permet d'extraire par désorption les molécules d'eau piégées à la surface des produits séchés.

A la fin de ce cycle, 2 g du produit qui ne contient plus que **1% à 5% d'eau** a été récupéré sous forme de poudre.

### **2.12 Analyse rhéologique :**

L'objectif de ce test est de caractériser le comportement rhéologique du gel de cactus .Le test qui porte notre intérêt et celui des courbes d'écoulement en régime continu sous cisaillement variable, se traduisant par la viscosité apparente,  $\eta_{app}$  en fonction de la vitesse de cisaillement,  $\dot{\gamma}$  de notre produit .

Pour l'obtention des courbes d'écoulement, on fait varier la vitesse de cisaillement par pas logarithmique de 0,001 à 1000 s<sup>-1</sup>, avec un nombre de point de mesure de variant entre 25,36,50 , et un temps de mesure pour chaque point suffisamment long pour atteindre l'état d'équilibre, auquel la viscosité enregistre un palier se traduisant par un équilibre dynamique des deux cinétiques antagonistes de déstructuration – restructuration.

Pour le traitement de modélisation des courbes d'écoulement d'équilibre, on privilégie l'utilisation du logiciel STATISTICA qui offre une multitude de technique de méthodes d'optimisation non linéaires se basant sur un calcul itératif (Quasi-Newton, Simplex, Simplex and quasi-Newton, Hooke-Jeeves pattern moves, Hooke-Jeeves and quasi-Newton, Rosenbrock pattern search, Rosenbrock and quasi-Newton)

- Rhéomètre (ANTON PAAR PHYSICA RHEOLAB MCR 302)

L'étude du comportement rhéologique est réalisée à l'aide d'un rhéomètre rotatif muni d'un système de mesure de type « plan-plan » de 20 mm de diamètre. Le rhéomètre est relié à un thermostat, où la température est fixée à 20°C. Ce rhéomètre est piloté par un microordinateur qui permet la commande, la saisie et l'analyse des résultats d'étude.

### 2.13 Le jar-test :

Le Jar test est un appareil qui permet de déterminer les conditions optimales de la coagulation floculation telle que la concentration optimale du coagulant ou du floculant, le temps, la vitesse d'agitation et le pH optimum.

Le test a été réalisé à l'aide des flocculateurs (agitateur) avec 6 béchers de 1l de volume. Cet appareil a été programmé pour deux vitesses d'agitation où la vitesse d'agitation de la coagulation est estimée égale à 150 tr/min pendant 2 minutes et la celle de la floculation est de 40 tr/min pendant 15 minutes. Le temps nécessaire pour la décantation est égale à 30 minutes.

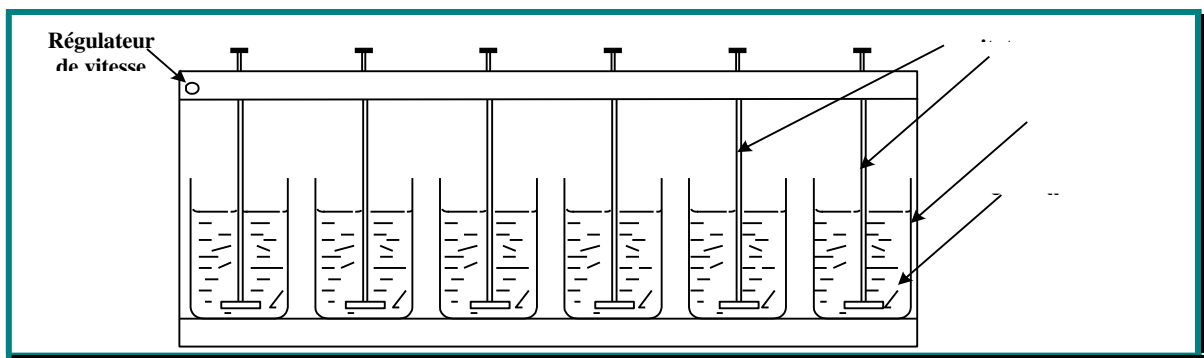


Figure 2-2 : Schématisation d'un appareil Jar Test.

- 1) Les 6 béchers ont été remplis avec de l'eau à traiter (eau synthétique) en prenant soin que ces derniers soient homogènes en vue de turbidité,
- 2) L'ajustement du pH a été effectué selon test (milieu acide ou basique). La mesure du pH, conductivité et turbidité initiale est nécessaire. Les lamelles ont été introduites dans les béchers.
- 3) L'appareil a été programmé pour deux vitesses d'agitations différentes et successives, à savoir la vitesse de coagulation qui est de 150 tr/min pendant 2 minutes et la vitesse de floculation qui est de 40 tr/min pendant 15 minutes.
- 4) Au temps 0, le floculant a été ajouté le plus rapidement possible avec une pipette, de façon identique dans chaque bécher. Les doses sont croissantes de façon à "encadrer" la dose optimale présumée.
- 5) Les lamelles ont été retirées lentement pour laisser les floccs décanter pendant 30 minutes.
- 6) A l'aide d'une pipette un prélèvement a été effectué à 1 cm de la surface de l'eau dans chaque bécher.
- 7) La mesure du pH, conductivité et turbidité finale est nécessaire.

Ce chapitre est consacré pour les principaux résultats que nous avons obtenus en utilisant les différentes méthodes d'analyse et de caractérisation préalablement citées. Nous allons commencer par une caractérisation physicochimique et rhéologique du gel de cactus puis nous allons tester l'efficacité de ce dernier à différents échantillons et déterminer les conditions optimales pour lesquelles il donne de meilleurs résultats.

### **Caractéristiques du gel :**

#### **3.1.1 Le pH :**

Le pH du gel est égale à 4 .Cette valeur est référée à la présence des groupements fonctionnels ayant un caractère acide tels que les groupements carboxyliques (COOH) présents dans l'acides galacturonique .

#### **3.1.2 La conductivité :**

La conductivité du gel est égale à 6.08 ms/cm, ce qui confirme la présence d'une quantité importante d'ions.

#### **3.1.3 La densité :**

La densité est mesurée à l'aide d'une fiole de 20 ml.

La fiole est pesée à vide puis remplie d'eau à une température maintenue à 20°C, par la suite elle est remplie avec le gel de cactus puis pesé à la même température.

La densité « d » est déduite à partir de la relation suivante :  $d = \frac{M_{sus} - M_o}{M_{H_2O} - M_o}$

Où : **d** :densité.

$M_{H_2O}$ : masse de la fiole remplie d'eau.

$M_{sus}$  : masse de la fiole remplie du gel.

$M_0$ : masse de la fiole vide.

La densité du gel de cactus est égale à : 1.260.

### **3.1.4 Le taux d'humidité :**

Pour estimer le taux d'humidité ou le pourcentage en eau dans un produit, 20 ml d'échantillon sont prélevés et pesés dans une coupelle du poids connu, la coupelle est placée dans une étuve à 105 °C jusqu'à l'obtention d'un poids constant.

Il est mesuré par la loi suivante :  $\%H = \frac{m_0 - m_1}{m_0}$

Où :  $m_0$  = masse de l'échantillon avant séchage.

$m_1$  = masse de l'échantillon après séchage.

$\%H = 96\%$ .

### **3.1.5 Analyse qualitative des sels ( $Ca^{2+}$ , $Na^+$ , $K^+$ ) :**

L'analyse du gel par spectrophotomètre à flamme a donné des valeurs de transmittance pour le sodium ( $Na^+$ ), ainsi que pour le potassium ( $K^+$ ) et le calcium ( $Ca^{2+}$ ), ce qui montre la présence de ces derniers dans le gel de cactus .

## **3.2 Spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (I.R.T.F) :**

La **figure (3-1)** présente le spectre infrarouge du gel extrait à partir des cladodes du cactus. Le tableau 3-1 répertorie les différentes bandes d'absorption et les groupements fonctionnels correspondants.



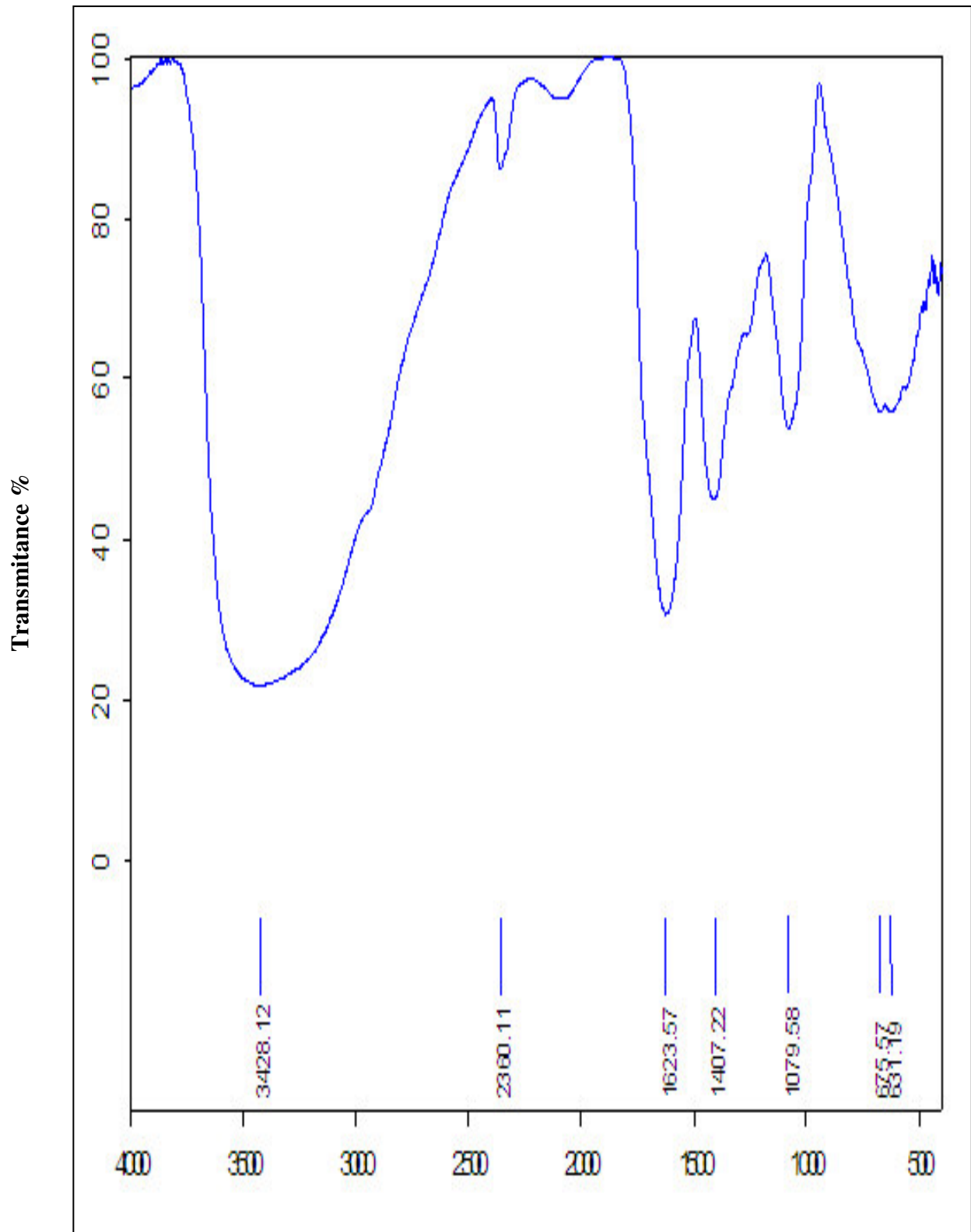


Figure 3-1 : Spectre I.R du gel de cactus .

**Tableau 3 -1 : Longueurs d'ondes des bandes IR des structures constituants le gel de cactus :**

Longueur d'onde ( $cm^{-1}$ )	Type de liaison
3428.12	O-H Elongation/N-H élongation
2380.11	Alcynes/ Nitriles
1623.57	-C=O (vibration) acides carboxyliques/-NH <sub>2</sub> (déformation) amides primaire
1407.22	-C=O élongation Carboxylates/élongation O-H
1079.58	P-OH vibration /(-OH /-C-O- C-) Polysaccharides
675.57	Groupes aromatiques
631.19	Groupes aromatiques

La bande large située entre  $3200-3500\text{ cm}^{-1}$  est attribuée à la vibration d'élongation d'hydroxyle (OH) qui indique la présence d'un alcool associé aux polysaccharides [44]

. On remarque aussi une intensification de cette bande située entre  $1000\text{ et }1300\text{ cm}^{-1}$  qui peut être attribuée à une liaison -CO ou à une élongation d'un amine primaire. Le faible étirement de la bande de vibration autour de  $2380.11\text{ cm}^{-1}$  pourrait être affecté aux alcynes ou aux nitriles. La bande intense observée à  $1623.57\text{ cm}^{-1}$  est attribuée à une élongation de la fonction -C=O des acides carboxylique comme elle peut être attribuée à une déformation de la liaison -NH<sub>2</sub> amides primaires existants dans les protéines. En outre, la bande à  $1407.22\text{ cm}^{-1}$  correspond à une élongation de la fonction -C=O des carboxylates [33] ou à une élongation O-H des phénols .

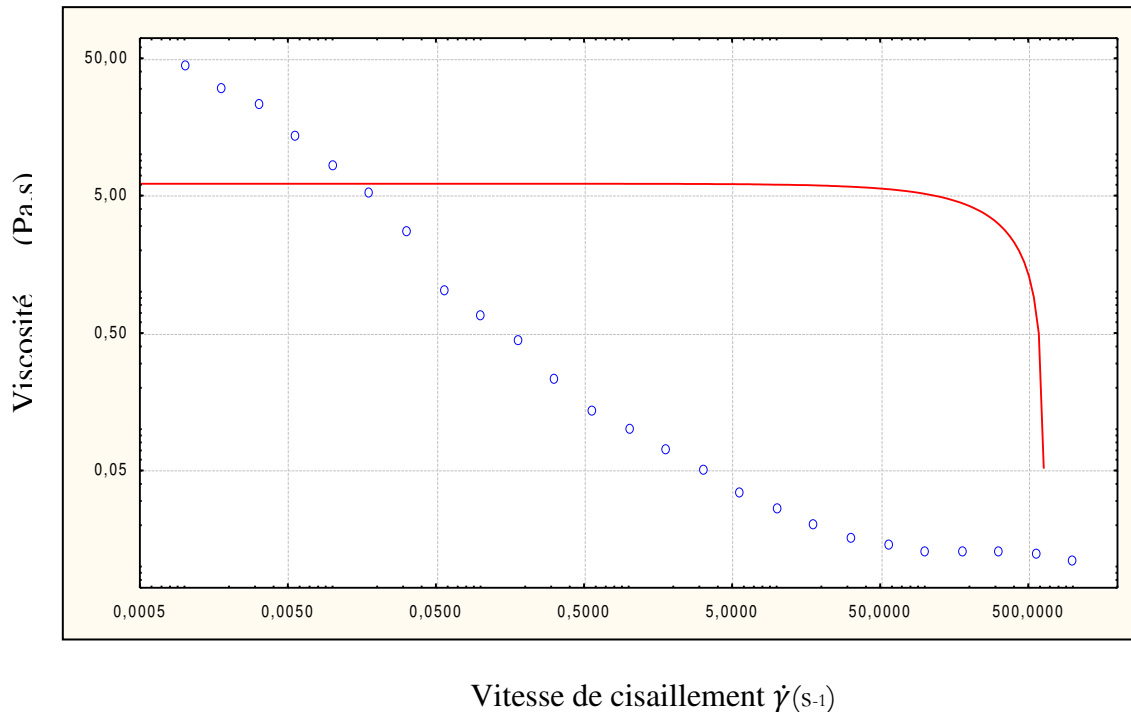
Le signal moyen enregistré à  $1079.58\text{ cm}^{-1}$  correspond à la vibration de la liaison

P-OH des phosphates ainsi que les liaisons-OH et -C-O- C- des sucres constituants les polysaccharides .Enfin, les bandes obtenues à  $675.57\text{ et }631.19\text{ cm}^{-1}$  sont dues probablement aux groupes aromatiques ou aux vibrations de valence des liaisons d'halogénures (C-X).

### 3.3 Test d'écoulement :

L'objectif de ce test est de caractériser le comportement rhéologique de notre biofloculant, lorsqu'il est en écoulement.

La variation de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement pour une température de 20°C est illustrée dans la figure 3 -2.

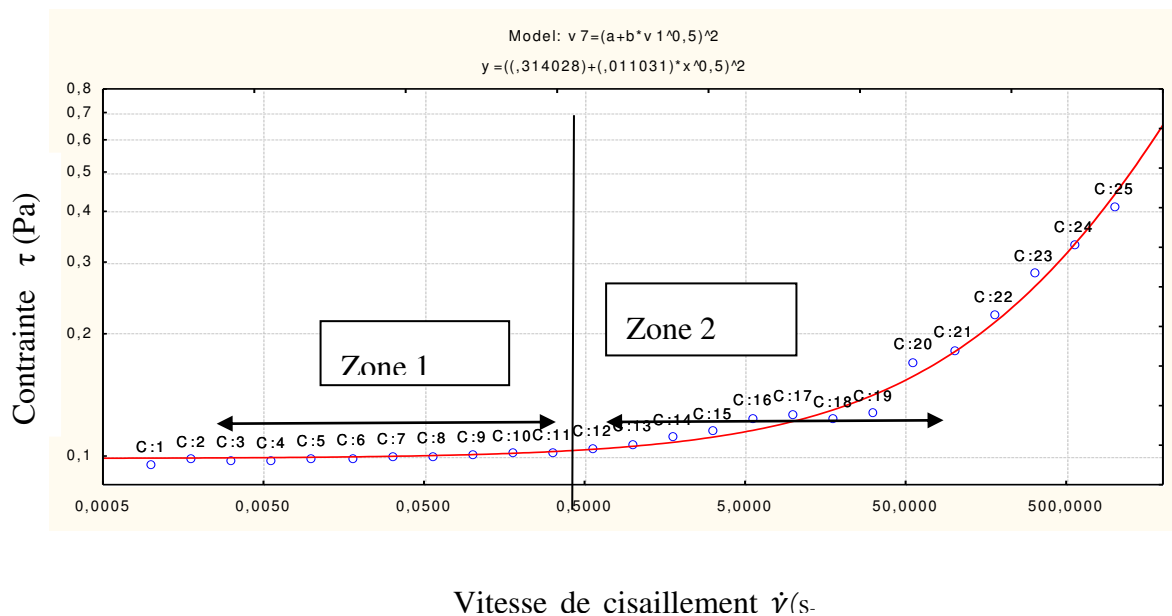


**Figure 3-2 : Evolution de la viscosité en fonction de la vitesse de cisaillement à T=20°C.**

La figure 3-2 montre une décroissance de la viscosité avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. Cela peut être justifié par le fait qu'il s'agit d'un fluide plastique rhéofluidifiant.

Dans le but de savoir si le produit se comporte comme un fluide plastique et qu'il admet par conséquent un seuil d'écoulement, on sollicite les échantillons par une rampe en contrainte de cisaillement de  $0,0001$  à  $1000s^{-1}$  avec un nombre de points égal à 25 et un temps de mesure entre deux points successifs suffisant pour atteindre l'équilibre. On enregistre par la suite l'évolution de la déformation en fonction des sollicitations imposées.

La figure 3-3 présente l'évolution de la contrainte en fonction de la vitesse de cisaillement ( $\tau = f(\dot{\gamma})$ ).



**Figure3 -3: Evolution de la contrainte seuil en fonction de la vitesse de cisaillement à T=20°C.**

Ce rhéogramme met en évidence deux comportements différents :

- Dans la première zone, les déformations sont petites et le comportement est quasi-linéaire, ce qui correspond à un comportement élastique du produit.

À l'issue de cette analyse graphique, la valeur de la contrainte seuil calculée par le logiciel US 200 est égale à  $\tau_0 = 0,011031 \text{ Pa}$  et la viscosité plastique (à l'infini) est égale  $\eta_\infty = 0,314028 \text{ Pa.s}$

La présence de la contrainte seuil peut être justifiée par le fait qu'au repos, il y'a formation d'une structure rigide, cet état de structure induit la présence d'une force de cohésion entre les particules. Dans le cas où on veut rompre cette structure, on est amené à appliquer un effort au moins égal ou supérieur à cette force de cohésion, d'où l'existence de la contrainte seuil à l'échelle macroscopique.

La contrainte de cisaillement imposée au fluide met ce dernier en mouvement, provoquant ainsi la déstructuration de sa structure initiale par rupture des liaisons ou par défloculation. Cette structure se régénère par diminution de la contrainte jusqu'un état d'équilibre correspondant à un état stationnaire de la viscosité, où les forces antagonistes (forces d'attraction et de répulsion) de cisaillement sont égales.

. A partir de cette courbe, on peut déduire qu'il s'agit d'un fluide non newtonien plastique (contrainte seuil déterminée auparavant).

Dans ce type de fluide les particules sont orientées dans le sens de l'écoulement, au fur et à mesure que la vitesse de cisaillement augmente ; cette dernière va provoquer l'orientation des unités structurales qui s'alignent progressivement dans le sens d'écoulement.

### **3.3.1 Modélisation rhéologiques et choix du modèle :**

La modélisation du comportement consiste à chercher un modèle rhéologique existant ou de développer un modèle qui exprime au mieux les résultats expérimentaux et le phénomène réel.

D'après le test d'écoulement, on peut dégager les paramètres rhéologiques par ajustement des rhéogrammes à des modèles rhéologiques usuels tel que : Ostwald, Herschel-Bulkley, Casson, Bingham .Nos résultats ont été interprétés par le modèle de casson.

Dans cette modélisation, on évite l'utilisation des modèles structuraux en l'occurrence le modèle de Carreau et Cross, car ces modèles supposent l'existence d'une viscosité à un taux de cisaillement nul associé à la première région Newtonienne, or au vue de la courbe de la viscosité expérimentale (figure 3-2 ), il paraît clairement que cette zone est absente.

Le calcul des paramètres rhéologiques du modèle de Casson est effectué par l'utilisation du logiciel « STATISTICA » à l'aide de son module « estimation non linéaire ».

Le principe de calcul des paramètres est basé sur des méthodes d'optimisation non linéaire. Le choix d'une de ces méthodes s'avère nécessaire, quant à la convergence du système de résolution. En effet ces méthodes se basent sur un processus de calcul itératif, avec un choix judicieux préalable du vecteur initial.

À la lumière de la caractérisation rhéologique, on remarque que le modèle de Casson répond le mieux aux résultats expérimentaux avec  $R = 0,99394$ .

Ce modèle est donc caractérisé par 3 paramètres :

- $\tau$  : c'est la contrainte à chaque vitesse de cisaillement.
- la viscosité à l'infinie  $\eta_{\infty} = 0,314028$  Pa.s: c'est la valeur à laquelle tend la viscosité à partir d'une vitesse de cisaillement  $\dot{\gamma}$  infinie.
- $\tau_0 = 0,011031$  Pa: c'est la contrainte seuil qui caractérise le gel.

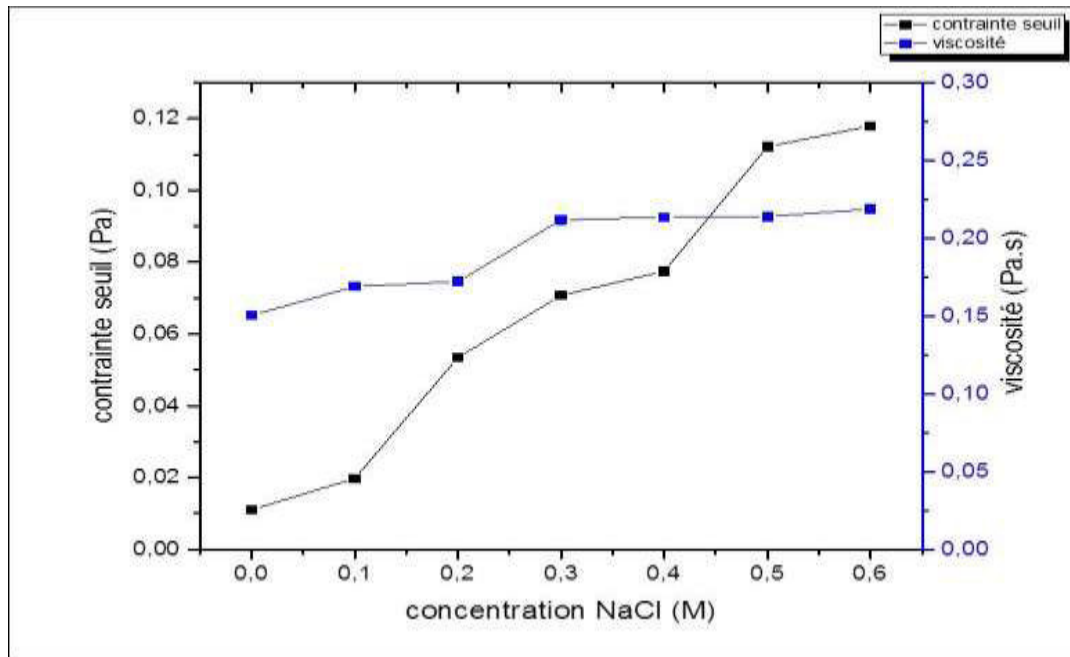
Dans ce qui suit nous allons étudier la variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique de notre biofloculant en fonction de plusieurs paramètres (effet de sels de NaCl et de CaCl<sub>2</sub>, effet du pH).

La variation de ces paramètres va nous donner un aperçu sur les propriétés et le comportement de notre gel au sein d'une solution.

Les mesures ont été effectuées à l'aide du rhéomètre, les rhéogrammes obtenus ont été optimisés par le modèle de Casson d'où nous avons extrait la contrainte seuil et la viscosité plastique correspondantes à chaque essai. (voir l'annexe 02)

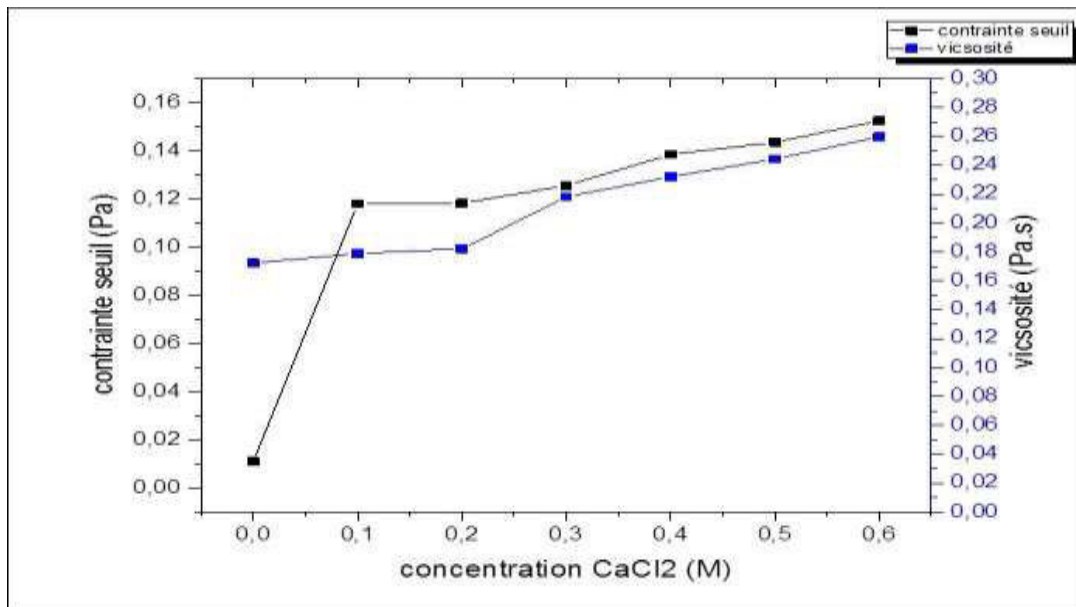
### **3.4 Effet de sels sur le comportement rhéologique du gel de cactus:**

La figure 3- 4 représente la variation de la contrainte et de la viscosité plastique en fonction de la concentration de NaCl.



**Figure 3- 4 : Evolution de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la concentration du NaCl**

La figure 3- 5 représente la variation de la contrainte et de la viscosité plastique en fonction de la concentration de  $\text{CaCl}_2$ .



**Figure 3-5 : Evolution de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la concentration du  $\text{CaCl}_2$ .**

D'après les figures 3-4 et 3-5, il est clair que la contrainte seuil augmente en fonction de l'ajout de sel, tandis que la viscosité plastique varie peu et est globalement constante.

D'une part, la dépendance de la contrainte seuil avec les sels divalent  $\text{CaCl}_2$  est plus grande que celle du sel monovalent  $\text{NaCl}$  pour les mêmes concentrations de (0.1-0.6 M). Cette dépendance est due à la force ionique. Ce résultat est confirmé par des études effectuées auparavant sur le mucilage (Medina-Torres et al 2000) où ils ont constaté que la viscosité augmente parallèlement avec la force ionique ainsi que la contrainte seuil.

En effet en augmentant la force ionique le potentiel Zêta diminue ce qui va entraîner une compression de la double couche ionique de Gouy-Chapman des macromolécules d'où une prédominance des forces d'attraction de Van Der Waals par rapport aux forces de répulsion électrostatiques de ces polymères ce qui génère un chevauchement, une formation des chaînes polymériques, une diminution du volume hydrodynamique ainsi qu'un changement dans la conformation de ces chaînes.

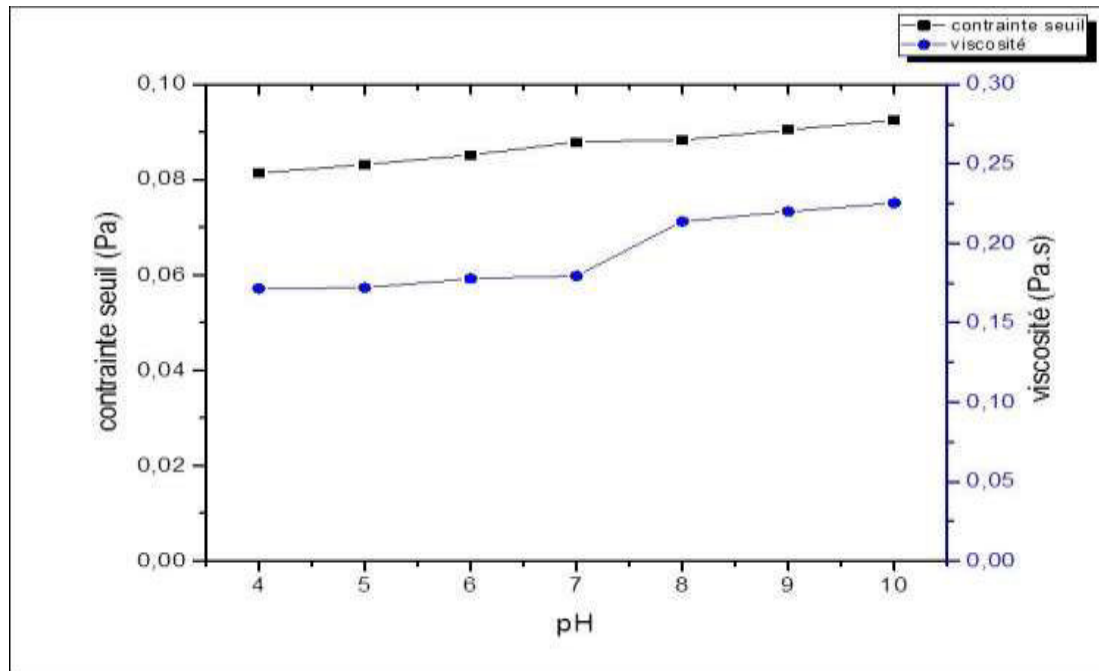
D'autre part la viscosité plastique est pratiquement constante ce qui est expliqué théoriquement par le fait qu'à cisaillement infini le gel se comporte comme un fluide rhéofluidifiant et la viscosité converge vers zéro.

### **3.5 Effet du pH sur le comportement rhéologique du gel de cactus :**

Dans cette étude nous avons varié le pH du gel du 4 à 10 pour étudier le comportement et les changements de conformation de ce dernier dans différents pH en milieu acide et basique.

La figure suivante montre la variation de contrainte seuil ainsi que la viscosité plastique de notre gel en fonction du pH.





**Figure3 -6: Evolution de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction du pH.**

D'après la figure nous remarquons une très faible augmentation de la contrainte seuil ainsi que la viscosité plastique ce qui pourra être négligé.

De ce fait nous pouvons dire que notre gel n'est pas sensible aux variations du pH.

Afin d'évaluer le pouvoir coagulant et de déterminer les conditions optimales dans lesquelles notre biofloculant extrait à base de cactus donne les meilleurs résultats, nous avons effectué plusieurs expériences en suivant la turbidité, la concentration d'acide humique, le pH, la conductivité, l'agrégation des floes et le temps de décantation de différents échantillons en fonction de plusieurs paramètres.

### **3.6 Elimination de la turbidité avec le gel de cactus :**

#### **3.6.1 La concentration optimale :**

La figure 3-7 représente la variation du taux de réduction de turbidité de l'eau synthétique en fonction du volume du biofloculant ajouté.

Les échantillons initiaux se caractérisent par :

- Une turbidité de 120 NTU.
- Une conductivité est de l'ordre de 790 $\mu$ s/cm.
- Le TDS est égale à 506mg/l.
- Le pH est égale à 8.20.

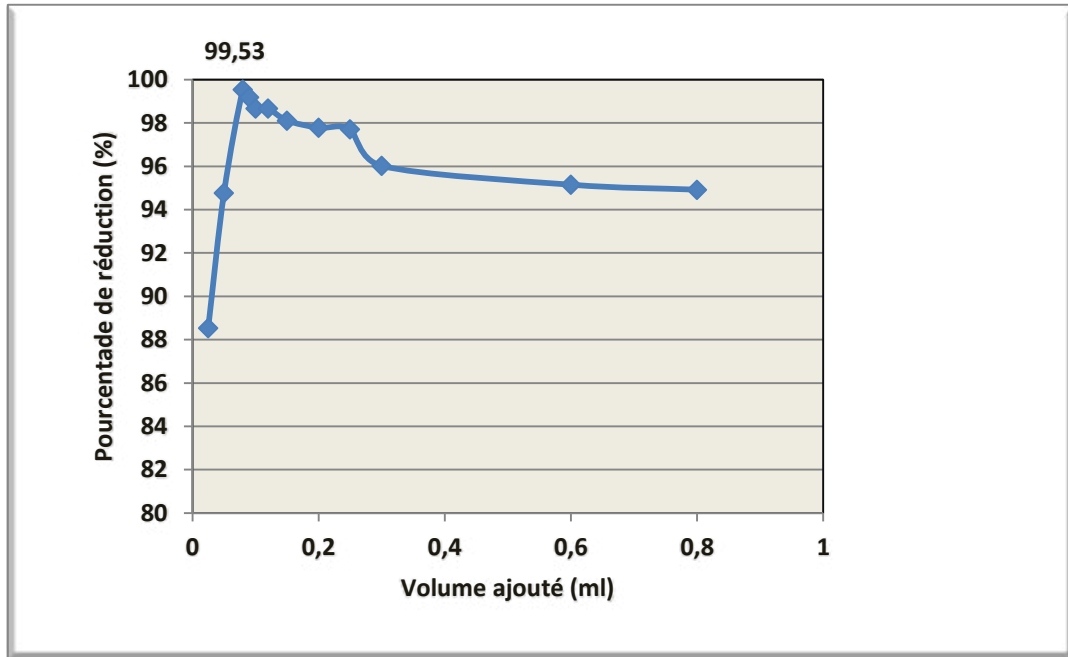
Les volumes du gel ajoutés varient de 0.025 ml à 0.8 ml par litre d'échantillons à une température de 25°C.

On remarque d'après la figure que le pouvoir coagulant augmente au fur et à mesure de l'ajout du floculant pour atteindre une valeur maximale à un volume de 0.08ml l'équivalent de 0.3mg de matière sèche (calculer à partir des résultats de la lyophilisation) avec un pourcentage de réduction de turbidité égale à 99.56% où la turbidité résiduelle est égale à 0.67 NTU.

Au-delà de cette dose c'est-à-dire au surdosage le taux de réduction de turbidité diminue ce qui est justifié par la restabilisation stérique des particules colloïdales (l'augmentation du rapport polymère/particules).

Les valeurs finales du pH, conductivité et de TDS sont égale à 8.22, 793  $\mu$ s/cm, 508mg/l respectivement ; ces valeurs sont presque égales aux valeurs initiales. Ce procédé n'affecte pas ces paramètres.

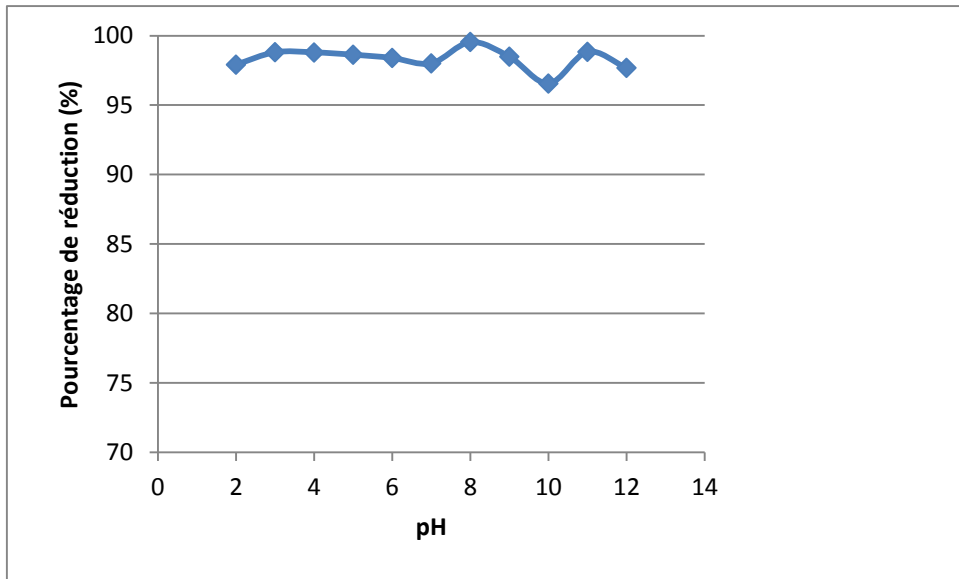
En comparant ces résultats avec d'autres obtenus par plusieurs biofloculant dans des études préalables on constate que ce résultat est meilleur que ceux obtenus par différents chercheurs qui ont travaillé sur le mucilage et les poudres de cactus et avec les biopolymères où nous avons pu avoir des taux de réductions très élevés à des très faibles volumes.[31 ;74].



**Figure 3-7 : Evolution du pouvoir de réduction de turbidité en fonction des volumes du gel ajoutés.**

### **3.6.2 Le pH optimal:**

Dans le but de déterminer le pH optimal correspondant aux meilleurs taux de réductions, nous avons réalisé plusieurs essais en Jar Test où on a fait varier le pH des échantillons de 2 à 12 et nous avons suivi le taux de réduction et la structure des floccs formés au volume optimal 0.08ml.



**Figure3 -8 : Evolution du pouvoir de réduction de turbidité en fonction du pH.**

D'après la figure 3 -8 on remarque que le pouvoir de réduction est supérieur à 96% dans toute la plage du pH étudiée ce qui met en évidence le fait que le pH n'influe pas contrairement aux résultats trouvés auparavant où ils ont trouvé un pH optimal compris entre 8 et 10.

Néanmoins, à pH égal à 8 le pourcentage de réduction de turbidité est égal à 99.53%.

En comparant ces résultats pas d'autres études réalisées sur le cactus on remarque que notre gel offre une plage de pH beaucoup plus large.

Mais on a remarqué que la structure des floccs change en fonction du pH comme le montre la figure 3 -9.



**Figure3-9 : Floccs obtenus à différents pH ;(A) floccs obtenus à pH <5, (B) floccs obtenus à pH ≥ 5 .**

A pH inférieur à 5 il y a la formation des macroflocs qui décantent sous formes dispersées contrairement aux flocs formés à pH supérieurs à 5 qui sont plus compacts, résistants, denses et larges formant une pelote de quelque centimètre de tailles.

En se basant sur l'étude rhéologique qu'on a effectuée on constate que le pH n'a pas affecté le biofloculant .

A  $\text{pH} \geq 10$  nous avons remarqué la formation des hydroxydes qui se précipitent avant l'ajout du floculant à cause de l'apport excessif en  $\text{OH}^-$ .

### **3.6.3 Balayage du pH et du volume du gel de cactus ajouté (zone d'iso efficacité):**

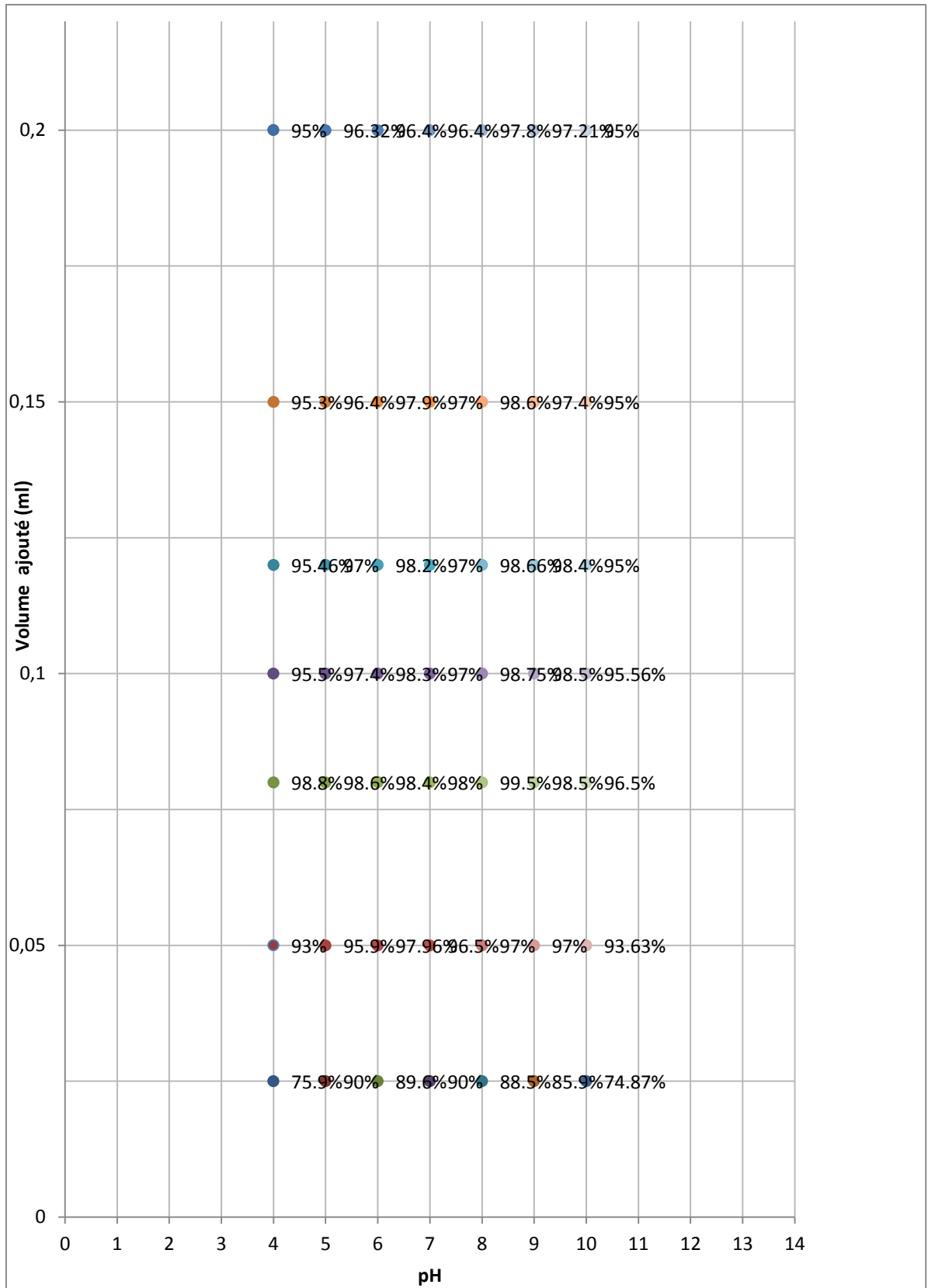
Pour confirmer ces résultats obtenus auparavant nous avons fait un balayage du pH à différents volumes ajoutés.

Cet essai consiste à la variation pH des échantillons à traiter du 4 à 10 à savoir : (4 ;5 ;6 ;7 ;8 ;9 ;10) ainsi que le volume ajouté allant de 0.025 à 0.2 ml/l à savoir : (0.025 ;0.05 ;0.08 ;0.1 ;0.12 ;0.15 ;0.2) ; ces volumes ont été choisis après avoir estimé la plage optimale dans laquelle il donne les meilleurs résultats .Notons que la turbidité initiale était de l'ordre de 120 NTU.

Ces résultats nous permettent de déterminer la zone de pH pour laquelle notre gel floculant présente une meilleur efficacité (pH optimum).

Pour cela nous avons choisis des valeurs de pH qui s'entendent avec des valeurs de pH retrouvées dans différents types d'eaux.

Les résultats sont présentés sous la figure suivante :



**Figure 3-10 : Le taux de réduction en fonction du pH et volume du gel ajouté**

### **Interprétation :**

Les résultats obtenus lors des variations des volumes du gel à différents pH donnent des pourcentages de réduction important même à des faibles volumes sur toute la plage du pH choisit.

On remarque d'après la figure une zone d'iso efficacité à pH égale à 6,8 et 9 où les taux de réduction étaient supérieurs à 98% pour différents volumes allant de 0.08 à 0.12 ml. Notons aussi que la valeur maximale est obtenue à pH=8 avec 0.08 ml du gel où le taux de réduction atteint 99.5%.

On remarque aussi que le volume optimal est égal à 0.08ml/l d'échantillon pour toute la plage du pH avec un taux de réduction supérieur à 98%.

Au-delà de ce volume on remarque une diminution du taux de réduction due au surdosage qui provoque la restabilisation des particules colloïdales du fait de l'augmentation du rapport polymères particules (restabilisation stérique).

A pH =4 et pH=10 on a enregistré les taux de réduction les plus faibles à savoir : (75% ;93% ;95%).

La forme et la taille des floccs montrent une dépendance vis-à-vis le pH, on a remarqué que la taille des floccs grandisse à pH supérieur à 5 et s'agglomèrent sous forme compacte et résistante comme cité auparavant et qui deviennent meilleurs à des pH basique.

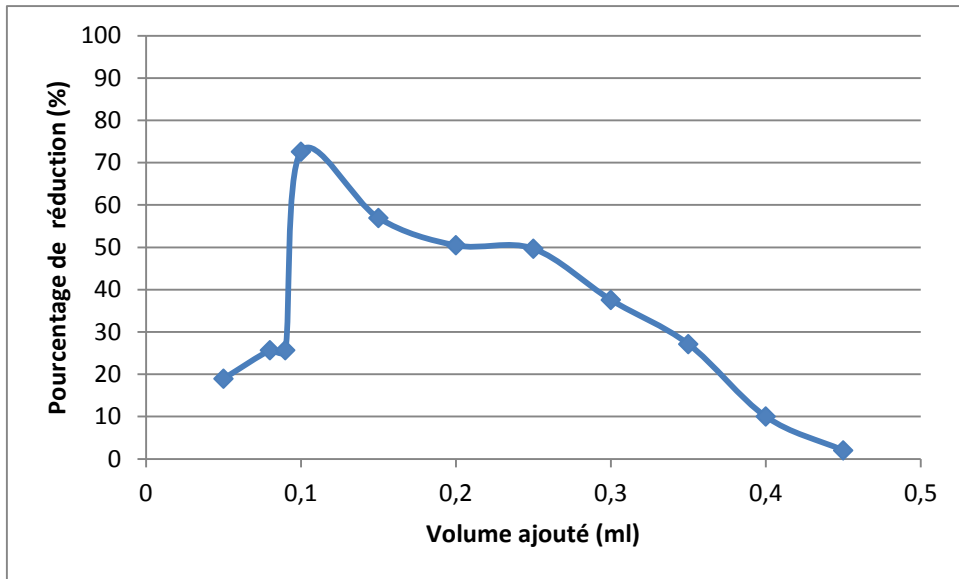
(figure 3-9)

#### **3.6.4 Effet de la force ionique sur le pouvoir coagulant du gel de cactus :**

Pour voir la dépendance de notre produit à la force ionique ainsi pour avoir une idée sur son mécanisme de coagulation nous avons effectué une série d'essai en Jar Test.

Dans la première série nous avons suivi le pouvoir de réduction de turbidité dans une eau distillée en variant le volume du gel de cactus ajouté de 0.05 à 0.45 ml à chaque litre d'échantillon à traiter dont la conductivité est de l'ordre de 100  $\mu$ s et le pH est égale à 9.

Les résultats sont présentés dans la figure 3-11 :



**Figure 3-11 :Le taux de réduction en fonction du volume ajouté du cactus dans une eau distillée**

On remarque de la figure un faible taux de réduction à un volume  $\leq 0,9$ ml avec un taux compris entre 18 et 25%.

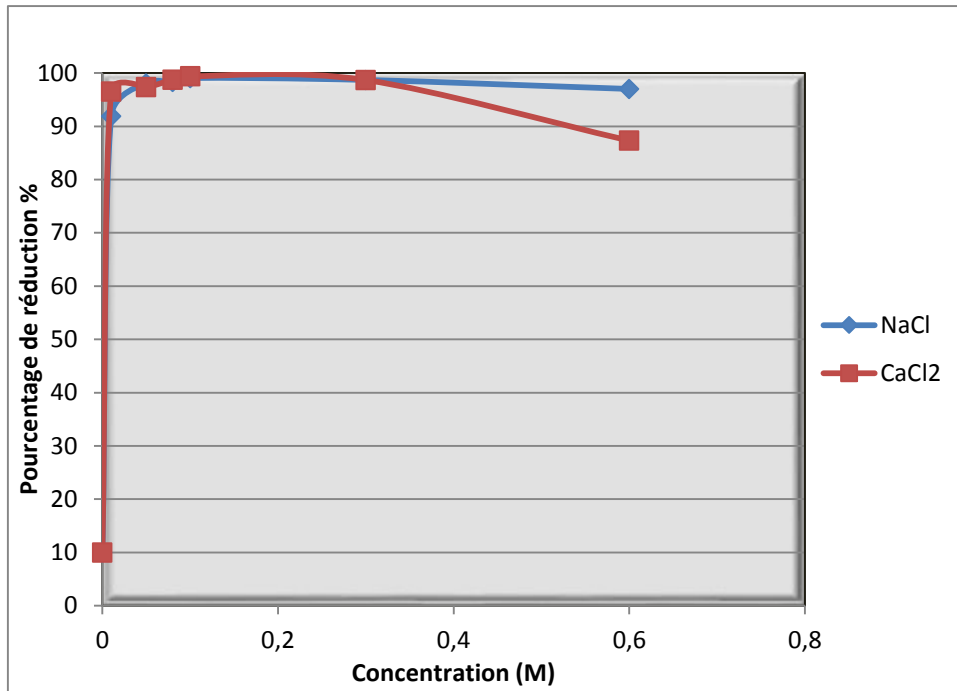
Le meilleur taux de réduction est enregistré à un volume de 0.1 ml avec 72.61%. Au-delà de cette dose on remarque une diminution du taux de réduction.

Comme on a remarqué que les floccs formés avaient une forme filamenteuse comme montré dans la figure 3-13.

Dans la deuxième et troisième série en Jar Test nous avons varié la concentration des sels NaCl et CaCl<sub>2</sub> dans les échantillons à savoir : (0.01 ;0.05 ;0.08 ;0.1 ;0.3 ;0.6M).

Les résultats obtenus ont été représentés sur la figure suivante :





**Figure 3-12: Le taux de réduction de turbidité en fonction de la concentration du sel**

D'après la figure on remarque une augmentation très importante du taux de réduction de turbidité de 10 à 96.53% et de 10 à 91.91% pour le CaCl<sub>2</sub> et le NaCl respectivement à une concentration de 0.01M.

Les meilleurs taux de réduction sont 99.39% et 99.03% pour les deux sels, CaCl<sub>2</sub> et le NaCl respectivement à une concentration de 0.1 M.

Au-delà de cette concentration on remarque une diminution du taux de réduction.

En effet, à faible force ionique les forces de répulsion électrostatiques sont prédominantes aux force attractives de Van Der Wals ce qui fait que les polymères ne peuvent pas s'adsorber ou piéger les particules et le système reste stable par rapport à la décantation.

Lorsque on augmente la concentration en sel c'est-à-dire la force ionique ,on compresse la double couche diffuse de Gauy -Chapman ce qui est déjà montré par l'étude rhéologique où on a constaté l'augmentation de la contrainte seuil lors de l'augmentation de la force ionique ;d'où les forces d'attraction de Van Der Wals prédominent ,les particules se rapprochent l'une de l'autre ,les macromolécules seront en chevauchement et

forment par la suite des chaînes polymériques d'un poids moléculaires très élevés .Ces chaînes vont être adsorbés sur les particules déstabilisées ou ils vont les piéger pour former à la fin des floccs qui se décantent facilement .

L'épaisseur  $\delta$  du nuage ionique qui entoure et protège les particules est donnée par la formule de Debye- Huckel (en nm et à 25°C) :

$$\delta = \frac{0,31}{\sqrt{\sum CZ}}$$

Où C : la concentration molaire de chaque espèce ;

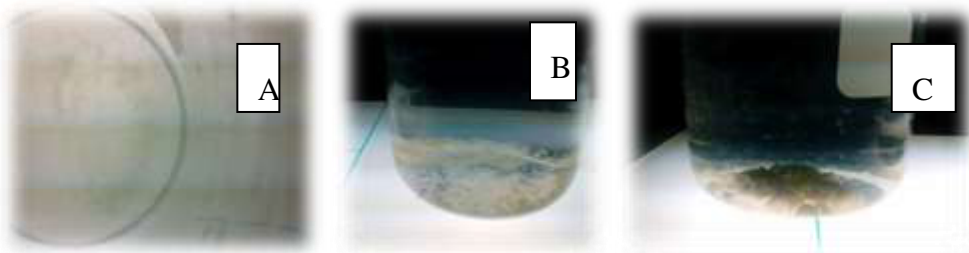
Z : la valence de sa valence.

Lorsque l'épaisseur diminue, les particules peuvent se rapprocher d'avantage (elles ne se repoussent plus autant qu'avant) et les forces d'attraction de Van der waals vont être supérieures aux forces électrostatiques ce qui va favoriser l'agrégation des particules.

Quand la force ionique dépasse un certain seuil le volume hydrodynamique du gel change ; les macromolécules vont être très encombrées qui change leur conformation (rétrécissement des polymères) entravant l'adsorption. [111 ;112]

D'après ces résultats on suppose que le mécanisme de coagulation-floculation de notre produit est soit l'adsorption et pontage soit un effet de piégeage par les macromolécules constituant le gel de cactus.

On a aussi remarqué différentes formes des floccs. Avec l'eau distillée, les floccs étaient sous formes filamenteuses (fibres) voir la figure 3-13 - A. A 0.1M NaCl les floccs étaient visible dispersés d'environ 2 mm de taille (Figure 3-13 -B) et à 0.1 CaCl<sub>2</sub> les floccs étaient léger et volumineux agrégés voir la figure 3-13 -C.

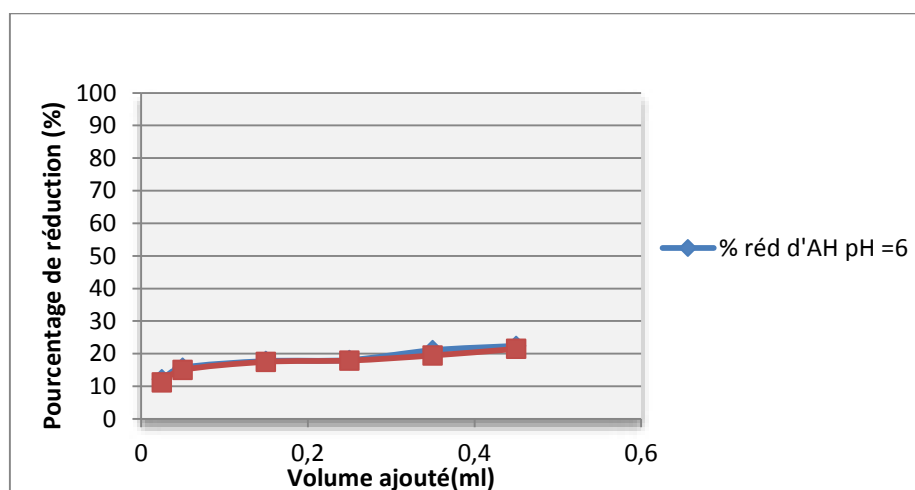


**Figure 3-13 :Les différentes formes de floccs ; (A) eau distillée,(B) 0.1 M NaCl,(C) 0.1M CaCl<sub>2</sub>**

### **3.7 Pourcentage de réduction d'acide humique :**

Dans cet essai, on a traité une solution d'acide humique à 10 mg/l en étudiant le taux de réduction d'AH en fonction du volume du gel ajouté (0.025 ; 0.05 ; 0.15 ; 0.25 ;0.35 ; 0.45ml) à pH=6 et pH=9.

Les concentrations d'AH résiduelles après traitement ont été obtenues à l'aide d'un appareil UV-visible, les absorbances parvenues sont par la suite extrapolées sur la courbe d'étalonnage d'AH (voir l'annexe 04).Les résultats sont présentés le graphe suivant :



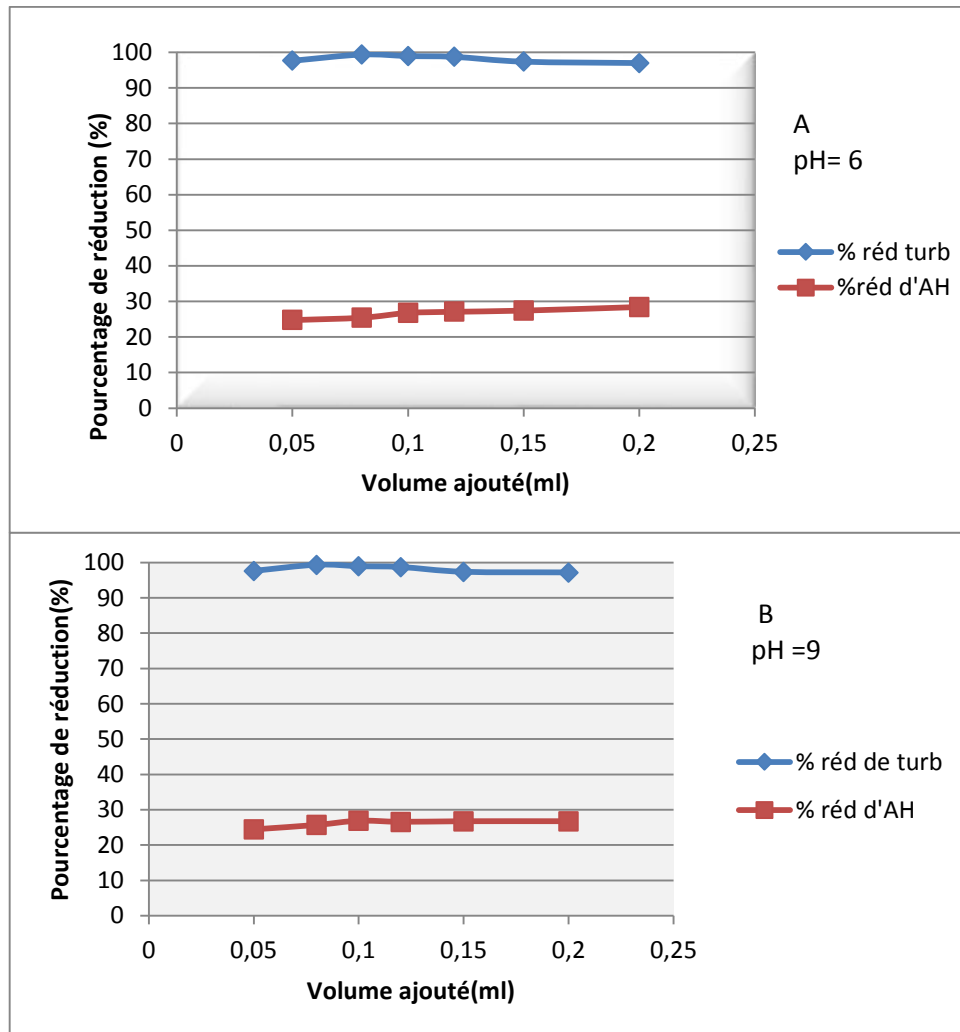
**Figure3-14 : Le taux de réduction des acides humique en fonction du volume de gel de cactus ajouté à différents pH.**

D'après la représentation graphique du taux de réduction d'AH en fonction des doses ajoutées du biofloculant montrent une superposition des deux courbes à pH=6 et pH=9 qui témoigne qu'il n'y a pas une influence de pH avec un faible taux de réduction sur toute la plage de volume étudiée. La plus grande valeur est de 21.46% qui correspond à 0.45 ml du biofloculant ajouté.

Ces valeurs montrent que le gel de cactus n'est pas efficace pour l'élimination des acides humiques. Cela est probablement à la taille des AH (très petite) ainsi qu'à leur conformation en solution qui gêne le piégeage de ces particules.

### 3.8 Acide humique + bentonite :

Dans cette expérience, nous avons mélangé 10 mg d'AH et 130 mg de bentonite par litre d'eau l'ensemble avait une turbidité égale à 120 NTU à deux différents pH (pH=6 et pH=9), les volumes du gel de cactus ajoutés sont respectivement 0.05, 0.08, 0.1 ,0.12 ,0.15 et 0.2 ml/l d'échantillons à traiter. Les résultats sont présentés sous la figure (3-15) :



**Figure 3 -15 : Le taux de réduction des AH et bentonite en fonction du volume de gel de cactus ajouté à différents pH ;(A) à pH=6, (B) à pH=9**

La représentation graphique du taux de réduction du mélange AH et bentonite en fonction des doses du cactus ajoutées à pH=6 donne un maximum de réduction d'AH à 0.2mL avec un taux de 28.43% qui coïncide avec un taux de réduction de turbidité égale à

97% , le maximum est atteint à 0.08 mL avec 99.39%, la turbidité résiduelle est égale à 0.87 NTU et la concentration d'AH finale est égale à 7.458mg/L correspondante à ce volume.

On remarque aussi que si on veut augmenter le taux de réduction d'AH à un volume supérieur 0.08 mL/L le taux de réduction de turbidité diminue.

Pour l'essai à pH=9, on remarque que le taux de réduction le plus élevé d'AH est égale à 26.79% qui coïncide avec 98.97% de turbidité à 0.1 mL du biofloculant.

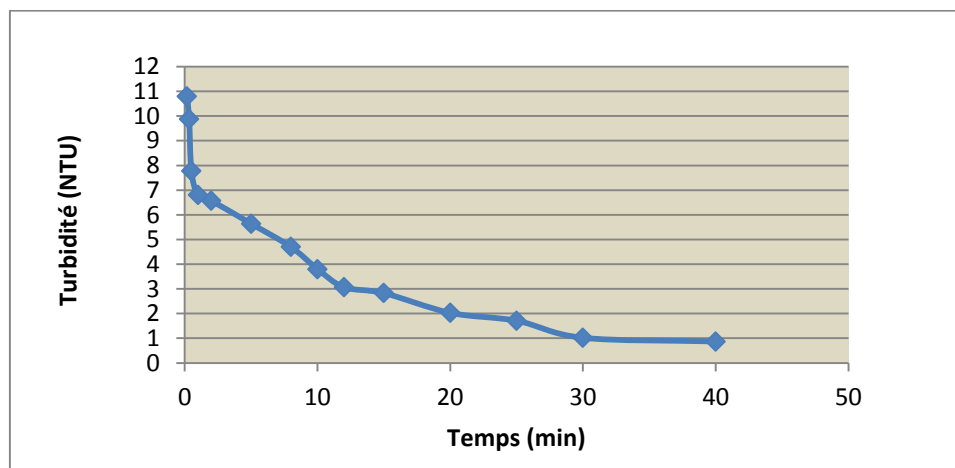
Comparons ces résultats aux résultats obtenus par l'AH seul on remarque une légère augmentation due peut être à leur piégeage par les floccs formés de la suspension de bentonite.

### **3.9 La turbidité en fonction du temps de décantation :**

Cet essai est réalisé dans les conditions optimales de pH (pH=8) et de volume de biofloculant ajouté (0.08ml/l).

L'échantillon initial avait une turbidité de 120 NTU après avoir effectué un essai Jar Test on mesurait la turbidité durant 30 min.

En suivant l'évolution de la turbidité en fonction du temps de décantation nous avons tracé la figure 3-16.



**Figure 3-16 : La turbidité en fonction du temps de décantation.**

La figure 3-11 montre qu'au temps 0 on enregistre un taux de réduction égale à 93% avec une turbidité résiduelle égale à 10.8 NTU.

Après 5 min de décantation la turbidité diminue rapidement jusqu'à 4.7 NTU. Le meilleur résultat est atteint après 30 min de décantation où elle atteint un palet avec 99.67 % et une turbidité résiduelle égale à 0.87 NTU.

Ces résultats indiquent que le gel offre à la fois la floculation ainsi que la séparation de phase avec une réduction du volume de boues où les floccs sont de forme compacte et rigide centré au milieu du béchers.

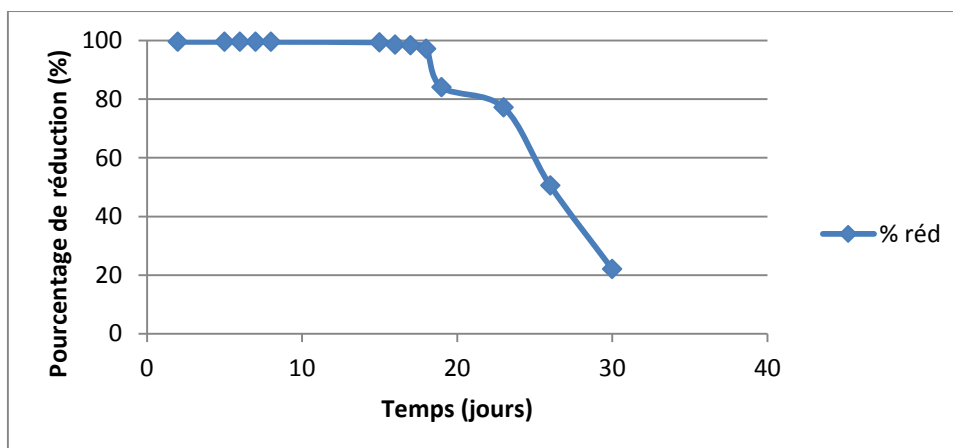
En comparant ces résultats avec d'autres résultats étudiés auparavant nous constatons que le gel de cactus donne de meilleurs résultats par rapport aux autres bioflocculant (Moringa Olifera, alginate, chitosan ...etc).[31]

### **3.10 Taux de réduction en fonction du temps de conservation:**

Pour estimer la durée pour laquelle notre produit présente une efficacité vis-à-vis le pouvoir coagulant, nous avons effectué des essais de Jar Test durant un mois dans les mêmes conditions de pH ; conductivité ; température et de turbidité.

Le produit à été conservé à l'obscurité et à une température égale à 4 °C. Le volume du gel ajouté est égal à 0.08 ml et le pH des échantillons est égal à 8 choisis d'après les résultats des conditions optimales.

Le suivi du pouvoir réducteur durant le temps nous a aboutis aux résultats présentés sur la figure suivante :



**Figure 3-17 : Le taux de réduction de turbidité en fonction du temps de conservation.**

D'après la figure on remarque que le pouvoir coagulant est pratiquement constant durant les 18 premiers jours avec un taux de réduction supérieur à 97%.

A partir du 19<sup>ème</sup> jour on observe une diminution significative jusqu'au 30<sup>ème</sup> jour où il atteint 20%.

De ce fait, on constate que notre produit possède une durée de vie égale à 18 jours là où il marque un pouvoir coagulant important et constant.

La diminution du pouvoir coagulant est du probablement à la dégradation microbienne des biopolymères qui constituent le gel.

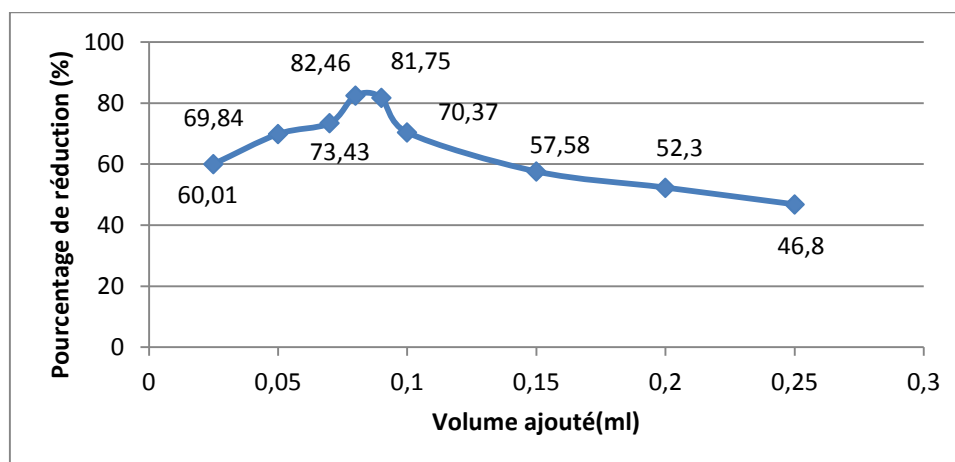
### **3.11 Application du gel de cactus à une eau de surface :**

Pour confirmer les résultats obtenus avec les échantillons synthétiques, on a appliqué le gel de cactus à un échantillon réel (une de surface) dont les caractéristiques ont été citées dans le chapitre précédent.

#### **3.11.1 Le volume optimal:**

La figure 3-18 représente la variation du taux de réduction de turbidité de l'eau de surface en fonction du volume de biofloculant ajouté.

Les volumes du gel ajoutés varient de 0.025 ml à 0.25 ml par litre d'échantillons à une température de 25°C. La turbidité initiale est de l'ordre de 17 NTU.



**Figure 3-18: Le taux de réduction de turbidité en fonction du volume du gel ajouté (application à une eau de surface).**

On remarque d'après la figure que le pouvoir coagulant augmente au fur et à mesure de l'ajout du floculant pour atteindre une valeur maximale à un volume de 0.08ml avec un pourcentage de réduction de turbidité égale à 82.46%.

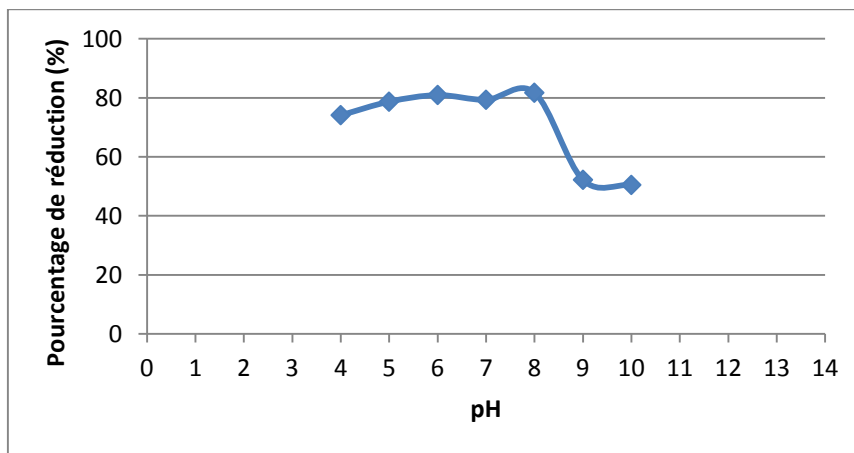
Au-delà de cette dose c'est-à-dire au surdosage le taux de réduction de turbidité diminue ce qui est justifié par la restabilisation stérique des particules colloïdales (l'augmentation du rapport polymère/particules).

Ce résultat coïncident avec le résultat obtenu précédemment avec les échantillons synthétiques.

### 3.11.2 L'effet du pH :

Dans le but de déterminer le pH optimal correspondant aux meilleurs taux de réductions, nous avons réalisé plusieurs essais en Jar Test où on a fait varier le pH des échantillons de 4 à 10 et nous avons suivi le taux de réduction au volume optimal 0.08ml.

La figure 3-19 présente le taux de réduction en fonction du pH.



**Figure 3-19: Le taux de réduction de turbidité en fonction du pH**

**(Application à une eau de surface).**

La figure 3-19 montre que le taux de réduction de turbidité est constant jusqu'à pH =8 avec 80%, au-delà de cette valeur du pH on remarque une diminution du taux de réduction jusqu'à 52%. A pH>8 on assiste à des phénomènes de précipitation (formation des hydroxydes).



Les résultats présentés dans cette étude permettent de fournir un ordre d'idée plus clair de l'efficacité et du potentiel technique et environnemental d'un procédé de coagulation-floculation avec le gel de cactus.

L'extraction du gel a permis de récupérer 1 L de gel à partir de 500 g de matière première.

Le gel de cactus obtenus possède une durée de vie de 18 jours là où il a gardé un pouvoir coagulant important et constant.(dans les conditions de conservation à 4 °C).

Les études rhéologiques ont montré que le gel se comporte comme un fluide non newtonien plastique rhéofluidifiant. La contrainte seuil augmente en fonction de la force ionique tandis que la viscosité plastique est constante. Par ailleurs, le pH n'affecte pas la contrainte seuil.

Le meilleur taux de réduction est obtenu à un volume du biofloculant de 0.08 ml par litre d'échantillon (équivalent de 0.3mg de matière sèche) avec un taux de réduction supérieurs à 96 % sur toute la plage du pH.

Le gel de cactus produit des gros floes rigides, compacts avec un volume de boues beaucoup plus réduit ce qui permet de réduire la surface requise des bassins de décantation. La force ionique joue un rôle important dans le fonctionnement du biofloculant où on a trouvé qu'avec l'eau distillée le taux de réduction était très faible et il augmente en fonction de la force ionique sans affecter la conductivité et le pH.

Le gel de cactus n'est pas efficace pour l'élimination des acides humiques, même en présence de forte turbidité.

L'application de notre biofloculant à une eau de surface a donné des résultats appréciables à des pH <8.

L'efficacité du procédé de coagulation-floculation avec le cactus est mentionnée dans la littérature scientifique et confirmée par les présentes expériences. En étant conservateur, le biofloculant permet d'enlever plus 96 % de turbidité une fois appliqué à une eau synthétique. Un tel rendement positionne avantageusement cette technologie parmi les solutions alternatives aux problèmes associés à la performance environnementale des coagulants chimiques sans oublier que ce matériau Ecofriendly est produit localement et utilise une main d'œuvre algérienne comparé à l'Alun qui est importé. En effet, 500 g de cactus permet de traiter 12.5 m<sup>3</sup> d'eau qui coïncide avec environ 500 g d'Alun.

Ce constat permet de croire qu'il pourra attirer l'attention des intervenants du domaine. C'est d'autant plus le cas lorsque l'on considère qu'à prime abord les dépenses supplémentaires associées à l'implantation et l'opération du procédé ne semblent pas un fardeau insurmontable. Il reste à voir dans quelle mesure l'augmentation des coûts de production, dévoilée par la section technico-économique, peut être prise en charge par les producteurs et éventuellement les consommateurs.

### **Annexe 01 :Préparation du biofloculant :**

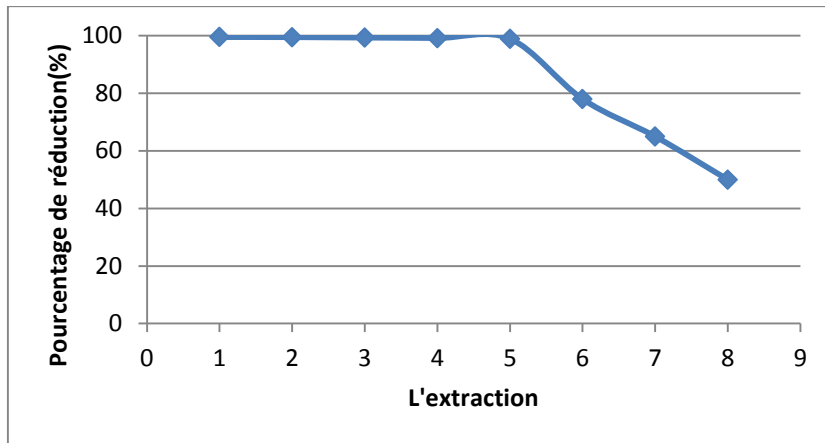


**Annexe 01Figure 01 : Les étapes de préparation du biofloculant**

### **Annexe 01 : Pourcentage de réduction en fonction de l'extraction :**

Pour estimer le rendement d'extraction de 500 g de cactus nous avons suivi l'efficacité de chaque extrait vis-à-vis le taux de réduction, nous avons effectué des essais en Jar Tests après chaque extraction dans les mêmes conditions de pH ; conductivité ; température et de turbidité.

Le volume du gel ajouté est égal à 0.08 ml et le pH des échantillons est égal à 8 choisis d'après les résultats des conditions optimales.



**Annexe 01 figure 02: Pourcentage de réduction en fonction de l'extraction**

D'après la figure on remarque que le pouvoir coagulant est pratiquement constant durant les 5 premières extractions avec un taux de réduction supérieur à 98%.

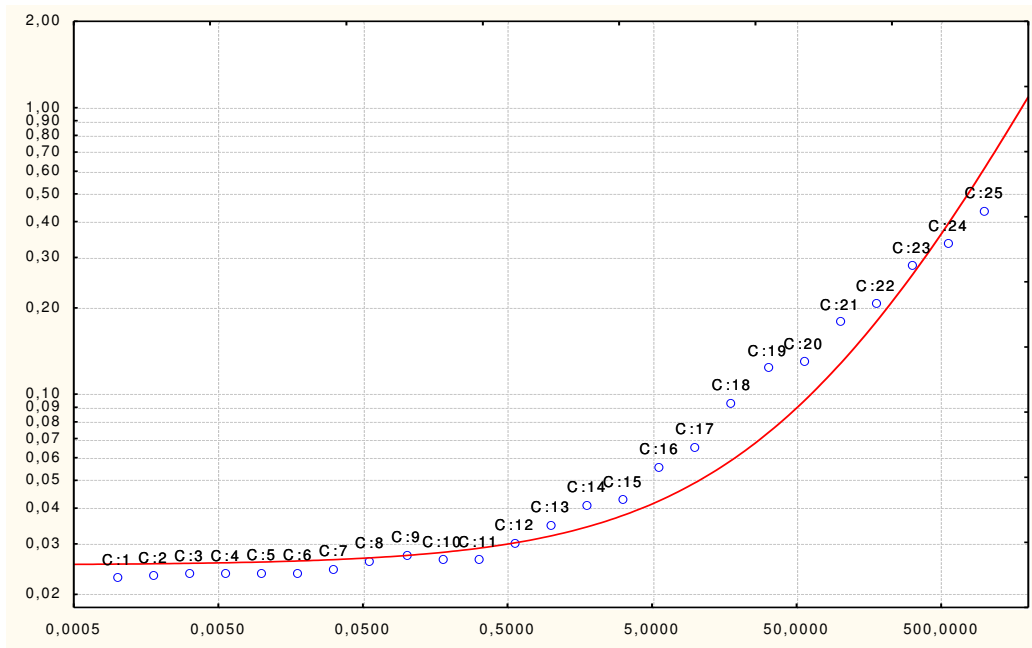
A partir de la 5<sup>ème</sup> extraction on observe une diminution significative du taux de réduction jusqu'à 50%.

De ce fait, on constate que 500g de cactus donne 200 ml du gel à chaque extraction là où il marque un pouvoir coagulant important et constant, à la fin on récupère 1l du biofloculant.

**Annexe 02 tableau01 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la force ionique et du pH.**

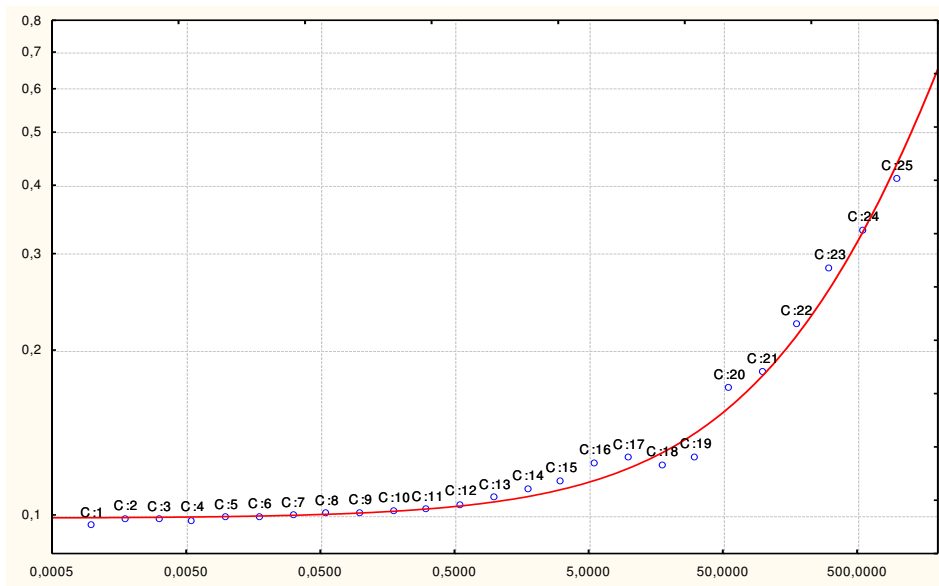
N° d'essai	Paramètres	Contrainte seuil $\tau_0$	Viscosité à l'infini $\eta_{\infty}$	R	Conductivité (ms)	pH
1	0 M NaCl	0,011031	0,1505	0,92103	4.95	4.7
2	0.1M NaCl	0,019788	0,1690082	0,99394	15.66	4.4
3	0.2M NaCl	0,053432	0,172305	0,98560	24.5	4.4
4	0.3M NaCl	0,070741	0,211769	0,85622	35.1	4.3
5	0.4M NaCl	0,077525	0,213639	0,99216	41.8	4.3
6	0.5M NaCl	0,112202	0,214028	0,92310	53.3	4.25
7	0.6M NaCl	0,1179994	0,218792	0,95020	65.03	3.87
8	0 M CaCl <sub>2</sub>	0,011031	0,172305	0,99287	4.95	4.7
9	0.1M CaCl <sub>2</sub>	0,1179994	0,178846	0,94661	21.53	3.45
10	0.2M CaCl <sub>2</sub>	0,118202	0,182225	0,97785	30.05	3.42
11	0.3M CaCl <sub>2</sub>	0,12552	0,21805	0,96007	55.5	3.34
12	0.4M CaCl <sub>2</sub>	0,138462	0,232067	0,98238	62.24	3.33
13	0.5M CaCl <sub>2</sub>	0,143527	0,244246	0,89110	68.1	3.32
14	0.6M CaCl <sub>2</sub>	0,1524553	0,259657	0,98199	84.4	3.31
15	pH=4	0,081423	0,171425	0,92103	4.95	/
16	pH=5	0,083194	0,172052	0,92103	5.57	/
17	pH=6	0,08521	0,17772	0,97701	6.25	/
18	pH=7	0,087927	0,179516	0,97701	6.9	/
19	pH=8	0,088344	0,213777	0,98204	7	/
20	pH=9	0,090496	0,219974	0,96765	7.2	/
21	pH=10	0,092478	0,2254	0,91926	7.3	/

Annexe 02 -2 :Essai 1 :



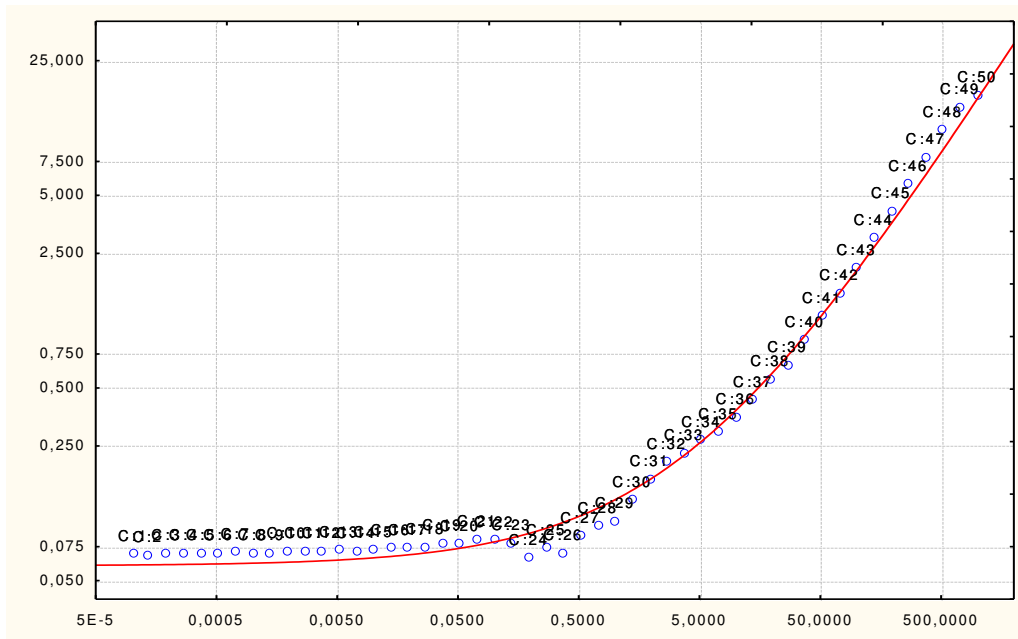
Annexe 02 figure 01 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-02 :Essai 2



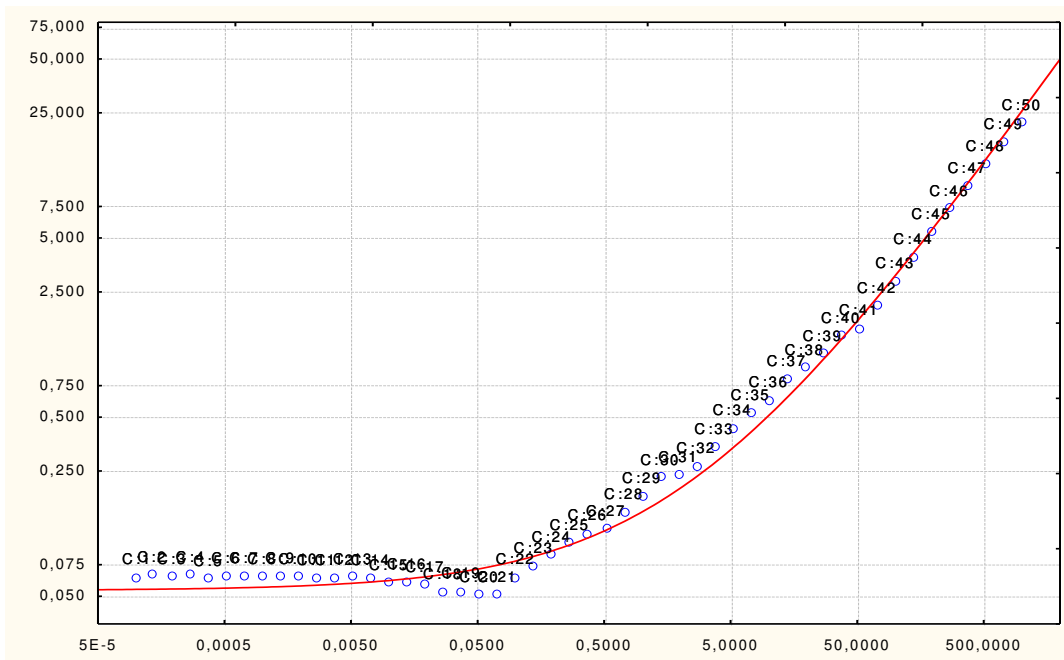
Annexe 02 figure 02 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-03 :Essai 3



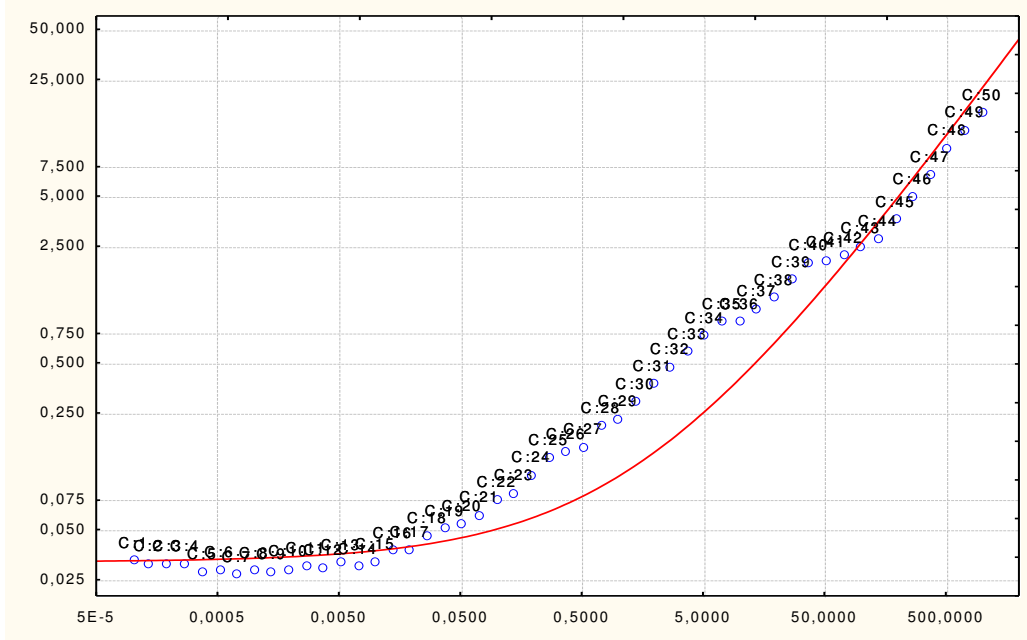
**Annexe 02 figure 03 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.**

Annexe 02-04 : Essai 4



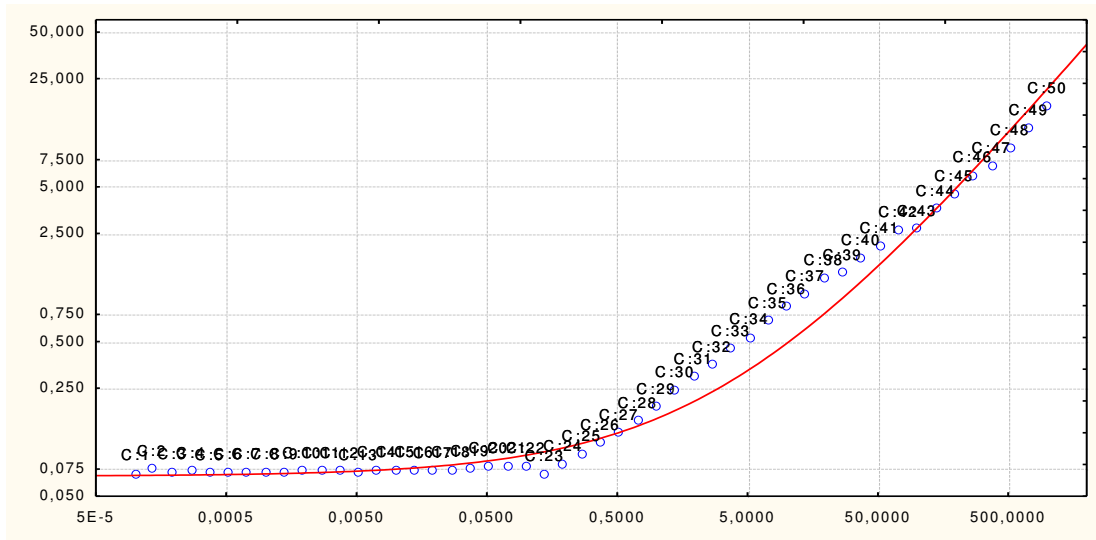
**Annexe 02 figure 04 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.**

Annexe 02-05 : Essai 5



Annexe 02 figure 05 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

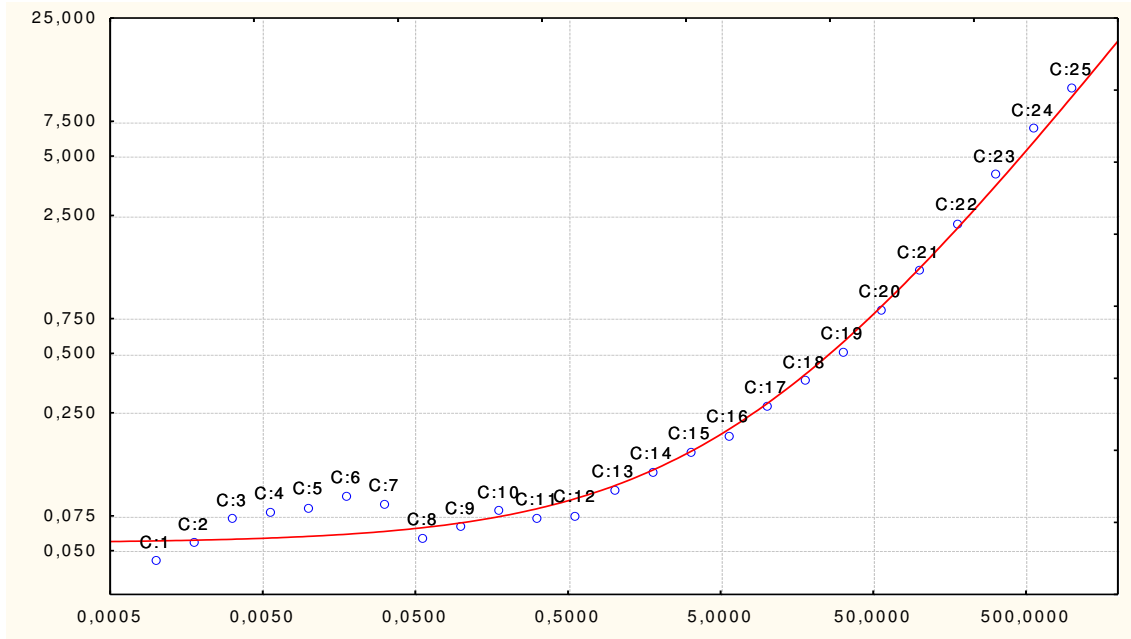
Annexe 02-06 : Essai 6



Annexe 02 figure 06 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

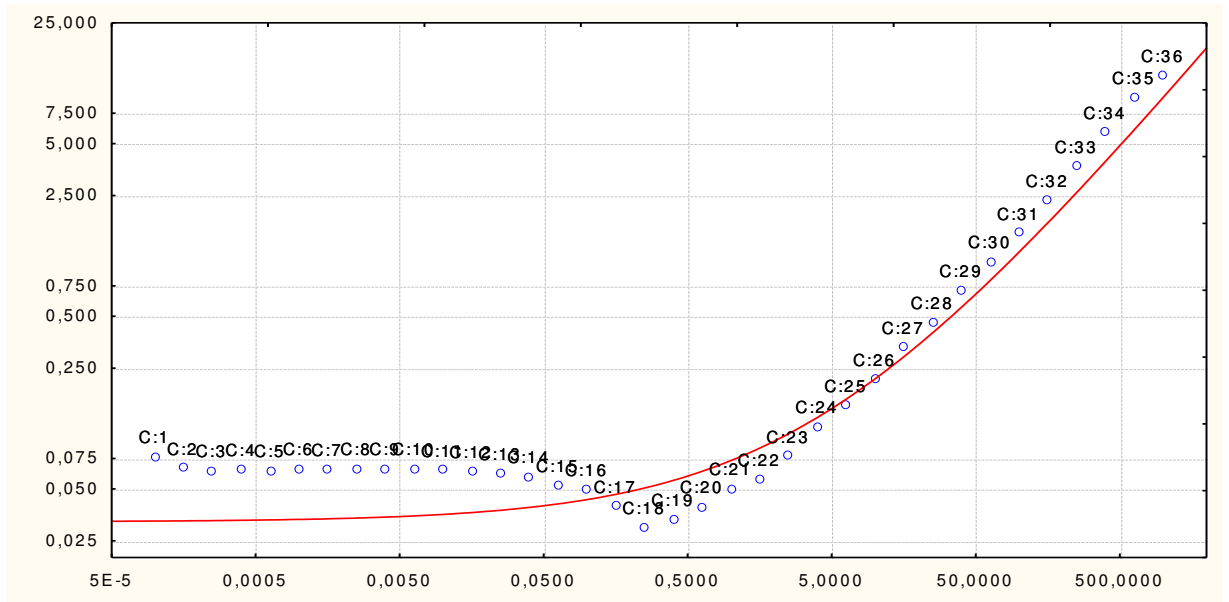


Annexe 02-08 :Essai 7



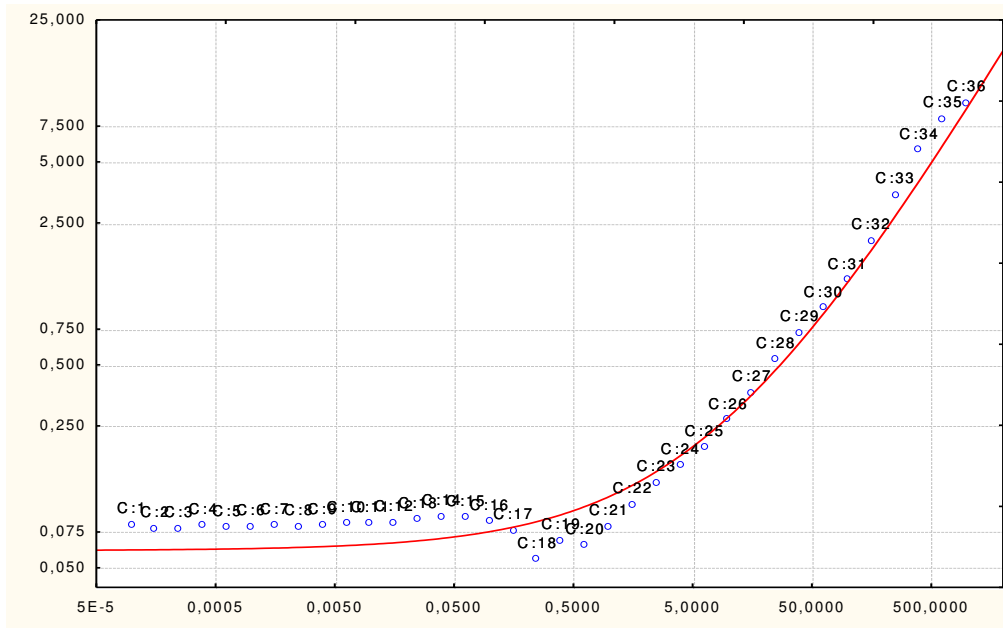
Annexe 02 figure 07 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-08 :Essai 8



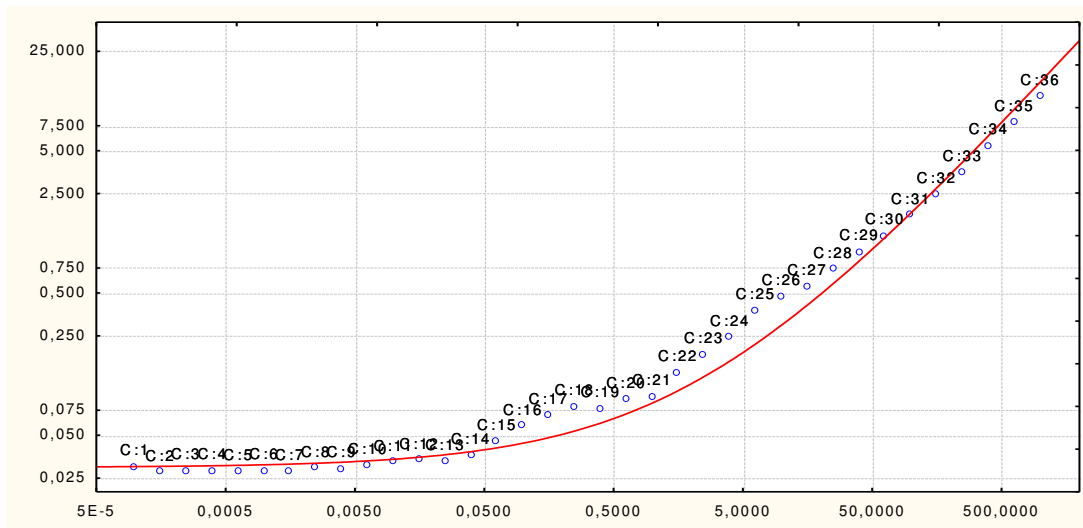
Annexe 02 figure 08 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe02-09 : Essai 9



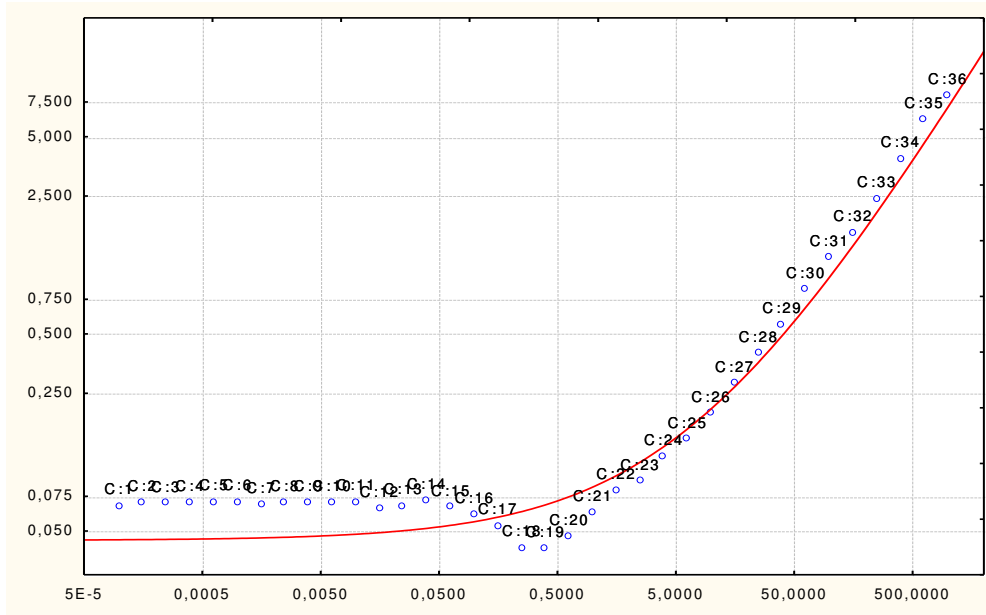
Annexe 02 figure 09 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-10 :Essai 10



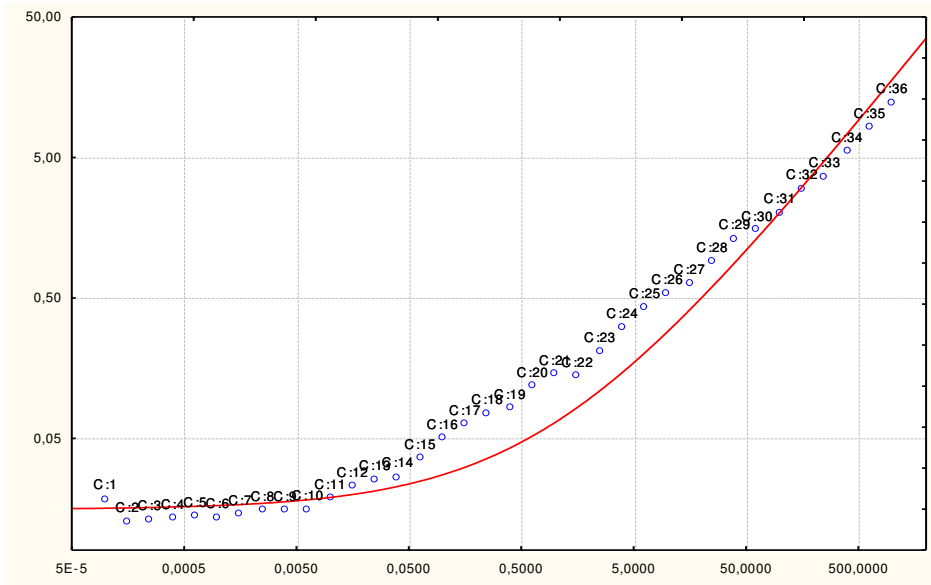
Annexe 02 figure 10 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-11 :Essai 11



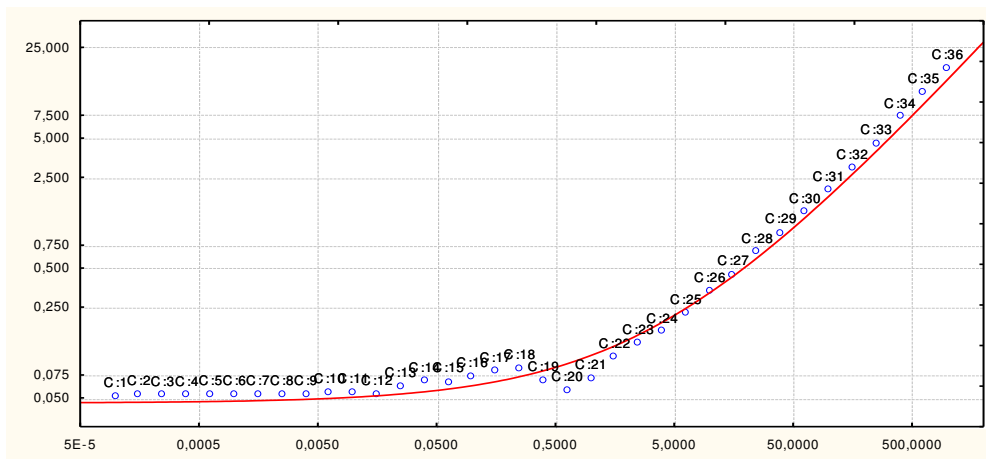
Annexe 02 figure 11 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-12 :Essai 12



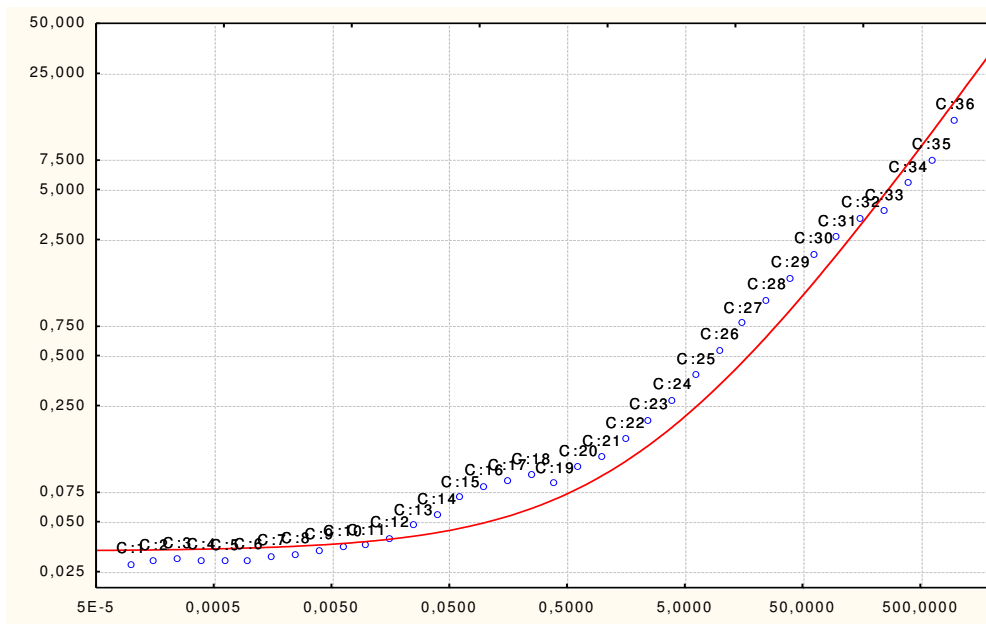
Annexe 02 figure 12 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-13 :Essai 13



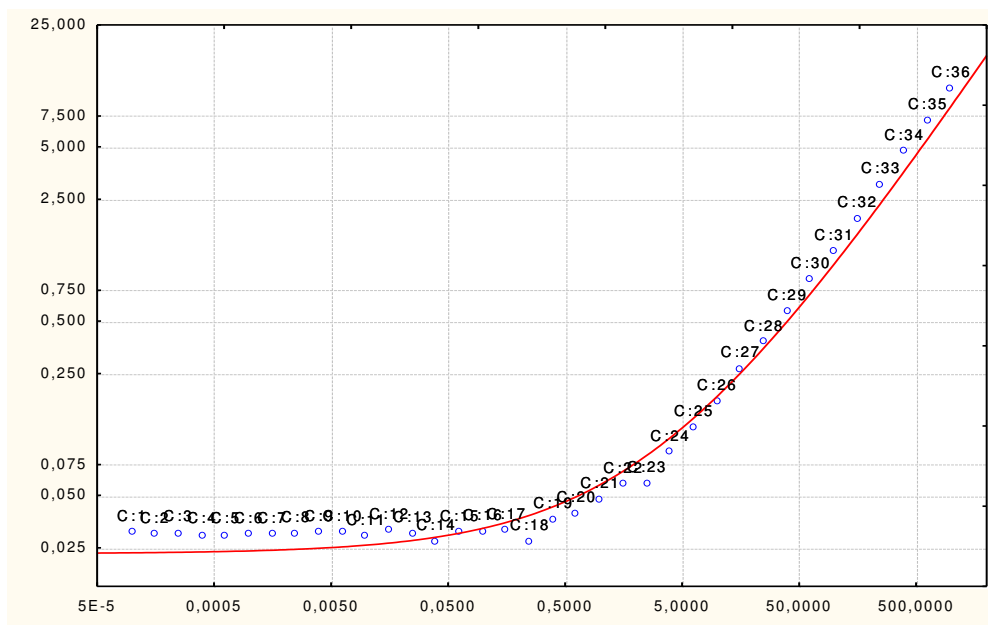
Annexe 02 figure 13 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-14 :Essai 14



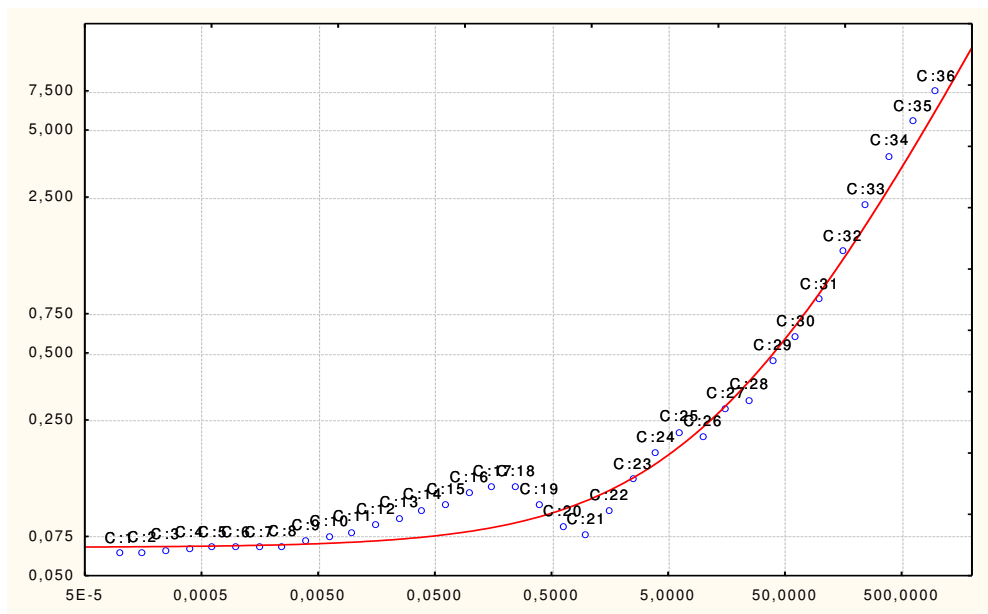
Annexe 02 figure 14 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-15 :Essai 15



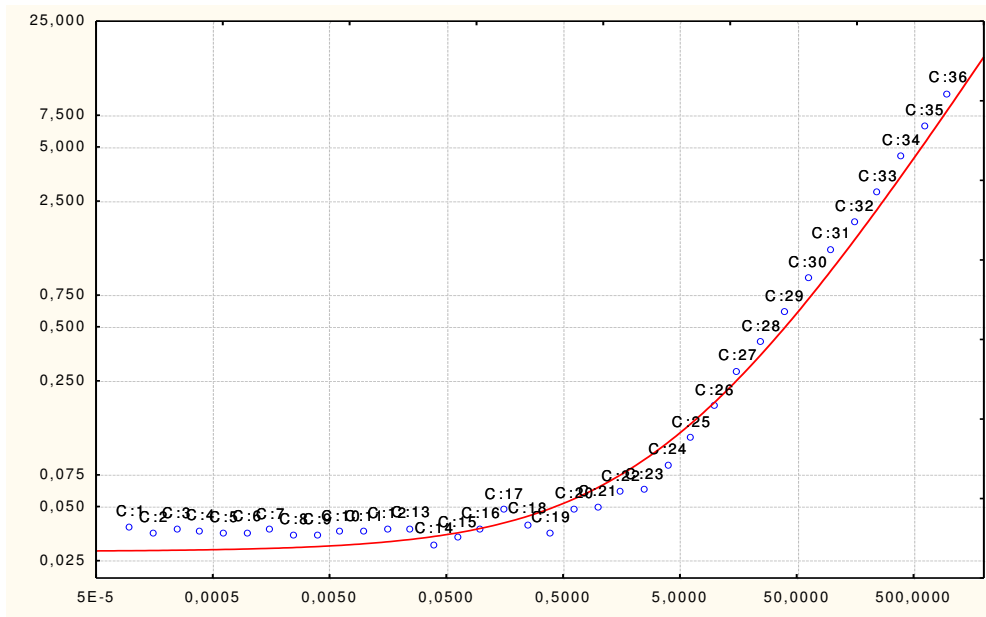
Annexe 02 figure 15 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.

Annexe 02-16 :Essai 16



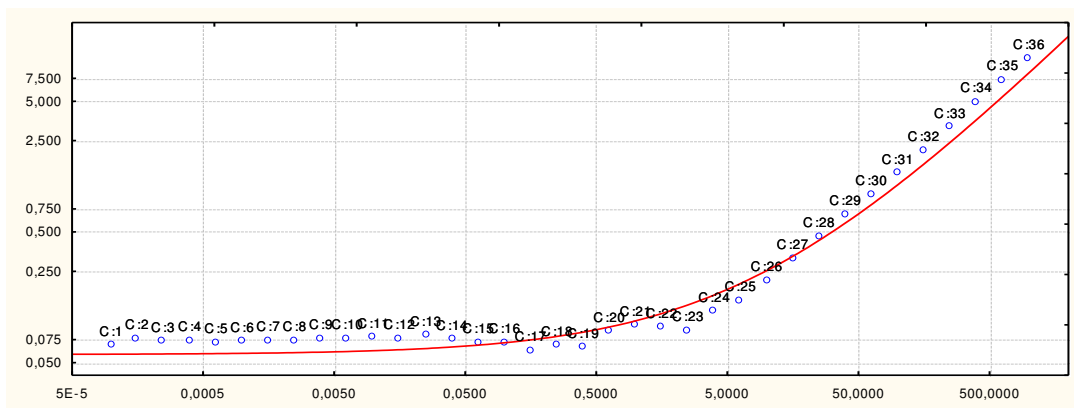
**Annexe 02 figure 16 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.**

Annexe 02-17:Essai 17



**Annexe 02 figure 17 : Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.**

Annexe 02-18 :Essai 18



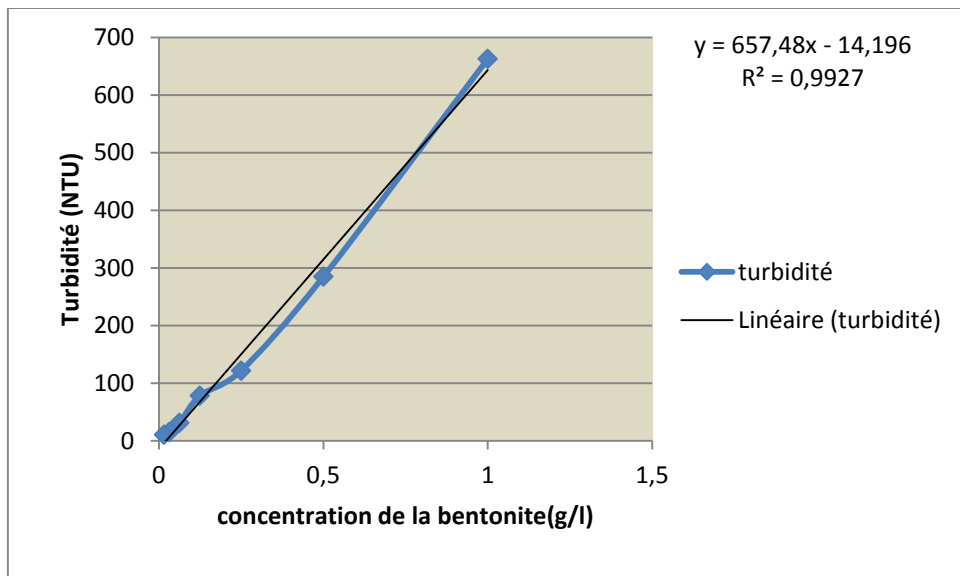
**.Annexe 02 figure 18: Variation de la contrainte seuil et de la viscosité plastique en fonction de la vitesse de cisaillement.**

### Annexe 03 : Turbidité en fonction de concentration de la bentonite :

Dans cet essai nous avons suivi l'évolution de la turbidité en fonction de la concentration de bentonite ajoutée à l'eau.

On a démarré avec 1g/l et on a effectué plusieurs dilutions.

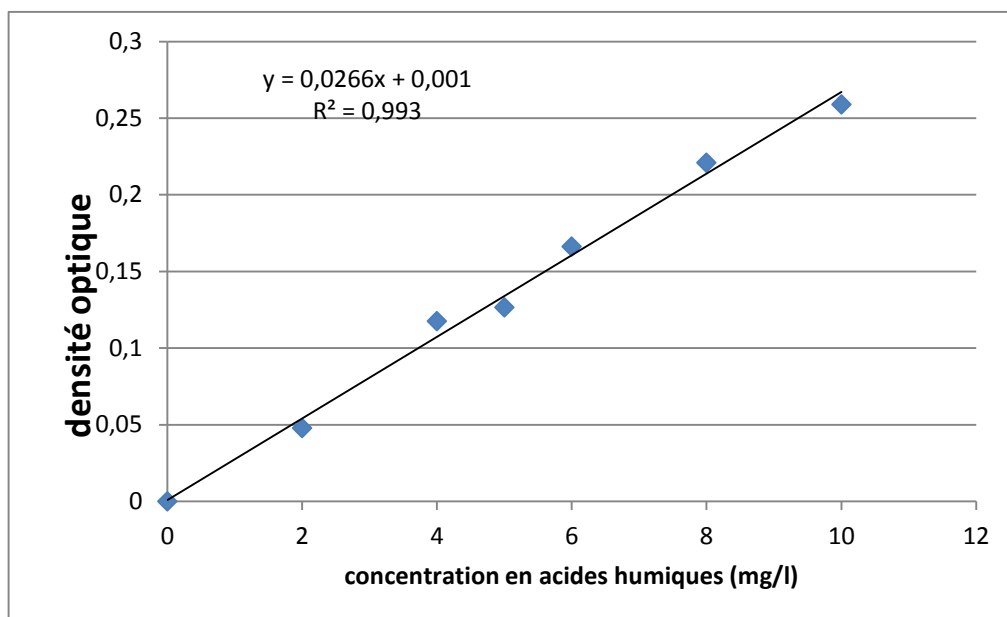
D'après la figure on constate que la turbidité croît d'une façon linéaire en fonction de la masse de bentonite ajoutée, où 1g/l donne une turbidité égale à 663 NTU.



Annexe 03 figure 01: Turbidité en fonction de la concentration de bentonite

#### Annexe 04 : Courbe d'étalonnage des acides humiques :

La courbe d'étalonnage des acides humiques a été tracée par les absorbances obtenus par UV, les concentrations choisies sont : 0; 2; 4; 5; 6; 8; et 10 mg/l:



Annexe 04 figure 01 : Courbe d'étalonnage des acide humiques



## Références

- [1] Levallois P, St-Laurent J, Gauvin D, Courteau M. Étude de l'impact de la contamination par le plomb de l'environnement résidentiel sur la plombémie des jeunes enfants. Report presented to Health Canada. Institut national de santé publique du Québec. 2011.
- [2] Levallois P, Toxicité des contaminants associés au traitement de l'eau potable. Dans : « Air intérieur et eau potable », Lajoie, P., Levallois, P. (Éditeurs) ,1996, 205-219.
- [3] Valentin .N. Construction d'un capteur logiciel pour le contrôle automatique du procédé de coagulation en traitement d'eau potable. Thèse de doctorat, UTC/Lyonnaise des Eaux/CNRS ,2000.
- [4] Degremont, Mémento technique de l'eau : Tome 1, Lavoisier - Technique et documentation, Paris, 1989.
- [5] Ghernaout, D., Al-ghonamy, A.I., Boucherit, A., Ghernaout, B., Naceur, M.W., Messaoudene, N.A., Aichouni, M., Mahjoubi, A.A., Elboughdiri, N.A., 2015. Brownian motion and coagulation process. Am. J. Environ. Prot. 4, 1-15.  
<http://dx.doi.org/10.11648/j.ajeps.s.2015040501.11>.
- [6] Fu, F., Wang, Q., 2011. Removal of heavy metal ions from wastewaters: a review. J. Environ. Manage 92, 407-418. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jenvman.2010.11.011>.
- [7] Yves M, Texte de la 279e conférence de l'Université de tous les savoirs donnée le 5 octobre 2000
- [8] Miller, S.M., Fugate, E.J., Craver, V.O., Smith, J.A., Zimmerman, J.B., 2008. Toward understanding the efficacy and mechanism of *Opuntia* spp. as a natural coagulant for potential application in water treatment. Environ. Sci. Technol. 42,4274-4279.

- [9] Renault, F., Sancey, B., Badot, P., Crini, G., 2009. Chitosan for coagulation/flocculation processes-an ecofriendly approach. Eur. Polym. J. 45, 1337e1348.  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2008.12.027>.
- [10] Nharingo .T, Moyo .M. Application of *Opuntia ficus-indica* in bioremediation of wastewaters.A critical review Journal of Environmental Management 166 (2016) 55-72
- [11] Duan, J., Gregory, J., 2003. Coagulation by hydrolysing metal salts. Adv. Colloid Interface Sci. 100e102, 475-502.
- [12] Chukwudi, B.C., Uche, R., 2008.Flocculation of kaolinite clay using natural polymer.Pac. J. Sci. Technol. 9, 495-501.
- [13] Tripathy, T., De, B.R., 2006. Flocculation: a new way to treat the waste water. J. Phys.Sci. 10, 93-127.
- [14] Jekel ,M.R ,Interactions of humic acids and aluminum salts in the flocculation process, 1986, Pages 1535-1542.
- [15] LEFEBVRE E., LEGUBE B. (1993). Coagulation-flocculation par le chlorure ferrique de quelques acides et phénols en solution aqueuse, Wat. Res., 27, 3, 433-447.
- [16] Cieu, B. L .Rapport de "Qualité des ressources en eau et production d'eau potable : la situation en Poitou-Charentes", réalisé en 2002 par le Comité Régional de l'Environnement (CRE), dans le cadre des Secondes Assises de l'Eau de Poitou-Charentes.
- [17] Betatache, H., Aouabed, A., Drouiche, N., Lounici, H., 2014. Conditioning of sewage sludge by prickly pear Cactus (*Opuntia ficus-indica*) juice. Ecol. Eng. 70,465-469.  
<http://dx.doi.org/10.1016/j.ecoleng.2014.06.031> .
- [18] Saravanakumar, A., Ganesh, M., Peng, M.M., Aziz, A.S., Jang, H.T., 2015. Comparative antioxidant and antimycobacterial activities of *Opuntia ficus-indica* fruit extracts from summer and rainy seasons. Front. Life Sci. 8, 182-191.  
<http://dx.doi.org/10.1080/21553769.2015.1028655> .
- [19] Mattheaus, B., EOzcan, M.M., 2011. Habitat effects on yield, fatty acid composition and tocopherol contents of prickly pear (*Opuntia ficus-indica* L.) seed oils. Sci. Hortic.131, 95-98.<http://dx.doi.org/10.1016/j.scienta.2011.09.027>.
- [20] Osuna-martínez, U., Reyes-esparza, J., Rodríguez-fragoso, L., 2014. Cactus (*Opuntia*

ficus-indica): a review on its antioxidants properties and potential pharmacological use in chronic diseases. *Nat. Prod. Chem. Res.* 2, 2-9.

<http://dx.doi.org/10.4172/2329-6836.1000153>.

[21] Abdel-Hameed, E.S.S., Nagaty, M.A., Salman, M.S., Bazaid, S.A., 2014. Phytochemicals, nutritional and antioxidant properties of two prickly pear *Cactus* cultivars (*Opuntia ficus-indica* Mill.) growing in Taif, KSA. *Food Chem.* 160, 31-38. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2014.03.060>.

[22] Leo-Martínez, F.M., Méndez-Lagunas, L.L., Rodríguez-Ramírez, J., 2010. Spray drying of nopal mucilage (*Opuntia ficus-indica*): effects on powder properties and characterization. *Carbohydr. Polym.* 81, 864-870.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.03.061>.

[23] Spano, D., Pintus, F., Pes, R., Medda, R., Floris, G., 2011. Purification and characterization of a soluble nucleotide pyrophosphatase/phosphodiesterase from prickly pear (*Opuntia ficus-indica*) fruits. *Food Res. Int.* 44, 2264-2270.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.foodres.2010.09.005> .

[24] Finti, A.E.L., Boullani, R.E.L., Fallah, M., Msanda, F., Mousadik, A.E.L., 2013. Assessment of some agro-technological parameters of Cactus pear fruit (*Opuntia ficus-indica*.) in Morocco cultivars. *J. Med. Plants Res.* 7, 2574-2583.

<http://dx.doi.org/10.5897/JMPR12.1236> .

[25] Jana, S., 2012. Nutraceutical and functional properties of Cactus pear (*Opuntia* spp.) and its utilization for food applications. *J. Eng. Res. Stud.* 3, 60-66.

[26] Gebrekidan, A., Nicolai, H., Vincken, L., Mekone, T., Asmelash, T., Dejenie, T., Zerabruk, S., Gebrehiwet, K., Hans, B., Deckers, J., Luis, P., Meester, L.D., van Der Bruggen, B., 2013. Pesticides removal by filtration over Cactus pear leaves: a cheap and natural method for small-scale water purification in semi-arid regions. *CLEAN-Soil Air Water* 41, 235-243. <http://dx.doi.org/10.1002/clen.201200042> .

[27] Mounir, B., Abdeljalil, Z., Abdellah, A., 2014b. Evaluation of the effect of age of cladode and solvent on yield of mucilage and pectin from Cactus pads. *Int. J. Sci.*

Eng. Res. 5, 1446-1450.

[28] Barka, N., Ouzaouit, K., Abdennouri, M., El Makhfouk, M., 2013b. Dried prickly pear Cactus (*Opuntia ficus-indica*) cladodes as a low-cost and eco-friendly biosorbent for dyes removal from aqueous solutions. *J. Taiwan Inst. Chem. Eng.* 44, 52-60.

<http://dx.doi.org/10.1016/j.jtice.2012.09.007>.

[29] Shilpa, B.S., Girish, P., Akanksha, Kavita, Girish, P., 2012. Evaluation of Cactus and hyacinth bean peels as natural coagulants. *Int. J. Chem. Environ. Eng.* 3, 187-191.

[30] Vishali, S., Karthikeyan, R., 2014. Cactus *Opuntia (ficus-indica)*: an eco-friendly alternative coagulant in the treatment of paint effluent. *Desalin. Water Treat.* 1-9. <http://dx.doi.org/10.1080/19443994.2014.945487>.

[31] Jadhav, M.V., Mahajan, Y.S., 2014. Assessment of feasibility of natural coagulants in turbidity removal and modelling of coagulation process. *Desalin. Water Treat.* 52, 5812-5821. <http://dx.doi.org/10.1080/19443994.2013.816875>.

[32] Fernandez-Lopez, J.A., Angosto, J.M., Avilés, M.D., 2014. Biosorption of hexavalent chromium from aqueous medium with *Opuntia* biomass. *Sci. World J.* <http://dx.doi.org/10.1155/2014/670249>.

[33] Bouatay, F., Mhenni, F., 2014. Use of the Cactus cladodes mucilage (*Opuntia ficus-indica*) as an eco-friendly flocculants: process development and optimization using statistical analysis. *Int. J. Environ. Res.* 8, 1295-1308.

[34] Nharingo, T., Zivurawa, M.T., Guyo, U., 2015. Exploring the use of Cactus *Opuntia ficus-indica* in the biocoagulation-flocculation of Pb(II) ions from wastewaters. *Int. J. Environ. Sci. Technol.* <http://dx.doi.org/10.1007/s13762-015-0815-0>.

[35] Nharingo, T., Muzondo, M.N., Madungwe, E., Chigondo, F., Guyo, U., Nyamunda, B., 2013a. Isotherm study of the biosorption of Cu(II) from aqueous solution by *Vigna Subterranea (L.)* Verdc hull. *Int. J. Sci. Technol. Res.* 2, 199-206.

[36] Fox, D.I., Pichler, T., Yeh, D.H., Alcantar, N.A., 2012. Removing heavy metals in water: the interaction of Cactus mucilage and arsenate (As (V)). *Environ. Sci. Technol.* 46, 4553-4559. <http://dx.doi.org/10.1021/es2021999>.

- [37] Rodríguez-González, S., Martínez-Flores, H.E., Chávez-Moreno, C.K., Macías-Rodríguez, L.I., Zavala-Mendoza, E., Garnica-Romo, M.G., Chacón-García, L., 2014. Extraction and characterization of mucilage from wild species of *Opuntia*. *J. Food Process Eng.* 37, 285-292. <http://dx.doi.org/10.1111/jfpe.12084>.
- [38] Sarı, A., Tuzen, M., 2009. Kinetic and equilibrium studies of biosorption of Pb(II) and Cd(II) from aqueous solution by macrofungus (*Amanita rubescens*) biomass. *J. Hazard. Mater.* 164, 1004-1011. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2008.09.002>.
- [39] Ishurd, O., Zgheel, F., Elghazoun, M., Elmabruk, M., Kermagi, A., Kennedy, J.F., Knill, C.J., 2010. A novel (1-4)- $\alpha$ -D-glucan isolated from the fruits of *Opuntia ficus-indica* (L.) Miller. *Carbohydr. Polym.* 82, 848-853. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2010.06.006>.
- [40] MejíasDíaz, K.D., Flores Reyes, T., Ponce Cabrera, L., Domínguez Sánchez, M., Arronte García, M., De Posada Piñan, E., 2013. Characterization of laser-treated *Opuntia* using FT-IR spectroscopy and thermal analysis. *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process* 112, 221-224. <http://dx.doi.org/10.1007/s00339-012-7308-5>.
- [41] Fox, D.I., 2011. 3. Cactus Mucilage-Assisted Heavy Metal Separation: Design and Implementation.
- [42] Hadjittofi, L., Prodromou, M., Pashalidis, I., 2014. Activated biochar derived from Cactus fibres-Preparation, characterization and application on Cu(II) removal from aqueous solutions. *Bioresour. Technol.* 159, 460-464. <http://dx.doi.org/10.1016/j.biortech.2014.03.073>.
- [43] Wahab, M.A., Boubakri, H., Jellali, S., Jedidi, N., 2012. Characterization of ammonium retention processes onto Cactus leaves fibers using FTIR, EDX and SEM analysis. *J. Hazard. Mater.* 241-242, 101-109. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2012.09.018>.
- [45] Barka, N., Abdennouri, M., El, M., Qourzal, S., 2013a. Biosorption characteristics of cadmium and lead onto eco-friendly dried Cactus (*Opuntia ficus-indica*) cladodes. *J. Environ. Chem. Eng.* 1, 144-149. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jece.2013.04.008>.
- [45] Prodromou, M., Pashalidis, I., 2013a. Copper(II) removal from aqueous solutions by

adsorption on non-treated and chemically modified Cactus fibres. *Water Sci. Technol.* 68, 2497-2504. <http://dx.doi.org/10.2166/wst.2013.535>

[46] Hadjittofi, L., Pashalidis, I., 2015. Uranium sorption from aqueous solutions by activated biochar fibres investigated by FTIR spectroscopy and batch experiments.

*J. Radioanal. Nucl. Chem.* 304, 897-904. <http://dx.doi.org/10.1007/s10967-014-3868-5>.

[47] Kumar, R., Barakat, M.A., 2013. Decolourization of hazardous brilliant green from aqueous solution using binary oxidized Cactus fruit peel. *Chem. Eng. J.* 226, 377-383. <http://dx.doi.org/10.1016/j.cej.2013.04.063>.

[48] Barrera, H., Ureña-Núñez, F., Bilyeu, B., Barrera-Díaz, C., 2006. Removal of chromium and toxic ions present in mine drainage by Ectodermis of *Opuntia*. *J. Hazard. Mater* 136, 846-853. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2006.01.021>.

[49] Pelaez-Cid, A.A., Velázquez-Ugalde, I., Herrera-González, A.M., García-Serrano, J., 2013b. Textile dyes removal from aqueous solution using *Opuntia ficus-indica* fruit waste as adsorbent and its characterization. *J. Environ. Manage* 130, 90-97. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jenvman.2013.08.059>.

[50] Saenz, C., Yoong, M., Figuerola, F., Chiffelle, I., Etevez, A.M., 2012. Cactus pear cladodes powders as a source of dietary fibre: purification and properties. *Int. J. Food Sci. Nutr.* 63, 283-289. <http://dx.doi.org/10.3109/09637486.2011.624492>.

[51] Ribeiro, E.M.D.O., Silva, N.H.D., Lima Filho, J.L.D., Brito, J.Z.D., Silva, M.D.P.C.D., 2010. Study of carbohydrates present in the cladodes of *Opuntia ficus-indica* (fodder palm), according to age and season. *Ciencia Tecnol. Aliment* 30, 933-939. <http://dx.doi.org/10.1590/S0101-20612010000400015>.

[52] Ennouri, M., Evelyne, B., Laurence, M., Hamadi, A., 2005. Fatty acid composition and rheological behaviour of prickly pear seed oils. *Food Chem.* 93, 431-437. <http://dx.doi.org/10.1016/j.foodchem.2004.10.020>.

[53] Abdessemed, D., Nezari, M., Mohamed Hady, A.R., Abdessemed, Dj, Bahadi, F., Halitim, A., 2014. Emulsifying effect of pectin from *Opuntia ficus-indica* cladode. *J. Chem. Pharm. Res.* 6, 198-201.

- [54] Cejudo-Bastante, M.J., Chaalal, M., Louaileche, H., Parrado, J., Heredia, F.J., 2014. Betalain profile, phenolic content, and color characterization of different parts and varieties of *Opuntia ficus-indica*. *J. Agric. Food Chem.* 62, 8491-8499. <http://dx.doi.org/10.1021/jf502465g>.
- [55] Dehbi, F., Hasib, A., Ouattmane, A., Elbatal, H., Jaouad, A., 2014. Physicochemical characteristics of Moroccan prickly pear juice (*Opuntia ficus-indica* L.). *Int. J. Emerg. Technol. Adv. Eng.* 4, 300-306.
- [56] Contreras-Padilla, M., Rivera-Muñoz, E.M., Gutiérrez-Cortez, E., del López, A.R., Rodríguez-García, M.E., 2015. Characterization of crystalline structures in *Opuntia ficus-indica*. *J. Biol. Phys.* 41, 99-112. <http://dx.doi.org/10.1007/s10867-014-9368-6>.
- [57] Rodríguez-García, M.E., De Lira, C., Hernández-Becerra, E., Cornejo-Villegas, M.A., Palacios-Fonseca, A.J., Rojas-Molina, I., Reynoso, R., Quintero, L.C., Del-Real, A., Zepeda, T.A., Muñoz-Torres, C., 2007. Physicochemical characterization of nopal pads (*Opuntia ficus-indica*) and dry vacuum nopal powders as a function of the maturation. *Plant Foods Hum. Nutr.* 62, 107-112. <http://dx.doi.org/10.1007/s11130-007-0049-5>.
- [58] Adjeroud, N., Dahmoune, F., Merzouk, B., Leclerc, J.P., Madani, K., 2015. Improvement of electrocoagulation-electroflotation treatment of effluent by addition of *Opuntia ficus-indica* pad juice. *Sep. Purif. Technol.* 144, 168-176. <http://dx.doi.org/10.1016/j.seppur.2015.02.018>.
- [59] Medina-Torres, L., Vernon-Carter, E.J., Gallegos-Infante, J.A., Rocha-Guzman, N.E., Herrera-Valencia, E.E., Calderas, F., Jiménez-Alvarado, R., 2011. Study of the antioxidant properties of extracts obtained from nopal Cactus (*Opuntia ficus-indica*) cladodes after convective drying. *J. Sci. Food Agric.* 91, 1001-1005. <http://dx.doi.org/10.1002/jsfa.4271>.
- [60] Hernández-Urbiola, M.I., Contreras-Padilla, M., Pérez-Torrero, E., Hernández-Quevedo, G., Rojas-Molina, J.I., Cortés, M.E., Rodríguez-García, M.E., 2010. Study of nutritional composition of Nopal (*Opuntia ficus-indica* cv. Redonda) at different maturity stages. *Open Nutr. J.* 4, 1-6.
- [61] Nadia, C., Hayette, L., Safia, M., Yasmina, M., Yasmina, H., Abderezak, T., 2013.

Physico-chemical characterisation and antioxidant activity of some *Opuntia ficus-indica* varieties grown in North Algeria. *Afr. J. Biotechnol.* 12, 299-307.

<http://dx.doi.org/10.5897/AJB12.1946>.

[62] El-Mostafa, K., Kharrassi, Y.El, Badreddine, A., Andreoletti, P., Vamecq, J., Saïd, M.H., Kebbaj, E., Latruffe, N., Lizard, G., Nasser, B., Cherkaoui-malki, M., Kebbaj, M., Latruffe, N., Lizard, G., Nasser, B., Cherkaoui-malki, M., 2014. Nopal Cactus

(*Opuntia ficus-indica*) as a source of bioactive compounds for nutrition, health and disease. *Molecules* 19, 14879-14901. <http://dx.doi.org/10.3390/molecules190914879>.

[63] Stintzing, F.C., Carle, R., 2005. Cactus stems (*Opuntia* spp.): a review on their chemistry, technology, and uses. *Mol. Nutr. Food Res.* 49, 175-194.

<http://dx.doi.org/10.1002/mnfr.200400071> .

[64] Ginestra, G., Parker, M.L., Bennett, R.N., Robertson, J., Mandalari, G., Narbad, A., LoCurto, R.B., Bisignano, G., Faulds, C.B., Waldron, K.W., 2009. Anatomical, chemical, and biochemical characterization of cladodes from prickly pear

[*Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.]. *J. Agric. Food Chem.* 57, 10323-10330.

<http://dx.doi.org/10.1021/jf9022096> .

[65] Khatabi, O., Hanine, H., Elothmani, D., Hasib, A., 2013. Extraction and determination of polyphenols and betalain pigments in the Moroccan prickly pear fruits (*Opuntia ficus-indica*). *Arab. J. Chem.* <http://dx.doi.org/10.1016/j.arabjc.2011.04.001>, 2011-2014 .

[66] Torres, L.G., Cadena, G., Carpinteyro-urbán, S., Corzo, L.J., 2014. New Galactomannans and mucilages with coagulant-flocculant activity for an environment-friendly treatment of wastewaters. *Curr. Adv. Environ. Sci.* 2, 52-58.

[67] El-safy, F.S., 2013. Evaluation and utilization of cladodes flour in formulating functional sponge cake. *World Appl. Sci. J.* 27, 512-523. <http://dx.doi.org/10.5829/idosi.wasj.2013.27.04.81117> .

[68] Shetty, A.A., Rana, M.K., Preetham, S.P., 2012. Cactus: a medicinal food. *J. Food Sci. Technol.* 49, 530-536. <http://dx.doi.org/10.1007/s13197-011-0462-5>.



- [69] De Souza, R.L.A., Santana, M.F.S., de Macedo, E.M.S., de Brito, E.S., Correia, R.T.P., 2015. Physicochemical, bioactive and functional evaluation of the exotic fruits *Opuntia ficus-indica* and *Pilosocereus Pachycladus* Ritter from the Brazilian caatinga. J. Food Sci. Technol. <http://dx.doi.org/10.1007/s13197-015-1821-4> .
- [70] Chiteva, R., Wairagu, N., 2013. Chemical and nutritional content of *Opuntia ficus-indica*(L.). Afr. J. Biotechnol. 12, 3309-3312. <http://dx.doi.org/10.5897/AJB12.2631> .
- [71] Jana, S., 2012. Nutraceutical and functional properties of Cactus pear (*Opuntia* spp.) and its utilization for food applications. J. Eng. Res. Stud. 3, 60-66.
- [72] Jim-Enez-Aguilar, D.M., Mújica-Paz, H., Welti-Chanes, J., 2014. Phytochemical characterization of prickly pear (*Opuntia* spp.) and of its nutritional and functional properties: a review. Curr. Nutr. Food Sci. 10, 57-69. <http://dx.doi.org/10.2174/157340131001140328120952> .
- [73] Gebresamuel, N., Gebre-Mariam, T., 2012. Comparative physico-chemical characterization of the mucilages of two Cactus pears (*Opuntia* Spp.) obtained from Mekelle, Northern Ethiopia. J. Biomater. Nanobiotechnol. 03, 79-86. <http://dx.doi.org/10.4236/jbnb.2012.31010> .
- [74] De Souza, M.T.F., Ambrosio, E., De Almeida, C.A., De Souza Freitas, T.K.F., Santos, L.B., De Cinque Almeida, V., Garcia, J.C., 2014. The use of a natural coagulant (*Opuntia ficus-indica*) in the removal for organic materials of textile effluents. Environ. Monit. Assess. 186, 5261-5271. <http://dx.doi.org/10.1007/s10661-014-3775-9> .
- [75] Angulo-Bejarano, P.I., Martínez-Cruz, O., Paredes-Lopez, O., 2014. Phytochemical content, nutraceutical potential and biotechnological applications of an ancient Mexican plant: nopal (*Opuntia ficus-indica*). Curr. Nutr. Food Sci. 10, 196-217.
- [76] Espino-Díaz, M., De Jesús Ornelas-Paz, J., Martínez-Tellez, M.A., Santillan, C., Barbosa-Cano, G.V., Zamudio-Flores, P.B., Olivas, G.I., 2010. Development and characterization of edible films based on mucilage of *Opuntia ficus-indica* (L.). J. Food Sci. 75, 347-352. <http://dx.doi.org/10.1111/j.1750-3841.2010.01661.x>

- [77] Hern\_andez-Urbiola, M.I., P\_erez-Torrero, E., Rodríguez-García, M.E., 2011. Chemical analysis of nutritional content of prickly pads (*Opuntia ficus-indica*) at varied ages in an organic harvest. *Int. J. Environ. Res. Public Health* 8, 1287-1295. <http://dx.doi.org/10.3390/ijerph8051287> .
- [78] Sepúlveda, E., S\_aenz, C., Aliaga, E., Aceituno, C., 2007. Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp. *J. Arid. Environ.* 68, 534-545. <http://dx.doi.org/10.1016/j.jaridenv.2006.08.001> .
- [79] Ammar, I., Ennouri, M., Attia, H., 2015. Phenolic content and antioxidant activity of Cactus (*Opuntia ficus-indica* L.) flowers are modified according to the extraction method. *Ind. Crops Prod.* 64, 97-104. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2014.11.030> .
- [80] Ammar, I., Ennouri, M., Khemakhem, B., Yangui, T., Attia, H., 2012. Variation in chemical composition and biological activities of two species of *Opuntia* flowers at four stages of flowering. *Ind. Crops Prod.* 37, 34-40. <http://dx.doi.org/10.1016/j.indcrop.2011.11.027> .
- [81] Pichler, T., Young, K., Alcantar, N., 2012. Eliminating turbidity in drinking water using the mucilage of a common Cactus. *Water Sci. Technol. Water Supply* 12, 179-186. <http://dx.doi.org/10.2166/ws.2012.126> .
- [82] Torres, L.G., Carpinteyro-Urban1, S.L., Vaca, M., 2012. Use of *Prosopis laevigata* seedgum and *Opuntia ficus-indica* mucilage for the treatment of municipal wastewaters by coagulation-flocculation. *Nat. Resour.* 03, 35-41. <http://dx.doi.org/10.4236/nr.2012.32006>
- [83] Kazi, T., Virupakshi, A., 2013. Treatment of tannery wastewater using natural coagulants. *Int. J. Innov. Res. Sci. Eng. Technol.* 2, 4061-4068.
- [84] Bustillos, L.G.T., Carpinteyro-urban, S., Orozco, C., 2013. Production and characterization of *Opuntia ficus-indica* mucilage and its use as coagulant-flocculant aid for industrial wastewaters. *Int. J. Biotechnol. Res.* 1, 38-45.
- [85] Mounir, B., Abdeljalil, Z., Abdellah, A., 2014a. Comparison of the efficacy of two bioflocculants in water treatment. *Int. J. Sci. Eng. Technol.* 737, 734-737.

- [86] Gad, A., Attia, M., Ahmed, H., 2010. Heavy metals bio-remediation by immobilized *Saccharomyces cerevisiae* and *Opuntia ficus-indica* waste. *J. Am. Sci.* 6, 79-87.
- [87] Carpinteyro-Urban, S., Torres, L.G., 2013. Use of response surface methodology in the optimization of coagulation- flocculation of wastewaters employing biopolymers. *Int. J. Environ. Res.* 7, 717-726.
- [88] Swathi, M., Sathya, S.A., Aravind, S., Ashi, S.P.K., Gobinath, R., Saranya, Devi D., 2014. Experimental studies on tannery wastewater using Cactus powder as an adsorbent. *Int. J. Appl. Sci. Eng. Res.* 3, 436-446. <http://dx.doi.org/10.6088/ijaser.030200014> .
- [89] Gandhi, N., Sirisha, D., Sekhar, K.B.C., 2013. Biodepollution of paint manufacturing industry waste water containing chromium by using coagulation process. *J. Arts Sci. Commer.* 4, 110-118.
- [90] Mane, P.C., Bhosle, A.B., Jangam, C.M., Mukate, S.V., 2011. Heavy metal removal from aqueous solution by *Opuntia*: a natural polyelectrolyte. *J. Nat. Prod. Plant Resour.* 1, 75-80.
- [91] Nharingo, T., Ngwenya, T.J., 2013. Single and binary sorption of lead(II) and zinc (II) ions onto *Eichhornia crassipes* (water hyacinth) ash. *Int. J. Eng. Sci. Innov. Technol.* 2, 419-426.
- [92] Asha, S., Tabitha, C., Himabindu, N., Kumar, R.B., 2014. 1. Efficiency of *Opuntia ficus-indica* (L) Mill. in removal of chromium from synthetic solution. *Res. J. Pharm. Biol. Chem. Sci.* 5, 1244-1251.
- [93] Fedala, N., Lounici, H., Drouiche, N., Mameri, N., Drouiche, M., 2015. Physical parameters affecting coagulation of turbid water with *Opuntia ficus-indica* Cactus. *Ecol. Eng.* 77, 33-36. <http://dx.doi.org/10.1016/j.ecoleng.2015.01.007> .
- [94] Aygun, A., Yilmaz, T., 2010. Improvement of coagulation-flocculation process for treatment of detergent wastewaters using coagulant aids. *Int. J. Chem. Environ. Eng.* 1, 97-101.

- [95] Theodoro, J.D.P., Lenz, G.F., Zara, R.F., Bergamasco, R., 2013. Coagulants and natural polymers : perspectives for the treatment of water. *Plast. Polym. Technol.* 2, 55-62.
- [96] Vijayaraghavan, G., Sivakumar, T., Kumar, A.V., 2011. Application of plant based coagulants for waste water treatment. *Int. J. Adv. Eng. Res. Stud.* 1, 88-92 doi:EISSN2249-8974.
- [97] Groupe Français de Rhéologie., (1990). "Dictionnaire de rhéologie", Groupe français de rhéologie, volume 56 p.
- [98] Persoz.B., (1969). "La rhéologie", Monographie Masson et Cie.
- [99] Perrin J., (1910). "Brownian movement and molecular reality", translated by Soddy. FRS. F, Taylor and Francis, London.
- [100] Einstein A., (1926). "Investigation on Theory of Brownian movement". Methuen, London.
- [101] Coussot P. et Grossiard J., (2002). "Comprendre la rhéologie, de la circulation du sang à la prise du béton", EDP Science, 221p.
- [102] Barnes H.A., Hutton J.F. et Walters K., (1989). "An introduction to rheology". Elsevier Science Publishers, Amsterdam.
- [103] Barnes H.A, (1999). "The yield stress-a review or 'πανταρει'--everything flows?" *Journal of Non-Newtonian Fluids Mechanics.* 81, 133-178.
- [104] Cheng D.C-H, (1985). "Yield stress, a time dependant property and how to measure it". *RheologicaActa*, 25, 542-554.
- [105] Picard G., (2004). "Hétérogénéité de l'écoulement du fluide à seuil: approche phénoménologique et modélisation élasto-plastique", Thèse de doctorat. Université de Paris VII. Denis-Dederot.
- [106] Schurz J., (1990). "The yield stress – an ampirical reality", *Rheological Acta*, 29, 170-171.
- [107] Quemada D., (2006). " Modélisation rhéologique structurelle. Dispersions concentrées et fluides complexes ", Edition Tec and Doc, 316p, Lavoisier.

- [108] Cross M.M., (1965). "Rheology of Non-Newtonian Fluids. A new flow equation for pseudo-plastic systems", *Journal of Colloid Sciences*, 20: 417-437.
- [109] Bird R.B., Armstrong R.C. et Hassager O., (1987). "Dynamics of Polymeric Liquids" Wiley, New York.
- [110] Benchaabane A., (2006). "Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles - polymères. Effets de l'ajout de polymères", thèse de doctorat, Université Louis Pasteur, Strasbourg.
- [111] Ji.Y ,Lu.Q ; Effect of solution salinity on settling of mineral tailings by polymer flocculants *Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 430 (2013) 29– 38.
- [112] Jeldres.R.I, Pedro G. T; Impact of seawater salts on the viscoelastic behavior of flocculated mineral suspensions Ricardo ,*Colloids and Surfaces A: Physicochem. Eng. Aspects* 461 (2014) 295–302

# **Chapitre02: Partie expérimentale**

# **Matériel et méthodes**

## **Résultats et discussions**