

UNIVERSITE DE BLIDA 1
Faculté de Technologie
Département Du Génie des Procédés

THESE DE DOCTORAT
En Génie des Procédés
Spécialité Génie de l'Environnement

**CARACTERISATION PHYSICO-CHIMIQUE ET
RHEOLOGIQUE DES BOUES DE LA REGION D'ALGER
EN VUE DE LEUR REUTILISATION**

Par

Hayat BETATACHE

Devant le jury composé de :

M. W. NACEUR	Professeur, Université de Blida 1	Président
Mme. Z.SALEM	Professeur à l'USTHB	Examinatrice
M. O.BOURAS	Professeur, Université de Blida 1	Examineur
M. A. HADJ SADOK	MCA Habilité, Université de Blida 1	Examineur
M. A.AOUABED	Professeur, Université de Blida 1	Rapporteur

Blida, 2016

A la mémoire de mon défunt père

A ma mère, mon rayon de soleil

A mes sœurs et mon petit frère, mes amours

A toute ma famille

A mes amies

Résumé

Ce travail porte sur la caractérisation physico-chimique et rhéologique des boues de la région d'Alger en vue de leur réutilisation.

Dans ce travail nous nous sommes intéressés en premier lieu aux caractéristiques physico-chimiques des boues stabilisées des STEP de Béni-Messous et Reghaia et leur conditionnement. Dans cette étape nous avons utilisé un nouveau biomatériau disponible et sans danger pour l'environnement à savoir le jus de cactus *Opuntia ficus indica*. Son efficacité a été évaluée en suivant l'évolution de paramètres physiques de la boue de Béni-Messous à savoir la turbidité du filtrat, la siccité et la résistance spécifique à la filtration du gâteau de filtration. Les résultats obtenus avec le jus de cactus *Opuntia ficus indica* sont comparables à ceux du polymère cationique et non-ionique et les els minéraux FeCl_3 et $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ traditionnellement utilisés dans les STEP.

La deuxième partie de ce travail a été la caractérisation rhéologique des boues conditionnées. Les résultats obtenus ont soutenus les résultats du conditionnement.

Abstract

This Work deals with the physico-chemical characterization and rheological sewage sludge from the Algiers for reuse. In this work we are interested in the first place to the physico-chemical characteristics of stabilized sludge from WWTP of Beni-Messous and Reghaia and conditioning. In this step we used a new biomaterial called *Opuntia ficus indica* cactus juice as conditioner. It is available in Algeria, and safe for the environment. its effectiveness was evaluated by following the evolution of physical parameters of the sludge of WWTP of Beni-Messous namely filtrate turbidity, the dryness and the specific tensile Filtration the filter cake.

The results obtained with the *Opuntia ficus indica* juice are comparable to those of the cationic polymer and non-ionic and inorganic coagulants FeCl_3 and $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ traditionally used in STEP. The second part of this work was the rheological characterization of conditioned sludge. The results have supported the conditioning results.

المخلص

يتناول هذا العمل تحديد الخصائص الفيزيائية و الكيمائية و الريولوجية لوحل محطات معالجة مياه الصرف لمنطقة الجزائر العاصمة لغرض إعادة استخدامها . في البداية تم التطرق الأول إلى الخصائص الفيزيائية والكيميائية للأوحال المهضومة محطات معالجة مياه الصرف من بني مسوس و رغاية و الى تكييفها. في هذه الخطوة استخدمنا مادة بيولوجية جديدة تتمثل في عصير التين الشوكي و هو مادة طبيعية متوفرة و غير ضارة للبيئة و المحيط. تم تقييم فعاليتها عن طريق اتباع تطور المعلمات الفيزيائية لوحل محطة معالجة مياه الصرف من بني مسوس تتمثل في تعكر الترشيح، وجفاف و شد كعكة الترشيح. النتائج المتحصل عليها مع التين الشوكي عصير هي مماثلة لتلك التي تحصلنا عليها باستعمال البوليميرات الموجبة و الغير أيونية و الأملاح المعدنية المستعملة عادة في المحطات

كان الجزء الثاني من هذا العمل دراسة ريولوجية للأوحال المكيفة. النتائج المتحصلة عليها تدعم النتائج السابقة.

Remerciements

Ce travail a été réalisé au niveau du laboratoire d'analyses fonctionnelles des procédés chimiques de l'université de Blida 1 (LAFPC), sous la direction de Monsieur Ali AOUABED, professeur à l'université de Blida 1 et directeur du LAFPC.

Je souhaiterai tout d'abord remercier mon directeur de thèse, Monsieur Ali AOUABED de m'avoir accueilli dans son organisme, accepté de m'encadrer et soutenu tout le long de ce travail, je ne saurais lui exprimer toute ma reconnaissance et ma gratitude pour son aide indispensable, son apport scientifique, ses critiques pertinentes mais aussi pour sa disponibilité et ses qualités humaines.

Je remercie vivement le Professeur Wahib NACEUR, Professeur à l'Université de Blida 1 d'avoir accepté de présider le jury de ma soutenance.

Je tiens à remercier aussi Madame Zineb SALEM, professeur à l'Université des Sciences et Techniques Houari Boumediène, Monsieur Omar BOURAS, Professeur à l'université de Blida 1 et Monsieur Abdelkader HADJ-SADOK, Maître de Conférence Habilité à l'Université de Blida 1 d'avoir accepté de faire partie de mon jury de soutenance.

Je souhaiterai exprimer ma profonde reconnaissance et toute ma gratitude aux membres du Département de Chimie Industrielle dont l'aide a été souvent indispensable. Je remercie aussi Monsieur Mohamed HOUARI, ancien chef de Département de Chimie Industrielle pour son aide et son soutien.

J'ai une grande pensée pour les membres du laboratoire d'Analyses Fonctionnelles des Procédés chimiques pour leurs soutiens et avec qui j'ai pu travailler dans une atmosphère paisible et professionnelle.

Je souhaite une bonne continuation et beaucoup de courage à tous les nouveaux thésards au Laboratoire d'Analyses Fonctionnelles des Procédés chimiques.

Je saisis cette occasion pour rendre hommage à mon défunt père. De simples mots ne seraient pas capables de décrire l'amour que je lui porte et aucun mot ne saurait le remercier pour tout ce qu'il a fait pour nous, il est mon modèle, il est l'homme qui m'a façonné.

Enfin, je dédie ce travail à ma mère, son amour et son appuie inconditionnels m'ont accompagné toute ma vie.

A toute ma famille qui m'a soutenu et encouragé durant toutes ces années. Je les remercie du fond du cœur pour m'avoir permis d'aller aussi loin dans mes études.

TABLE DES MATIERES

RESUME.....	3
REMERCIEMENTS	5
TABLE DES MATIERES	7
LISTE DES ILLUSTRATIONS GRAPHIQUES ET DES TABLEAUX	12
INTRODUCTION GENERALE	16
CHAPITRE I : TRAITEMENT DES EAUX USEES ET PRODUCTION DES BOUES.....	19
I. Traitement des eaux usées et production des boues.....	19
I.1. Description d'une station d'épuration	19
I.1.1. Prétraitement	19
I.1.1.1. Dégrillage	20
I.1.1.2. Tamisage	20
I.1.1.3. Le dessablage.....	20
I.1.1.4. Déshuilage	20
I.1.2. Décantation primaire	20
I.1.3. Traitement biologique	21
I.1.4. Traitement tertiaire	22
I.2. Filière boue	22
I.2.1 Stabilisation.....	23
I.2.2. Conditionnement	24
I.2.3. Filtration des boues	25
a) <i>Filtration sur bandes</i>	25
b) <i>Centrifugation</i>	21
c) <i>Filtration sur plateaux</i>	25
d) <i>Filtration dans des poches</i>	26

I.2.4 Séchage des boues	27
a) Séchage thermique	27
b) Les lits de séchage	27
II. Situation du traitement des eaux usées et des boues à Alger	28
II.1. Station de Traitement des Eaux Usées de Baraki	28
II.2. Station de Traitement des Eaux Usées de Béni-Messous	28
II.3. Station de Traitement des Eaux Usées de Réghaia	29
II.4. Station de Traitement des Eaux Usées de Staouéli	29
CHAPITRE II : CONDITIONNEMENT ET DEVENIR DES BOUES.....	31
I. Types de conditionnement	31
II. Devenir des boues	43
II.1. La valorisation agricole des boues	43
II.2. Valorisation énergétique	48
II.2.1. Incinération	48
a) Incinération spécifique	49
b) Co-incinération	49
c) Oxydation par voie humide	49
d) Pyrolyse	50
II.2.2. Méthanisation des boues	50
II.3. Mise en décharge.....	50
CHAPITRE III : RHEOLOGIE, PARTIE THEORIQUE.....	51
I. Principe de la rhéologie	51
II. Thixotropie	54
IV. Contrainte seuil	56
V. Comportement rhéologique	56
VI. Viscoélasticité	58

VII. Utilisation pratique de la rhéologie des boues	60
VII.1 Détermination de schémas de pompage, dimensionnement	60
VII.2 Stockage, épandage, transport	61
VII.3 Optimisation de procédés de traitement	61
VII.3.1. Utilisation d'indicateurs de qualité en boues activées	61
VII.3.2. Conditionnement des boues	63
CHAPITRE IV : MATERIELS ET METHODES.....	64
I. Caractérisation physico-chimique de la boue.....	64
I.1. Mesure du pH et de la conductivité	64
I.2. Teneur en matière sèche	64
I.3. Teneur en matière volatile	64
I.4. Teneur en phosphore minéral et organique	65
I.4.1. Phosphore extractible à l'eau	65
I.4.2. Phosphore organique	65
I.5. Teneur en carbone organique	66
I.6. Teneur en azote total	66
I.7. Teneur en oligo-éléments et éléments traces métalliques	66
II. Préparation des flocculants	67
II.1. Caractérisation physico-chimique du jus de cactus	69
II.1.1. Dosage des sucres totaux	69
II.1.2. Dosage de l'acide galacturonique	70
II.1.3. Dosage du phosphore	70
II.1.4. Point de charge zéro	71
II.1.5. Infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	71
III. Le conditionnement	71
III.1. Cellule de filtration et filtration	72
III.2. Mesure de la turbidité	73

III.3. Mesure de la résistance spécifique à la filtration (RSF)	73
III.4. Mesure de la siccité du gâteau de filtration	75
IV. Caractérisation rhéologiques	75
CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSIONS	77
I. Caractérisation physico-chimique des boues	77
I.1. Paramètres physico-chimiques	77
I.1.1. Teneur en matière organique et matière minérale	78
I.1.2. Teneur en azote total	78
I.1.3. Rapport C/N	80
I.1.4. Teneur en phosphore	81
I.1.5. Teneurs en autres éléments fertilisants	81
I.2. Teneur en éléments traces métalliques	82
II. Valorisation énergétique de la boue	84
III. Caractérisation du jus de cactus	85
III.1. Caractérisation physico-chimique	85
III.2. Spectre infra-rouge à transformée de Fourier (FTIR)	88
IV. Conditionnement de la boue	89
IV.1. Mesure de la turbidité	90
IV.2. Mesure de la siccité	92
IV.3. Calcul de la résistance spécifique à la filtration (RSF)	93
IV.4. Activité coagulante du jus de cactus sous différentes formes et différentes fractions	96
IV.6 Influence du pH sur le conditionnement avec le jus de cactus et mécanisme réactionnel	98
CHAPITRE VI : RHEOLOGIE DE LA BOUE CONDITIONNEE, ANALYSE DES RESULTATS	105
I. Teste de dépendance au temps	105

II. Mesures rhéologiques	108
III.1. Définition des paramètres viscosité apparente (η_{app}) et contrainte (τ)	108
II.2. Exploitation des rhéogrammes	110
II.3. Présentation des rhéogrammes de la boue de Béni-Messous	111
III.4. Présentation des rhéogrammes de la boue de Reghaia	115
III. Synthèse des résultats	119
IV. Mesure des propriétés Viscoélastiques des boues	121
CONCLUSION GENERALE	127
APPENDICE	130
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	135

LISTE DES ILLUSTRATIONS GRAPHIQUES ET DES TABLEAUX

Figure I.1: Schéma de fonctionnement d'une station d'épuration à boues activées, p21

Figure I.2 : Schéma des étapes de la filière de traitement des boues, p23

Figure II.1 : Catégorie des différents coagulants naturels avec leurs exemples, p 34

Figure II.2: Formation de la chitosane à partir de la chitine, p 36

Figure II.3: Structure de la gomme de xanthane, p 37

Figure II.4: Adsorption et pontage des particules de polluants (P) par l'acide galacturonique dans le cas où P est cationique et anionique, p 42

Figure III.1 : Forces agissantes sur deux éléments de couches voisines, p 53

Figure III.2: Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles, p 54

Figure III.3: Rhéogrammes d'une boue activée présentant une surface d'hystérésis, 56

Figure III.4 : Rhéogrammes des types de comportement rhéologique, p 58

Figure IV.1: *Opuntia ficus indica* (figue de barbarie), p 68

Figure IV.2 : Etape de préparation du jus de cactus, p 69

Figure IV.3: Cladode du figuier de barbarie, p 69

Figure IV.4 : Jus de cactus (vert et visqueux), p 69

Figure IV.5 : Cellule de filtration sous-vide, p 72

Figure IV.6: Rhéomètre Anton Paar MCR 302, p 75

Figure IV.7 : Système de mesure plan-plan, p76

Figure V.1: Spectre infra-rouge du jus de cactus *Opuntia ficus indica*, p 89

FigureV.2: Variation de la turbidité en fonction de la concentration des flocculants (a) polyélectrolytes et JC (b) sels minéraux, p 92

Figure V.3 : Variation de la siccité du gâteau de filtration en fonction des doses des flocculants (a) polyélectrolytes et JC (b) sels minéraux, p 93

Figure V.4 : Variation de la RSF en fonction de la concentration de (a) les polyélectrolytes et le JC et (b) les sels minéraux, p 95

Figure V.5 : Influence du pH sur la turbidité résiduelle du filtrat, la siccité et la RSF, p 99

Figure V.6: Variation du potentiel zéta et de la conductivité du filtrat en fonction de la concentration du jus de cactus, p 102

Figure V.7 : Mécanisme de coagulation et floculation du jus de cactus à l'aide de l'acide galacturonique, p 105

Figure V.8 : Saturation en acide galacturonique lors du surdosage en jus de cactus, p 106

Figure VI.1: Teste de dépendance au temps, p 108

Figure VI.2: Rhéogrammes $\tau = f(\dot{\gamma})$ et évolution de la viscosité apparente

($\eta_{app} = \tau / \dot{\gamma}$) avec la vitesse de cisaillement (a) boue Béni-Messous (b) boue de Reghaia, p 110

Figure VI.3 : Comparaison du modèle de Casson avec le rhéogramme de la boue fraîche de Béni-Messous et de Reghaia, p 112

Figure VI.4 : Evolution des rhéogrammes de la boue de Béni-Messous conditionné avec (a) chimfloc C 4346 (b) sedipur NF 400 (c) le jus de cactus (d) FeCl_3 (e) $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, p 113

Figure VI.5: Variation de τ_c et η_c de la boue en fonction de la concentration de (a) chimfloc C 4346 (b) sedipur NF 400, (c) jus de cactus, (d) FeCl_3 , (e) $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, p 114

Figure VI.6 : Variation des rhéogrammes de la boue de Reghaia en fonction de la concentration de (a) chimfloc C 4346 (b) sedipur NF400 (c) JC (d) FeCl_3 (e) $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, p 117

Figure VI.7 : Variation de τ_c et η_c de la boue de Reghaia en fonction de la concentration de (a) chimfloc C 4346 (b) sedipur NF 400 (c) JC (d) FeCl_3 (e) $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, p 119

Figure VI.8 : Solution de polymère très diluée : absence d'interactions, p 121

Figure VI.9 : Solution de polymère diluée, p 121

Figure VI.10 : Solution de polymère concentrée : enchevêtrement des chaines, p 122

Figure VI.11 : Evolution des modules élastique (G') et visqueux (G'') en fonction de la déformation (γ) boue de Béni-Messous, p 123

Figure VI.12 : évolution des modules élastique (G') et visqueux (G'') en fonction de la déformation (γ) de la boue de Reghaia, p 123

Figure VI.13 : Evolution du module élastique (G') et de la contrainte seuil (τ_0) de la boue de Béni-Messous en fonction de la concentration de (a) chimfloc C 4346 (b) sedipur NF 400 (c) JC (d) FeCl_3 (e) $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, p 125

Figure VI.14 : Evolution du module élastique (G') et de la contrainte seuil (τ_0) de la boue de Reghaia en fonction de la concentration de (a) chimfloc C 4346 (b) sedipur NF 400 (c) JC (d) FeCl_3 (e) $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, p 126

Tableau I.1 : Qualité des boues en fonction du traitement, p 26

Tableau II.1 : Valeurs limites de concentration dans les boues (mg/kg MS) autorisées pour leur valorisation en agriculture selon la norme AFNOR U 44-041, p 45

Tableau II.2: Teneurs limites des ETM à respecter dans le sol selon la norme AFNOR U 44-041, p 46

Tableau II .3: Limites de qualité et flux limites en composés traces organiques, p 48

Tableau V.1 : Caractéristiques physico-chimiques des boues digérées. p77

Tableau V.2: Teneur en ETM des boues digérées, p 83

Tableau V.3: Quantité d'énergie produite par une valorisation énergétique des deux boues étudiées, p 85

Tableau V.4 : Caractéristiques physico-chimiques du jus de cactus *Opuntia ficus indica*, p 86

Tableau V.5 : Comparaison des doses optimales et de l'efficacité des différents flocculants, p 96

Tableau V.6 : Activité coagulante du jus de cactus, p 98

Tableau VI.1 : Protocol du teste de dépendance au temps, p 107

Introduction générale

La quantité des boues produites par les stations d'épuration des eaux usées de la région d'Alger est en constante augmentation, si bien que leur élimination est devenue un problème majeur de cette région. La production au niveau de la wilaya d'Alger est actuellement de 228 000 tonnes par an et les experts estiment qu'elle va atteindre 2020000 m³/an à l'horizon 2025. Face au problème de la gestion des volumes de boue produits, les grands enjeux pour les traiteurs d'eau sont alors : de réduire les volumes et les masses de boues, de maîtriser la siccité, d'hygiéniser, diminuer voire annuler la toxicité et enfin, de faciliter les valorisations agricoles et thermiques. Les voies d'élimination pour ces boues organiques sont : la mise en décharge, la valorisation agricole et la valorisation énergétique, avec en particulier l'incinération. A l'heure actuelle, en Algérie, ces boues sont considérées comme des déchets, leur seule voie d'élimination est la mise en décharge en raison d'absence d'étude permettant de définir une destination finale adéquate à leur nature (valorisation agricole et énergétique). Leur élimination se résume à une mise en décharge sans distinction ni de leurs caractéristiques physico-chimique ni de leur potentiel économique mais aussi sans tenir compte du risque environnemental et sanitaire.

La wilaya d'Alger possède quatre (04) stations d'épuration d'eaux usées, toutes dotées d'unité de traitement des boues. Cette étape consiste principalement en une digestion aérobie des boues suivie d'un conditionnement chimique afin de faciliter la déshydratation. Cependant, malgré son efficacité prouvée, le conditionnement chimique présente certains inconvénients tels que le cout d'achat et de préparation, l'inefficacité à basse température, la production de boues volumineuses, une biodégradabilité relativement lente ainsi que des effets néfastes sur la santé et l'écosystème. Afin de remédier à ce problème, les flocculants naturels représentent une bonne alternative aux produits chimiques.

Notre travail s'inscrit dans la contribution à trouver une solution pérenne des boues face à l'augmentation spectaculaire de leur production.

Cette étude s'est intéressée à une caractérisation physico-chimique poussée des boues de deux stations d'épuration d'eaux usées urbaines de la région d'Alger, la

première est la station de Béni-Messous qui se situe à l'ouest d'Alger et la seconde est la station de Reghaia qui se situe à l'est d'Alger.

Notre approche s'est structurée en trois parties

La première partie du travail est une synthèse bibliographique, elle se compose d'un premier chapitre qui décrit le contexte général dans lequel se situe le travail, c'est-à-dire l'épuration des eaux usées et la production de boues qui en résulte. L'importance du conditionnement dans l'étape de traitement des boues et une présentation des différents bio-matériaux susceptibles de remplacer les produits chimiques dans cette étape. Ensuite, une présentation des différentes voies d'élimination de ces boues est effectuée à la fin de cette première partie. Le deuxième chapitre est une approche théorique de la rhéologie, nous avons présenté quelques notions de base de la rhéologie et l'intérêt de faire une étude rhéologiques des boues résiduaires dans la détermination du schéma de pompage et de dimensionnement des STEP, leur stockage et épandage ainsi que dans l'optimisation des procédés de traitement des boues .

Le troisième chapitre décrit l'ensemble des dispositifs expérimentaux et des méthodes utilisés tout au long de ce travail et le biomatériau choisi pour le conditionnement des boues à savoir le jus de cactus *Opuntia ficus indica* (JC). Les principaux dispositifs expérimentaux sont la cellule de filtration sous pression, et le rhéomètre plan-plan. Les méthodes décrites concernent la caractérisation des boues et du jus de cactus, la stratégie de conditionnement et de déshydratation des boues permettant d'obtenir une boue déshydratée dont la siccité est la plus élevée, la résistance du gâteau de filtration ainsi que la turbidité du filtrat sont les plus faibles et enfin le protocole de la caractérisation rhéologique des boues conditionnées.

La deuxième partie est consacrée aux résultats expérimentaux obtenus et leurs discussions. Il se compose de deux chapitre. Le premier concerne la caractérisation physico-chimique des boues et leurs valeurs agricoles et énergétiques. Elle est suivie de l'étape du conditionnement où une comparaison entre les polymères synthétiques, les sels minéraux et le jus de cactus *Opuntia ficus indica* a été réalisée. L'efficacité des flocculants a été évaluée en suivant

l'évolution de la siccité et la résistance à la filtration du gâteau de filtration et la turbidité du filtrat. Enfin une caractérisation du jus de cactus a été effectuée en vue de déterminer sa composition et le mécanisme réactionnel qui le régit.

Le dernier chapitre concerne les résultats de l'étude rhéologique, elle a été menée afin de déterminer les liens entre le conditionnement des boues et leurs paramètres rhéologiques.

Le travail se termine par une conclusion rassemblant l'ensemble des résultats et par l'énoncé de perspectives qui pourraient constituer une suite intéressante à cette étude.

CHAPITRE I : TRAITEMENT DES EAUX USEES ET PRODUCTION DES BOUES

I. Traitement des eaux usées et production des boues

Les boues sont définies par le Comité Européen de Normalisation (CEN) comme «*un mélange d'eau et de matières solides, séparé par des procédés naturels ou artificiels des divers types d'eau qui le contiennent*». Les boues sont issues du traitement des eaux usées domestiques ou industrielles. L'épuration de ces eaux usées s'effectue en différentes étapes (qui seront décrites par la suite), Il en résulte une eau épurée que l'on rejette dans le milieu naturel et un résidu principal : les boues. Ce résidu est constitué de matières minérales inertes, d'azote, de phosphore et de matières organiques.

La composition des boues diffère en fonction du type d'effluents traité (eaux usées domestiques, agro-alimentaires ou industrielles), et des traitements effectués pour les eaux usées et les boues [1].

Le traitement des eaux usées permet d'éliminer, d'une part, la partie la plus facilement dégradable de la matière organique et, d'autre part, les différents composés dont les eaux sont chargées (débris alimentaires, graisses, fibres textiles et cellulosiques, savons, lessives et détergents) avant leur réintroduction dans le cycle de l'eau.

I.1. Description d'une station d'épuration

I.1.1. Prétraitement

Les eaux usées arrivent aux stations d'épuration chargées en matières hétérogène et grossière. Ces eaux doivent subir un prétraitement qui vise à protéger le relèvement des eaux brutes et plus généralement à éliminer tout ce qui pourrait gêner les traitements ultérieurs. [2]

Suivant la qualité de l'eau à traiter, plusieurs opérations peuvent être nécessaires, parmi lesquelles :

I.1.1.1. Dégrillage

Il permet de protéger les ouvrages aval contre l'arrivée de gros objets susceptibles de provoquer des bouchages dans les canalisations de liaison et les différentes unités des installations et de séparer les matières volumineuses charriées par l'eau brute en vue de les évacuer.

I.1.1.2. Tamisage

Assure un dégrillage poussé par filtration des eaux brutes sur toile, treillis ou tôle perforée, à mailles plus ou moins fines afin d'éliminer les matières solides (impuretés) présentes dans l'eau.

I.1.1.3. Le dessablage

Il a pour but d'extraire des eaux brutes les graviers, sables et particules minérales plus ou moins fines.

I.1.1.4. Déshuilage

Il consiste à récupérer grâce à des racleurs, les graisses domestiques ou industrielles qui se trouvent à la surface des eaux usées naturellement ou par flottation (injection de fines bulles d'air).

I.1.2. Décantation primaire

Elle se limite à des opérations de séparation liquide-solide /liquide-liquide comme la décantation gravitaire et la flottation. Les eaux vont traverser les bassins décanteurs (figure I.1) à faible vitesse pour que les matières en suspension puissent sédimenter. Les décanteurs primaires sont équipés d'un pont tournant qui concentre les matières décantées vers le centre du bassin. Elles sont alors prélevées par des pompes qui les refoulent jusqu'aux installations de traitement des boues.

Cette étape permet d'éliminer 90% des particules et objets en suspension et 30% de la DBO₅ [3]. Elle est commune à une très grande majorité des stations d'épuration. Mais il reste alors dans l'eau tout ce qui y est dissous : éléments azotés, phosphatés, composés actifs et des particules fines. Ce qui nécessite un

traitement secondaire. Cette étape n'est pas utilisée dans les STEP à faible charge et qui utilise une aération prolongée. Les boues primaires soutirées en pied de décanteur sont composées à la fois de matières minérales et organiques. Dans certains cas, un traitement de coagulation-floculation est effectué. Pour améliorer la décantation. On parle alors de boues physico-chimiques [4].

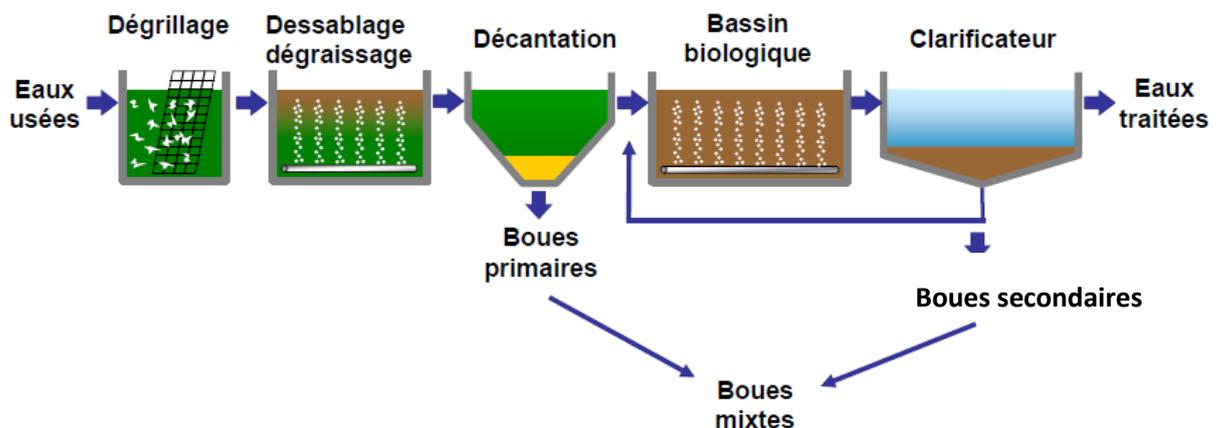


Figure I.1: Schéma de fonctionnement d'une station d'épuration à boues activées

I.1.3. Traitement biologique

Appelé aussi traitement secondaire, il se déroule en mettant en contact l'eau à épurer et des microorganismes. Ceux-ci vont se nourrir des matières organiques présentes dans les eaux usées et vont transformer les polluants :

- 1) par absorption des matières polluantes sur floc bactérien (agglomérat de microorganismes),
- 2) par conversion en matière cellulaire,
- 3) par oxydation en CO_2 et H_2O qui produit l'énergie nécessaire au fonctionnement et à la production du matériau cellulaire.

On distingue essentiellement deux types de procédés : les procédés à biomasse libre (lagunage, boue activée), les procédés à biomasse fixée (lits bactériens, biodisques). Ces derniers, mieux connus sous le nom de procédés à boues activées sont les plus répandus. C'est de ce type de procédé dont sont issues les

boues étudiées dans le présent travail. Un procédé à boues activées classique comprend :

- un bassin d'aération dans lequel l'eau à épurer est mise en contact avec la biomasse ;

- un dispositif de brassage et d'aération ;

- un décanteur (secondaire) dans lequel s'effectue la clarification des eaux et la séparation de l'eau épurée et les microparticules.

- un dispositif de recyclage qui permet de soutirer les boues en excès au bas du décanteur et d'en renvoyer une partie vers le bassin d'aération. Les boues en excès sont envoyées vers un épaisseur.

I.1.4. Traitement tertiaire

L'expression « traitement tertiaire » peut désigner plusieurs types de traitements ou différentes fonctions en vue d'atteindre un niveau de traitement de qualité supérieure à ce que l'on pourrait normalement attendre d'un traitement secondaire. Le traitement tertiaire peut viser un enlèvement plus poussé pour des paramètres conventionnels comme les matières en suspension (filtration tertiaire), ou encore viser certains paramètres pour lesquels il y a peu d'enlèvement dans un traitement secondaire comme le phosphore et les germes pathogènes. Dans certains cas, le traitement tertiaire a lieu au sein du réacteur biologique secondaire (par un séquençage dans le temps) et les boues secondaires et tertiaires sont confondues

I.2. Filière boue

Le problème préoccupant des boues se pose immédiatement après celui des eaux. En effet, tous les procédés modernes d'épuration des eaux usées industrielles ou urbaines, tant physicochimiques (floculation-décantation) que biologiques (lits bactériens, boues activées) entraînent la production d'importants volumes de déchets (5 à 25 pour cent du volume des eaux traitées), contenant les éléments de pollution éliminés des effluents, ainsi que les produits de transformation, des concentrations variables entre 1 et 15 pour cent de matières

sèches. L'évacuation de ces déchets est loin d'être aisée, car les boues, produites généralement à l'état liquide, ont de surcroît une faible consistance (95-99 % d'eau en moyenne) avec une forte charge en matière organique hautement fermentescible ainsi que des matières minérales. Ces caractéristiques sont problématiques quelle que soit la destination des boues et imposent la mise en place d'une filière de traitement (Figure I.2) [5].

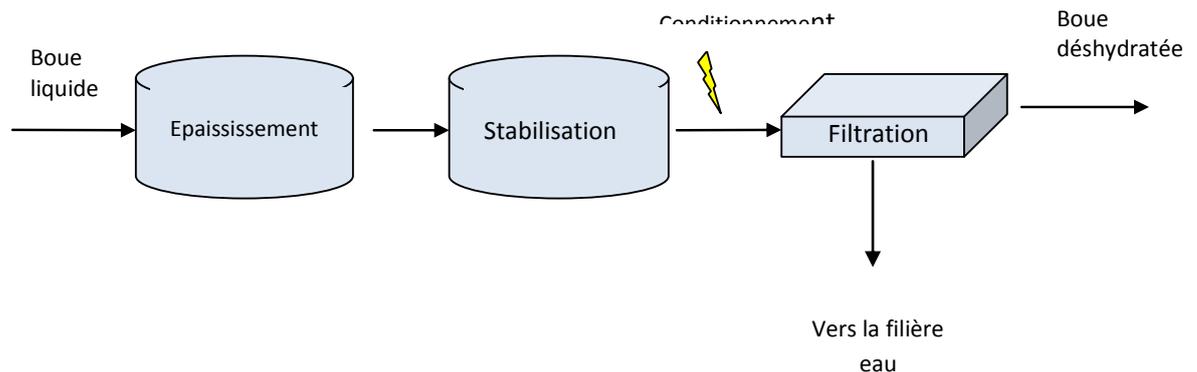


Figure I.2 : Schéma des étapes de la filière de traitement des boues

Les procédés de traitement des boues peuvent varier suivant leurs natures, la taille de la station d'épuration et la charge massique. Trois grands types de traitement sont à distinguer :

- des traitements de stabilisation, dont l'objectif est de réduire le pouvoir fermentescible des boues afin de limiter ou d'annuler les nuisances olfactives,
- des traitements de réduction de la teneur en eau des boues, visant :
 - (i) à diminuer le volume de boues à stocker ou à épandre et/ou
 - (ii) à améliorer leurs caractéristiques physiques (tenue en tas notamment),
- des traitements d'hygiénisation qui visent à éliminer la charge en microorganismes pathogènes.

I.2.1. Stabilisation

Les traitements utilisés sont de types biologiques, chimiques ou thermiques. Ils s'appliquent aux boues fraîches issues des traitements primaires, aux boues issues des traitements secondaires, ou à l'ensemble des boues.

- La stabilisation biologique réduit la teneur des boues en matières fermentescibles. Elle se fait soit par voie aérobie (en présence d'oxygène) dans les bassins d'aération ou dans des bassins de stabilisation aérobie, soit par voie anaérobie (absence d'oxygène) dans des digesteurs avec production de biogaz riche en méthane.

- La deuxième technique de stabilisation utilisée est le compostage mixte qui est un procédé particulier de stabilisation biologique aérobie. Il se réalise de préférence sur des boues déjà déshydratées de façon à économiser l'approvisionnement en support de compostage.

- La troisième voie possible est la stabilisation chimique qui bloque simplement l'activité biologique et donc l'évolution de la boue, par adjonction d'une quantité importante de chaux, élevant le pH au-delà de 12. Le chaulage suppose généralement une déshydratation préalable des boues.

I.2.2. Conditionnement

Les boues soutirées en pied de décanteurs subissent deux opérations successives de concentration : l'épaississement et la déshydratation. L'épaississement est une opération de décantation qui permet de concentrer les boues liquides de 3 à 10 fois selon le procédé et la nature de départ de la boue. L'étape de déshydratation mécanique permet de donner une consistance plus solide à la boue en atteignant des siccités variant de 15 à 40 %. Telle quelle, la boue peut être difficilement déshydratée (et parfois épaissie) et doit être conditionnée pour améliorer sa traitabilité. En effet, les matières organiques qui constituent la boue ont un caractère hydrophile marqué et font de la boue un système colloïdal stable dont l'eau interstitielle est fortement liée. Il est nécessaire de rompre cette stabilité colloïdale afin de libérer l'eau et permettre la déshydratation mécanique. On regroupe sous le terme « conditionnement »

les différentes opérations permettant la rupture de la structure colloïdale. Les techniques les plus utilisées sont le conditionnement thermique et le conditionnement chimique. Ce dernier est plus largement utilisé dans les STEP, il consiste à ajouter des réactifs qui déstabilisent les colloïdes et provoquent la coagulation/floculation de la suspension.

I.2.3. Filtration des boues

Les boues extraites en sortie de l'épaississeur se trouvent sous forme liquide et sont peu concentrées en matières sèches (moins de 1 %). Afin de réduire de manière significative les volumes produits, il est nécessaire de les déshydrater mécaniquement pour obtenir un produit pâteux ou solide.

Il existe quatre techniques de traitement utilisées au niveau des stations de traitement des eaux usées :

a- Filtration sur bandes : solution la plus répandue dans les années 90, elle est remplacée progressivement par la centrifugation. Le traitement est basé sur la filtration des boues préalablement floculées entre deux bandes mobiles entraînées par des rouleaux, les pressions mises en œuvre restant modérées (3 à 7 bars). La toile fait l'objet d'un nettoyage sous pression permanent afin d'éviter son encrassement, les eaux de lavage retournant en tête de station. La siccité finale des boues atteint 16 %, qualité non compatible avec un recyclage direct en agriculture. Ce type de matériel demande beaucoup de maintenance, celle-ci pouvant être mise en œuvre directement par l'agent d'exploitation.

b- Centrifugation : se développe de manière significative depuis les années 2000. Le procédé utilise le principe de la centrifugation pour essorer les boues après floculation. La vitesse de rotation du bol atteint 3600 tours par minute avec obtention d'un produit à environ 20 % de matières sèches et un concentrât qui retourne en tête de station d'épuration. La technologie spécifique mise en œuvre nécessite l'intervention de sociétés spécialisées pour la maintenance. En général, le produit ne peut être épandu directement en agriculture.

c- Filtration sur plateaux (filtre presse): Après un traitement préalable des boues (concentration sur table d'égouttage) avec ajout de différents réactifs

(polymère, chlorure ferrique et lait de chaux), les boues sont pressées entre des plateaux dotés de toiles filtrantes, à une pression voisine de 15 bars, en sortie, les boues se présentent sous forme de « gâteaux » solides avec une siccité de l'ordre de 30 à 35 %. Ces filtres peuvent être équipés de plateaux à membranes permettant d'augmenter le niveau de pressurisation avec deux objectifs principaux : réduction du temps de pressage et augmentation de la siccité du gâteau de 5 points. Le système fonctionne en discontinu et nécessite une présence humaine importante. La boue produite présente une bonne qualité : produit solide et stabilisé, riche en chaux. La reprise et l'épandage de ces boues se font facilement, aspects pour les agriculteurs.

d- Filtration dans des poches : solution mise en œuvre sur quelques communes pour pallier le dysfonctionnement des filières lits de séchage ou comme solution transitoire dans le cas de la reconstruction d'une station d'épuration. Le principe est simple puisqu'il suffit de remplir la poche de boues floculées. Le filtrat s'évacue ensuite par gravité (membrane poreuse) et permet l'obtention d'un produit d'une siccité comprise entre 12 et 15 %. Dès lors que la poche atteint son taux de remplissage maximal, il est nécessaire de la découper pour récupérer la boue. La poche est donc considérée comme un consommable, et peut être, en théorie recyclée en direct (réutilisation en géotextile).

La qualité des boues varie en fonction du traitement choisi (tableau 1)

Tableau I.1 : Qualité des boues en fonction du traitement

Déshydratation	Filtre à bande	centrifugeuse	Filtre à plateau	Poche filtrante
Texture du produit	Pâteuse	Pâteuse à solide	solide	Pâteuse
Valeur agronomique	Azote et phosphore		Azote phosphore et chaux	Azote et phosphore
Dose d'apport théorique (t/ha)	19	15	12	25
Hygiénisation	non	non	oui	non
Siccité (%)	16	20	30-35	15
Filière d'élimination	compostage		agriculture	compostage

Plus la filière est performante, plus les boues déshydratées sont concentrées en phosphore et en azote organique, et plus la dose d'épandage doit être réduite.

En général, les boues ne peuvent être recyclées directement en agriculture puisqu'elles présentent un état pâteux peu propice au stockage et à l'épandage. Elles doivent donc subir un traitement complémentaire pour être recyclées en agriculture : chaulage, compostage ou séchage. Seule la filière de déshydratation par filtre à plateaux permet l'obtention d'une boue pouvant être recyclée directement en agriculture, la qualité finale des boues répondant aux critères souhaités par les utilisateurs : boues solides, chaulées, et hygiénisées.

I.2.4 Séchage des boues

Le séchage des boues est une déshydratation quasi-totale des boues par évaporation de l'eau qu'elles contiennent ; la réduction de volume qui en résulte est conséquente.

a) Séchage thermique : Il repose sur deux méthodes : directe et indirecte. Le séchage direct consiste en une évaporation des boues par convection, via un fluide caloporteur. Le séchage indirect repose quant à lui en un échange de chaleur par conduction, via une paroi chauffée par un fluide caloporteur. En sortie, les boues se présentent sous forme de poudres ou de granulés, avec un taux de siccité pouvant atteindre 90 à 95 %. Ces deux procédés sont très énergivores : ils représentent un poste sur lequel il est possible de réduire l'empreinte environnementale de la filière boue, par exemple en mettant en place des boucles de récupération d'énergie.

b) Les lits de séchage : Ce procédé consiste à répartir les boues à déshydrater sur une surface drainante (composée de plusieurs couches de gravier et de sable de granulométries variables), à travers laquelle s'écoule l'eau interstitielle. Ces lits de séchages sont mis sous serre pour non seulement tirer partie du phénomène d'évaporation naturelle, mais l'accélérer par les rayons du soleil. On parle alors de séchage solaire. Une autre variante de ce procédé consiste à mettre les lits de séchage sous couvert végétal (roseaux), ce qui permet de s'affranchir des conditions climatiques. Ce procédé est appelé lits à macrophytes. En sortie des

lits de séchage, les boues sont solides, d'une siccité d'environ 35 à 40 %. Ce procédé de séchage présente l'intérêt d'être en plus une solution de stockage des boues. Il est particulièrement bien adapté aux stations d'épuration des collectivités de moins de 5.000 EH.

II. Situation du traitement des eaux usées et des boues à Alger

La wilaya d'Alger possède quatre (04) stations d'épuration des eaux usées urbaines :

II.1. Station de Traitement des Eaux Usées de Baraki

La STEP actuelle de Baraki a une capacité épuratoire de 900 000 EH pour un débit moyen théorique de 147 000 m³/ j. Initialement mise en service en 1989, cette station n'a plus fonctionné pendant une longue période, jusqu'à sa réhabilitation en janvier 2015. Une extension est en cours de réalisation pour doubler sa capacité de traitement. Le programme défini dans le Schéma Directeur prévoit le raccordement de gros collecteurs (Pointe de Pescade) sur le réseau alimentant la STEP de Baraki. Deux extensions ultérieures sont prévues, ce qui portera sa capacité à 3600 000 EH à l'horizon 2020. Cette station a reçu en moyenne 63400 m³/ jour en 2013 et produit 12200 tonnes de boues à 23,9 % de siccité. Les performances de traitement permettent de garantir une conformité du rejet supérieur à 99 % et un rendement d'élimination de la pollution supérieur à 95 %.

II.2. Station de Traitement des Eaux Usées de Béni-Messous

La STEP actuelle de Béni-Messous a une capacité épuratoire de 250 000 EH pour un débit moyen théorique de 50400 m³/ j. Cette STEP a été mise en service en 2007. Une extension est en cours de réalisation pour doubler sa capacité de traitement et compléter le traitement tertiaire.

Deux extensions ultérieures sont prévues, portant la capacité totale de la STEP de Beni-Messous à 810 000 EH à l'horizon 2025. Cette station a reçu en moyenne 33400 m³/ jour en 2013 et produit 8800 tonnes de boues à 22,9 % de siccité. Les

performances de traitement permettent de garantir une conformité du rejet de 100 % sur 2013 et un rendement d'élimination de la pollution de 95 %.

Le taux de traitement des eaux usées de la wilaya d'Alger est passé de 65 à 85 % grâce à la mise en service des extensions de la STEP de Béni-Messous et Baraki.

II.3. Station de Traitement des Eaux Usées de Réghaia

La STEP actuelle de Reghaia a une capacité épuratoire de 400 000 EH, pour un débit moyen théorique de 80 000 m³/j. La station a été construite en 2 étapes. La première tranche, consistant en un traitement primaire des effluents, a été mise en service en 1997. La seconde tranche, mise en service en 2008, a complété le traitement par une filière biologique et un traitement tertiaire.

Une extension est prévue pour porter la capacité de traitement de la STEP à 900 000 EH. Il est important de noter que la station reçoit actuellement un effluent qui est 67 % du temps au-delà des valeurs de dimensionnement de la station. Cette station a reçu en moyenne 62 300 m³/jour en 2013 et produit 10 400 tonnes de boues à 33,2 % de siccité. Les performances de traitement permettent de garantir une conformité du rejet supérieur à 92 % sur 2013 et un rendement d'élimination de la pollution supérieur à 92 %. Ces chiffres révèlent une très bonne performance de la station en considérant le fait que l'effluent d'entrée dépasse la capacité nominale de la STEP en termes de pollution à traiter.

Les traitements réalisés au niveau de cette STEP sont le prétraitement, traitement primaire, traitement secondaire par boue activée suivie d'une filtration par centrifugation.

II.4. Station de Traitement des Eaux Usées de Staouéli

Cette station a été réalisée en 1987 et réhabilitée en 2002 puis en 2008. La société des eaux et de l'assainissement de la wilaya d'Alger (SEAAL) a effectué sa remise en service en 2011. Cette station, d'une capacité de 15000 EH permet de traiter 3000 m³/j.

Le traitement est de type classique, équipée de prétraitements, d'un traitement par boue activée et de dispositif de déshydratation des boues sur lits de séchage.

Actuellement la production des boues au niveau des 165 stations d'épuration des eaux usées dans tout le territoire algérien est estimée à 250 000 tonnes par an et on estime que cette production va atteindre en 2020 les 400 000 tonnes par an. La destination finale des boues est jusqu'à présent l'enfouissement.

A l'heure actuelle, sept (07) centres régionaux de recyclage dont chacun chapeautera plusieurs wilayas et ce, selon la localisation des stations d'épuration, les quantités de boues produites et les conditions géographiques. Des études en plus de celle-ci sont réalisées afin de limiter l'enfouissement et de renforcer la valorisation des boues des STEP, la soumission d'un plan de sélection des méthodes de valorisation adaptées à chaque région, destiné à assurer un traitement hygiénique des boues et à promouvoir leur valorisation et conception d'un programme de développement et d'extension des installations de valorisation.

CHAPITRE II : CONDITIONNEMENT ET DEVENIR DES BOUES

La déshydratation des boues est une étape indispensable dans le processus de traitement des boues, du fait que son but est de réduire au maximum le volume des boues et par conséquent le coût de son transport et sa disposition. Il est difficile de déshydrater une boue sans traitement en raison de sa structure et son taux d'humidité, par conséquent le conditionnement est une étape cruciale dans le traitement des boues car il permet de libérer l'eau liée aux particules colloïdales et de faciliter la déshydratation.

La boue des stations d'épuration des eaux usées est généralement constituée de matière organique et d'eau. La quantité d'eau qui peut être éliminée est de 95-99 % pour les boues primaire et de 98-99 % pour les boues secondaire. Selon Kopp et al. [6], l'eau liée à la boue peut exister sous quatre formes :

- L'eau libre, qui peut être facilement éliminée par sédimentation
- l'eau interstitielle, qui peut être éliminée sous l'action d'une force mécanique
- L'eau de surface, qui est adsorbée à la surface des particules solides
- L'eau liée chimiquement, qui ne peut être éliminée complètement avec une grande énergie.

De ce fait, la déshydratation des boues ne dépend pas seulement du procédé mais aussi de la nature de l'eau dans la boue [7].

Le conditionnement des boues est généralement réalisé avec des sels minéraux, des polymères synthétiques ou bien la combinaison des deux [8].

I. Types de conditionnement

Le conditionnement chimique utilise des réactifs minéraux (électrolytes minéraux à polycations) ou organiques (polymères) dont l'ajout de manière contrôlée (dosage et mélange) provoque la coagulation et la floculation de la suspension. Il en résulte une agglomération des particules sous la forme d'un réseau

tridimensionnel appelée les floccs. La structure de ces floccs dépend fortement du type de réactif utilisé. Les réactifs minéraux (sels de fer, sels d'aluminium, chaux,...) donnent des floccs relativement fins, stables et résistants, une RSF faible et la dose optimale pour ce type de réactifs varie de 70 à 100 g/ kg MS. Leurs ajouts provoquent une diminution de la RSF de la boue.

Les polymères organiques quant à eux conduisent à des floccs volumineux (plusieurs millimètres), plus fragiles et plus lâches.

Les polymères synthétiques, commercialisés par de nombreuses firmes sous les noms les plus divers, se présentent, à l'état sec, sous forme de poudres et de granules, ou sous forme de liquides plus ou moins concentrés. Leur dissolution dans l'eau, sans formation de grumeaux, est assez délicate, si l'on ne prend pas les dispositions qui s'imposent: assurer une bonne dispersion dans la phase liquide. Du point de vue chimique, ils diffèrent par la nature de leur monomère de base, par leur poids moléculaire et par le caractère ionique de leurs groupements actifs en solution aqueuse, c'est pour cette raison qu'ils sont nommés polyélectrolytes [9] et ce qui a permis de les classer en trois catégories:

Les polyélectrolytes cationiques : Ce sont des produits polymériques de masse molaire de 250 000 à un million Da, préparés à partir de structures de base de sels sulfonium ou phosphonium, ou à partir d'une base ammonium, qui peut être sous forme d'amine ou de sel quaternaire.

Les polymères anioniques : Ce sont des réactifs macromoléculaires (masse molaire 5 à 10 millions Da, qui comportent sur leurs chaînes des groupements ionisés, carboxyliques ou sulfoniques, charges négativement, par dissociation en solution aqueuse.

Les polymères non ioniques : ce sont presque exclusivement des polyacrylamides de haut poids moléculaire (15 millions Da), de réaction électrique neutre en milieu aqueux, ils sont préparés par polymérisation de l'acrylamide sous l'action d'initiateurs radicalaires.

Le conditionnement a pour principal but de faciliter la déshydratation des boues. Leur ajout provoque donc une diminution de la résistance spécifique à la filtration

et une augmentation de la siccité. Weian Lin et al. [10] ont trouvé que 100 g/kg de MS en FeCl_3 réduisait la RSF sous vide de la moitié et Meiqing Niu et al. [11] ont trouvé que le FeCl_3 est plus efficace que le chlorure de polyaluminium à la dose optimale 100 g/kg de MS. Pour une RSF initiale de $180 \cdot 10^{10}$ m/kg elle atteint les valeurs de $6.82 \cdot 10^{10}$ et $55.4 \cdot 10^{10}$ m/kg respectivement. Pour les polyélectrolytes, les doses optimales sont moins grandes, elles varient de 1 à 5 g/ kg de MS en polymère cationique. Wolny et al. [12] ont vu la RSF de la boue passée de $2.2 \cdot 10^{13}$ m/ kg à 10^{12} m/kg pour une dose de 1 g/ kg MS en polyélectrolyte,

Cependant, malgré son efficacité prouvée [13], le conditionnement chimique présente certains inconvénients tels que le cout d'achat et de préparation, l'inefficacité à basse température [14], la production de boues volumineuses, une biodégradabilité relativement lente ainsi que des effets néfastes sur la santé et l'écosystème [15,16].

A fin de remédier à ces problèmes, différentes méthodes ont été étudiées telles que : l'ajout d'acides et de surfactants [17]. Le prétraitement avec le réactif Fenton [18, 19]. Le co-conditionnement des boues chimiques et des boues activées [20]. Le prétraitement au ferrate de potassium [21]. Le traitement avec les ultra-sons [22,23]. La radiation aux micro-ondes [24].

Le conditionnement thermique favorise la déshydratation de la boue par une lyse des cellules présentes dans la boue à différentes pressions [25]. Il est réalisé à des températures variantes de 60 à 180°C [26]. A ces températures, commence la destruction des parois cellulaires, facilitant ainsi la biodégradation des protéines. Au-delà de 180°C, les composés organiques réfractaires se forment [27]. Le traitement à des températures inférieures à 100°C est considéré comme un traitement à basse température [28] et requière un temps de contact très grand par rapport aux hautes températures [29,30]. Le principal inconvénient du conditionnement thermique est la consommation d'énergie.

Ces dernières années, un nouveau type de coagulants/floculants d'origine naturelle s'est imposé comme la solution idéale pour régler les problèmes de cout du conditionnement et les problèmes environnementaux. Ces matériaux

présentent l'avantage d'être abondants, biodégradables, et sans danger pour l'environnement.

Plusieurs études classent les flocculants d'origine naturelle comme polyélectrolyte, cependant aucune étude approfondie et caractérisation chimique afin de déterminer l'activité ionique de ces matériaux n'a été réalisée [31]

En se basant sur leurs origines, les coagulants naturels se divisent en trois catégories (figure II.1)

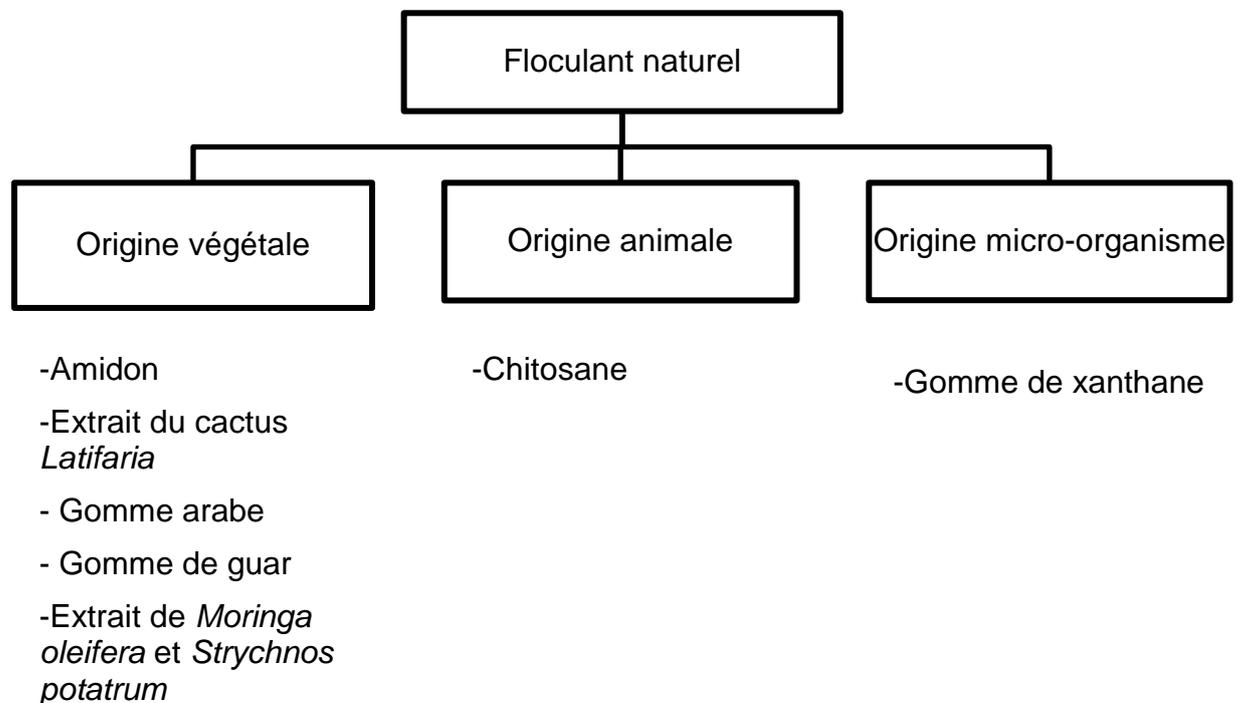


Figure II.1 : Catégorie des différents coagulants naturels avec leurs exemples

La plus grande partie des matériaux naturels a été utilisée dans le traitement de la turbidité des eaux usées, naturelles et synthétiques [32-34] et la couleur des eaux de teinture [35, 36]. Comme ils ont été aussi utilisés comme adsorbant de métaux lourds [37, 38] le chitosane est le seul flocculant d'origine animale à avoir été testé dans le traitement des eaux [39] et des boues résiduaires par Zemmouri [40].

La découverte de la chitine et du chitosane date de la fin du 19^{ème} siècle, mais ce n'est qu'à partir des années 1970 que ces polymères ont suscité un réel intérêt. Le terme chitine, d'origine grecque signifiant « tunique », par analogie avec la coquille des arthropodes et le vêtement.

La chitine, une poly (N-acétyl-D-glucosamine,8-(1,4)2-acétamido-2-désoxy-D-glucose), est l'un des constituants de la cuticule protectrice des insectes, des araignées et des crustacés.

Associée au carbonate de calcium, elle devient rigide et forme alors l'exosquelette des crustacés et de tous les animaux à coquille. Chez les champignons, la chitine est un constituant essentiel de la paroi latérale qui entoure et protège les cellules fongiques de l'environnement. Ainsi, les résidus de certains champignons issus de l'industrie permettent la production de chitine. De ce fait, le chitosane est le polymère le plus abondant sur la terre après la cellulose [41,42].

Le chitosane est le produit de la désacétylation (enlèvement groupements acétyles) chimique en milieu alcalin ou enzymatique de la chitine. Cette dernière subie au préalable une déminéralisation à l'acide chlorhydrique, une déprotéinisation par la soude ou la potasse, et enfin un blanchiment par la présence d'un agent oxydant. En jouant sur la durée du traitement alcalin et sur la température, il est possible d'obtenir différentes chitosanes à partir d'une même chitine. Le chitosane ne diffère de la chitine que par les groupes amines (-NH₂), chargés positivement. Ces derniers confèrent à la chitosane une nature cationique, intéressante dans un milieu acide. Ces groupements sont également responsables de son activité floculante.

C'est à la fin des années 70 que les propriétés floculantes du chitosane commencent à susciter l'intérêt de la communauté scientifique, toujours soucieuse de trouver des produits d'origine naturelle et biodégradable sans danger sur la santé publique, comme substituant aux floculants chimiques. Bough et al. [43] ont utilisé le chitosane pour éliminer la matière en suspension, la demande chimique en oxygène (DCO) et la turbidité des eaux usées des industries agroalimentaire.

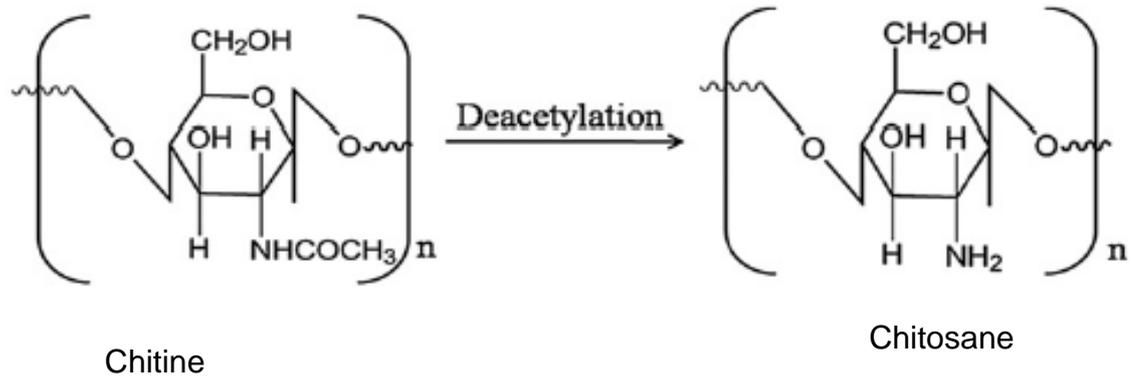


Figure II.2: Formation de la chitosane à partir de la chitine

Le chitosane comporte plus d'un centre réactif, grâce à ses fonctions alcool et amine [44]. En se basant sur la capacité de formation d'interaction électrostatique entre les groupes amine de le chitosane, chargés positivement, et les groupes anioniques des protéines,

Wibowo et al. [45] ont utilisé un complexe d'alginate et de chitosane pour adsorber les protéines des eaux usées de l'industrie agroalimentaire. Les résultats obtenus ont donné un abattement de la turbidité de 97 % et une élimination de 83% des protéines. Renault et al. [46] ont utilisé le chitosane pour réduire la demande chimique en oxygène (DCO) des eaux rejetées d'une papeterie et ont étudié l'influence de la température sur son efficacité. Elle a donné des résultats meilleurs que le chlorure de polyaluminium (PAC) utilisé dans cette étude aussi. A l'inverse du sel minéral, la température de l'eau n'a aucune incidence sur l'efficacité du chitosane, le taux d'abattement de la DCO a atteint les 80% et celui de la turbidité les 85% contre 45 et 60% pour le chlorure de polyaluminium.

Le chitosane a aussi donné de bons résultats pour l'élimination des colorants dans les eaux usées de l'industrie du textile et de la papeterie. L'étude menée par Szygula et al. [47] a montré que pour un dosage de 100 ml/l à un pH de 9, l'élimination du colorant acide Bleu 92, des eaux usées, pouvait atteindre 99 %, par la suite Mahmoodi et al. [48] l'ont testé pour éliminer les colorants synthétiques, Vert 25 et Rouge 23, l'élimination de ces deux colorants est respectivement 75 et 95 % à un pH =2.

Le deuxième coagulant d'origine animale et plus précisément micro-organisme est la gomme xanthane. C'est un polysaccharide, produit par la bactérie *Xanthomonas campestris*, composé en majorité de glucose, mannose, acide glucuronique et acide pyruvique. Cette gomme est souvent utilisée comme additif alimentaire depuis les années 80 pour ses propriétés épaississantes et gélifiantes afin de modifier la consistance des aliments. La bactérie provoque la fermentation du glucose puis le polysaccharide formé est récupéré par précipitation à l'aide de solvant organique puis séché et réduit en poudre. Jusqu'à présent, la gomme de xanthane n'a pas été utilisée comme floculant dans le traitement des eaux ou des boues, sans doute en raison de la complexité de sa structure et son poids moléculaire élevé (250 000- 750 000 Da). Mais elle est considérée comme un floculant ou aide-floculant naturel des plus promettant [33]. Elle a donné de bons résultats comme adsorbant pour l'élimination des polluants. Mittal et al. [49] ont utilisé la gomme de xanthane (Gx) et un mélange d'acide acrylique (AA) et acide acrylamide (AAm) pour encapsuler des nanoparticules magnétiques de Fe_3O_4 qui ont pour but d'augmenter la surface d'adsorption et d'améliorer les propriétés mécaniques et thermiques du biopolymère en plus d'être facilement séparable de la solution à traiter en appliquant un champ magnétique externe.

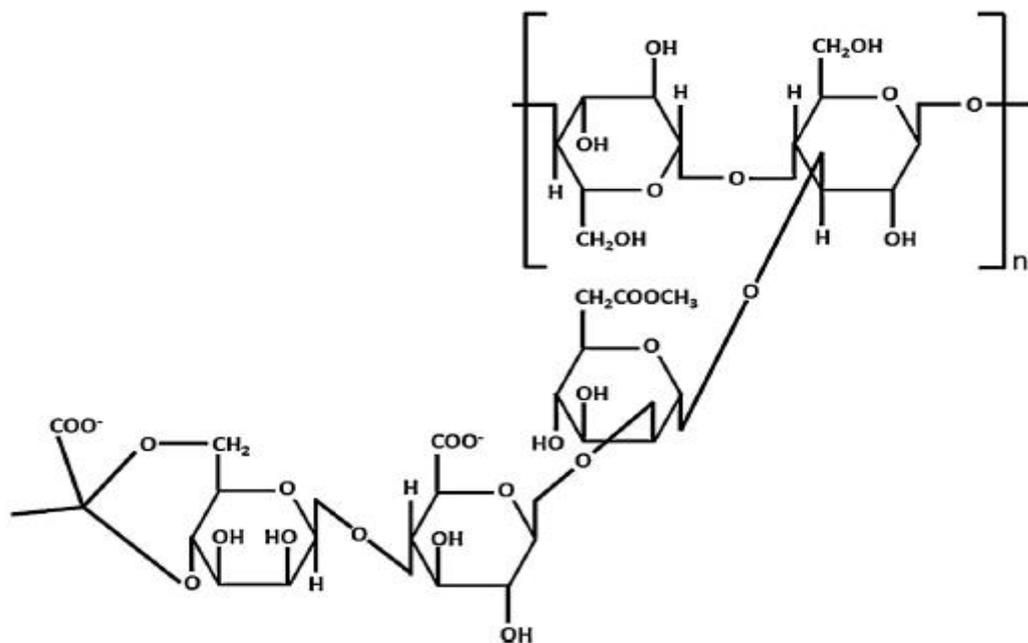


Figure II.3: Structure de la gomme de xanthane

Le nanocomposite hydrogel Gx-cl-P(AA-co-AAm)/Fe₃O₄ formé a été utilisé pour adsorber le vert de malachite. Les résultats obtenus indiquent que l'élimination du vert de malachite a atteint la valeur maximale de 97 % à un pH neutre. Xiaoli Peng et al. [50] ont aussi encapsulé des nanoparticules de Fe₃O₄ dans une matrice de gomme de xanthane et de silicate et ont utilisé le composite pour adsorber le Pb²⁺ et ont étudié l'effet de facteurs susceptible d'influencer l'adsorption des ions de plomb à savoir la température, le temps de contact, le pH et le dosage en l'adsorbant. Le meilleur résultat en terme d'élimination du Pb²⁺ a été obtenu pour une dose de 21.32 mg/ g en composite à une température de 20 °C et un pH = 6.

Contrairement aux flocculants d'origine animale, les flocculants d'origine végétale sont plus accessibles et sont souvent des matériaux locaux et disponibles dans leurs régions d'origine. Parmi ces flocculants naturels, la *Moringa Oleifera*, est sans doute la plus étudiée par la communauté scientifique depuis que ces propriétés coagulantes ont été reconnues [51]

Ndabigengesere et al. [52] ont pu établir un mécanisme de coagulation de cette plante en l'utilisant pour traiter la turbidité de l'eau et l'ont comparé aux résultats obtenues avec le sulfate d'alun. L'efficacité de la *Moringa oleifera* dans l'abattement de la turbidité est attribuée aux protéines cationiques dimériques et le mécanisme utilisé est l'adsorption et neutralisation des charges des particules colloïdales.

Par contre Okuda et al. [53] stipulent que le mécanisme réactionnel de la *Moringa Oleifera* ne peut être l'adsorption et neutralisation des charges mais une floculation par précipitation (sweep flocculation) grâce à une structure 3D formée par l'agent coagulant et les cations bivalents.

Le deuxième biomatériau végétal intéressant est le cactus *Opuntia ficus indica*. Il est originaire de l'Amérique du sud, mais on le retrouve aussi dans les zones sèches et semi arides en Afrique et Australie ainsi qu'au sud de l'Europe. La famille des cactacées est connue pour sa production du mucilage, en plus des fibres diététiques et d'autres éléments minéraux tels que le Ca²⁺ et K⁺ dont la présence est nécessaire pour les propriétés gélatineuses du mucilage.

L'extraction du mucilage des cactus se fait par mélange d'eau et différents solvants organiques tel que l'éthanol, acétone, méthanol.

Depuis 1999, les différentes espèces d'*Opuntia*, réservées d'habitude à l'alimentation humaine, le fourrage, la médecine et le cosmétique [54] suscitent l'intérêt des chercheurs dans le domaine du traitement des eaux pour leur capacité adsorbante et leur propriété coagulante/floculante [55].

Une grande quantité de biosolides a été testée pour l'élimination des polluants dans les eaux usées par biosorption, parmi ces biosolides figure la poudre de cactus *Opuntia ficus indica*. Cette poudre est produite par différentes méthodes de séchage, à l'air libre, au soleil ou bien dans un four à haute température et à partir des différentes parties de la raquette de l'arbre ou du fruit.

Plusieurs chercheurs rapportent l'efficacité de l'élimination des colorants, des pesticides, la turbidité, la demande chimique d'oxygène (DCO) et des espèces métalliques par la poudre de l'*Opuntia ficus indica* Tichaona Nharingo [56]

La poudre de raquettes du cactus *Opuntia ficus indica*, sans prétraitement, a été utilisée par Barka et al. [57] un adsorbant à faible coût pour éliminer le bleu de Méthylène Bleu, le Noir d'ériochrome T et l'alizarine des solutions aqueuses. L'augmentation de la dose de biosorbant et la diminution la taille des particules ont augmenté le taux d'élimination des colorants anioniques, le noir d'ériochrome T et l'alizarine, dans un milieu acide, tandis qu'un milieu basique était idéal pour éliminer le bleu de méthylène (colorant cationique).

Kumar et barka [58] ont utilisé une poudre, produite à partir de la peau de la figue de barbarie, oxydée pour éliminer un brillant vert d'une solution aqueuse. L'oxydation de la poudre a pour but de convertir les fonctions alcool et aldéhydes de la cellulose, la hémicellulose, le mucilage, les protéines, la chlorophylle et les pectines en acides carboxyliques qui par la suite seront impliqués dans l'élimination du brillant en établissant des liaisons électrostatiques avec les molécules du colorant.

Geberkidan et al. [59] ont testé le cactus *Opuntia ficus indica* sous forme séchée et fraîche pour éliminer les pesticides (aldrine, dieldrine et dichloro diphenyl

trichloroethane, DDT), des eaux de surfaces, par adsorption sur colonne, ils ont observé que le taux d'élimination des pesticides par le cactus est plus élevé quand ce dernier est utilisé frais sans aucun traitement. Il atteint 94 % pour l'aldrine-dieldrine et 88% pour le DDT. Le pH et la température n'ont aucune influence sur le taux d'élimination des pesticides et des colorants.

La poudre de cactus modifiée a montré de bonne aptitude à adsorber les espèces métalliques dans les solutions aqueuses, ainsi son utilisation a permis de réduire considérablement la concentration du Plomb, du cadmium [60], du manganèse [61] du fer, du chrome, des sulfates des chlorures, des nitrates, de la turbidité, de la DBO₅ et la DCO des eaux de tanneries Swathi et al. [62], Hadjittofi et al. [63,64] ont utilisé une poudre de raquette de cactus activée à 600°C et oxydée avec du HNO₃ pour adsorber le cuivre et l'uranium dans des solutions aqueuses. Le pH des solutions et la température se sont avérés être des paramètres qui régissent l'efficacité du bioadsorbant. L'élimination du cuivre et l'uranium est au maximale à un pH de 6.5 et 7 et elle diminue en fonction de l'augmentation de la température. Le pH, la température et l'isotherme d'adsorption changent en fonction des modifications apportées à la poudre de cactus *Opuntia ficus indica* de la partie du cactus utilisée pour sa préparation (raquettes, peau du fruit, ectoderme...etc) et de l'adsorbat.

Les résultats des différentes études ont montré que des petites doses du cactus *Opuntia ficus indica* sont capables d'éliminer une grande partie des polluants dans les eaux. Son efficacité est comparable aux adsorbants conventionnels utilisés dans le traitement des eaux usées tel que le charbon actif [65], la *Moringa oleifera* [66] les algues [67] et les déchets vert de l'agriculture [68] En plus de son utilisation comme biosorbant, l'*opuntia ficus indica* a été utilisé comme coagulant/floculant de polluants dans les eaux.

Miller et al. [69] ont étudié l'utilisation de Cactus *Opuntia* et la *Moringa oleifera* dans l'élimination de la turbidité dans les solutions d'argile synthétique. L'activité coagulation a été présente pour la plupart des poudres préparées avec toutes les parties du cactus sauf celle produite à partir de la peau des raquettes. La macération et / ou le séchage du cactus à 120 °C a entraîné une perte de l'activité coagulante.

Le coagulant naturel a permis de réduire la turbidité de 92 à 99 % avec une turbidité résiduelle entre 5 et 7 dans un milieu basique (pH de 8 et 10). L'efficacité de *l'Opuntia ficus indica* à abaisser la turbidité dans l'eau usée est attribuée à la présence d'acide galacturonique et d'autres composants supplémentaires présents dans le cactus.

L'élimination de la turbidité dans l'eau potable en utilisant un extrait gélifiant (GE), un extrait non gélifiant (NE) et une combinaison des deux extraits (GE + NE) de OFI en comparaison avec l'alun, $Al_2(SO_4)_3$. Des essais Standards ont été effectués sur des boues de kaolin les résultats ont montré qu'à des doses du floculant de 3 mg/l, GE donnait des floccs remarquables et une vitesse de sédimentation de 2,2 cm/ min par rapport à ceux de l'alun (0,67 cm/ min), NE (0,7 cm/ min) et le (GE + NE) (1,1 cm / min).

L'étude de l'effet du dosage des floculants sur l'abattement de la turbidité indique que le l'alun et le GE donnent des résultats identiques en terme de vitesse de sédimentation aux doses 3 mg/ l et 0,01 mg/ l, ce qui prouve que le GE est un floculant plus efficace que l'alun.

Bouatay et Mhenni [70] ont utilisés le mucilage de *l'Opuntia ficus-indica* comme floculant écologique dans traitement des eaux usées d'une industrie du textile tunisienne. L'effet du pH, du dosage de l'OFI, la vitesse de mélange et le temps de contact du floculant sur le taux d'élimination de la DCO et l'abattement de la turbidité ont été étudié. Les conditions optimales pour une élimination maximales du polluant de 99.84% sont un pH d'environ 7, une dose de 40 mg/l en OFI, une vitesse de mélange allant jusqu'à 50 tr/min et un temps de mélange de 10 min. Mounir et al. [71] ont extrait le mucilage et la pectine de raquettes fraîches de l'OFI et les ont utilisé pour traiter la turbidité d'une eau synthétique. Le pH, le temps et la concentration de bio-floculant ont été optimisés pour une élimination maximale de la turbidité. L'effet de l'âge de la raquette sur le caractère floculant des extraits a également été étudié. Le pH optimal pour le mucilage et la pectine est de 3 et les doses optimales sont respectivement de 8 ml /l et de 6 ml /l pour le mucilage et la pectine, et le moment de floculation d'environ 50 min. l'âge des raquettes s'est avéré n'avoir aucun effet sur l'efficacité du mucilage et la pectine. Sous ces

conditions optimales, le taux d'abattement de la turbidité a atteint la valeur maximale de 98% pour les deux extraits de l'OFI.

Le mucilage extrait par différentes méthodes a été testé dans différentes études pour le traitement de la DCO et la turbidité de l'eau synthétique et usées, et a été comparé aux flocculants minéraux (FeCl_3 et $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$). Dans tous les cas l'OFI s'est avéré aussi efficace que les polymères synthétiques et les sels minéraux ce qui indique que ce biomatériau peut aisément les remplacer dans le traitement des eaux [72,73].

Miller et al. [70] ont étudié le mécanisme prédominant dans la coagulation d'eau turbide en utilisant *Opuntia spp.* Ils ont conclu que le mécanisme est l'adsorption et le pontage des particules. Des résultats Similaires ont été obtenus par Fedala et al. [74] au cours du traitement de l'eau de surface brute du barrage de Taksebt en Algérie en utilisant une biomasse de l'*Opuntia ficus-indica*.

L'élimination du Pb^{2+} des eaux usées par l'*Opuntia ficus-indica* a lieu par adsorption-neutralisation des charges et d'adsorption-pontage en raison de la nature anionique de la macromolécule de l'acide polygalacturonique déprotonné du coagulant selon Nharingo et al. [75].

La figure (II.4) est représentation du mécanisme d'action de l'acide polygalacturonique sur les matières polluantes en solutions aqueuses.

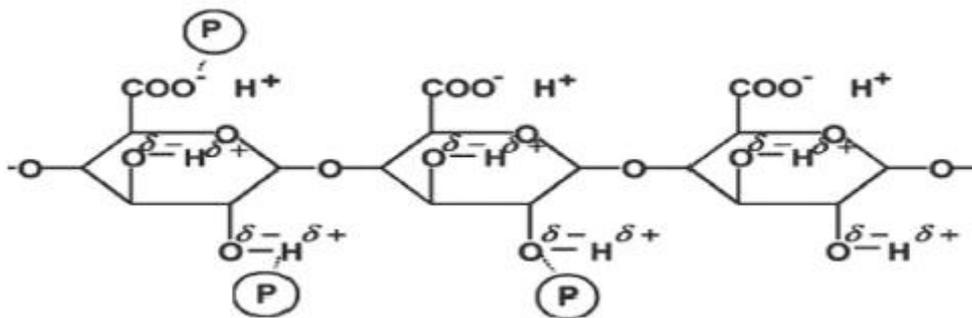


Figure II.4: Adsorption et pontage des particules de polluants (P) par l'acide galacturonique dans le cas où P est cationique et anionique

Jadhav et Mahajan [76] ainsi que Vishali et Karthikeyan [77] ont utilisé le Cactus *Opuntia* dans le traitement de l'eau turbide et l'effluent de peinture, respectivement. Ils ont proposé l'adsorption et pontage et l'adsorption ou la neutralisation des charges comme mécanismes de coagulation floculation responsable de l'élimination de la turbidité et de la DCO d'une suspension d'argile naturelle et de l'effluent de peinture, respectivement. Le mécanisme du pontage a été également rapporté par plusieurs auteurs au cours de l'interaction de l'As (V), avec des particules d'argile et du chrome avec un mucilage de cactus.

II. Devenir des boues

II.1. La valorisation agricole des boues

La pratique de l'épandage des boues est aujourd'hui la voie de valorisation la plus répandue. Elle existe depuis plus de 30 ans [78]. De par leur apport agronomique, les boues peuvent être utilisées comme substituts d'engrais en agriculture. L'épandage des boues permet de prévenir la dégradation des sols [79] en améliorant certaines de leurs propriétés physico-chimiques. Leur forte teneur en matière organique permet de stabiliser le pH, d'augmenter la capacité de rétention d'eau, de diminuer les écoulements de surface et l'érosion du sol, d'améliorer la capacité d'échange ionique et d'augmenter la disponibilité des nutriments [80]. Les études de Varanka et al. [81], Halderson et Zenz [82], Fresquez et Lindemann [83], Seaker et Sopper [84, 85], Visser [86], Willet et al. [87], Joshua et al. [88] et Rate [89], confirment ces observations.

Elle apporte aussi des éléments fertilisants qui permettent de couvrir, en partie ou totalement en fonction des doses d'apport les besoins des cultures en N et P et éventuellement en Mg, Ca et S, ou bien de corriger rapidement des carences. Le rapport C/N définit le potentiel de minéralisation. Plus celui-ci est faible, plus la minéralisation est rapide. La disponibilité du phosphore, de l'azote, et du taux de matière organique des boues est conditionnée par le procédé de traitement utilisé dans la station [90].

La principale limitation de l'épandage des boues tient en leur concentration en éléments traces (métaux lourds) et en micropolluants organiques toxique, cause

essentielle d'une pollution des sols. Outre que les métaux lourds figurent parmi les principaux contaminants des boues résiduaire des HAP, des PCB et des micro-organismes pathogènes [91].

Les éléments traces métalliques et plus particulièrement les métaux lourds (Cd, Hg, Pb) sont connus pour leurs hautes toxicités. Certains de ces métaux se classent dans la catégorie des oligo-éléments (Fe, Zn, Cu) et sont utiles à la croissance végétale. Cependant, en teneurs trop élevées, ils deviennent toxiques. La concentration des éléments traces métalliques dans les boues dépend de plusieurs facteurs comme l'origine des boues et les procédés de traitement [92].

Le conseil supérieur d'hygiène publique de France (CSHPPF, 1998) a fixé les teneurs limites des ETM dans les boues destinées à l'épandage et les sols susceptibles des les accueillir en se basant sur la norme AFNOR de juillet 1985

En ce qui concerne les boues, les teneurs de référence et limites en mg/kg de matière sèche sont reportées sur le tableau (II.1) suivant :

Tableau II.1 : Valeurs limites de concentration des ETM dans les boues (mg/ kg MS) autorisées pour leur valorisation en agriculture selon la norme AFNOR U 44-041

Espèces chimiques	Valeurs limites fixées par la norme AFNOR U 44-041 (mg/ kg de MS)
Cadmium	20
Chrome	1000
Cuivre	1000
Mercure	10
Nickel	200
Plomb	800
Zinc	3000
Cr+Cu+Ni+Zn	4000

En cas de dépassement de la teneur limite en un ou plusieurs éléments cités dans le tableau 2, les boues doivent obtenir une autorisation provisoire de vente précisant les conditions de leur utilisation afin de pouvoir être épandues [93].

La quantité de boues maximale à apporter est calculée de la façon suivante : On calcule pour chaque élément trace du tableau ci-dessus et pour la somme des éléments (Cr+Cu+Ni+Zn), le rapport valeur de référence divisée par la teneur déclarée. Soit k la valeur du plus petit rapport obtenu.

Si k est inférieur à 0,5, on est « hors normes ». Dans ce cas la boue peut faire l'objet d'une homologation, valable 10 ans, ou d'une autorisation provisoire de vente valable 4 ans, délivrée au cas par cas par le ministère de l'agriculture. Si k est supérieur ou égale à 0.5, la quantité en tonnes de matières sèches que l'on peut épandre à l'hectare sur une période de 10 ans est de 30 fois k [94].

En ce qui concerne les sols, les teneurs limites à respecter dans les sols sont les présentée dans le tableau (II.2) (en mg/kg de matières sèches).

Tableau II.2: Teneurs limites des ETM à respecter dans le sol selon la norme AFNOR U 44-041.

Métal	Norme AFNOR U 44-041 (mg/ kg MS)
Cadmium	2
Chrome	150
Cuivre	100
Mercure	1
Nickel	50
Plomb	100
Zinc	300

On effectue une analyse de la teneur en éléments traces avant le premier épandage, puis tous les 10 ans. Les boues ne doivent pas être épandues sur les sols dont les teneurs en un ou plusieurs éléments trace excèdent celles présentées ci-dessus [95].

De plus le pH du sol après épandage doit impérativement être maintenu supérieur ou égale à 6. En effet, la capacité des sols à retenir les éléments traces croît avec le pH avec un maximum sous conditions neutres ou alcalines, à l'exception notable du sélénium [96,97].

Les composés traces organiques (CTO) sont des produits chimiques (hydrocarbures, détergents, restes de peinture et de solvant, produits de nettoyage ou de désinfection...) qui sont plus ou moins dégradés par l'activité microbologique du sol. Cependant, au même titre que les ETM, les CTO peuvent devenir toxiques pour les micro-organismes des sols à haute dose, or ces derniers sont indispensables à la fertilité des sols en faibles quantités.

Le Conseil Supérieur d'Hygiène Publique de France (CSHPF) fixe les teneurs limites et des flux limites pour les principaux micropolluants organiques les plus persistants dans l'environnement : HAP et PCB dans la directive 86/278 relative à la protection de l'environnement, et notamment des sols, lors de l'utilisation des boues d'épuration en agriculture [98]. Ces prescriptions vont au-delà des exigences de la directive européenne relatives à la valorisation des boues issues du traitement des eaux usées.

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) forment un important groupe de micropolluants organiques, de par leur distribution dans l'environnement (atmosphère, eau et sédiments marins) [99-102].

Les HAP sont largement répandus dans l'environnement et leur formation peut être de sources naturelles (ex. pérylène) et anthropiques (ex. phénanthrène). Les sources naturelles incluent les feux de forêts, d'herbage et l'activité volcanique [103]. Il existe cependant d'autres sources de production des HAP qui sont plus localisées et provenant de l'activité anthropique. Citons les effluents industriels et urbains, les déchets d'incinération, les accidents pétroliers (le pétrole brut contient

de 0,2 à 7 % de HAP) [104], la combustion incomplète de matières fossiles (chauffage des résidences, transports), l'incinération des ordures, la production d'asphalte, la fusion réductrice de l'alumine pour la production d'aluminium, le craquage catalytique du pétrole brut ainsi que la liquéfaction et la gazéification du charbon. Les HAP peuvent aussi être formés à travers des millénaires par dégradation de produits naturels dans les dérivés du charbon et du pétrole. Ils sont connus par leurs caractères cancérogènes et/ou mutagènes [105, 106]

Le terme "PCB" désigne les polychlorobiphényles qui sont des composés chimiques synthétiques et n'existent pas à l'état naturel. Ils ont été fabriqués par l'Homme pour la première fois en 1929. Ils ont été largement utilisés pendant des décennies pour leurs qualités d'isolation électrique, de lubrification et d'inflammabilité. On les retrouvait comme isolants dans les transformateurs électriques et les condensateurs, comme lubrifiants dans les turbines et les pompes ou comme composants d'huiles, de soudures, d'adhésifs, de peintures et de papiers autocopiants. Leur présence dans l'environnement est principalement due à des contaminations «accidentelles» (déversements de quantités importantes par suite de fuites, d'explosions, d'incendies ou de rejets fortuits) et à des procédures inadéquates d'élimination qui ont eu cours dans le passé (décharges non contrôlées ou inappropriées, épandage des boues d'épuration).

La production et la commercialisation des PCB sont interdites en France depuis 1987.

Environ 10% des PCB produits depuis 1929 sont toujours présents dans l'environnement à l'heure actuelle car ils sont extrêmement persistants [107].

Tableau II .3: Limites de qualité et flux limites en composés traces organiques [107]

	Teneur limite réglementaire française (mg/kg de MS)	Flux limite réglementation française (kg/ha/10 ans) arrêté 08/01/98
Total des 7 principaux PCB (28, 52, 101, 118, 138, 153, 180)	0,8	0,012
Fluoranthène	5	0,075
Benzo(b)fluoranthène	2,5	0,004
Benzo(a)pyrène	2	0,003

II.2. Valorisation énergétique

Face à l'inquiétude de la population mondiale et le monde agricole due à la présence de composés métalliques et pathogènes, les lois se sont durcies dans beaucoup de pays pratiquant l'épandage des boues depuis des décennies et se sont tournés vers la valorisation thermique des boues des stations d'épuration des eaux usées. Les traitements thermiques répondent mieux aux critères de réduction du volume des boues et d'hygiénisation. Il existe différentes techniques pour la valorisation thermique des boues.

II.2.1. Incinération

L'incinération est un procédé thermique de destruction de la matière organique contenue dans les boues résiduaire urbaine, par leur combustion en présence d'un excès d'oxygène. L'incinération peut permettre la récupération d'énergie thermique [108].

L'incinération des boues constitue une alternative à leur utilisation en agriculture. Elle peut s'opérer soit conjointement avec l'incinération des ordures ménagères (co-incinération), soit dans des unités d'incinération spécifique implantées sur le site de la station d'épuration. Les résidus issus de cette filière sont les cendres volantes, les mâchefers ou MIOM (mâchefer d'incinération d'ordures ménagères) et les résidus d'épuration de fumées ou REFIOM (résidu de fumée d'incinération d'ordure ménagère) [109]. Il existe plusieurs techniques d'incinération

a) Incinération spécifique

Sur les unités spécifiques adoptées surtout par les grosses collectivités, les boues sont au préalable déshydratées (30 % de siccité) afin de permettre leur auto-combustion. L'incinération spécifique conduit à une production de l'ordre de 330 kg de cendres par tonne de boue incinérée. Les risques sanitaires associés à l'incinération des boues paraissent limités. Les émissions de dioxines et de furanes sont plus faibles que pour l'incinération des déchets ménagers. Les métaux lourds se retrouvent principalement dans les mâchefers.

b) Co-incinération

Les boues sont incinérées en mélange avec les déchets ménagers, quelle que soit leur siccité. Les cendres issues de la combustion des boues se répartissent entre les mâchefers (80-90 %) et les REFIOM (10-20 %). Les mâchefers issus de la co-incinération représentent 250 à 300 kilogrammes par tonne de boue incinérée et les REFIOM représentent environ 50 à 70 kilogrammes par tonne incinérée [110].

c) Oxydation par voie humide

L'oxydation voie humide (OVH) est un procédé intéressant pour le traitement des effluents trop dilués pour être incinérés et trop concentrés pour envisager un traitement biologique. Il s'agit d'oxyder les composés organiques et inorganiques, présents en solution ou en suspension, par l'oxygène ou l'air. La réaction s'effectue à température et pression élevées (170-320 °C, 20-140 bar) [111, 112].

d) Pyrolyse

La thermolyse ou pyrolyse des boues (> 85% MS) est obtenue en l'absence d'air ($O_2 < 2\%$), à moyenne (400-500 °C) ou haute (500-700 °C) température. Cette distillation thermique nécessite un apport externe d'énergie et produit du gaz et du coke. Les gaz de pyrolyse (PCI de 10 à 20 MJ/ Nm³) sont en général brûlés et fournissent une part de l'énergie requise par les processus endothermiques [113]. Quant au coke il peut être utilisé comme combustible secondaire.

II.2.2. Méthanisation des boues

La méthanisation (ou encore appelée digestion anaérobie) est la transformation de la matière organique en biogaz composé principalement de méthane et de gaz carbonique par un consortium microbien fonctionnant en anaérobiose [114].

Le pourcentage de méthane peut varier de 40 à plus de 80%, le reste étant principalement du CO₂ (20 à 60%), de l'H₂S (env. 1%) et de la vapeur d'eau.

Le biogaz produit par les boues est particulièrement riche en méthane et le pourcentage volumique atteint généralement 75 à 80% et le PCI du biogaz est directement proportionnel à la teneur en méthane : 4,5 kWh/m³ pour le biogaz de décharges, 6 kWh/m³ pour le biogaz des déchets bovins, 8 kWh pour le biogaz des boues des stations d'épuration,....

Lorsque les digestats ne présentent pas de risque (présence excessive de métaux lourds, de germes pathogènes,...) ils peuvent être utilement valorisés en agriculture car ils n'ont rien perdu de leur valeur agronomique. Seules les teneurs en carbone et en soufre ont diminué, mais tous les autres éléments sont intégralement conservés dans les boues.

Le biogaz est utilisé en tant que combustible ou carburant, il peut produire de la chaleur ou de l'électricité ou les deux à la fois (co-génération). Il peut aussi être injecté dans les réseaux locaux de gaz [115].

II.3. Mise en décharge

La mise en décharge concerne les boues pâteuses chaulées. Les boues sont déshydratées puis stabilisées à la chaux afin d'obtenir une siccité de 30%. Elles rejoignent ensuite un centre de stockage pour déchets bioactifs. Le biogaz produit est récupéré à 60% puis brûlé en torchère. [2]

CHAPITRE III : RHEOLOGIE, PARTIE THEORIQUE

La rhéologie étudie la déformation des matériaux (cas des solides) ou leur écoulement (cas des liquides) sous l'effet d'une contrainte. La rhéologie a été développée pour décrire les propriétés de matériaux au comportement mal défini et intermédiaire entre celui du solide élastique parfait et celui du fluide newtonien [116].

I. Principe de la rhéologie

Tout solide soumis à une contrainte de cisaillement, τ (Pa), est le siège d'une déformation γ . L'objet de la rhéologie est la détermination expérimentale de la loi de comportement ou équation rhéologique $\gamma = f(\tau)$ qui relie cette déformation de cisaillement et la contrainte qui lui a donné naissance. Cette relation dépend des propriétés et de la nature du matériau.

Pour un solide, il y'aura déformation élastique si le corps revient à son état premier dès qu'on cesse d'appliquer cette force (c'est le cas d'un élastique que l'on étire) ou déformation plastique s'il revient à son état premier sous l'action d'une autre force (c'est le cas de la boule de mastique que l'on déforme). Pour un fluide, l'application d'une contrainte entraîne un écoulement [117].

Pour une certaines distributions des forces de contrainte, un mouvement laminaire de cisaillement est engendré. Au cours d'un tel mouvement, on considère que le matériau présente une structure en lamelles, en couches adjacentes. La déformation du matériau s'effectue par glissement relatif des différentes couches, sans qu'il y ait transfert de matière d'une couche à l'autre. Les mouvements laminaires de cisaillement sont engendrés à l'aide de rhéomètres. C'est à partir de tels mouvements que peuvent être déterminés les paramètres rhéologiques des fluides.

La contrainte de cisaillement (notée τ) est la grandeur dynamique fondamentale en rhéologie. Au cours d'un mouvement laminaire de cisaillement, deux couches successives au contact l'une de l'autre se déplacent relativement l'une par rapport

à l'autre. Il apparaît à l'interface de ces deux couches des forces de frottement qui s'exercent tangentiellement à la surface de la couche, elles sont appelées force de cisaillement (figure III.1).

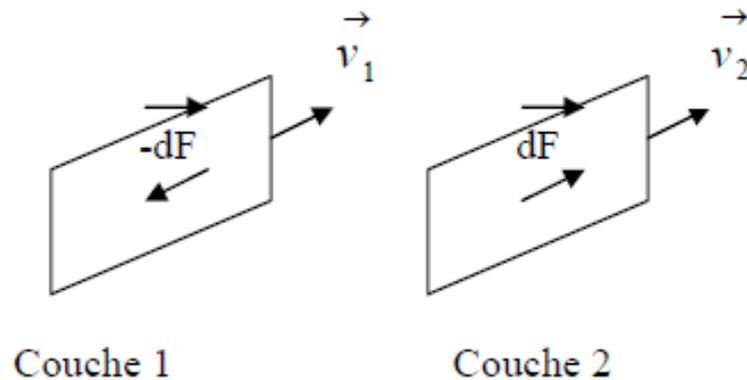


Figure III.1 : Forces agissantes sur deux éléments de couches voisines.

En supposant que la couche (1) est animée d'une vitesse v_1 supérieure à la vitesse v_2 de la couche (2), la couche (1) exerce sur la couche (2) une force de cisaillement dF parallèle au mouvement et tendant à accélérer la couche (2). La couche (2) exerce pour sa part sur la couche (1), une force de cisaillement $-dF$ tendant à la freiner. En rapportant ces forces de cisaillement à l'unité de surface, on définit la contrainte de cisaillement τ (équation (III.1)) :

$$\tau = \frac{dF}{dS} \quad \text{équation (III.1)}$$

τ représente une force par unité de surface, elle s'exprime en newton par m^2 ou bien plus commodément en Pascal (Pa) et dS est la surface élémentaire de l'entité considérée. Il est à noter que dans le calcul de la résultante des forces, les forces de pression s'exerçant perpendiculairement à la surface ne sont pas prises en compte, du fait de leur faible valeur en comparaison des forces de cisaillement.

La définition de la déformation de cisaillement est présentée dans le cas particulier le plus simple d'un mouvement de cisaillement présentant une symétrie plane. Le

matériau est cisailé entre deux plans parallèles, l'un mobile, l'autre immobile (figure III.2).

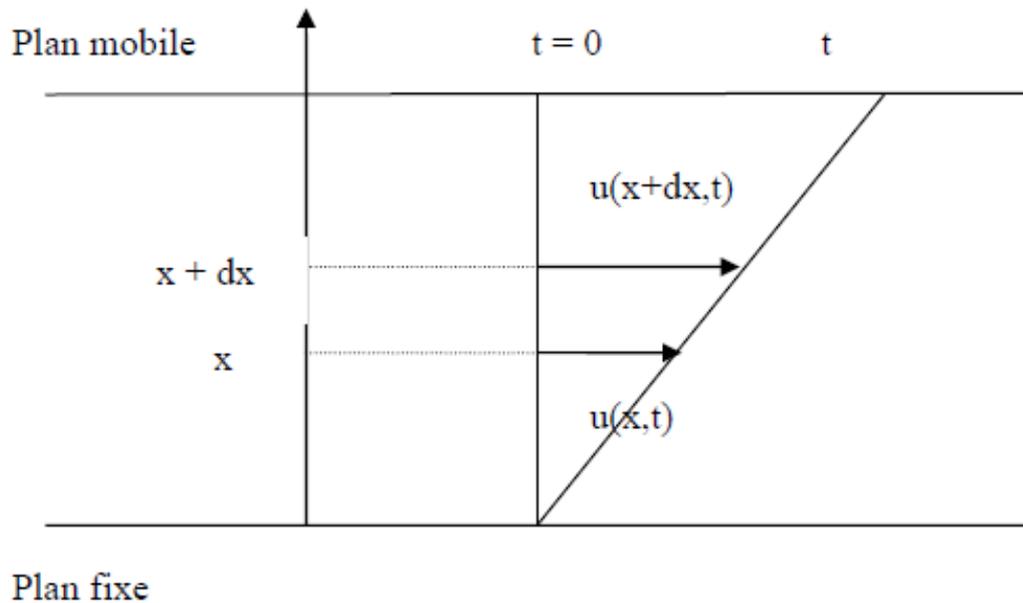


Figure III.2: Mouvement laminaire de cisaillement entre deux plans parallèles

On considère arbitrairement que les particules de matière de deux couches adjacentes se trouvent à l'instant $t = 0$ dans une section droite. A l'instant t postérieur, les particules auront parcouru la distance $u(x,t)$ pour la particule située à l'abscisse x et $u(x+dx,t)$ pour la particule située à l'abscisse $x+dx$.

La déformation de cisaillement est définie par l'équation (III.2) :

$$\gamma = \frac{dx}{du(x,t)} \quad \text{équation (III.2)}$$

Cette grandeur est sans dimension, elle ne dépend pas du déplacement $u(x,t)$ lui-même mais de la variation de ce déplacement lorsqu'on passe d'une couche à une couche infiniment voisine.

L'expression de la vitesse de cisaillement ($\dot{\gamma}$) est donnée par l'équation (III.3), il s'agit de la dérivée par rapport au temps de la déformation de cisaillement :

$$\dot{\gamma} = \frac{d\gamma}{dt} \quad \text{équation (III.3)}$$

$\dot{\gamma}$ a la dimension de l'inverse d'un temps et s'exprime en s^{-1} .

Une fois ces deux grandeurs déterminées, les rhéogrammes peuvent être établis, ces rhéogrammes traduisent graphiquement l'équation rhéologique d'état du matériau. La représentation la plus courante consiste à exprimer la variation de la contrainte de cisaillement avec celle de la vitesse de cisaillement ($\tau = f(\dot{\gamma})$).

La détermination de ces paramètres permet entre autre d'obtenir la viscosité du fluide étudié (dans le cas des fluides newtoniens), grandeur suffisant bien souvent à caractériser de manière précise le comportement rhéologique du matériau étudié. La viscosité s'exprime en Pa.s, elle est notée η .

II. Thixotropie

Lorsque l'on applique un taux de cisaillement constant ou une contrainte constante à un fluide, il peut arriver que sa viscosité ne soit pas constante au cours du temps. Si la viscosité diminue au cours du temps à taux de cisaillement constant, on dit que le fluide est thixotrope si elle augmente, le fluide est anti-thixotrope.

Le terme de thixotropie a été initialement introduit par Schalek et Szegraný en 1923 [118], alors qu'ils observaient des solutions d'oxydes de fer, pour caractériser les transitions solides-liquides induites par le cisaillement. Ce comportement s'explique par la rupture des liaisons entre les amas de particules lorsque les forces hydrodynamiques deviennent supérieures aux forces de cohésion des amas. Ces derniers, une fois rompus, "glissent" les uns contre les autres et induisent une baisse de viscosité.

En général, ce phénomène est mis en évidence par l'apparition d'une boucle d'hystérésis (Ha) lors du tracé de la courbe d'écoulement en charge puis en décharge. On parle de comportement thixotrope lorsque la contrainte en décharge est plus faible que celle en charge pour un même taux de cisaillement. La figure III.3, présente une boucle d'hystérésis typique d'une boue activée.

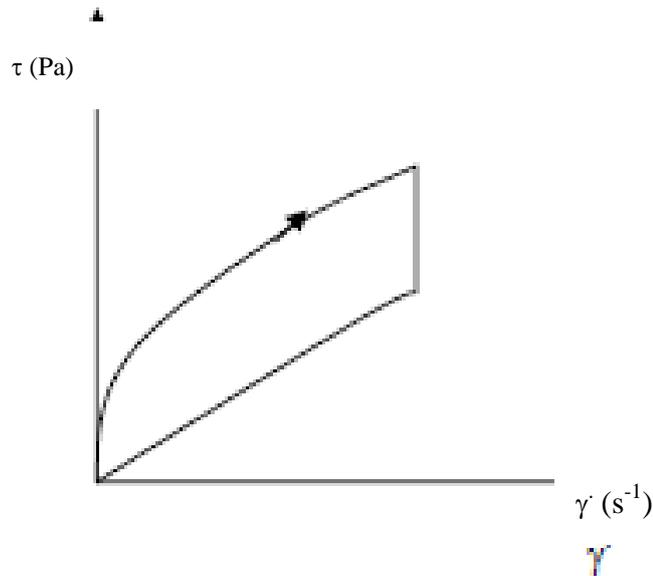


Figure III.3: Rhéogrammes d'une boue activée présentant une surface d'hystérésis

Pour expliquer ce comportement typique dans les suspensions, dans le cas d'une suspension de bentonite, il faut s'intéresser de près à la nature rhéofluidifiante du système. Généralement, ce comportement est attribué à la rupture progressive de la structure établie par les particules de bentonite aux taux de cisaillement croissants. La rupture d'un réseau physique tridimensionnel se fait en entités de plus en plus petites. Cette rupture diminue progressivement la quantité d'eau piégée par le réseau et, par conséquent, la viscosité apparente de la suspension diminue aussi. La reconstruction de ce réseau, c'est à dire le retour des particules à des positions de minimum d'énergie libre, se fait progressivement au cours du temps sous l'action du mouvement brownien. Lors de la décharge progressive, les contraintes mesurées sont plus faibles si les interactions détruites n'ont pas eu le temps de se rétablir.

Pour notre part, nous avons pu vérifier le caractère thixotrope des boues. Cette étude expérimentale sera détaillée dans la partie expérimentale du manuscrit.

IV. Contrainte seuil

Si la suspension colloïdale est concentrée, un réseau d'interaction fort peut alors exister à travers l'ensemble de la suspension et les forces électrostatiques peuvent devenir considérables. Pour provoquer l'écoulement de la suspension, il faut briser ce réseau : il y a existence d'un "seuil d'écoulement". Plusieurs auteurs ont défini la contrainte seuil comme étant la contrainte minimale qu'il faut appliquer pour que la suspension commence à s'écouler d'une manière clairement observée. Dans ce cas, la contrainte seuil est la projection de la courbe d'écoulement sur l'axe des contraintes.

Lorsque la concentration des suspensions est faible, on parle d'un état dispersé. Dans ce cas, la suspension adopte un comportement rhéologique proche du milieu dispersant, c'est-à-dire un comportement de type newtonien. Forster [119] considère que pour des boues activées de MES < 9-11 g/l, la valeur de la contrainte seuil (τ_c) est négligeable.

Si la concentration augmente, on parle de suspensions fortement concentrées. Dans ce cas, la thèse de la structure tridimensionnelle de type gel est la plus probable et la suspension est qualifiée à « seuil ». Ce comportement se manifeste par le fait qu'il faille casser la structure gel avant de passer à l'étape d'écoulement.

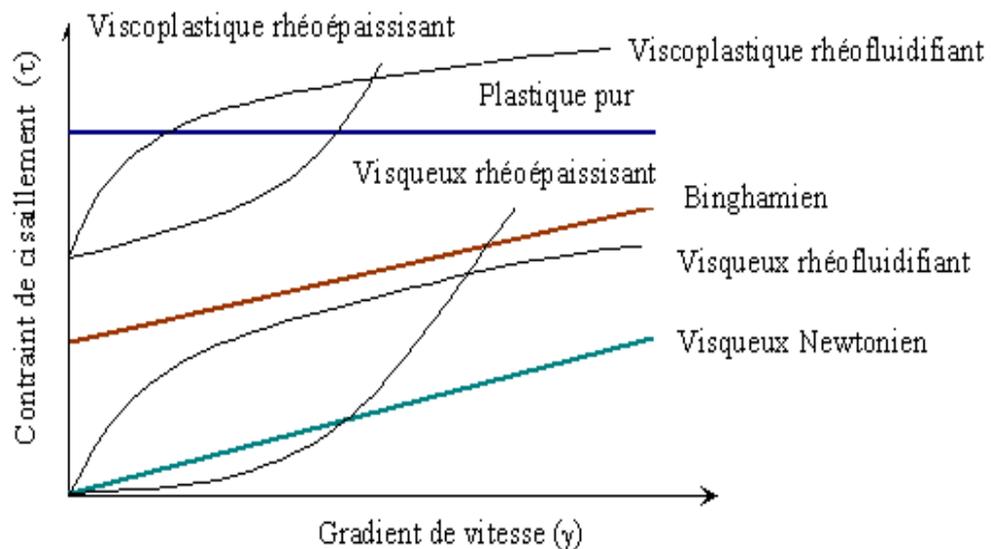
V. Comportement rhéologique

L'écoulement des fluides newtoniens est le cas le plus simple que l'on puisse trouver. La vitesse de cisaillement et la contrainte de cisaillement sont reliées par une loi linéaire, la pente de la droite alors obtenue en traçant le rhéogramme est la viscosité du fluide.

Tous les fluides homogènes pour lesquels la dissipation d'énergie est due aux collisions d'espèces moléculaires relativement petites ont un comportement newtonien (gaz, liquides usuels et solutions de molécules de faible poids moléculaire).

La majorité des fluides présentent toutefois des comportements non newtoniens qui font appel à l'utilisation de modèles rhéologiques plus complexes pour décrire leur comportement en écoulement.

La figure (III.4) donne une vue des courbes d'écoulement qui caractérise les fluides non-newtoniens. Les fluides à contrainte seuil sont communément



désignée par l'appellation « fluide plastique ».

Figure III.4 : Rhéogrammes des types de comportement rhéologique

Il existe plusieurs modèles pour décrire leur comportement, le plus simple est le modèle de Bingham (eq. III.4). Le fluide de Bingham s'écoule lorsqu'un seuil minimal de contrainte τ_B est dépassé. Ce modèle permet de décrire le comportement rhéologique de nombreux matériaux en fonction de la contrainte de Bingham (τ_B) et la viscosité de Bingham (η_B) (boues de forage, peintures à l'huile, certaines graisses...).

$$\tau = \tau_B + \eta_B \gamma \quad \text{équation (III.4)}$$

D'autres modèles ont été considérés pour la description du comportement des suspensions argileuses comme le modèle de Herschel-Bulkley (1926) (éq. III.5). Ce modèle renseigne sur deux paramètres intrinsèques de la boue : la consistance (K) et l'indice d'écoulement (n). Il renseigne également sur la valeur d'un seuil minimum à l'écoulement τ_H .

$$\tau = \tau_H + K. \dot{\gamma}^n \quad \text{équation (III.5)}$$

Ou celui de Casson (1959) (éq. III.6). Il renseigne sur la viscosité à l'infinie η_c et la contrainte seuil τ_c .

$$\tau^{1/2} = \tau_c + (\eta_c \dot{\gamma})^{1/2} \quad \text{équation (III.6)}$$

Les fluides sans contraintes seuil sont connus comme des fluides visqueux. Ils présentent un écoulement permanent sous leur propre poids. Parmi les principales lois rhéologiques décrivant le comportement de tels fluides, la loi d'Ostwald de Waele (éq. III.7) est la plus communément utilisée.

$$\tau = k. \dot{\gamma}^n \quad \text{équation (III.7)}$$

Dans ce modèle, k est appelée la consistance du fluide et l'écart de l'exposant n (ou indice d'écoulement) à l'unité ($0 < n \leq 1$) traduit la non perfection visqueuse du fluide considéré.

Les fluides rhéofluidifiants obéissent également à une loi puissance d'Ostwald mais avec $n > 1$, la viscosité apparente croît avec la vitesse de cisaillement qui augmente.

VI. Viscoélasticité

La frontière entre liquide et solide n'est pas toujours aussi évidente qu'on le croit. Il existe des Substances au comportement intermédiaire entre celui d'un solide élastique parfait et celui d'un liquide visqueux newtonien ; ce sont les corps *viscoélastiques*.

Lorsqu'un matériau est déformé de façon sinusoïdale (éq.III.8), les contraintes mesurées sont également sinusoïdales mais décalées selon un angle de déphasage (éq. III.9). Le niveau de déformation doit être suffisamment faible de façon à se situer dans la zone de viscoélasticité linéaire du matériau. Dans cette zone, le principe de superposition de Boltzmann est respecté : la déformation subie lors de l'application d'une somme de contraintes est égale à la somme des déformations que le matériau subirait pour un solide parfait (déformation en phase avec la contrainte), vaut 90° pour un liquide idéal (contrainte en phase avec la vitesse de

cisaillement) et adopte des valeurs intermédiaires pour un matériau viscoélastique.

$$\gamma(t) = \gamma_0 \cos(\omega t) \quad \text{équation (III.8)}$$

$$\tau(t) = \tau_0 \cos(\omega t + \delta) \quad \text{équation (III.9)}$$

Expérimentalement, on mesure la contrainte en phase avec la déformation ($\tau'(t)$) et la contrainte déphasée de 90° ($\tau''(t)$) (éq. III.10). A partir de cette mesure, on peut obtenir le module élastique (G') et le module visqueux (G'') (éq. III.11). Le premier est nul dans le cas d'un liquide newtonien, le second dans le cas d'un solide parfaitement élastique.

$$\tau(t) = \tau'(t) + \tau''(t) = \tau'_0 \sin(\omega t) + \tau''_0 \cos(\omega t) \quad \text{équation (III.10)}$$

$$\tau = G' \gamma_0 \sin(\omega t) + G'' \gamma_0 \cos(\omega t) \quad \text{équation (III.11)}$$

Pour faciliter les calculs, on emploie le formalisme des nombres complexes.

On fait correspondre aux grandeurs réelles $\tau(t)$ et $\gamma(t)$ les grandeurs complexes $\bar{\tau}$ et $\bar{\gamma}$ définies par les formules suivantes :

$$\bar{\tau} = \tau_0 e^{i(\omega t + \delta)} \quad \text{et} \quad \bar{\gamma} = \gamma_0 e^{i\omega t} \quad \text{(III.12a) et (III.12b)}$$

On introduit un module complexe \bar{G} tel que $\bar{\tau} = \bar{G}(\omega) \cdot \bar{\gamma}(t)$. Comme toute grandeur complexe, \bar{G} peut être décomposé en une partie réelle et imaginaire (éq. II.13). Les parties réelle et imaginaire correspondent respectivement aux modules élastiques et visqueux définis par l'équation (III.13). On peut montrer que la tangente de l'angle de déphasage (ou tangente de perte) vaut le rapport des modules visqueux et élastique (éq. III.14). La détermination de \bar{G} suffit à caractériser complètement le matériau.

$$\bar{G} = G'(\omega) + iG''(\omega) \quad \text{équation (III.13)}$$

$$\tan \delta = \frac{\tau''_0}{\tau'_0} = \frac{G''(\omega)}{G'(\omega)} \quad \text{équation (III.14)}$$

On définit également une viscosité complexe (éq. III.15).

$$\bar{\eta}(\omega) = \frac{\bar{\tau}}{\bar{\dot{\gamma}}} = -i \frac{\bar{G}(\omega)}{\omega} \quad \text{équation (III.15)}$$

Différentes cellules possédant une partie fixe et une partie en rotation peuvent être utilisées pour la mesure : géométrie de Couette (cylindres coaxiaux), géométrie plan-plan (disques parallèles) et géométrie plan-cône. Les cylindres coaxiaux sont mal adaptés à l'étude des matériaux pâteux, c'est pourquoi la géométrie plan-plan qui permet le placement facile d'un échantillon a été retenue.

Une analyse rhéologique peut consister en l'étude de l'influence de l'amplitude de la déformation (ou de la contrainte), de la fréquence de déformation ou de la température sur les propriétés viscoélastiques.

VII. Utilisation pratique de la rhéologie des boues

La détermination des lois de comportement rhéologique des boues doit mener à une meilleure compréhension de leurs propriétés physiques. L'utilisation des paramètres qui en découle peut se révéler pertinente dans plusieurs domaines distincts, notamment pour une définition optimale de la consistance de la boue en post-traitement, pour l'optimisation de certains procédés de traitement ou bien lors de la définition de schémas de pompage.

VII.1 Détermination de schémas de pompage, dimensionnement

La détermination du schéma de pompage pour le transport des eaux usées dans les unités de traitement revêt une grande importance. Un des facteurs à prendre en considération lors des calculs de dimensionnement des pompes chargées d'acheminer les boues est le phénomène de pertes de charge dans les canalisations. Proff et Lohmann [120] ont développé une méthode de calcul de perte de charge liée aux frottements visqueux dans les canalisations, celle-ci prend en compte le caractère non-newtonien des boues et nécessite la détermination de paramètres rhéologiques telle la viscosité. Depuis des nombreuses études ont été réalisées dans ce domaine, elles prennent en considération des paramètres rhéologiques tels que le seuil d'écoulement et l'énergie de cohésion de la suspension lors de l'étude de l'influence de la

concentration en biomasse dans le bassin d'aération sur les valeurs minimales de vitesse et de puissance de turbines nécessaires à la remise en suspension des floccs de boues.

VII.2 Stockage, épandage, transport

Le stockage ainsi que les conditions de reprise des boues peuvent nécessiter l'emploi de techniques rhéologiques permettant la caractérisation de leur état physique qui conditionnera le choix de matériel adapté à la consistance déterminée. Ainsi, la distinction entre l'état plastique et l'état solide est primordiale en vue de la détermination du matériel d'épandage ou de pompage utilisé. La reprise et l'épandage des boues nécessitent une bonne connaissance ainsi qu'une bonne maîtrise de leur consistance, notamment pour la réalisation d'un épandage homogène garant d'un apport en intrants organiques régulier sur les parcelles. La rhéologie fournit un outil appréciable pour la gestion des boues de post-filière de traitement. Les indications quant à la qualité des boues fournies par de telles mesures doivent permettre, outre une optimisation des processus de stockage, épandage et transport des boues, une réduction des volumes de boues produits et transportés par une bonne adéquation entre le matériel choisi et le produit à traiter.

VII.3 Optimisation de procédés de traitement

En plus de l'utilisation de mesures rhéologiques pour la caractérisation de boues sorties de la filière de traitement elle peut aussi être utile pour la détermination d'indicateurs de qualité des boues à diverses étapes des procédés de traitement.

VII.3.1. Utilisation d'indicateurs de qualité en boues activées

Quelques travaux ont été réalisés sur la caractérisation rhéologique des boues activées et sur la comparaison des paramètres rhéologiques obtenus avec des paramètres physicochimiques autres les caractérisant. On trouve dans la littérature, en particulier des travaux fournissant des indicateurs qui permettent le suivie de la qualité de la boue ou l'optimisation de procédés de traitement. Dick et Ewing (1967) suggèrent l'utilisation de la viscosité apparente de la boue comme outil pour le suivi et le contrôle de la charge organique en boues activées. Kawase

et Moo-Young montrent que le coefficient global de transfert de masse d'oxygène décroît de façon proportionnelle à la viscosité apparente de la boue [121].

Des mesures rhéologiques peuvent également fournir de informations concernant l'évolution de la qualité de la boue ainsi que des processus de défloculation ou de transferts de matières lors de suivi de l'évolution de la qualité des boues au cours de divers processus de traitement . Dollet [122] et Dagot et al. [123] ont utilisé le paramètre rhéologique "surface d'hystérèse" comme outil de détection de la croissance filamenteuse au sein de la biocénose de boues activées. Yen et al. [124] propose l'utilisation de la surface d'hystérèse développée par les rhéogrammes pour décrire la solidité des structures formée par des boues floculées.

Certaines études ont mis en évidence la relation entre le comportement rhéologique des boues et leurs propriétés physico-chimiques. Ainsi Foster et al [125] montrent que les caractéristiques rhéologiques des boues sont dépendantes de la charge de surface portée par les particules constitutives de ces boues et que leur comportement non-Newtonien de telles suspensions est probablement lié aux charges de surfaces des particules. Les travaux Dong et al. [126], Ting Li, [127] conclurent que la teneur en MES a une influence sur la contrainte seuil à l'écoulement (τ_0), l'énergie de cohésion (E_c) des particules et le module élastique (G') des boues. Il ressort de ces études que deux relations principales relient l'évolution des paramètres rhéologiques avec la teneur en matière solide : une loi de type exponentielle ou bien une loi de type puissance.

La température aussi s'est avéré avoir un impact sur le comportement rhéologique des boues. Baudez et al. [128] et Saeid Baroutian [129] ont étudié l'impact de la température sur l'écoulement des boues digérées et mixte, dans une étude suivante résultats indiquent que les caractéristiques rhéologiques de la boue diminuent en fonction de la température et dans une étude suivante de Baudez et al. [130] ils conclurent que la diminution des propriétés viscoélastiques de la boue est proportionnelle à la diminution de la viscosité de l'eau avec l'augmentation de la température.

VII.3.2. Conditionnement des boues

L'utilisation de paramètres rhéologiques pour optimiser la phase de conditionnement des boues fait l'objet de l'application la plus fréquente d'index rhéologiques à l'échelle de l'exploitation d'unités de traitement des boues. Déjà en 1989, Campbell et al. [131] ont observé que la contrainte critique de cisaillement des boues conditionnées augmentait suite à l'addition de polymères jusqu'à l'emploi de la dose optimale. Ils proposent donc d'utiliser ce type de paramètre comme outil d'optimisation de dosage des polymères ajoutés à la boue. Les phénomènes de pontage entre floccs initiés par les polymères étant identifiés comme responsables de l'augmentation de la contrainte critique de cisaillement, le pic alors obtenu indiquant le point de rupture de la structure résistante créée par l'adjonction de polymères. Hui Jin et al. [132] confirment que le conditionnement de la boue activée à la dose optimale augmente ses paramètres rhéologiques.

CHAPITRE IV : MATERIELS ET METHODES

La première partie de ce chapitre est consacrée à la description des différentes méthodes utilisées pour caractériser les boues, soit liquides, pâteuses (après déshydratation) ou sèches des stations d'épuration des eaux usées de Béni-Messous et Reghaia de la région d'Alger. La seconde partie décrit la stratégie de conditionnement et de déshydratation de la boue de Béni-Messous et l'utilisation du jus de cactus *Opuntia ficus indica*, communément appelé figue de barbarie, dans le conditionnement ainsi que sa caractérisation physico-chimique. La dernière partie est consacrée à la description des différentes méthodes de caractérisation rhéologique de deux boues.

I. Caractérisation physico-chimique de la boue

I.1. Mesure du pH et de la conductivité

Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre CRISON (micro pH 2000) et la conductivité est mesurée à l'aide d'un conductimètre LF538 WTW.

I.2. Teneur en matière sèche [133]

Le teneur en matière sèche (MS) est déterminée par séchage de la boue dans une étuve à 105°C jusqu'à masse constante. Elle est calculée avec la formule suivante :

$$MS = \frac{M_f}{V} \cdot 1000 \text{ (g/l)} \quad (\text{éq. IV.1})$$

M_f : masse finale (g)

V: volume de l'échantillon de boue séché (l)

I.3. Teneur en matière volatile

Le résidu sec obtenu lors de la mesure de la matière sèche est broyé et placé dans un four à moufle à 550°C préalablement chauffé et thermostaté jusqu'à

obtention d'une masse constante. La teneur en matières volatiles est obtenue par la formule suivante :

$$\text{MVS (\%)} = \frac{M_i - M_f}{M_i} \cdot 100 \quad (\text{éq. IV.2})$$

M_i : masse avant passage au four (g)

M_f : masse après passage au four (g)

La différence entre la masse initiale et la masse finale. Pour les boues, la détermination des matières volatiles est une évaluation approchée de la matière organique [134]

I.4. Teneur en phosphore minéral et organique

I.4.1. Phosphore extractible à l'eau

Le phosphore est extrait à l'eau distillée selon la méthode de Zhou et al. [135]. Un échantillon de la boue de 0,5 g est agité pendant 1 heure à 30°C dans 25 ml d'eau distillée. L'homogénat est centrifugé 5 min à 6000 tr/min, puis filtré sur Whatman GF-C en fibre de verre. Le phosphate inorganique PO_4^{3-} extractible à l'eau est alors dosé par UV-Visible Shimadzu à 880 nm.

I.4.2. Phosphore organique

Le phosphore organique est minéralisé, par acidification, en phosphore inorganique PO_4^{3-} , puis dosé par la méthode décrite par Murphy & Riley [136]. La minéralisation consiste en l'ajout de 3 ml d'acide sulfurique concentré H_2SO_4 et de 4 ml d'eau distillée à 1 g de la boue. Après refroidissement, 40 ml d'eau distillée sont ajoutés. Le mélange est agité 2 heures à 150 oscillations/ min, puis additionné de 50 ml de soude 1 M. Une centrifugation (5 min à 6000 rpm) suivie d'une filtration (Whatman GF-C en fibre de verre) permet de récupérer une solution contenant les ions PO_4^{3-} dosés à 880 nm. La méthode de dosage des PO_4^{3-} de Murphy & Riley consiste en l'utilisation de 0,25 ml de filtrat pour la fraction extractible à l'eau et 0,025 ml pour les échantillons minéralisés auxquels sont ajoutés 4,75 ml d'eau distillée et 0,5 ml de réactif colorant. La solution stock

de colorant comprend 10,62 g de molybdate d'ammonium tétrahydrate, 0,25 g de tartrate d'antimoine et de potassium, 125 ml d'acide sulfurique concentré, le mélange est ajusté à 500 ml avec de l'eau distillée. Les échantillons sont incubés à l'obscurité pendant 30 min à température ambiante. Une lecture à 880 nm et une courbe d'étalonnage permet de déterminer la quantité d'ions PO_4^{3-} présente [137].

I.5. Teneur en carbone organique

La teneur en carbone organique total (COT) est calculée en multipliant la teneur en matière organique par le facteur 0.47 [138].

I.6. Teneur en azote total

La méthode de dosage de l'azote Kjeldahl (NK) [139] permet d'analyser globalement la somme de l'azote organique et de l'azote ammoniacal présent dans l'échantillon. Le principe de la méthode consiste en une minéralisation de 1 g de boue sèche en milieu acide, en présence de catalyseur à 420 °C pendant 2h, suivie d'une distillation avec une solution d'hydroxyde de sodium et enfin un titrage avec de l'acide sulfurique 10%.

I.7. Teneur en oligo-éléments et éléments traces métalliques

Les oligo-éléments et élément traces métalliques ont été dosé suivant la norme NF EN 13346 (décembre 2000) relative à la caractérisation des boues. Cette norme décrit la mise en solution d'éléments à l'état de traces dans les boues et les dérivés de boues solubles dans l'eau régale [140].

Un échantillon sec de 0.5g de boue est minéralisé par voie humide avec 6 ml de HNO_3 et 2 ml de HCl 37% à 170°C pendant 1 heure jusqu'à ce que le mélange devienne visqueux. On ajoute 6 ml d'acide fluorhydrique (HF) et 2 ml d'acide perchlorique 70% suivie d'un chauffage jusqu'à ce que le mélange devienne visqueux. Cette étape a été réalisée deux fois. Puis, on ajoute 2 ml d'acide perchlorique, le mélange est asséché pendant une heure jusqu'à augmentation de sa viscosité. Le mélange est laissé refroidir pendant environs 15 min, on ajoute 10 ml d'eau distillée et 2.5 ml de HCl 6M, la solution brune obtenue est chauffée pendant 10 min.

La dissolution acide par voie humide permet d'éliminer la silice sous forme de fluorures de silicium volatils [141].

La teneur en oligo-éléments et éléments traces métalliques ont été mesurées avec un spectromètre d'absorption atomique à four Varian.

II. Préparation des flocculants

Dans ce travail nous avons utilisé un nouveau biomatériau à savoir le jus de cactus *Opuntia ficus indica* (JC) comme coagulant flocculant pour le conditionnement de la boue de la station d'épuration des eaux usée de Béni-Messous. Afin d'évaluer son efficacité les résultats obtenus ont été comparés à ceux obtenus en utilisant des polyélectrolytes synthétiques ainsi que les sels minéraux

Les polyélectrolytes utilisés sont le chimfloc C 4346 qui est un polymère cationique couramment utilisé par les exploitants des stations d'épuration, le sedipur NF 400, un polymère non-ionique et le sedipur AF 102 un polymère anionique.

La préparation de la solution de polymère passe par quatre phases successives :

La dispersion, l'hydratation, la dissolution et la maturation. La dispersion doit éviter la formation de blocs de polymère insolubles. Pour ce faire, le polymère est soumis à un fort cisaillement. L'étape d'hydratation aboutit à la formation d'un gel. Le gel hydraté se dissout ensuite sous l'effet de l'agitation et les chaînes de polymères se déploient entièrement pendant la maturation. La solution de polymère ne doit pas être trop visqueuse afin de faciliter le mélange avec la boue.

Dans notre travail, nous avons préparé une solution de 7 g/l des trois polymères synthétiques, la mise en solution est réalisée avec de l'eau distillée dans des bécher de 500 ml, l'agitation est assurée avec un agitateur mécanique pendant 12-14h avant les expériences de conditionnement [142] .

Au départ, la vitesse du mobile de dispersion est fixée à 500 tr/min. Le polymère est introduit progressivement au niveau du vortex afin de favoriser sa dispersion. Après 30 min, la vitesse d'agitation est réduite à 200 tr/min.

Les solutions de chlorure ferrique et sulfate d'aluminium sont préparé à 5g/l par dilution des sels minéraux dans l'eau distillée. Les solutions sont préparées quotidiennement.

Le jus de cactus *Opuntia ficus indica* est préparé à partir des raquettes de l'arbre issu de la région de Boufarik au nord de l'Algérie (figure IV.1). Le produit à l'état naturel est un liquide visqueux de coloration verte, le jus de cactus utilisé a été préparé selon les étapes suivantes (figure IV.2) :

- Nettoyage et broyage de la raquette du cactus.
- Extraction du jus de cactus par filtration sous pression.
- Le jus obtenu est dilué à une concentration de 10% (V/V) pour les essais de conditionnement et une quantité est déshydratée pour la caractérisation physico-chimique.



Figure IV.1: *Opuntia ficus indica* (figue de barbarie)

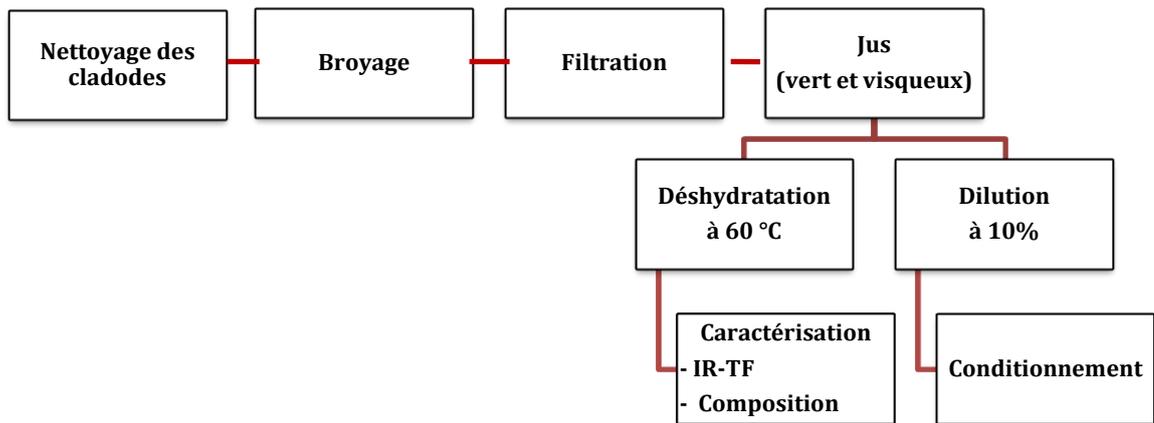


Figure IV.2 : Etape de préparation du jus de cactus.



Figure IV.3: Cladode du figuier de barbarie



Figure IV.4 : Jus de cactus (vert et visqueux)

II.1. Caractérisation physico-chimique du jus de cactus

La teneur en matière sèche, matière organique, matière minérale et le pH ont été déterminés par les mêmes protocoles décrits précédemment.

II.1.1. Dosage des sucres totaux

Les sucres totaux ont été dosés selon la méthode Du Bois [143]. Une masse de 100 mg de jus de cactus est placée dans un tube à vis, un volume de 2,5 ml de

H₂SO₄ (72%) est ajouté à température ambiante pendant 1h puis 17 ml de H₂O à 100°C pendant 3h.

Une prise de 2 ml de la solution à doser est mise dans un tube à essai avec 1 ml de phénol 5%. 5 ml de H₂SO₄ sont ajoutés, une coloration jaune se développe. Les tubes sont placés dans un bain marie (25-30°C) pendant 20 min puis refroidis à 20°C et placés dans l'obscurité pendant 30 min. La lecture est effectuée à 480 nm dans un spectromètre UV-Visible Janway 680

II.1.2. Dosage de l'acide galacturonique

La teneur en acide galacturonique a été déterminée par la méthode de Blumenkrantz-Asboe [144]. 3 ml de solution d'acide sulfurique-tetraborate de sodium (0,0125 M) sont ajoutés à 0,5 ml de la solution à doser, le mélange est homogénéisé au vortex, les tubes sont placés au bain-marie thermostaté à 80°C pendant 10 min. La réaction est arrêtée par abaissement de la température dans de la glace pilée. Une solution de MHDP (400 mg/l dans une solution de NaOH (0,125 M)) est ajoutée aux tubes dosés, pour le tube servant de blanc, 50 µl de NaOH (0,0125 M) sont ajoutés. Les tubes sont homogénéisés au vortex et placés 10 min à température ambiante. Le dosage est effectué avec un spectromètre Varian à 520 nm.

II.1.3. Dosage du phosphore

La matière végétale est minéralisée par chauffage progressif jusqu'à 600°C jusqu'à obtention d'une cendre grise claire.

Le phosphore est dosé par la méthode colorimétrique. Nous avons ajouté à 500 mg de cendre de jus de cactus 2 ml d'une solution colorimétrique de molybdate d'ammonium, ce dernier forme un complexe bleu après réduction avec de l'acide ascorbique. Une lecture à 720 nm et une courbe d'étalonnage permet de déterminer la quantité d'ions PO₄³⁻ présente dans le jus de cactus.

II.1.4. Point de charge zéro

Le pH_{pcz} correspond à la valeur de pH pour lequel la charge de la surface du matériau est nulle. Ce paramètre est très important dans les phénomènes d'adsorption, surtout quand des forces électrostatiques sont impliquées dans les mécanismes. 50 ml d'une solution de NaCl 0,01M sont placés dans des béchers, le pH de chaque bécher est ajusté (valeur comprise entre 2 et 12) par addition de solution de NaOH ou HCl 0,1M, une masse de 0,1 g de poudre de jus de cactus est ajoutée dans chaque béchers, les suspensions sont maintenues en agitation à température ambiante pendant 6h, le pH final est mesuré. Le pH_{pcz} est le point où la courbe $pH_{final} = f(pH_{initial})$ intercepte la ligne $pH_{final} = pH_{initial}$ [145, 146] (voir l'annexe).

II.1.5. Infrarouge à transformée de Fourier (IR-TF)

Le spectre infra-rouge à transformée de Fourier a été réalisé dans un spectromètre IRAffinity-1 dans la région de 400 à 4000 cm^{-1} . L'échantillon à analyser à été préparé sous forme de pastille avec de la poudre du jus de cactus *Opuntia ficus indica* et le KBr.

III. Le conditionnement

Pour les tests de conditionnement, nous avons prélevé la boue liquide après l'étape d'épaississement afin de la conditionner et de la déshydrater au laboratoire. Les boues stabilisées sont prélevées au niveau des stations d'épuration des eaux usées de Béni-Messous située à 15 Km à l'Ouest d'Alger dans le territoire de la commune d'Ain Benian, et de Reghaia située à 28 Km d'Alger.

Les échantillons de boue sont stockés à l'obscurité à 4 °C afin d'inhiber toute activité biochimique. La boue collectée est passée dans un tamis de 4,25 mm de diamètre afin d'éliminer les particules grossières et les fibres habituellement présents dans les boues résiduaire.

Les tests de coagulation sont réalisés sur un échantillon de 500 ml de boue placé dans un bécher de 1l. la quantité de floculant requise est introduite sous agitation rapide de 120 tr/ min pendant 20 sec suivie d'une vitesse lente de 40 tr/ min pendant 2 min en utilisant un appareil Jar-test Stuart Flocculator SW6. Le conditionnement des boues est directement suivi par l'étape de filtration sous-vide.

III.1. Cellule de filtration et filtration

Une cellule de filtration sous-vide à été spécialement réalisé pour les essais de filtration. Le dispositif expérimental consiste en un Büchner de 7 cm de diamètre placé sur une fiole graduée, l'étanchéité est assurée par un joint en caoutchouc (figure IV.5). La fiole graduée est raccordée à une pompe à vide et un manomètre qui permet la régulation de la pression d'aspiration de l'air. Une membrane de filtration de 8 μm de diamètre a été placée dans le Büchner.

Après conditionnement, 100 ml de boue sont immédiatement placés dans le Büchner de la cellule de filtration. La pompe à vide est mise en marche et la pression a été réglée à 0,06 MPa à l'aide du manomètre [147]. Pendant le réglage de la pression, un certain volume de filtrat peut s'écouler sous l'effet de la gravité. Il s'agit du volume d'égouttage. Le volume du filtrat récolté est enregistré toutes les 10 secondes. La filtration dure jusqu'à ce qu'aucune goutte du filtrat ne tombe dans la fiole jaugée.

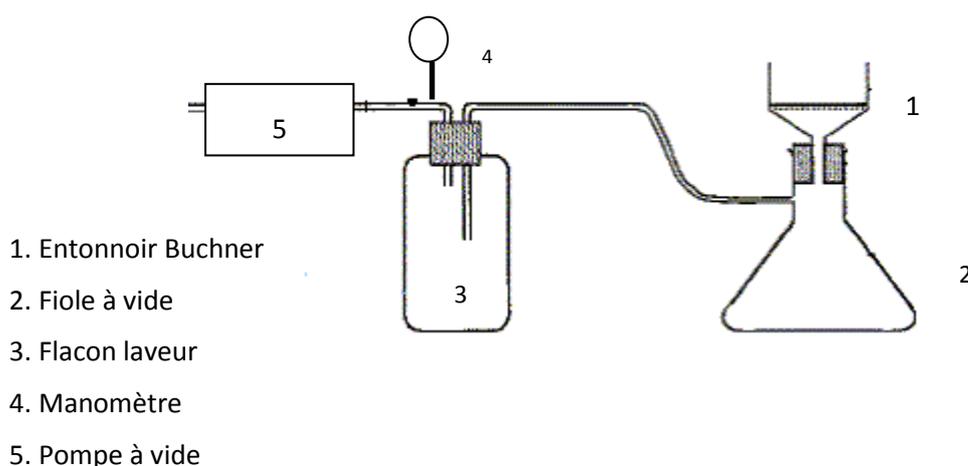


Figure IV.5 : Cellule de filtration sous-vide

III.2. Mesure de la turbidité

La turbidité du filtrat est mesurée à l'aide d'un turbidimètre HANNA Instruments, l'intérêt de mesurer la turbidité du filtrat après chaque conditionnement à différentes concentrations en flocculants est d'évaluer le taux d'élimination des particules colloïdales du filtrat.

III.3. Mesure de la résistance spécifique à la filtration (RSF)

L'intérêt de la détermination de la résistance spécifique à la filtration (RSF) est double. Premièrement, la RSF permet d'évaluer l'efficacité du conditionnement. En effet, une filtration est d'autant plus rapide que la résistance spécifique est faible. Une boue brute, non flocculée, oppose une résistance élevée, supérieure à 10^{14} - 10^{15} m/ kg [148]. La stratégie de conditionnement a pour but la réduction de la résistance spécifique à la filtration en jouant sur le choix du flocculant et sur son dosage. En pratique, on considère que, pour des boues qui contiennent au départ entre 3 et 5 % de matières sèches, il est nécessaire d'atteindre des résistances spécifiques inférieures à 10^{13} m/ kg (sous 700 kPa) pour justifier une filtration sous pression à l'échelle industrielle. Dans le cas d'un simple filtre à tambour rotatif la résistance doit être inférieure à 10^{11} m/ kg (sous 50 kPa).

Deuxièmement, la RSF est utilisée lors des calculs de dimensionnement des filtres industriels. Lors d'une filtration à ΔP constante, il existe une relation linéaire entre le rapport temps de filtration sur le volume de filtrat, (t/ V_f) , et le volume de filtrat V_f .

Expérimentalement, les graphes t/V_f en fonction de V_f le volume d'égouttage étant soustrait- comportent généralement une partie linéaire, correspondant à la droite de Carman, qui est suivie par une seconde phase pendant laquelle la pente augmente asymptotiquement. Cette seconde partie correspond en fait à la compression ou à la consolidation du gâteau.

La partie est classiquement utilisée pour calculer la résistance spécifique à la filtration des boues, selon l'équation de Ruth (éq IV.3) basée sur la loi de Darcy [149]

$$\frac{t}{V} = \frac{\mu \times MES \times r}{2 \times P \times S^2} \times V + \frac{\mu R_m}{P \cdot S} \quad \text{équation (IV.3)}$$

Avec

t : temps (s)

V : volume du filtrat (m³)

μ : viscosité dynamique du filtrat (mPa. s)

MES : concentration en matière en suspension (kg/m³)

r : résistance spécifique à la filtration (m/kg)

P : pression appliquée (Pa)

S : surface du filtre (m²)

R_m : résistance de la membrane de filtration, elle est négligeable dans le cas des boues par rapport à la résistance α du gâteau de filtration.

Donc :

$$r = \frac{2\alpha P S^2}{\mu W} \quad \text{équation (IV.4)}$$

où : α est la pente de la droite de Ruth : $\frac{t}{V} = \alpha V + b$

L'équation de Ruth est utilisée dans le cas des matériaux incompressible où la porosité est supposée constante et invariable tout le long de l'épaisseur du matériau. Elle suppose également que la chute de pression à travers le gâteau et le filtrat est constante. L'hypothèse selon la quelle le gâteau de filtration ne présente pas d'hétérogénéité structurelles dans toute son épaisseur, et pendant le test de fonctionnement, est discutable. Des études récentes ont proposé des méthodologies améliorés ou des essais complémentaires pour décrire la structure locale des dépôts de particules et de valider le modèle théorique et son hypothèse [150]

Cependant, récemment, d'autres publications ont présenté et exploité les résultats obtenus avec cette approche globale qui est conçue pour fournir une bonne approximation de la résistance spécifique moyenne du gâteau de filtration et, est toujours considéré comme un paramètre important pour caractériser la filtrabilité des boues. [151, 152].

III.4. Mesure de la siccité du gâteau de filtration

Le gâteau de filtration obtenu est séché dans une étuve à 105°C jusqu'à obtention d'une masse constante ; c'est-à-dire jusqu'à élimination de toute l'humidité de gâteau. La siccité est calculée par la formule (éq. IV.5) suivante :

$$siccité(\%) = \frac{M_f}{M_i} .100 \quad \text{équation (IV.5)}$$

L'intérêt de mesurer la siccité du gâteau de filtration est d'apprécier le taux d'élimination de l'eau et la porosité du gâteau.

IV. Caractérisation rhéologiques

L'appareil utilisé est un rhéomètre Anton Paar MCR 302 (figure IV.6). Il fonctionne à contrainte et déformation imposées. La cellule de mesure utilisée est de type plan-plan avec un entrefer fixé à 1 mm (figure IV.7)



Figure (IV.6) : Rhéomètre Anton Paar MCR 302



Figure IV.7 : Système de mesure plan-plan

Toutes les mesures sont réalisées à 20 °C. Les mesures en écoulement simples sont réalisées en imposant une vitesse de cisaillement de 0,01 à 1000 s⁻¹. Les tests de viscoélasticité sont réalisés en imposant une fréquence de 1 Hz et un balayage de déformation (γ).

Les mesures sont réalisées sur tous les échantillons de boue conditionnée avec les différents flocculants. Lors du conditionnement, les boues sont soumises à des contraintes de cisaillement susceptible de fausser les résultats rhéologiques, afin de palier à ce problème chaque échantillon est laissé au repos 2 min. un temps assez suffisant pour que la boue retrouve son état initial au repos et assez court pour éviter la sédimentation de la boue.

Les mesures en écoulement simple permettent de déterminer la viscosité apparente de la boue (η) et la contrainte seuil de l'écoulement (τ_0) et les mesures en mode oscillatoire permettent de déterminer le module d'élasticité G' et le module de viscosité G'' .

CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSIONS

I. Caractérisation physico-chimique des boues

Cette partie vise à exposer les principales caractéristiques physico-chimiques des boues résiduelles ainsi que leur teneur en éléments polluants.

I.1. Paramètres physico-chimiques

La composition des boues varie en fonction des caractéristiques des eaux usées et des types de traitement mis en œuvre. Le tableau (V.1) donne la composition moyenne des boues déshydratées de la station de Reghaia et Béni-Messous comparée au fumier de bovin.

Tableau V.1 : Caractéristiques physico-chimiques des boues digérées.

Paramètre	Unité	Teneur		
		Reghaia	Béni-Messous	Fumier de bovin non composté [153]
Matière sèche	%	30,53	20	21
Matière organique	%	51,06	53,01	16
Matière minérale	%	48,94	46,98	
DCO	mg/l	15770	1241	
Phosphore total	g/kg MS	38,6	14,6	2,75
Azote total	g/kg MS	34,6	32	6
Carbone organique total	g/kg MS	240	249,14	
C/N		6,83	7,76	7,3
K	mg/kg MS	13,49	18,38	4640
Al		48,25	59,25	
Ca		550,64	494,13	5600
Fe		94,84	51,89	
Mg		21,83	17,82	1720
Mn		1,12	1,29	
Si		9,54	7,74	

Les résultats de la présente étude révèlent que la boue déshydratée de Reghaia a une siccité de 30,53 % et celle de Béni-Messous a une siccité de 20 %. La variation de la siccité d'une station à une autre s'explique par la variation de la technologie de déshydratation dans chaque station, en effet la STEP de Beni-Messous utilise des filtres à bandes alors que la STEP de Reghaia procède par centrifugation qui est plus efficace en termes de rendement.

La siccité (pourcentage de matière sèche) est un paramètre qui renseigne sur la consistance et la concentration en solides des boues. Une siccité élevée a pour avantage de réduire le volume de boues à transporter et de permettre leur entreposage aux champs, ce qui n'est pas autorisé avec les boues liquides. Une siccité élevée facilite également l'acheminement des boues vers des sites de compostage spécialisés.

I.1.1. Teneur en matière organique et matière minérale

La matière organique des boues est un paramètre important et décisive pour la destination finale de la boue et sa revalorisation aussi bien qu'agronomique qu'énergétique. Les résultats indiquent que les boues des deux stations contiennent en moyenne plus de 50% de matière organique (exprimée par rapport à la matière sèche). Autrement dit, les boues des deux stations sont plus organiques que minérale. Les deux stations de Béni-Messous et Reghaia ont des charges massiques respectives de 0,2 et 0,3 kg DBO₅/ kg MVS.j. A moyenne charge les boues ne sont pas stables.

La teneur en matière organique revêt une grande importance en agriculture, puisqu'elle améliore la porosité et le pouvoir de rétention de l'eau des sols [154] Elle favorise ainsi l'enracinement des plantes cultivées, leur approvisionnement en eau et en éléments nutritifs tout en apportant une source de nourriture aux vers de terre et aux microorganismes utiles [155].

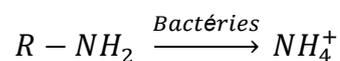
I.1.2. Teneur en azote total

L'azote est l'élément fertilisant qui influence le plus la productivité végétale [156]. Il est présent principalement sous deux formes d'azote organique et azote minérale

(N-NH₄⁺) dans les produits organiques. Les produits organiques ne contiennent généralement pas ou peu d'azote nitrique (N-NO₃)

Les résultats de l'étude indiquent que les boues des deux stations de Béni-Messous et Reghaia contiennent respectivement 32 et 34 g/ kg MS d'azote total (NTK), ces résultats sont inférieurs à la teneur obtenue par Perez Fabiel et al. [157] sur une boue d'une STEP à moyenne charge (69 g/ kg MS) tandis que Zemmouri et al. [40] ont rapporté une teneur de 15,1 g/ kg MS en azote sur la boue de la STEP de Baraki qui est une région d'Alger peu industrialisée.

Les boues contiennent en moyenne 4 à 6 g/ kg MS alors que le fumier de bovin contient en moyenne 4 g/ kg de MS. ce taux d'azote est variable selon les types de boues. La fourchette extrême des teneurs observées s'étend de 1 à 9 % selon les caractéristiques des effluents traités. Il n'est assimilable par les végétaux que sous forme minérale (surtout nitrates). La valeur fertilisante azotée des produits organiques dépend donc de leur richesse initiale en azote ammoniacal, mais aussi et surtout de l'aptitude de l'azote organique qu'ils contiennent à être minéralisée dans le sol sous l'action de bactéries, la réaction d'ammonification est la suivante :



La quantité d'azote présente dans les eaux résiduaires provient principalement des déjections humaines. Les urines contribuent largement à cet apport essentiellement sous forme d'urée, d'acide urique et d'ammoniaque. Par ailleurs, les eaux de cuisine véhiculent des protéines comportant des acides aminés, et certains agents de surface qui incluent dans leurs molécules des radicaux azotés. L'azote des eaux usées est essentiellement constitué d'azote organique ammonifiable ou réfractaire (sous forme soluble et particulaire) et d'azote ammoniacal.

L'azote organique est dit ammonifiable lorsqu'il peut être transformé par hydrolyse enzymatique en azote ammoniacal. L'azote réfractaire est également appelé azote dur.

I.1.3. Rapport C/N

Le rapport C/N constitue un indice de la fraction d'azote organique facilement minéralisable des boues municipales et des fumiers de ferme non compostés.

Le rapport C/N moyen de la boue déshydratée de la station de Béni-Messous est de 7,76 tandis que celui de la station de Reghaia est de 6.83. La plupart des boues présente un C/N inférieur à 10. Quelques études révèlent un rapport C/N qui varie de 5 à 38 selon la nature des boues et du traitement [158], le chaulage a tendance à augmenter ce rapport. Dans les deux cas le rapport C/N est inférieur à 10. Le rapport C/N entre le carbone organique et l'azote total est un indicateur du potentiel humigène du produit, qui permet de juger du degré d'évolution de la matière organique, c'est-à-dire de son aptitude à se décomposer plus ou moins rapidement dans le sol. Il est reconnu que les engrais organiques ayant des rapports C/N inférieurs à 20 se minéralisent rapidement et peuvent libérer des quantités importantes d'azote aux cultures [159,160]. De ce fait, la minéralisation de la matière organique contenue dans les boues de ces deux types de stations devrait débiter peu de temps après leur épandage, rendant ainsi rapidement disponibles de grandes quantités d'azote aux cultures.

I.1.4. Teneur en phosphore

Les teneurs en phosphore total de la boue de Béni-Messous et Reghaia sont respectivement 14,6 et 36,6 g/kg MS. Ces résultats s'expliquent par la présence du phosphore en quantité importante dans les eaux usées en amont de la station de Reghaia d'origine industrielle puisque Reghaia est une zone industrielle de la région d'Alger.

Le phosphore présent dans les eaux usées provient essentiellement :

- Des ménages car les produits de lessive et de nettoyage rejetés dans les eaux usées contiennent de 1 à 2 grammes de phosphore par jour et par habitation. S'ajoute à cette quantité, le phosphore qui provient du métabolisme humain, un homme excrète entre 1 à 2 grammes de P par jour.

- Des rejets industriels : les effluents d'industries agro-alimentaires, d'abattoirs, de laverie industrielles, d'industries de traitement de surface et d'industries chimiques spécialisées. Ils véhiculent une quantité de composés phosphorés à peu près équivalente à celle des eaux usées domestiques, pour des régions relativement urbanisées. Les rejets agricoles ou d'origine naturelle sont retenus dans les sols et ne se retrouvent pas dans les eaux usées. Les eaux de surface peuvent éventuellement en contenir en raison de l'érosion et du ruissellement entraînant des particules de sol dans les cours d'eau.

I.1.5. Teneurs en autres éléments fertilisants

Le potassium est le troisième élément fertilisant en importance pour les plantes. Toutefois, il est présent en faible concentration dans les deux boues étudiées. Étant très soluble, il a tendance à demeurer en solution dans les eaux usées et à être rejeté dans l'effluent épuré des stations. Les boues municipales sont donc nettement moins concentrées en potassium comparativement aux engrais de ferme, sa teneur est de 13,49 mg/ kg pour la boue de la STEP de Reghaia et de 18,38 mg/ kg pour la boue de la STEP de Béni-Messous. Toutefois, cette particularité des boues municipales peut être avantageuse pour la culture de fourrages dans les sols naturellement riches en potassium.

En plus des éléments nutritifs majeurs, azote, phosphore et potassium, la plante a besoin d'autres éléments pour son développement.

Les deux boues de Reghaia et Béni-Messous contiennent de faible quantité de calcium : 550,64 et 494,13 mg/ kg de matière sèche. Ces valeurs sont largement inférieures à la teneur du fumier de bovin en ces éléments. Nous observons la même chose pour le reste des oligo-éléments, notamment l'aluminium, sa teneur est de 48,25mg/ kg dans la boue de Reghaia et 59,25 mg/ kg dans la boue de Béni-Messous.

Le fer est présent en plus grande quantité dans la boue de Reghaia (94,84 mg/ kg), tandis que sa teneur dans la boue de Béni-Messous est de 51,89 mg/ kg.

Les deux boues contiennent pratiquement la même dose de manganèse, 1,12 mg/ kg pour la boue de Reghaia et 1,29 mg/kg pour la boue de Béni-Messous.

I.2. Teneur en éléments traces métalliques

Les boues renferment également des éléments chimiques, notamment des métaux lourds qui peuvent être toxiques au-delà d'un certain seuil. Les origines des métaux lourds sont diverses : les eaux pluviales entraînent du zinc, du cadmium, du plomb par lessivage des conduits galvanisés et des chaussées (plomb des véhicules) ; de nombreuses activités industrielles se traduisent par des déversements d'éléments métalliques (traitements de surface, fabrication de peinture, d'accumulateurs, tannerie...etc.).

Tableau V.2: Teneurs en ETM des boues digérées

Elément	Teneur (mg /kg MS)		
	Reghaia	Béni-Messous	Valeurs limites fixées par la norme AFNOR U 44-041
Zn	3078,45	444,94	3000
Co	10,42	8.51	-
Cr	1617,25	107,99	200
Cu	127,01	149,71	500
Mn	1120	1290	1500
Mo	63,35	69,69	-
Ni	28,74	30,4	100
Contaminants stricts			
Cd	11,4	11,47	20
Pb	216,21	207,91	300
Hg	0,225	0,212	10

Il est possible de distinguer deux niveaux de contamination assez différents concernant, l'un des boues issues du traitement d'effluents d'origine strictement domestique, et l'autre, des boues issues du traitement d'effluents mixtes urbains et industriels qui sont, en général, plus chargées en éléments métalliques

Le tableau (V.2) indique les teneurs en métaux rencontrées dans les boues de stations d'épuration. Certains métaux constituent des oligo-éléments indispensables à la nutrition des plantes jusqu'à un certain seuil et sont toxiques au-delà : c'est le cas du zinc, du cuivre, du manganèse, du molybdène, du cobalt.

Dans le cas de la boue de Béni-Messous aucun élément trace métallique ne dépasse la concentration limite fixée par la norme AFNOR U 44-041. Par contre dans le cas de la boue de Reghaia, la concentration du zinc (3078 mg/ kg MS) dépasse légèrement la valeur limite fixée par la norme et qui est 3000 mg/ kg MS et la concentration du chrome qui est 1617 mg/ kg MS est largement supérieur à la concentration limite fixée par cette norme (200 mg/ kg MS). La présence du chrome et du zinc en grande quantité les eaux usées de Reghaia est attribuée la présence à une tannerie et une industrie de peinture dans la région Est d'Alger, ces résultats indiquent que les eaux usées traitées par la STEP de Reghaia ne sont pas uniquement urbaine mais d'origine mixte.

Le reste des oligo-éléments reste largement inférieur à la norme mais en quantité suffisante pour satisfaire les besoins nutritifs des plantes en cas de valorisation agricole.

Pour les contaminants stricts Cd, Pb et Hg, leurs teneurs sont inférieurs aux normes.

Les résultats obtenus montrent que la boue de Béni-Messous peut être valorisée en agriculture sans aucune contrainte. Pour la boue de Reghaia, le seul élément limitant est le Chrome, pour solutionner ce problème, les industries de la zone de Reghaia doivent procéder au traitement de leurs effluents notamment les tanneries. Dans le cas contraire, les boues de Reghaia ne peuvent être réutilisées en agriculture. Les risques de pollution peuvent être immédiats ou être prévisibles à long terme, l'accumulation dans le sol de doses minimales peut entraîner à la

longue des effets toxiques. Les éléments dangereux peuvent également être transportés vers les nappes phréatiques.

Par ailleurs, les effets des métaux ne dépendent pas seulement de leur concentration mais aussi de leurs interactions, des propriétés physico-chimiques du sol, des types de culture. Ces résultats sont encourageants pour une valorisation agricole de ces boues si l'épandage se fait en respectant les normes relatives aux caractéristiques du sol récepteur.

II. Valorisation énergétique de la boue

La biométhanisation est le procédé biologique qui permet de produire du méthane à partir de déchets organiques. Au cours de sa production, le méthane est la plupart du temps mélangé à du gaz carbonique et d'autres gaz en petites quantités, ce mélange est appelé le Biogaz. Le méthane est riche en énergie : 35 MJ/ m³ (10 kWh/ m³) [114]

Le pourcentage de méthane peut varier de 40 à plus de 80%, le reste étant principalement du CO₂ (20 à 60 %), de l'H₂S (environ 1 %) et de la vapeur d'eau.

Le biogaz produit par les boues est particulièrement riche en méthane et le pourcentage volumique atteint généralement 75 à 80 %.

La production de méthane correspond toujours à 350 litres par kg de DCO dégradée et le méthane est riche en énergie, il a un PCI d'environ 10 kWh/m³.

En se basant sur la quantité de boue produite par chaque station, ces deux relations empiriques ont été utilisées pour calculer le taux de méthane produit par les boues des deux stations étudiées ainsi que la quantité d'énergie potentiellement produite par an. Les résultats sont présentés dans le tableau V.3

Tableau V.3: Quantité d'énergie produite par une valorisation énergétique des deux boues étudiées.

	Béni-Messsous	Reghaia
DCO (mg/l)	12410	15770
MVS %	53.01	51.06
Biodigestion anaérobie		
Boue produite (m ³ /an)	176000	3466000
CH ₄ (m ³ / an)	763840	1913427
Energie produite (kWh/an)	7638400	19134270

D'après les résultats, la valorisation énergétique des boues n'est intéressante que pour la STEP de Reghaia, la quantité d'énergie produite est estimée à environ 19 million kWh/ an. Cette valeur est supérieure aux estimations du Maroc car on estime que la STEP de Ben Slimane peut produire environ 18 million kWh/an d'énergie et que toute la ville de Marrakech peut produire 2 million kWh/an. Mais cette quantité reste assez faible en comparaison aux quantités d'énergie produite dans les STEP des capitales européennes, en exemple La station d'épuration d'Achères (Paris) produit environ 211 million kWh/ an d'énergie.

L'énergie produite peut être utilisée pour alimenter les machines des STEP. Elle peut aussi être injectée dans les réseaux locaux de gaz. Son utilisation va surtout dépendre des conditions locales, techniques et socio-économiques et des besoins.

III. Caractérisation du jus de cactus

III.1. Caractérisation physico-chimique

Les résultats de la caractérisation physico-chimique du jus de cactus obtenus sont présentés dans le tableau (V.4). Ces résultats sont la moyenne de plusieurs mesures et analyses. Ils sont variables en fonction de la période de récolte des

raquettes de l'*Opuntia ficus indica*, de la région [161]. Dans notre cas, nous avons veillé à utiliser uniquement le cactus *Opuntia ficus indica* de la région de Boufarik récolter dans une période allant du mois de mars à mai 2013.

Tableau V.4 : Caractéristiques physico-chimiques du jus de cactus *Opuntia ficus indica*

Paramètres	unité	Valeur moyenne
pH	–	4,76
pH _{pcz}	–	4
Viscosité	Pa.s	0,029
Conductivité	mS/ cm	15,5
Matière sèche	g/l	28,6
Matière organique	(%)	98,7
Matière minérale	(%)	1,3
Sucres totaux	%	25
Acide galacturonique	%	12,51
Azote total	%	2,24
K	%	1,11
Ca	%	0,4
P	%	0,045
Mg	%	0,19

La mesure du pH a révélé que le jus de cactus *Opuntia ficus indica* est de nature acide et un pH de 4,76 qui est légèrement supérieur à son pH_{pcz} qui est de 4, ce qui implique que sa charge de surface est négative. Il possède une viscosité de 0,029 Pa.s, cette valeur est relativement élevée par rapport à la viscosité de l'eau (0,001 Pa.s). Des essais précédents réalisés au niveau de notre laboratoire ont révélé qu'une dilution de 10 %, c'est à dire une réduction de la concentration du

jus de cactus à environ 3 g/l de matière sèche, est la plus adéquate pour une bonne filtration de la boue conditionnée. Sans cette dilution, le jus de cactus provoque un colmatage du filtre par le dépôt d'un film visqueux sur ce dernier.

La teneur en matière sèche est de 28,9 g/l, elle est majoritairement composée de matière organique à 98,7 %. Cette dernière est composée de tissus cellulaires et de mucilage synthétisé dans les appareils de Golgi de l'arbre du cactus [162].

L'analyse chimique du jus de cactus *Opuntia ficus indica*, indique qu'il contient 25 % de sucres totaux et 12,51 % d'acide galacturonique. Ces résultats sont en accord avec des études de la composition du mucilage isolé de l'*Opuntia ficus indica* [161-165]. Srivastava et Pande [166] ont isolé un polysaccharide à partir des tiges de l'*Opuntia dillenii*. La molécule est composée d'une chaîne principale de galactose contenant des chaînes ramifiées d'unités d'arabinose. Trachtenberg et Mayer [167] ont rapporté que le mucilage isolé de l'*Opuntia ficus indica* de Jérusalem est composé de l'arabinose, le galactose, le rhamnose, le xylose et l'acide galacturonique

En général, comme indiqué précédemment, le mucilage contient des quantités variables de L-arabinose, D-galactose, le L-rhamnose et le D-xylose, en tant que principaux sucres neutres. La présence de l'acide D-galacturonique est également indiquée.

Des études réalisées par Cardenas et al. [168], ont indiqué que le poids moléculaire de ce hydrocolloïde du mucilage est 3×10^6 g/mol. C'est plus petit que celui indiqué par Trachtenberg et Mayer [169] $4,3 \times 10^6$ g/mol et tout à fait différent de celui déterminé par Medina-Torres et al. [170] de $2,3 \times 10^4$ g/mol. Les différences dans les techniques d'isolation et de la contamination du mucilage avec d'autres composés de cellules peuvent expliquer ces divergences.

Majdoub et al. [171] ont identifié deux principales composantes de la fraction soluble dans l'eau du mucilage du figuier de Barbarie pelé (âgés entre 6 et 12 mois), l'une avec une masse molaire moyenne élevée (13×10^6 g/mol) et l'autre d'une valeur plus faible ($3,9 \times 10^3$ g/mol). La masse molaire élevée s'est révélée être un polysaccharide pur, sans protéine. Les auteurs ont supposé que c'est une

pectine qui contient une faible quantité de sucre chargé (20 %). L'hypothèse d'une structure de type pectine chargée implique une capacité potentielle pour ce type de polysaccharides d'interagir avec des cations divalents (Ca^{2+} ou Mg^{2+} par exemple) comme décrit dans la littérature. Quant à la composante de masse molaire faible, elle s'est révélée être des protéines et confirmée par la teneur en nitrogène de 2,24 %.

Une analyse de la fraction minérale, aussi petite soit-elle, a été réalisée. Les résultats obtenus ont révélé que le jus de cactus *Opuntia ficus indica* est essentiellement composé de phosphore à 0,045 %, de calcium à 0,4 %, de potassium à 1,11 % et de magnésium à 0,19%. Pimenta et al. [172] ont rapporté que les cladodes de l'*Opuntia ficus indica* contiennent entre 5 et 9,5 % de calcium, tandis que Lecaros [173] a estimé sa teneur à 3,43 %. Sepulveda et al. [174] ont estimé que la concentration moyenne du calcium dans le mucilage de l'*Opuntia ficus indica* est environ 11,42 %. Il n'y a pas de références exactes pour la teneur en calcium dans les cladodes de l'*Opuntia ficus indica*, sa teneur est variable, elle augmente en fonction de l'âge de l'arbre, par exemple la teneur du calcium peut tripler dans des cladodes de 7 mois à 1 année.

La teneur en potassium est de 1,11 %, cette valeur correspond à celle rapportée par Nobel [175]. Il a estimé que la concentration de potassium dans les cladodes de l'*Opuntia ficus indica* est de 1%. Fluxa [176] a rapporté la valeur de 3,20 % de potassium dans le mucilage de l'*Opuntia ficus indica*.

En plus du calcium et du potassium comme principaux éléments minéraux, nous avons noté la présence du magnésium à 0,19 % dans le jus de cactus.

III.2. Spectre infra-rouge à transformée de Fourier (IR-TF)

Le spectre FTIR de la poudre de jus de cactus a été réalisé afin d'obtenir un maximum d'information sur la nature des groupements fonctionnels présents dans le jus de cactus *Opuntia ficus indica*.

Le spectre est présenté dans la figure (V.1). Nous remarquons la présence d'une imposante bande entre 3600 et 3200 cm^{-1} due au groupement O-H des

groupements carboxyliques des acides uroniques ou N-H des protéines. Le pic situé à $1714,95\text{ cm}^{-1}$ est due au à la fonction C=O du groupement carboxylique. Le pic observé à $1574,27\text{ cm}^{-1}$ à la déformation NH des amines. La bande située à $1387,5\text{ cm}^{-1}$ est attribuée à l'élongation asymétrique COO^- de la fonction carboxylique déprotonnée. Les pics observés entre $1231,21$ et $1080,74\text{ cm}^{-1}$ indiquent la présence des fonctions P=O et P-OH des composés phosphorés. Le pic présent à $840,1\text{ cm}^{-1}$ est attribué au groupement S=O.

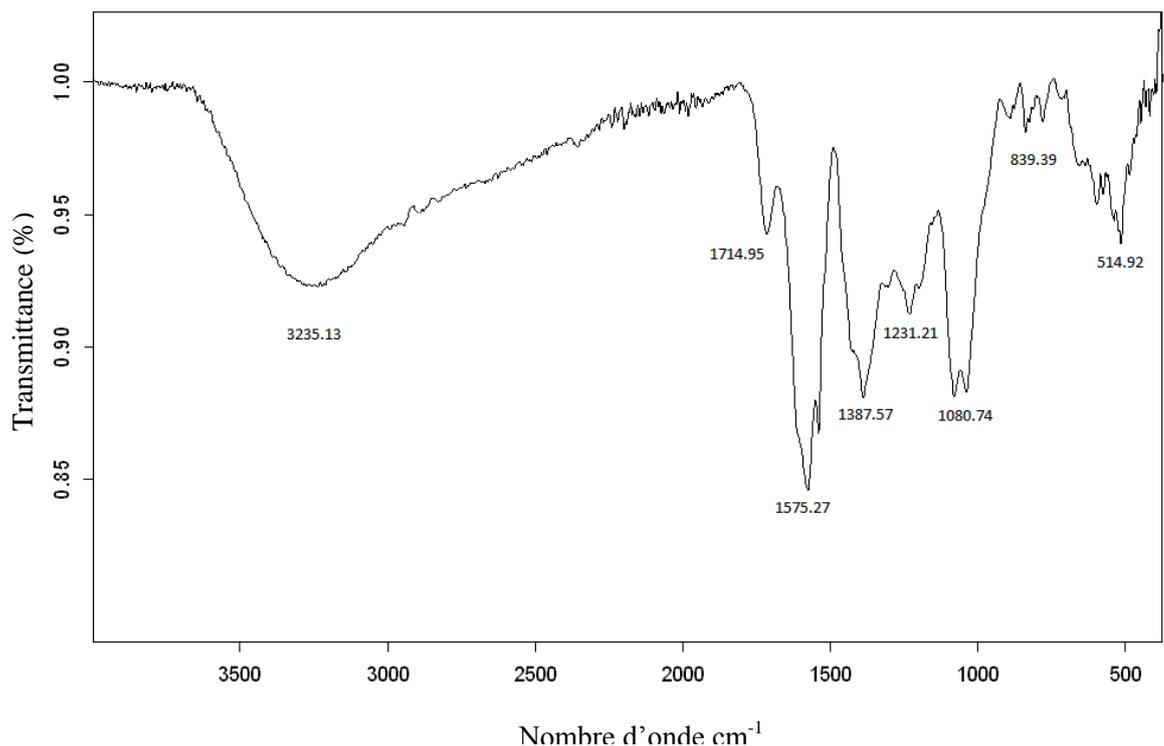


Figure V.1: Spectre infra-rouge du jus de cactus *Opuntia ficus indica*

IV. Conditionnement de la boue

La caractérisation physico-chimique des boues de la région d'Alger a révélé que la boue de Béni-Messous est plus apte à une valorisation agricole. Nous avons fait le choix de réaliser les expériences de conditionnement sur cette boue en utilisant trois polyélectrolytes synthétiques à savoir le polymère cationique chimfloc C4346, sedipur NF400 qui est un polymère non-ionique et le polymère anionique sedipur AF102. Par ailleurs, deux sels minéraux ont été utilisés à savoir le sulfate

d'aluminium $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ et le chlorure ferrique FeCl_3 et enfin le jus de cactus *Opuntia ficus indica* a été testé pour la première fois sur les boues.

Afin d'évaluer l'efficacité du conditionnement de la boue, nous avons suivi l'évolution de la turbidité, la siccité et la résistance spécifique à la filtration (RSF) en fonction de la variation de la dose des flocculants et des sels minéraux.

IV.1. Mesure de la turbidité

La figure (V.2) représente la variation de la turbidité du filtrat en fonction des doses croissantes des flocculants et des sels minéraux. Dans le cas des polymères synthétiques et du jus de cactus *Opuntia ficus indica* (JC), les concentrations utilisées varient de 0,2 à 3 g/ kg MS (fig V.2a) et pour les sels minéraux les concentrations varient de 20 à 100 g/ kg MS (figure V.2b).

On remarque dans la figure (V.2a) les variations de la turbidité en fonction de la concentration des polymères cationique et non-ionique ainsi que le jus de cactus ont la même allure. On distingue une première phase de diminution rapide de la turbidité, elle atteint la valeur de 1,5 et 3,6 NTU pour les doses de 0,8 et 0,4 g/ kg MS pour le chimfloc C4346 et le sedipur NF400 respectivement et la valeur de 2,2 NTU pour la dose de 0,6 g/ kg MS en jus de cactus.

Au-delà de ces concentrations optimales, on assiste à une seconde phase où l'augmentation de la concentration des flocculants ne provoque plus de diminution de la turbidité du filtrat. Cette dernière se stabilise sauf dans le cas du polymère non-ionique, l'augmentation de sa concentration entraîne une légère augmentation de la turbidité qu'on pourrait expliquer par une rentabilisation électrostatique dû à un excès du polymère.

Contrairement aux polyélectrolytes précédents, le sedipur AF102 provoque une augmentation de la turbidité, elle atteint la valeur de 35 NTU pour 12,5 g/ kg de matière sèche en polymère anionique. Ce polymère ne provoque pas l'effet du flocculant souhaité et qui est une élimination de la turbidité.

La figure (V.2b) présente la variation de la turbidité du filtrat en fonction des doses croissantes en sels minéraux à savoir le FeCl_3 et $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. La turbidité du filtrat

diminue jusqu'à 2,2 NTU pour la concentration de 80 g/kg de sulfate d'aluminium et elle atteint 2,5 NTU pour la dose de 60 g/kg de chlorure ferrique. Au-delà de ces concentrations la turbidité reste plus ou moins constante malgré l'augmentation de la concentration des sels minéraux.

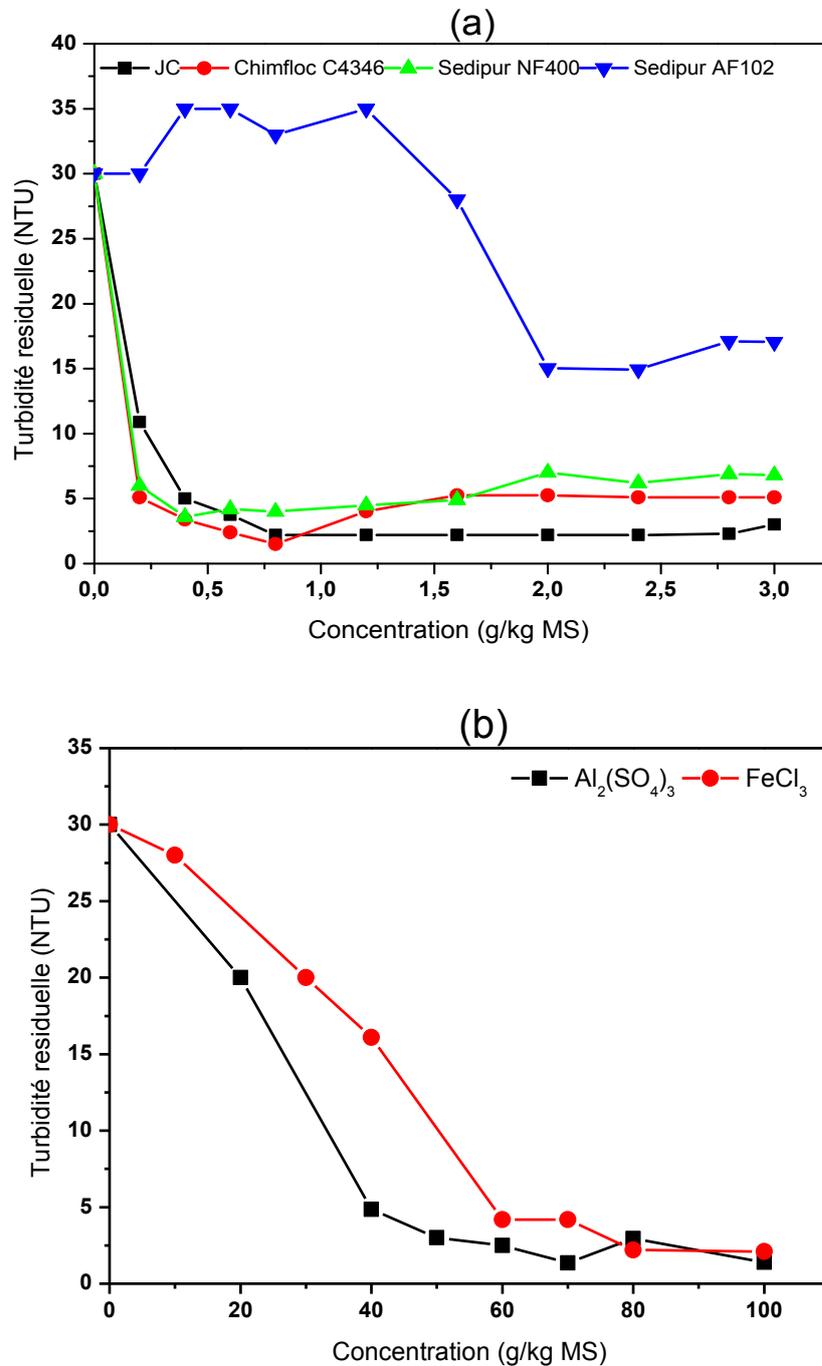


Figure V.2: Variation de la turbidité en fonction de la concentration des flocculants (a) polyélectrolytes et JC (b) sels minéraux

Ces premiers résultats montrent que le jus de cactus présente de très bonnes aptitudes au conditionnement des boues avec des valeurs d'abattement de la turbidité comparables au polymère cationique et non-ionique.

Ces premiers résultats montrent que le jus de cactus présente de très bonnes aptitudes au conditionnement des boues avec des valeurs d'abattement de la turbidité comparables au polymère cationique et non-ionique.

IV.2. Mesure de la siccité

La figure (V.3) décrit la variation de la siccité du gâteau de filtration, qui se forme durant la filtration sous-vide, en fonction des concentrations des différents flocculants.

L'augmentation de la concentration des polyélectrolytes provoque une augmentation de la siccité du gâteau de filtration excepté le polymère anionique sedipur AF102.

Le conditionnement avec le jus de cactus *Opuntia ficus indica* augmente la siccité, elle atteint la valeur de 24 % pour la dose de 0,8 g/ kg MS en le biomatériau. Pour la même concentration en chimfloc C4346, la siccité atteint la valeur de 21 % et la valeur de 21,19 % pour la concentration de 1,2 g/ kg de sedipur NF400.

Au-delà de la concentration de 0,8 g/ kg de matière sèche en jus de cactus, la siccité commence à diminuer, le gâteau obtenu est plus humide et visqueux dû à l'augmentation de la teneur en jus de cactus qui est lui même de nature visqueuse.

Les sels minéraux aussi provoquent une augmentation de la siccité, elle atteint la valeur maximale de 25 et 23 % pour la dose de 80 g/ kg de sulfate d'aluminium et de chlorure ferrique. On remarque que le jus de cactus donne des valeurs de siccité comparable aux sels minéraux à une dose optimale qui est le centième des doses optimales du Al_2SO_4 et $FeCl_3$, ce qui est économiquement très intéressant.

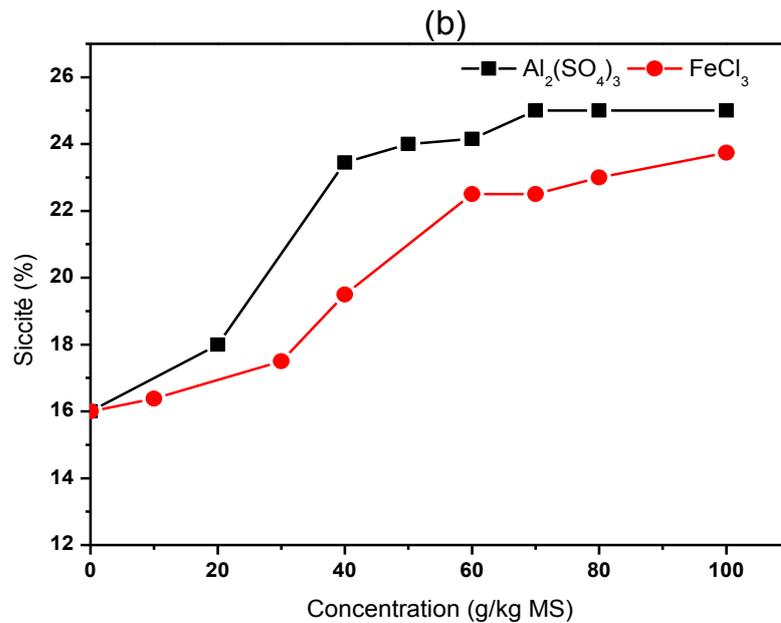
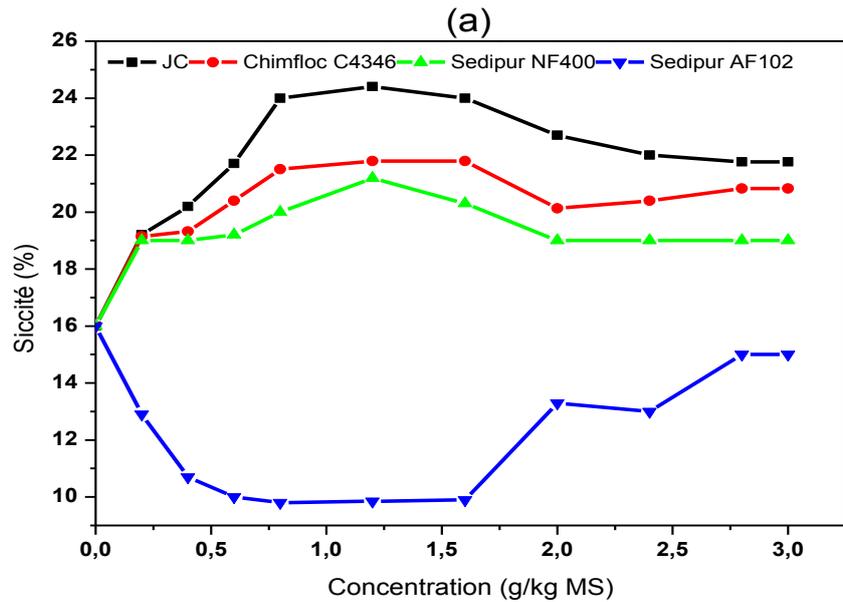


Figure V.3 : Variation de la siccité du gâteau de filtration en fonction des doses des flocculants (a) polyélectrolytes et JC (b) sels minéraux

IV.3. Calcul de la résistance spécifique à la filtration (RSF)

La résistance spécifique à la filtration est un important paramètre pour évaluer l'efficacité du conditionnement durant le processus de filtration. La figure V.4 représente la variation de la RSF en fonction de la concentration des flocculants.

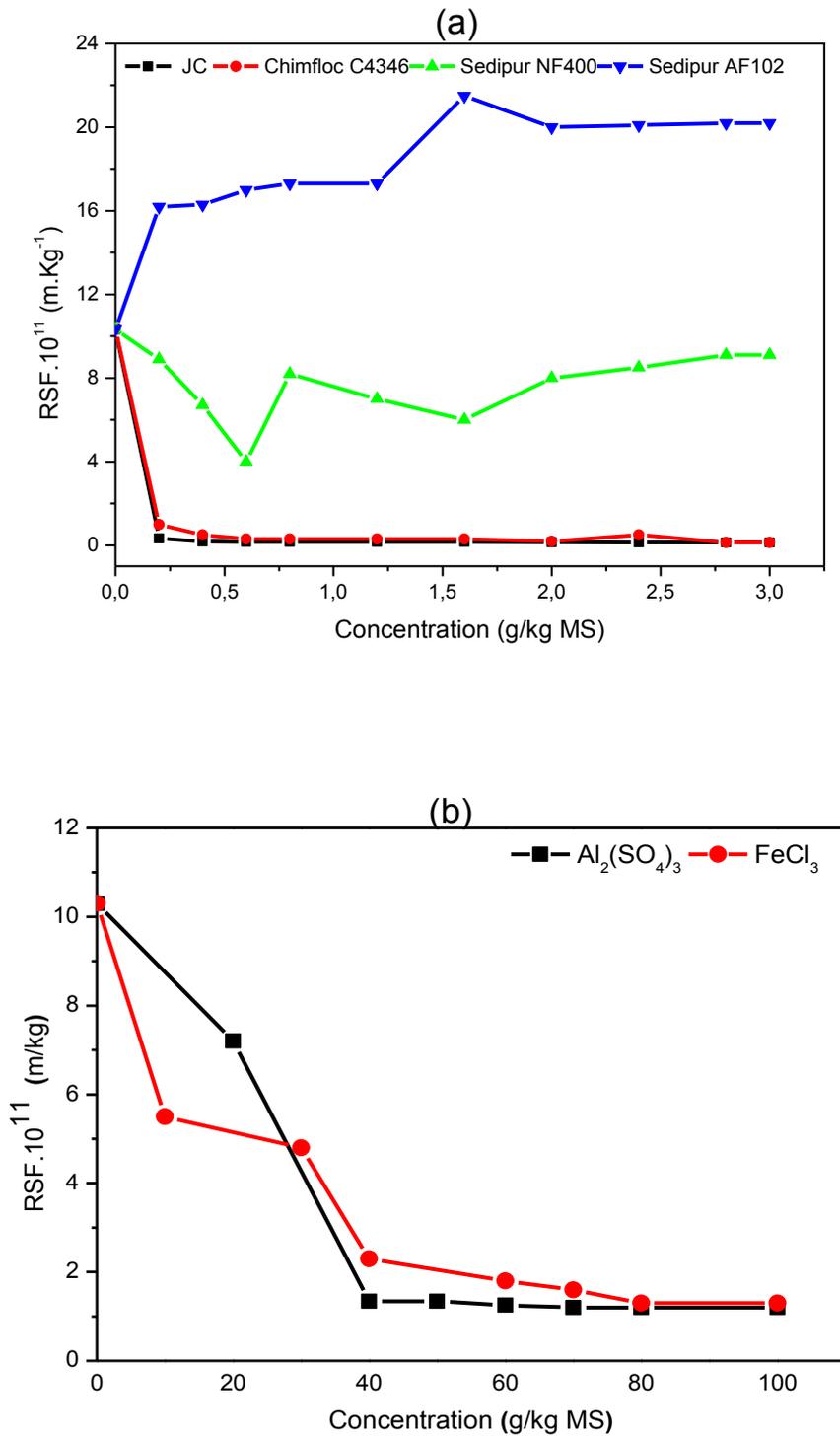


Figure V.4 : Variation de la RSF en fonction de la concentration de
 (a) les polyélectrolytes et le JC et (b) les sels minéraux

La meilleure réduction de la RSF est obtenue en utilisant le jus de cactus et le polymère cationique chimfloc C 4346 (figure V.4a). Elle atteint $0,17 \cdot 10^{11}$ m/ kg pour la dose de 0,4 g/ kg MS pour ces deux flocculants. Le polymère non-ionique sedipur NF400 provoque une faible diminution de la RSF tandis que le polymère anionique cause une augmentation de la résistance spécifique à la filtration due à la formation d'un film visqueux sur le filtre.

Pour les sels minéraux (figure V.4b), une bonne réduction de la RSF est obtenue en utilisant le 40 g/kg MS de sulfate d'aluminium, et de chlorure ferrique. Elle atteint la valeur minimale de $1,3 \cdot 10^{11}$ m/ kg pour la dose 80 g/ kg MS pour les deux sels.

Les résultats de la RSF obtenus démontrent un lien étroit avec la siccité et la turbidité et une corrélation entre ces paramètres.

Le Tableau (V.5) présente une comparaison des doses optimales des flocculants et des valeurs optimales obtenues en termes de turbidité du filtrat, de la siccité du gâteau de filtration et la résistance spécifique à la filtration.

Tableau V.5 : Comparaison des doses optimales et de l'efficacité des différents flocculants.

Flocculant	Dose optimale (g/ kg)	Turbidité résiduelle (NTU)	Siccité %	RSF $\cdot 10^{-11}$ (m/ kg)
Jus de cactus	0,8	2,2	24	0,17
Chimfloc C 4346	0,8	1,5	21,5	0,3
Sedipur NF 400	1,2	4,5	21,19	7
Sedipur AF 102	2,4	14,93	13	20,1
FeCl ₃	60-70	2,2	23	1,3
Al ₂ (SO ₄) ₃	60-70	2,5	24,15	1,25

Le jus de cactus, *Opuntia ficus indica*, utilisé pour la première fois en conditionnement des boues des STEP, a donné de très bons résultats tout a fait comparables au polymère cationique chimfloc C4346. Il a permis de diminuer la

RSF à la valeur très basse de $0,17 \cdot 10^{11}$ m/ kg et d'augmenter la siccité à 24 %, résultats non atteint par les autres polymères. Il est aussi efficace que les chlorures de fer et sulfate d'aluminium en terme de siccité et de turbidité à une faible concentration (0,8 g/ kg MS) par rapport la concentration du sulfate d'aluminium et le chlorure ferrique (60-70 g/ kg MS).

Le polymère anionique chimfloc AF102 n'a pas donné des résultats satisfaisants. A la concentration optimale (2.4 g/ kg MS), la turbidité est de 14,93 NTU tandis que la siccité est la RSF sont respectivement 13 % et $20,1 \cdot 10^{11}$ m/ kg.

Ces premiers résultats du conditionnement montrent que le jus de cactus *Opuntia ficus indica* peut être un excellent alternatif aux produits chimiques habituellement utilisées dans les STEP, tout en présentant beaucoup plus d'avantages pour l'environnement.

IV.4. Activité coagulante du jus de cactus sous différentes formes et différentes fractions

L'activité coagulante (A) du jus de cactus *Opuntia ficus indica* a été mesurée sous les différentes formes du biomatériau (liquides et solides) et ses différentes fractions extractibles. Elle correspond au pourcentage de l'abatage de la turbidité du filtrat de la boue après conditionnement avec les fractions extraites et les différentes formes du jus de cactus. Elle a été calculée en utilisant la formule (V.1) :

$$\text{Activité coagulante (A)\%} = \frac{T_i - T_f}{T_i} \cdot 100 \dots (V.1)$$

Avec :

T_i : Turbidité du filtrat de la boue non-traitée

T_f : Turbidité du filtrat de la boue conditionnée

Si : $A < 30$ *activité absente*

$A > 30$ activité présente

Les résultats sont présentés dans le tableau V.6

Tableau V.6 : Activité coagulante du jus de cactus

		Turbidité finale (T_f) NTU	A (%)
Formes	Brute	0,75	92,5 présente
	Poudre	5,34	46,6 présente
Faction	Glucides	2,2	78 présente
	Lipides	8,84	11,6 absente
	protéines	7,75	22,5 absente

La fraction extraite avec le méthanol représente les glucides, le sulfate d'ammonium a été utilisé pour extraire les protéines et la troisième partie extraite avec l'éther de pétrole correspond aux lipides

L'activité coagulante est présente pour les deux formes du jus de cactus utilisées. Elle est de 92,5 % pour le jus de cactus brut et elle diminue à 46,6 % pour le jus de cactus sous forme de poudre et nous avons noté une coloration jaune du filtrat.

Cette diminution de l'abatage de la turbidité est attribuée à la perte ou la dégradation de l'agent coagulant du jus de cactus lors de la préparation de la poudre. En effet la préparation de la poudre de jus de cactus se fait par déshydratation du jus à 60°C pendant 3 jours.

Pour les fractions extractibles avec les différents solvants, l'activité coagulante est présente pour les glucides, l'abatage de la turbidité est de 78 %. Tandis qu'elle est absente dans les boues conditionnées avec les lipides et les protéines.

Les résultats obtenus montrent que l'agent coagulant se trouve dans la fraction extraite avec le méthanol, le mucilage. Il est majoritairement composé de glucides et d'acide galacturonique, ce dernier a été rapporté par plusieurs études comme étant l'agent coagulant de *Opuntia ficus indica*.vce qui nous laisse suggérer que

l'agent coagulant est un polysaccharide dont la solubilité dans l'eau augmente son degré de polymérisation.

IV.6. Influence du pH sur le conditionnement avec le jus de cactus et mécanisme réactionnel

Les résultats obtenus nous ont poussé à étudier l'influence du pH de la boue sur les propriétés coagulantes et floculantes du jus de cactus à la dose optimale de 0.8 g/kg MS. L'ajustement du pH est fait avec de l'acide organique (CH_3COOH) 1M et le NaOH 1M.

La figure (V.5) représente la variation de la turbidité du filtrat de la boue, la siccité et la RSF du gâteau de filtration en fonction du pH.

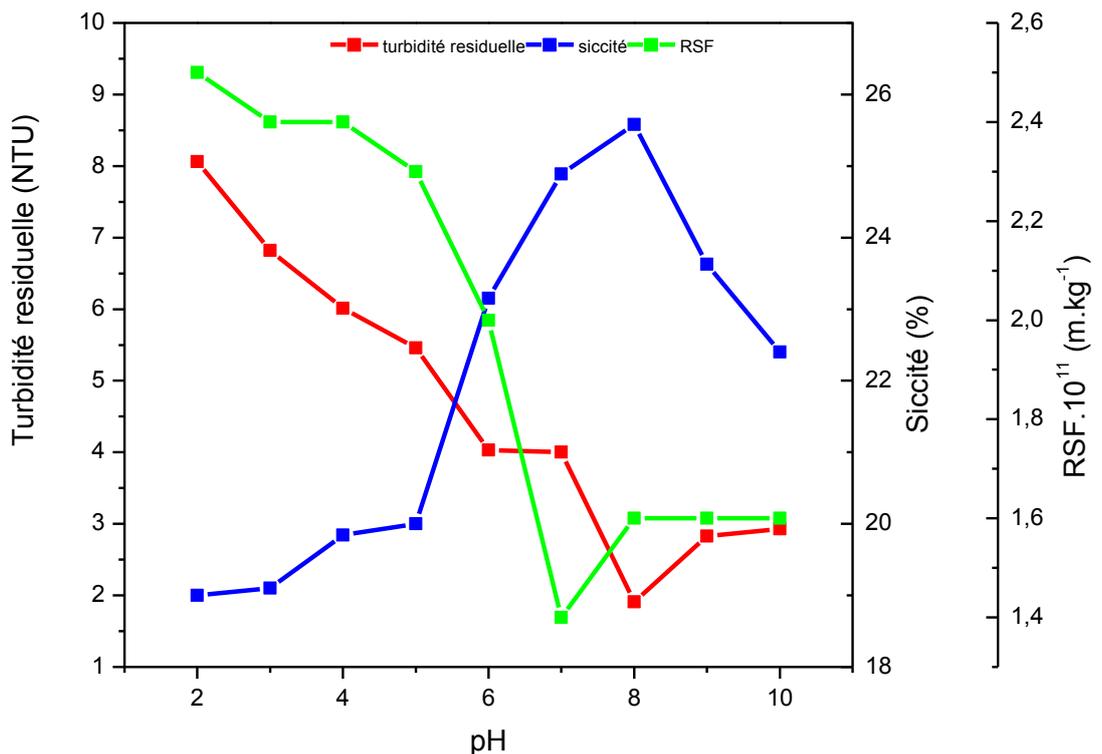


Figure V.5 : Influence du pH sur la turbidité résiduelle du filtrat, la siccité et la RSF.

Une augmentation du pH de 2 à 7 entraîne une diminution rapide de la turbidité du filtrat et de la RSF tandis que la siccité du gâteau de filtration augmente. Les trois

paramètres atteignent des valeurs optimales pour un pH compris entre 7-8. Dans cet intervalle de pH, le jus de cactus est très efficace pour le conditionnement des boues et donne les meilleurs résultats en termes de turbidité du filtrat, de siccité et RSF du gâteau de filtration qui sont respectivement 1,7 NTU, 25 % et $1,5 \cdot 10^{11}$ m/ kg. Au-delà du pH =8, on assiste à un début de baisse de la siccité et augmentation de la turbidité et la RSF.

Une expérience similaire a été réalisée par Miller et al. [70] sur une eau synthétique turbide, les résultats obtenus montre que le cactus *Opuntia ficus indica* est performant dans un intervalle de 8 à 10 pour une eau chargée en électrolytes tandis que pour une eau exempte d'électrolyte le pH de la meilleure efficacité du cactus *Opuntia ficus indica* augmente à 10. Ces résultats s'expliquent par le fait que l'absence des électrolytes susceptible de compresser la double couche des particules colloïdales laisse ces dernières très stables grâce aux forces de répulsion électrostatique qui augmente et donc provoque une coagulation et agrégation de ces particules devient difficile.

Les quatre mécanismes de coagulation-floculation sont la floculation par précipitation, l'adsorption et le pontage des particules colloïdales, la neutralisation des charges et la compression de la double couche.

La compression de la double couche est provoquée par la présence d'espèces cationiques qui vont induire une compression de la double couche (en particulier la couche diffuse) vers la particule, il en résulte une déstabilisation des colloïdes et une diminution des forces de répulsion électrostatique ce qui va permettre aux colloïdes de se rapprocher suffisamment pour que les forces d'attraction de Van Der Waals l'emportent.

La floculation par précipitation ou bien l'encapsulation dans le précipitât est un phénomène du à l'emprisonnement des particules colloïdales au sein du coagulant formant ainsi un grand floc décantable et fragile. La floculation par la neutralisation des charges se produit quand les particules en suspension s'adsorbent à la surface du coagulant qui porte une charge opposée à celle des particules colloïdales, ces dernières étant généralement négatives donc la charge

du coagulant est positive. Les particules neutralisées forment un petit floc solide et ferme par rapport au mécanisme précédent.

Les phénomènes de floculation par précipitation et par neutralisation des charges sont en générale observés lors du traitement des eaux et des boues par les sels de sulfates d'aluminium et la réalisation de l'un ou de l'autre mécanisme dépend fortement du pH de la solution traitée. Le pH de l'eau doit se situer dans une plage où la solubilité du coagulant est minimale pour pouvoir précipiter et doit posséder une charge positive pour pouvoir attirer les colloïdes chargés négativement. S'ensuit alors un phénomène d'adsorption du colloïde sur le précipité formé. Les précipités vont donc se développer autour de ses « noyaux colloïdaux » qui vont permettre de faire grossir plus rapidement le floc en les « emprisonnant » mécaniquement dans un enchevêtrement tridimensionnel de précipité. La présence d'impuretés de type colloïdal accélère ainsi la formation du floc et donc la floculation. Ce phénomène se nomme couramment la coagulation par balayage.

Le dernier mécanisme de coagulation-floculation est l'adsorption et le pontage des particules colloïdales. Il est observé dans le cas où le coagulant forme une chaîne capable de se lier aux particules et former des floccs.

Afin de déterminer le mécanisme de coagulation et floculation du jus de cactus *Opuntia ficus indica*, nous avons procédé à un conditionnement de la boue de Béni-Messous qui a un pH= 7,2 avec différentes concentrations du jus de cactus. Notons que cette valeur de pH est comprise dans l'intervalle de l'efficacité maximale du jus de cactus. Nous avons par la suite mesuré le potentiel zéta et la conductivité du filtrat de la boue, les résultats sont présentés dans figure V.6.

On remarque que la variation de la concentration du jus de cactus de 0 à 0,6 g/kg MS entraîne une diminution simultanée du potentiel zéta et de la conductivité du filtrat de la boue à des valeurs de -20 mV et 3 mS/cm, cette étape est suivie par une phase de stabilisation de la conductivité et du potentiel zéta pour les concentrations entre 0,6 et 2 g/ kg MS. A partir des doses supérieures à 2 g/ kg MS, le potentiel zéta et la conductivité commencent à augmenter en fonction de la concentration du jus de cactus.

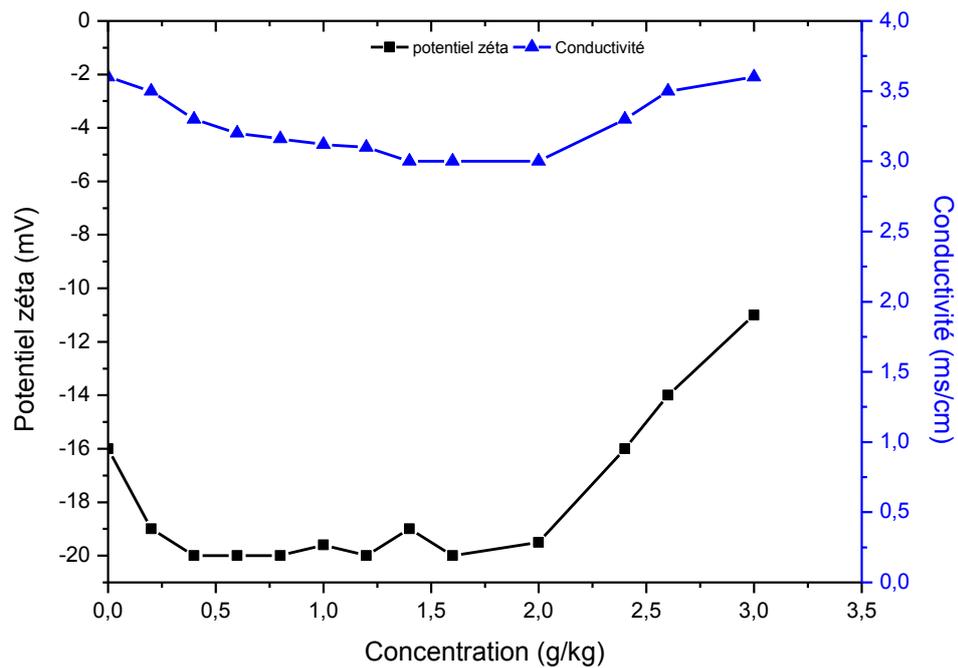


Figure V.6: Variation du potentiel zéta et de la conductivité du filtrat en fonction de la concentration du jus de cactus.

Une expérience similaire a été réalisée par Ndabigengesere et al. [52] sur une suspension de kaolin traitée avec un extrait de graine de *Moringa oleifera*. Les résultats de leur étude laissent suggérer que le mécanisme réactionnel de la *Moringa oleifera* est la neutralisation des charges vu que le potentiel zéta des particules de kaolin augmente en fonction de l'augmentation de la concentration de la *Moringa oleifera* jusqu'à atteindre une valeur nulle à la dose optimale en coagulant, or ce phénomène n'a pas été observé dans notre cas. Le potentiel zéta (figure V.6) reste négatif tout au long des ajouts successifs en jus de cactus ce qui laisse suggérer que le mécanisme réactionnel est autre que la neutralisation des charges. Les particules colloïdales des boues sont connues pour avoir une charge de surface négative et le jus de cactus possède un point isoélectrique de 4 ce qui lui confère une charge de surface négative à un pH de la boue de 7,2, malgré ces conditions, il est capable d'atteindre un taux d'abattement de la turbidité de 92,5 % à ce pH, prouvant ainsi que les forces de répulsion électrostatique entre ces deux charges négatives ne sont pas assez forte pour empêcher la déstabilisation et

l'agrégation des particules. On en déduit alors que le mécanisme de coagulation-floculation ne peut être la neutralisation des charges.

La floculation par précipitation est peu probable vu la corrélation positive remarquée entre la turbidité initiale et la dose optimale du jus de cactus, En plus de l'inefficacité du conditionnement lors du surdosage en jus de cactus. Pour que la floculation par précipitation soit efficace, il faut que les particules puissent se rencontrer afin de s'agglomérer en floes de plus en plus gros autrement dit une boue à turbidité initiale élevée nécessite moins de coagulant qu'une boue à turbidité plus petite.

Les deux mécanismes restant sont l'adsorption et le pontage des particules colloïdales et la compression de la double couche. Dans notre cas le mécanisme le plus probable s'avère être le pontage des particules colloïdales vu que le mécanisme de la coagulation par compression de la double couche est lui aussi exclue. la conductivité du filtrat connaît une légère baisse de 3,5 à 3 ms/ cm en fonction de l'augmentation de la concentration du jus de cactus jusqu'à 2 g/ kg MS, ce qui indique que non seulement l'ajout du jus de cactus qui contient naturellement des cations n'a pas apporté d'ions capables de compresser la double couche des particules colloïdale mais aussi la diminution de la conductivité du filtrat indique la disparition d'ions. En effet, on remarque sur la figure 15 que la diminution de la conductivité est accompagnée d'une diminution simultanée du potentiel zéta ce qui indique que l'augmentation de la concentration du jus de cactus provoque la disparition d'ions cationiques qui compressaient la double couche des particules colloïdales dans le filtrat de la boue. Ces ions sont sûrement impliqués dans le mécanisme de coagulation et floculation.

Le jus de cactus contient des quantités importantes de sucres et d'acide galacturonique, ce dernier a été rapporté par plusieurs auteurs comme étant l'élément coagulant dans le mucilage du cactus *Opuntia ficus indica* [70]. Le mécanisme proposé par ces études est l'adsorption et le pontage des particules colloïdales par des forces électrostatiques sur l'oxygène de la fonction carboxylique de l'acide galacturonique si la particule est cationique ou bien avec l'hydrogène des fonction hydroxyde de l'acide si la particule est anionique, ce

même mécanisme a été proposé par Theodoro et al. [177] en utilisant le jus de cactus *Opuntia ficus indica* pour éliminer le Pb^{2+} des eaux usées.

Dans notre cas nous proposons un autre mécanisme assez proche du pontage qui est la séquestration des particules colloïdales. Le mécanisme est illustré dans la figure V.7 :

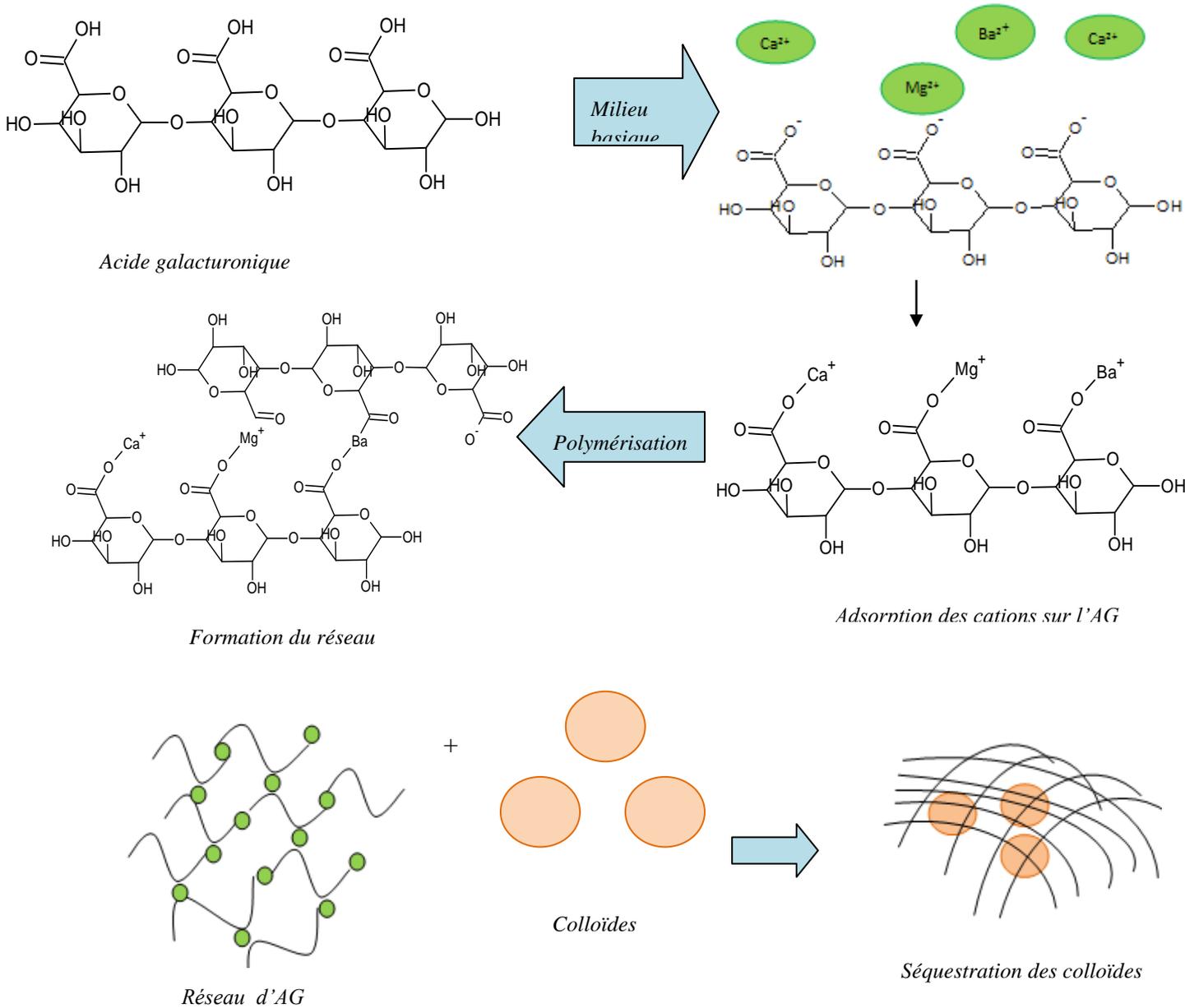


Figure V.7 : Mécanisme de coagulation et floculation du jus de cactus à l'aide de l'acide galacturonique

L'acide galacturonique perd l'hydrogène de la fonction carboxylique en milieu basique ce qui lui confère une charge négative. La déprotonation de l'acide galacturonique permet aux cations bivalents de se lier à la fonction carboxylique de l'acide galacturonique formant ainsi dans une réaction de polymérisation un réseau capable d'emprisonner les particules colloïdales. Ce phénomène explique la diminution de la conductivité du filtrat de la boue et du potentiel zéta. Par contre les cations monovalents ne peuvent se qu'avec un seul agent coagulant en raison de leur monovalence.

L'augmentation de la conductivité et du potentiel zéta pour des doses de jus de cactus supérieures à 2 g/ kg MS est due à l'apport important en ions par le jus de cactus. Cependant, nous avons vu précédemment l'inefficacité du conditionnement avec le jus de cactus au delà d'une concentration de 1,2 g/kg MS (surdosage). Un surdosage en jus de cactus, par conséquent en acide galacturonique, inhibe les cations bivalents présents dans la boue, ces derniers ne peuvent lier que deux chaînes de l'agent coagulant et ne peuvent former de réseau pour séquestrer les particules colloïdales (figure V.8) :

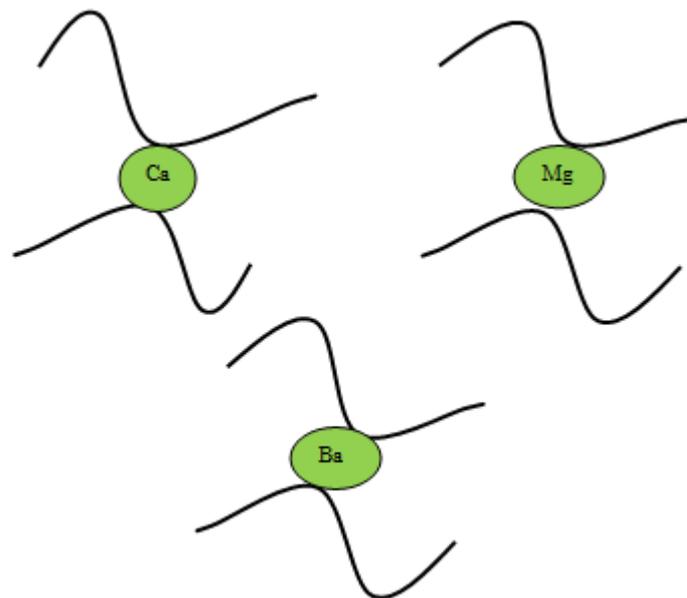


Figure V.8 : Saturation en acide galacturonique lors du surdosage en jus de cactus

CHAPITRE VI : RHEOLOGIE DE LA BOUE CONDITIONNEE, ANALYSE DES RESULTATS

Dans cette étude le suivie du conditionnement des boues avec les différents coagulants s'est fait en observant l'évolution de la siccité et de la résistance spécifique à la filtration du gâteau de filtration ainsi que de la turbidité du filtrat. Les propriétés rhéologiques des boues conditionnées ont été déterminées. Cette mesure permet de caractériser la texture de la matrice et utiliser les paramètres rhéologiques pour suivre et optimiser le conditionnement.

I. Test de dépendance au temps

Afin d'éliminer la surface d'hystérésis un test de dépendance au temps est réalisé pour obtenir une superposition des rhéogrammes du balayage de l'aller et celui du retour pour chaque échantillon. Toutes les mesures rhéologiques ont été effectuées pour la boue de la STEP de Béni-Messous et celle de la STEP de Reghaia conditionnées avec les différents flocculants utilisés précédemment.

Le test de dépendance au temps a pour but de définir le temps d'équilibre et dans cette étude de vérifier le caractère thixotrope des boues. Il permet de déterminer la dépendance au temps de la viscosité apparente en imposant une vitesse de cisaillement. Le temps d'équilibre est le temps à partir du quel la viscosité est constante.

Ce teste est réalisé en trois étapes. Ces étapes sont décrites dans le tableau VI.1

Tableau VI.1 : Protocol du teste de dépendance au temps.

Etape	Vitesse imposée à l'échantillon de boue (s^{-1})	Durée (s)	Mode d'accélération
1	0,01	200	linéaire
2	1	100	linéaire
3	0,01	200	linéaire

La figure (VI.1) représente la variation de la viscosité de la boue en fonction du temps à cisaillement imposé.

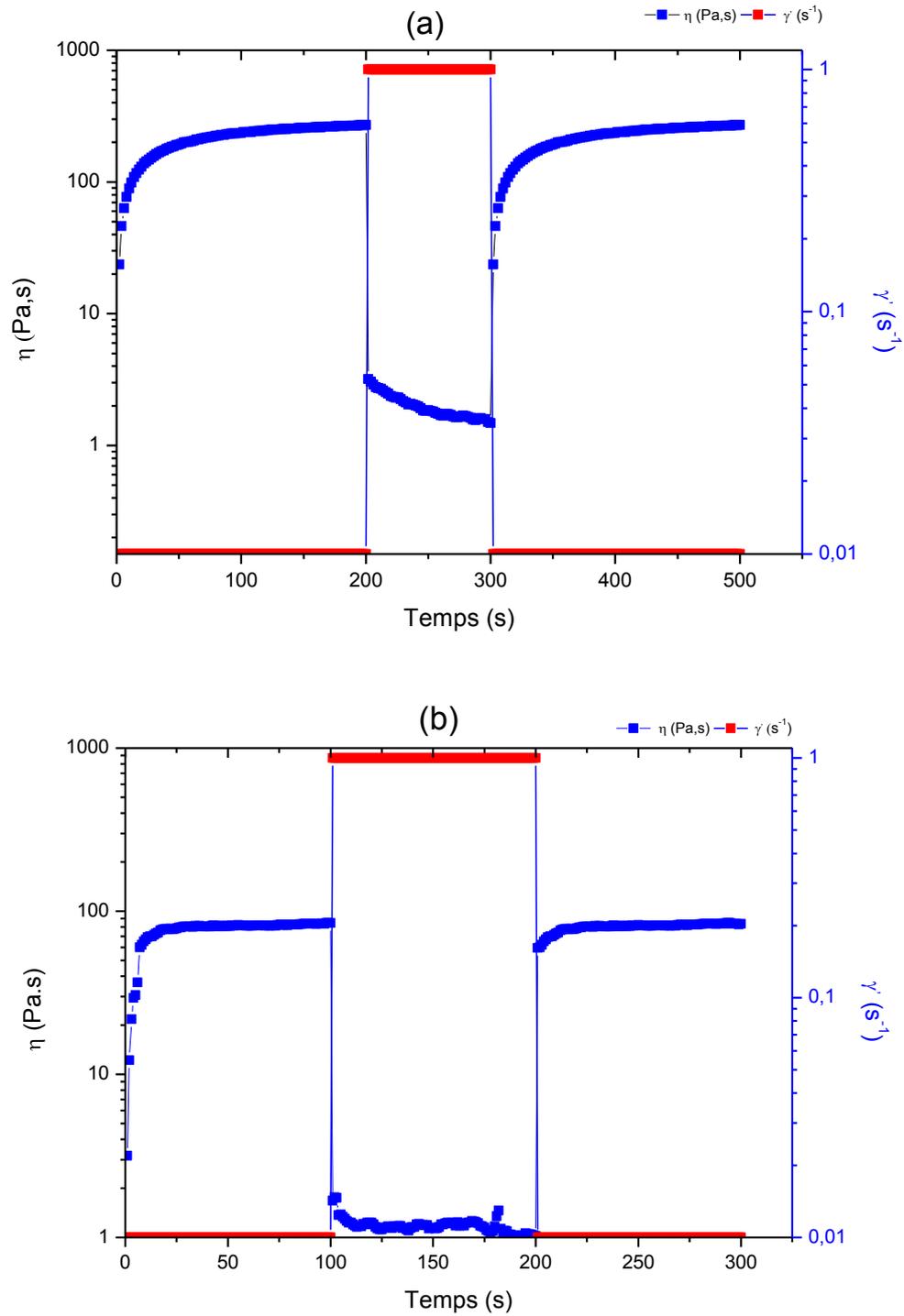


Figure VI.1: Test de dépendance au temps pour la boue (a) Béni-Messous (b) Reghaia

L'augmentation de la vitesse de cisaillement provoque une diminution de la viscosité (2^{ème} étape), cette dernière revient à l'état initial dès la diminution de la contrainte appliquée, confirment ainsi le caractère thixotrope de la boue.

Dans les deux cas de la boue de Béni-Messous et celle de Reghaia, Dans la première étape, l'application d'un cisaillement provoque une augmentation de la viscosité pendant un temps $t = 56$ s pour la boue de Béni-Messous et $t = 20$ s pour la boue de Reghaia, à partir du quel elle devient constante et atteint la valeur d'environ 200 et 77 Pa.s, respectivement. Ce temps correspond exactement au temps nécessaire à la boue pour passer d'un état de liquide très visqueux à l'état de liquide moins visqueux. Il s'agit donc d'une variation de viscosité dans laquelle le temps de la contrainte intervient : une contrainte appliquée ne peut provoquer le passage à l'état liquide qu'après un certain temps.

Dans la deuxième étape l'augmentation de la vitesse de cisaillement provoque une diminution progressive de la viscosité de la boue, elle devient quasi-constante et atteint les valeurs respectives de 1,7 et 1,23 Pa.s après un temps $t = 56$ s pour la boue de Béni-Messous et un temps $t = 20$ s pour la boue de Reghaia.

Dans la troisième et dernière étape pour un même taux de cisaillement que lors de la première étape est appliqué, les viscosités augmentent progressivement en fonction de la diminution de la vitesse de cisaillement. Elles retrouvent leurs valeurs initiales du début du test (environ 200 et 77 Pa.s).

Le même temps nécessaire observé dans les étapes précédentes est retrouvé dans ces dernières étapes pour la stabilisation des viscosités des deux boues.

Ces valeurs de temps nécessaire aux viscosités des boues pour se stabiliser pour chaque valeur de vitesse de cisaillement appliquée ($t = 56$ s dans le cas de la boue de Béni-Messous et $t = 20$ s pour la boue de Reghaia) est le temps d'équilibre (t_{eq}). Ce test est effectué pour chaque échantillon de boue brute et conditionnée

II. Mesures rhéologiques

III.1. Définition des paramètres viscosité apparente (η_{app}) et contrainte (τ)

La Figure (VI.2) présente les rhéogrammes $\tau = f(\dot{\gamma})$ et les variations de viscosité apparente ($\eta_{app} = \tau / \dot{\gamma}$) en fonction des vitesses de cisaillement, obtenus pour des échantillons de boue brute de la STEP de Béni-Messous et de la STEP de Reghaia.

Le protocole employé consiste en l'application d'une montée suivie d'une descente linéaire en vitesse de cisaillement de 0.01 à 1000 s⁻¹.

La valeur de la contrainte de cisaillement (τ) augmente avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement appliquée pour les deux boues. L'allure des deux rhéogrammes indique que la boue de Béni-Messous et Reghaia ont un comportement rhéologique de type rhéofluidifiant avec une contrainte critique d'écoulement de 0,71 Pa pour la boue de Béni-Messous à 0,04 Pa pour la boue de Reghaia. On remarque aussi que la boue de Reghaia est moins visqueuse que la boue de Béni-Messous.

La viscosité apparente de la boue à l'état initial diminue rapidement avec l'augmentation de la vitesse de cisaillement. L'évolution de la viscosité des boues met en évidence un comportement rhéologique non newtonien et confirme sont type rhéofluidifiant. Cependant au-delà d'une vitesse de cisaillement de 200 s⁻¹ pour la boue de Béni-Messous et 150 s⁻¹ pour la boue de Reghaia, les courbes représentants la viscosité apparente se stabilisent progressivement et tendent vers une asymptote. La valeur de viscosité ainsi obtenue, définit la viscosité limite, noté η_{∞} traduisant sur cette gamme de vitesses (>200 s⁻¹ et >150 s⁻¹) un comportement pseudo-newtonien. Elle peut être définie comme la viscosité correspondante à la dispersion maximale des floccs sous l'influence de la vitesse de cisaillement appliquée.

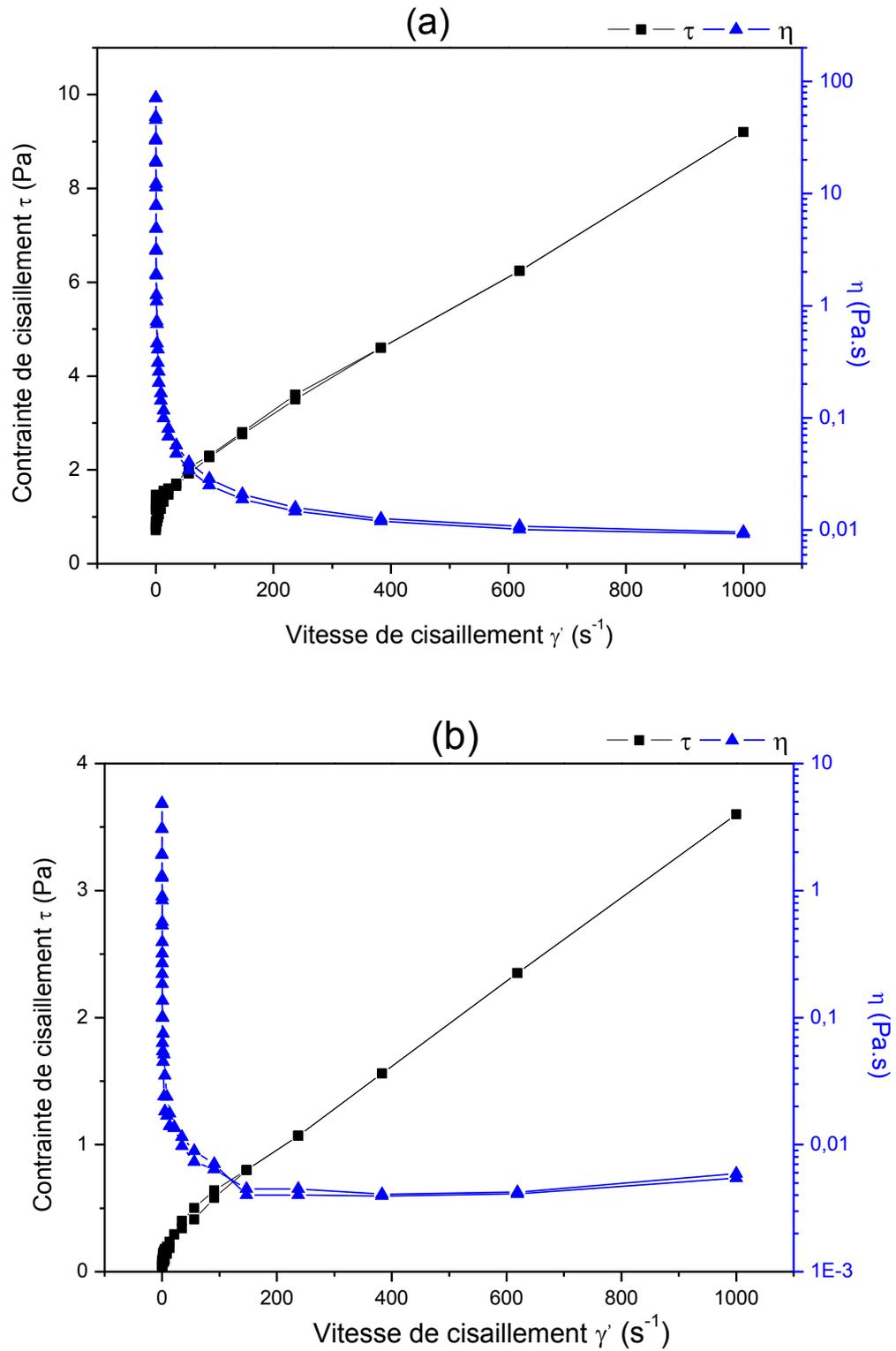


Figure VI.2: Rhéogrammes $\tau = f(\dot{\gamma})$ et évolution de la viscosité apparente ($\eta_{\text{app}} = \tau / \dot{\gamma}$) avec la vitesse de cisaillement (a) boue Béni-Messous (b) boue de Reghaia

II.2. Exploitation des rhéogrammes

L'évolution de la contrainte seuil à l'écoulement et la viscosité apparente de la boue sont mieux appréciés à l'aide d'une modélisation des rhéogrammes expérimentaux avec un modèle rhéologique. Considérant le type d'écoulement des boues en fonction de la gamme de vitesses imposées, le modèle de Casson pour analyser les rhéogrammes des deux boues semble le mieux adapter.

La Figure (VI.3) présente, la comparaison entre le rhéogrammes théorique calculé à partir du modèle mathématique de Casson, et le rhéogramme expérimental des deux boues.

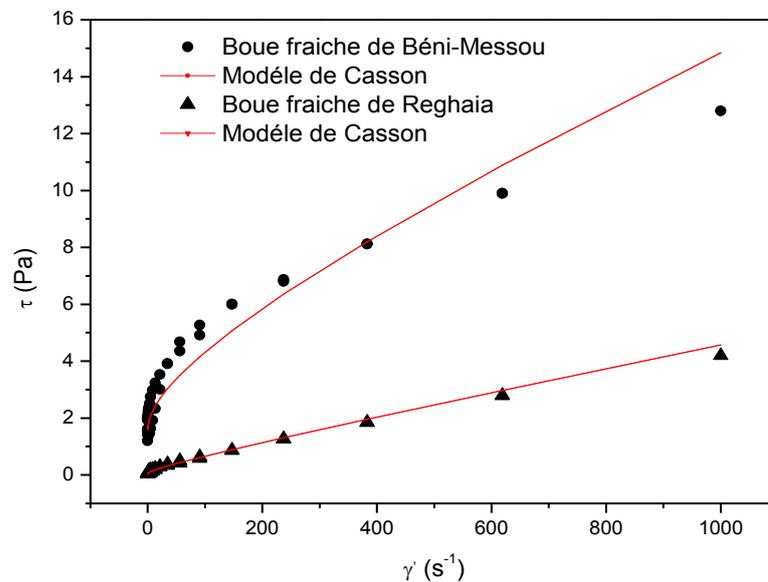


Figure VI.3 : Comparaison du modèle de Casson avec le rhéogramme de la boue fraiche de Béni-Messous et de Reghaia

Les courbes de la Figure (VI.3) montrent une bonne concordance entre le modèle choisi et les valeurs expérimentales des rhéogrammes des boues. Un léger écart est enregistré entre le modèle de Casson et la courbe expérimentale de la boue de Béni-Messous pour les grandes vitesses de cisaillement ($>$ à $600 s^{-1}$).

La modélisation en utilisant le modèle de Casson a permis de déterminer les paramètres rhéologiques caractérisant l'écoulement de la boue conditionnée, à

savoir la contrainte (τ_c), qui correspond à la contrainte seuil d'écoulement et la viscosité (η_c) de Casson, qui correspond à la viscosité limite de la boue.

II.3. Présentation des rhéogrammes de la boue de Béni-Messous

Les mesures rhéologiques sont réalisées sur des échantillons de boue de Béni-Messous conditionnés avec les différents coagulants-floculants précédemment utilisés. La figure (VI.4) présente les rhéogrammes $\tau = f(\dot{\gamma})$ de la boue de Béni-Messous conditionné avec différentes doses des coagulants étudiés à savoir le polymère cationique chimfloc C4346, sedipur NF400, le jus de cactus et les sels minéraux FeCl_3 et $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$.

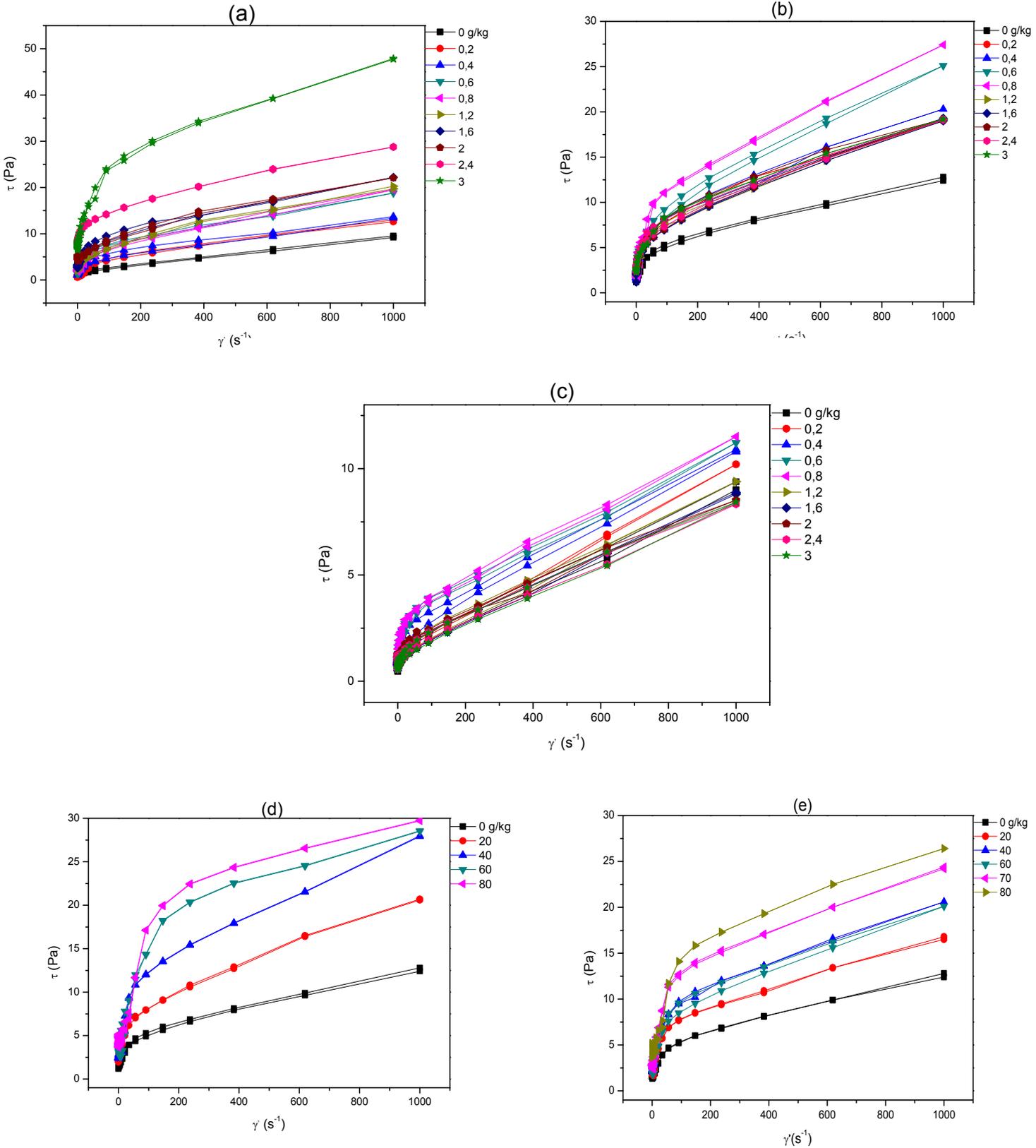


Figure VI.4 : Evolution des rhéogrammes de la boue de Béni-Messous conditionné avec (a) chimfloc C4346 (b) sedipur NF400 (c) le jus de cactus (d) FeCl₃ (e) Al₂(SO₄)₃

On constate que le comportement rhéologique rhéofluidifiant à contrainte seuil de la boue est toujours présent. La figure montre l'influence de la concentration des coagulants sur la contrainte seuil à l'écoulement de la boue. On observe une croissance des rhéogrammes en fonction de l'augmentation des coagulants.

Sur la figure (VI.4a), on remarque la dépendance des rhéogrammes à l'augmentation de la concentration du polymère cationique chimfloc C4346. La contrainte seuil à l'écoulement atteinte est maximale à la dose 3 g/ kg MS en ce polymère

Le premier ajout du coagulant non-ionique sedipur NF400 (0,2 g/ kg de MS) provoque une augmentation de la contrainte seuil d'écoulement de la boue et une croissance du rhéogramme correspondant (figure VI.4b). La dose suivante (0,4 g/ kg de MS) n'a pas une grande influence sur le rhéogramme correspondant, ce dernier est pratiquement superposé sur le rhéogramme de la concentration précédente.

A partir de la concentration 0,6 g/ kg de MS du polymère sedipur NF400, l'augmentation de la contrainte seuil et des rhéogrammes est appréciable jusqu'à la dose 0,8 g/ kg de MS au delà de cette concentration la contrainte seuil commence à diminuer et vient se superposer sur le premier faisceau de courbe.

L'évolution des rhéogrammes de la boue conditionnée avec différentes concentrations de jus de cactus est présentée dans la figure (VI.4c). Contrairement aux autres coagulants, la variation des rhéogrammes pour le jus de cactus est peu importante. Cependant, jusqu'à la dose de 0,8 g/ kg MS en jus de cactus, la contrainte seuil à l'écoulement augmente. Au delà cette valeur, l'augmentation de la concentration du jus de cactus provoque l'effet contraire.

Les figures (VI.4d) et (VI.4e) montrent l'évolution des rhéogrammes de la boue conditionnée respectivement avec le chlorure ferrique (FeCl_3) et ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$). Il est clairement remarquable que l'augmentation de la concentration des sels minéraux provoque une augmentation de la contrainte seuil de l'écoulement de la boue ainsi que celui de la viscosité apparente.

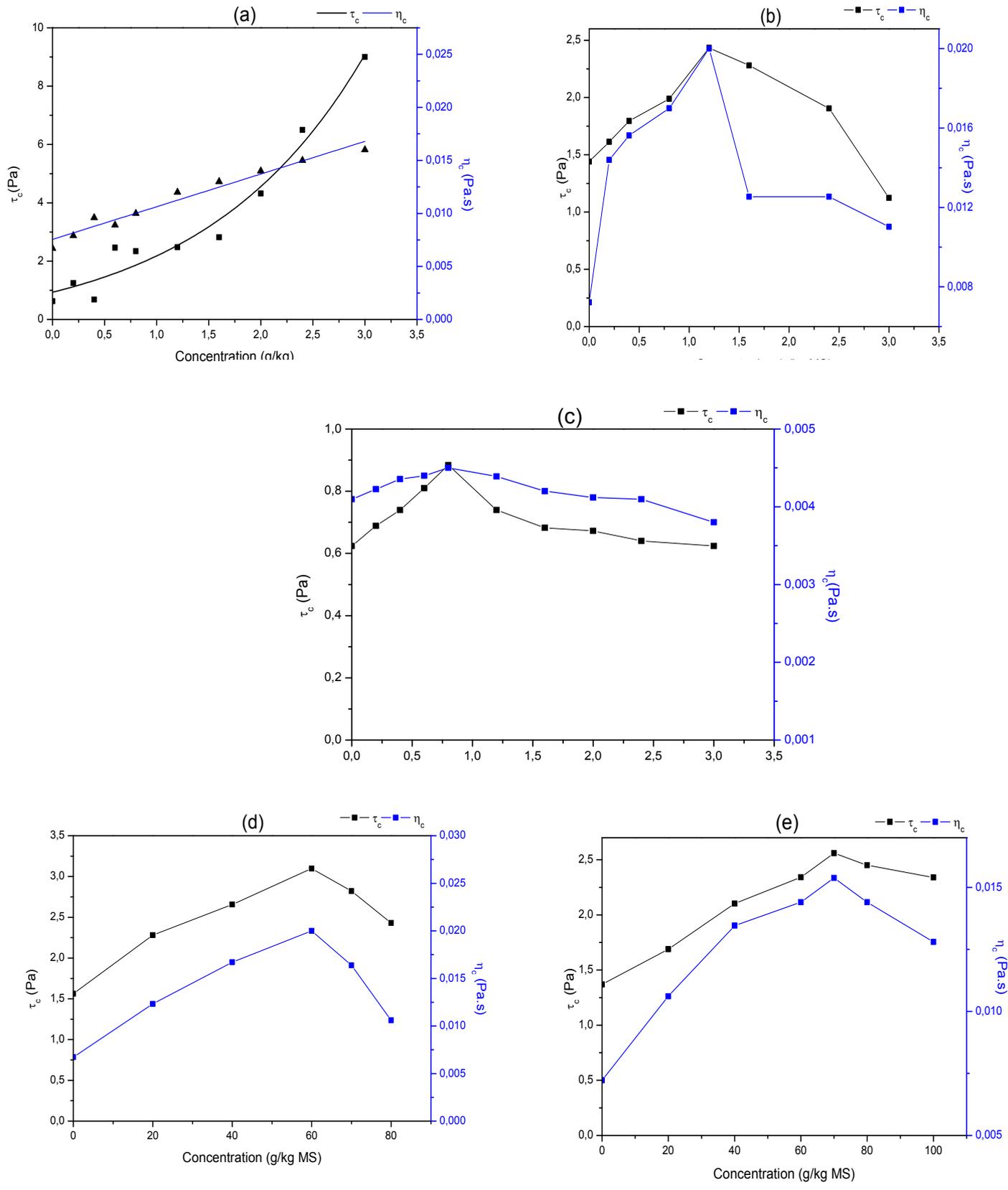


Figure VI.5: Variation de τ_c et η_c de la boue en fonction de la concentration de (a) chimfloc C4346 (b) sedipur NF400, (c) jus de cactus, (d) FeCl₃, (e) Al₂(SO₄)₃

La variation de la contrainte seuil à l'écoulement (τ_c) et la viscosité de Casson (η_c) en fonction de la concentration des coagulants. Les résultats sont présentés dans la figure (VI.5).

Sur l'ensemble des figures, on remarque que la concentration croissante des coagulants provoque une augmentation plus ou moins importante de la contrainte et la viscosité de Casson. A l'exception pour chimfloc C4346 (figure VI.5a), les paramètres rhéologiques τ_c et η_c connaissent un maximum à la concentration optimale de chaque coagulant et à partir de ces concentrations, τ_c et η_c commencent à diminuer. Seul le polymère cationique chimfloc C4346 provoque une augmentation continue de deux paramètres de Casson.

Sur la figure (VI.5c), on peut voir que la variation de la contrainte et la viscosité de Casson en fonction de la concentration du jus de cactus n'est pas aussi importante que celle observé pour les autres coagulants. La contrainte (τ_c) connaît une légère augmentation de 0,61 à 0,9 Pa pour des concentrations de 0,2 à 0,8 g/ kg MS en jus de cactus, puis elle commence à diminuer suivants les ajouts du biomatériau quant à la viscosité (η_c), elle est quasi-stationnaire. La viscosité de Casson est en réalité la viscosité à limite. Un cisaillement à grande vitesse provoque une déstructuration des floccs de la boue et par conséquent son retour à l'état initial. La viscosité initiale de la boue de béni-Messous est largement supérieur à celle du jus de cactus de façon à ce que une fois soumise aux cisaillements importants, l'ajout du jus de cactus n'a pas une influence notoire sur la viscosité de la boue.

III.4. Présentation des rhéogrammes de la boue de Reghaia

La figure (VI.6) présente la variation de la contrainte et de la viscosité apparente de la boue de Reghaia conditionnée avec chimfloc C 4346, sedipur NF 400, le jus de cactus et les sels minéraux FeCl_3 et $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$.

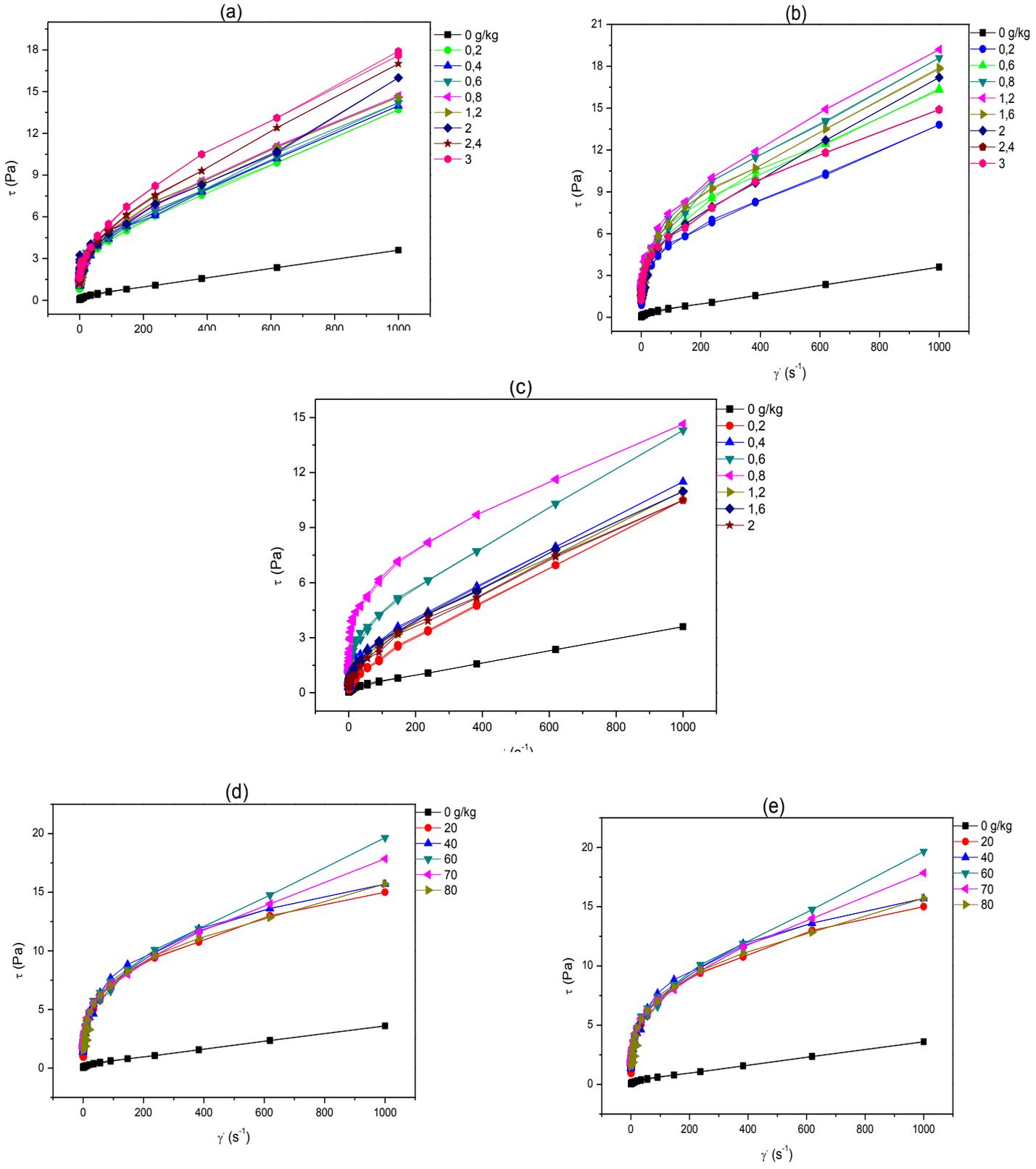


Figure VI.6 : Variation des rhéogrammes de la boue de Reghaia en fonction de la concentration de (a) chimfloc C4346 (b) sedipur NF400 (c) JC (d) FeCl₃ (e) Al₂(SO₄)₃

On remarque sur l'ensemble des figures que le comportement rhéologique rhéofluidifiant à contrainte seuil est toujours présent. La contrainte seuil à l'écoulement et les rhéogrammes correspondants augmentent considérablement dès le premier ajout de chaque coagulant, provoquant ainsi une augmentation de la viscosité de la boue.

Sauf pour le polymère cationique chimfloc C4346, la croissance des rhéogrammes en fonction de la concentration des coagulants est similaire pour le polymère non-ionique (sedipur NF400), le jus de cactus, et les sels minéraux. Ils augmentent en fonction des ajouts successifs des coagulant jusqu'aux concentrations optimales précédemment définies à savoir 1,2 g/ kg MS pour le sedipur NF400, 0,8 g/ kg MS pour le jus de cactus et 60 g/ kg pour le FeCl_3 et $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$. Au-delà ces concentrations, les rhéogrammes commencent à diminuer. Le chimfloc C4346 provoque une augmentation continue des rhéogrammes en fonction de sa concentration croissante.

La modélisation des rhéogrammes expérimentales en utilisant le modèle de Casson vient confirmer nos observations sur les rhéogrammes. Les résultats sont présentés dans la figure (VI.7).

Contrairement à la boue de Béni-Messous, dans le cas de la boue de Reghaia on remarque une augmentation de la contrainte seuil à l'écoulement (τ_c) et la viscosité limite (η_c) de Casson et en fonction de la concentration de l'ensemble des coagulants. L'évolution de ces paramètres rhéologiques est identique dans tous les cas, elles sont marquées par un point de changement de leurs allures aux concentrations optimales des coagulants.

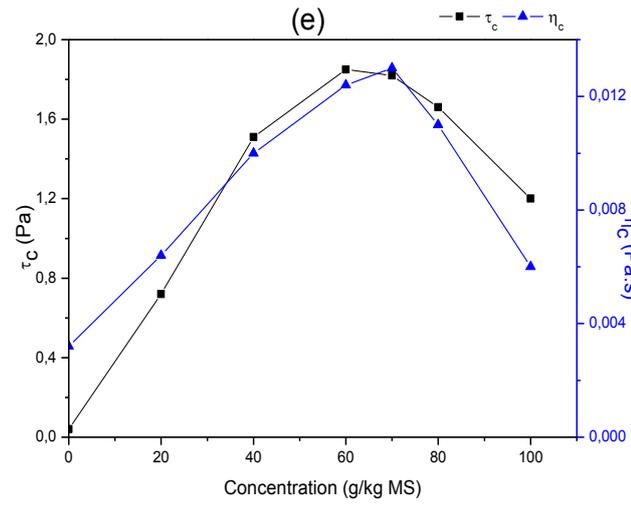
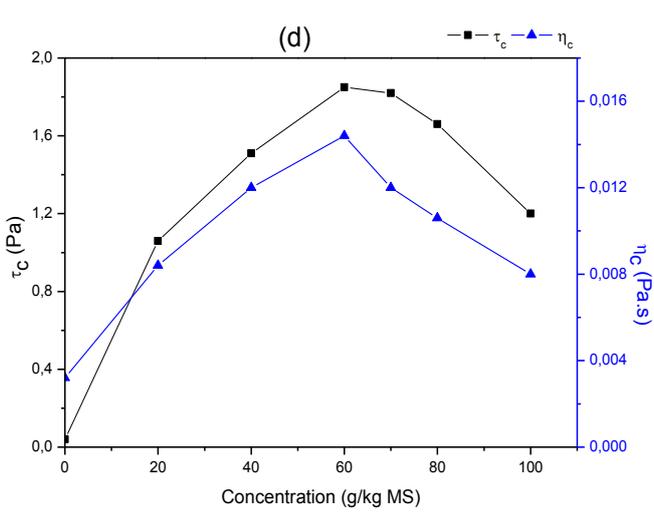
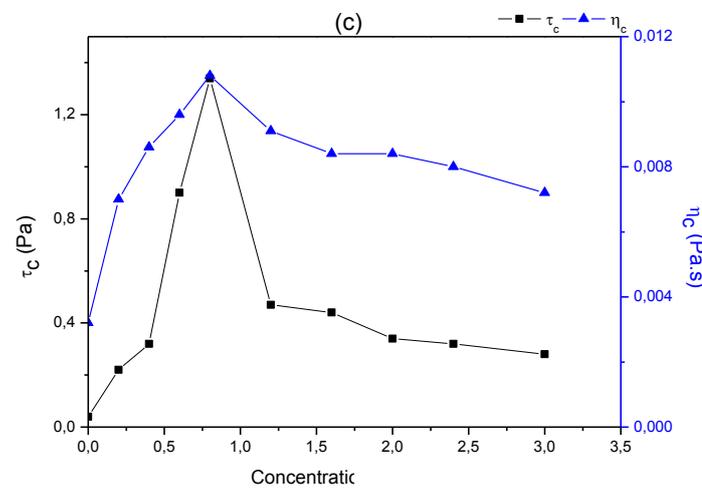
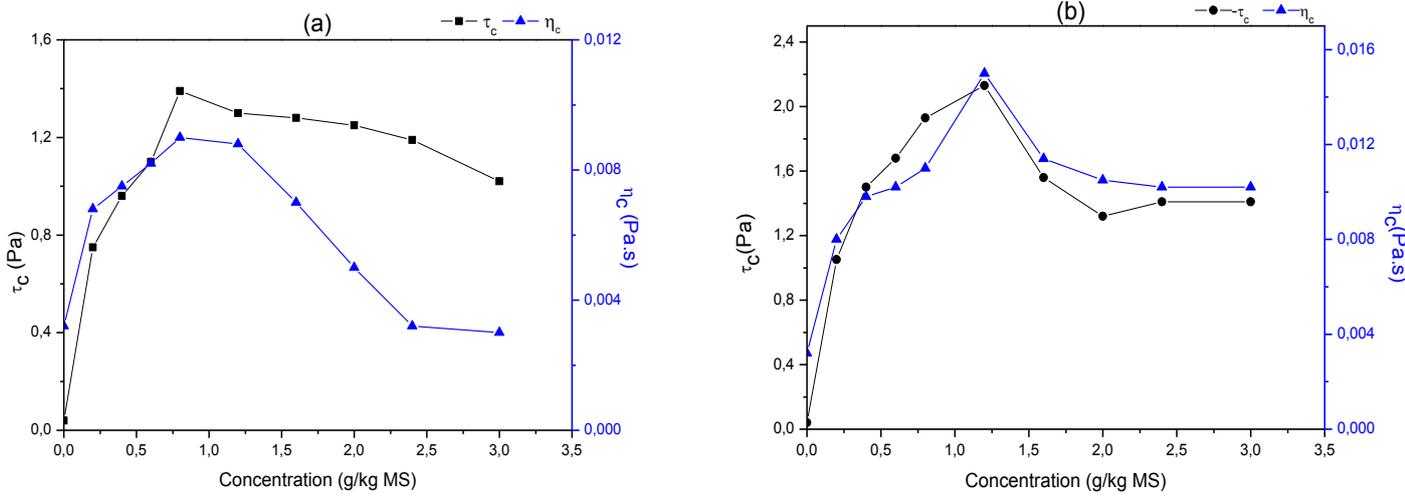
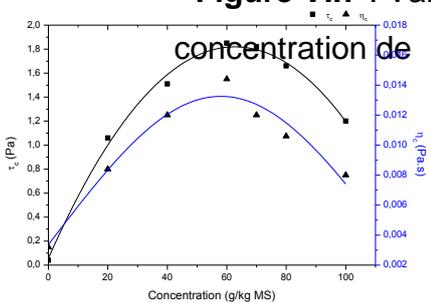


Figure VI.7 : Variation de τ_c et η_c de la boue de Reghaia en fonction de la concentration de (a) chimfloc C4346 (b) sedipur NF 400 (c) JC (d) FeCl₃ (e) Al₂(SO₄)₃



III. Synthèse des résultats

Le conditionnement des boues de Béni-Messous et Reghaia augmente leur contrainte seuil à l'écoulement et leur viscosité. Une modélisation des rhéogrammes expérimentaux des boues conditionnées, à différentes concentrations des coagulants, en utilisant le modèle rhéologique de Casson a permis de définir la contrainte de Casson (τ_c), qui est équivalente à la contrainte seuil à l'écoulement et la viscosité de Casson (η_c), qui est apparentée à la viscosité limite de la boue.

En observant les courbes de variation de τ_c et η_c des deux boues en fonction des concentrations des coagulants, on remarque des similitudes dans leurs allures à l'exception de la boue de Béni-Messous conditionnée avec le polymère cationique chimfloc C4346 et le jus de cactus. La contrainte seuil à l'écoulement et la viscosité augmentent suivant l'augmentation de la concentration des coagulants et atteignent des valeurs maximales aux concentrations optimales à savoir 0,8 g/ kg MS en chimfloc C4346, 1,2 g/ kg MS en sedipur NF400, 0,8 g/ kg MS en jus de cactus et 60 g/ kg pour FeCl_3 et $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, ce qui indique que l'ajout des coagulants favorise l'interaction entre les particules de la boue qui forment un réseau et lui confèrent une structure plus rigide [178] .

En dépassant les concentrations optimales, l'augmentation de la concentration des coagulants provoque un effet inverse sur la contrainte seuil à l'écoulement et la viscosité. Leur baisse est synonyme de relâchement de la structure des boues.

Contrairement à la boue de Reghaia, le conditionnement de la boue de Béni-Messous avec le polymère cationique chimfloc C4346 provoque une augmentation continue de τ_c et η_c , ces derniers ne connaissent pas de cassure au niveau de la concentration optimales en chimfloc C4346 (0,8 g/ kg). Autrement dit, à l'inverse de la boue de Reghaia, la boue de Béni-Messous ne connaît pas de relâchement de sa structure suite au surdosage en polymère cationique.

Cette différence de comportement est peut être la conséquence de la différence de la composition des deux boues. La boue de Béni-Messous est plus consistante, elle a une teneur de 50 g/ l de matière en suspension contre 38 g/l pour celle de Reghaia. Dans ce cas, un surdosage en polymère cationique conduit à une augmentation de la concentration volumique du polymère dépassant ainsi la

concentration de recouvrement (seuil) du polymère (c^*). Elle délimite deux domaines de concentrations : *dilué* et *semi-dilué*

-En solutions diluées ($c \ll c^*$), chaque macromolécule est considérée comme isolée et les interactions entre le polymère et le solvant sont prépondérantes. Les interactions entre chaînes de polymères sont minimisées et la macromolécule s'étend au maximum (figure VI.8)

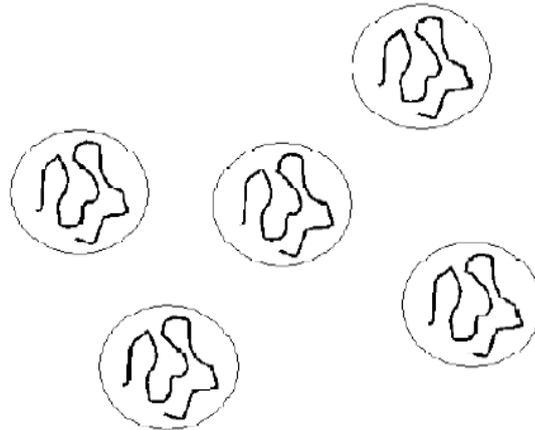


Figure VI.8 : Solution de polymère très diluée : absence d'interactions

- Lorsque $c < c^*$ les chaînes sont séparées les unes des autres mais elles peuvent interagir. C'est la situation de des solutions diluées (figure VI.9)

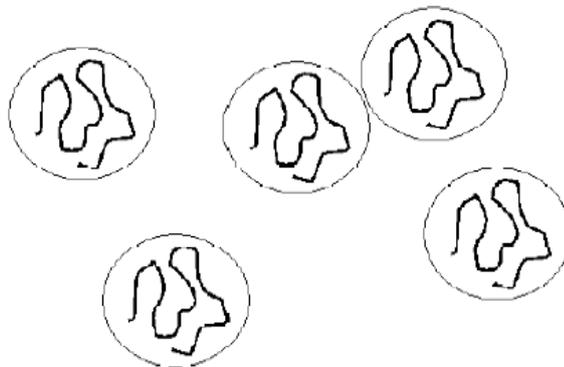


Figure VI.9 : Solution de polymère diluée

En revanche, pour des solutions très concentrées ($c > c^*$), des enchevêtrements de molécules apparaissent, et les interactions polymère-polymère deviennent prédominantes. Dans ce cas, la solution est dite *semi-diluée*. Les interactions intermoléculaires entre les polymères voisins commencent à dominer le comportement mécanique de la solution. Pour diminuer leur volume apparent, les chaînes des polymères s'enchevêtrent. En gênant le mouvement relatif des polymères, ces enchevêtrements peuvent jouer un rôle très important dans l'augmentation de la viscosité de la solution (figure VI.10).

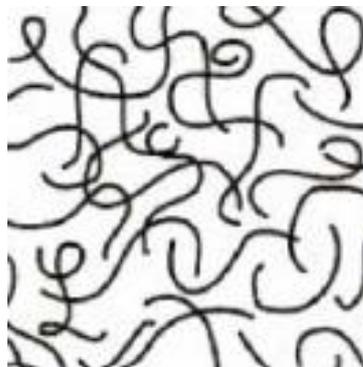


Figure VI.10 : Solution de polymère concentrée : enchevêtrement des chaînes

En augmentant la concentration du polymère cationique chimfloc C4346 dans la boue de Béni-Messous au-delà de la concentration optimale, le polymère se trouve à l'étroit dans la boue de Béni-Messous par rapport à celle de Reghaia, ce qui provoque l'enchevêtrement de ses chaînes et l'augmentation de la viscosité de la boue. La boue de Reghaia contient moins de MES ce qui laisse de la place aux chaînes du chimfloc C4346 de se détendre et se disperser sous l'action d'un cisaillement.

IV. Mesure des propriétés Viscoélastiques des boues

Ces mesures permettent de caractériser la texture de la boue présentant un comportement viscoélastique, c'est-à-dire intermédiaire entre l'état solide et l'état liquide, et de suivre l'évolution de son comportement rhéologique après le conditionnement.

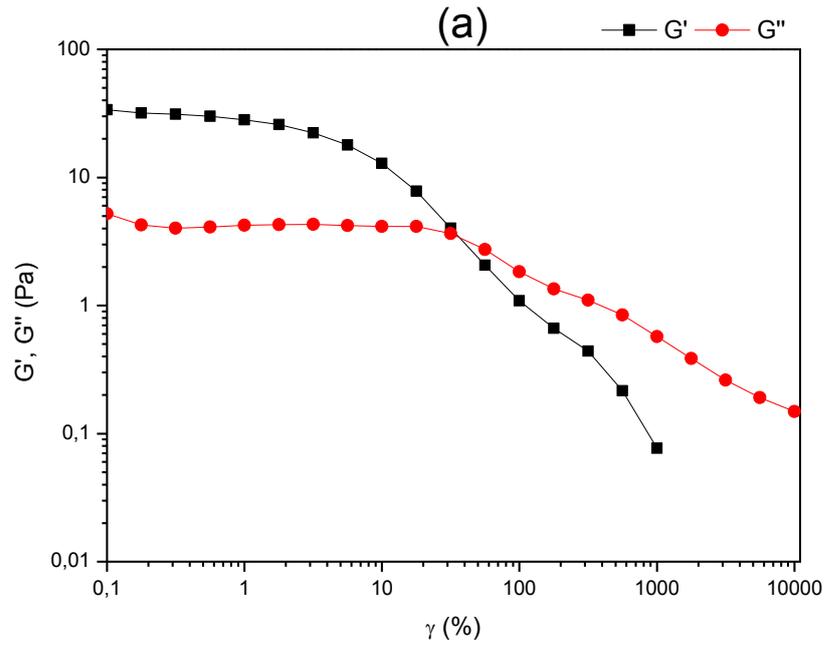


Figure VI.11 : Evolution des modules élastique (G') et visqueux (G'') en fonction de la déformation (γ) boue de Béni-Messous

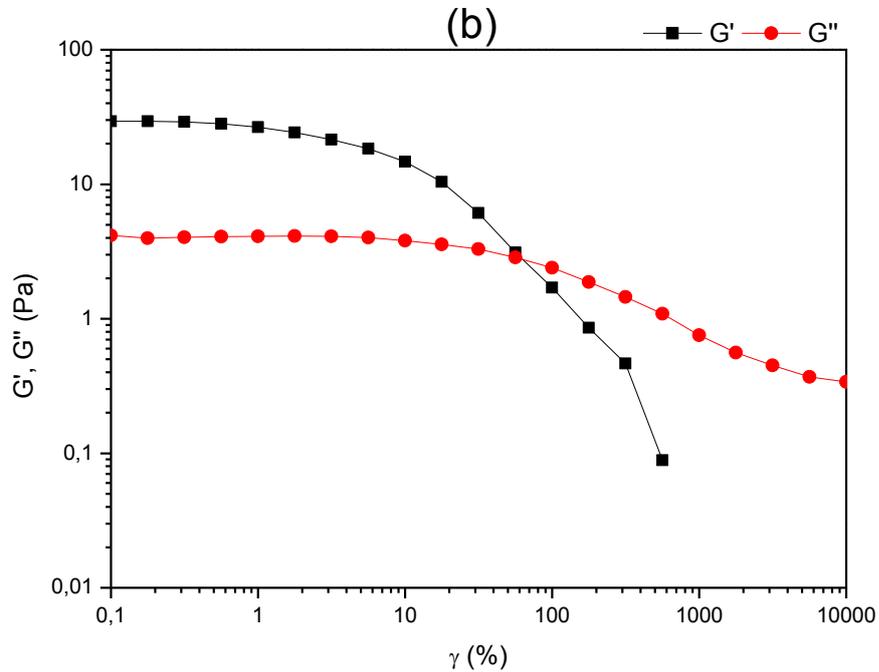


Figure VI.12 : évolution des modules élastique (G') et visqueux (G'') en fonction de la déformation (γ) de la boue de Reghaia.

Les Figure (VI.11) et (VI.12) montrent l'évolution des modules élastique (G') et visqueux (G'') en fonction de la déformation (γ) de la boue de Béni-Messous et de Reghaia. Les courbes obtenues sur les échantillons de boue conditionnées avec les coagulants étudiés ont la même allure.

Jusqu'à une déformation de 10 %, les deux modules sont pratiquement constants et le G' est supérieur au G'' ce qui indique que la boue a un comportement de solide viscoélastique dans les deux cas. Au-delà de $\gamma = 10$ %, les deux modules commencent à diminuer en fonction de l'augmentation de la déformation et ils se croisent au point $\gamma = 74.8\%$ pour la boue de Béni-Messous et 54% pour la boue de Reghaia, cette valeur de la déformation correspond au point de gel. C'est le point de changement du comportement de la boue de solide viscoélastique à celui de liquide viscoélastique, autrement dit, il indique le passage de la boue de l'état solide à celui de liquide qui s'écoule, il est par conséquent considéré comme la contrainte seuil à l'écoulement. Au-delà du point d'intersection (point de gel), le module visqueux G'' devient supérieur au module élastique G' ce qui correspond à un changement total du comportement de la boue de solide viscoélastique à liquide viscoélastique.

Le module élastique (G') et la contrainte seuil à l'écoulement (τ_0) sont déterminés pour chaque échantillon de boue conditionnée et pour chaque coagulant. Leur variation en fonction des concentrations des coagulants sont présentés dans les figures (VI.13) et (VI.14) respectivement pour la boue de Béni-Messous et de Reghaia.

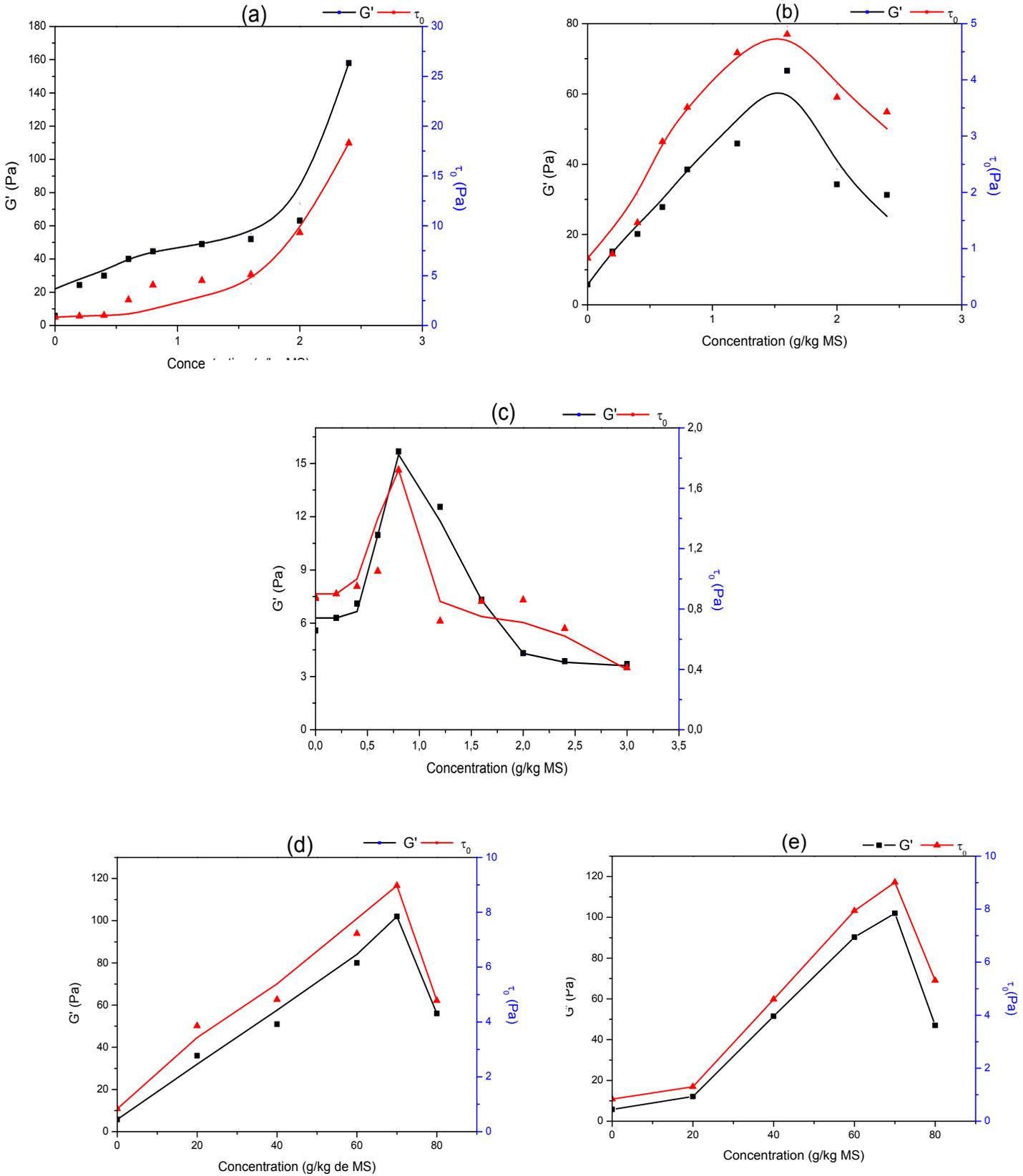


Figure VI.13 : Evolution du module élastique (G') et de la contrainte seuil (τ_0) de la boue de Béni-Messous en fonction de la concentration de (a) chimfloc C4346 (b) sedipur NF400 (c) JC (d) FeCl₃ (e) Al₂(SO₄)₃

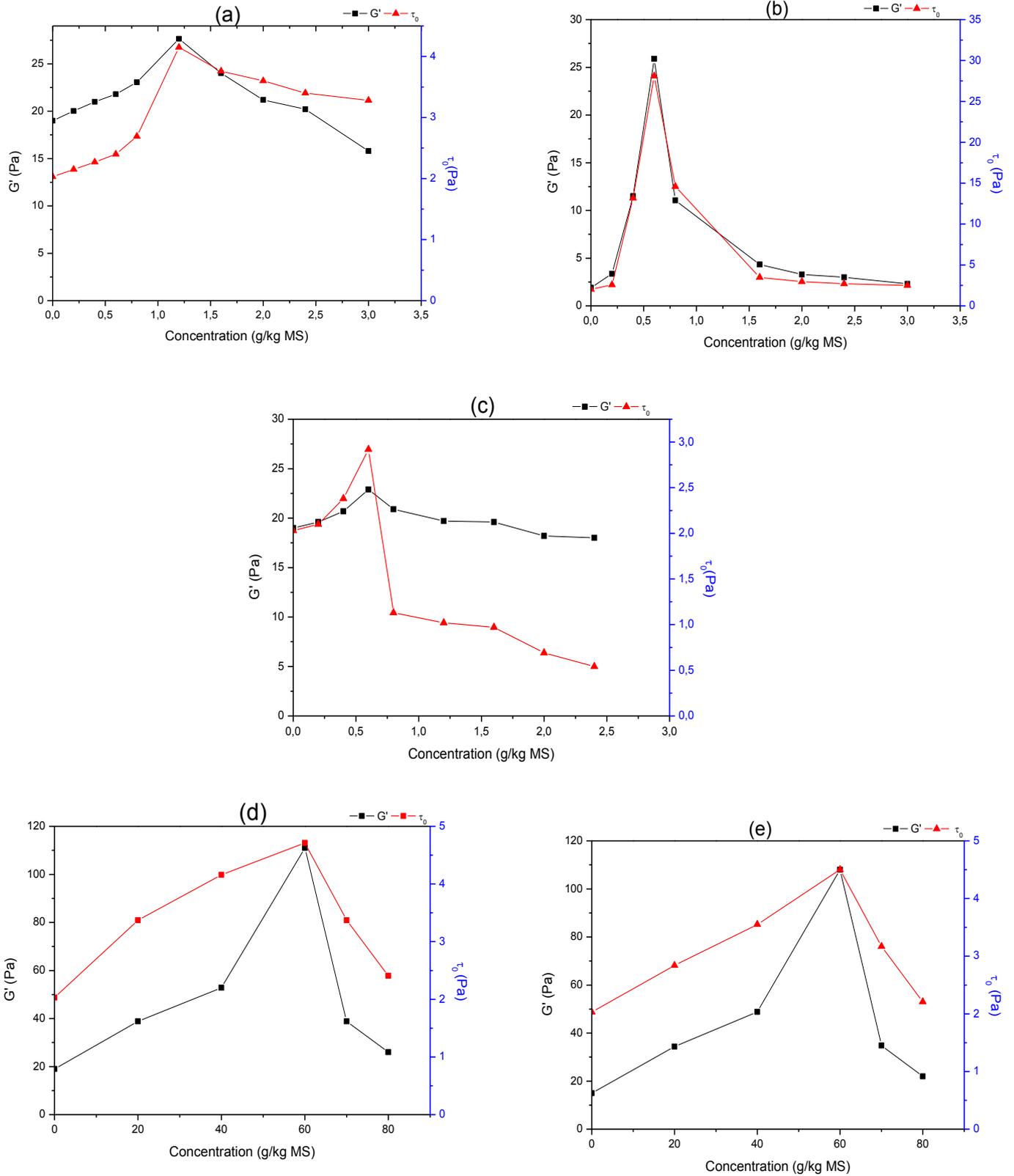


Figure VI.14 : Evolution du module élastique (G') et de la contrainte seuil (τ_0) de la boue de Reghaia en fonction de la concentration de (a) chimfloc C4346 (b) sedipur NF400 (c) JC (d) FeCl₃ (e) Al₂(SO₄)₃

En comparant la variation du module élastique (G') et la contrainte seuil à l'écoulement (τ_0) en fonction de l'augmentation de la concentration des coagulant avec la variation de la contrainte et la viscosité de Casson, on remarque qu'elles sont parfaitement identiques et que les courbes obtenues ont les mêmes allures. Les résultats des mesures de la variation de la viscoélasticité des deux boues viennent appuyer les résultats de la modélisation des rhéogrammes des boues.

La figure (VI.14a) montre la variation de (G') et (τ_0) de la boue de Béni-Messous conditionnée avec différentes doses de chimfloc C4346. Les résultats obtenus montrent une augmentation des paramètres rhéologiques en fonction des concentrations croissantes du coagulant, ce qui indique que le polymère cationique augmente l'élasticité de la boue, pas conséquent son écoulement nécessite une plus grande contrainte de cisaillement. Ce fait est confirmé par l'augmentation de la valeur de la contrainte seuil à l'écoulement (τ_0).

Le cas de la boue de Béni-Messous conditionnée avec le polymère cationique chimfloc C4346 est la seule exception dans la variation du module élastique (G') et la contrainte seuil à l'écoulement (τ_0) pour les boues étudiées. Dans tous les autres cas, les deux paramètres rhéologiques évolue d'une manière similaire. Le module élastique (G') et la contrainte seuil à l'écoulement augmente simultanément suivant l'augmentation de la concentration des coagulant et atteignent leurs valeurs maximales aux concentrations optimales en chaque coagulant utilisé, ce résultat est expliqué par le fait que les coagulants renforce le comportement de solide viscoélastique des boues et par conséquent augmente la contrainte à appliquer pour qu'elle s'écoule.

Le surdosage en coagulant entraine une chute du module élastique (G') et du point de gel (τ_0). La boue est moins rigide et adopte un comportement de liquide viscoélastique plus aisément pour des cisaillements de moins en moins importants. Ce phénomène est du à une restabilisation des particules de la boue au surdosage en coagulant empêchant de se fait la formation d'un réseau polymérique.

Conclusion générale

Les boues biologiques sont un sous-produit inévitable du traitement des eaux usées. Elles sont la conséquence d'un transfert partiel de polluants initialement sous forme dissoute ou particulaire organique et minérale en boues.

La première partie de ce travail a permis de présenter les principales caractéristiques physico-chimiques des boues de la région d'Alger. Les paramètres étudiés ont permis de mesurer la valeur agronomique et la valeur énergétique des deux boues. Les résultats obtenus montrent que les deux boues ont une teneur non négligeable en éléments fertilisants, notons juste une supériorité en teneur en phosphore total pour la boue de Reghaia (32 g/ kg) contre 14,6 g/ kg pour la boue de Béni-Messous. L'origine anthropique de ce phosphore justifie sa teneur élevée. La teneur des restes des éléments fertilisants majeurs (azote, potassium, COT, rapport C/N) et secondaires (Ca, Mg, Al, Fe...etc) sont assez proches et les deux boues ont une valeur agronomique très élevée en comparaison au fumier de bovins. Le seul obstacle à leur réutilisation comme fertilisant sont les éléments traces métalliques, si la boue de Béni-Messous est conforme aux normes AFNOR U 44-041 relatives à la valorisation agricole des boues de STEP, la boue de Reghaia ne l'est pas en raison des concentrations du zinc (3078.45 mg/ kg) et du chrome (1617.25 mg/ kg) qui sont supérieures à la valeur fixée par la norme (3000 mg/ kg et 200 mg/ kg).

L'estimation théorique du potentiel énergétique par biodigestion anaérobie a montré que la boue de Reghaia peut produire une quantité d'énergie non négligeable, estimée à environ 19 million kWh/an, cette énergie peut être utilisée pour alimenter les machines de la station ou bien être injectée dans les réseaux de gaz.

Le conditionnement avec le jus de cactus *Opuntia ficus indica* a donné de bons résultats comparables au polymère cationique et non-ionique pour la dose de 0,8 g/ kg malgré sa charge de surface négative. Les analyses effectuées sur le biomatériau ont révélé qu'il est majoritairement composé de sucres et d'acide galacturonique et qu'il est de nature acide avec un potentiel zéta de -13.42 mV à l'état brute. Le suivi de l'efficacité du jus de cactus en fonction de la variation du pH a révélé qu'il est plus performant dans un intervalle de pH de 7-8 et ce malgré

sa charge de surface négative dans cet intervalle. Le suivi de la variation de la conductivité et le potentiel zéta du filtrat de la boue, nous a permis d'exclure les mécanismes réactionnels classiques de coagulation floculation. Nous avons alors proposé un autre mécanisme qui est la séquestration et le piégeage des particules colloïdales dans un réseau formé par l'acide galacturonique présent dans le jus de cactus.

En conclusion le jus de cactus a donné des résultats comparables au polymère cationique chimfloc C4346 tout en étant non-ionique.

La deuxième partie est la caractérisation rhéologique des boues conditionnées. Les résultats de mesure en cisaillement simple indiquent que la boue de Béni-Messous et de Reghaia sont des fluides thixotropes à contrainte seuil. Le modèle rhéologique le plus adéquat pour décrire l'écoulement de la boue est le modèle de Casson. La modélisation des courbes d'écoulement en utilisant ce modèle a permis de suivre l'évolution des paramètres rhéologiques pendant le conditionnement de la boue. L'ajout des coagulants a fait augmenter la contrainte seuil de l'écoulement de la boue (τ_c) et la viscosité de Casson (η_c), cette augmentation indique que la boue est plus dense et qu'une plus grande force est nécessaire pour provoquer la rupture du réseau formé par le coagulant-floculant, autrement dit pour provoquer son écoulement. La contrainte seuil à l'écoulement et la viscosité à l'infinie atteignent leur valeurs maximales aux concentrations optimales de chaque coagulant, à savoir 0,8 g/ kg MS du polymère cationique chimfloc C4346, 1,2 g/ kg MS du polymère non-ionique sedipur NF400, 0,8 g/ kg MS du jus de cactus et 60 g/ kg MS des sels minéraux FeCl_3 et $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, notons que ces concentrations correspondent aux concentrations optimales des floculants déterminées à l'aide de la siccité, la RSF et la turbidité du filtrat. Le surdosage en coagulants entraîne une diminution de ces paramètres rhéologiques excepté dans le cas de la boue de Béni-Messous, le surdosage en polymère cationique ne provoque pas de baisse de la viscosité et la contrainte seuil. Nous avons attribué ce comportement à l'état semi-diluée dans le quel se trouve le polymère dans la boue lors d'un surdosage en chimfloc C4346.

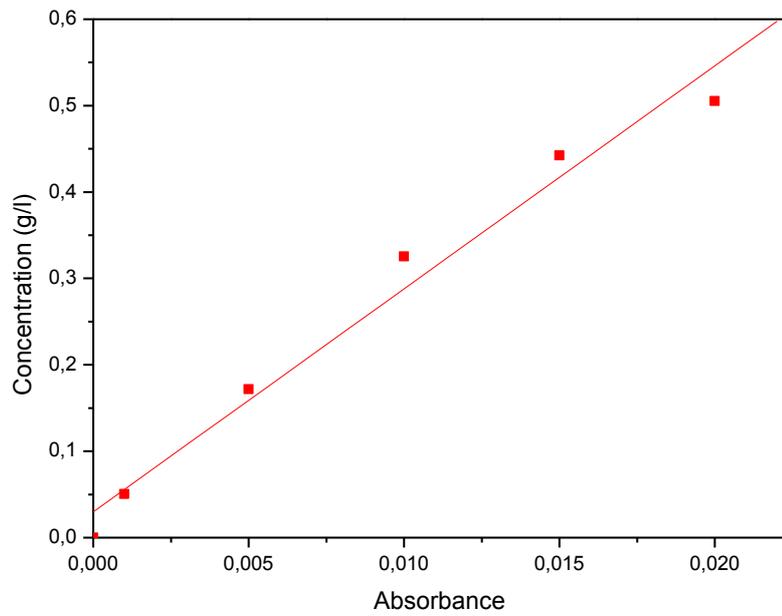
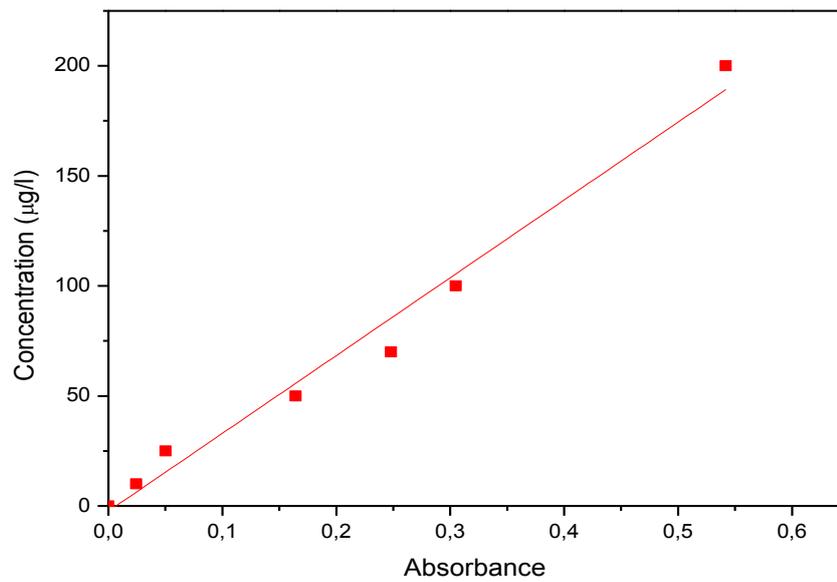
Ces résultats sont cohérents avec les résultats de la siccité et le principe que les coagulants et flocculants ont pour effet d'augmenter la viscosité des boues en créant un réseau polymérique avec les particules colloïdales de la matrice.

Les testes de viscoélasticité des boues ont conforté les résultats des mesures rhéologiques en écoulement simple.

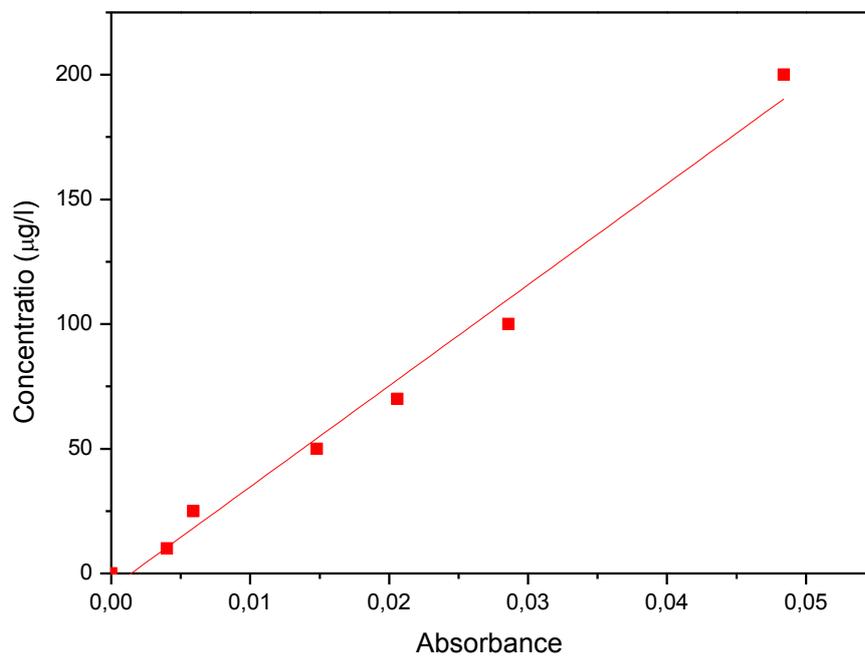
Les variations des deux paramètres rhéologiques à savoir la contrainte seuil d'écoulement (τ_0) et le module d'élasticité (G') en fonction des concentrations des flocculants ont les mêmes allures que les variations de la contrainte seuil à l'écoulement et de la viscosité et ce pour les deux boues étudiées. Le module d'élasticité (G') et le point de gel (τ_0) augmentent sur toute la gamme de concentration du polymère cationique chimfloc C4346 utilisée dans le cas de la boue de Béni-Messous tandis que pour les autres cas, ils augmentent jusqu'à la dose optimales en chaque coagulant, une fois ces doses dépassées, (G') et (τ_0) diminuent. Cette diminution est attribuée à un relâchement de la structure de la boue, au-delà de la dose optimale, le flocculant provoque un effet inverse en restabilisant les particules de la boue et empêchant par conséquent leur agrégation.

En se basant sur les résultats obtenus, les perspectives suivantes sont envisageables :

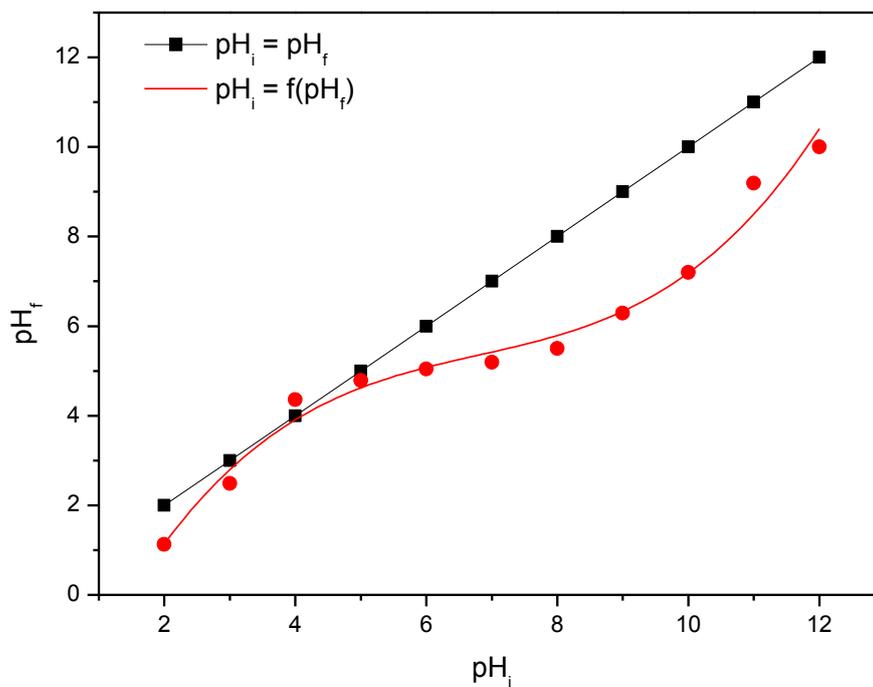
- Les boues de Béni-Messous peuvent faire l'objet de valorisation agricole à condition d'une surveillance des paramètres qualitatifs
- Les boues de Reghaia ne peuvent être utilisées comme fertilisant en agriculture en raison de la teneur en zinc et chrome qui dépasse les valeurs limites fixées par la norme Afnor U 44-041. Cependant sont utilisation pour la revégétalisation des zones déforestée est possible.
- La valorisation énergétique de la boue de Reghaia est une option intéressante.
- Le jus de cactus *Opuntia Ficus indica* est une solution alternative aux produits chimiques.
- La rhéologie peut être utilisée pour suivre le conditionnement des boues et déterminer la dose optimale.

APPENDICE A**COURBE D'ETALONNAGE****1. Courbe d'étalonnage pour le dosage du phosphore****2. Courbe d'étalonnage pour le dosage des sucres totaux :**

3. Courbe d'étalonnage pour le dosage de l'acide galacturonique



4. Courbe pour déterminer le pH_{pcz}



APPENDICE B

LISTE DES ABREVIATIONS

A : Activité coagulante

AA : Acide acrylique

AAM : Acide acrylamide

AFNOR : Association française des normalisations

COT : Carbone organique total

COV : Carbone organique volatile

DBO₅ : Demande biologique en oxygène pendant 5 jours

DCO : Demande chimique en oxygène

DDT : Dichloro diphenyl trichloroethane

ETM : Élément trace métallique

Gx : Gomme de xanthane

GE : Extrait gélifiant

HAP : Hydrocarbures aromatiques polycycliques

IR-TF : Infra-rouge à transformée de Fourier

JC : Jus de cactus

M_f : Masse finale

M_i : Masse avant passage au four

MES : Matière en suspension

MHDP : métahydroxydiphényl

MIOM : Mâchefer d'incinération d'ordures ménagères

NE : Extrait non gélifiant

NTK : Azote Kjeldahl

OFI : Opuntia ficus indica

OVH : Oxydation par voie humide

P : Pression appliquée

PCB : Polychlorobiphényles

PCI : Pouvoir calorifique inférieur

pH : Potentiel hydrogène

pH_{pcz} : Potentiel Hydrogène du point de charge zéro

REFIOM : Résidu de fumée d'incinération d'ordure ménagère

RSF : Résistance spécifique à la filtration

R_m : Résistance de la membrane de filtration

S : Surface du filtre

SEAAL : Société des eaux et d'assainissement d'Alger

STEP : Station d'épuration des eaux usées

UV : Ultra-Violet

V:volume de l'échantillon de boue séché

APPENDICE C
LISTE DES NORMENCLATURES

E_c : Energie de cohésion

F : forces de cisaillement

G' : Module élastique

G'' : Module visqueux

K : Consistance

N : Indice d'écoulement

r : Résistance spécifique à la filtration

T_i : Turbidité du filtrat de la boue non-traitée

T_f : Turbidité du filtrat de la boue conditionnée

α : Pente de la droite de Ruth

γ : Déformation

$\dot{\gamma}$: Vitesse de cisaillement

τ : Contrainte de cisaillement

τ_B : Contrainte de Bingham

τ_c : Contrainte de Casson

τ_H : Seuil minimum à l'écoulement de Herschel-Bulkley

η_B : Viscosité de Bingham

η_c : Viscosité de Casson

μ : Viscosité dynamique du filtrat

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] Jardé, E., « Composition organique de boues résiduares de stations d'épurations Lorraines : caractérisation moléculaire et effets de la biodégradation ». Thèse de doctorat, Université Henri Poincaré, Nancy I. 2002
- [2] Mémento technique de l'eau, Dégremont, 10^{ème} édition, 2005
- [3] Moulin. S., Rozen-Rechels. D., Stankovic. M., «Traitement des eaux usées », Atelier l'eau : Qualité vs quantité, Ecole Normale Supérieure, 2013
- [4] A. Leonard., « Etude du séchage convectif de boues de stations d'épuration-suivi de la texture par microtomographie à rayon ». Thèse de doctorat, Université de Liège. 2002
- [5] Boeglin. J.C, « Progres réalisés dans la clarification des eaux résiduares et le séchage mécanique des boues par l'emploi de polymères organiques de synthèse ». XXIVth International Congress of Pure and Applied Chemistry, Hamburg, Federal Republic of Germany, 2–8 September 1973
- [6] Kopp. J, Dicht. N, « Influence of the free water content on the dewaterability of sewage sludges », Water Sci. Technol. 44-177–183, 2001
- [7] Ruiz-hernando, M., Martinez-elorza, G., Labanda, J., & Llorens, J. « Dewaterability of sewage sludge by ultrasonic, thermal and chemical treatments ». Chemical Engineering Journal, 230, 102–110, 2013
- [8] Qi, L., Cheng, R., Wang, H.C., Zheng, X., Zhang, G.M., Li, G.B. « Recycle of alum sludge with PAC (RASP) for drinking water treatment». Desal. Water Treat. 25,170–175, 2011
- [9] Bolto B, Gregory J. « Organic polyelectrolytes in water treatment»., Water Res.41-2301–24, 2007
- [10]] Weian Lin, Xinjie Zhan, Tony Liangtong Zhan, Yunmin Chen, Yawei Jin, Junnan Jiang « Effect of FeCl₃-conditioning on consolidation property of sewage

sludge and vacuum preloading test with integrated PVDs at the Changan land fill, China». *Geotextiles and geomembranes*.42, 2014

[11] Meiqing Niu, Weijun Zhang, Dongsheng Wang, Yu Chen, Ronglai Chen « Correlation of physicochemical properties and sludge dewaterability under chemical conditioning using inorganic coagulants». *Bioresouce technology* 144, 337-343, 2013.

[12] Lidia Wolny, Pawed Wolski, Iwona Zawieja., « Rheological parameters of dewatered sewage sludge after conditioning», *desalination.*, 222, 382-387, 2002

[13] Krishnamurthy. S, Viraraghavan.T, « Chemical conditioning for dewatering municipal wastewater sludges », *Energ Source.*, 27,113-122, 2005

[14] Haaroff J, Cleasby JL, « Comparing aluminum and iron coagulants for in-line filtration of cold waters». *J AmWater Works Assoc*, 80, 168–75; 1988

[15] Lu, Z., « Medicament of Water Treatment», Publishing Company of Chemical Industry, Beijing, 100–102, 2002

[16] Flaten TP. « Aluminium as a risk factor in Alzheimer's disease, with emphasis on drinking water». *Brain Res Bull*, 55,187–96. 2001

[17] Chen.Y, Yang. H, Gu. G, « Effect of acid and surfactant treatment on activated sludge dewatering and settling », *Water Res.* 35, 2615–2620, 2001

[18] Maha A. Tony, Y.Q. Zhao, J.F. Fu, Aghareed M. Tayeb, «Conditioning of aluminium-based water treatment sludge with Fenton's reagent: effectiveness and optimising study to improve dewaterability», *Chemosphere.* 72, 673–677, 2008

[19] Neyens. E, Baeyens.J, Weemaes. M, De Heyder.B , « Advanced biosolids treatment using H₂O₂-oxidation », *Environ. Eng. Sci.* 19, 27–35, 2002

[20] Chang, G.R., Liu, J.C., Lee, D.J., 2001. « Co-conditioning and dewatering of chemical sludge and waste activated sludge ». *Water Res.* 35, 786–794. 2001

- [21] Zhang, X., Lei, H., Chen, K., Liu, Z., Wu, H., & Liang, H. « Effect of potassium ferrate ($K_2 FeO_4$) on sludge dewaterability under different pH conditions ». *Chemical Engineering Journal*, 210, 467–474, 2012
- [22] Na, S., Kim, Y.U., Khim, J. « Physiochemical properties of digested sewage sludge with ultrasonic treatment ». *Ultrason. Sonochem.* 14, 281–285, 2007
- [23] Feng, X., Deng, J., Lei, H., Bai, T., Fan, Q., & Li, Z. « Dewaterability of waste activated sludge with ultrasound conditioning ». *Bioresource Technology*, 100(3), 1074–1081, 2009
- [24] Yu. Qiang, Hengyi Lei, Guangwei Yu, Xin Feng, Zhaoxu Li, Zhicheng Wu, « Influence of microwave irradiation on sludge dewaterability », *Chem. Eng. J.* 155, 88–93, 2009
- [25] Haug. R.T., Stuckey. D.C., Gossett. J.M., Mac Carty. P.L., « Effect of thermal pretreatment on digestibility and dewaterability of organic sludges », *J. Water Pollut. Control Feder.* 50, 73–85, 1978
- [26] Climent. M., Ferrer. I., Baeza. M.M., Artola. A., Vazquez. F., Font. X., « Effects of thermal and mechanical pretreatments of secondary sludge on biogas production under thermophilic conditions », *Chem. Eng. J.* 133, 335–342, 2007
- [27] Müller. J.A., « Pretreatment processes for the recycling and reuse of sewage sludge », *Water Sci. Technol.* 42, 167–174, 2000
- [28] Gavala. H.N., Yenal. U., Skiadas. I. V., Westermann. P., Ahring. B. K., « Mesophilic and thermophilic anaerobic digestion of primary and secondary sludge. Effect of pre-treatment at elevated temperature », *Water Res.* 37, 4561–4572, 2003
- [29] Carrère. H., Dumas. C., Battimelli. A., Batstone. D.J., Delgenès. J.P., Steyer. J. P., Ferrer. I., « Pretreatment methods to improve sludge anaerobic degradability: a review », *J. Hazard. Mater.* 183, 1–15, 2010

- [30] Neyens. E., Baeyens. J., Creemers. C., « Alkaline thermal sludge hydrolysis », *J. Hazard. Mater.* 97, 295–314, 2003
- [31] Yin, C.-Y., «Emerging usage of plant-based coagulants for water and wastewater treatment ». *Process Biochemistry*, 45(9), 1437–1444, 2010
- [32] Klašnja, M., Antov, M., Škrbic, B., & Šc, M., « Removal of water turbidity by natural coagulants obtained from chestnut and acorn », *Bioresource Technology*, 100, 6639–6643, 2009
- [33] Zhang, J., Zhang, F., Luo, Y., & Yang, H., « A preliminary study on cactus as coagulant in water treatment ». *Process Biochemistry*, 41(3), 730–733, 2006
- [34] Wu, C., Wang, Y., Gao, B., Zhao, Y., & Yue, Q. (2012)., « Coagulation performance and floc characteristics of aluminum sulfate using sodium alginate as coagulant aid for synthetic dyeing wastewater treatment ». *Separation and Purification Technologie*, 95, 180–187, 2012
- [35] Verma, A. K., Dash, R. R., & Bhunia, P., « A review on chemical coagulation / flocculation technologies for removal of colour from textile wastewaters ». *Journal of Environmental Management.* 93, 154–168, 2012
- [36] Barka, N., Ouzaouit, K., Abdennouri, M., & Makhfouk, M. El., « Dried prickly pear cactus (*Opuntia ficus indica*) cladodes as a low-cost and eco-friendly biosorbent for dyes removal from aqueous solutions ». *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers.* 44, 52–60, 2013
- [37] Abid, A., & Ider, A. Z. A., « Utilisation d'un nouveau bio-floculant extrait du cactus marocain dans le traitement des rejets chargés de chrome (VI) par le

procédé de coagulation floculation », Revue des Energies Renouvelables Vol. 11 N°2 , 251 – 257, 2008

[38] Ayyappan, R., Sophia, A. C., Swaminathan, K., & Sandhya, S., « Removal of Pb (II) from aqueous solution using carbon derived from agricultural wastes », Process Biochemistry 40, 1293–1299, 2005

[39] Zemmouri, H., Drouiche, M., Sayeh, A., Lounici, H., & Mameri, N. « Coagulation Flocculation Test of Keddara's Water Dam Using Chitosan and Sulfate Aluminium », Procedia Engineering 33, 254 – 260, 2012

[40] Zemmouri, H., « Valorisation d'un biomatériau, le chitosane, dans le traitement des eaux de surface et dans le conditionnement des boues », Thèse de Doctorat de l'Ecole Nationale Polytechnique, 2012.

[41] Mathur, N.K., Narang, C.K., « Chitin and chitosan, versatile polysaccharides from marine animals ». Journal of Chemical Education, 67,938 942, 1990

[42] Yokoi, R, Aratake, T., Nishio, S., Hirose, .J., Hayashi, S., Takasaki,Y., « Chitosan Production from Shochu Distillery Wastewater by Funguses ». Journal Of fermentation and bioengineering, 85,246-249, 1998

[43] Bough,W.A., Salter, W.L.,Wu, A.C.M., Perkins, B.E., « Influence of manufacturing variables on the characteristics and effectiveness of chitosan products », Biotechnology and Bioengineering 20, 1931-1943, 1978

[44] Shahidi F., Abuzaytoun R, « Chitin, chitosan, and co-products: chemistry,productions, applications, and health effects ». Adv. Food Nutr. Res . 49, 93-135, 2005

- [45] Singgih Wibowo, Gonzalo Velazquez, Vivek Savant, J. Antonio Torres., « Surimi wash water treatment for protein recovery: effect of chitosan–alginate complex concentration and treatment time on protein adsorption », *Bioresource Technology*, Volume 96, Issue 6, Pages 665-67, 2005
- [46] Renault, F., Sancey, B., Badot, P.M., Crini, G., « Chitosan for coagulation/flocculation processes-an eco-friendly approach », *European Polymer Journal* 45, 1337-1348, 2009
- [47] Szygula, A., Guibal, E., Palacin, M.A., Ruiz, M., Sastre, A.M., « Removal of an anionic dye (Acid Blue 92) by coagulation-flocculation using chitosane ». *Journal of Environmental Management*. 90, 2979-2986, 2009
- [48] Mahmoodi, N.M., Salehi, R., Arami, M., Bahrami, H., « Dye removal from colored textile wastewater using chitosan in binary systems ». *Desalination* 267, 64-72, 2011
- [49] H. Mittal, Vaneet Kumar, Saruchi, Suprakas Sinha Ray, «Adsorption of methyl violet from aqueous solution using gum xanthan/Fe₃O₄ based nanocomposite hydrogel », *International Journal of Biological Macromolecules*, Volume 89, Pages 1-11, 2016
- [50] Xiaoli Peng, Fang Xu, Wenzhong Zhang, Jingying Wang, Ceng Zeng, Mingjie Niu, Eva Chmielewska, «Magnetic Fe₃O₄ @ silica–xanthan gum composites for aqueous removal and recovery of Pb²⁺ », *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, Volume 443, Pages 27-36, 2014
- [51] Yin, C.-Y., « Emerging usage of plant-based coagulants for water and waste water treatment ». *Process Biochem.* 45, 1437–1444, 2010
- [52] Ndabigengesere. A., Subba narasiah. K, Talbot. B. G, « Active agents and mechanism of coagulation of turbidity waters using moringa oleifera ». *Wat Res.* Vol.29. No.02. pp 703-710, 1995.
- [53] Okuda, T., Baes, A. U., Nishijima, W., & Okada, M., « coagulation mechanism of salt solution extracted active component in Moringa Oleifera », *Wat. Res.* Vol. 35, No. 3, pp. 830-834, 2001

- [54] Diaz, a., Rincon, N., Escorihuela, a., Fernandez, N., Chacin, E., & Forster, C. F., « A preliminary evaluation of turbidity removal by natural coagulants indigenous to Venezuela», *Process Biochemistry*, 35(3-4), 391–395, 1999
- [55] Sáenz, C., Sepúlveda, E., & Matsuhiro, B., « Opuntia spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives». *Journal of Arid Environments*, 57(3), 275–290, 2004
- [56] Tichaona Nharingo « Application of Opuntia ficus-indica in bioremediation of wastewaters. A critical review », *Journal of Environmental Management*. 166,55-72, 2016
- [57] Barka, N., Ouzaouit, K., Abdennouri, M., El Makhfouk, M., « 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, 2013
- [58]] Kumar, R., Barakat, M.A., «Decolourization of hazardous brilliant green from aqueous solution using binary oxidized Cactus fruit peel», *Chem. Eng. J.* 226, 377-383, 2013
- [59] 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., « 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, 2013
- [60] Barka, N., Abdennouri, M., El, M., Qourzal, S., «Biosorption characteristics of cadmium and lead onto eco-friendly dried Cactus (Opuntia ficus-indica) cladodes », *J. Environ. Chem. Eng.* 1, 144-149, 2013
- [61] Belayneh, A., Batu, W., « Application of biosorbent derived from Cactus peel for removal of colorful manganese ions from ground water », *J. Water Resour. Ocean. Sci.* 4, 18-23, 2015

[62] Swathi, M., Sathya, S.A., Aravind, S., Ashi, S.P.K., Gobinath, R., Saranya, Devi D., «Experimental studies on tannery wastewater using Cactus powder as an adsorbent ». *Int. J. Appl. Sci. Eng. Res.* 3, 436-446, 2014

[63] Hadjittofi, L., Prodromou, M., Pashalidis, I., « Activated biochar derived from Cactus fibres-Preparation, characterization and application on Cu(II) removal from aqueous solutions », *Bioresour. Technol.* 159, 460-464, 2014

[64] Hadjittofi, L., Pashalidis, I., « Uranium sorption from aqueous solutions by activated biochar fibres investigated by FTIR spectroscopy and batch experiments » *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 304, 897-904, 2015

[65] Bhatnagar, A., Minocha, A.K., «Conventional and non-conventional adsorbents for removal of pollutants from water-a review ». *Indian J. Chem. Technol.* 13, 203-217, 2006

[66] Bichi, M.H., « A review of the applications of Moringa oleifera seeds extract in water treatment ». *Civ. Environ. Res.* 3, 1-11, 2013

[67] Srinivasan, A., Viraraghavan, T., 2010. « Decolorization of dye wastewaters by biosorbents: a review ». *J. Environ. Manage* 91, 1915-1929]

[68] Anastopoulos, I., Kyzas, G.Z., « Agricultural peels for dye adsorption: a review of recent literature ». *J. Mol. Liq.* 200, 381-389, 2014

[69] Miller, S. M., Fugate, E. J., Craver, V. O., Smith, J. a, & Zimmerman, J. B., « Toward understanding the efficacy and mechanism of *Opuntia* spp. as a natural coagulant for potential application in water treatment ». *Environmental Science & Technology*, 42(12), 4274– 9, 2008

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

- [71] Mounir, B., Abdeljalil, Z., Abdellah, A., «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, 2014
- [72] Vishali, S., Karthikeyan, R., «Cactus Opuntia (ficus-indica): an eco-friendly alternative coagulant in the treatment of paint effluent». *Desalin. Water Treat.* 1-9, 2014
- [73] 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., «The use of a natural coagulant (Opuntia ficus-indica) in the removal for organic materials of textile effluents », *Environ. Monit. Assess.* 186, 5261-5271, 2014
- [74] Fedala, N., Lounici, H., Drouiche, N., Mameri, N., Drouiche, M., « Physical parameters affecting coagulation of turbid water with Opuntia ficus-indica Cactus ». *Ecol. Eng.* 77, 33-36, 2015
- [75] 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*, 2015
- [76] Jadhav, M.V., Mahajan, Y.S., « Assessment of feasibility of natural coagulants in turbidity removal and modelling of coagulation process ». *Desalin. Water Treat.* 52, 5812-5821, 2014
- [77] 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.
- [78] René Moletta, *le traitement des déchets*, édition Tec et Doc/ Lavoisier , 2009.
- [79] Roldan, A., Albadalejo, J., Thornes, J.B., «Aggregate stability changes in a semiarid soil after treatments with different organic amendments», *Arid Soil Res. Rehabil.* 10, 139–148, 1996

- [80] Engelhart, M., Kruger, M., Kopp, J., Dichtl, N., «Effect of disintegration on anaerobic degradation of sewage excess sludge in downflow stationary fixed film digesters », *Water Sci. Technol.* 41, 171–179, 2000
- [81] Varanka, M. W., Zablocki, Z. M. et Hinesly, T. D., «The effect of digester sludge on soil biological activity», *J. Water. Pollut. Control Fed.* 48, 1728-1740, 1976
- [82] Halderson, J. L. et Zenz, D. R., «Use of municipal sewage sludge in réclamation of soils» In *Reclamation of drastically disturbed lands*. F.W. Schaller and P.Sutton, americaine society of agronomy. Crop science society of America, pp 355-357, 1978
- [83] Fresquez, P. R and Lindermann, W. C., «Soil and rhizosphère microorganisms in amended coal mine spoils», *Soil Sci. Soc. Am.* J.46, 751-755, 1982
- [84] Seaker, E. M., and Sopper, W. E., «Municipal Sludge for Minespoil Reclamation : Effects on Microbial Populations and Activity». *J. Environ. Qual.* 17, .591-597, 1988
- [85] Seaker, E. M. and Sopper, W.E., «Reclamation of bituminous strip mine spoil banks with municipal sewage sludge». *Reclam. Reveg. Res.* 3, 87-100, 1984
- [86] Visser, S. «Management of microbial processes in surface mined land reclamation in western Canada », p. 203-341. In *Soil Reclamation Processes Microbiological Analyses and Applications*, 1985
- [87] Willett, I. R.; Jakobsen, P., and Malafant, K. W. J., «Fertilizer and liming value of limetreated sewage sludge » . *Fertilizer-Research.* 8, 313-328; 1986
- [88] Joshua, W. D., Michalk, D. L., Curtis, I. H., Salt, M., Osborne, F. G. J. and Naidu, R. «The potential for contamination of soil and the surface waters from sewage sludge (biosolids) in a sheep grazing study », *Australia. Special Issue*, n° 84, p. 135- 136; 1998

[89] Rate, A., «Application of biosolids in mineral sands mine rehabilitation: use of stockpiled topsoil decreases trace element uptake by plants ». Bioresource Technology, 91, 223-231, 2004

[90] Alexandre Dudkowski, « L'épandage agricole des boues de stations d'épuration d'eaux usées urbaines», Le courrier de l'environnement de l'INRA, 2000.

[91] François Ramade, « Introduction à l'écochimie : les substances chimiques de l'écosphère à l'homme», Edition Tec et doc, Lavoisier 2011.

[92] Sánchez-Martín, M. J., García-Delgado, M., Lorenzo, L. F., Rodríguez-Cruz, M. S., & Arienzo, M., «Heavy metals in sewage sludge amended soils determined by sequential extractions as a function of incubation time of soils ». Geoderma, 142(3-4), 262–273, 2007

[93] Bouallegue Mohamed Mehdi, « Des métaux dans les boues de stations d'épuration ? Conséquences, origines et prévention», Synthèse technique, AgroParisTech –ENGREF, Montpellier, 2010

[94] Denis Baize, «Teneurs totales en éléments traces métalliques dans les sols (France)», Courrier de l'environnement de l'INRA n° 57, juillet 2009

[95] Brouzes S., Chauvière F., « Etude du devenir de micropolluants organiques issus des boues de station d'épuration». Rapport de projet de 3ème année en Sciences de l'Environnement, Agro Paris Tech, Paris, 44 p, 2009

[96] Jean François kreit, « Sol contaminé, sol à décontaminer », publication des facultés universitaires Saint-Louis, Bruxelles sous la direction du CEDRE. TR.33 - 445 pages) ; ISBN : 2-8028-0110-4, 1996

[97] Lionel Manteau, « Les contrats en agriculture : [analyser, rédiger, pratique](#) », édition France agricole, 1^{er} édition, 2002

[98] Rapport du Ministère de l'Ecologie, de l'Energie, du Développement durable et de l'Aménagement du territoire, « Elément de contexte et réglementation

française relatifs à la valorisation des boues issues du traitement des eaux», mai 2009

[99] Berset. J.D., Holzer. R., «Organic micropollutants in Swiss agriculture: distribution of polynuclear aromatic hydrocarbons (PAH) and polychlorinated biphenyls (PCB) in soil, liquid manure, sewage sludge and compost samples; a comparative study », *Int. J. Environ. Anal. Chem.* 59 , 145–165, 1995

[100] Jacob. J., Grimmer. G., Hildebrandt. A., «The use of passive samples for monitoring polyaromatic hydrocarbons in ambient air », *Sci. Total Environ*, 307, 139–140, 1993

[101] Miller. J.S.,«Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons by spectrofluorimetry», *Anal. Chim. Acta* 388, 27–34, 1999

[102] Sergeant, D.B., Onuska, F.I., « Analysis of toxaphene in environnementale samples», *Analysis of Trace Organics in the Aquatic Environment*, CRC Press, Boca Raton, 1989.

[103] McElroy, A. E., Farrington, J. W., & Teal, J. M., « Bioavailability of polycyclic aromatic hydrocarbons in the aquatic environment. Metabolism of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons in the Aquatic Environment. CRC Press, Inc., Boca Raton Florida. 1989. p 1-39, 14 fig, 9 tab, 159 ref. NOAA Contract 83-ABD-00012, 1989

[104]Barthe, M., « Étude de la séquestration chimique des hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) par extraction sélective de sédiments lacustres et marins». Thèse de Maîtrise, Université du Québec à Rimouski, 2002

[105] Grimmer. G., Jacob. J., Naujack. K. W., « Profile of the polycyclic aromatic hydrocarbons from lubricating oils: inventory by GC/MSPA in environmental materials », *Fresenius J. Anal. Chem.* 306-347, 1981

[106] David Mazzer, Terry Hayes, Douglas Lowenthal, Barbara Zielinska, « Quantification of polycyclic aromatic hydrocarbons in soil at McMurdo Station, Antarctica », *Sci. Total. Environ.* 229, 65–71, 1999

[107] Rapport du Ministère de l'Écologie, de l'Énergie, du Développement durable et de l'Aménagement du territoire, *Éléments de contexte et réglementation française relatifs à la valorisation des boues issues du traitement des eaux usées*, mai 2009

[108] Olivier Jolliet, Myriam Saadé, Pierre Crettaz, « Analyse du cycle de vie: Comprendre et réaliser un écobilan », *presse polytechniques et universitaires romandes*, 2010.

[109] Desachy C., « L'histoire et l'évolution de la réglementation de l'incinération des déchets », *Techniques Sciences Méthodes*. 4, 62-70, 1999

[110] Segal S., Carré J., Gabarda-Oliva D., « L'incinération des boues résiduelles urbaines : sous-produits formés et approche des risques sanitaires », *Techniques Sciences Méthodes*, 4. 75-81, 2001

[111] P. Rose, C. Bonnin, L. Patria, D. Cretenot, F. Luck, ATHOS «a new hydrothermal oxidation of sludge». WEFTEC 2000, *Proceedings of the Annual Conference & Exposition on Water Quality and Wastewater Treatment*, 73rd, Anaheim, CA, United States, Oct. 14-18,2000, 219-228.

[112] Document de référence sur les meilleures techniques Disponibles, *Systèmes communs de traitement des eaux et gaz résiduelles dans l'industrie chimique*, Commission Européenne, Février 2003.

[113] Antonini, G., « Les procédés de valorisation thermique des boues », *Actes Du Colloque Les Boues. Quels Enjeux ? Quelles Solutions ?*, Pau, France, 23-24 Février, 2000.

[114] René Moletta, « La méthanisation », *Edition tec et doc, Lavoisier*, 2^{ème} édition, 2011.

- [115] M. Wauthelet, « Traitement anaérobie des boues et valorisation du biogaz », Faculté des Sciences Agronomiques de Gembloux, Belgique
- [116] Manuel de rhéologie des fluides de forage et laitiers de ciment, Chambre syndicale de la recherche et de la production du pétrole et du gaz naturel. Groupe Fluides de forage et ciments
- [117] Guy Couarraze; Jean-Louis Grossiord; Nicolas Huang «Initiation à la rhéologie: Bases théoriques et applications expérimentales », Lavoisier : Tec & Doc, impr. 2014, cop. 2014.
- [118] Benchabane, A., « Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles-polymères. Effets de l'ajout de polymères », Thèse de Doctorat, Université Louis Pasteur – Strasbourg I, 2006
- [119] Foster C.F. , « The rheological and physico-chemical characteristics of sewage sludges ».Enzyme Microbial Technol. 30, 340-345, 2002
- [120] Proff E.A., Lohmann J.H., (1997) «Calculation of pressure drop in the tube flow of sewage sludges with the aid of flow curves ». Water Sci. Technol., 36, 11, 27-32, 1997
- [121] Tixier. N., « Approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologique floculées », Thèse de Doctorat de l'Université de Limoges, 2003
- [122] Dollet P. « Application de mesures rhéologiques à la caractérisation de l'état de flocculation des boues actives ». Thèse de Doctorat de l'université de Limoges, 2000
- [123] Dagot C., Pons M.N., Casellas M., Guibaud G., Dollet P., Baudu M., « Use of image analysis and rheological studies for the control of settleability of filamentous bacteria:application in SBR reactor ». Water Sci. Technol., 43, 3, 27-33, 2001
- [124] Yen P.S., Chen L.C., Chien C.Y., Wu R.M., Lee D.J., « Network strength and dewaterability of flocculated activated sludge ». Water Res., 36, 3, 539-550, 2002

- [125] Forster C.F., « Preliminary studies on the relationship between sewage sludge viscosities and the nature of the surfaces of the components particles ». *Biotechnol. Letters*. 12, 707-712, 1981
- [126] Dong Y J, Wang Y L, Feng J, «Rheological and fractal characteristics of unconditioned and conditioned water treatment residuals », *Water Research*, 45, 2011
- [127] Ting Li, Yili Wang, Yujing Dong, « Effect of solid contents on the controlled shear stress rheological properties of different types of sludge », *Journal of Environmental Sciences*, 24, 1917–1922, 2012
- [128] Baudez, J.C., Slatter, P., Eshtiaghi, N., « The impact of temperature on the rheological behaviour of anaerobic digested sludge ». *Chemical Engineering Journal* 215-216, 182–187, 2013
- [129] Saeid Baroutian, Nicky Eshtiaghi , Daniel J. Gapes, « Rheology of a primary and secondary sewage sludge mixture: Dependency on temperature and solid concentration », *Bioresource Technology*. 140, 227–233, 2013
- [130] Baudez, J.-C., Gupta, R.K., Eshtiaghi, N., Slatter, P., « The viscoelastic behavior of raw and anaerobic digested sludge: strong similarities with soft-glassy materials ». *Water Research*. 47, 173–180, 2013
- [131] Campbell H.W., Crescuolo P.J. (1989) « Control of polymer addition for sludge conditioning: a demonstration study». *Water Sci. Technol.*, 21, 1309-1317, 1989
- [132] Jin, H., Wang, Y., Li, T., Dong, Y., & Li, J.. « Differences in rheological and fractal properties of conditioned and raw sewage sludge ». *Journal of Environmental Sciences*, 25(6), 1145–1153, 2013
- [133] Rodier J., Legube B., Merlet N., *Analyse de l'eau*, 9th ed, Dunod, 2009
- [134] APHA « Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater », 18th edn. American Public Health Association, Washington, D.C., 1992

[135] Zhou, Q., Gibson, C. E. & Zhu, Y. « Evaluation of phosphorus bioavailability in sediments of three contrasting lakes in China and the UK ». *Chemosphere* 42, 221-225, 2001

[136] Murphy, J. & Riley, J. P., « A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters ». *Analytica Chimica Acta* 27, 31-36, 1962

[137] Remy Albercht, « Co-compostage des boues de stations d'épuration et de déchets verts : nouvelle méthodologie du suivi des transformations de la matière organique », thèse de doctorat, Université Paul CEZANNE Faculté des Sciences et Techniques, mai 2007.

[138] Lassé.C, « analyse des boues, AFEE ; tome1 ; tome2 ». Edition office international de l'eau. France

[139] Bremner, J.M., « Determination of nitrogen in soil by the Kjeldahl method ». *J. Agric. Sci.* 55, 11–33, 1960

[140] BAZIN. Ch., MÉHU. J., « Rapport final, meilleures pratiques d'analyse de polluants cibles dans des matrices solides complexes (déchets, sol et matériaux pollués) », RECORD 03-0130/1A, décembre 2004.

[141] Jérôme C. J. PETIT, « Nouveaux outils en sciences de l'environnement : géochimie isotopique du Cu-Zn et spéciation des Eléments en Trace Métalliques par titrage acidimétrique. Développement et applications aux phases particulières de l'estuaire de l'Escaut, aux émissions atmosphériques et aux sols contaminés d'Angleur/Prayon ». Thèse de doctorat, Université Libre de Bruxelles, 2009

[142] Steven K. Dentel, Mohammad M. Abu-Orf, Nancy J. Griskowitz, « Guidance Manual for Polymer Selection in Wastewater Treatment Plants », Water Environment Research Foundation, 1993.

[143] Dubois M., Gilles K.A., Hamilton J.K., Rebers P.A., Smith F. (1956). « Colorimetric method for the determination of sugars and related substances ». *Analytical Chemistry*, 28, 350-356, 1956

- [144] Blumenkrantz, N., Asboe-Hansen, G., «New method for quantitative determination of uronic acids». *Anal. Biochem.* 54, 481–489, 1973
- [145] Grégorio Crini, Pierre-Marie Badot, « Traitement et épuration des eaux industrielles polluées: procédés membranaires, bioadsorption et oxydation chimique ». Presses universitaires de Franche-Comté, Université de Franche-Comté, 2007.
- [146] Ferro-Garcia MA, Rivera-Utrilla J, Bantista-Toledd I, Moreno-Castilla AC. « Ad- sorption of humic substances on activated carbon from aqueous solutions and their effect on the removal of Cr(III) Ions«. *Langmuir* 1998
- [147] Mihoubi Vaxelaire. D. J., Zagrouba. F, Bellagi. « A, Mechanical dewatering of suspension », *Desalination.* 158, 259–265, 2003
- [148] Kopp, J., et Dichtl, N., Characterisation. Dans., « Sludge into biosolids. Processing, disposal and utilization”, Spinosa, L et Vesilind, P. A., éd. ; IWA Publishing : Londres; pp.19-39, 2001.
- [149] McGuire. I, Coyle. K, Foley. G, « Specific cake resistance of yeast suspensions measured by dynamic and steady state methods », *J. Membr. Sci.* 344, 14–16, 2009
- [150] Iritani. E, Nagaoka. E, Katagiri. N. I., « Determination of filtration characteristics of yeast suspension based upon multistage reduction in cake surface area under step-up pressure conditions », *Sep. Purif. Technol.* 63, 379–385, 2008
- [151] Feng. X., Deng. J., Lei. H., Bai. T., Fan. Q., Li. Z., « Dewaterability of waste activated sludge with ultrasound conditioning », *Bioresour. Technol.* 100, 1074–1081, 2009
- [152] Pollice. A., Laera. G., Saturno. D., Giordano. C., « Effects of sludge retention time on the performance of a membrane bioreactor treating municipal sewage », *J. Membr. Sci.* 317, 65–70, 2008

- [153] fiche technique « Valorisation agricole du compost des boues des fosses séptiques », Conseil des productions végétales du Québec, 1997
- [154] N'Dayegamiye, A., A. Drapeau, S. Huard et Y. Thibeault. (2004). « Intégration de boues mixtes et de fumiers dans des rotations agricoles : Réponse des cultures et interactions avec les propriétés du sol ». *Agrosol*.15, 83-90, 2004
- [155] Estevez, B., D. Coderre et F. Pagé. (1992). « Effet de la fertilisation sur les vers de terre et leur impact sur la porosité et la stabilité structurale du sol ». *Agrosol*, 5, 26-31, 1992
- [156] Hébert, M., V. Rioux et É. Gagnon. « Contrôle de qualité indépendant des MRF par le MENV – partie 2 : Pathogènes et paramètres agronomiques ». *VECTEUR environnement*. 36, 34-40, 2003
- [157] Sergio Perez Fabiel, « Etude de la biodégradabilité de boues secondaires soumises à un traitement thermique à 65°C et du couplage digestion anaérobie et digestion thermophile aérobie pour la réduction de boues », Thèse de Doctorat de l'université de Toulouse,
- [158] Guivarche. Armel « Valeur fertilisante à court terme du phosphore des boues de stations d'épuration urbaines », Thèse de Doctorat de l'Institut National Polytechnique de Lorraine, 2001
- [159] Bipfubusa, M., A. N'Dayegamiye et H. Antoun. « Évaluation des effets de boues mixtes fraîches et de leurs composts sur les rendements des cultures et leur nutrition minérale ». *Agrosolutions*, 17, 65-72, 2006
- [160] Hébert. M., Perron. V., « Caractérisation des boues d'épuration municipales. Partie I : Paramètres agronomiques », *Vecteur environnement*, 2007
- [161] Trachtenberg, S., Mayer, A.M., 1981 « A stereological analysis of the succulent tissue of *Opuntia ficus indica* (L.) Mill. I. Development of mucilage cells ». *Journal of Experimental Botany* 32, 1091–1103, 1981
- [162] McGarvie, D., Parolis, P.H., « The mucilage of *Opuntia ficus indica* ». *Carbohydrate Research* 69, 171–179, 1979

- [163] McGarvie, D., Parolis, P.H., « Methylation analysis of the mucilage of *Opuntia ficus indica* ». *Carbohydrate Research* 88, 305–314, 1981
- [164] McGarvie, D., Parolis, P.H., « The acid-labile, peripheral chains of the mucilage of *Opuntia ficus indica* ». *Carbohydrate Research* 94, 57–65, 1981
- [165] Paulsen, B.S., Lund, P.S., « Water-soluble polysaccharides of *Opuntia ficus indica* cv “Burbank’s spineless”». *Phytochemistry* 18, 569–571, 1979
- [166] Srivastava, B.K., Pande, C.S., « Arabinogalactan from pods of *Opuntia dillenii* ». *Planta Medica* 25, 92–97, 1974
- [167] Trachtenberg, S.H., Mayer, A., « Calcium oxalate crystals in *Opuntia ficus-indica* (L.) Mill.: development and relation to mucilage cells: A Stereological analysis ». *Protoplasma* 109, 271–283, 1981
- [168] Cardenas, A., Higuera-Ciapara, I., Goycoolea, F., « Rheology and aggregation of cactus (*Opuntia ficus indica*) mucilage in solution ». *Journal of the Professional Association for Cactus Development* 2, 152–159, 1997
- [169] Trachtenberg, S., Mayer, A.M., « Composition and properties of *Opuntia ficus indica* mucilage ». *Phytochemistry*. 20, 2665–2668, 1981
- [170] Medina-Torres, L., Brito-De La Fuente, E., Torrestiana-Sanchez, B., Katthain, R. « Rheological properties of the mucilage gum (*Opuntia ficus indica*) ». *Food Hydrocolloids*. 14 , 417–424, 2000
- [171] Majdoub, H., Roudesli, S., Picton, L., Le Cerf, D., Muller, G., Grisel, M., « Prickly pear nopals pectin’s from *Opuntia ficus indica* physico-chemical study in dilute and semi-dilute solutions ». *Carbohydrate Polymers* 46, 69–79, 2001
- [172] Pimienta, E., « El Nopal Tunero ». Universidad de Guadalajara, Mexico, 246pp, 1990
- [173] Lecaros, M., « Caracterizacion de harina de cladodio de nopal (*Opuntia ficus indica*) ». Memoria para optar al titulo de Ingeniero Agronomo, Universidad de Chile. Facultad de Ciencias Agronomicas. Santiago, Chile. 61, 1997

- [174] Sepúlveda, E., Sáenz, C., Aliaga, E., & Aceituno, C., « Extraction and characterization of mucilage in *Opuntia* spp ». *Journal of Arid Environments*, 68(4), 534–545, 2007
- [175] Nobel, S.P., « Nutrients level in cacti in relation to nocturnal acid accumulation and growth ». *American Journal of Botany*. 70, 1244–1253, 1983
- [176] Fluxa , C., «Extraction et composition chimique du mucilage de thon», Thèse de Doctorat en chimie, Université du Chili, 1991
- [177] Theodoro, J.D.P., Lenz, G.F., Zara, R.F., Bergamasco, R., « Coagulants and natural polymers: perspectives for the treatment of water ». *Plast. Polym. Technol.* 2, 55-62, 2013
- [178] Qing Chen, YiliWang, «Influence of single- and dual-flocculant conditioning on the geometric morphology and internal structure of activated sludge», *Powder Technology* 270, 1-9, 2015.