République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Dr YAHIAFares de MEDEA

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département du génie des procèdes et environnement



Mémoire pour l'obtention du diplôme de Master

Spécialité : Génie des procédés

Option : Génie des Procédés Pharmaceutiques

THEME

Etude de l'élimination en milieux aqueux des micropolluants organiques par le procédé d'électrocoagulation

Présenté par :

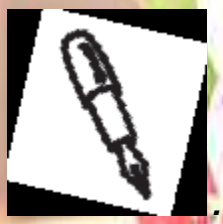
SEDIRI Meriem

Proposé et dirigé par :

Dr : TIR Mohamed

2011-2012

Dédicace



…A CEUX QUI M'ONT TOUT DONNÉ SANS RIEN

EN RETOUR ; MON PÈRE ET MA MÈRE

A MES SŒURS ET À MON FRÈRE QUI M'ONT TOUJOURS SOUTENU

A TOUS CEUX ET CELLES QUI ME SONT CHERS

AVEC TOUTE MON AFFECTION

Remerciements

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de thermodynamique du Hall de technologie de l'Université de Médéa, sous la direction de Mr, TIR Mohamed, Maitre de Conférences à l'Université Dr, Yahia FARES de Médéa.

Mes grands remerciements s'adressent à ALLAH le tous puissant qui m'a donné la patience et le courage pour accomplir ce travail.

Au terme de ce travail, il me tient particulièrement à cœur de remercier mon promoteur, Mr TIR Mohamed pour toute l'attention qu'il m'a accordée Pour l'encadrement, les conseils, la disponibilité et la patience

J'adresse encore mon remerciement aux membres de jury d'avoir accepté de juger ce travail.

Je suis très reconnaissante à Mr. BOUDANA Djamel, Directeur du Hall de technologie pour m'avoir accueillie dans le laboratoire.

Je ne saurais également oublier de remercier tous les membres de laboratoire de thermodynamique, laboratoire de chimie 01, chimie 02 et laboratoire de physico-chimie du hall de technologie en particulier Mr. ATSAMNIA Djamel pour son bon humeur, sa serviabilité et sa grande gentillesse.

Je remercie également monsieur BEN KIYAR pour son aide, et toutes les personnes qui m'ont encouragé et soutenu de prés ou de loin durant la réalisation de ce travail.

Enfin, j'adresse mes remerciements à tous ceux qui ont collaboré de prés ou de loin à la réalisation de ce travail.

الملخص

إن الهدف من هذا العمل هو تطبيق التقنيات الكهروكيميائية من اجل معالجة والقضاء على ملوثات مجهرية على شكل صبغة موجودة في الماء أو على الأقل الحد من تركيزها في المحلول النهائي.

لتحقيق هذا الهدف، اخترنا عملية تخثير كهربائي. وقد أظهرت هذه التقنية أنه من الممكن الحد من تركيز للصبغة الموجودة في الأوساط المائية.

الأصباغ المستخدمة هي الميثيلين الأزرق (صبغة موجبة)، والميثيل البرتقالي (صبغة سالبة).

الميثيلين الأزرق ذو 50 ملغم / لتر، أعطى تطبيقه نتائج جيدة مع الشروط العملية المثلى (الكثافة الكهربائية = 114.28 mA/cm^2، كمية من كلوريد الصوديوم = 4 مغ / لتر، ودرجة الحموضة = 6،وقت الاتصال = 20 دقيقة).

الميثيل البرتقالي، ذو 50 ملغم / لتر، أعطى تطبيقه نتائج ممتازة مع الشروط العملية المثلى (الكثافة الكهربائية= 85.70 mA/cm^2 ، كمية من كلوريد الصوديوم = 3 غرام / لتر، ودرجة الحموضة = 7 ،وقت الاتصال= 20 دقيقة).

المردود المحقق هو 86.44٪ و 91.65 ٪على التوالي للميثيلين الأزرق و الميثيل البرتقالي.

مع التصميم التجريبي كان المردود المحقق حوالي 73.30٪ للصبغة الموجبة (الميثيلين الازرق) و 92٪ للصبغة السالبة (الميثيلالبرتقالي).

الكلمات الجوهرية: النفايات السائلة، المعالجة، التخثير الكهربائي، ملون، تصميم التجارب.

Résumé

L'objectif de ce travail est l'application d'une technique électrochimique pour le traitement et l'élimination d'un micropolluant qui est un colorant présenté dans une eau ou au moins de réduire sa concentration dans la solution finale.

Pour aboutir à cet objectif, on a choisi le procédé d'électrocoagulation. Cette technique a montré qu'il était possible de réduire la concentration de colorant se trouvant en milieux aqueux. Les colorants utilisés sont le bleu de méthylène (colorant cationique) et le méthyle orange (colorant anionique).

Pour le bleu de méthylène de concentration 50 mg/l, son application a donné des meilleures résultats avec des conditions opératoires optimales (densité du courant =114.28 mA/cm^2, quantité de NaCl = 4g/l, pH = 6 temps de contact =20min.).

Concernant le méthyle orange, pour une concentration de 50 mg/l, son application a donné d'excellents résultats avec des conditions opératoires optimales (densité du courant =85.70 mA/cm^2, quantité d'NaCl = 3g/l, pH =7 temps de traitement =20min.).

Le taux de la décoloration atteint 86.44 % et 91.65% respectivement pour le colorant de bleu de méthylène et le méthyle orange.

Avec le plan d'expérience le rendement était de l'ordre de 73.30% pour le colorant cationique (bleu de méthylène) et 92% pour le colorant anionique (méthyle orange).
Mots clés: Effluent, traitement, électrocoagulation, colorant, plans d'expériences.

Abstract

The objective of this work is the application of an electrochemical technique for the treatment and the elimination of a micropollutant a dye which is presented in water or at least reduce its concentration int he final solution.

To achieve this goal, we chose the electrocoagulation process. This technique has shown that it is possible to reduce the concentration of the dye being inaqueous media. The dyes used are blue of methylene (cationicdye) and orange methyl (anionicdye).

For methylene blue, to a concentration of 50mg/l, its application has given the best results with optimum operating conditions (current density=114.28mA/cm2, amount of NaCl=4 g/ l, pH= 6contact time=20min.).

For methyl orange, to a concentration of 50mg/ l, its application has produced excellent results with optimum operating conditions (current density=85.70mA/cm2, amount ofNaCl=3 g / l, pH= 7timetreatment= 20 min.).

The rate of fading achieved 86.44% and 91.65% respectively for the dye blue of methylene and orange methyl.

With the experimental desing was around73.30% for the cationic dye (blue of methylene) and 92% for the anionic dye (orange methyl).
Keywords: Effluent, treatment, electrocoagulation, color, experimentals design.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE ……1

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES COLORANTS

I.1. Introduction……...3

I.2.les Colorants……..3

I.2.1.Définition ……...3

I.2.2.Historique……...3

I.2.3.Classifications……..…4

I.2.3.1. Classification chimique……..……5

I.2.3.2. Classification tinctoriale……..……...8

I.2.4. Propriétés physico – chimiques des colorants……..9

I.2.5.Application industrielle……..9

I.2.6. Toxicité et impact sur l'environnement……...10

I.2.6.1. Toxicité……10

I.2.6.2. Danger environnemental……...10

I.3. Pollution……..11

I.3.1. Définitions et généralités……11

I.3.2. Législation……...11

I.4.Méthodes de traitement des colorants……..12

I.4.1. Méthodes physiques……12

I.4.2. Méthodes chimiques……13

I.4.3. Méthodes biologiques……..14

I.4.4. Méthodes électrochimiques ……15

I. 5. Conclusion……16

CHAPITRE II : LE PROCEDE D'ELECRTOCOAGULATION

II.I. Introduction……17

II.2. Définition et historique du procédé d'électrocoagulation……17

II.3. Principe du procédé……...19

II. 4. Paramètres fondamentaux de procédé……..21
II.5. Principale loi régissant l'électrocoagulation…….21
II.5.1. La seconde loi de Faraday …….21
II.5.2. Energie consommée ……..22
II.6. Exemple d'application et mise en œuvre du procédé……23
II.7.Avantages et inconvénients du procédé d'électrocoagulation ……..24
II.8.Conclusion……..24

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE III: MATERIELS ET METHODES

III.1.Problématique……...25
III.2.Objectif……..…25
III.3. Matériels et produits……...25
III.3.1.Matériels…….25
III.3.2.Produits……..26
III.4. Dispositif expérimental……27
III.5. Mode opératoire de l'électrocoagulation…….28
III. 6. Méthode d'analyse……..29
III.6.1. pH métrie……..29
III.6.2. La conductivité électrique…….....29
III.6.3. Analyse par spectrophotomètre UV/Visible…….29
III.6.3.1. Détermination de la longueur d'onde maximale expérimentalement ……..……..30
III.6.3.2. Etablissement de la courbe d'étalonnage……..32
III.7.conclusion…….33

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1.Introduction……...34
IV.2. Evolution du pH en cours de l'électrocoagulation……..34
IV.3- Evolution de la conductivité électrique en cours de l'électrocoagulation……..35
IV.4. Influence des paramètres opératoires sur l'efficacité du procédé d'EC……..36
IV.4.1. Influence du pH ……..36
IV.4.2. Influence de la quantité de l'électrolyte, NaCl……38
IV.4.3. Influence de la densité de courant ……..….41

IV. 4.4. Influence du temps de traitement…….43
IV. 4.5. Influence de la concentration initiale du colorant……45
IV.5. Récapitulation des conditions optimale pour la décoloration de la solution de bleu de méthylène et méthyle orange par d'électrocoagulation de ……..…….46
IV.6.L'évolution spectrale……48
IV.7. Conclusion ……..49

CHAPITRE V: MODELISATION EN SURFACE DE REPONSES

V.1. Introduction……..51
V.2. Planification des expériences……...51
V.2.1. Domaine expérimental……..52
V.2.2 Réponses étudiées……..53
V.2.3. Modèle utilisé……53
V.2.4. Plan D-optimal……..54
V.3. Résultats et discussion ……..54
V.3.1. Etudes des propriétés des solutions traitées……..54
V.3.2. Modélisation des réponses ……55
V.3.2.1. Calcul des coefficients des modèles à l'aide des variables codées……55
V.4 Evaluation de la qualité du modèle……58
V.4. 1 Tests statistiques……58
V.4. 2 Examen des résidus……61
V.4.3. Analyse des courbes iso-réponses ……61
V.4.3.1. Influence des facteurs sur l'absorbance……61
V.4.3.2. Influence des facteurs sur le rendement d'élimination……..63
V.4.3.3. Influence des facteurs sur l'énergie consommée……64
IV.5. Conclusion……..66
Conclusion générale ……67

Références bibliographiques

Annexe

Liste des figures

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES COLORANTS

Figure **Page**

Fig. I.1 : Structure générale d'un colorant azoïque……..05
Fig. I.2 : Structure moléculaire d'un colorant anthraquinoniques……05
Fig. I.3 : Structure moléculaire d'un colorant indigoïde……..06
Fig. I.4 : Structure moléculaire d'un colorant phtalocyanine……...06
Fig. I.5 : Structure moléculaire d'un colorant nitrosé……..07
Fig. I.6 : Structure moléculaire d'un colorant triphénylméthane…….07
Fig. I.7 : Structure moléculaire d'un colorant xanthène……...08
Fig. I.8 : Les dangers des rejets de textiles……...10

CHAPITRE II : LE PROCEDE D'ELECRTOCOAGULATION

Figure **Page**

Fig. II.1: Schéma du principe de l'électrocoagulation……19
Fig. II .2 : Différents types de connexion……...23

CHAPITRE III: MATERIELS ET METHODEDES

Figure **Page**

Fig. III.1: Dispositif expérimental de l'électrocoagulation……..28
Fig III.2 : Spectres d'absorption de Bleu de méthylène dans le visible……...31
Fig. III.3: Spectres d'absorption de Méthyle orange dans le visible ……..31
Fig. III.4: Courbes d'étalonnage de bleu de méthylène aux maximums d'absorption……...32
Fig. III.5: Courbes d'étalonnage de méthyle orange aux maximums d'absorption…….33

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSIONS

Figure **Page**

Fig. IV.1 : Evolution du pH de la solution de bleu de méthylène et méthyle orange au cours du traitement avec des électrodes en fer……...35

Fig. IV.2 : Evolution de la conductivité de bleu de méthylène et méthyle orange au cours du traitement avec des électrodes en fer……36

Fig. IV.3 : Effet de pH sur la concentration de la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange……37

Fig. IV.4 : Effet de pH sur le rendement de décoloration des solutions de bleu de méthylène et de méthyle orange ……...38

Fig. IV.5 : Effet de la quantité de NaCl sur la concentration la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange……39

Fig. IV.6 : Effet de la quantité d'NaCl sur le rendement de décoloration de la solution de bleu et de méthylène……40

Fig. IV. 7 : Effet de la densité de courant sur la concentration la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange ……..41

Fig. IV 8 : Effet de la densité de courant sur le rendement de décoloration de la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange……..42

Fig.IV9 : Effet du temps de contacte sur la concentration de la solution finale de bleu de méthylène et de méthyle orange……43

Fig. IV10 : Effet du temps de traitement sur le rendement de décoloration de la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange……...44

Fig. IV11 : Effet de la concentration du colorant sur la concentration finale……..45

Fig. IV12 : Effet de la concentration du colorant sur le rendement ……46

Fig. IV13 : Aspect d'effluent de bleu de méthylène (a) et méthyle orange (b) avant et après traitement par électrocoagulation aux conditions optimales…….47

Fig. IV14 : Evolution spectrale d'effluent de bleu de méthylène avant et après son traitement par l'électrocoagulation……48

Fig. IV15 : Evolution spectrale d'effluent de méthyle orange avant et après son traitement par l'électrocoagulation……49

CHAPITRE V: MODELISATION EN SURFACE DE REPONSES

Figure **Page**

Fig. V.1 : Evaluation de la qualité du modèle de l'absorbance……58
Fig. V.2 : Evaluation de la qualité du modèle de rendement de décoloration…….59
Fig. V.3 : Evaluation de la qualité du modèle de l'énergie consommée…….60
Fig. V.4 : Effets de temps et la densité de courant sur l'absorbance pour le bleu de méthylène……..62
Fig. V.5 : Effets de temps et la densité de courant sur l'absorbance pour le méthyle orange……62
Fig. V.6 : Effets de temps et la densité de courant sur le rendement de la décoloration de la solution de bleu de méthylène par électrocoagulation……**.....**63
Fig. V.7 : Effets de temps et la densité de courant sur le rendement de la décoloration de la solution de méthyle orange par électrocoagulation……...64
Fig. V.8 : Effets de temps et de la densité de courant sur l'énergie consommée dans le traitement de la solution de bleu de méthylène par électrocoagulation……65
Fig. V.9 : Effets de temps et de la densité de courant sur l'énergie consommée dans le traitement de la solution de méthyle orange par électrocoagulation……65

Liste des tableaux

CHAPITRE I : GENERALITES SUR LES COLORANTS

Tableau **Page**

Tabl.I.1.Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité croissante……...04

Tabl.I.2. Différentes classes tinctoriales des colorants……08

Tabl.I.3. Norme algérienne (n° 06-141) des rejets d'effluents d'industrie textile……12

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE III: MATERIELS ET METHODEDES

Tableau **Page**

Tab. III.1. Caractéristiques physico-chimiques de bleu de méthylène……26

Tab. III.2. Caractéristiques physico-chimiques de méthyle orange……27

CHAPITRE IV: RESULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau **Page**

Tab IV.1. Récapitulation des conditions optimales…….47

CHAPITRE V: MODELISATION EN SURFACE DE REPONSES

Tableau **Page**

Tab V.1 : Liste des facteurs et du domaine expérimental……52

Tab V. 2 : Domaine expérimentale …….53

Tab V.3 : Réponses étudiées……53

Tab V.4 : Matrice d'expériences……..54

Tab V-5 : Matrice d'expériences et résultats des réponses ……..55

Tab V.6 : Coefficients du modèle de l'absorbance de bleu de méthylène et méthyle Orange…….…..56

Tab V.7 : Coefficients du modèle de rendement d'élimination de bleu de méthylène et méthyle orange……..56

Tab V.8 : Coefficients du modèle de l'énergie électrique consommée au cours de traitement de bleu de méthylène et méthyle orange par électrocoagulation……..57

Tab V.9 : Qualité descriptives et prédictive des modèles……57

Tab V.10 : Résultats de l'absorbance, du rendement et de l'énergie consommée calculés par les modèles……60

Liste d'abréviations

A	Absorbance	-
BM	Bleu de méthylène	mg/l
C	Concentration	mg/l
$\mathbf{C_I}$	Concentration initiale	mg/l
$\mathbf{C_F}$	Concentration finale	-
COT	Carbone organique total	-
DBO	Demande biochimique en oxygène	mg/L
DCO	Demande chimique en oxygène	mg/L
E	Energie consommée;	($KW.h/m^3$)
EC	Electrocoagulation	-
i	Densité de courant	mA/cm^2
I	Intensité électrique	A
F	Constante de Faraday	96485,3 $C.mol^{-1}$
l	Litre	-
mg	Milligramme	-
min	Minute	-
nm	Nanomètre	-
MO	Méthyle orange	-
mA	Mili-ampère	-
mS	Mili- siemens	-
MES	Matières en suspension	-
m_{th}	Masse théorique	mg
NTU	Néphélométrique Turbidite Unit	-
Q	Quantité	-
R	Rendement	(%)
KWh	Kilowatt heure	-
S	Surface	Cm^2
t	Temps	min
TAC	Titre d'alcalinité complète	°F
TDS	Taux de solides dissous	°F
U	Tension d'électrolyse	volt
V	Volume	m^3
P	Valeur du demi-domaine de l'intervalle	-
PAO	Procédé d'oxydation avancé.	-
PO	Procédé d'oxydation	-
Z	Nombre d'électrons	-
λ	Longueur d'onde	nm
λmax	Longueur d'onde qui correspond a l'absorbance maximale	nm

INTRODUCTION GENERALE

La contamination des ressources en eau, principalement au niveau de la qualité, est un problème qui se pose avec acuité ces vingt dernières années.

Les colorants synthétiques occupent actuellement une place importante dans le secteur industriel. Ils sont largement utilisés dans l'industrie du papier, cosmétique, agroalimentaire et notamment dans l'industrie textile.

Les effluents d'origine industrielle, agricole et domestique sont souvent chargés de polluants peu ou non biodégradables. Leur impact sur la faune et la flore est très néfaste. Une sensibilisation des acteurs socio-économiques et du public, accompagnée d'une sévère réglementation en rapport avec les rejets, contribueraient à lutter contre cette dérive et permettraient ainsi de sauvegarder ce qui peut encore l'être.

A l'instar des autres pays bien avancés au niveau de la protection de l'environnement, l'Algérie fait des efforts considérables, en promulguant des lois qui contraindraient les industriels en fonction de leur activité à s'équiper d'unités de traitement des eaux pour diminuer la charge polluante des effluents avant leur déversement dans les cours d'eau ou dans la mer via les réseaux d'assainissement.

Afin de préserver et d'améliorer la qualité de ces eaux, plusieurs techniques de traitement ont été abordées, parmi elles se trouvent les techniques électrochimiques qui ont été développées ces deux dernières décennies. Elles font intervenir plusieurs procédés parmi eux le procédé d'électrocoagulation.

Cette technique électrochimique qui est plus prometteuse, sera donc appelée à jouer un rôle important dans le processus de décontamination des eaux, en fournissant un moyen très efficace de décolorer, voire de dégrader totalement de ces polluants organiques.

Ce travail de recherche a eu pour but d'étudier l'élimination et la dégradation d'un colorant en solution aqueuse par électrocoagulation. Le bleu de méthylène, colorant cationique et le méthyle orange, colorant anionique, sont pris comme molécules modèle dans ce travail.

Pour réduire le nombre d'expériences, on a développé une stratégie expérimentale telle que plans d'expérience, pour la conduite des expériences et pour la connaissance des effets propres des facteurs opératoires sur l'efficacité d'élimination.

L'étude s'organise donc en deux parties :

- La première partie : partie théorique, devisée en deux chapitres :
  - ❖ Chapitre 1 : comporte des généralités sur les colorants, la pollution et les différentes techniques de traitement des colorants.
  - ❖ Chapitre 2 : nous avons abordé le procédé d'électrocoagulation ; son historique, son principe, ces avantages et ces inconvénients pour la décoloration d'un effluent.

- La deuxième partie : c'est une partie expérimentale qui regroupe en premier lieu toutes les méthodes et les principes appliquées afin de décolorer un effluent, les résultats obtenus lors de ce travail seront discutés en dernier lieu.

  Un plan d'expérience a été utilisé en dernière étape pour connaître l'effet de certains paramètres sur l'efficacité de traitement.

Enfin, le mémoire se termine par une conclusion générale résumant l'essentiel du travail élaboré et les perspectives qui peuvent être envisagées dans le futur.

I.1. INTRODUCTION

Les matières colorantes se caractérisent par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (de 400 à 700 nm). Tous les composés répondant à cette définition se différencient par leur structure chimique, organique ou inorganique, ou par leur origine, naturelle ou synthétique. Cependant, la distinction faite entre les colorants et les pigments est bien plus importante puisqu'elle tient compte de l'interaction entre la matière colorante et le substrat. Les pigments ont la particularité d'être insolubles dans le milieu où ils sont appliqués, ce qui nécessite de faire appel à des produits auxiliaires, comme certains polymères dans la peinture, pour assurer la cohésion avec le support. En revanche, les colorants doivent présenter vis-à-vis des matériaux à teindre, tels que les textiles, le cuir, le papier, une certaine affinité qui se traduit par une montée progressive, suivie d'une fixation de la substance colorante sur le substrat.

Parmi les origines de la pollution des eaux, on distingue une pollution domestique, urbaine, agricole et industrielles dont les eaux rejetées sont chargées par des colorants. Dans cette partie on va entamer des généralités essentielles sur les colorants, la pollution due par ces derniers et les différentes méthodes existent pour le traitement des effluents.

I.2. LES COLORANTS

I.2.1. Définition :

Un colorant est un produit capable de teindre une substance ou un ensemble de substances d'une manière durable. Un colorant possède généralement une très grande aptitude à se fixer par teinture ou impression sur la plupart des textiles. Il doit donc posséder des groupements qui lui confèrent la couleur, ce sont des groupements chromophores , et des groupements qui permettent une fixation permanente sur la substance à teindre : ce sont les groupements auxochromes (ce sont des groupements salifiables qui se présentent dans la solution de colorant sous forme de sels de sodium ou de calcium, ou de chlorures ou de sulfates) [1].

I.2.2 Historique :

Depuis le début de l'humanité, les colorants ont été appliqués dans pratiquement toutes les sphères de notre vie quotidienne pour la peinture et la teinture du papier, de la peau et des vêtements, etc. Jusqu'à la moitié du 19ème siècle, les colorants appliqués étaient d'origine

naturelle. Des pigments inorganiques tels que l'oxyde de manganèse, l'hématite et l'encre étaient utilisés. Par ailleurs, des colorants naturels organiques ont été appliqués, surtout dans l'industrie textile. Ces colorants sont tous des composés aromatiques qui proviennent essentiellement des plantes, telles que l'alizarine et l'indigo [1].

Les chimistes furent toujours intrigués par la relation entre la couleur et la constitution chimique des colorants. A ce sujet, la théorie la plus célèbre est celle établie par Witt en 1986 d'après laquelle la coloration est due à la présence dans la molécule un assemblage de groupes chromophores, auxochromes et de structures aromatiques conjuguées (cycles benzéniques, anthracène, térylènes, etc.) [2].

Le chromophore est un groupe d'atomes, qui contrôle la couleur du colorant, tandis que les auxochromes sont des groupements ionisables, ils permettent d'assurer la solubilité dans l'eau [1, 2]. Le tableau I.1 représente les principaux groupes chromophores et auxochromes

Tab I.1. *Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité Croissante [3].*

Groupes chromophores	**Groupes auxochromes**
Azo (-N=N-)	Amine primaire (Amino -NH_2)
Nitroso (-N=O ou N-OH)	Amine secondaire (Méthylamino -$NHCH_3$
Nitro (-NO_2 ou =NO-OH)	Amine tertiaire (Diméthylamino -$N(CH_3)_2$)
Carbonyle (>C=O)	Hydroxyle (-OH).
Vinyl (-C=C-)	Groupes donneurs d'électrons : NH_3
Thiocarbonyl (>C=S)	-COOH , -SO_3 H
Méthine (-CH=,-CR=)	Alkoxyle (-OR)
Azométhine (C=NH ou -CH=N-)	Bromo (Br-), Chloro (Cl-)
Azoxy (-N-N-) O	

I.2.3 Classifications :

Les colorants synthétiques sont classés selon leur structure chimique et leur méthode d'application aux différents substrats (textiles, papier, cuir, matières plastiques, etc.) [4].

I.2.3.1. Classification chimique:

Cette classification s'appuie principalement sur la nature du groupement chromophore (Tableau I.1), qui constitue le squelette nécessaire à la coloration de la molécule ce qui amène à distinguer les principales familles suivantes [4]:

- **Colorants azoïques :** Les colorants azoïques sont des composés caractérisés par le groupe fonctionnel azo (-N=N-) (Fig. I.1), unissant deux groupements alkyle ou aryles identiques ou non (azoïque symétrique et dissymétrique). Suivant le nombre de groupement azo rencontré dans la structure du colorant, on distingue les monoazoïques, les diazoïques et les polyazoïques [4].

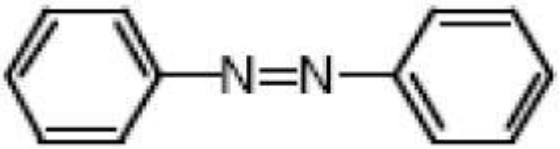


Fig. I.1 *: Structure générale d'un colorant azoïque.*

- **Colorants anthraquinoniques :** Sont d'un point de vue commercial, les plus importants après les colorants azoïques. Leur formule générale dérivée de l'anthracène montre que le chromophore est un noyau quinonique sur lequel peuvent s'attacher des groupes hydroxyles ou amino (fig. I.2) [4].

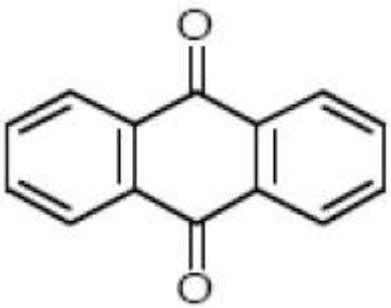


Fig. I.2 *: Structure moléculaire d'un colorant anthraquinoniques*

- **Colorants indigoïdes :** Les colorants indigoïdes tirent leur appellation de l'indigo.

L'indigo est un des plus anciens colorants connus avec la pourpre, qui est un dérivé dibromo-6,6-indigo [4].

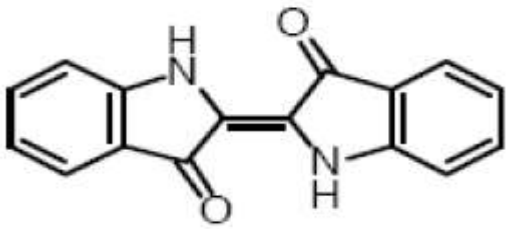


***Fig. I.3** : Structure moléculaire d'un colorant indigoïde*

- **Les phtalocyanines :** Ont une structure complexe basée sur l'atome central d'un métal (Fig. I.4) .Les colorants de ce groupe sont obtenus par réaction du dicyanobenzène en présence d'un halogénure métallique (Cu, Ni, Co, Pt,… etc.) [4].

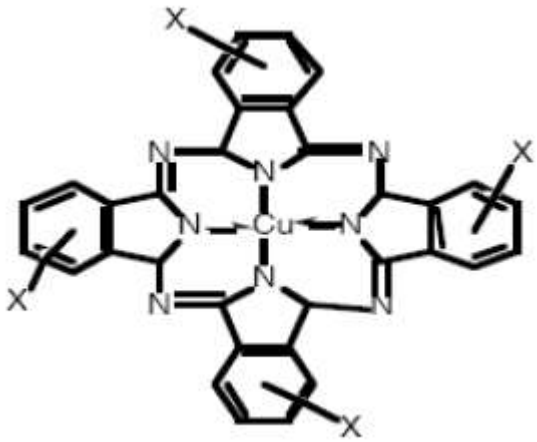


***Fig. I.4** : Structure moléculaire d'un colorant phtalocyanine*

- **Colorants nitrosés:** Forment une classe des colorants très limitée en nombre et relativement ancienne. Ils sont actuellement encore utilisés, du fait de leur prix très modéré lié à la simplicité de leur structure moléculaire caractérisée par la présence d'un groupe nitro (-NO2) en position ortho d'un groupement électrodonneur (hydroxyle ou groupes aminés) [4].

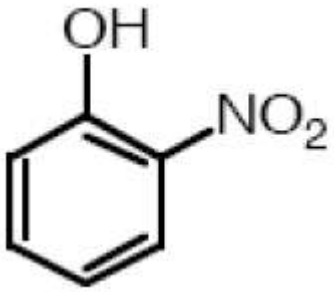


Fig. I.5 *: Structure moléculaire d'un colorant nitrosé*

- **Colorants triphénylméthanes:** Les triphénylméthanes sont des dérivés du méthane pour lesquels les atomes d'hydrogène sont remplacés par des groupes phényles substitués dont au moins un est porteur d'un atome d'oxygène ou d'azote en para visà-vis du carbone méthanique. Le triphénylméthane et ses homologues constituent les hydrocarbures fondamentaux d'où dérivent toute une série de matières colorantes [4].

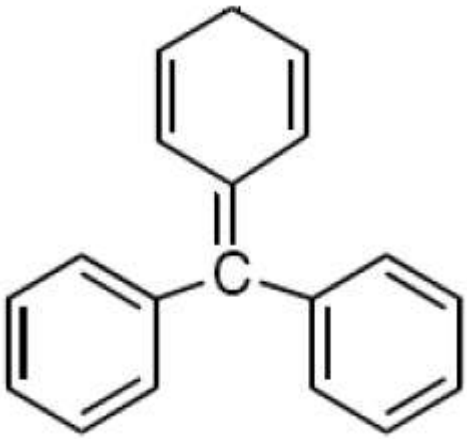


Fig. I.6 *: Structure moléculaire d'un colorant triphénylméthane.*

- **Colorants xanthène :** Ces colorants sont dotés d'une intense fluorescence. Le composé le plus connu est la fluorescéine. Peu utilisé en tant que teinture, leur faculté de marqueurs lors d'accident maritime ou de traceurs d'écoulement pour des rivières souterraines est malgré tout bien établie [4].

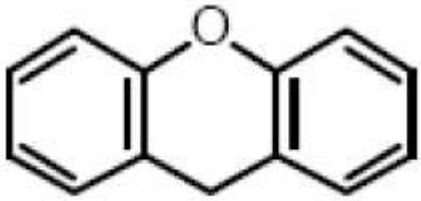


Fig. I.7 *: Structure moléculaire d'un colorant xanthène*

I.2.3.2. Classification tinctoriale :

Cette classification est basée sur la nature de groupement auxochrome présentant sur la molécule du colorant (Tableau. I.2), qu'il renseigne sur la solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour les diverses fibres et sur la nature de la fixation [5].

Tab I.2. Différentes classes tinctoriales des colorants [2,6].

Type de colorant	Caractéristiques
Colorants acides (anioniques)	Solubles dans l'eau grâce à leurs groupes sulfonâtes ou carboxylates, ils sont ainsi dénommés parce qu'ils permettent de teindre les fibres animales (laine et soie) et le polyamide en bain légèrement acide, Exemple: Jaune Réactif 125.
Colorants basiques (cationiques)	Solubles dans l'eau. Les liaisons se font entre les sites cationiques des colorants (sels d'amines organiques) et les sites anioniques des fibres. Exemple : Jaune basique 28.
Colorants à mordant	contiennent généralement un ligand fonctionnel capable de réagir fortement avec un sel d'aluminium, de chrome, de cobalt, de cuivre, de nickel ou de fer pour donner différents complexes colorés avec le textile.
Colorants réactifs	Leurs groupes chromophores sont issus essentiellement des familles : azoïque, anthraquinonique et phtalocyanine. L'appellation est liée à la présence d'une fonction chimique réactive, assurant la formation d'une liaison covalente forte avec les fibres. Exempl: jaune éverzol GR
Colorants de cuve	Insolubles, et doivent être transformés en leucodérivés par réduction alcaline. La teinture se termine par la réoxydation in situ du colorant sous sa forme insoluble initiale. Réputés pour leur bonne résistance aux agents de dégradation
Colorants directs	Solubles dans l'eau, du fait de la présence de groupes sulfonâtes. Ils se distinguent par leur affinité pour les fibres cellulosiques. Exemple: jaune solophenyl et

	rouge direct 23.
Les pigments	Ne sont pas des colorants. Ils sont insolubles dans l'eau, ne présentent aucune affinité pour les matières textiles et ne peuvent être appliqués à la surface des fibres qu'en les fixant à l'aide d'un liant.
Colorants dispersés	Faiblement solubles dans l'eau, des groupes hydrophiles (OH, NH_2, CH_2OH) ont été introduits dans la molécule pour permettre se former, en suspension dans l'eau, une fine dispersion, à l'origine du nom de colorant dispersés. Exemple : Bleu térasil BG

I.2.4. Propriétés physico – chimiques des colorants

Un colorant doit posséder, outre sa couleur propre, la propriété de teindre. Cette propriété résultant d'une affinité particulière entre le colorant et la fibre.

En effet, selon le type d'application et d'utilisation, les colorants synthétiques doivent répondre à un certain nombre de critères afin de prolonger la durée de vie des produits textiles sur lesquels ils sont appliqués:

- Résistance à l'abrasion.
- Stabilité photolytique.
- Résistance à l'oxydation chimique (notamment les détergents) et aux attaques microbiennes.

Ces caractéristiques propres aux colorants organiques accroissent leur persistance dans l'environnement et les rendent peu disposés à la biodégradation [6].

I.2.5. Application industrielle

L'industrie des colorants constitue un marché économique considérable car de nombreux produits industriels peuvent être colorés, principalement dans [1]:

• L'industrie de textile, fourrure, cuir (textiles a usage vestimentaires ou médical…).

• L'industrie de matière plastique.

• L'industrie de bâtiments : peinture, matériaux de construction, céramiques.

• L'imprimerie.

• L'industrie pharmaceutique.

• L'industrie des cosmétiques.

• L'industrie agroalimentaire

I.2.6. Toxicité et impact sur l'environnement

I.2.6.1. Toxicité

Les colorants synthétiques représentent aujourd'hui un groupe relativement large de composes chimiques organiques rencontres dans pratiquement toutes les sphères de notre vie quotidienne. La production mondiale est estimée a 700.000 tonnes / an, dont 140.000 sont rejetées dans les effluents au cours des différentes étapes d'application et de confection. Ces rejets, composes de composes biocides, suspensions solides, agents de dispersion et de mouillage, colorants et traces de métaux, sont toxiques pour la majorité des organismes vivants. L'hétérogénéité de leur composition rend difficile voire quasiment impossible l'obtention de seuils de pollution inferieurs ou égaux a ceux imposes par les normes environnementales, après traitement par les techniques traditionnelles [3].

I.2.6.2. Danger environnemental

Les rejets d'effluents chargés en colorants, dans l'écosystème est une source dramatique de pollution et de perturbation non esthétique dans la vie aquatique qui peut nuire considérablement aux espèces animales, végétales ainsi qu'aux divers microorganismes vivant dans ces eaux [4].Plusieurs phénomènes induits par les rejets textiles représentent des dangers pour l'environnement(figure I.8).

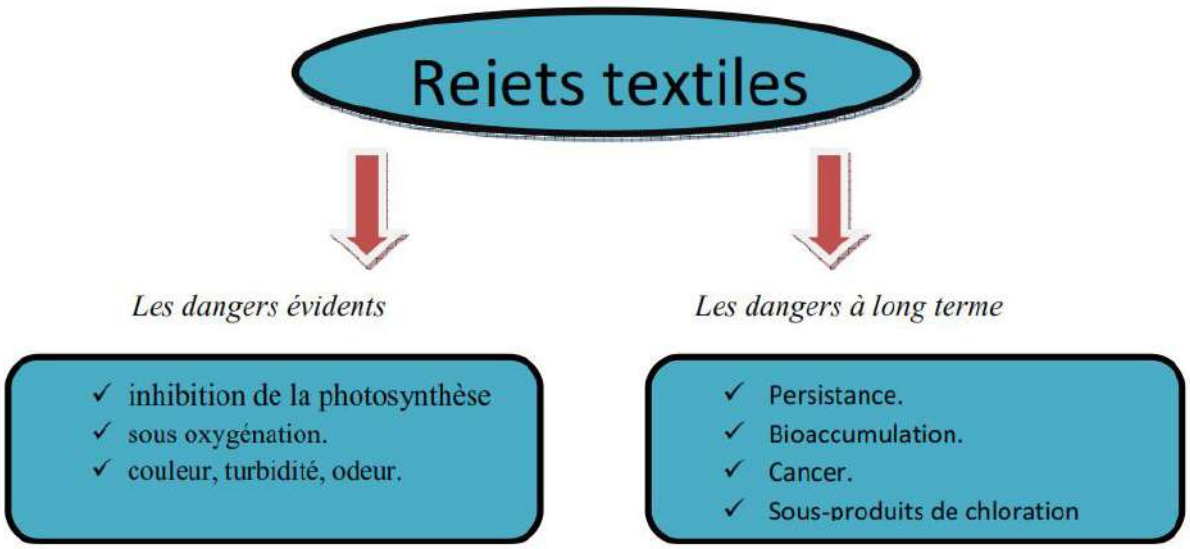


Fig I.8*. Les dangers des rejets de textiles*

I.3. POLLUTION

I.3.1 Définitions et généralités:

La pollution est une modification défavorable du milieu naturel qui apparaît en totalité ou en partie comme le sous-produit de l'action humaine, au travers d'effets directs ou indirecte altérant les modalités de répartitions des flux d'énergie, des niveaux de radiations, de la constitution physico-chimique du milieu naturel et de l'abondance des espèces vivantes.

Ces modifications peuvent affecter l'homme directement ou au travers des ressources en produits agricoles, en eau et autres produits biologiques. Elles peuvent aussi l'affecter en altérant les objets physiques qu'il détient, les possibilités récréatives du milieu ou encore en enlaidissant la nature [5].

La pollution de l'eau est due essentiellement aux activités humaines ainsi qu'aux phénomènes naturels. Elles a des effets multiples qui touchent aussi bien la santé publique que les organismes aquatiques.

Selon le type de polluant, on peut classer la pollution en trois catégories [5] :

- **Pollution physique :** on parle de ce type de pollution quand le milieu pollué est modifié dans sa structure physique par divers facteurs. Elle regroupe la pollution mécanique, la pollution thermique et la pollution atomique.
- **Pollution chimique :** elle est due au déversement des rejets industriels apportant de grandes quantités de substances chimiques dont certaines sont non dégradables.
- **Pollution biologique :** il s'agit de la pollution par les micro-organismes (bactéries, virus, parasites, champignons, etc.).

I.3.2. La législation :

La législation sur les rejets d'eaux résiduaires devient de plus en plus stricte. L'Algérie est dotée une réglementation 06-104 sur les rejets d'effluents dans le milieu hydrique. Le tableau I.3 précise les limites réglementaires de ces rejets pour les colorants de textiles.

Tab I.3. *Norme algérienne (n° 06-141) des rejets d'effluents d'industrie textile [7].*

paramètre	unité	Valeur limite	Tolérance aux valeurs limites
pH	-	6.5-8.5	6-9
DBO	mg/l	150	200
DCO	mg/l	250	300
Matière décantable	mg/l	0.4	0.5
Matière non dissoute	mg/l	30	40
oxydabilité	mg/l	100	120
permanganate	mg/l	20	25
température	°C	30	35

I.4. Méthodes de traitement des colorants

Au cours des différentes étapes de teinture, des quantités plus ou moins importantes de colorants sont perdus par manque d'affinité avec les surfaces à teindre ou à colorer comme déjà cité auparavant, ces rejets organiques sont toxiques et nécessitent une technique de dépollution adaptée.

I.4.1. Méthodes physiques :

I.4.1.1. Adsorption :

Par ce procédé, le polluant est transféré de la phase fluide vers la surface du solide. La sélection d'un adsorbant est basé sur quelques caractéristiques tel que : l'affinité aux colorant, la capacité d'adsorption et la possibilité de régénérer l'adsorbant.

Cependant, même avec le charbon actif considéré comme l'adsorbant le plus efficace, ce mode de traitement n'est pas applicable pour l'élimination de tous les colorants. Seuls les cationiques, colorant à mordant, de cuve et réactifs sont éliminés par cette technique [6].

Ainsi, l'application de cette technique a été limitée à cause des problèmes de production de boues et de couts très élevé de régénération d'adsorbant [8].

I.4.1.2. Filtration sur membrane:

Dans ce procédé, les polluants sont retenus par une membrane semi perméable dont le diamètre des pores est inférieur à celui des molécules à éliminer. Cette technique est largement utilisée dans le dessalement de l'eau de mer. Selon la qualité de l'eau désirée, on distingue la microfiltration, l'ultrafiltration ou la nanofiltration ou encore l'osmose inverse.

La nanofiltration s'applique surtout au traitement des bains de teinture de colorants réactifs en agissant comme un filtre moléculaire tandis que la microfiltration retient les matériaux colloïdaux tels que les colorants dispersés ou de cuve grâce à une «membrane écran » [6].

Ces procédés restent très limités dans leurs applications car ils nécessitent des investissements importants à cause en grande partie du prix des matériaux utilisés [6].

I.4.1.3. Coagulation – floculation :

Sous le terme de coagulation-floculation, on entend tous les processus physicochimiques par lesquels des particules colloïdales ou des solides en fine suspension sont transformés par des floculats chimiques en espèces plus visibles et séparables (les flocs). Les flocs formés sont ensuite séparés par décantation et filtration puis évacués [9].

Les coagulants inorganiques donnent les résultats les plus satisfaisants pour la décoloration des effluents contenant des colorants dispersés, de cuve et soufrés, mais sont totalement inefficaces pour les colorants réactifs, azoïques, acides et basiques.

Par ailleurs, la coagulation-floculation ne peut être utilisée pour les colorants fortement solubles dans l'eau. D'importantes quantités de boue sont formées avec ce procédé: leur régénération ou réutilisation reste la seule issue mais demande des investissements supplémentaires [6].

I.4.2. Méthodes chimiques, L'oxydation avancée:

Elle est parmi les procédés actuels utilisés, ces méthodes conduisent à la minéralisation du colorant et/ou à la formation de sous produits pouvant êtres toxiques. Les méthodes d'oxydation les plus souvent cités pour ce type de traitement sont :

1. POA basés sur la photolyse (UV, UV/H_2O_2),
2. POA basés sur l'ozonation (O_3, O_3/UV, O_3/H_2O_2, O_3/H_2O_2/UV),
3. PO basés sur la réaction de Fenton (Fe^{2+}/H_2O_2, Fe^{2+}/H_2O_2/UV, Fe^{3+}/H_2O_2/UV, électro Fenton),
4. POA basés sur l'utilisation de semi-conducteurs (TiO_2/UV).

L'ozonation a montré son efficacité grâce a sa grande réactivité via les colorants azoïques.

Cependant, sa courte durée de vie, son inefficacité sur les colorants dispersés et le cout élevé d'ozone limite l'application de cette technique [8].

La photolyse, est la technique d'oxydation la plus efficace, principalement grâce au grand rendement de décoloration obtenu (plus de 95%), et la réduction de volume de boue produit. Toutefois, cette technique n'est pas suffisamment efficace pour des fortes concentrations en colorant ainsi pour les colorants dispersés et à mordant .Aussi, elle conduite a la formation des produits indésirables et la consommation d'UV d'UV augmente le cout de cette processus [8,10].

I.4.3. Méthodes biologiques :

I.4.3.1. Méthodes microbiologiques :

Basé sur les microorganismes en milieu aérobie (présence d'oxygène) ou anaérobie (absence d'oxygène). Ce procédé peut conduire soit à une biodégradation totale avec formation de CO2 et de H2O, soit à une biodégradation incomplète, pouvant aboutir à un composé ayant une structure différente du parent produit .Le traitement biologique est souvent caractérisé par des mesures de la D.B.O (demande biologique en oxygène) et de la D.C.O (demande chimique en oxygène) [11].

Cependant, il convient de signaler que cette procédure de traitement est lente et inefficace en présence de quelques substances toxiques. Ainsi, les colorants synthétiques utilisés dans le textile se sont avérés résistants à l'attaque microbienne [9].

I.4.3.2. Méthodes enzymatiques:

Un grand nombre d'enzymes de différentes plantes (racines de radis, navet, pomme de terre, courgette, grain de soja, etc.…) et des microorganismes ont été signalés à jouer un rôle important dans une série d'applications de traitement des déchets. Parce que, contrairement aux catalyseurs chimiques, les catalyses enzymatiques ont montrés leurs mérites pour convertir des structures chimiques complexes dans des conditions douces sur l'environnement et avec une grande efficacité. Les enzymes peuvent aussi agir sur certains polluants récalcitrants pour les éliminer par précipitation ou les transformer aux autres produits. Ils peuvent également modifier les propriétés d'un effluent donné pour le rendre plus acceptable au traitement [12].

I.4.4. Méthodes électrochimiques

I.4.4.1. Electrolyse

❖ **Principe de base et définition**

L'application d'une différence de potentiel entre deux électrodes plongées dans un bain électrolytique (solution contenant des ions) crée un champ électrique orienté dans lequel les ions se mettent en mouvement : les cations se dirigent vers la cathode, les anions vers l'anode. Quand la tension appliquée est Suffisante, les réactions suivantes se produisent aux interfaces électrolyte- électrodes [13]*:*

- **à l'anode** : oxydation avec émission d'électrons

$$A^- \rightarrow A + e^-$$

à la cathode : réduction avec capture d'électrons

$$C^+ + e^- \rightarrow C$$

I.4.4.2.Électrochloration

L'électrochloration est une technique qui permet la production in situ d'une solution diluée d'hypochlorite de sodium à partir d'une solution de chlorure de sodium (eau de mer ou saumure) [13].

a) Réactions :

La formation d'hypochlorite à partir de chlorure peut se résumer suivant la réaction globale [14]:

$$2NaCl + H_2O \rightarrow NaClO + Na\,Cl + H_2$$

➢ **Réactions principales** [15]**:**

Électrochimiques :

Cathode	**Anode**
$2H_2O + 2e^- \rightarrow H_2 + OH^-$	$Cl_2 + 2e^- \leftarrow 2Cl^-$

Chimiques : $Cl_2 + 2OH^- \rightarrow ClO^- + Cl^- + H_2O.$

$ClO^- + H_2O \leftrightarrow HClO + OH^-$.

- **Réactions parasites :**

Migration et oxydation des OH^- à l'anode :

$$2OH^- \rightarrow ½\ O_2 + H_2O + 2e^-$$

Réduction de $C1O^-$ à la cathode :

$$ClO^- + 2H^+ + 2e^- \rightarrow Cl^- + H_2O,$$

- Formation d'hydroxydes, principalement $Mg(OH)_2$:

$$Mg^{2+} + 2OH^- \rightarrow Mg(OH)_2$$

I.4.4.3. Électrocoagulation

Ce procédé électrochimique utilisé sur certaines eaux résiduaires réalise essentiellement une floculation selon les processus suivants - création d'un champ électrique entre électrodes favorisant les rencontres entre charges présentes dans l'effluent [16].

La libération d'ions métalliques (Fe, Al) par dissolution d'anodes solubles, ions qui génèrent des hydroxydes favorables à la formation des flocs [15].

I.5.Conclusion

L'eau résiduaire contient différents composés, comme les colorants. Ces colorants ont un effet sur l'environnement de façon générale, c'est pour cette raison qu'il faut minimiser leur concentration dans l'eau avant d'être rejeté .Dans le chapitre suivant on va entamer le procédé électrochimique d'électrocoagulation utilisé pour le traitement des rejets liquides colorés.

II.1. Introduction

Dans le domaine industriel, une attention particulière a été portée aux industries en développant la recherche pour l'identification des méthodes économiques de traitement de leurs rejets colorés et répondre aux normes exigées. Le travail présenté dans ce chapitre s'inscrit à offrir une meilleure connaissance du traitement des rejets liquides colorés par une méthode électrochimique « ELECTROCOAGULATION », une solution révèle moins chère et plus efficace pour le traitement de ces rejets.

II.2. Définition et historique du procédé d'électrocoagulation

Le premier document rapportant l'utilisation de l'EC pour le traitement des effluents est un brevet américain déposé en 1880 par Webster qui utilisait des électrodes en fer.

La même année, une station d'épuration fut construite sur la base de ce brevet, à Salford (Grande -Bretagne) pour traiter les eaux polluées urbaines. En 1909, Harries dépose un nouveau brevet sur ce procédé : les anodes étaient alors constituées par des plaques de fer et d'aluminium.

En 1912, deux autres stations de traitements des eaux usées furent construites sur ce principe aux Etats-Unis. Cependant, leur fonctionnement fut stoppé, quelques années plus tard (1930) en raison du coût qui étaient deux fois plus élevé que celui d'un traitement classique.

En 1946, Stuart étudie plus précisément le procédé avec un réacteur équipé d'électrodes en aluminium. Comparant le procédé de coagulation physico-chimique et le procédé électrochimique, il observe que le phénomène de coagulation semble plus rapide avec la méthode électrochimique. En 1947 Bonilla, se base sur les résultats de Stuart et réalise une comparaison économique des deux procédés. Il estime que pour les installations de petites tailles, l'électrocoagulation peut s'avérer plus compétitive que les procédés classiques.

Les recherches se sont poursuivies sur les effluents de caractéristiques très différentes.

Holden (1956) s'intéresse à la possibilité de traiter les eaux de surface pour la production d'eau potable alors que Sadek (1970) propose un traitement des eaux usées en éliminant les phosphates par la technique d'électrocoagulation. En 1974 Back et ses collègues emploient le procédé pour le traitement des effluents issus des industries agro-alimentaires. En 1975, Strokach en URSS, évoque divers électro-coagulateurs, permettant le traitement et le recyclage des eaux usées pour une éventuelle réutilisation en agriculture. En 1980, de nombreux travaux ont été présentés par des chercheurs russes sur l'électrocoagulation comme

moyen de traitement efficace des eaux usées. Enfin, en 1984, Vik réalise un travail conséquent démontrant la possibilité de produire de l'eau potable par le procédé d'électrocoagulation à partir des eaux naturelles norvégiennes fortement chargées en substances humiques [17].

En dépit de ces nombreuses recherches, le procédé d'EC a marqué un net recul en raison de l'évolution des autres procédés de traitement des eaux qui sont apparues plus simples et moins coûteuses. Ainsi l'électrocoagulation s'est finalement peu développée jusqu'au début des années 90.

Le développement de la législation concernant les rejets d'eaux polluées en milieu naturel, ainsi que l'avancement des recherches dans les différents procédés d'électrochimiques ont dans les années 80, réactualisé l'électrocoagulation qui a alors connu un regain d'intérêt.

Les efforts récents concernant le développement des procédés propres de traitement des eaux, ont permis à l'électrocoagulation de prendre de l'importance, offrant ainsi un coût d'investissement et de traitement compétitif, et une large efficacité d'élimination de polluants.

Les industries de traitement de surface ont été les premières à instaurer des procédés d'électrocoagulation, en France, dans les années 90. Depuis, la technologie des procédés d'EC ne cesse d'être développée et améliorée dans des domaines industriels variés (textile, agroalimentaire, semi – conducteurs…).

L'importance de l'électrocoagulation s'est accrue du fait de son efficacité, généralement supérieures aux autres techniques, pour éliminer les différentes formes de pollution, répertoriées par les indicateurs suivants [18]:

- DCO : Demande chimique en oxygène,
- DBO : Demande biologique en oxygène,
- COT : Carbone organique total,
- MES : Matières en suspensions,
- TDS : Taux de solides dissous,
- TAC : Taux alcalimétrique complet,
- Les métaux lourds,
- ABS : Coloration liée à l'absorbance de l'effluent.

II.3. Principe du procédé d'électrocoagulation

Le procédé d'électrocoagulation est basé sur le principe des anodes solubles. Il s'agit, d'imposer un courant (ou potentiel) entre deux électrodes (fer ou aluminium) immergées dans un électrolyte contenu dans un réacteur pour générer, in situ, des ions (Fe^{2+}, Fe^{3+}, Al^{3+}), susceptibles de produire un coagulant en solution et de provoquer une coagulation – floculation des polluants que l'on souhaite éliminer.

Le champ électrique crée un mouvement d'ions et de particules chargées. Cette action permet de rassembler les micropolluants organiques sous forme de flocs qu'on élimine ensuite par un procédé physique classique (décantation, flottation, filtration) [19].
La figure suivante présente le principe du procédé avec des électrodes d'aluminium.

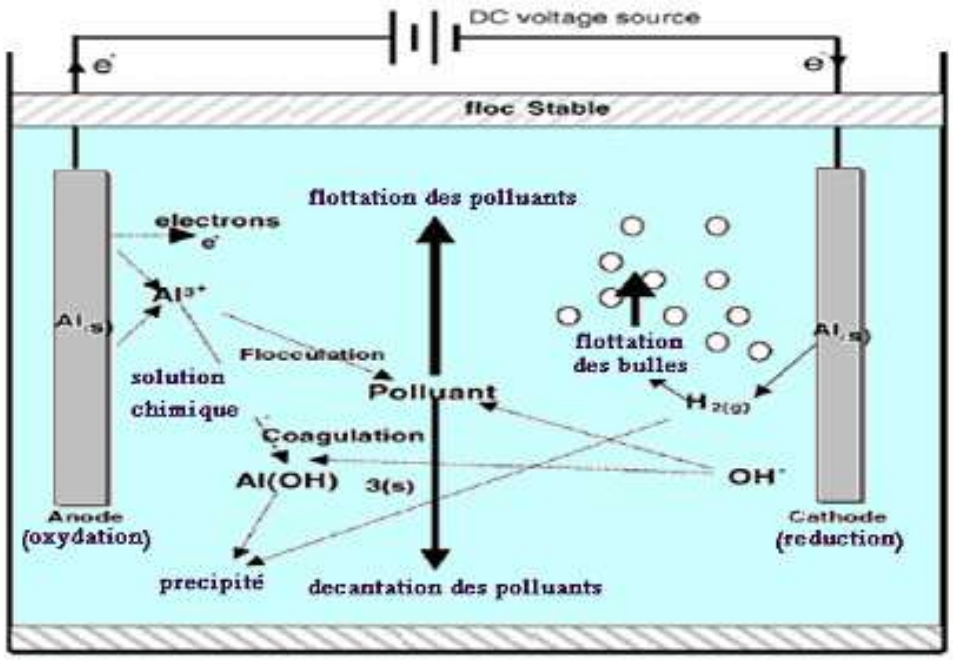


Fig II-1: *Schéma du principe de l'électrocoagulation [18].*

Les anodes et les cathodes utilisées peuvent avoir différentes configurations. Elles peuvent se présenter sous forme de plaques, de boules, de sphères à lit fluidisé, de fil, de tige ou de tube.
Ces électrodes peuvent être constituées de divers métaux qui sont choisis de manière à optimiser le procédé de traitement. Les deux métaux communément utilisés sont le fer et l'aluminium [20].

Les principales réactions mises en jeu pour des électrodes en aluminium soumises un courant continu sont les suivantes [21] :

A l'anode :

- L'oxydation du métal :

$Al \rightarrow Al^{3+} + 3e^-$

- La formation de l'hydrogène :

$2Al + 3OH^- \rightarrow Al_2O_3 + 3/2\ H_2 + 3\ e^-$

Catonné (1996) précise que, si la densité de courant est suffisante et si les conditions du milieu s'y prêtent, l'anode peut être également le siège d'une oxydation de l'eau :

$2H_2O \leftrightarrow 4H^+ + O_2 + 4e^-$

A la cathode :

- La réduction de l'eau : $H_2O + e^- \rightarrow 1/2\ H_2 + OH^-$

La production d'ions OH^- sur la face cathodique provoque également une dissolution de la cathode par augmentation locale du pH [17] :

$$2Al + 6H_2O + 2OH^- \rightarrow 2Al(OH)_4^- + 3H_{2(g)}$$

L'ensemble des ions Al^{3+} générés en solution s'hydratent puis réagissent avec l'eau pour former principalement :

$$Al^{3+} + 3H_2O \rightarrow Al(OH)_{3(s)} + 3H^+$$

Il est aussi possible d'utiliser d'autres métaux comme anode soluble. Néanmoins, l'aluminium et le fer restent les plus utilisés grâce à leur prix abordable et à leur forme ionique qui présente une valence élevée.

Dans le cas d'une anode en aluminium, le cation métallique formé est Al^{3+}, tandis que l'utilisation d'une électrode en fer conduit à la formation d'ions ferreux Fe^{2+}, qui peuvent s'oxyder en présence d'oxygène dissous ou bien par auto oxydation pour donner les ions ferriques Fe^{3+} [22 , 23] .

Pour des électrodes en fer, les réactions sont les suivantes :

Anode: $Fe \rightarrow Fe^{2+} + 2e^-$

$H_2O \rightarrow 2H^+ + 1/2\ O_2 + 2e^-$

Cathode : $2H_2O + 2e^- \rightarrow 2OH^- + H_2$

II.*4.* Paramètres fondamentaux de procédé

La performance du processus d'électrochimique est liée à plusieurs paramètres dont les plus importants sont [24] :

a) pH de la solution à traiter :

Il y a nécessité de neutraliser le pH de la solution à traiter de manière à favoriser la formation d'hydroxyde de fer ou d'aluminium pour un meilleur taux.

b) Conductivité :

Pour diminuer la chute ohmique et donc la consommation énergétique, on peut agir sur la conductivité de la solution à traiter.

c) Densité de courant :

Pour amorcer le procédé électrochimique et pour avoir une quantité suffisante en coagulant dans la solution à traiter, il faut une densité de courant bien déterminée.

d) Espace entre électrodes :

Pour limiter les chutes ohmiques et les consommations de courant, il faut que l'espace entre les deux électrodes soit faible (1à 2 cm).

e) Temps d'électrolyse :

L'accroissement du temps augmente la qualité du filtrat et la filtration des flocs. Il y a donc un optimum à trouver pour avoir une meilleure séparation.

II.5. Principale loi régissant l'électrocoagulation

II.5.1. La seconde loi de Faraday :

Une des principales lois explicitant les réactions d'électrocoagulation est la seconde loi de Faraday. Cette loi montre que la quantité d'ions métalliques dissous par oxydation anodique est directement proportionnelle à l'intensité imposée et à la durée d'électrolyse mais inversement proportionnelle à la valence de l'ion émis [25,26, 27].

La seconde loi de Faraday est utilisée pour déterminer la masse de métal dissoute et d'hydrogène formé pendant une durée t d'électrolyse et à un courant I [28].

$$m_{th} = \frac{I.t}{Z.FV} M \qquad \text{(II.1)}$$

Avec :

m_{th} : masse théoriquement dissoute en *g*

M : masse molaire de l'ion considéré en g.mol-1

Z : Nombre d'électrons mis en jeu dans la réaction considérée

I : Intensité imposée aux bornes des électrodes en A

t : durée d'électrolyse en s

F : constante de Faraday = 96485,3 C.mol-1

V : volume de la solution traitée (m^3).

A partir de cette loi, il est possible d'estimer la masse d'électrode théoriquement consommée par électrolyse et d'en déduire un rendement anodique (R_{anode}) :

$$R_{anode} = \frac{M_{exp}}{M_{the}} \times 100 \qquad \text{(II.2)}$$

Avec :

M_{exp} : Masse expérimentalement formée (g)

M_{the} : Masse théorique donnée par la loi de Faraday (g)

II.5.2. Energie consommée :

L'énergie totale consommée au cours des processus électrochimiques est calculée selon l'équation suivante :

$$E = \frac{U.I.t}{V} \qquad \text{(II.3)}$$

Avec :

E : énergie consommée ($KW.h/m^3$) ;

U : tension d'électrolyse (volt) ;

I : intensité de courant d'électrolyse (A) ;

t : temps d'électrolyse (h) ;

V : volume de la solution traitée (m^3).

La consommation d'électricité est décisive pour le choix du procédé. Il faut intervenir sur certains paramètres pour réduire les déperditions énergétiques. Lors de traitements électriques, le terme *RI* donne en général les plus grandes déperditions énergétiques . Cette énergie perdue est dissipée par effet Joule et chauffe la solution.

II.6. Exemple d'application et mise en œuvre du procédé

Les procédés d'EC, largement utilisés dans le domaine des traitements des eaux, ont montré leur flexibilité pour l'élimination de différentes formes de pollution et de polluants. Dans la majorité des procédés d'EC destinés à des applications industrielles ou à des installations de faible et moyenne échelles, les électrodes se présentent sous diverses formes géométriques; plaques planes parallèles, cylindres, sphères en lit fixe, ou sous forme de système rotatif.

La simplicité de manipulation et d'entretien des plaques planes parallèles rend les expériences sur l'électrocoagulation plus aisée.

Divers modes de connexions sont étudiés :

- Connexion mono polaire en série [29]. mono polaire en parallèle
- Connexion bipolaire en série [30].
- Connexion mono polaire en parallèle [31].

Ces trois modes de connexions diffèrent par leurs expressions de tension électrique et d'intensité de courant dans la cellule d'électrolyse.

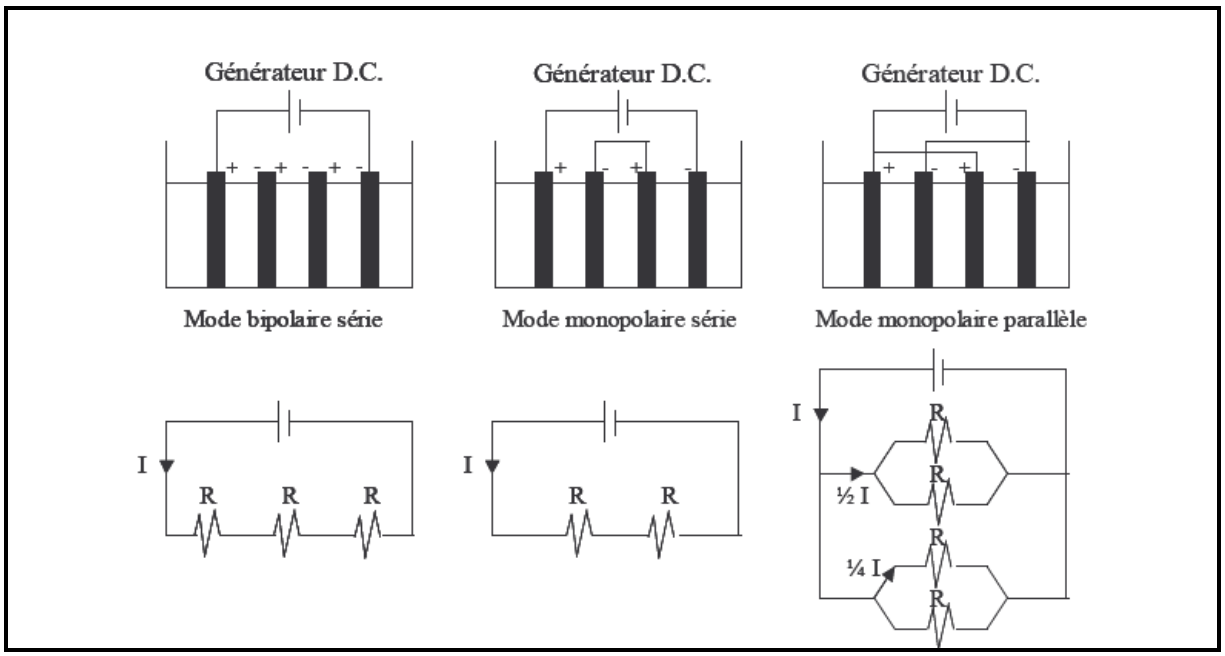


Fig II.2: *Les différents modes de connections électriques pour une cellule d'électrocoagulation et les circuits électriques associés.*

Si l'on compare les circuits électriques associés aux divers modes de connexions, on constate que, pour une intensité donnée, la tension nécessaire sera plus importante pour le mode en série que pour le mode en parallèle puisque les résistances s'additionnent. En mode en série

l'intensité qui parcourt chacune des électrodes est identique alors qu'en mode parallèle, elle dépend de la résistance de chaque cellule individuelle (composée de deux électrodes).

II.7. Avantages et inconvénients du procédé d'électrocoagulation

Le processus d'électrocoagulation présente certains avantages par rapport aux procédés physico-chimiques [32, 33]:

- Absence d'agitation mécanique.
- Elimination des fins colloïdes, ce qui permet d'obtenir des meilleures performances sur l'abattement de la DCO (demande chimique en oxygène).
- Pas d'ajout de produits extérieurs (coagulants floculant).
- L'équipement est plus compact (temps de séjours plus faible).
- Par ailleurs, les opérations d'exploitation / maintenance sont réduites et simples.
- Le champ électrique entre les électrodes conduit à la destruction de certaines souches de bactéries.
- Cout de traitement réduit.

Néomoins, des inconvénients existent [33, 34]:

- la conductivité souvent faible de l'eau polluée
- la formation des dépôts sur les électrodes.
- La présence de certains ions tels que les chlorures
- une présence importante d'ions calcium et hydrogénocarbonate provoque l'apparition d'un dépôt de tarte au niveau de la cathode.

Remarque : il est important de prévoir un nettoyage mécanique périodique des électrodes à l'aide de solutions acides.

II.8. Conclusion

Le procédé d'électrocoagulation est une méthode basée sur le principe des anodes solubles, il est généré par des facteurs qui influent sur le taux de la décoloration. Ce procédé adapté pour le traitement des rejets liquides colorés qui sont une source dramatique de pollution, et qui peuvent nuire considérablement la nappe phréatique. C'est pourquoi, il est indispensable de procéder à un traitement des eaux colorées avant de leur rejetées par le procédé cité auparavant, et se qu'on va entamer dans le chapitre suivant.

III.1 Problématique

Un effluent de façon générale, c'est un terme générique désignant une eau résiduaire industrielle, véhiculant une certaine charge polluante (dissoute, colloïdale ou particulaire). Ces effluents recèlent des composants organiques ou chimiques tel que les colorants nuisibles l'environnement. Pour cet effet on va s'adapter à une méthode de traitement et de décoloration de ces derniers afin de réduire le taux de la pollution environnementale.

III. 2. Objectif

Notre objectif le long de cette partie expérimentale consiste à étudier la décoloration d'un colorant synthétique par le procédé d'électrocoagulation. Nous avons choisi pour cette étude deux types de colorant, le premier est un colorant cationique il s'agit du bleu de méthylène et le seconde est un colorant anionique qui est le méthyle orange.

Cette étude passe dans un premier temps par la mise en point de procédé d'électrocoagulation pour effectuer la décoloration en représentant les matériels utilisés et les méthodes suivies afin de réaliser ce procédé.

La deuxième partie, consiste à déterminer l'effet de certains paramètres à savoir: le pH, le temps de traitement, la concentration des deux colorants, la densité du courant et la quantité d'additif de NaCl sur la l'efficacité de décoloration de ces deux colorants.

Le plan d'expérience en troisième partie nous permet de réduire le nombre d'essais et atteindre des meilleurs résultats dans un temps court.

III.3. Matériels et produits

III.3.1.Matériels :

Spectrophotomètre UV visible (UV MINI 1240/SHIMDZU).

Générateur électrique (NETZERATUNIVERSAL/CONSTANTER).

Voltmètre (PEAKTECH^{R} 3225DC Volt Meter /CATII60V).

Ampèremètre (PEAKTECH^{R} 3235DC Courrent Meter /CATII60V).

Pompe à vide (D-97112 Freiburg/ KNF neuberger).

pH-mètre (Ph 211Microprocessor pH meter/HANNA instruments).

Turbidimètre (Turb 550/WTW).

Conductimètre (EC 214 Conductivity Meter).

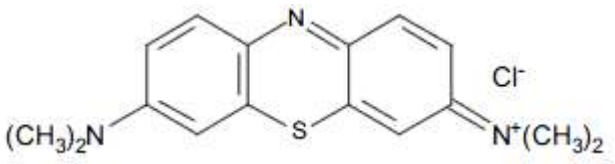
Agitateur électrique (MR 3001K/Heidolph).

Verreries diverse (fioles, pipettes, erlenmeyers, tubes a essais…).

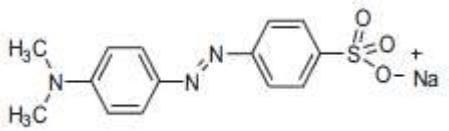
III.3.2. Produits :

- Chlorure de sodium (NaCl).
- Solution d'hydroxyde de sodium (NaOH 1N).
- Solution d'acide chlorhydrique (HCl 0,1N).
- Colorants : les colorants commerciaux qui ont été utilisés au cours de cette étude, sont : le bleu de méthylène (colorant cationique), c'est une molécule organique appartenant à la famille des Xanthines [25]. Ce colorant est choisi comme modèle représentatif des polluants organiques de taille moyenne. Le seconde colorant est le méthyle orange (colorant anionique). L'ensemble des propriétés physico-chimiques de ces colorants sont récapitulés dans les tableaux suivants (Tableau. III.1) et (tableau.III.2):

Tab. III .1 : *Caractéristiques physico-chimiques de bleu de méthylène.*

Formule brute	$C_{16}H_{18}N_3ClS$
Structure chimique	
Dénomination chimique	bis-(dimethylamino)-3,7phenazathionium chlorure.
Masse molaire	373,91g/mol
λ_{Max}	664 nm
Apparence	Poudre bleu
Solubilité dans l'eau	50 $g.l^{-1}$ à 20 °C

Tab. III.2 : *Caractéristiques physico-chimiques de méthyle orange.*

Formule brute	$C_{14}H_{14}N_3O_3SNa$
Structure chimique	
Dénomination chimique	4-{(E)-[4-(diméthylamino)phényl]diazényl}benzènesulfonate de sodium (sel de sodium)
Masse molaire	327,33 g/mol
λ_{Max}	463,273 nm
Apparence	Poudre orange
Solubilité dans l'eau	5,20 $g \cdot l^{-1}$ à 19,85 °C

III.4. Dispositif expérimental

L'étude de la décoloration des deux solutions colorées de bleu de méthylène et de méthyle orange par le processus d'électrocoagulation, ainsi que l'influence des différents paramètres opératoires a été réalisée en régime statique en utilisant le dispositif montré sur la figure III.1. Ce montage d'électrocoagulation (EC) consiste en un réacteur batch, qui comprend deux électrodes en fer, situées au fond de la cellule et qui sont connectées à un générateur de courant électrique continu. Les électrodes utilisées sont des plaques parallèles et rectangulaires en fer d'une dimension de 50 mm de longueur, 35 mm de largeur et de 1 mm d'épaisseur. Cela correspond à une surface d'électrode de travail S = 35cm^2. Les électrodes en fer ont été préalablement traitées avec un papier abrasif au niveau de leur surface, dans le but de les homogénéiser et éliminer les impuretés et les dépôts qui peuvent les contaminer.

Les fines bulles qui fournissent la force ascensionnelle nécessaire pour séparer les particules colorées qui se trouvent dans l'eau. Les réactions qui auront lieu au cours de traitement sont comme suit :

À l'anode : $Fe \longrightarrow Fe^{2+} + 2e^-$

$$H_2O \longrightarrow 2H^+ + 1/2\ O_2 + 2e^-$$

À la cathode : $2H_2O + 2e^- \longrightarrow 2OH^- + H_2$



Fig III .1: *Dispositif expérimental de l'électrocoagulation.*

III.5. Mode opératoire de l'électrocoagulation

Le protocole opératoire suivant est reproduit pour tous les essais :

- Ajout de 0,4 litre de solution colorée à température ambiante (21± 1°C) dans le récipient en plexiglas.
- Application par une pâle d'une agitation constante à 200 tours par minute pendant toute la durée de l'essai.
- Ajout de chlorure de sodium (NaCl), préalablement pesés, pour atteindre la conductivité désirée qui est contrôlée par le conductimètre.
- Ajout d'une quantité déterminée d'acide ou de soude diluée à l'aide d'une micropipette pour atteindre le pH désiré qui est contrôlé par le pH-mètre.
- Application d'une intensité de courant constante entre 0 et 4 A de deux à trente minutes.
- Lecture de la température et du pH de la solution sur l'afficheur du pH-mètre à intervalles de temps réguliers.

- Arrêt du courant ; les électrodes sont retirées pour être rincées et nettoyées. Elles sont placées dans un bain légèrement acide avant un autre essai, permettant ainsi d'éliminer les dépôts des polluants pouvant former une couche résistante sur la surface.
- La solution finale est utilisée pour différentes analyses. Le récipient en verre est nettoyé avant un nouvel essai.

III. 6. METHODE D'ANALYSE

III.6.1. pH métrie

Les mesures du pH des différentes solutions ont été réalisées à l'aide d'un pH-mètre de laboratoire (*HANNA instruments*) équipé d'une électrode de verre combiné. Le pH-métre a été étalonné à l'aide de solutions tampons commerciales de pH 4,7 et 10. Le pH permet de suivre la production des ions OH^- responsables de la montée en pH de l'effluent.

III.6.2. la conductivité électrique

Les mesures de conductivités sont réalisées à l'aide d'un conductimètre INOLAB, WTW (*SNR-00060011*, Germany). La gamme de mesures s'étend de *0 à 9,99* $S.m^{-1}$. Le conductimètre est étalonné avec deux solutions étalons de *0,141* $S.m^{-1}$ et *1,288* $S.m^{-1}$.

III.6.3. Analyse par spectrophotomètre UV/Visible

La détermination de la concentration des colorants est effectuée par dosage spectrophotométrique dans le domaine du visible, en utilisant la loi de Beer-Lambert :

$$A = Log\frac{I_0}{I} = \varepsilon C L \qquad \text{(III.1)}$$

Avec:

A : Absorbance,

ε : Coefficient d'extinction spécifique du soluté,

L : Epaisseur de la cellule optique

C : La concentration du soluté.

$\mathbf{I_0}$: L'intensité de l'énergie d'irradiation arrivant sur l'échantillon (Lumière incidente).

I : L'intensité de la radiation qui a traversé l'échantillon (Lumière transmise).

L'efficacité de décoloration R(%) est donnée par la relation suivante :

$$R(\%) = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100 \qquad \text{(III.2)}$$

Avec:

C_0 : La concentration initiale de la solution.

C : La concentration finale de la solution.

R : le rendement de décoloration.

III.6.3.1. Détermination de la longueur d'onde maximale expérimentalement :

Avant d'effectuer les études de traitement des colorants par électrocoagulation, la première approche consiste en la détermination des propriétés spectrophotométriques UV-visible de ces deux colorants c'est-à-dire la détermination de λmax pour la quelle l'absorbance est maximale et la vérification de la loi de Beer-Lambert dans un domaine de concentration.

Pour déterminer λ_{max} des deux colorants utilisés nous avons tracé l'absorbance en fonction de lambda, les résultats obtenus sont représentées sur les figures III.2 et III.3.

Les longueurs d'onde du maximum d'absorption sont 657 et 481,5 nm respectivement pour le bleu de méthylène, et le méthyle orange.

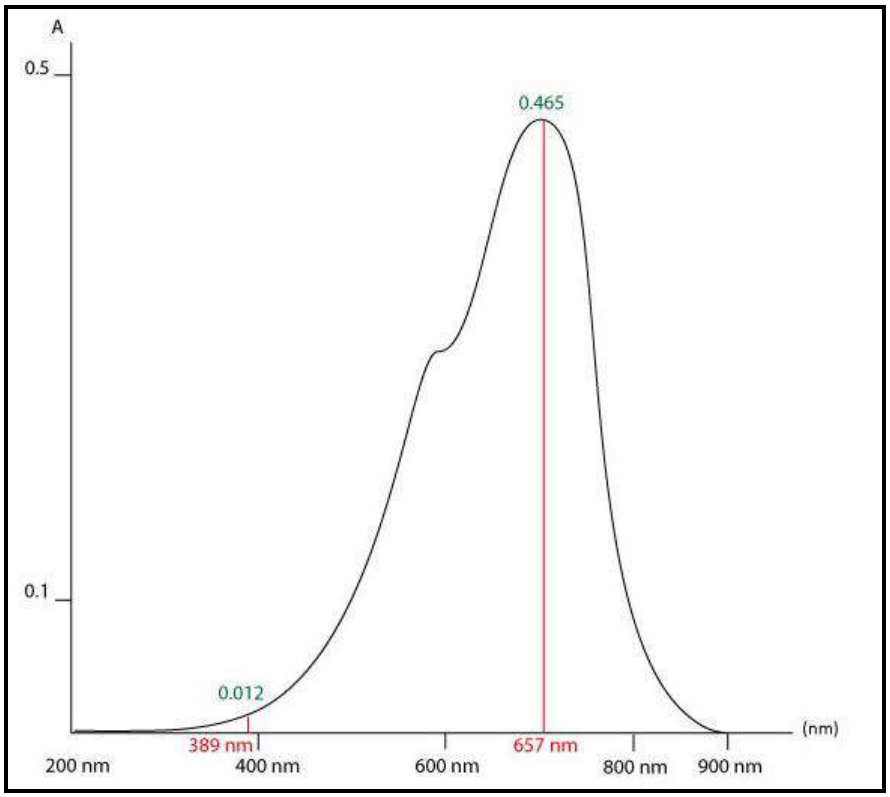


Fig III.2 : *Spectres d'absorption de Bleu de méthylène dans le visible*

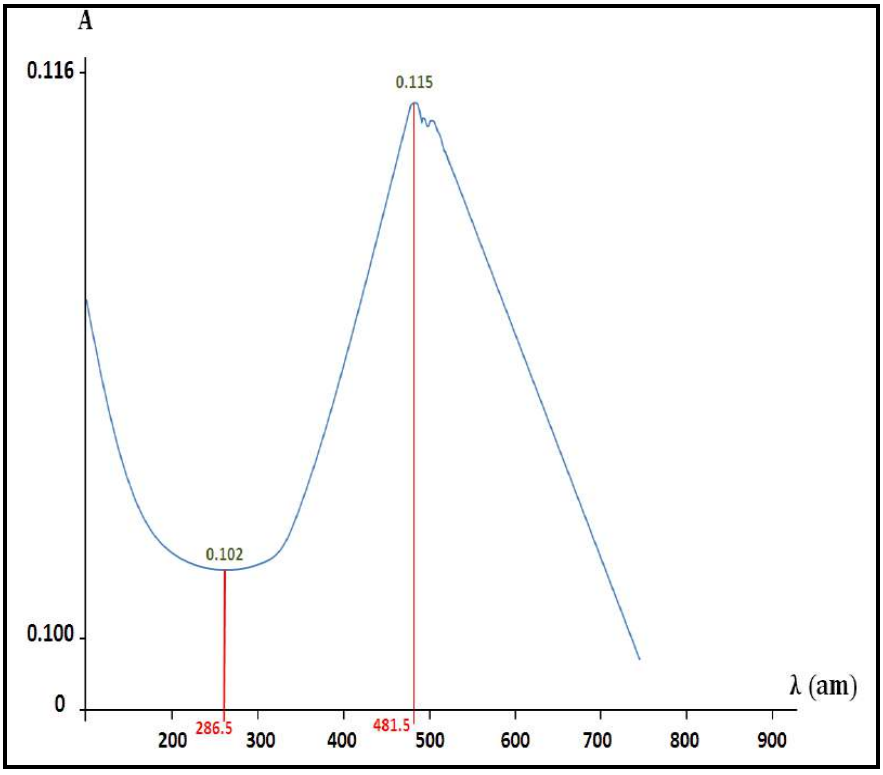


Fig III.3 : *Spectres d'absorption de Méthyle orange dans le visible*

III.6.3.2. Etablissement de la courbe d'étalonnage :

A fin d'établir la courbe d'étalonnage, une solution a été préparer de concentration 100 mg/l. cette solution considérer comme une solution mère. Puis à partir de cette solution on prépare d'autres solutions de différentes concentrations. Pour chaque solution on mesure l'absorbance correspondante. La longueur d'onde utilisée est de 657 nm pour le bleu de méthylène et 481.5 nm pour le méthyle orange.les résultats obtenus sont montrés sur la figure III.4 et III.5

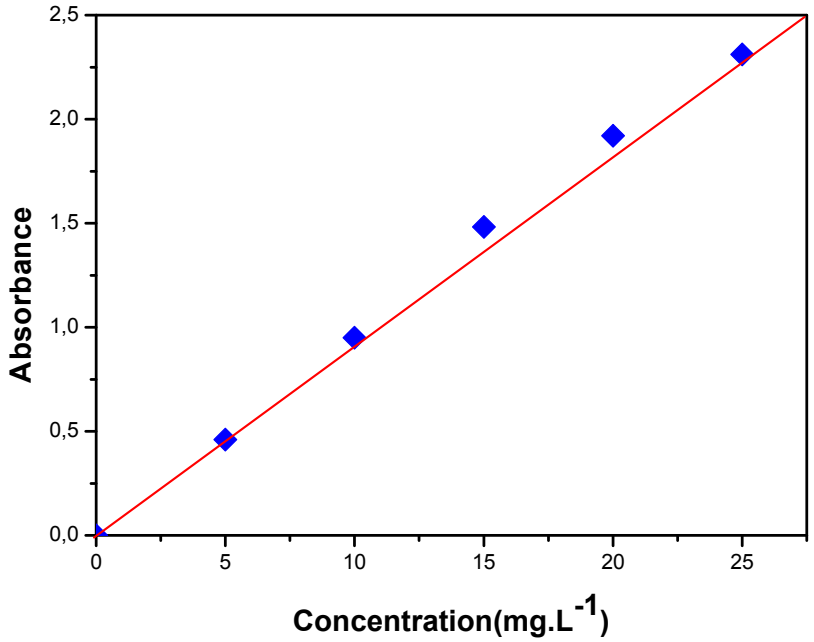


Fig III.4 : *Courbes d'étalonnage de bleu de méthylène aux maximums d'absorption*

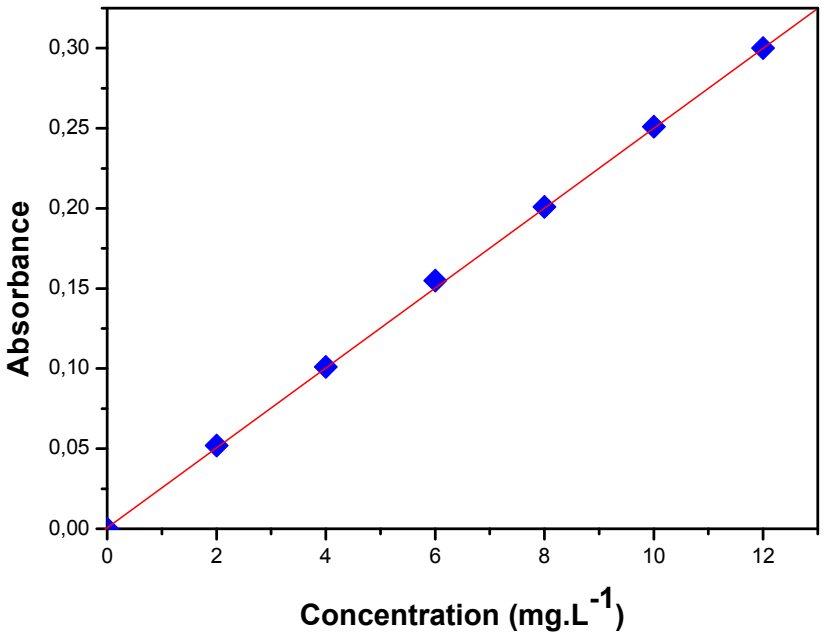


Fig III.5 : *Courbes d'étalonnage de méthyle orange aux maximums d'absorption*

Les résultats montrent que l'absorbance est proportionnelle à la concentration, plus la densité du soluté est importante, plus le faisceau lumineux incident sera réfracté avec une valeur donnée. Cette tendance est normalement infime mais devient plus prononcée avec les hautes concentrations. Pour des concentrations comprises entre 0 et 10 mg/l la courbe est sous forme d'une ligne droite ce qui confirme la limite d'utilisation d'UV-visible.

Ces résultats sont exploités ainsi pour déterminer le coefficient d'extinction spécifique afin de calculer les concentrations de la solution de bleu de méthylène et méthyle orange.

III.7. Conclusion

Electrocoagulation est un procédé qui permet d'effectuer la décoloration des micropolluants en milieu aqueux. Son équipement est compact, également pour la méthode, elle est simple a adaptée .Ce dernier est généré par des facteurs qui influent sur la capacité de la décoloration par ce procédé électrochimique, c'est ce qu'on va aborder dans le chapitre suivant.

IV.1. Introduction

Le procédé d'électrocoagulation est une technique de décoloration des effluents de textile. Ce processus électrochimique est lié aux différents paramètres qui influent sur l'efficacité de ce dernier. Ce chapitre rassemble tous les résultats des expériences menées avec les électrodes de fer sur une eau polluée par deux types de colorants. Nous avons étudié l'effet des paramètres opératoires sur le procédé d'électrocoagulation afin de décolorer deux solutions aqueuses, l'une contient un colorant cationique, le bleu de méthylène et l'autre contient un colorant anionique, le méthyle orange.

Pour cela, on a évalué les effets de :

- pH initial de la solution à traiter
- quantité initiale d'additif de NaCl (conductivité de la solution à traiter)
- Densité de courant initiale
- Durée de traitement
- Concentration de la solution initiale

Les réponses choisis sont :

- La concentration de la solution finale
- Le rendement de traitement

IV.2- Evolution du pH en cours de l'électrocoagulation

La figure (IV.1) montre l'évolution du pH au cours du traitement des solutions de bleu de méthylène (***BM***) et méthyle orange (***MO***) avec des électrodes de fer. Avec une concentration initiale de 50 mg/l pour le (**BM**) et (**MO**), une densité de courant de 28,57 mA/cm^2 et une quantité d'NACl de 1 g, on constate que le pH augmente au cours de traitement. Pour la solution de bleu de méthylène, initialement il était de 7,10, après 05 minutes il devient 8,35, puis il continue à augmenter jusqu'a qu'il atteint une valeur de 10.05. Par contre, le pH de la solution de méthyle orange passe de 6,42 à 7,17 après 5 minutes de traitement, puis il continue à augmenter jusqu'a qu'il atteint une valeur de 9.

L'augmentation du pH pendant l'opération de la décoloration est du à la formation des ions (OH^-) par la réduction d'eau au niveau de la cathode selon la réaction suivante :

$$2H_2O + 2e^- \longrightarrow 2OH^- + H_2$$

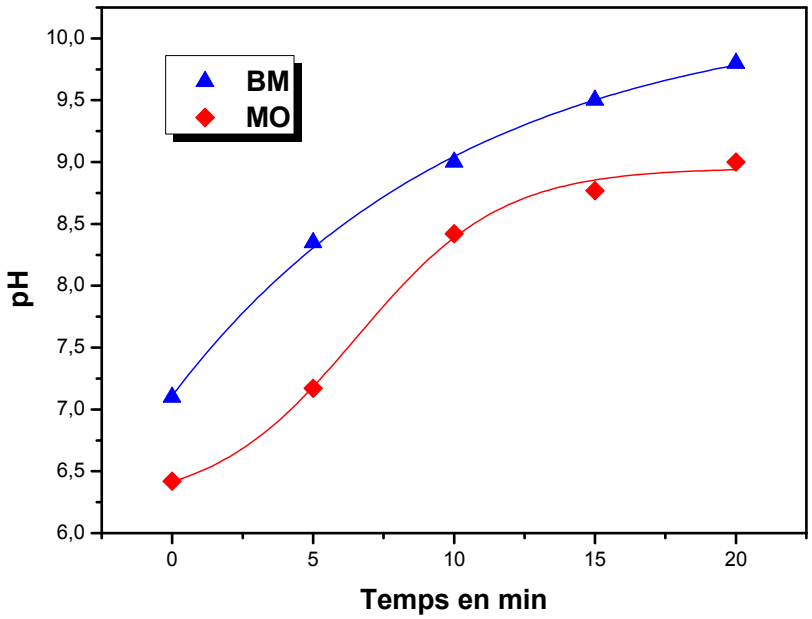


***Fig IV.1**. Evolution du pH de la solution de bleu de méthylène et méthyle orange au cours du traitement avec des électrodes en fer, (C_i = 50 mg/l ; i =28,57 mA/cm^2 ; Q_{NaCl} =1g/l).*

IV.3- Evolution de la conductivité électrique en cours de l'électrocoagulation

La figure (IV.2) montre l'évolution de la conductivité électrique au cours du traitement des solutions de bleu de méthylène (***BM***) et méthyle orange (***MO***) avec des électrodes de fer. Pour une concentration initiale de 50 mg/l pour le (**BM**) et (**MO**), une densité de courant de 28.57 mA/cm^2 et une quantité d'NACl de 1 g, on remarque que la conductivité électrique diminue au cours de traitement. Pour la solution de bleu de méthylène, initialement elle était de 9.72 mS/cm^2, après 20 minutes de traitement elle devient 7.5 mS/cm^2. Pour la solution de méthyle orange la conductivité électrique passe de 4.35 mS/cm^2 à 1.35 mS/cm^2 au bout 20 minutes de traitement,

Cette diminution est due à la consommation de la quantité d'NaCl dans le milieu réactionnel.

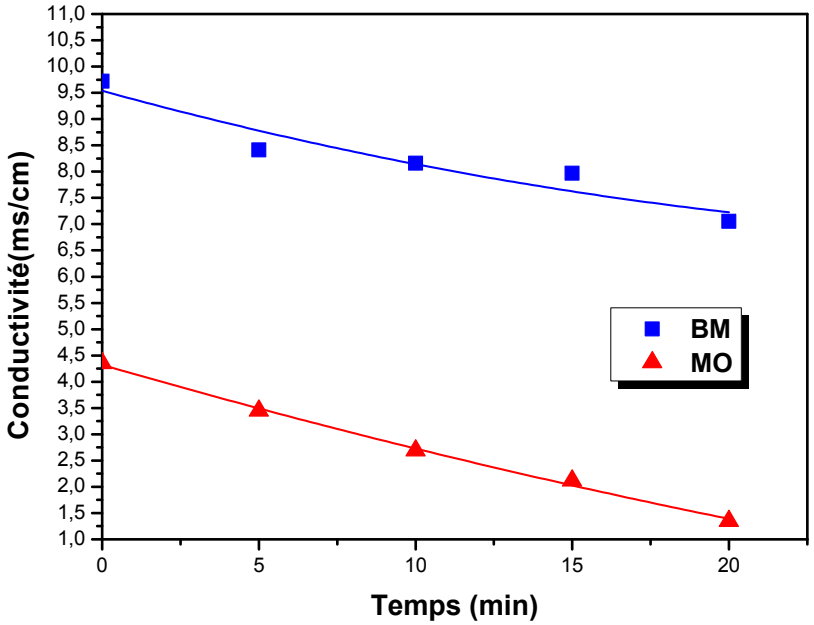


Fig IV.2 *Evolution de la conductivité de bleu de méthylène et méthyle orange au cours du traitement avec des électrodes en fer, (C_i = 50 mg/l ; i =28,57 mA/cm^2 ; Q_{NaCl} =1g/l).*

IV.4. Influence des paramètres opératoires sur l'efficacité du procédé d'EC

IV.4.1. Influence du pH

Le pH initial est connu comme l'un des principaux facteurs qui contrôlent la performance de l'électrocoagulation [35, *36,37]*. On se propose ici d'étudier l'influence de la valeur du pH sur la décoloration du bleu de méthylène et méthyle orange par le procédé d'Électrocoagulation.
Le pH initial de l'eau est ajusté par ajout des solutions d'hydroxyde de sodium et d'acide hydrochlorique (NaOH 0,1N et HCl 0,1 N).

L'influence du pH sur la concentration des deux solutions traitées (bleu de méthylène et méthyle orange) est illustrée sur la figure (IV.3) Pour une quantité de NaCl initiale, une densité de courant, une durée de traitement et une concentration fixées.

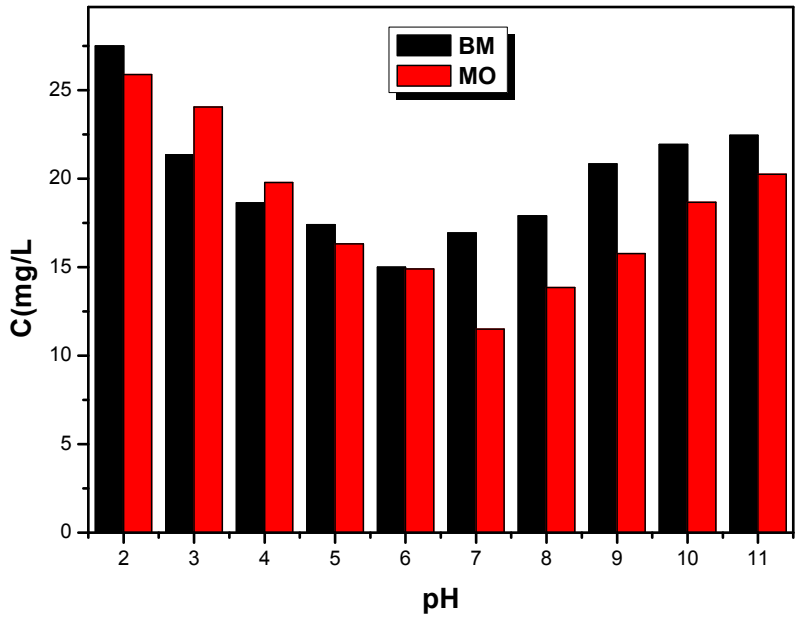


Fig IV.3 : *Effet de pH sur la concentration de la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange*
(C_i = 50 mg/l ; t =15 min ; i =28,57 mA/cm^2 ; Q_{NaCl} =1g/l).

Les résultats obtenus montrent que la concentration de la solution finale de bleu de méthylène varie en fonction du pH du milieu. Toutefois, un meilleur résultat est obtenu pour un pH = 6 où la concentration a atteint 15 mg/l à partir d'une solution de concentration initiale de 50 mg/l au bout de 15 min de traitement. Ce pH est considéré le pH optimal choisi.
D'prés la même figure (IV.3), on remarque que la concentration de la solution finale de méthyle orage varie également en fonction du pH du milieu. Un meilleur résultat est obtenu pour un milieu neutre (pH=7) où la concentration est atteindre 11,5 mg/l à partir d'une solution de concentration initiale de 50 mg/l au bout de 15 min de traitement. Ce pH neutre est considéré alors le pH optimal choisi.

Pour étudier l'effet du pH sur le rendement des deux solutions traitées nous avons effectué une série d'essais avec pH vari de 2 à 11. A la lecture de la figure (IV.4), les résultats obtenus montrent que la meilleure décoloration de bleu de méthylène est observée à pH 6 (R= 70%) et à partir de cette valeur le taux de décoloration diminue progressivement dans les zones de pH acide et basique. Ce qui traduit que le phénomène de décoloration de la solution cationique de bleu de méthylène est idéal au pH = 6.

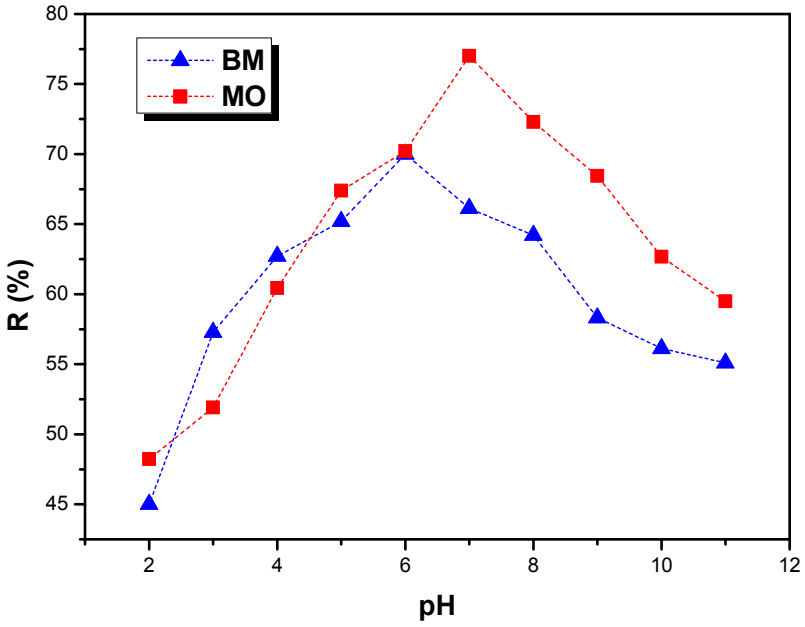


Fig IV.4: *Effet de pH sur le rendement de décoloration des solutions de bleu de méthylène et de méthyle orange*
(C_i= 50 mg/l; t =15 min ; i =28,57 mA/cm^2; Q_{NaCl}=1g/l).

Pour la solution de méthyle orange (Fig IV.4), le taux de la décoloration augmente progressivement dans la zone acide jusqu'à qu'il atteint son maximum au pH neutre (77%) ; puis il se décroit dans la zone de pH basique. On peut conclure que le milieu neutre est le milieu idéal pour effectuer la décoloration de la solution de méthyle orange.

IV.4.2. Influence de la quantité de l'électrolyte, NaCl

Il est donc intéressant d'étudier l'effet de la concentration d'électrolytes sur la dégradation de composés organiques. L'étude s'est portée sur un électrolyte fort complètement dissocié en ions une fois dissous dans l'eau, le chlorure de sodium (NaCl).

L'augmentation de la conductivité par l'ajout de chlorure de sodium est connue pour réduire le potentiel entre les électrodes à une densité de courant constante [38]. La consommation énergétique, qui est proportionnelle à la tension appliquée entre électrodes, devrait donc diminuer. Le choix du chlorure de sodium découle du fait que les ions chlorures, permet d'éviter la précipitation du carbonate de calcium contenu dans une eau calcaire, qui pourrait former une couche d'isolant sur la surface des électrodes et augmenter ainsi la résistance de la cellule électrochimique [38].

Les ions chlorures peuvent également être oxydés pour donner des formes activées de chlore, tels que les anions hypochlorites qui ont un pouvoir oxydant élevé. Le mécanisme de formation de ces derniers est le suivant :

$$Cl_2 + 2e^- \rightarrow 2Cl^- \quad \text{(IV.1)}$$

$$Cl_2 + H_2O \rightarrow Cl^- + ClO^- + 2H^+ \quad \text{(IV.2)}$$

De plus, il est important de connaître l'effet de la présence de NaCl sur l'efficacité de traitement. La conductivité devrait s'accroître lorsque la concentration de NaCl dans l'eau augmente.

Dans notre cas, l'influence de la concentration de NaCl sur la variation de la concentration des deux solutions colorées est illustrée sur la figure (IV5).

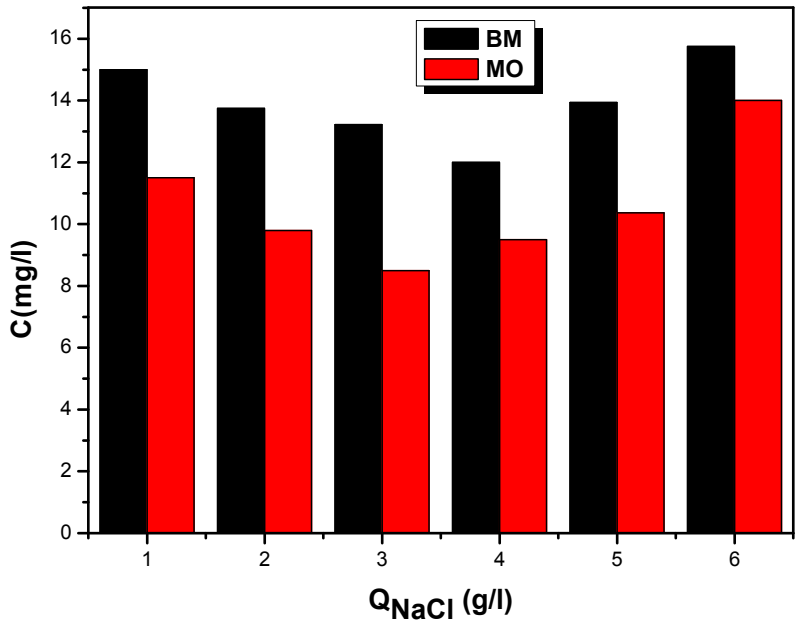


Fig IV.5 : *Effet de la quantité de NaCl sur la concentration la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange*
(C_i = 50 mg/l ; t =15 min ; i =28,57 mA/cm^2 ; pH= 6 (BM)-7(MO)).

D'après les résultats expérimentaux montrés sur la figure (IV.5), on remarque que la concentration de la solution de bleu de méthylène varie en fonction de la quantité de NaCl. On a une diminution progressive de la concentration du soluté dans la solution finale jusqu'à atteindre une concentration de 12 mg/l pour une quantité de NaCl égale de 4 g/l pendant 15 minutes de traitement, ensuite elle augmente avec l'augmentation de la quantité de NaCl.

Cependant la quantité de 4 g/l est choisie comme la quantité idéale. C'est-à-dire à cette quantité, il y a une augmentation suffisante de la charge pour la libération des ions fe^{2+} pour améliorer l'opération de la décoloration.

D'après les résultats montrés sur la figure (IV.5), on remarque que la concentration de la solution de méthyle orange varie également en fonction de la quantité de NaCl. On remarque une diminution de la concentration du soluté dans la solution finale, jusqu'à atteindre une concentration de 8,5 mg/l pour une quantité d'NaCl de 3g/l et cela pendant 15 minutes de traitement. Ensuite la concentration augmente avec l'augmentation de la quantité de NaCl. La quantité de 3 g/l est considérée la quantité idéale choisie.

L'influence de la quantité de NaCl sur le rendement des deux solutions traitées est illustrée sur la figure (IV6).

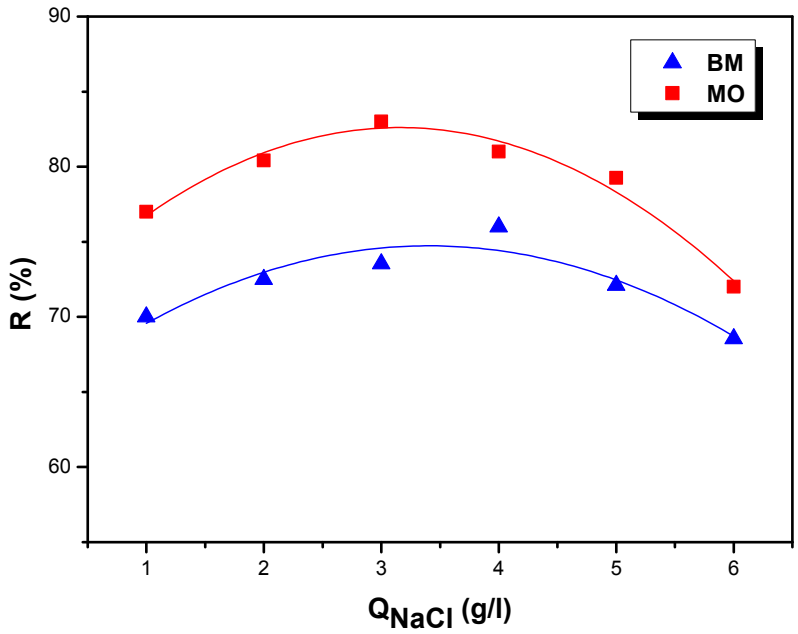


Fig IV.6 : *Effet de la quantité d'NaCl sur le rendement de décoloration de la solution de bleu et de méthylène*
(C_i =50 mg/l; t =15 min; i = 28.57 mA/cm^2, pH= 6 (BM)-7(MO)).

La variation de la quantité de NaCl de 1 à 6 g/l (Fig IV.6), révèle que le taux de la décoloration de bleu de méthylène augmente avec l'augmentation de la quantité de NaCl jusqu'à atteindre une valeur maximale (R= 76%) correspond à une quantité de NaCl de 4 g/l et à partir de cette valeur le taux de décoloration diminue progressivement. Le rendement

maximale atteindre est important et pour cela 4g/l de NaCl est une quantité optimale pour décolorer notre solution cationique.

Pour la solution de méthyle orange (Fig IV.6) le taux de la décoloration augmente progressivement dans jusqu'à qu'il atteint son maximum (R= 83%) pour une quantité de 3 g/l de NaCl, puis il se décroit. On peut conclure que 3g/l de NaCl est la meilleure quantité pour effectuer la décoloration de ce colorant anionique.

IV.4.3. Influence de la densité de courant

La densité de courant est connue comme l'un des principaux facteurs qui contrôlent la performance de l'électrocoagulation [*39*].

Dans notre cas, l'influence de la densité de courant sur la concentration de la solution finale est illustrée sur la figure (IV.7) pour un pH, une quantité de NaCl, une concentration initiale, une durée de traitement fixées et des densités de courants variant de 20 à 150 mA/cm^2.

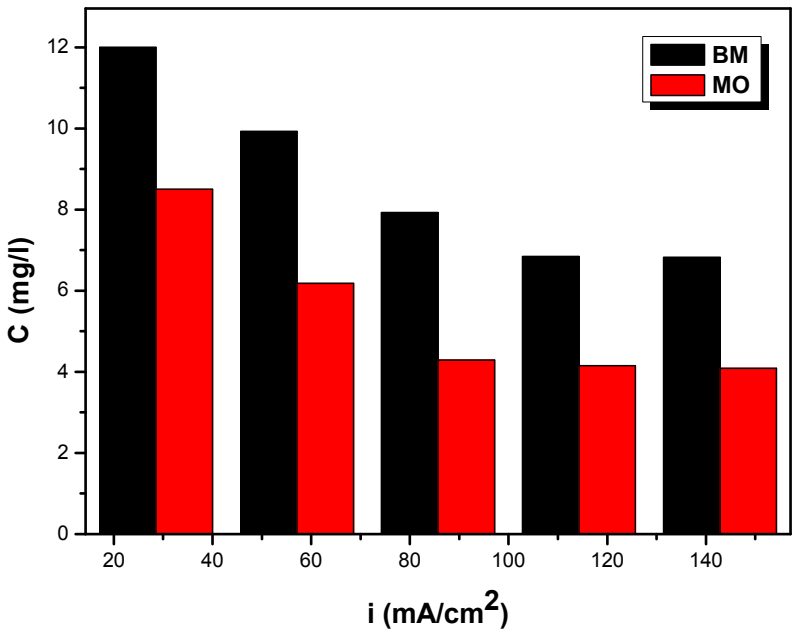


Fig IV.7 : *Effet de la densité de courant sur la concentration la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange*
(C_i = 50 mg/l ; t =15 min ; Q_{NaCl}= 4 g/l (BM) -3 g/l (MO); pH= 6 (BM)-7(MO)).

D'après les résultats obtenus et montrés sur la figure (IV.7), on constate que la concentration de la solution finale de bleu de méthylène est inversement proportionnelle avec la densité du courant. On remarque qu'à partir d'une densité de courant de 114,28 mA/cm^2 la concentration

finale de la solution de bleu de méthylène se stabilise. Cependant, et pour éviter le gaspillage d'énergie cette valeur est prise comme une valeur optimale choisie.

Egalement pour la solution de méthyle orange, les résultats présentés sur la même figure, montre que la stabilité de la concentration de la solution finale débute à partir d'une densité de courant de 85,7 mA/cm^2, elle est considérée alors la valeur optimale choisie.

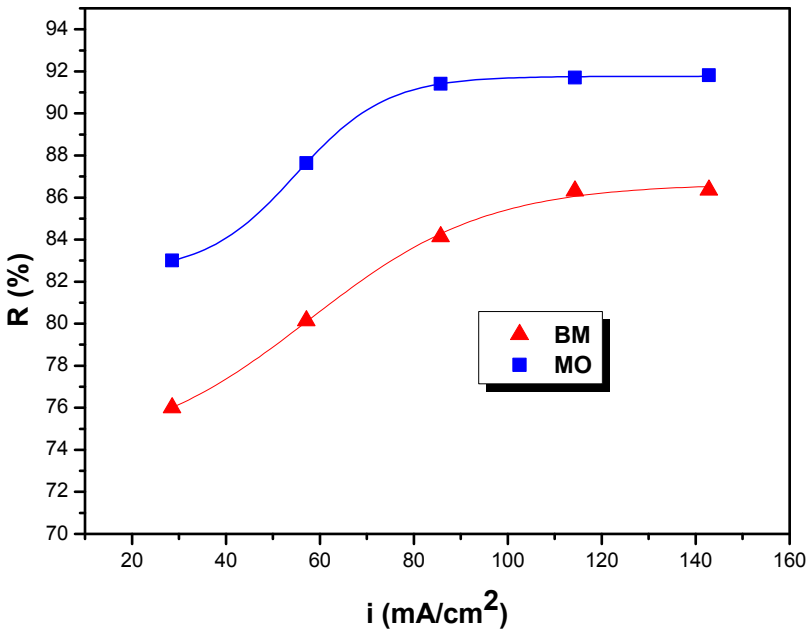


Fig IV.8 : *Effet de la densité de courant sur le rendement de décoloration de la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange*
(C_i= 50 mg/l; t =15 min ; Q_{NaCl}= 4 g/l (BM) -3 g/l (MO), pH= 6 (BM)-7(MO)).

La figure (IV.8) représente les résultats expérimentaux de variation des efficacités de décoloration, en fonction de la densité de courant pour les deux solutions de bleu de méthylène et méthyle orange. Pour une solution de bleu de méthylène la variation de la densité de courant révèle que le taux de la décoloration augmente avec l'augmentation de la densité de courant. On remarque que ce dernier se stabilise à partir d'une densité de 114,28 mA/cm^2 et atteint une valeur de 86,32%.

En ce qui concerne la solution de méthyle orange le taux de la décoloration augmente progressivement jusqu'à qu'il devient stable à partir d'une densité de 85,7 mA/cm^2 et atteint une valeur de 91,41% (Fig IV.8).

On peut conclure que les densités de courants de 114,28mA/cm^2 et 85,7 mA/cm^2 correspond respectivement à la densité de courant de décoloration de la solution de bleu de méthylène et méthyle orange sont les densités optimales choisies.

.

IV. 4.4. Influence du temps de traitement

L'étude de l'influence du temps de traitement est un pré-requis nécessaire. C'est un paramètre qui influe sur la performance du procède d'électrocoagulation. Le temps d'électrolyse (t) détermine le taux de production des ions Fe^{2+} ou Fe^{3+} à partir d'électrodes de fer.

L'influence de temps de traitement sur la concentration de la solution finale est illustrée sur la figure (IV.9) pour un pH, une quantité de NaCl, une concentration initiale et une densité de courant fixées.

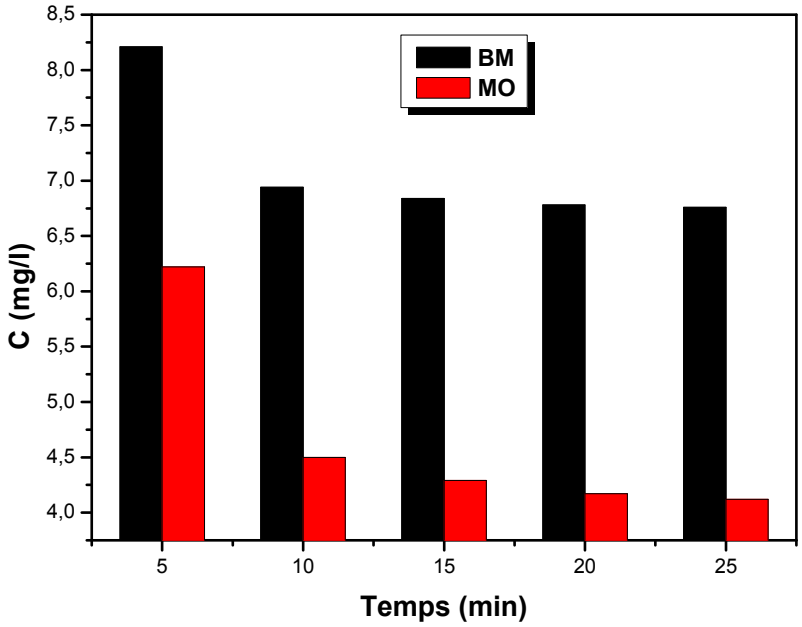


Fig IV.9 : *Effet du temps de contacte sur la concentration de la solution finale de bleu de méthylène et de méthyle orange*
(C_i= 50 mg/l ; i=114.28 mA/cm^2 (BM) - 85.71 mA/cm^2 (MO) ; Q_{NaCl}= 4 g/l (BM) -3 g/l (MO), pH= 6 (BM)-7(MO)).

La figure (IV.9) montre que fait à mesure que le temps s'écoule, la quantité de bleu de méthylène dégradé augmente. Apres 05 minutes de traitement la concentration de la solution finale est de 8,21 mg/l, puis cette dernière se diminue jusqu'a qu'elle se stabilise après 20 minutes de traitement pour atteindre 6,78 mg/l.

La figure (IV.9) montre que la concentration de méthyle orange diminue lorsque le temps s'écoule jusqu'à quelle atteindre une valeur de 4,17 après 20 minutes de traitement, puis cette concentration reste stable au cours de traitement.

Une durée de 20 minutes est considérée alors la durée optimale pour faire la décoloration de ces deux colorants.

L'influence du temps de traitement sur le rendement des deux solutions traitées est illustrée sur la figure (IV.10).

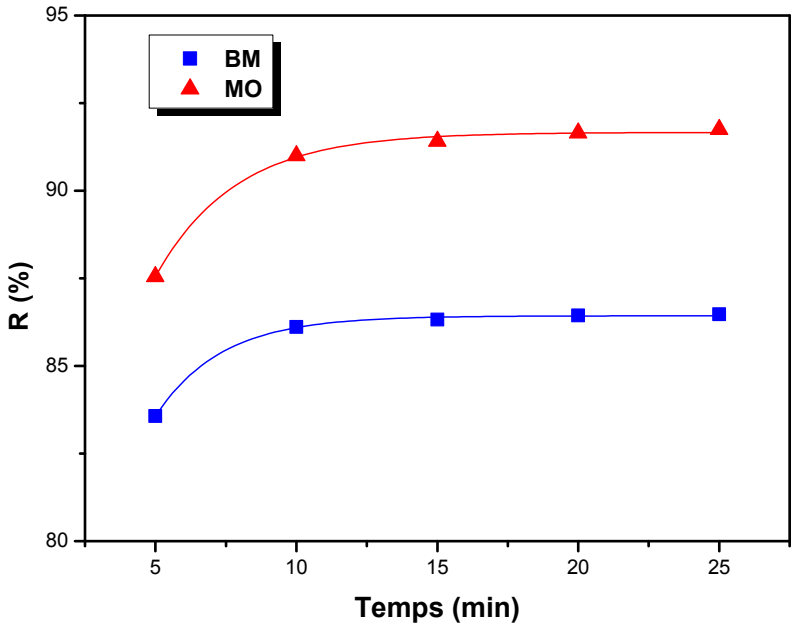


Fig. IV.10 : Effet du temps de traitement sur le rendement de décoloration de la solution de bleu de méthylène et de méthyle orange

(C_i= 50 mg/l ; i=114.28 mA/cm^2 (BM) - 85.71 mA/cm^2 (MO) ; Q_{NaCl}= 4 g/l (BM) -3 g/l (MO), pH= 6 (BM)-7(MO)).

D'après les résultats montrés sur la figure (IV.10), on constate que le rendement de la décoloration de la solution de bleu de méthylène augmente en fonction de temps cependant il se stabilise après 20 min de traitement et atteint une valeur de 86,44%.

En ce qui concerne la solution traitée de méthyle orange, le taux de décoloration augmente en fonction de temps jusqu'à qu'il atteint une valeur de 91,65% après une durée de 20 minutes de traitement.

IV. 4.5. Influence de la concentration initiale du colorant

Pour bien maitriser l'opération de la décoloration par le procédé d'électrocoagulation, on examine l'effet de concentration du colorant sur ce dernier.

L'influence de la concentration initiale du colorant sur la concentration des deux solutions traitées est illustrée sur la figure (IV11) pour un pH, une densité de courant, une durée de traitement et une quantité de NaCl fixées.

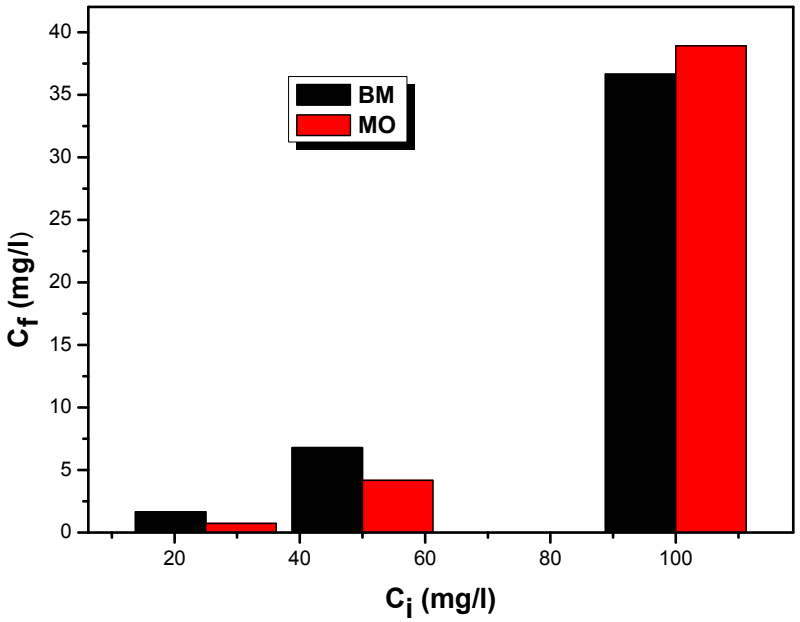


Fig IV.11 : *Effet de la concentration du colorant sur la concentration finale*

(pH= 6 (BM)-7(MO) ; i=114.28 mA/cm^2 (BM) - 85.71 *mA/cm^2 (MO); Q_{NaCl}= 4 g/l (BM) – 3 g/l (MO), t = 20 min).*

La variation de la concentration initiale de bleu de méthylène de 25mg/l à 100mg/l montre comme il est montré sur la figure (IV.11) que la concentration finale de la solution augmente si on augmente la concentration initiale. La même chose pour le méthyle orange lorsque la concentration initiale augmente, la concentration finale augmente également, et cela est du au l'excès de la quantité de ces deux colorants dans les solutions initiales et pour des conditions opératoires constantes.

L'influence de la concentration initiale du colorant sur le rendement est illustrée sur la figure (IV.12). Les résultats obtenues reflètent que Le rendement de décoloration est moins important pour les fortes concentrations en bleu de méthylène et méthyle orange.

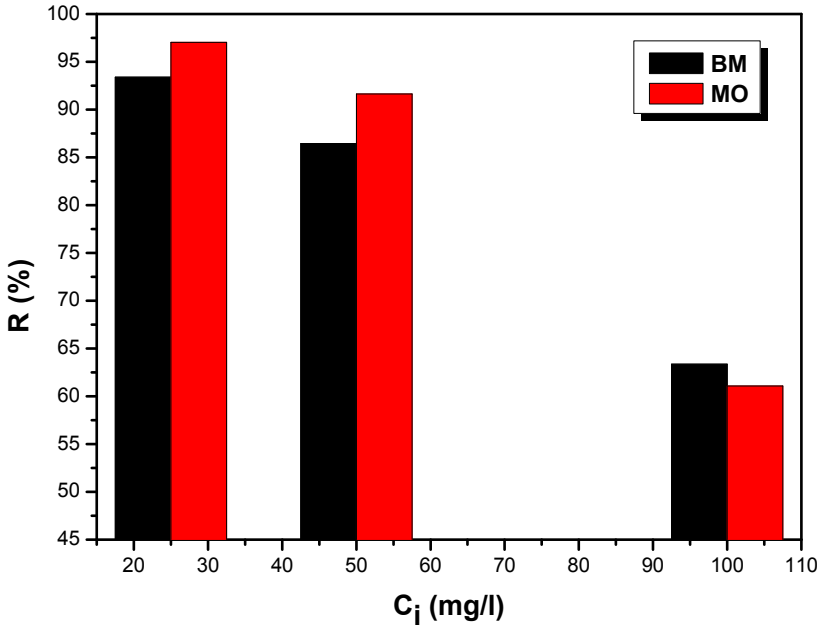


Fig IV.12 : Effet de la concentration du colorant sur le rendement

(pH= 6 (BM)-7(MO) ; i=114.28 mA/cm^2 (BM) - 85.71 *mA/cm^2 (MO); Q_{NaCl}= 4 g/l (BM) – 3 g/l (MO), t = 20 min).*

IV.5. Récapitulation des conditions optimale pour la décoloration de bleu de méthylène et méthyle orange par électrocoagulation

D'après l'étude qu'elle a été fait sur l'effet des paramètres influençant sur la décoloration de la solution de méthyle orange et la solution de bleu de méthylène de concentration de 50 mg/l de chacune par l'électrocoagulation, on récapitule les conditions optimales qui permet d'obtenir un meilleur taux de dépollution dans le tableau (IV.1).

Tab IV.1. Récapitulation des conditions optimales

	Solution de bleu de méthylène	**Solution de méthyle orange**
pH	06	07
Densité de courant i, (mA/cm^2)	114,28	85,70
Quantité de NaCl (g/l)	04	03
Temps de traitement (min)	20	20
Rendement, R (%)	86,44	91,65

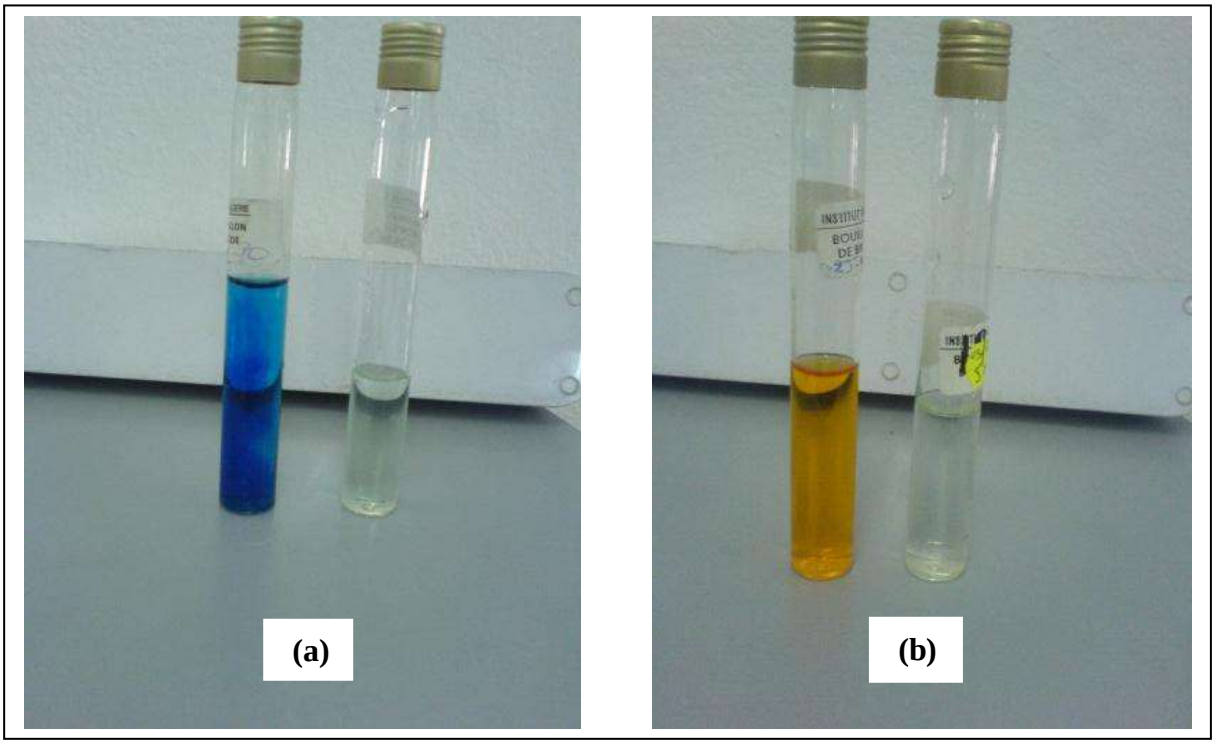


Fig IV.13 : *Aspect d'effluent de bleu de méthylène (a) et méthyle orange (b) avant et après traitement par électrocoagulation aux conditions optimales*

IV.6. Evolution spectrale :

L'évolution spectrale des deux effluents de concentration initiale de 50 mg/l avant et après leurs traitements par électrocoagulation est reportée sur les figures (IV.14) et (IV.15).

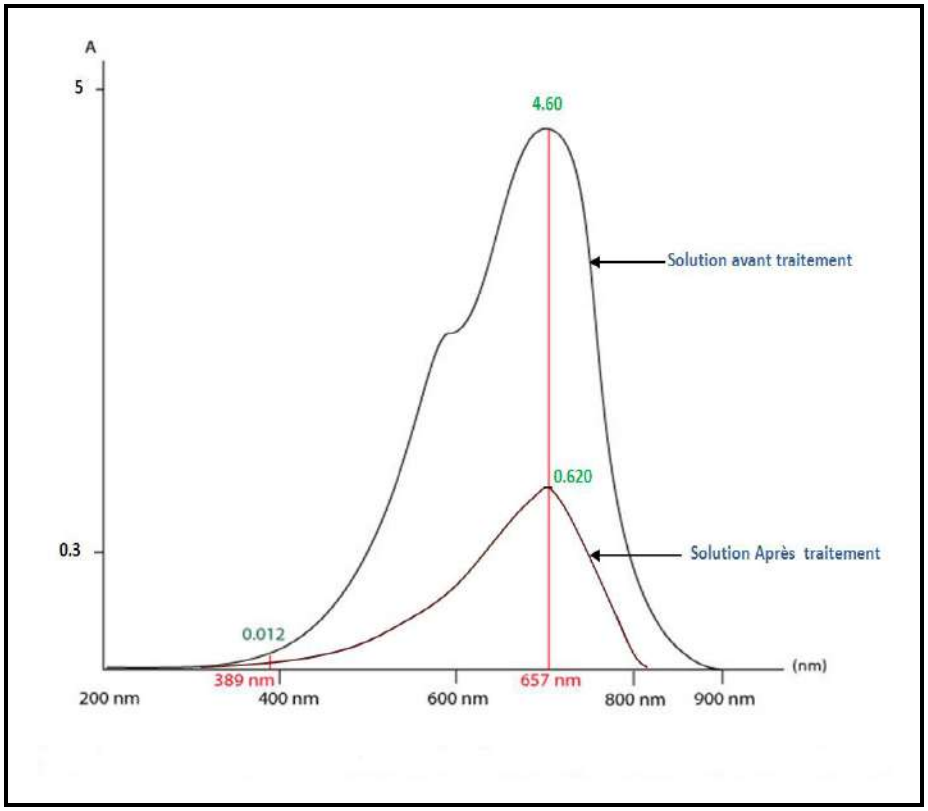


Fig IV.14 : *Evolution spectrale d'effluent de bleu de méthylène avant et après son traitement par l'électrocoagulation*
(pH=6, i =114,28 mA/cm2 ; Q_{NaCl}= 4g/l, t =20 min)

Le spectre d'effluent de bleu de méthylène montre l'existence d'une bande d'absorption maximale dans la région visible, relative à λ_{max} = 657 nm. Apres le traitement l'absorbance diminue et elle atteint une valeur de 0,620 après qu'elle était de 4,60, se qui montre l'efficacité de traitement par le processus d'électrocoagulation.

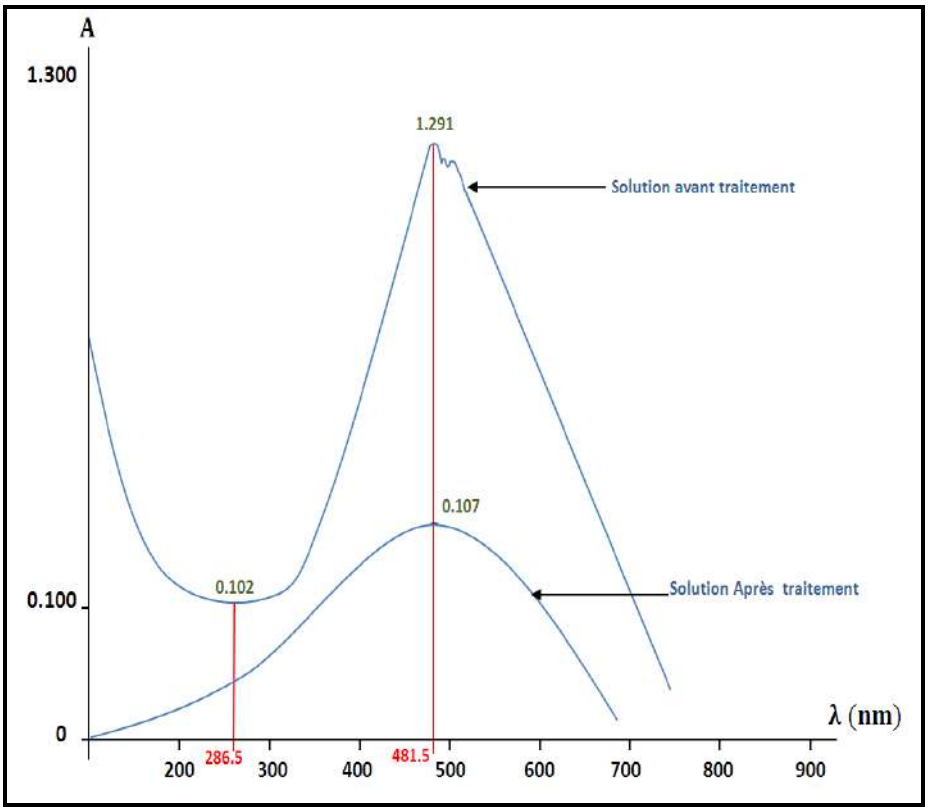


Fig IV.15: *Evolution spectrale d'effluent de méthyle orange avant et après son traitement par l'électrocoagulation*
(pH = 7, i = 85,71mA/cm2 ; Q_{NaCl} = 3g/l, t =20 min).

Le spectre d'effluent de méthyle orange montre l'existence d'une bande d'absorption maximale dans la région visible, relative à une longueur d'onde λ_{max} = 481,5 nm. Apres le traitement l'absorbance diminue et elle atteint une valeur de 0,107 après qu'elle était de 1,291, se qui montre l'efficacité d'électrocoagulation de traiter les effluents .

IV.7. Conclusion

L'électrocoagulation est un procédé efficace pour éliminer des polluants contenus dans les rejets aqueux.

L'objectif de ce chapitre était de réduire en maximum la concentration d'un colorant en milieu aqueux par une méthode électrochimique qui est l'électrocoagulation, en tenant compte les conditions opératoires a fin d'avoir un meilleur rendement de décoloration.

A travers cette étude, il a été démontré qu'il est donc possible d'utiliser avec succès cette technique pour décolorer une eau contenant des matières organiques (colorants).

Les résultats obtenus ont montré l'influence de plusieurs paramètres sur la performance du processus d'électrocoagulation (densité de courant, conductivité de l'eau, pH de l'eau, durée de l'électrolyse et la concentration du colorant).

L'évaluation de l'effet des paramètres opératoires sur la décoloration d'une eau a conduit à l'obtention des conditions préliminaires optimales.
Le plan d'expérience qu'on va entamer dans la partie suivante nous permet de sélectionner les facteurs les plus influents sur le procédé et de réduire le nombre d'essais.

V.1. Introduction

Les plans d'expériences bénéficient aujourd'hui d'une large audience et leur pratique se développe dans plusieurs domaines de recherche. La méthodologie expérimentale classique consiste à fixer le niveau de toutes les variables sauf une et à mesurer la réponse du système pour différentes valeurs de cette variable, ce qui implique de réaliser un nombre considérable d'essais.

La méthode du plan d'expériences est destinée à étudier les effets de différents facteurs en optimisant le nombre d'expériences. De plus, elle permet après analyse d'écarter les facteurs peu influents et par la suite de concentrer l'étude sur les facteurs déterminants [40].

La méthodologie des surfaces de réponses (*MSR*) constitue donc le second volet de la méthode des plans d'expériences. Cette technique vise à déterminer d'une façon quantitative les variations de la réponse vis-à-vis des facteurs d'influence significative, identifiés si besoin lors d'une première étude de screening [40,41].

Dans ce chapitre, on se propose d'étudier l'influence des facteurs d'électrocoagulation sur l'efficacité de la décoloration de notre effluent. L'existence d'un grand nombre de facteurs liés à ce processus rend le système difficile à étudier, ce qui nous a conduits à utiliser une stratégie d'expérimentation en utilisant comme outil statistique, les plans d'expériences. Cette stratégie est appliquée pour étudier l'effet des différents facteurs sur les réponses du système ainsi que leurs poids respectifs. Une fois les paramètres et leurs effets étudiés, on retiendra les facteurs qui ont un effet significatif sur les réponses étudiées, ce qui permettra de réduire, considérablement le nombre de facteurs.

V.2. Planification des expériences

Cette étude expérimentale est menée en s'appuyant sur la méthodologie des plans d'expériences. L'objectif de cette étude expérimentale est de réaliser une modélisation en surface de réponses afin de déterminer les effets des facteurs et leurs interactions différentes après le traitement de nos effluents en évaluant les réponses obtenues.

Ces caractéristiques représentent la l'absorbance de soluté dans la solution finale, la concentration finale, le rendement, et l'énergie électrique.

En tenant compte de l'importance des facteurs par rapport à l'objectif de l'étude, il est nécessaire de tirer et hiérarchiser ces facteurs selon leur rapport avec le but de l'étude, leur importance et leur influence sur les réponses ainsi que leur degré de maîtrise.

V.2.1. Domaine expérimental

Pour cette étude expérimentale, on a retenu trois facteurs décrits dans le tableau (V.1) et on a figé quatre d'autres facteurs.

Les facteurs qu'on les considère fixes sont :

- Le pH : [6-7].
- La concentration d'électrolyte, NaCl : [3g/l].
- La concentration de colorant : [50 mg/l].
- Nature d'électrode : Fer.

Tab V.1 : Liste des facteurs et du domaine expérimental

Variable	Facteur	Abréviation	Domaine expérimental	Unité
$\mathbf{X_1}$	Densité de courant électrique	i	[5,7 – 28,6]	mA/cm^2
$\mathbf{X_2}$	Temps	t	[5-20]	min
$\mathbf{X_3}$	Nature du colorant	A B	Bleu de méthylène Méthyle orange	/ /

Afin de réaliser un plan d'expériences, il faut définir les variables centrées réduites qui permettant de représenter sous forme de matrice les différents essais à mener. La variable centrée réduite X correspond à un changement de variable tel que [42]:

$$X_i = \frac{x - x_0}{P} \qquad (V.1)$$

Ou :

x : Valeur de la variable d'origine

x_0 : Valeur médiane de l'intervalle étudié

P : Valeur du demi-domaine de l'intervalle étudié qui est nommée pas

Le domaine expérimental est résumé dans le Tableau (V. 2).

Tab V. 2 : Domaine expérimentale.

Facteur	**Symboles**	**Intervalles et niveaux**		
	X_i	*-1*	*0*	*+1*
densité de courant,(A)	x_1	*5,7*	*17,1*	*28,6*
Temps ,(min)	x_2	*5*	*12.5*	*20*
Nature de colorant	x_3	-	-	-

V.2.2 Réponses étudiées

Dans cette étude nous avons choisis trois réponses qui nous intéressent, l'absorbance de la solution, le rendement d'élimination et l'énergie électrique consommée au cours du processus d'électrocoagulation. Nous allons donc réaliser un plan d'expériences dont les réponses respectives sont résumées dans le tableau (V.3).

Tab V.3*. Réponses étudiées*

Réponse	**Absorbance (Y_1)**	**Rendement, % (Y_2)**	**Energie consommée, (Y_3), kWh.m^{-3}**
L'équation de réponse	$A = Log\frac{I_0}{I} = \varepsilon C L$	$R(\%) = \frac{C_0 - C}{C_0} \times 100$	$E = \frac{UI.t}{V}$

V.2.3. Modèle utilisé

Le modèle qui correspond à cette stratégie est un modèle quadratique prédictif qui s'écrit, comme suivant :

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^{3} \beta_i X_i + \sum_{i=1}^{3} \sum_{i'=1}^{3} \beta_{ii'} X_i X_{i'} + \sum_{i=1}^{3} \beta_{ii} X_i^2 \qquad (V.2)$$

Où Y est la réponse, Xi représente les facteurs et B_i sont les coefficients de notre modèle polynomiale ; i et j varient entre 1 et 3. Le plan d'expériences retenu est formé par une matrice d'expérience constituée de 20 essais (tableau V-2). Ils seront réalisés dans un ordre aléatoire à l'effet de réduire l'erreur systématique que pourraient subir les mesures des réponses.

V.2.4. Plan D-optimal

Les plans D-optimaux permettent d'explorer la plus grande partie possible du domaine expérimental malgré les restrictions dues aux contraintes. Les plans D-optimaux sont aussi souvent utilisés lorsque l'on veut diminuer le nombre d'essais d'un plan classique. On impose un nombre d'essais et l'algorithme de calcul des plans D-optimaux conserve, pour un modèle donné, les meilleurs points d'expériences. Le tableau (V.4) représente la matrice d'expérience qui définit les essais à réaliser.

Tab V.4 : Matrice d'expériences

N° de l'essai	i, mA/cm²	t, min	Nature de colorant
1	5,7	5	A
2	28,57	5	A
3	5,7	20	A
4	28,57	20	A
5	5,7	15	A
6	28,57	10	A
7	13,3233	5	A
8	20,9467	20	A
9	5,7	5	B
10	28,57	5	B
11	5,7	20	B
12	28,57	20	B
13	5,7	10	B
14	28,57	15	B
15	20,9467	5	B
16	13,3233	20	B
17	17,135	12.5	A
18	17,135	12.5	A
19	17,135	12.5	B
20	17,135	12.5	B

V.3. Résultats et discussion

V.3.1. Etudes des propriétés des solutions traitées :

Les résultats des mesures de l'absorbance, , le rendement, et l'énergie électrique sont regroupés dans le tableau (V-5).

***Tab V-5** : Matrice d'expériences et résultats des réponses.*

N° d'essai	X_1	X_2	X_3	ABS	R %	E, KWh/m³
1	-1	-1	A	5.932	35.50	0.162
2	1	-1	A	3.023	67.14	1.552
3	-1	1	A	4.168	49.80	0.233
4	1	1	A	2.024	78	5.791
5	-1	0,333	A	5.407	41.22	0.462
6	1	-0,333	A	2.755	70.05	3.020
7	-0,333	-1	A	5.513	40.07	0.408
8	0,333	1	A	2.453	73.33	3.819
9	-1	-1	B	1.544	40.21	0.345
10	1	-1	B	0.723	72	1.687
11	-1	1	B	0.821	68.20	1.316
12	1	1	B	0.136	94.70	6.333
13	-1	-0,333	B	1.125	56.43	0.675
14	1	0,333	B	0.259	89.97	4.906
15	0,333	-1	B	0.890	65.54	1.207
16	-0,333	1	B	0.930	63.97	3.169
17	0	0	A	3.182	65.41	2.109
18	0	0	A	3.274	64.41	2.109
19	0	0	B	0.588	77.23	2.5
20	0	0	B	0.645	75.01	2.5

V.3.2. Modélisation des réponses :

V.3.2.1. Calcul des coefficients des modèles à l'aide des variables codées

L'influence de la densité de courant, du temps de traitement et la nature du colorant sur la réponse expérimentale (Absorbance, rendement, énergie consommée) sont quantifiés à l'aide des coefficients du modèle mathématique par la méthode des moindres carrés. Le calcul des coefficients des modèles postulés a été réalisé à l'aide d'un logiciel de plans d'expériences MODE 6.0. Les résultats obtenus sont présentés dans les tableaux (V.6), (V.7)et (V.8). D'après ces résultats les équations suivantes ont été retenues :

Tab V.6. *Coefficients du modèle de l'absorbance de bleu de méthylène et méthyle orange*

Coefficient	Valeur	Erreur-type	P	Signification
β_0	1,4218	0,482754	0,0133238	S
β_1	-0,929116	0,312288	0,0126276	S
β_2	-0,486134	0,312288	0,147831	NS
β_3				
A	1,22665	0,246336	0,000415714	S
B	-1,22665	0,246336	0,000415714	S
β_{11}	0,533132	0,55073	0,353825	NS
β_{22}	0,600632	0,55073	0,298758	NS
β_{12}	0,0272624	0,369504	0,942508	NS
β_{13}				
A	-0,545759	0,312288	0,10835	NS
B	0,545759	0,312288	0,10835	NS
β_{23}				
A	-0,235634	0,312288	0,466371	NS
B	0,235634	0,312288	0,466371	NS

Tab V.7. *Coefficients du modèle de rendement d'élimination de bleu de méthylène et méthyle orange*

Coefficient	Valeur	Erreur-type	P	Signification
β_0	68,4932	2,17709	$3,97379e^{-012}$	S
β_1	15,4374	1,40834	$2,93267e^{-007}$	S
β_2	8,76777	1,40834	$6,47818e^{-005}$	S
β_3				
A	-5,9165	1,11091	0,000242621	S
B	5,9165	1,11091	0,000242621	S
β_{11}	-1,20591	2,48365	0,636821	NS
β_{22}	-5,35715	2,48365	0,0539883	NS
β_{12}	-0,268877	1,66637	0,874738	NS
β_{13}				
A	0,594912	1,40834	0,680856	NS
B	-0,594912	1,40834	0,680856	NS
β_{23}				
A	-0,923303	1,40834	0,525557	NS
B	0,923303	1,40834	0,525557	NS

Tab V.8. *Coefficients du modèle de l'énergie électrique consommée au cours de traitement de bleu de méthylène et méthyle orange par électrocoagulation*

Coefficient	Valeur	Erreur-type	P	Signification
β_0	2,27868	0,0418754	9,95161e-015	S
β_1	1,62552	0,0270887	3,40464e-015	S
β_2	1,30211	0,0270887	3,87362e-014	S
β_3				
A	-0,231415	0,0213678	3,31399e-007	S
B	0,231415	0,0213678	3,31399e-007	S
β_{11}	0,0276877	0,0477719	0,573875	NS
β_{22}	-0,101969	0,0477718	0,0561396	NS
β_{12}	0,916645	0,0320517	1,12135e-011	S
β_{13}				
A	0,0287917	0,0270887	0,310618	NS
B	-0,0287917	0,0270887	0,310618	NS
β_{23}				
A	-0,142477	0,0270887	0,000268555	S
B	0,142477	0,0270887	0,000268555	S

Tab V.9. *Qualité descriptives et prédictive des modèles*

Coefficients	ABS	R, %	E, wh.L^{-1}
R^2	0,795	0,946	0,994
Q^2	0,512	0,806	0,998
$R^2_{ajusté}$	0,645	0,907	0,997

A partir des résultats donnés dans les tableaux (V.6), (V.7) et (V.8) seuls les coefficients apportant une qualité descriptive aux modèles seront conservés.

Les équations suivantes ont été retenues pour le bleu de méthylène et le méthyle orange:

$Y_1 = 1, 448 - 0, 929\ X_1 + 1, 226\ X_3$

$Y_1 = 1, 448 - 0, 929\ X_1 - 1, 226\ X_3$

$Y_2 = 68,493 + 15,437\ X_1 + 8,767\ X_2 - 5,916\ X_3$

$Y_2 = 68,493 + 15,437\ X_1 + 8,767\ X_2 + 5,916\ X_3$

$Y_3 = 2,278 + 1,625\ X_1 + 1,302\ X_2 - 0,231\ X_3 + 0,916\ X_1X_2 - 0,142\ X_2X_3$

$Y_3 = 2,278 + 1,625\ X_1 + 1,302\ X_2 + 0,231\ X_3 + 0,916\ X_1X_2 + 0,142\ X_2X_3$

V.4 Evaluation de la qualité du modèle

V.4. 1 Tests statistiques

Le coefficient de détermination R^2 fournit le pourcentage du pouvoir explicatif du modèle statistique des résultats de la réponse mesurée. Il varie entre 0 et 1. S'il est proche de 1, c'est que le modèle explique bien le phénomène étudié.

Dans notre étude, le coefficient de détermination (R^2) entre les valeurs observés et calculés par le modèle nous renseigne sur l'exactitude et la performance de traitement par électrocoagulation. Les résultats obtenus sont représentés sur les figures (V.1), (V.2) et (V.3).

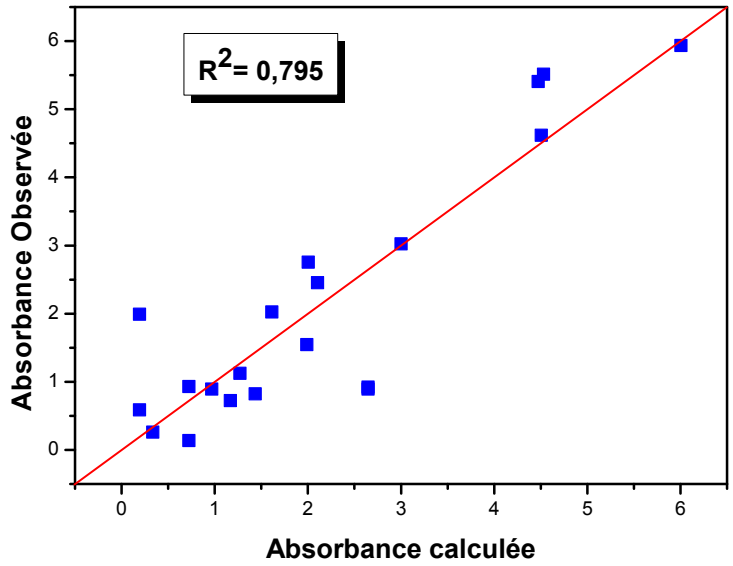


Fig V.1 : *Evaluation de la qualité du modèle de l'absorbance*

.

La figure (V.1) montre la répartition des mesures de l'absorbance observées par rapport aux mesures calculées. On constate que quelques points expérimentaux sont placés sur la bissectrice ce qui montre la faible valeur du coefficient de détermination (R^2 = 0,795).

La figure (V.2) montre la répartition des valeurs de rendements observées par rapport aux mesures calculées. On constate que la majorité des points expérimentaux sont placés sur la droite de notre modèle. Le coefficient de corrélation (R^2) est de l'ordre de 0,946, ce qui signifie que le modèle polynomiale du second degré explique bien les résultats expérimentaux.

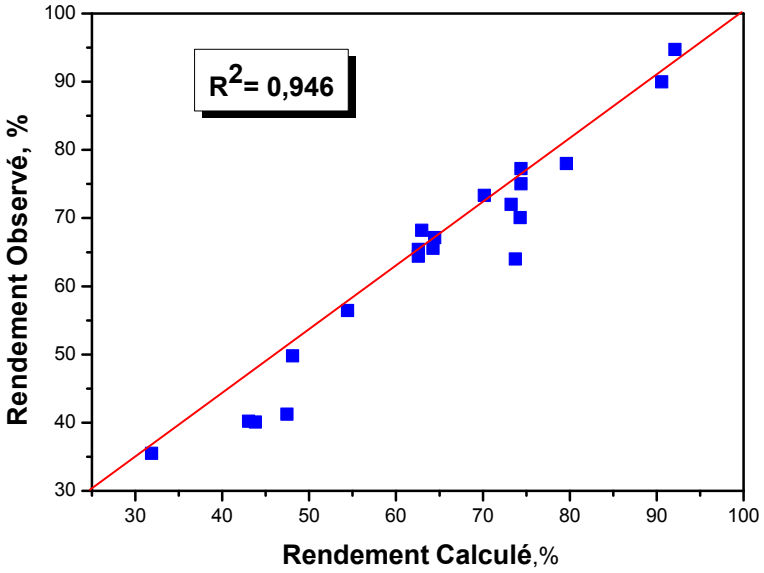


Fig V.2 : *Evaluation de la qualité du modèle de rendement de décoloration*

En ce qui concerne, le modèle empirique de l'énergie électrique consommé, on remarque que la totalité des points expérimentaux sont situés sur la bissectrice (figure V.3), ce qui montre la bonne adéquation du modèle et le coefficient de détermination R^2 est très proche de 1 (0,998).

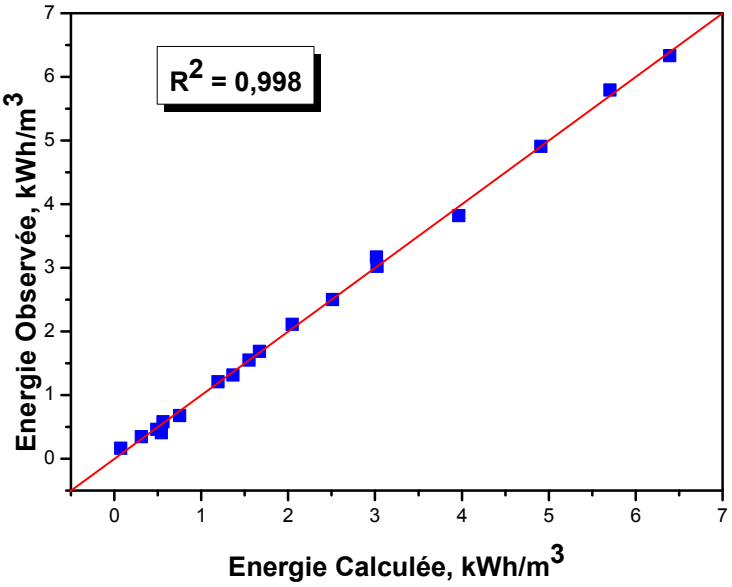


Fig V.3 : *Evaluation de la qualité du modèle de l'énergie consommée*

Tab V.10. Résultats de l'absorbance, du rendement et de l'énergie consommée calculés par les modèles.

N° de l'essai	Y_1 (mesuré)	Y_1 (Prédit)	Y_1 (Résidu)	Y_2 (mesuré)	Y_2 (Prédit)	Y_2 (Résidu)	Y_3 (mesuré)	Y_3 (Prédit)	Y_3 (Résidu)
1	*5,934*	*6,006*	*-0,072*	*35,5*	*31,868*	*3,632*	*0,1625*	*0,075*	*0,086*
2	*3,023*	*3,001*	*0,021*	*67,14*	*64,470*	*2,669*	*1,55*	*1,551*	*-0,001*
3	*4,618*	*4,508*	*0,109*	*49,8*	*48,094*	*1,705*	*0,58*	*0,561*	*0,018*
4	*2,024*	*1,612*	*0,411*	*78*	*79,621*	*-1,621*	*5,79*	*5,703*	*0,086*
5	*5,407*	*4,473*	*0,933*	*41,22*	*47,447*	*-6,227*	*0,462*	*0,490*	*-0,028*
6	*2,755*	*2,004*	*0,750*	*70,05*	*74,282*	*-4,232*	*3,021*	*3,025*	*-0,004*
7	*5,513*	*4,530*	*0,982*	*40,07*	*43,807*	*-3,737*	*0,408*	*0,542*	*-0,134*
8	*2,453*	*2,104*	*0,348*	*73,33*	*70,184*	*3,145*	*3,819*	*3,965*	*-0,146*
9	*1,544*	*1,990*	*-0,446*	*40,21*	*43,044*	*-2,834*	*0,3458*	*0,311*	*0,034*
10	*0,723*	*1,168*	*-0,445*	*72*	*73,266*	*-1,266*	*1,687*	*1,671*	*0,015*
11	*0,821*	*1,434*	*-0,613*	*68,2*	*62,964*	*5,235*	*1,316*	*1,367*	*-0,051*
12	*0,136*	*0,722*	*-0,586*	*94,7*	*92,111*	*2,588*	*6,333*	*6,393*	*-0,060*
13	*1,125*	*1,270*	*-0,145*	*56,43*	*54,446*	*1,983*	*0,675*	*0,753*	*-0,078*
14	*0,259*	*0,337*	*-0,078*	*89,97*	*90,591*	*-0,621*	*4,906*	*4,910*	*-0,004*
15	*0,89*	*0,968*	*-0,078*	*65,54*	*64,264*	*1,275*	*1,207*	*1,1932*	*0,013*
16	*0,93*	*0,723*	*0,206*	*63,97*	*73,751*	*-9,781*	*3,169*	*3,018*	*0,151*
17	*0,893*	*2,648*	*-1,755*	*65,41*	*62,576*	*2,833*	*2,109*	*2,047*	*0,061*
18	*0,919*	*2,648*	*-1,729*	*64,41*	*62,576*	*1,833*	*2,109*	*2,047*	*0,061*
19	*0,588*	*0,195*	*0,392*	*77,23*	*74,409*	*2,820*	*2,5*	*2,510*	*-0,010*
20	*1,99*	*0,195*	*1,794*	*75,01*	*74,409*	*0,600*	*2,5*	*2,510*	*-0,010*

V.4. 2 Examen des résidus

Les valeurs expérimentales de la réponse Y sont comparées aux valeurs de Y calculées par le modèle et leur différence est appelée résidu. Ces résidus permettent de vérifier la qualité du modèle. Ils sont présentés sur le tableau (V.10).

Les différences entre les réponses expérimentales et calculées (résidus) ne dépassent pas 2 % pour l'absorbance, 6 % pour le rendement d'élimination des micropolluants et 0,2 % pour l'énergie consommée, ce qui est de l'ordre de grandeur de l'erreur des résultats expérimentaux due à la manipulation. Les modèles quadratiques du second degré peuvent donc être considérés comme de bons modèles pour représenter les résultats du plan d'expériences**.**

V.4.3. Analyse des courbes iso-réponses :

La représentation graphique des modèles préétablis, dans l'espace des variables permet d'obtenir des courbes iso-réponses. Ces dernières constituent une projection de surface de réponse dans le plan horizontal. Elles s'interprètent comme des courbes de niveaux sur les quelles est projetée la valeur de la réponse. Au-delà de deux facteurs, il est nécessaire de maintenir à un niveau constant les facteurs dont les variations ne sont pas décrites dans le plan horizontal. En mettant les valeurs prédites par le modèle sous forme de courbes d'iso-réponses, nous pouvons analyser l'effet des facteurs sur la réponse.

V.4.3.1. Influence des facteurs sur l'absorbance

Les effets de la densité de courant et du temps de traitement sur l'absorbance de chaque colorant dans la solution finale sont représentés sur les figures (V.4) et (V.5). Ces figures nous renseignent sur l'effet de chacun des deux facteurs sur l'absorbance après le traitement en utilisant les essais de la matrice d'expériences.

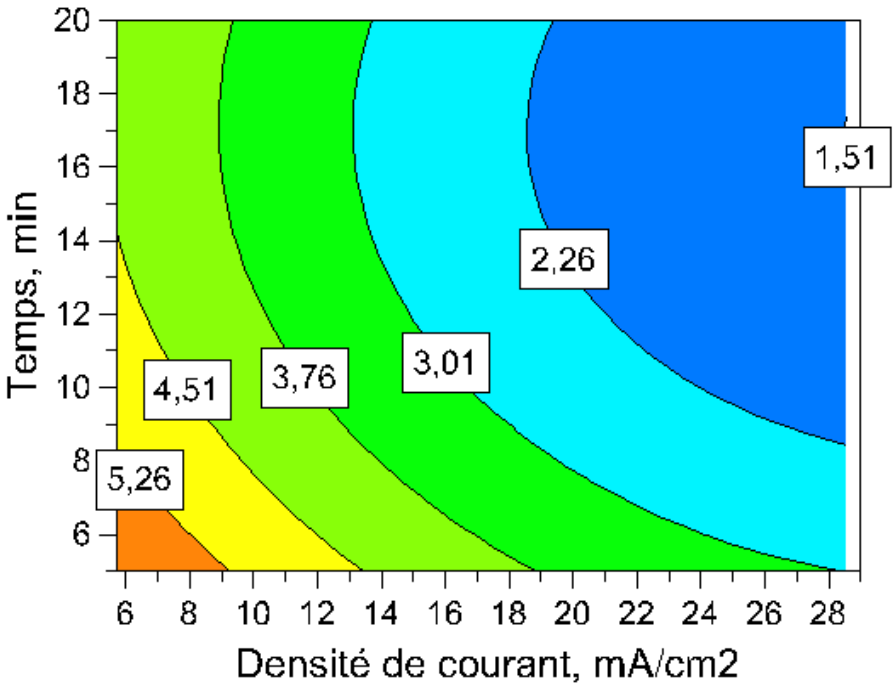


Fig V.4 : Effets de temps et la densité de courant sur l'absorbance pour le bleu de méthylène.

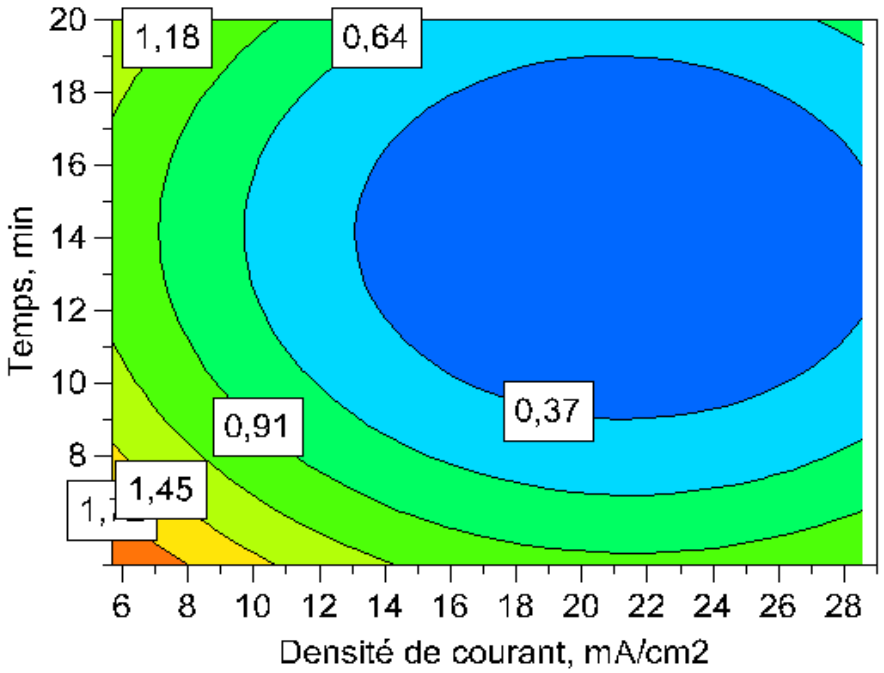


Fig V.5 : *Effets de temps et la densité de courant sur l'absorbance pour le méthyle orange*.

Au regard de la figure (V.4), illustrant les effets de temps de traitement et la densité de courant sur l'absorbance de la solution de bleu de méthylène après traitement ; on constate que l'augmentation de la densité du courant et le temps améliore l'élimination de bleu de

méthylène et cela montré par la diminution de l'absorbance de ce dernier, en atteignant une absorbance minimale de 1,51.

Quand le temps est entre 8 et 20 min et densité du courant i est entre 6 et 28 mA/cm^2, du fait que ces deux factures contribuent à diminution de l'absorbance, la concentration devient minimale. Pour la figure (V.5), illustrant les effets de temps de contacte et la densité de courant sur l'absorbance de la solution de méthyle orange après traitement ; on constate également que l'augmentation de la densité du courant et le temps améliore l'élimination de méthyle orange et cela montré par la diminution de l'absorbance de ce dernier, en atteignant une absorbance minimale de 0,37.

Quand le temps est entre 8 et 20 min et densité du courant i est entre 6 et 28 mA/cm^2, du fait que ces deux factures contribuent à diminution de l'absorbance, la concentration devient minimale.

V.4.3.2. Influence des facteurs sur le rendement d'élimination

Les effets des facteurs étudiés sur le rendement de la décoloration de chaque solution colorée sont représentés sur les figures (V.6) et (V.7). Ces figures nous renseignent sur l'effet de chacun des deux facteurs sur le rendement après le traitement en utilisant les essais de la matrice d'expériences.

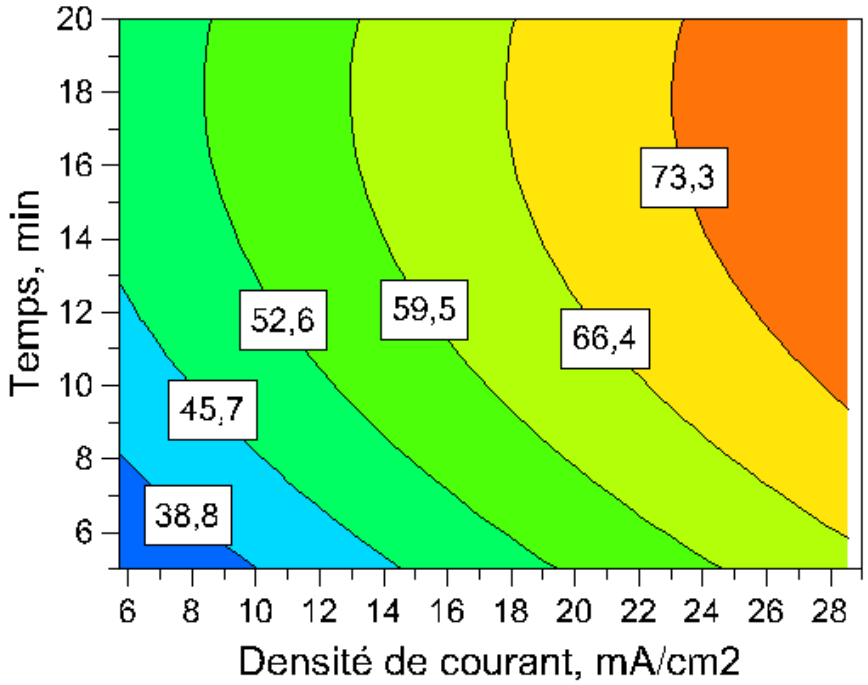


Fig V.6 : *Effets de temps et la densité de courant sur le rendement de la décoloration de la solution de bleu de méthylène par électrocoagulation.*

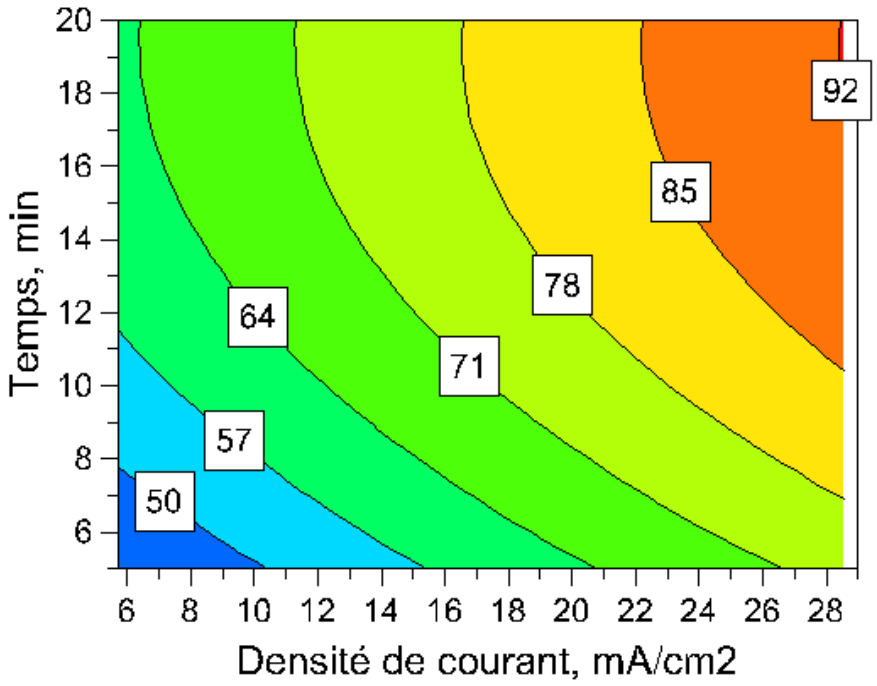


Fig V.7 : *Effets de temps et la densité de courant sur le rendement de la décoloration de la solution de méthyle orange par électrocoagulation.*

Les figures (V.6) et (V.7), montrent les effets de temps de traitement et la densité de courant sur le rendement de la décoloration de la solution de bleu de méthylène et méthyle orange respectivement. On constate que l'augmentation de la densité du courant et le temps améliore le rendement de traitement pour les deux colorants, en atteignant un rendement de 73,3 % pour la solution de bleu de méthylène et 92 % avec le colorant de méthyle orange. Les rendements atteindre sont considérables ce qui nous renseigne sur l'efficacité de traitement par le procédé d'électrocoagulation.

V.4.3.3. Influence des facteurs sur l'énergie consommée

La consommation d'énergie pendant l'électrocoagulation des solutions de bleu de méthylène et méthyle orange est en fonction de l'intensité du courant et de la durée de l'opération. Les figures (V.8) et (V.9) montrent la variation de l'énergie électrique consommée par mètre cube des deux solutions traitée de bleu de méthylène et méthyle orange en fonction de la densité de courant et du temps de traitement, avec un pH initial de 6-7.

On constate que l'augmentation de la densité de courant de 6 à 28 mA/cm^2 avec une durée de 5 à 20 minutes provoque une augmentation de la consommation d'énergie de 0,88 à 4,88 et de 1,18 à 5,53 kwh/m^3 pour les solutions de bleu de méthylène et méthyle orange respectivement.

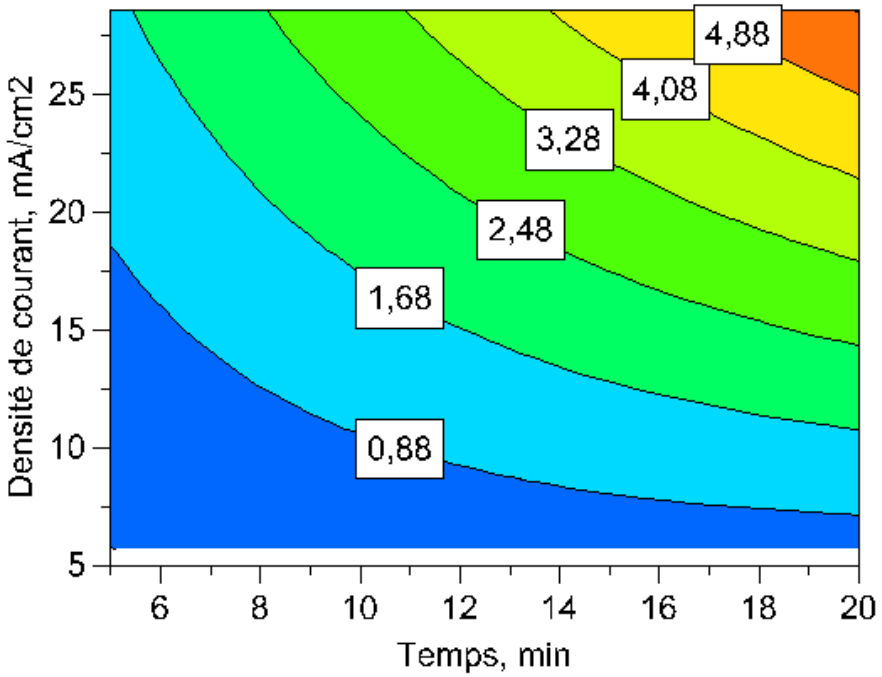


Fig. V.8 : *Effets de temps et de la densité de courant sur l'énergie consommée dans le traitement de la solution de bleu de méthylène par électrocoagulation.*

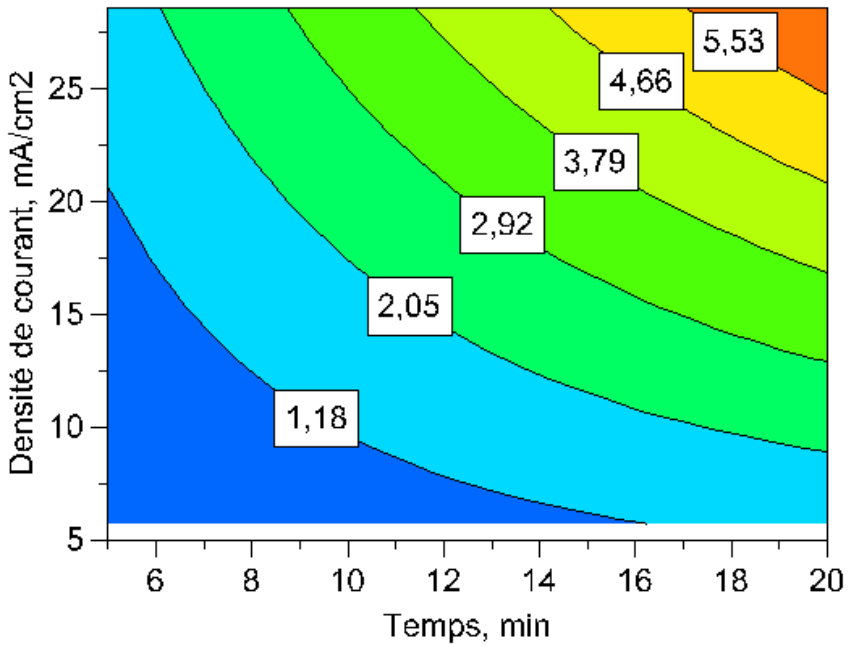


Fig. V.9 : *Effets de temps et de la densité de courant sur l'énergie consommée dans le traitement de la solution de méthyle orange par électrocoagulation.*

IV.5. Conclusion

Dans la présente étude, la performance du procède électrochimique de traitement de milieux aqueux a été étudie en se concentrant sur l'influence des paramètres de fonctionnement tel que la densité de courant, la durée du traitement, et la nature de micropolluant (colorant) en utilisant une nouvelle méthode basée sur les plans d'expériences.

Les modèles de surface de réponse développés dans cette étude pour prédire l'efficacité de traitement ont été considérés comme suffisamment applicables.

L'analyse de variance des réponses a montré que les modèles sont bien corrèles (R^2, très proche de 1) en assurant un bon réglage du modèle de régression avec les données expérimentales.

La méthode des plans d'expérience a permit de modéliser l'absorbance, le rendement d'élimination du bleu de méthylène et du méthyle orange et l'énergie électrique consommée au cours de l'électrocoagulation en fonction des paramètres opératoires.

L'électrocoagulation est donc une méthode efficace et peut être proposée comme procède de prétraitement des milieux aqueux chargés par des micropolluants organiques.

.

CONCLUSION GENERALE

Cette étude, qui s'inscrit dans le cadre général de la dépollution des eaux résiduaires industrielles, a eu pour objectif d'étudier le traitement de deux solutions aqueuses, l'une contient un colorant cationique (bleu de méthylène) et l'autre contient un colorant anionique (méthyle orange) par une technique électrochimique dite « électrocoagulation ». Cette technique qui est basé sur la génération in situ des ions Fe^{2+}, Fe^{3+}, a été utilisée comme une alternative aux traitements classiques qui se sont avérés peu efficaces. Ce travail a permis également de déterminer et d'optimiser les paramètres opératoires conduisant à un taux de dépollution maximal.

Les résultats obtenus ont démontré d'une part, que les colorants aromatiques pouvaient être dégradés et décolorés par le procédé d'électrocoagulation pour de larges gammes de concentration en substrat, et d'autre part que les performances du procédé d'électrocoagulation dépend de plusieurs facteurs (densité de courant, concentration d'électrolyte, pH de la solution, le temps de traitement et la concentration initiale de l'effluent).

Les essais réalisés sur le traitement de deux solutions colorées par électrocoagulation montrent qu'un traitement efficace est obtenu avec ce procédé, ou le taux d'élimination est de l'ordre de 86,44% pour une solution de bleu de méthylène et 91,65% pour une solution de méthyle orange.

La méthode des plans d'expérience a permis de modéliser l'absorbance, le rendement d'élimination et l'énergie électrique consommée au cours du traitement du bleu de méthylène et du méthyle orange par électrocoagulation en fonction des paramètres opératoires (densité de courant électrique, temps du traitement et la nature du colorant) selon un modèle polynomial du second degré pour une concentration de 50 $mg.L^{-1}$ et 3 $g.L^{-1}$ en colorant et en NaCl respectivement et à un pH de la solution variant de 6 à 7. Ce modèle quantifie d'une part l'influence de chaque paramètre sur les réponses du système et d'autre part montre l'interaction entre ces paramètres.

L'analyse statistique a montré que la valeur du coefficient de corrélation est élevée, R^2 = 0,946 pour le modèle du rendement d'élimination et R^2 = 0,998 pour le modèle de l'énergie consommée, ce qui confirme la validité des modèles quadratiques développé et ses qualités prédictives.

Le procédé d'électrocoagulation semble être très séduisant par sa facilité d'emploi ne nécessitant pas beaucoup de moyens. Des modèles mathématiques de ce processus doivent être trouvés afin d'automatiser ce système si l'on souhaite leur application en milieu industriel.

[1] L.Zidani « Etude de la dégradation de quatre Colorants azoïques par Photo-catalyse comparaison avec D'autres procèdes d'oxydation Avances (poas) », thèse du magistère, université de Batna, (2007).

[2] S.Hamsas « Contribution à l'étude de la décoloration des eaux sur grignons d'olives valorises. étude dynamique », thèse du magistère, Université M'hamed Bougara, Boumerdès (2008).

[3] A. Zille « Laccase Reactions for Textile Applications », thèse de doctorat, université de Minho, Italie (2005).

[4] S. Hamani « Étude de dégradation des colorants de textile par les procédés d'oxydation avancée. Application à la dépollution des rejets industriels », thèse de doctorat, . université Tunis El Manar (2008).

[5] F. HARRLEKAS « Couplage des procédés membranaires aux techniques chimiques ou biologiques pour le traitement des rejets liquides de l'industrie textile », thèse de doctorat, université KADI Ayyad, Maroc(2008).

[6] N.BARKA «L'élimination des colorants de synthèse par adsorption sur un phosphate naturel et par dégradation photocatalytique sur TiO2 supporté », thèse de doctorat, université IBNE ZOHR, Maroc (2008).

[7] Journal officiel de la république algérienne n° 26 « Décret exécutif n° 06-141 du 20 Rabie El Aouel 1427 correspondant au 19 avril 2006 définissant les valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels. » (2006).

[8] R.G. Saratale, G.D. Saratale , J.S. Chang , S.P. Govindwar « Bacterial decolorization and degradation of azo dyes" Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineer 42.

[9] G.Crini, P-M.Badot « Traitement et épuration des eaux industrielles polluées: Procédés membranaires, bioadsorption et oxydation chimique »Presse Universitaire de Franch Comité , (2007). ,138–157, (2011).

[10] E. Forgacs, T. Cserhati, G.Oros " Removal of synthetic dyes from waste waters" environment International, 30, 953– 971, (2004).

[11] S. Aliouche « étude de l'élimination d'un colorant par différentes méthodes photochimiques en milieu aqueux », thèse du magistère, université Mentouri, Constantine (2007).

[12] H. Qayyum "Peroxidase mediated decolorization and remediation of wastewater containing industrial dyes" Rev Environ Sci Biotechnol DOI 10.1007/s11157-9184-9, (2009).

[13] A. Aguilar Ibarra, Les peuplements de poissons comme outil pour la gestion de la qualité environnementale du réseau hydrographique de la Garonne, Thèse de Doctorat, l'Institut National Polytechnique de Toulouse, 2004.

[14] J.Celerier, J.Faby, La dégradation de la qualité de l'eau potable dans les réseaux, Office International de l'Eau SNIDE, Document technique Fundae, Hors série N°12, 2001.

[15] S.R. Wickramasinghe, B. Han, J. Zimbron, Arsenic removal by coagulation and filtration: comparison of ground waters from the United States and Banglades Desalination, 169 (2004) 231-244.

[16] S.Achour, N. Guesbaya, Coagulation –floculation par le sulfate d'aluminium de composés organiques phénoliques et de substances humiques, Larhyss Journal, 4 (2005) 153-168.

[17] T. Picard, Contribution à l'étude des réactions aux électrodes en vue de l'application à l'électrocoagulation, *thèse de doctorat*, universités de Limoges (2000).

[18] M .BENNAJAH, Traitement des rejets industriels liquide par électrocoagulation/ électroflotation en réacteur airlift, *thèse de doctorat*, universités de TOULOUSE (2007).

[19] M. Muhammad H. Al-Malack, A. B. Alaadin, S. A. Nabil, B.Amirtharajah, K. M. Mill, Rapid mix desing for mechanisms of alum-coagulation. Journ. Am. Water Wks Ass., 74, 210-219 (1988).

[20] M. Kobya, O.T. Can, M. Bayramoglu, Treatment of textile wastewaters by electrocoagulation using iron and aluminum electrodes, J. Hazard. Mater.,100, 163–178(2003).

[21] Ibanez J.G., Singh M.M. & Szafran Z. (1998). Laboratory experiments on electrochemical remediation of the environment. Part 4 : colour removal of simulated wastewater by electrocoagulation-electroflotation. *J. Chem. Educ.*, 75(8), 1040-1041.

[22] A. Hector, M. Castillas, L. David, A. Jewel, A. G. Gomes, P. Morkovsky, J. R. Parga, Eric Peterson, Electrocoagulation mechanism for COD removal, Sep. Purif. Technol., 204-211, (2007).

[23] K. Muthukumar, M. Velan, Volumetric mass transfer coefficients in an internal loop airlift reactor with low-density particles, J. Chem. Tech. Biotech, 81, 667-673 (2006).

[24] I. Zongo, Etude expérimentale et théorique du procédé d'électrocoagulation : application au traitement de deux effeluents textiles et d'un effeluent simulé de tannerie, Thèse de Doctorat Génie des procédés et des produits, Institut national polytechnique de Lorraine, 2009.

[25] Vik E.A., Carlson D.A., Eikum A.S. & Gjessing E.T. (1984). Electrocoagulation of potable water. *Wat. Res.*, 18(11), 1355-1360.

[26] Prétorius W.A., Johannes W.G. & Lempert G.G. (1991). Electrolytic iron in flocculant production with bipolar electrode in series arrangement. *Water Sa*, 17(2), 133-138.

[27] Rubach S. & Saur I.F. (1997). Onshore testing of produced water by electroflocculation. *Filtr. Sep.*, 34(8), 877-882.

[28] Mohammad M. Emamjomeh, Muttucumaru Sivakumar, An empirical model for defluoridation by batch monopolar electrocoagulation/flotation (ECF) process , Journal of Hazardous Materials B131 (2006) 118–125.

[29] M. Bayramoglu, M. Kobya, M. Eyvaz, E. Senturk, Technical and economic analysis of electrocoagulation for the treatment of poultry slaughterhouse wastewater Sep. Purif. Technol., *51, 404-408 (2006).*

[30] A. K. Golder, A. N. Samanta, S. Ray, Removal of chronium by electrocoagulation with multiple electrodes : Bipolar and monopolar configurations, Journal Hazardous Materials, 653-661, (2006).

[31] I. Ayhan Şengil, Mahmut özacar, Treatment of dairy wastewaters by electrocoagulation using mild steel electrodes, J. Hazard. Mater., 137, 1197-1205 (2006).

[32] A.H. Essadki, M. Bennajah, B. Gourich, Ch. Vial, M. Azzi, H. Delmas, Electrocoagulation/electroflotation in an external-loop airlift reactor-Application to the decolorization of textile dye wastewater : a case study, Chem. Eng. Proc. In press April (2007).

[33] J.C Donini, J. Kan, J. Szynkarczuk, T.A. Hassan, K.L.Kar, The Operating Cost of Electrocoagulation. Can. Jou. Chem. Eng... 72, 1007 (1994).

[34] M. Yousuf, A. Mollah, R. Schennach, J.R Parga, L. Cocke, Electrocoagulation (EC), science and applications, J. Hazard. Mater., 84, 29-41 (2001).

[35] N. Daneshvar, H. Ashassi-Sorkhabi, M.B. Kasiri, Decolorization of dye solution containing Acid Red 14 by electrocoagulation with a comparative investigation of different electrode connections, J. Hazard. Mater. B 112 (2004) 55–62.

[36] M. Bayramoglu, M. Eyvaz, M. Kobya, Treatment of the textile wastewater by electrocoagulation : economical evaluation, Chem. Eng. J., 128, 155–161(2007).

[37] O.T. Can, M. Kobya, E. Demirbas, M. Bayramoglu, Treatment of the textile wastewater by combined electrocoagulation. Chemosphere, 62, 181–187 (2006).

[38] M. Tir, Traitement des émulsions d'huile de coupe par floculation –électroflottation et électrofloculation, Mémoire de Magister, Université de Médéa, Algérie, 2001.

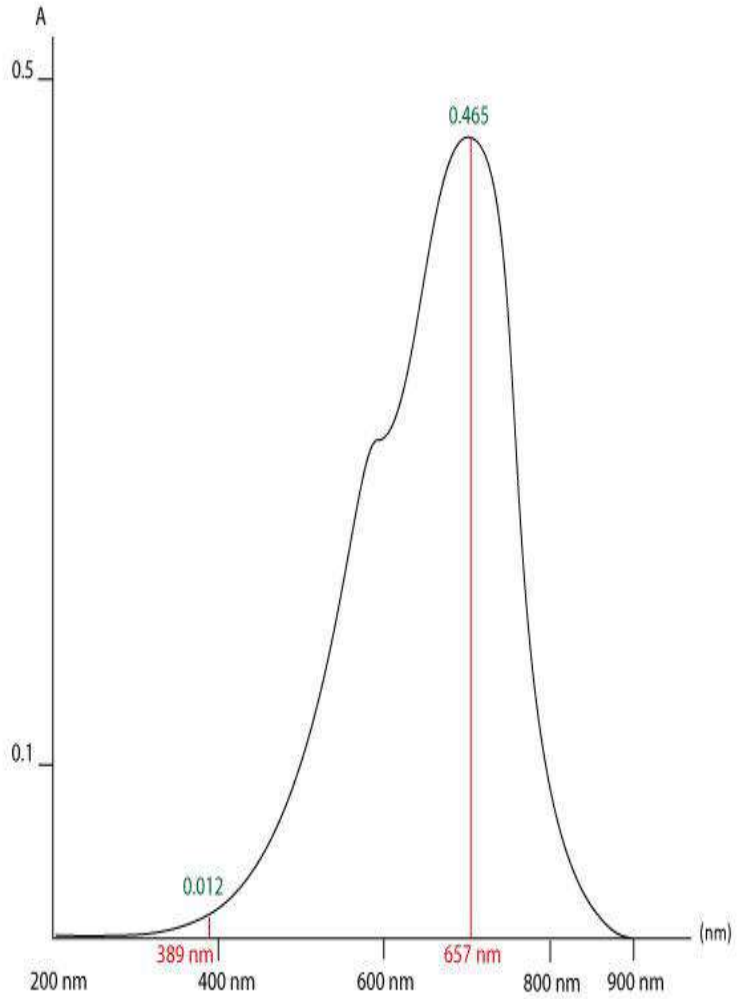
[39] M.Y.A. Mollah, R. Schennach, J.R. Parga, D.L. Cocke, Electrocoagulation (EC)-Science and Applications, J. Hazard. Mater., 84, 29–41 (2001)

[40] Goupy J. Plans d'expériences pour surface de réponse, *Edition DUNOD*, 2000.

[41] G.E.P. Box, N.R. Draper, "*Empirical model-building and response surfaces*", Ed John Wiley & Sons, 1987

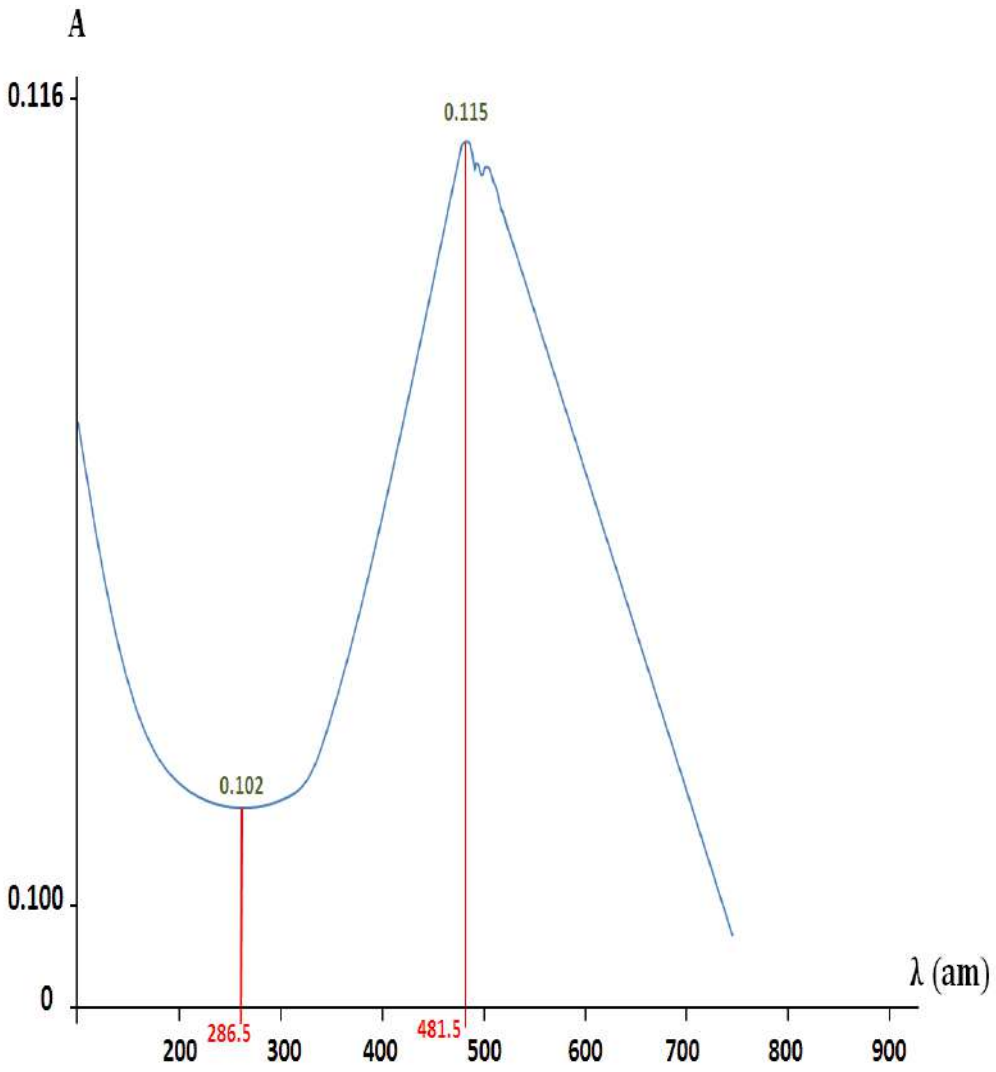
[42] J. Goupy, "*Plan d'expériences pour surface de réponse*", *Edition DUNOD*, 1999.

Annexe 01



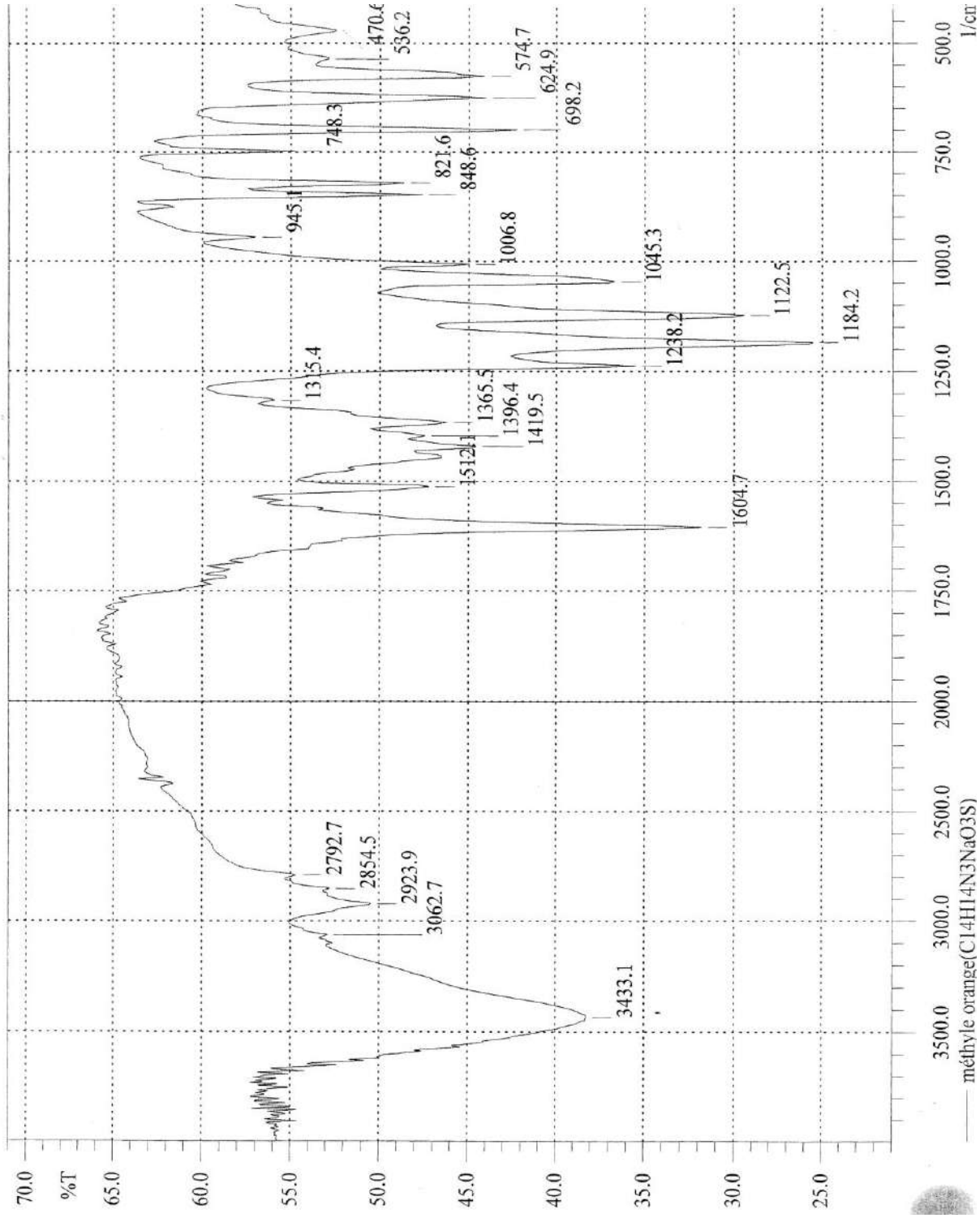
Spectre d'absorption de Bleu de Méthylène dans la gamme de (200 - 900 nm)

Annexe 02



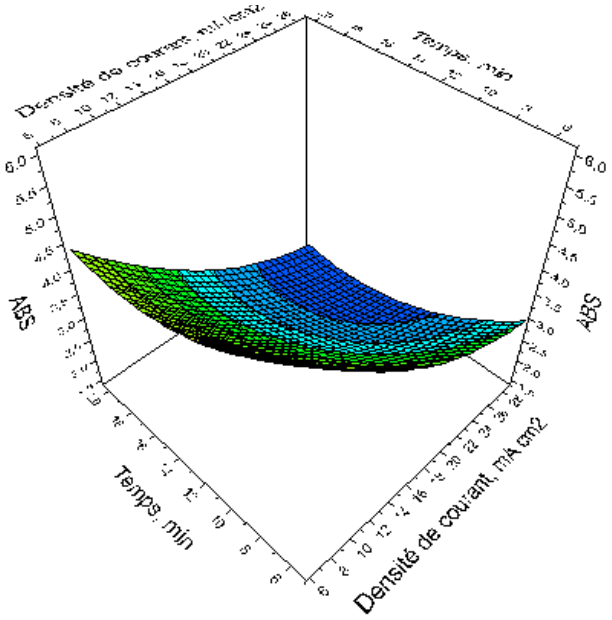
Spectre d'absorption de méthyle orange dans la gamme (200-900nm).

Annexe 03

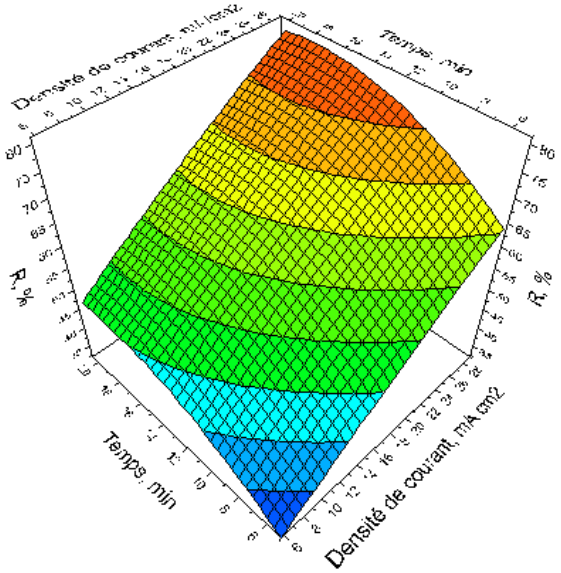


FTIR de méthyle orange.

Annexe 04

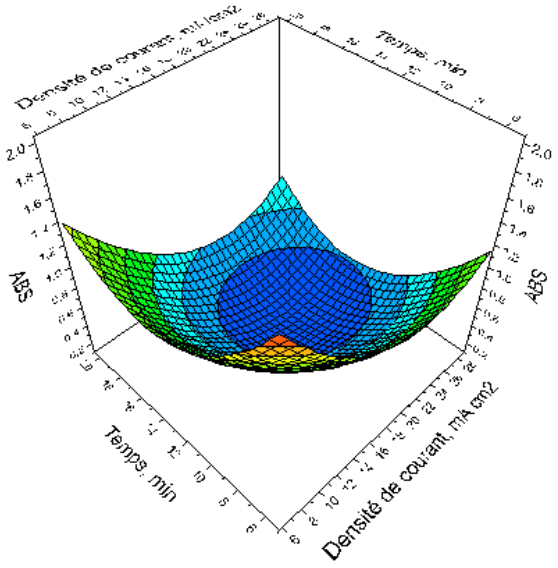


Effet de temps et la densité de courant sur l'absorbance de bleu de méthylène en (3) dimensions.

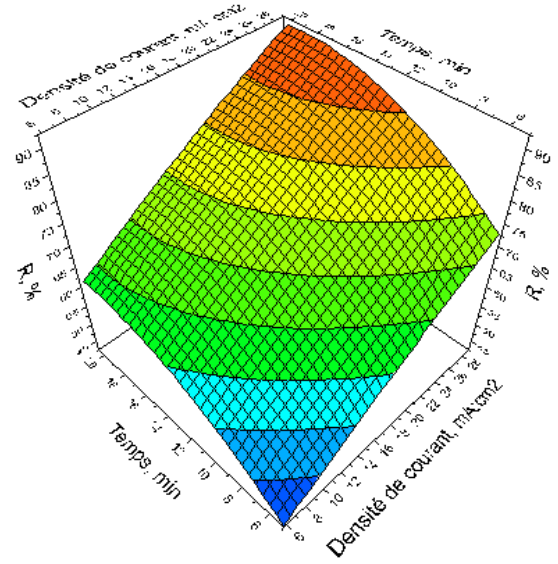


Effet de temps et la densité de courant sur le rendement de la décoloration de bleu de méthylène en (03) dimensions.

Annexe 05



Effet de temps et la densité de courant sur l'absorbance de méthyle orange en (03) dimensions.



Effet de temps et la densité de courant sur le rendement de la décoloration de méthyle orange en (03) dimensions.

INTRODUCTION GENERALE

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I

GENERALITES SUR LES COLORANTS

CHAPITRE I I

LE PROCEDE D'ELECTROCOAGULATION

PARTIE EXPERIMENTALE

CHAPITRE III

MATERIELS ET METHODE EXPERIMENTALE

CHAPITRE I V

RESULTATS ET DISCUSSIONS

CHAPITRE V

MODELISATION EN SURFACE DE REPONSES

CONCLUSION GENERALE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANNEXE