

2025-06-22 : مسكرة في:

جامعة محمد خيضر - مسكرة
كلية العلوم والتكنولوجيا
قسم الكيمياء الصناعية

إنني بإيداع مذكرة الماستر بعد التصحيحات

فأصلها

أنا المصنف أمضت الأستاذ:

استاذ التعليم العالي

الرئيسية:

قادر سينا حام

أستاذ مشرف على مذكرة ماستر - المطلب (ة):

معدسة الطرائق

الشعبة:

معدسة طرائق البيئية

التخصص:

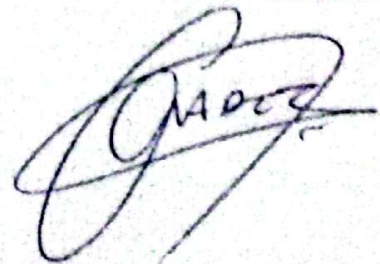
Couplage electrocoagulation -
adsorption dans l'élimination des
produits pharmaceutiques.

عنوان:

أرخص بإيداع المذكرة المذكورة.

رئيس لجنة المناقشة

الأستاذ المشرف



ملحق القرار رقم: 933 المؤرخ في: 28 جويلية 2016

الذي يحدد القواعد المتعلقة بالوقاية من السرقة العلمية ومكافحتها

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

مؤسسة التعليم العالي:

نموذج التصريح الشرفي

خاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية لانجاز بحث

أنا الممضي أدناه،

السيد: *د. محمد بن عبد الله*... الصفة: طالب، أستاذ باحث، باحث دائم: *طبيب*...
الحامل لبطاقة التعريف الوطنية رقم: *09.11.3101* والصادرة بتاريخ *03/06/2016*
المسجل بكلية العلوم والعلوم التطبيقية قسم *البيولوجيا*...
و المكلف بإنجاز أعمال بحث (مذكرة التخرج ، مذكرة ماستر ، مذكرة ماجستير ، أطروحة
دكتوراه)، عنوانها: *Couplage electrocoagulation... adsorption... dans l'élimination des produits pharmaceutiques*.....

أصرح بشرفي أنني ألتزم بمراعاة المعايير العلمية والمنهجية ومعايير الأخلاقيات
المهنية والنزاهة الأكاديمية المطلوبة في انجاز البحث المذكور أعلاه.

التاريخ: *23/06/2016*

إمضاء المعني





Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences et de la technologie
Département de chimie industrielle

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie des procédés de l'environnement

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :

KADRINE SIHAM

Le : Jours/moins /année

Couplage Electrocoagulation-adsorption dans l'élimination des produits pharmaceutiques

Jury :

Pr	Benjaouahdou Chawki	Pr	Université de Biskra	Président
Dr	Chebbi Rachid	MCA	Université de Biskra	Examineur
Pr	Fadel Ammar	Pr	Université de Biskra	Rapporteur
Dr	Bacha Naima	MRA	CRSTRA	Co-encadrante

Remerciements

Tout d'abord je remercie Dieu le tout puissant de m'avoir donné la chance et le courage pour réaliser ce travail.

*Je tiens à remercier mon encadreur **Ammar Fadel** pour son accompagnement expert, ses conseils avisés et sa bienveillance tout au long de ce travail.*

*Ma gratitude va également aux tous qui ont contribué à ce projet, notamment mon chers professeurs **Naima Bacha** et **Nouioua Asma**, pour leurs retours éclairés et leur disponibilité.*

*Je tiens à remercier sincèrement Les doctorantes : **Hayette, Nesrine, Lobna, Safa, Maria, Djihad** qui m'ont beaucoup aidées tout au long de ce travail.*

Je tiens à remercier mes collègues et amis pour leur soutien et tous les bons moments passés ensemble.

Et surtout, un grand merci à ma famille pour m'avoir toujours encouragé et pour avoir été patiente pendant toute cette période de travail intense.

Kadrine Siham

Dédicace

Je dédie cette thèse à :

*Mon père **Yahia** et Ma mère **Hamlaoui Karima**.*

(رحمهم الله)

*Mon oncle **Abed Al-malek** qui m'est très chère et qui me soutient dans tout ce que j'entreprends.*

*Mes sœurs et mes frères : **Zahira, Namal, Ouassila, Abir, imad el-din, Haroun et Mohamed el-amine**.*

*Mes petits frères et sœurs : **Ilyes, Ghofran, Haithem, Ayoub, Zaid et Sidra**.*

*Mes amies : **Insaf, Rihab, Safa, Ines**.*

Tous les membres de ma famille.

Kadrine Siham

Résumé

La contamination des eaux par des résidus pharmaceutiques, notamment le diclofénac, constitue un problème environnemental majeur.

Ce travail vise à évaluer l'efficacité d'un procédé couplé électrocoagulation–adsorption pour éliminer ce composé (diclofénac) des eaux usées. L'électrocoagulation, utilisant des électrodes en aluminium, permet la formation de coagulants in situ, tandis que l'adsorption assure une élimination complémentaire grâce à l'utilisation de charbon active préparé à partir de tige d'aubergine. Les expériences menées ont permis d'optimiser les conditions opératoires (pH, intensité de courant, temps de traitement,). Les résultats obtenus montrent que le couplage des deux procédés permet d'atteindre un taux d'élimination du diclofénac de 51.44 %, démontrant ainsi l'intérêt de cette approche intégrée pour le traitement avancé des eaux contaminées.

Mots-clés : Diclofénac, électrocoagulation, adsorption, traitement des eaux, micropolluants.

Abstract

The contamination of water by pharmaceutical residues, particularly diclofenac, constitutes a major environmental issue. This work aims to evaluate the efficiency of a coupled electrocoagulation–adsorption process to remove this compound (diclofenac) from wastewater. Electrocoagulation, using aluminum electrodes, allows the in-situ formation of coagulants, while adsorption ensures additional removal through the use of activated carbon prepared from eggplant stems. The experiments conducted made it possible to optimize the operating conditions (pH, current intensity, treatment time...). The results obtained show that the coupling of the two processes allows a diclofenac removal rate of 51.44%, thus demonstrating the relevance of this integrated approach for the advanced treatment of contaminated water.

Keywords: Diclofenac, electrocoagulation, adsorption, water treatment, micropollutants.

ملخص

يشكل تلوث المياه بالمخلفات الصيدلانية، ولا سيما الديكلوفيناك، مشكلة بيئية كبرى. يهدف هذا العمل إلى تقييم فعالية عملية مزدوجة تجمع بين التختير الكهربائي والامتزاز لإزالة هذا المركب (الديكلوفيناك) من مياه الصرف الصحي. يتيح التختير الكهربائي، باستخدام أقطاب من الألمنيوم، تشكيل مواد مخرقة في الموقع، بينما يضمن الامتزاز إزالة إضافية بفضل استخدام الفحم النشط المحضر من سيقان الباذنجان. وقد مكّنت التجارب المجراة من تحسين ظروف التشغيل (الرقم الهيدروجيني، شدة التيار، زمن المعالجة...). أظهرت النتائج أن الجمع بين العمليتين يسمح بتحقيق معدل إزالة للديكلوفيناك يبلغ 51.44%، مما يبرز أهمية هذا النهج المتكامل في المعالجة المتقدمة للمياه الملوثة.

الكلمات المفتاحية: ديكلوفيناك، التختير الكهربائي، الامتزاز، معالجة المياه، الملوثات الدقيقة

Liste des matières

Remerciements.....	I
Dédicace.....	II
Résumé.....	III
Liste des matières.....	V
Liste des figures	VIII
Liste des tableaux.....	IX
Liste des abréviations.....	X
INTRODUCTION GENERAL.....	1
Chapitre I : Pollution de l'eau par les produits pharmaceutiques	
I.1. Introduction.....	4
I.2. Pollution des eaux.....	4
I.2.1. Définition.....	4
I.2.2. Classification de la pollution des eaux	4
I.2.2.1. Selon l'origine de la pollution.....	4
I.2.2.2. Selon le type de polluant.....	6
I.3. Médicament	7
I.3.1. Définition.....	7
I.3.2. Origines de la présence de produits pharmaceutiques dans les eaux.....	7
I.3.3. Diclofénac sodique	8
I.3.3.1. Définition	8
I.3.3.2. Consommation et utilisation.....	9
I.3.4. Impact des produits pharmaceutiques sur la santé humaine et l'environnement.....	9
I.4. Conclusion	10
Chapitre II : Techniques de traitements des eaux usées industriels	
II.1. Introduction	12
II.2. Les techniques de traitements des eaux.....	12
II.2.1. Traitement biologique	12
II.2.2. Les techniques physico-chimiques.....	13
II.2.3. L'adsorption	14
II.2.3.1. Définition et principe	14
II.2.3.2. Les types d'adsorption	14
II.2.3.3. Description du mécanisme d'adsorption	15
II.2.3.4. Facteurs influençant l'adsorption.....	16

II.2.4. Types d'adsorbants	17
II.2.5. Isothermes d'adsorption	20
II.2.5.1. Classification des isothermes d'adsorption :.....	20
II.2.5.2. Modèle d'isotherme d'adsorption.....	21
II.2.6. Cinétique d'adsorption	22
II.2.7. Avantages et inconvénients de l'adsorption.....	23
II.2.8. L'électrocoagulation.....	24
II.2.8.1. Définition.....	24
II.2.8.2. Principe de l'électrocoagulation	24
II.2.8.3. Les réactions aux électrodes.....	25
II.2.8.4. Principales lois d'électrolyse.....	25
II.2.8.5. Paramètres influençant le procédé d'électrocoagulation.....	26
II.2.8.6. Avantages et inconvénients du procédé d'électrocoagulation.....	28
II.2.9. Couplage électrocoagulation /adsorption	29
II.3. Conclusion.....	30
Chapitre III : Matériels et méthodes	
III.1. Introduction.....	33
III.2. Préparation des réactifs	33
III.2.1. Préparation des solutions	33
III.2.2. Choix du composé pharmaceutique	33
III.2.3. Milieux de dilution.....	34
III.3. Produits et réactifs.....	34
III.3.1. Electrodes utilisés	34
III.3.2. Charbon activé	35
III.3.2.1. Synthèse de biochar à partir de tiges d'aubergine	35
III.3.2.2. Synthèse de charbon activé (CATA).....	35
III.3.2.3. Caractérisation du charbon activé	36
III.3.2.4. pH de point de charge nulle (pHpzc).....	37
III.4. Dispositifs expérimentaux.....	37
III.4.1. La cellule d'électrocoagulation.....	37
III.4.2. Détermination des paramètres physico-chimiques de l'eau du robinet	38
III.5. Mode opératoire	39
III.5.1. Description des essais d'électrocoagulation	39
III.5.2. Description des essais d'adsorption	39
III.5.3. Description des essais de couplage électrocoagulation-adsorption	39

III.6. Conclusion	40
Chapitre IV : Résultat et discussion	
IV.1. Introduction.....	41
IV.2. Etablissement de la courbe d'étalonnage.....	41
IV.3. L'électrocoagulation	41
IV.3.1. Paramètres réactionnels	41
IV.3.1.1. Effet de la concentration initiale.....	41
IV.3.1.2. Effet du courant.....	44
IV.3.1.3. Effet de débit	46
IV.4. L'adsorption.....	49
IV.4.1. Description des essais d'adsorption de diclofénac par charbon activé.....	49
IV.4.2. Etude d'élimination (d'adsorption) de la substance diclofénac sur charbon activé	49
IV.4.2.1. Effet de la concentration initial de la diclofénac	49
IV.4.2.2. Effet du temps.....	50
IV.4.2.3. Effet du pH.....	50
IV.4.2.4. Effet de la température	51
IV.4.3. Caractérisation de l'adsorbant	51
IV.4.4. Modélisation des isothermes d'adsorption du diclofénac sur charbon activé	52
IV.4.5. Modélisation de la cinétique d'adsorption du diclofénac sur charbon activé.....	53
IV.4.6. Etude Thermodynamique.....	54
IV.5. Le couplage avec l'adsorption	55
IV.6. Conclusion	56
CONCLUSION GENERAL	57
REFERENCES	
ANNEXES	

Liste des figures

Figure I.1. Les différentes sources de contamination par les produits pharmaceutique[14].	8
Figure II.1. Mécanisme d'adsorption en phase aqueuse sur charbon actif [27].	16
Figure I.2. Le charbon actif en poudre[34].	17
Figure I.3. Charbon actif en grain[33].	18
Figure I.4. Charbon actif extrudé[35].	18
Figure I.5. Les différents types d'isothermes d'adsorption[38]	21
Figure I.6. Principe du procédé d'électrocoagulation[46]	24
Figure IV.1. Courbe d'étalonnage du diclofénac	41
Figure IV.2. Résultats d'essai 1 d'électrocoagulation ($C_0 = 40$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2$ ml/min)	42
Figure IV.3. Résultats d'essai 2 d'électrocoagulation ($C_0 = 70$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2$ ml/min)	42
Figure IV.4. Résultats d'essai 2 d'électrocoagulation ($C_0 = 100$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2$ ml/min)	43
Figure IV.5. Effet de la concentration initiale sur le rendement d'électrocoagulation du diclofénac ($C_0 = 40, 70, 100$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2$ ml/min)	43
Figure IV.6. Résultats d'essai 2 d'électrocoagulation ($C_0 = 40$ mg/l, $I = 0.1$ A, $Q = 4.5$ ml/min)	44
Figure IV.7. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 4.5$ ml/min)	45
Figure IV.8. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40$ mg/l, $I = 1$ A, $Q = 4.5$ ml/min)	45
Figure IV.9. Effet du courant sur le rendement d'électrocoagulation du diclofénac ($C_0 = 40, 70, 100$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2$ ml/min)	46
Figure IV.10. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2$ ml/min)	47
Figure IV.11. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 4.5$ ml/min)	47
Figure IV.12. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 7$ ml/min)	48
Figure IV.13. Effet du débit sur le rendement d'électrocoagulation du diclofénac ($C_0 = 40$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2, 4.5, 7$ ml/min)	48
Figure IV.14. Effet de la concentration initiale sur la quantité adsorbée et le rendement d'élimination du diclofénac	49
Figure IV.15. Effet de temps d'agitation sur la capacité et rendement d'élimination du diclofénac ($pH = 6.7$; $C_0 = 20$ mg/l)	50
Figure IV.16. Effet de pH sur la quantité adsorbée et le rendement d'élimination d'adsorbat	51
Figure IV.17. Effet de température sur le rendement et la quantité adsorbée	51
Figure IV.18. Effet de température sur le rendement et la quantité adsorbée	52
Figure IV.19. Isotherme de Freundlich et Langmuir	53
Figure IV.20. Modèle de pseudo-premier ordre et second ordre	53
Figure IV.21. Détermination des enthalpies et des entropies d'adsorption du diclofénac sur charbon préparé...	55
Figure IV.22. Effet de couplage avec l'adsorption	56

Liste des tableaux

Tableau II.1. Les différences entre l'Adsorption physique et chimique.....	15
Tableau III.1. Principales propriétés physico-chimiques du diclofénac sodique.....	33
Tableau III.2. Caractéristiques physico-chimiques de l'eau de dilution.....	34
Tableau III.3. Résultats de pH du point charge zéro d'adsorbant.....	37
Tableau IV.12 .Protocole et condition d'utilisation dans toutes les expérience	49
Tableau I.13. Constantes relatives aux 2 modèles	51
Tableau I.14. Paramètre des isothermes de premier ordre et second ordre.....	52
Tableau I.15. Paramètres thermodynamiques adsorption du diclofénac sur le charbon.....	53

Liste des abréviations

AINS	Anti-inflammatoires non stéroïdien
C.E.F.I.C	Conseil Européen des fédérations de l'industrie chimique
C.R.S.T.R. A	Centre de Recherche Scientifique et Technologique Sur les Régions arides
OA	Ostéo Arthrite
DCF	Diclofénac sodique
DBO₅	Demande biologique en oxygène pendant 5 jours
DCO	Demande chimique en oxygène
PKa	Constante d'ionisation.
TH	Titre hydrotimétrique
TAC	Titre alcalimétrique complet
EC	Electrocoagulation
PH	Potentiel d'hydrogène
PH_{pzc}	PH de point de charge nulle
TA	Tige d'aubergine
CATA	Charbon active tige d'aubergine
EC	Electrocoagulation
AD	Adsorption
DCF	Diclofénac
Cd	Cadmium
Cu	Cuivre
Cr	Chrome
Pb	Plomb
Hg	Mercure
Zn	Zinc
Fe	Fe
Sn	Étain
Se	Sélénium
Mn	Manganèse
Na	Sodium
N	Azote
P	Phosphore
T	Température
F°	Degré français
C°	Degré Celsius
min	Minute
t	Temps
mg	Milligramme
l	Litre
ml	Millilitre

INTRODUCTION GENERAL

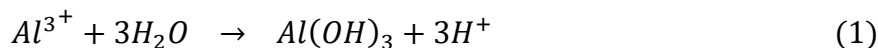
Aujourd'hui, les ressources en eau font face à des menaces croissantes liées à la pollution générée par les activités urbaines, industrielles et agricoles. Parmi les nombreux contaminants détectés dans les eaux de surface et les nappes souterraines figurent les résidus pharmaceutiques, issus d'une consommation et d'un usage quotidiens[1].

Les anti-inflammatoires non stéroïdiens (AINS), largement utilisés dans l'industrie pharmaceutique à l'échelle mondiale, font partie des polluants émergents en raison de leurs impacts négatifs sur la santé humaine et les écosystèmes. Parmi ces substances, le **diclofénac sodique (DCF)** constitue une préoccupation majeure[2].

En raison de leurs impacts environnementaux préoccupants, les eaux usées doivent être traitées avant rejet dans la nature. Parmi les méthodes utilisées, la coagulation chimique et les traitements biologiques, bien qu'efficaces pour divers effluents, présentent des inconvénients notables : ils acidifient l'eau traitée et génèrent d'importantes quantités de boues[3].

Parmi les solutions de traitement disponibles, les méthodes physico-chimiques offrent des alternatives efficaces, notamment l'adsorption, la photocatalyse, la filtration membranaire, la coagulation-floculation et l'électrocoagulation. Dans cette étude, deux procédés ont été sélectionnés pour leur adéquation aux besoins : **l'électrocoagulation (EC)** et **l'adsorption**. Ces techniques combinent efficacité de clarification, respect des normes de rejet industriel et viabilité économique[4].

Le procédé consiste à appliquer un courant électrique entre deux électrodes métalliques (aluminium ou fer) plongées dans l'eau à traiter. Ce courant génère in situ des ions métalliques (Al^{3+} , Fe^{2+} , Fe^{3+}). Dans le cas spécifique de cette étude utilisant une anode en aluminium, les ions Al^{3+} libérés s'hydratent puis réagissent avec l'eau pour former l'espèce coagulante active, comme décrit par l'équation 1.



Le précipité d'hydroxyde d'aluminium ($Al(OH)_3$) formé possède une grande surface active lui permettant de capturer les colloïdes et composés organiques solubles, facilitant ainsi leur décantation. Quant à l'adsorption, cette technique utilise un matériau poreux qui fixe à sa surface les polluants organiques et métalliques, permettant leur élimination de l'eau traitée. Ces deux procédés complémentaires offrent ainsi des solutions efficaces pour la purification des eaux[4].

- Le premier objectif de notre travail est d'étudier la faisabilité du traitement des eaux chargés en Diclofénac par électrocoagulation (utilisant des électrodes en aluminium) combiné avec un processus d'adsorption (utilisant des charbons actifs préparé) pour obtenir les normes requises.

- Le deuxième objectif porte sur l'étude de l'influence des variables de fonctionnement telles que l'intensité du courant, le débit, le temps de réaction et le pH sur l'efficacité d'élimination des principaux polluants.

Ce mémoire comporte (04) chapitres :

- ✓ **Chapitre I** : Pollution de l'eau par les produits pharmaceutiques
- ✓ **Chapitre II** : Techniques de traitements des eaux usées industriels
- ✓ **Chapitre III** : Matériels et méthodes
- ✓ **Chapitre IV** : Résultat et discussion

En termine ce travail par une conclusion générale.

CHAPITRE I

POLLUTION DES EAUX PAR LES PRODUITS PHARMACEUTIQUES

I.1. Introduction

La présence croissante de résidus pharmaceutiques dans les milieux aquatiques constitue une préoccupation majeure en matière de santé publique et d'environnement. Issus principalement des rejets domestiques, hospitaliers et industriels, ces micropolluants persistent dans l'eau en raison de leur faible biodégradabilité et de l'inefficacité des traitements conventionnels. Ce chapitre examine l'origine, la nature et les impacts des produits pharmaceutiques sur la qualité des eaux, en mettant l'accent sur les substances les plus détectées et les risques potentiels pour les écosystèmes aquatiques et les populations humaines[5].

I.2. Pollution des eaux

I.2.1. Définition

La pollution des eaux représente l'un des défis environnementaux les plus critiques de ce siècle. Elle résulte de l'introduction directe ou indirecte de substances polluantes dans les milieux aquatiques, altérant leur qualité physique, chimique et biologique. Qu'elle soit d'origine domestique, industrielle ou agricole, cette contamination affecte les écosystèmes perturbe les équilibres écologiques, et menace la santé humaine[6].

I.2.2. Classification de la pollution des eaux

I.2.2.1. Selon l'origine de la pollution

a. Origine pluviale

Les eaux de ruissellement, générées après une précipitation, sont souvent fortement chargées en polluants, surtout au début d'événement pluvieux. Cette pollution résulte principalement du lessivage des sols, qui entraîne les déchets solides et liquides accumulés vers le réseau d'assainissement. Les premières pluies mobilisent les déchets solides ou liquides accumulés vers le réseau d'assainissement. En période sèche, le faible écoulement des eaux usées dans les canalisations favorise le dépôt de matières en suspension. Lors des premières pluies, l'augmentation brutale du débit remet en circulation ces dépôts, amplifiant ainsi la pollution [7].

b. Origine industrielle

Les eaux usées industrielles présentent une composition très différente de celle des eaux domestiques, avec des caractéristiques qui dépendent du type d'activité. Elles contiennent souvent des matières organiques, azotées ou phosphorées, ainsi qu'une grande diversité de substances chimiques, qu'elles soient d'origine organique ou métallique. Selon leur origine, elles peuvent renfermer :

- Des graisses issues des industries agroalimentaires ou de l'équarrissage

- Des hydrocarbures provenant des raffineries
- Des métaux lourds liés aux procédés de métallurgie ou de traitement de surface
- Des acides, des bases et divers produits chimiques utilisés dans les tanneries ou les industries chimiques
- De l'eau chaude issue des circuits de refroidissement des centrales thermiques
- Des substances radioactives générées par les centrales nucléaires ou le traitement de déchets radioactifs

Tout rejet d'eaux industrielles dans le réseau de collecte exige un traitement préalable approprié. Leur mélange avec les eaux domestiques n'est permis que si leur composition ne présente aucun danger pour les canalisations et n'affectent l'efficacité des installations de traitement[8].

c. Origine agricole

d. L'activité agricole constitue l'un des principaux vecteurs de pollution hydrique, en particulier à travers les apports massifs d'engrais et de pesticides. Elle est à l'origine des pollutions diffuses, difficiles à localiser et à maîtriser. Les eaux issues des zones cultivées transportent des concentrations significatives de nitrates et de phosphates, présents sous forme ionique ou en excès par rapport à la capacité d'absorption des sols et des cultures. Par ruissellement, ces substances atteignent les nappes phréatiques peu profondes, les rivières et les retenues d'eau, y provoquant un enrichissement en composés azotés et phosphorés[9].

e. Origines domestiques

Les eaux domestiques constituent la principale source de pollution générée par les activités humaines. Elles se répartissent en plusieurs catégories selon leur origine :

- Les eaux de cuisine, riches en matières minérales en suspension issues du lavage des aliments, contiennent également des résidus organiques (glucides, lipides, protéines) et des agents détergents.
- Les eaux de buanderie sont essentiellement composées de détergents.
- Les eaux de salle de bains renferment des produits d'hygiène corporelle, principalement à base de composés gras hydrocarbonés.
- Les eaux de vannes, issues des toilettes, présentent une forte charge en matières organiques hydrocarbonées, en composés azotés et phosphorés, ainsi qu'en micro-organismes pathogènes[10].

I.2.2.2. Selon le type de polluant

a. Pollution chimique

La pollution chimique résulte de l'introduction de substances indésirables dans la composition chimique de l'eau, compromettant sa qualité pour un usage spécifique. Elle se divise en deux grandes catégories :

- ✓ Pollution biodégradable
- ✓ Pollution non biodégradable

Les polluants non biodégradables incluent les substances minérales et certains composés organiques stables, notamment les composés aromatiques. Ces éléments persistent dans le milieu et résistent aux processus naturels de dégradation.

Les polluants biodégradables regroupent des matières organiques ainsi que des composés azotés et phosphorés pouvant être décomposés par l'activité microbienne.

- ✓ Pollution chimique d'origine minérale

Les substances minérales présentes dans l'eau peuvent être réparties en trois groupes selon leur rôle et leur impact :

1. Éléments essentiels : azote (N), phosphore (P), sodium (Na), nécessaires au métabolisme biologique mais nuisibles en excès
2. Éléments désirables : fer (Fe), manganèse (Mn), zinc (Zn), cuivre (Cu), présents en faibles concentrations et utiles dans certains processus biologiques
3. Éléments toxiques : plomb (Pb), sélénium (Se), mercure (Hg), arsenic (As), chrome (Cr), étain (Sn), cadmium (Cd), représentant un risque majeur pour la santé et les écosystèmes, même à faibles doses.

- ✓ Pollution chimique d'origine organique.

Ce type de pollution représente une part significative de la contamination des ressources en eau. Parmi les principaux polluants organiques figurent :

1. Les détergents.
2. Les pesticides.
3. Les composés phénoliques.
4. Les hydrocarbures.
5. Les matières organiques courantes telles que les protéines et les lipides[11].

b. Pollution physique

Elle regroupe les altérations dues à des éléments non chimiques présents dans l'eau, principalement issus d'activités domestiques et industrielles. On distingue trois formes principales :

- **Pollution solide** : Elle est due à la présence de particules solides transportées par les eaux usées industrielles, les eaux de ruissellement, ou encore par les dépôts sauvages de déchets.
- **Pollution thermique** : Généralement provoquée par les rejets d'eau de refroidissement des installations industrielles. Les variations de température affectent directement l'équilibre écologique des milieux aquatiques et compromettent la survie des espèces.
- **Pollution radioactive** : Elle résulte du rejet d'éléments radioactifs par les centrales nucléaires et les usines de traitement de déchets radioactifs. Ces substances présentent un risque élevé pour la santé humaine et les écosystèmes aquatiques.

c. Pollution microbiologique

Elle résulte de diverses origines, notamment les effluents hospitaliers, les activités agricoles et les eaux usées. Ces apports introduisent dans l'eau des agents pathogènes tels que des bactéries, des virus ou des parasites, présentant un risque pour la santé humaine et les écosystèmes.[11].

I.3. Médicament

I.3.1. Définition

Les médicaments sont des composés destinés à prévenir, identifier ou traiter des affections. Certains agissent sur l'origine du problème, comme les antibiotiques contre les infections bactériennes. D'autres atténuent uniquement les symptômes, comme les antalgiques utilisés pour réduire la douleur. Leur efficacité repose sur des principes actifs, associés à des excipients, sans effet curatif, mais utiles à la mise en forme du produit[12].

I.3.2. Origines de la présence de produits pharmaceutiques dans les eaux

Les résidus issus de médicaments à usage humain proviennent principalement des effluents hospitaliers et des prescriptions de ville. Une fois ingérés, les substances actives sont partiellement excrétées par les patients, puis évacuées via les réseaux d'assainissement. Ces eaux usées sont ensuite traitées en station d'épuration, mais une partie des résidus persiste et atteint le milieu aquatique.

À l'inverse, les médicaments vétérinaires contaminent directement l'environnement, sans étape de traitement. Le suivi de ces effluents est complexe. Les déjections animales pendant le pâturage ou l'épandage de lisiers peuvent entraîner une infiltration des résidus dans les eaux souterraines. Certaines études ont révélé des concentrations élevées de tétracycline, atteignant plusieurs milligrammes par gramme de lisier dans des élevages industriels de moutons.

Par ailleurs, les sites de production pharmaceutique libèrent encore des sous-produits de synthèse, comme des solvants organiques. Les avancées en analyse chimique permettent aujourd'hui de détecter ces résidus dans divers milieux : eaux usées urbaines, boues d'épuration, effluents d'élevage, sols agricoles traités, eaux de surface et souterraines, eau potable, ainsi que milieux estuariens et marins.

La (Figure I.1), montre comment les composés pharmaceutiques sont libérés dans l'environnement. La principale source de ces résidus est constituée par les produits pharmaceutiques destinés aux humains et aux animaux, qui ne sont souvent que partiellement métabolisés et éliminés sous forme de composés chimiques ou de métabolites dans l'urine et les fèces[13].

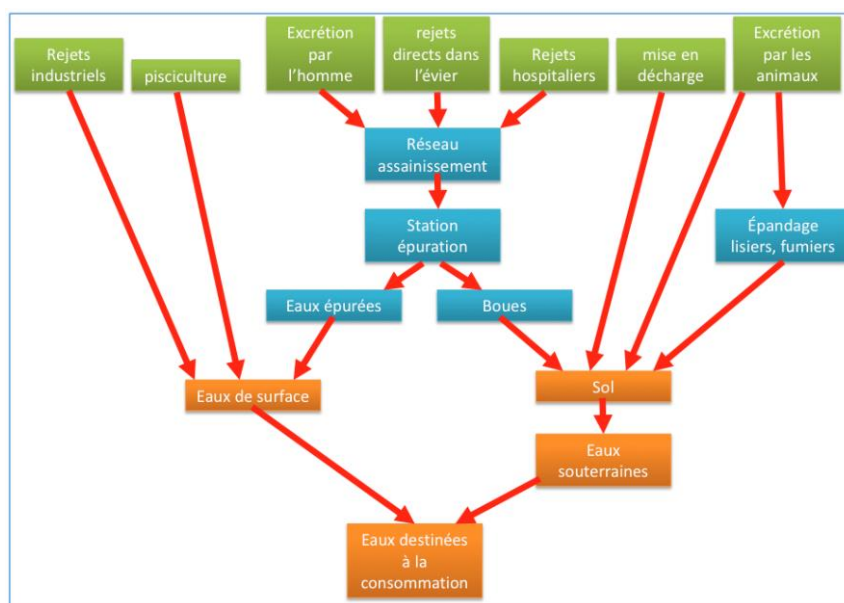


Figure I.1. Les différentes sources de contamination par les produits pharmaceutique[14].

I.3.3. Diclofénac sodique

I.3.3.1. Définition

Le diclofénac est un anti-inflammatoire non stéroïdien (AINS) dérivé de l'acide phénylacétique du groupe des acides arylcarboxyliques. Il possède les propriétés suivantes : activité antalgique, antipyrétique, anti-inflammatoire et inhibition de courte durée des fonctions plaquettaires. L'ensemble de ces propriétés est lié à une inhibition de la synthèse des prostaglandines[15].

Il existe 57 médicaments contenant uniquement la substance active et deux autres associés au Misoprostol. Il est disponible sous forme orale, injectable, rectale, cutanée et en gouttes ophtalmiques à des doses de 25 mg, 50 mg, 75 mg et 100 mg[16].

I.3.3.2. Consommation et utilisation

✓ Utilisation chez les humaines

Le diclofénac est souvent utilisé chez l'humain pour traiter une variété d'entités cliniques, mais il s'emploie surtout pour soulager les symptômes de l'arthrite rhumatoïde et de l'OA. Le diclofénac est le plus souvent administré oralement chez l'humain, cependant des formules topiques, intraveineuses, intramusculaires et intrarectales ont aussi été mises au point. Les doses utilisées chez les humains varient selon l'entité clinique à traiter et le mode d'administration utilisé, mais le dosage est habituellement de 50 à 150 mg par jour ou 25 à 50 mg trois fois par jour[17].

✓ Utilisation chez les animaux

Quoi que moins répandu, le diclofénac est aussi utilisé en médecine vétérinaire. Il est disponible sous formes orales et intramusculaires et il est commercialisé pour le contrôle de la douleur chez les ruminants (vaches, moutons) lors de la castration ou pour la boiterie occasionnée par des arthroses. Comme chez l'humain, des formules topiques sont aussi disponibles pour le traitement de 40 problèmes oculaires chez les animaux, principalement pour le contrôle de la douleur postopératoire[17].

I.3.4. Impact des produits pharmaceutiques sur la santé humaine et l'environnement

Les produits pharmaceutiques (à usage humain et vétérinaire) sont rejetés dans l'environnement depuis des décennies. Cependant, on ne s'intéresse à leur présence et à la quantification de leurs teneurs dans les milieux aquatiques que depuis quelques années.

Les questions que les scientifiques se posent vis-à-vis de l'impact des pharmaceutiques sur les écosystèmes et sur la santé humaine sont justifiées par :

- la présence de ces substances du fait de l'utilisation en continu tout au long de l'année malgré des concentrations observées généralement « faibles » (de l'ordre du ng/l jusqu'au µg/l) dans les eaux de surface, le rejet diffus et continu de médicaments et de leurs métabolites dans le milieu aquatique leur confère un caractère de pseudo-persistance.
- leurs propriétés pharmacologiques et toxicologiques :

Les molécules contenues dans les produits pharmaceutiques sont conçues soit pour être très actives et interagir avec les récepteurs présents dans l'organisme humain (ou animaux) soit pour avoir des effets toxiques sur des organismes susceptibles d'affecter la santé, tels que les bactéries, les champignons et les parasites. Il est également possible que les produits pharmaceutiques puissent avoir des effets négatifs sur l'environnement aquatique et terrestre[16].

I.4. Conclusion

Les résidus pharmaceutiques présents dans les eaux font partie des micropolluants, aux côtés des pesticides et autres composés chimiques. Bien que détectés à de faibles concentrations, leur impact environnemental reste préoccupant. La présence généralisée de ces substances, notamment dans les milieux aquatiques, et les preuves de leurs effets écotoxicologiques justifient la mise en place de mesures spécifiques.

Ces mesures doivent viser à limiter les rejets de médicaments dans l'environnement et à réduire leurs effets pour préserver la qualité des eaux et protéger la santé publique.

Ce chapitre a exposé les principales sources de pollution de l'eau, en mettant en lumière la contribution des résidus pharmaceutiques et leur toxicité pour les écosystèmes et l'homme.

CHAPITRE II

TECHNIQUES DE TRAITEMENT DES EAUX USEES INDUSTRIELS

II.1. Introduction

Le traitement des effluents industriels est un enjeu majeur en termes d'assainissement et dans la préservation de l'environnement. Les effluents sont des eaux usées produites par les secteurs d'activité de l'industrie. Elles peuvent contenir diverses matières nocives pour l'écosystème aquatique. C'est pourquoi, il est essentiel de mettre en place un système de gestion et de traitement efficace des effluents pour préserver la qualité de l'eau de toute pollution[18].

II.2. Les techniques de traitements des eaux

II.2.1. Traitement biologique

Les procédés d'épuration par voie biologique sont communément utilisés dans la rémunération des produits pharmaceutiques car moins cher et aisés à mettre en place. Ces procédés ne sont pas toujours applicables sur les effluents industriels en raison des fortes concentrations de polluants, de la toxicité ou de la faiblesse de la biodégradabilité. Dans le cas des produits pharmaceutiques non favorables aux rémunérations biologiques, il est nécessaire d'utiliser des systèmes réactifs beaucoup plus efficaces que ceux-ci-là adoptés entre les procédés conventionnels. La putréfaction est affirmée dans les flots usés accomplissant un cumul DCO/DBO5 < 3, par ailleurs la sévité est excessivement limitée quand ce cumul dépasse 5. Le cumul DCO/DBO5, nécessaire à la dégradation biochimique, sert de mesure dans la dérivabilité biochimique des polluants entre les flots usés. Les procédés, basés sur le comportement microbien dégradant les composés organiques, sont classés en famille d'origine selon la variété de bactéries flots entre l'eau :

- Les procédés aérobies nécessitant la présence d'oxygène,
- Les procédés anaérobies se développant en absence d'oxygène.

Le processus le plus utilisé pour diminuer la fraction biodégradable de la récrimination chimique en oxygène est le système à boues activées classiques. Les inconvénients de ce procédé sont :

- ✓ Des polluants moins concentrés, mais dangereux même en faible quantité, sont peu ou pas éliminés par cette rémunération comme les hormones, les pesticides, les fongicides et les herbicides qui entraînent la mort des microorganismes ;
- ✓ Production de grandes quantités de boues à retraiter.

Le couplage de réacteurs à membranes avec la boue activée offre une vraie synergie et peut minimiser les inconvénients présents entre les systèmes classiques de boues activées. Sa limite la plus importante est la dépendance au cumul à la présence de composés toxiques entre l'eau à traiter et la conservation de la biocénose offerte par la barrière membranaire[19].

II.2.2. Les techniques physico-chimiques

Un traitement physico-chimique réalise la transformation d'un déchet par des procédés physiques d'indigence ou par des méthodes utilisant des réactions chimiques. Dans le cas d'un effluent, les traitements physico-chimiques ont là-dedans lequel innocent l'indigence des particules solides, des huiles, des acides gras, etc... Parmi les traitements physico-chimiques les encore vulgairement hurler pendant le traitement de l'eau on retrouve la coagulation/floculation, l'adsorption, la précipitation et la filtration membranaire[20].

➤ Coagulation - floculation

Les procédés de coagulation et de floculation facilitent l'élimination des matières en suspension et de colloïdes. Au niveau des colloïdes et des particules très petites, on appelle cette opération : coagulation, la coagulation est la réduction ou annulation, sous l'action d'un réactif (coagulant) et au niveau des particules plus grosses on parlera de floculation, la floculation est l'agglomération et précipitation de ces particules et préalablement coagulées. Cette agglomération et facilitée standard l'addition à l'eau un réactif s'appelle (adjuvant de floculation) ou (floculant)[21].

➤ Filtration membranaire

Les techniques de filtration membranaire utilisent des membranes poreuses pour séparer les composés. Est sélectionnés sur une base stérique, c'est-à-dire en fonction de la taille des molécules constituantes. En plus de cet effet stérique, des interactions électrostatiques peuvent intervenir lorsque les membranes possèdent de très petits pores.

On distingue trois principaux types de filtration membranaire, classés selon la taille des pores :

- a. **La microfiltration (MF)** : pour laquelle la taille des pores est de l'ordre du micromètre se situant généralement entre 0,1 à 10 μm .
- b. **L'ultrafiltration (UF)** : se situe entre la microfiltration et la nanofiltration, avec une taille de pores variant de 1 à 100 nm (0,001 à 0,1 μm).
- c. **La nanofiltration (NF)** : où la taille de pores est de l'ordre du nanomètre (0,001 μm)[22].

➤ La précipitation

La précipitation correspond à la formation d'un composé solide à partir d'espèces, initialement dissoutes dans une solution, lorsque leur concentration dépasse la solubilité. Dans le traitement de l'eau, les procédés de précipitations sont largement utilisés pour éliminer des composés minéraux importuns comme les ions phosphate(PO_4^{3-})sulfate(SO_4^{2-}) ou fluor (F^-) par insolubilisation. Cette méthode est coûteuse par la consommation élevée en produits chimiques et peut parfois laisser dans l'eau des ions plus gênants[20].

II.2.3. L'adsorption

II.2.3.1. Définition et principe

Le terme adsorption désigne un phénomène physicochimique, dans lequel, un solide (adsorbant) à la propriété de retenir sur sa surface, des molécules ou atomes libres (adsorbat) existant initialement dans un gaz ou une solution. Cette rétention s'exerce sous l'effet de forces de surface attractives manifestées par le solide. Ainsi, l'intensité de cette force détermine l'énergie d'adsorption, et par conséquent, laquelle des molécules existant dans un système sera adsorbée[23]. Il se traduit en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles (gaz /solide ou liquide/solide)[24].

II.2.3.2. Les types d'adsorption

Les interactions adsorbat-adsorbant mettent en évidence deux types d'adsorption :

a. Adsorption physique : physisorption

L'adsorption physique, ou physisorption, est un processus réversible qui résulte de forces attractives de nature physique, telles que les forces de Van der Waals. Ces forces, relativement faibles (de l'ordre de 10 kcal par mole), ne modifient pas la structure des molécules adsorbées, préservant ainsi leur individualité. Ce phénomène correspond principalement à la condensation des molécules à la surface d'un solide et est favorisé à basse température[25].

b. Adsorption chimique (chimisorption)

L'adsorption chimique, ou chimisorption, est un phénomène irréversible résultant d'interactions chimiques entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant. Ces interactions impliquent un transfert ou une mise en commun d'électrons, conduisant à la destruction de l'individualité des molécules adsorbées et à la formation de nouveaux composés à la surface de l'adsorbant. Ce type d'adsorption se produit généralement à haute température et met en jeu des énergies élevées, comprises entre 10 et 100 kcal par mole.

Le tableau II.1 (voir l'annexe) présente les principaux critères permettant de distinguer l'adsorption physique de l'adsorption chimique[25].

Tableau II.1: Les différences entre l'Adsorption physique et chimique[26]

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Température du processus	Relativement basse à la température d'ébullition de l'adsorbât	Plus élevée
Chaleur d'adsorption	1 à 10 kcal/mol	Supérieur à 10 kcal/mol
Liaison	Physique de Van Der Waals	Chimique
Spécificité	Processus non spécifique	Processus spécifique
Désorption	Facile	Difficile
Cinétique	Rapide	Lente
Formation de couches	Formation de multicouches	Formation de monocouche

II.2.3.3. Description du mécanisme d'adsorption

Le mécanisme d'adsorption peut être décrit en plusieurs étapes successives :

- 1. Diffusion externe** : Transfert des molécules de soluté de la phase liquide externe vers la phase liquide entourant la particule solide. Ce transfert s'effectue par diffusion et convection.
- 2. Diffusion interne** : Migration du soluté à travers le film liquide jusqu'à la surface externe de l'adsorbant.
- 3. Diffusion intraparticulaire** : Pénétration de l'adsorbat à l'intérieur de la particule de l'adsorbant, sous l'effet d'un gradient de concentration.
- 4. Adsorption dans les micropores** : Fixation des molécules adsorbées sur les sites actifs situés dans les micropores de l'adsorbant[27].

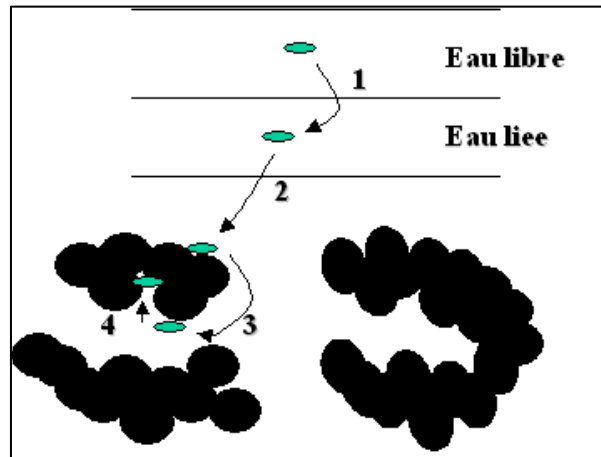


Figure II.1. Mécanisme d'adsorption en phase aqueuse sur charbon actif [27]

II.2.3.4. Facteurs influençant l'adsorption

Les facteurs influençant le processus d'adsorption peuvent être associés à trois éléments principaux : l'adsorbant, l'adsorbant et les conditions opératoires appliquées lors de l'adsorption. Parmi ces paramètres, on peut notamment mentionner les suivants :

➤ La surface spécifique

La surface spécifique correspond à l'aire totale des particules d'un solide par unité de masse, exprimée en m^2/g . Elle inclut à la fois la surface externe, qui représente le périmètre des particules constituant le solide, et la surface interne, qui correspond à la surface des pores ouverts présents à l'intérieur du matériau. Une augmentation de la surface spécifique se traduit par une augmentation des sites disponibles pour l'adsorption[28].

➤ Le pH

Le pH joue un rôle essentiel dans l'étude des phénomènes d'adsorption sur des substrats minéraux. Il influence le potentiel de charge de surface des adsorbants, détermine le comportement de l'adsorbant et modifie les mécanismes d'interaction entre l'adsorbant et l'adsorbant. Ainsi, les propriétés d'adsorption varient en fonction du pH de la solution[29].

➤ La dose d'adsorbant

La dose de l'adsorbant a une influence qui dépend des propriétés du polluant à adsorber. L'utilisation d'une quantité plus importante d'adsorbant ne garantit pas systématiquement une meilleure adsorption. Au-delà d'une certaine masse, le taux d'élimination diminue, ce qui suggère probablement l'apparition d'un autre type d'interaction entre les molécules[29].

➤ La porosité

La porosité est déterminée par la répartition de la taille des pores et reflète la structure interne des adsorbants microporeux[30].

➤ **La température**

L'adsorption est un phénomène qui peut être soit endothermique, soit exothermique, selon les propriétés du matériau adsorbant et la nature des molécules adsorbées. La température influence directement l'adsorption et la mobilité des éléments métalliques en modifiant les équilibres des réactions de dissolution, précipitation et co-précipitation. Elle a également un impact indirect en altérant des paramètres tels que la teneur en eau du solide, le pH ou le potentiel redox[31].

II.2.4. Types d'adsorbants

L'adsorption est un phénomène de surface, ce qui souligne l'importance de connaître les propriétés physiques des matériaux adsorbants. Parmi ces propriétés, on trouve notamment la porosité, la surface spécifique, la densité apparente et la densité réelle. Ces caractéristiques jouent un rôle essentiel dans la capacité et l'efficacité d'adsorption des matériaux[32].

1) Le charbon actif

Le charbon actif est un matériau carboné poreux, riche en carbone et contenant également de l'hydrogène, de l'oxygène, ainsi que des traces de soufre et d'azote. Il se présente sous forme d'une poudre noire, fine et inodore. Selon le C.E.F.I.C, il est défini comme un produit carboné à structure poreuse, offrant une surface interne très étendue. Grâce à cette propriété, il peut adsorber une large gamme de substances qui se fixent sur ses surfaces internes, ce qui lui vaut le nom d'adsorbant[33].

2) Types des charbons actifs

➤ **Le charbon actif en poudre**

Le charbon actif en poudre présente des particules de taille inférieure à 100 μm , avec un diamètre moyen variant de 15 à 25 μm . Grâce à sa grande surface externe et à sa faible profondeur de diffusion, il offre une capacité d'adsorption extrêmement rapide[33].



Figure I.2. *Le charbon actif en poudre [34]*

➤ **Le charbon actif en grain**

Le charbon actif sous forme granulaire est caractérisé par des particules de plus de 1 mm de taille, des pores de petit diamètre, une surface interne importante et une surface externe plus restreinte. Cela implique que la diffusion des substances à l'intérieur des pores devient un facteur clé dans le mécanisme d'adsorption[33].



Figure I.3. *Charbon actif en grain* [33]

➤ **Le charbon actif extrudé**

Le charbon actif extrudé se présente sous une forme cylindrique, avec des diamètres variants entre 0,8 mm et 5 mm. Il est principalement employé pour des applications en phase gazeuse, en raison de sa faible perte de charge, de sa haute résistance mécanique et de sa faible teneur en poussières[33].



Figure I.4. *Charbon actif extrudé* [35]

1) Adsorbants minéraux

Les adsorbants minéraux peuvent exister à l'état naturel ou synthétisés tel que [33] :

- ♦ Argile

Les argiles sont des aluminosilicates naturels qui peuvent être activées pour améliorer leurs propriétés adsorbants. Elles sont largement utilisées en raison de leur disponibilité et de leur capacité à adsorber divers composés.

♦ Zéolithes

Les zéolithes sont des adsorbants cristallins constitués d'un réseau tridimensionnel d'aluminosilicates, formé de tétraèdres de SiO_4 et AlO_4 . Leur formule générale est $(AlO_2M, nSiO_2)_x$, où M représente généralement un métal alcalin ou alcalino-terreux. Il existe plus de 100 types de zéolithes, qui diffèrent par leur rapport SiO_2/AlO_2 et leur structure cristallographique. Leur structure microporeuse, composée de cavités et de canaux, leur confère d'excellentes propriétés absorbantes. Disponibles sous forme de poudre, granulés ou extrudés, elles ont une surface spécifique pouvant atteindre 900 m²/g et présentent une bonne sélectivité.

✓ Alumine activée

Les aluminés activés sont produites par thermolyse rapide du trihydroxyde d'aluminium $Al(OH)_3$ conduisant à un matériau de composition approximative $Al_2O_3, 0.5H_2O$. Cette réaction génère une structure poreuse due à l'élimination des molécules d'eau. La surface des pores est recouverte de groupes $Al - OH$, permettant une adsorption principalement par liaison hydrogène. Les aluminés activés sont des adsorbants amorphes, moyennement polaires et hydrophiles, avec une surface spécifique d'environ 300 m²/g.

✓ Gel de silice

Les gels de silice sont préparés à partir de $Si(OH)_4$ en phase aqueuse, obtenu par acidification d'un silicate de sodium ou à partir d'un sol de silice. Les groupes $Si - OH$ à leur surface permettent des interactions par liaison hydrogène. Il existe deux types de gels de silice :

- **Microporeux** : plutôt hydrophiles.
- **Macroporeux** : plus polyvalents, avec des pores plus larges.
Leur surface spécifique varie entre 300 et 800 m²/g, selon leur structure poreuse.

✓ Adsorbants à base de polymère

Ces adsorbants, encore en développement, ont des applications spécifiques et limitées. Le plus courant est un copolymère de styrène et de divinylbenzène, où le polystyrène forme des chaînes reliées par des ponts de divinylbenzène, créant une porosité interchaînes. Ces matériaux sont très hydrophobes. Ils peuvent être utilisés directement ou carbonisés pour obtenir des adsorbants similaires aux charbons actifs. Lorsque le polymère initial est préparé sous forme de fibres, il peut être tissé pour produire des tissus de charbon actif. Avec un diamètre de fibre d'environ 10 microns,

ces matériaux offrent un temps de transfert très rapide et une surface spécifique pouvant atteindre 2000 m²/g.

II.2.5. Isothermes d'adsorption

Les systèmes d'adsorption ne présentent pas tous le même comportement. Les phénomènes d'adsorption sont généralement étudiés à travers leurs isothermes, qui décrivent la relation à l'équilibre entre la quantité adsorbée et la concentration du soluté dans un solvant donné, à température constante. La plupart des isothermes peuvent être classées en cinq types principaux selon leur forme. Cependant, il existe des variantes pour chaque type, ainsi que des isothermes qui combinent les caractéristiques de plusieurs types classiques[36].

II.2.5.1. Classification des isothermes d'adsorption :

La forme de la courbe isotherme dépend du couple adsorbat-adsorbant étudié. Les isothermes d'adsorption pour des solutés à solubilité limitée ont été classées par Gilles et ses collaborateurs[36].

- **Isotherme de type I** : Cette isotherme est classiquement interprétée comme correspondant à une adsorption en couche mono-moléculaire complète, qu'elle soit physique ou chimique, sur un solide microporeux dont les pores ont un diamètre inférieur à 25 Å.
- **Isotherme de type II** : Il s'agit de l'isotherme la plus couramment observée. Elle se produit lorsque des couches multiples (poly-couches) ne se forment qu'après que la surface soit entièrement recouverte d'une couche mono-moléculaire.
- **Isotherme de type III** : Cette isotherme est relativement rare et se caractérise par la formation de couches poly-moléculaires dès le début de l'adsorption, avant que la surface ne soit entièrement recouverte d'une couche mono-moléculaire. Les isothermes de type I, II et III sont réversibles, ce qui signifie que la désorption suit le même tracé que l'adsorption.
- **Isotherme de type IV** : La pente de cette isotherme augmente à des pressions relativement élevées, indiquant que les pores du matériau sont complètement remplis.
- **Isotherme de type V** : Cette isotherme présente également une hystérésis, similaire à l'isotherme de type IV. Elle ressemble à l'isotherme de type III à faible pression.

De présents cinq types d'isothermes[37] dans la **figure (II.5)**.

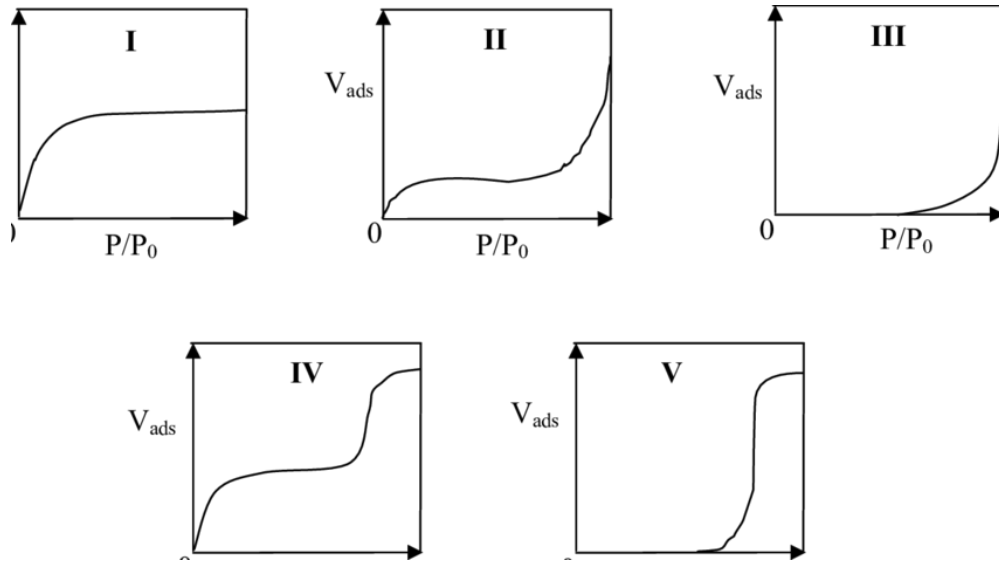


Figure I.5. Les différents types d'isothermes d'adsorption [38]

II.2.5.2. Modèle d'isotherme d'adsorption

Il existe plusieurs modèles théoriques permettant de décrire la relation entre la masse d'adsorbat fixée à l'équilibre et la concentration. Ces relations, dites non cinétiques, sont appelées isothermes. Ces modèles peuvent s'appliquer à des processus d'adsorption en mode statique ou dynamique. Dans la suite, nous présenterons quelques-uns de ces modèles[39].

✓ Modèle de Langmuir

L'isotherme de Langmuir, proposée en 1918, repose sur les hypothèses suivantes :

Chaque site d'adsorption ne peut fixer qu'une seule molécule, ce qui limite l'adsorption à une seule couche de molécules sur l'adsorbant.

- Tous les sites d'adsorption ont la même affinité pour les impuretés en solution.
- L'activité d'un site donné n'influence pas l'activité des sites voisins.
- La surface du solide est considérée comme uniforme.
- La chaleur d'adsorption est constante et ne dépend pas du taux de recouvrement de la surface du solide.
- L'adsorption est localisée et conduit uniquement à la formation d'une monocouche.
- Un équilibre est établi entre les molécules adsorbées et celles en phase fluide.

L'équation de l'isotherme de Langmuir est la suivante :

$$q_e = \frac{q_m \cdot k_l \cdot C_e}{(1 + k_l \cdot C_e)} \quad (1)$$

La forme linéaire de cette équation s'écrit comme suit :

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_m} C_e + \frac{1}{k_l q_m} \quad (2)$$

En traçant la droite :

$$\frac{C_e}{q_e} = f(C_e) \quad (3)$$

Où :

C_e : Concentration du soluté en phase liquide à l'équilibre, en (mg/l) ;

q_e : Quantité adsorbée à l'équilibre, en (mg/l) ;

q_m : Capacité maximale d'adsorption de la mono couche, en (mg/g) ;

k_L : Constante de Langmuir.

On détermine la valeur de la capacité maximum d'adsorption de la monocouche q_m et la constante de Langmuir K_L [39].

✓ **Modèle de Freundlich**

En 1962, Freundlich a introduit un modèle alternatif pour décrire l'adsorption en phase gazeuse ou liquide. Ce modèle repose sur une équation à deux paramètres (K_F et n) et suppose une distribution exponentielle des énergies des sites d'adsorption à la surface du support. Il se caractérise par une adsorption localisée sur des sites spécifiques.

Ce modèle est décrit par :

$$q_e = k_f \cdot C_e^{1/n} \quad (4)$$

Sachant que :

q_e : la quantité d'entités adsorbées par gramme d'adsorbant à l'équilibre (mg/g).

C_e : la concentration de l'adsorbat dans la solution à l'équilibre (mg/L).

K_F : la constante de Freundlich (L/mg).

n : Paramètre énergétique de Freundlich.

Lorsque : la valeur de n est : ($1 < n < 10$) cela indique une adsorption favorable, par contre si la valeur est : ($n < 1$) une faible adsorption.

Les deux paramètres de Freundlich K_f et n peuvent être déterminés expérimentalement par le passage au logarithmique de l'expression pour donner[40] :

$$\ln q_e = \ln k_f + \frac{1}{n} \ln C_e \quad (5)$$

II.2.6. Cinétique d'adsorption

L'étude cinétique des processus d'adsorption repose couramment sur deux modèles fondamentaux : le modèle de pseudo-premier ordre et celui de pseudo-second ordre. Ces approches permettent de caractériser la dynamique d'adsorption en déterminant notamment la constante de vitesse du processus ainsi que la quantité maximale adsorbée à l'équilibre. Leur application offre une base quantitative essentielle pour analyser et optimiser les systèmes d'adsorption[41].

✓ **Modèle pseudo-ordre 1 (Modèle de Lagergren)**

Proposé en 1898 par Lagergren, ce modèle reste largement utilisé aujourd'hui. Il décrit l'adsorption comme un processus limité par la formation de liaisons entre le soluté et les sites actifs de l'adsorbant. Sa formulation cinétique s'exprime par l'équation suivante :

$$\frac{dQ(t)}{dt} = K_1(Q_{eq} - Q_t) \quad (7)$$

$Q(t)$ est la quantité de soluté adsorbé au temps t , et K_1 la constante cinétique. Après intégration on obtient :

$$\ln(Q_{eq} - Q_t) = \ln(Q_{eq}) - K_1 \cdot t \quad (8)$$

Le tracer permet d'obtenir la constante de vitesse[42].

✓ **Modèle pseudo-ordre 2**

Proposé par Ho et McKay, ce modèle montre comment les molécules passent de la solution à la surface de l'adsorbant jusqu'à équilibre. Le modèle pseudo-ordre 2 suit l'équation :

$$\frac{dQ(t)}{dt} = K_2(Q_{eq} - Q(t))^2 \quad (9)$$

k_2 : constante cinétique. Après intégration, on obtient l'équation[42].

$$\frac{1}{Q_{eq} - Q(t)} = \frac{1}{Q_{eq}} + K_2 \cdot t \quad (10)$$

II.2.7. Avantages et inconvénients de l'adsorption

➤ Les Avantages

- **Efficacité** : Réduction efficace de la couleur.
- **Simplicité** : Technologie simple et facile à mettre en œuvre.
- **Coûts réduits** : Faible coût d'utilisation pour certains adsorbants, Solution économique pour certains traitements[43].

➤ Les inconvénients

- **Coûts élevés** : Investissement initial et coûts de fonctionnement importants.
- **Limitations opérationnelles** : Processus lent et limité en volume de traitement.
- **Régénération difficile** : Régénération des adsorbants coûteuse, voire impossible dans certains cas.
- **Sélectivité** : Méthode sélective, ne ciblant pas tous les polluants.
- **Problèmes de déchets** : Formation de boues nécessitant une gestion supplémentaire.
- **Manque de spécificité** : Non spécifique à certains types de polluants.

- **Désorption et contamination** : Risque de désorption des enzymes et contamination du milieu traité[43].

II.2.8. L'électrocoagulation

II.2.8.1. Définition

L'électrocoagulation, comme son nom le suggère, combine les principes de l'électrochimie et de la coagulation. Il s'agit d'une méthode physico-chimique utilisée dans le traitement des eaux, qui repose sur l'emploi d'électrodes consommables (dites sacrificielles). Ces électrodes, généralement en fer ou en aluminium, libèrent des ions métalliques dans l'eau à traiter grâce à leur dissolution électrochimique sous l'action d'un courant électrique. Ainsi, cette technique repose sur la génération in situ de cations métalliques, qui jouent un rôle clé dans le processus de purification de l'eau[44].

II.2.8.2. Principe de l'électrocoagulation

Le procédé d'électrocoagulation (EC) repose sur le principe des anodes solubles. Il consiste à appliquer un courant électrique (ou un potentiel) entre des électrodes en fer ou en aluminium immergées dans un électrolyte contenu dans un réacteur. Ce courant génère, in situ, des ions métalliques (Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+}) qui agissent comme des coagulants en solution. Ces ions provoquent une coagulation-floculation des polluants à éliminer.

De plus, l'électrolyse permet de coaguler les composés solubles oxydables ou réductibles présents dans l'effluent. Le champ électrique induit un mouvement des ions et des particules chargées, favorisant l'agrégation des matières en suspension sous forme de flocs. Ces flocs peuvent ensuite être éliminés par des procédés physiques classiques tels que la décantation, la flottation ou la filtration. La figure II.6 suivantes présentent le principe du procédé d'électrocoagulation[45].

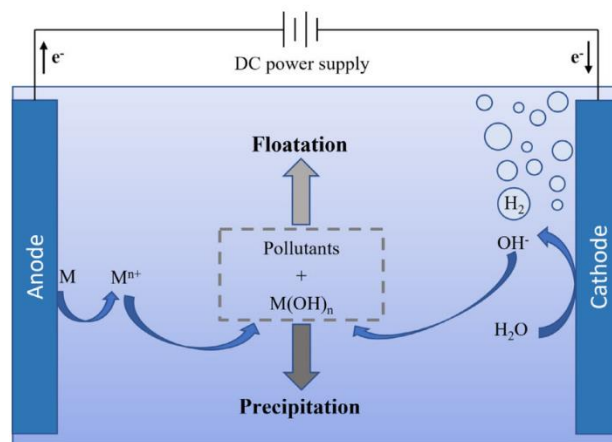


Figure I.6. Principe du procédé d'électrocoagulation [46]

II.2.8.3. Les réactions aux électrodes

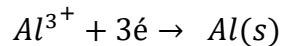
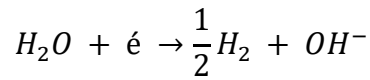
Les matériaux les plus couramment utilisés pour les électrodes dans le procédé d'électrocoagulation sont le fer et l'aluminium. Dans le cadre de notre étude, nous avons opté pour des électrodes en aluminium. Lorsque l'effluent traverse la cellule d'électrocoagulation, des réactions électrochimiques sont déclenchées par l'application d'un courant électrique. Ces réactions jouent un rôle essentiel dans le processus de traitement de l'eau.

- **A l'anode**

- Oxydation du métal : $Al \rightarrow Al^{3+} + 3e^-$

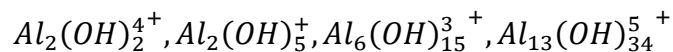
- Formation d'hydrogène : $2Al + 3OH^- \rightarrow Al_2O_3 + \frac{3}{2}H_2 + 3e^-$

- **A la cathode**



Les cations métalliques réagissent avec les ions hydroxydes pour former des complexes. La nature de ces complexes, qu'ils soient anioniques ou cationiques, dépend principalement du pH du milieu. Pour l'aluminium, en particulier, une grande variété de complexes peut se former, influencée par les conditions chimiques de la solution.

- Les mono complexes tels que : $Al(OH)^{2+}$, $Al(OH)_2^+$, $Al(OH)_4^-$
- Les poly complexes tels que :



- Les espèces amorphes et très peu solubles telles que $Al(OH)_3$, Al_2O_3

Les complexes générés au cours du procédé d'électrocoagulation agissent comme des coagulants, permettant l'adsorption des particules colloïdales. Cela entraîne la formation de floccs, qui précipitent ensuite facilement, facilitant ainsi leur élimination[47].

II.2.8.4. Principales lois d'électrolyse

a. Loi de Faraday

Si l'on considère que les seules réactions chimiques ayant lieu dans le réacteur d'électrocoagulation sont :

À l'anode : l'oxydation du métal,

À la cathode : la réduction de l'eau,

Alors il est possible de calculer la masse de métal dissous et la masse d'hydrogène formé pendant une durée t d'électrolyse avec un courant I , en appliquant la loi de Faraday.

$$m = \frac{I \cdot t \cdot M}{n \cdot F}$$

Avec :

m : Masse du métal dissous ou de gaz formé (g).

I : Intensité du courant imposé (A).

t : Durée d'électrolyse (s).

M : Poids moléculaire de l'élément considéré ($g \cdot mol^{-1}$).

F : Constante de Faraday ($96500 C \cdot mol^{-1}$).

n : Nombre d'électrons mis en jeu dans la réaction considérée[48].

b. Rendement faradique (φ)

Il est défini comme le rapport entre la quantité de métal dissous expérimentalement (Δm_{exp}) et la quantité de métal consommé théoriquement (Δm_{th}).

$$\varphi = \frac{\Delta m_{exp}}{\Delta m_{th}} = \frac{3F}{3600 M_{Al} I t}$$

Le rendement faradique peut parfois dépasser 1 (être supérieur à l'unité) en raison de la dissolution chimique du métal[49].

II.2.8.5. Paramètres influençant le procédé d'électrocoagulation

✓ Effet de la conductivité

La conductivité d'une solution est étroitement liée à la concentration et à la nature des substances dissoutes. C'est un paramètre crucial dans les processus d'électrolyse, car elle assure un bon passage du courant électrique à travers la solution.

Lorsque la conductivité électrolytique est faible, le rendement du courant diminue, ce qui nécessite l'application d'un potentiel plus élevé pour atteindre la passivation de l'électrode. Cela entraîne une augmentation des coûts de traitement. Pour remédier à cela, augmenter la conductivité électrique de la solution permet d'optimiser la consommation d'énergie et de réduire le temps de traitement.

En pratique, du $NaCl$ est souvent ajoutée pour augmenter la conductivité électrolytique. Le chlore actif produit lors de l'électrolyse contribue également à la désinfection de l'eau. De plus, l'ajout de chlore permet de limiter les effets négatifs des ions CO_3^{2-} et SO_4^{2-} .

La présence de CO_3^{2-} et SO_4^{2-} peut entraîner le dépôt de Ca^{2+} et Mg^{2+} ainsi que la formation d'une couche d'oxyde, ce qui réduit rapidement le rendement en courant. Il est donc recommandé que, parmi les anions présents, au moins 20 % soient des ions Cl^- pour garantir un fonctionnement optimal de

l'électrocoagulation dans le traitement de l'eau. En revanche, la présence d'ions NO_3^- dans l'eau a peu ou pas d'effet sur le processus d'électrocoagulation[50].

✓ Effet de La densité du courant

La densité de courant est définie comme le rapport entre l'intensité du courant I et la surface active de l'électrode S . Elle s'exprime par la formule :

$$j = \frac{I}{S}$$

Où :

j : Densité de courant (en A/m^2),

I : Intensité du courant (en A),

S : Surface active de l'électrode (en m^2).

Cependant, l'application d'une intensité de courant trop élevée entraîne une surconsommation d'électricité, ce qui se traduit par un échauffement de l'eau et une diminution de la résistance électrique du milieu[51].

✓ Effet de pH initiale

Le pH initial est un paramètre clé à prendre en compte lors d'un traitement par électrocoagulation (EC). Il influence plusieurs aspects du processus, notamment la conductivité de la solution, la dissolution des électrodes, le potentiel zêta et les espèces de fer formées. De plus, comme l'a souligné Guohua Chen (2004), il peut également affecter la formation des bulles d'hydrogène à la cathode.

Les espèces coagulantes les plus efficaces se forment dans des conditions acides, neutres ou légèrement alcalines. En effet, dans des milieux fortement basiques, les ions $\text{Al}(\text{OH})_4^-$ et $\text{Fe}(\text{OH})_4^-$ se forment, mais ils présentent une faible efficacité en termes de coagulation.

Dans un milieu initialement acide, le pH augmente rapidement au cours du traitement, tandis que dans un milieu initialement basique, le pH a tendance à diminuer. Cette variation du pH s'explique par les réactions chimiques qui se produisent lors de l'EC. Dans des conditions acides, l'augmentation du pH est principalement due à la formation d'ions hydroxydes à la cathode, accompagnée d'une libération de bulles d'hydrogène. Les ions H^+ peuvent également être produits lors de la formation d'hydroxydes de fer ou lors de l'oxydation de l'eau en oxygène. En revanche, dans un milieu initialement basique, les ions H^+ peuvent entraîner une diminution du pH.

Il est recommandé d'appliquer le procédé d'EC à des pH proches de la neutralité, car l'élimination des polluants est généralement plus efficace dans ces conditions [52].

✓ Effet de Température

L'effet de la température sur le traitement des eaux usées par électrocoagulation n'a pas été étudié de manière approfondie depuis la découverte de ce procédé. Cependant, selon Chen (2004), l'efficacité du traitement par électrocoagulation s'améliore lorsque la température augmente, jusqu'à environ 65°C. En revanche, Koren et Syversen (1995) soulignent que la température ne doit pas être trop élevée, car cela entraîne des modifications indésirables à l'interface gaz-liquide, ce qui nuit à l'élimination des polluants.

De plus, une température élevée provoque la formation de bulles d'hydrogène de plus grande taille (en raison de l'expansion du gaz à haute température), ce qui accélère leur remontée et réduit leur capacité à capturer les particules en suspension. Par conséquent, le traitement par électrocoagulation est généralement réalisé à température ambiante pour optimiser son efficacité[53].

II.2.8.6. Avantages et inconvénients du procédé d'électrocoagulation

➤ Les Avantages

Comme tous les procédés d'épuration des eaux, l'électrocoagulation (EC) présente à la fois des avantages et des inconvénients qui influencent ses domaines d'application. Plusieurs avantages de l'EC par rapport à la coagulation chimique ont été mis en avant par Mollah et al :

- ✓ **Simplicité et facilité d'utilisation** : L'EC nécessite un équipement simple, compact et facile à utiliser, avec une grande flexibilité opérationnelle pour résoudre la plupart des problèmes rencontrés lors du traitement.
- ✓ **Réduction des produits chimiques** : Contrairement à la coagulation chimique, l'EC ne nécessite pas l'ajout de produits chimiques. Seule une petite quantité d'additifs peut être utilisée pour améliorer la conductivité électrique de l'effluent. Cet avantage a été confirmé par les travaux de Miquel et Damien.
- ✓ **Qualité de l'eau traitée** : L'eau traitée par EC est claire, inodore, sans couleur et possède un goût agréable.
- ✓ **Efficacité sur les particules colloïdales** : L'EC est particulièrement efficace pour éliminer les plus petites particules colloïdales, comme l'ont démontré Persin et Rumeau[54].

➤ **Les inconvénients**

Les inconvénients majeurs de l'électrocoagulation peuvent être résumés en plusieurs points :

✓ **Faible conductivité de l'eau polluée**

La conductivité de l'eau traitée doit être suffisante pour permettre un passage efficace du courant sans surconsommation d'électricité. Si la conductivité est trop faible, l'ajout de chlorure de sodium ($NaCl$) est souvent nécessaire pour l'améliorer.

✓ **Formation de dépôts sur les électrodes**

La présence d'ions calcium (Ca^{2+}) et hydrogénocarbonate (HCO_3^-) peut entraîner la formation de tartre sur la cathode, augmentant la résistance de la cellule. Ces dépôts réduisent l'efficacité du procédé et augmentent la consommation énergétique.

✓ **Passivation des électrodes**

La passivation des électrodes, notamment en aluminium, peut survenir en l'absence d'ions chlorures (Cl^-), qui aide à prévenir ce phénomène.

✓ **Solutions pour limiter les dépôts et la passivation**

Inversion périodique de la polarité pour réduire l'accumulation de tartre. Nettoyage mécanique régulier des électrodes à l'aide de solutions acides.

✓ **Impact sur la consommation électrique**

La formation de tartre et les dépôts sur les électrodes contribuent de manière significative à la consommation d'énergie du procédé.

✓ **Procédés complémentaires**

Des techniques électrochimiques spécifiques peuvent être utilisées pour détartre l'eau potable en déposant le tartre sur la cathode[55].

II.2.9. Couplage électrocoagulation /adsorption

Les procédés EC et AD ont montré un grand potentiel pour le traitement de plusieurs eaux usées. Les deux procédés présentent des avantages et des difficultés lorsqu'ils sont appliqués individuellement pour éliminer les polluants ciblés. Par conséquent, tout processus résultant de la combinaison de ces deux technologies devrait être en mesure de tirer parti de leur potentiel tout en atténuant leurs points faibles.

La combinaison des procédés EC et AD peut être utilisée pour amplifier les avantages que chaque procédé présente dans le traitement des eaux usées.

Dans un premier temps, le procédé EC réduit la charge polluante et la concentration des solides en suspension, ce qui peut être bénéfique pour le procédé d'adsorption en retardant la saturation de l'adsorbant et en évitant le colmatage. En outre, chaque cycle d'adsorption/régénération peut faire

perdre à l'adsorbant une partie de sa capacité ; de ce fait, retarder la saturation de l'adsorbant peut être bénéfique pour le processus d'AD.

Par conséquent, le fait de retarder la saturation de l'adsorbant permet d'augmenter sa durée de vie utile[56]. Autre possibilité, l'application du procédé d'AD en tant qu'étape de post-traitement entraîne une réduction de la consommation d'énergie en diminuant les exigences d'élimination des déchets de la partie EC du processus intégré et en réduisant par conséquent la tension/le courant nécessaires pour réaliser le processus.

Cette caractéristique du procédé combiné peut être particulièrement importante lorsque l'effluent contient différents polluants. De plus, l'élimination des différents polluants peut avoir une efficacité différente dans chaque procédé.

Par conséquent, la combinaison des deux procédés permet d'obtenir une bonne performance d'élimination globale. En outre, l'intégration des deux processus présente également des avantages associés aux principes d'intensification des processus. L'intégration permet également de réduire la consommation d'énergie et, par conséquent, les coûts d'exploitation.

Ces avantages sont cruciaux pour la mise en œuvre de ce procédé dans les petites industries.

Plusieurs combinaisons d'électrodes et d'adsorbants ont été utilisées dans les procédés combinés EC et AD pour traiter différentes eaux usées. Cette caractéristique du procédé accroît sa polyvalence dans le traitement de problèmes spécifiques d'élimination des polluants.

II.3. Conclusion

Dans ce chapitre nous avons présenté les principales techniques de traitement des eaux usées industrielles, en mettant l'accent sur l'électrocoagulation, l'adsorption et leur combinaison. Chaque procédé offre des avantages spécifiques en termes d'efficacité, de simplicité et de coût. Leur couplage permet d'optimiser les performances de traitement, de réduire les limitations propres à chaque méthode, et d'ouvrir la voie à des solutions adaptées aux exigences actuelles en matière de durabilité, de flexibilité et de rentabilité. Cette approche intégrée constitue une alternative prometteuse pour le traitement avancé des effluents industriels.

CHAPITRE III

MATIELES ET METHODE

III.1. Introduction

Ce chapitre présente les méthodes expérimentales utilisées dans cette étude.

Le produit pharmaceutique choisis pour l'expérimentation sera identifié ainsi que le milieu de sa dilution.

Nous présenterons également, le protocole expérimental de l'électrocoagulation et celui de l'adsorption.

Les essais de traitement du diclofénac par couplage électrocoagulation-adsorption seront décrits, avec l'ajout de charbon activé comme réactif adsorbant. La méthodologie adoptée à ces fins sera décrite au cours de ce chapitre. Les caractéristiques du charbon activé utilisé seront également présentées.

Tous les essais expérimentaux ont été menés au laboratoire « Qualité des eaux » du centre de recherche scientifique et techniques sur les régions arides (CRSTRA) de Biskra.

III.2. Préparation des réactifs

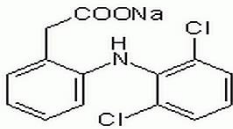
III.2.1. Préparation des solutions

Nous avons préparé une solution mère de 500 mg/l de ce composé testé. Celle-ci a servi d'une part, dans la préparation des solutions étalons et d'autre part lors des essais en solutions synthétiques.

III.2.2. Choix du composé pharmaceutique

Le choix du composé organique a été orienté sur un produit pharmaceutique émergent susceptible d'avoir des effets toxiques aussi bien sur l'homme que sur l'environnement. Lors de notre étude, nous avons testé le (**Diclofénac sodium**). Les principales caractéristiques du composé choisis sont récapitulées dans le tableau III.1.

Tableau III.1. Principales propriétés physico-chimiques du diclofénac sodique [14]

Nomenclature	[2-[(2,6-dichlorophényl) amino] phényl] acétate de sodium
Formule chimique	
Formule brute	C ₁₄ H ₁₀ Cl ₂ NO ₂ Na
Masse molaire	318,1 g /mole
T° de fusion	280°C, avec décomposition
Pka	4,0 ± 0,2 à 25°C dans l'eau
Solubilité pour une température de 15°C à 25°C	• Facilement soluble dans le méthanol (1 à 10 ml / 1g du Diclofénac) • Soluble dans l'éthanol à 96% (10 à 30 ml / 1g du Diclofénac) • Assez soluble dans l'eau (30 à 100 ml / 1g du Diclofénac) • Peu soluble dans l'acétone (100 à 1000 ml / 1g du Diclofénac)
Aspect	Poudre cristalline, blanche ou faiblement jaunâtre, faiblement hygroscopique.

III.2.3. Milieux de dilution

Tous les essais ont été conduits sur des solutions préparées par dissolution du diclofénac dans l'eau de robinet du laboratoire du CRSTRA provient du forage Boukhalfa situé à El Alia. Les principales caractéristiques physico-chimiques de cette eau sont récapitulées dans le tableau III.2.

Tableau III.2. *Caractéristiques physico-chimiques de l'eau de dilution*

Paramètres	Unité	Valeurs
T	°C	17.7
pH	-	7.91 ± 0.07
Conductivité	µs/cm à 20°C	5570 ± 80
TH	°F	128 ± 0.85
Ca ²⁺	mg/l	232± 13.86
Mg ²⁺	mg/l	168± 27.68
Na ⁺	mg/l	642.50 ± 51.88
K ⁺	mg/l	12.09 ± 0.56
TAC	mg/l	390.40± 24.40
Cl ⁻	mg/l	1205.30± 35.45
SO ₄ ²⁻	mg/l	988.47± 8.14
NO ₃ ⁻	mg/l	27.86
Salinité	mg/l	2.3

III.3. Produits et réactifs

III.3.1. Electrodes utilisés

Les électrodes utilisées dans cette étude sont des plaques d'aluminium d'une pureté d'environ 99 %. Il s'agit de deux plaques rectangulaires parallèles, de dimensions 400 mm × 450 mm × 1 mm, avec une surface immergée de 18 cm² chacune. De nombreux chercheurs soulignent l'influence du matériau des électrodes sur le processus, l'aluminium et le fer étant les plus couramment utilisés en raison de leur faible coût, de leur disponibilité et de leur efficacité. La figure (III.1) illustre les électrodes employées dans cette étude.

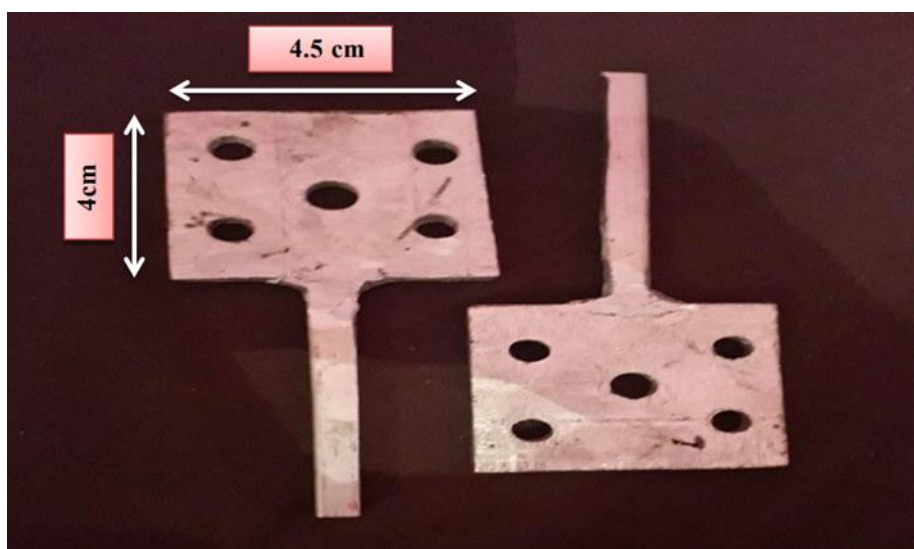


Figure III.1. *Electrodes utilisés pour l'électrocoagulation*

III.3.2. Charbon activé

III.3.2.1. Synthèse de biochar à partir de tiges d'aubergine

Des **tiges d'aubergine (TA)** ont été collectées à la région de Biskra, en Algérie. Elles ont été lavées à l'eau du robinet jusqu'à leur propreté, trempées dans de l'eau distillée pour éliminer les impuretés restantes, puis séchées à l'air libre. Le matériau a été séché au four à 105°C pendant 24 heures et broyé puis tamisé pour obtenir des particules ($< 250\mu m$). La carbonisation a été réalisée à 600 °C pendant deux heures en conditions de faible teneur en oxygène. Le biochar obtenu a été immergé dans une solution de HCl 0,1 N pour éliminer les minéraux résiduels. Il a ensuite été abondamment rincé à l'eau distillée jusqu'à ce que le filtrat atteigne un pH proche de la neutralité (6-7). Enfin, le biochar a été séché à des températures comprises entre 105 et 110 °C pendant 24 heures, ce qui a permis de préparer le charbon active pour les expériences d'adsorption.

III.3.2.2. Synthèse de charbon activé (CATA)

La préparation de CA à partir des **tiges d'aubergine (TA)** a suivi un processus en deux étapes, impliquant un prétraitement chimique et une activation thermique (figure III.2). Cette méthode a été sélectionnée pour son efficacité à produire des charbons à grande surface spécifique et à porosité développée, essentielle à une adsorption efficace[56], [57].

La procédure d'activation chimique impliquait l'imprégnation séparée de la poudre de TG préparée avec du ($Na_2CO_3, C = 0.5M$) ,pour nos besoins, nous avons utilisé (5g du charbon + 30ml de Na_2CO_3).

L'imprégnation a été réalisée à température ambiante sous agitation constante afin d'assurer une répartition uniforme des agents d'activation dans la matrice de biomasse.

Après imprégnation, le mélange a été séché à l'étuve à 100 °C pendant 24 h. Cette étape de séchage est cruciale pour initier les réactions chimiques entre les agents d'activation et les composants organiques de la biomasse, conduisant à la formation de réticulations et au développement d'une structure poreuse [57],[58].

L'étape finale d'activation consistait à chauffer le charbon prétraité dans un four à moufle à 550 °C pendant 3 h sous atmosphère restreinte en oxygène. Cette température et cette durée ont été optimisées pour maximiser le développement de la porosité tout en minimisant la combustion excessive de carbone [59]. Après activation thermique, le matériau obtenu a été refroidi à température ambiante. Le charbon actif a ensuite été soumis à un lavage minutieux à l'eau chaude déionisée afin d'éliminer les résidus chimiques et les sous-produits d'activation. Le lavage s'est poursuivi jusqu'à ce que le pH du filtrat atteigne la neutralité.

Le charbon actif lavé a été séché pendant une nuit à 105 °C, refroidi dans un dessiccateur et stocké dans des récipients hermétiques pour une utilisation ultérieure.

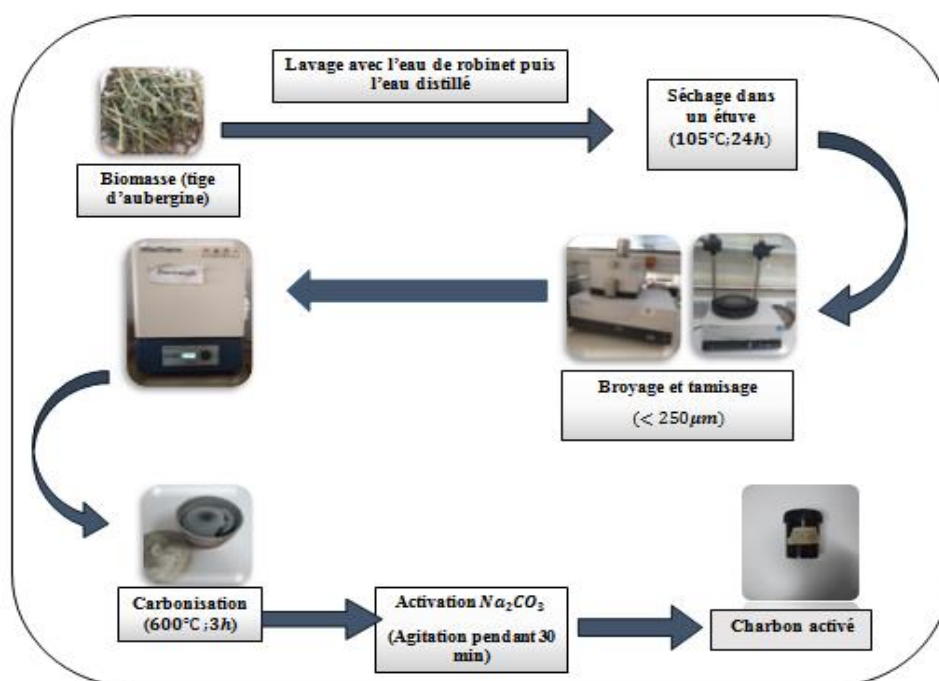


Figure III.2. Les étapes de préparation du charbon activé

III.3.2.3. Caractérisation du charbon activé

Une caractérisation complète du **(CATA)** préparé a été réalisée afin d'étudier ses propriétés structurales, texturales et morphologiques. La présence et la nature des fonctionnalités chimiques de l'adsorbant synthétisé ont été identifiées par analyse IR Interferogram, réalisée à l'aide d'un équipement spectrophotomètre à faisceau interne. Les échantillons ont été scannés dans la plage de 400 à 4 000 cm^{-1} .

III.3.2.4. pH de point de charge nulle (pHpzc)

Le pH au point de charge nulle (pHpzc) est la valeur de pH à laquelle la charge nette à la surface d'un adsorbant est nulle. Ce paramètre joue un rôle crucial dans les processus d'adsorption, particulièrement lorsque les mécanismes impliquent des interactions électrostatiques. Le pHpzc correspond ainsi au pH où les charges de surface générées par les ions H_3O^+ et OH^- s'équilibrent et s'annulent.

L'essai a été réalisé comme suit une solution de **0,01M de NaCl** est mise dans des béchers de **30 ml** auxquels on fait varier le pH initial de **2 à 11** en utilisant **HCl (0,1N)** et **NaOH (0,1N)**. Ensuite, on rajoute à chaque béchers **30 mg** de charbon tout en fixant le temps d'agitation à **24 heures**, Après agitation et le pH final du filtrat de chaque échantillon a été mesuré avec un pH-mètre. Le tableau III.3 et la figure III.3, présentent les résultats de pH du point charge zéro d'adsorbant.

Tableau III.3 : Résultats de pH du point charge zéro d'adsorbant

pHi	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
pHf	2.76	3.4	4.26	6.17	6.13	6.36	6.69	7.82	6.94	8.73
$\text{pHf}-\text{pHi}$	0.76	0.4	0.26	1.17	0.13	-0.64	-1.31	-1.18	-3.06	-2.27

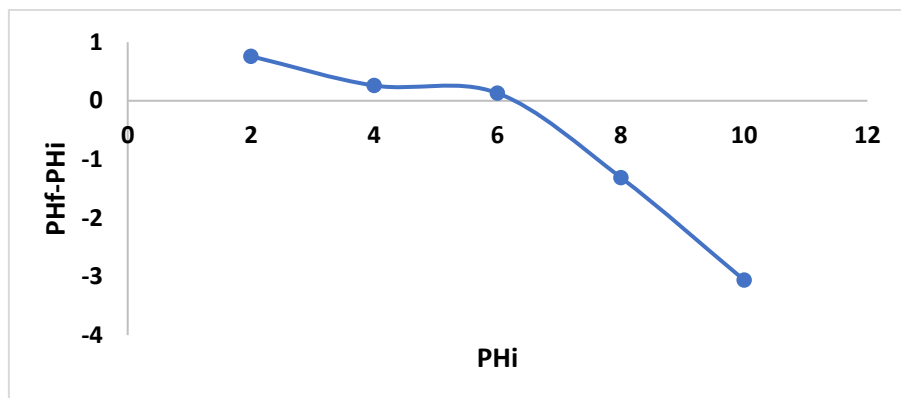


Figure III.3. pH_{pzc} du charbon activé

III.4. Dispositifs expérimentaux

III.4.1. La cellule d'électrocoagulation

Le dispositif expérimental comprend une pompe, un générateur de courant continu et un réacteur en verre (bécher) de 2000 ml, comme illustré aux figures III.4. Deux électrodes en aluminium, identiques, sont placées verticalement et parallèlement dans la cellule. Elles servent respectivement d'anode et de cathode.

Chaque électrode présente une surface émergée de 16 cm². Leur forme plane facilite le montage et le nettoyage. La solution synthétique de diclofénac est homogénéisée à l'aide d'un agitateur magnétique équipé d'une barre aimantée assurant un brassage constant. La tension appliquée aux bornes des électrodes est régulée par le générateur de courant continu.

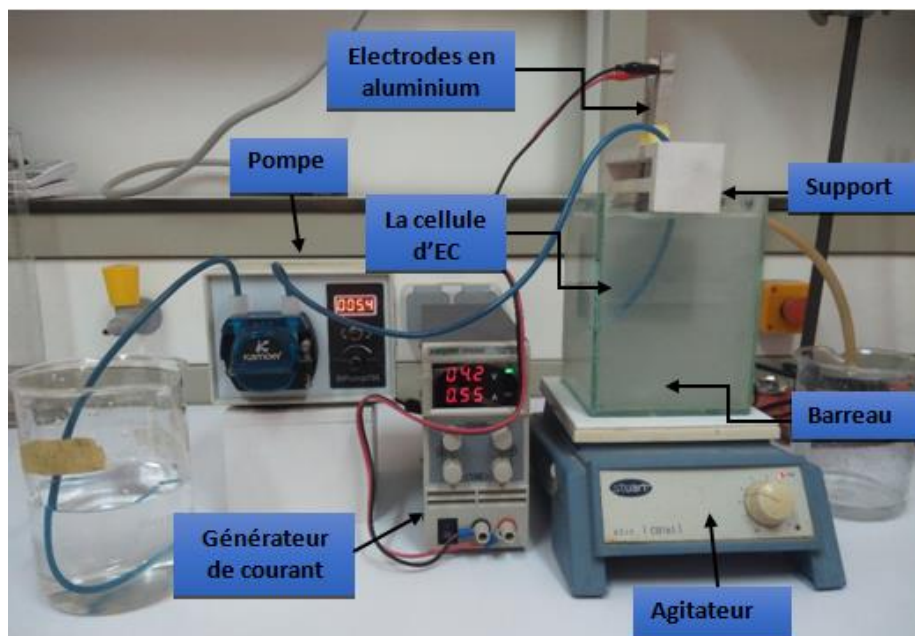


Figure III.4. Dispositif expérimental

III.4.2. Détermination des paramètres physico-chimiques de l'eau du robinet

Les méthodes de dosage utilisées au cours de notre travail sont décrites par **Rodier** (1996,2005) » et « Tardat et Beaudry (1984) » ou par les catalogues de l'appareillage utilisé.

- Le pH : est mesuré par un pH mètre digital, l'étalonnage est effectué avant chaque essai avec des solutions tampon 4,01 et 7,00.
- La conductivité est mesurée par un conductimètre électrique de type « WTWD 8 WEILH » donnant des mesures en $\mu\text{S} / \text{cm}$ et mS / cm .
- Alcalinité : le titre alcalimétrique complet (TA) déterminé selon Rodier (1996,2005) ; TAC : Neutralisation de l'échantillon par H_2SO_4 en présence de méthyle orange.
- La dureté totale ; le titre hydrotimétrique (TH) est déterminé par complexometrie à l'EDTA en présence du Noir Eriochrome T.
- Dosage du Calcium est déterminé par complexometrie à l'EDTA en présence de Murexide.

Dureté magnésienne : c'est la différence entre la dureté totale et calcique.

- Les Sulfates sont dosés par colorimétrie en utilisant un photomètre du type « PALINEST PHOTOMETER 5000 ».

- Les Chlorures sont dosés par la méthode de Mohr, titrage avec nitrate d'argent en présence de chromate de Potassium.
- Na^+ et K^+ : sont mesurés à l'aide d'un appareil de type : FLAME PHOTOMETER JENWAY CLINICL PFP7.
- Nitrates et Phosphates : sont mesurés à l'aide d'un photomètre du type « HANNA C100 multiparameter ion specific meter ».

III.5. Mode opératoire

III.5.1. Description des essais d'électrocoagulation

La solution est d'abord versée dans le réacteur, puis un barreau magnétique est introduit et l'agitation est lancée à 300 tr/min à l'aide d'un agitateur. Les électrodes sont fixées sur leur support, la continuité du courant est vérifiée, puis les électrodes, espacées de 1 cm, sont immergées dans la solution. La pompe et le générateur de courant sont activés simultanément, reliés par des fils électriques. Des échantillons sont prélevés à intervalles réguliers à l'aide d'une pipette. Le taux d'élimination des composés organiques est ensuite évalué en calculant le rendement selon la formule suivante :

$$R\% = \frac{C_0 - C_f}{C_0} \times 100$$

C_0 et C_f représentent respectivement les concentrations initiales et finales en diclofénac exprimées en mg/l.

III.5.2. Description des essais d'adsorption

Après avoir terminé les essais d'électrocoagulation et déterminé les rendements, les conditions optimales ont été retenues pour les combiner avec une étape d'adsorption. Une dose de 30 mg/L de charbon active a été ajoutée à 30 ml de solution du diclofénac, suivie d'une agitation pendant 3 heures. La solution a ensuite été filtrée à l'aide d'un papier filtre, puis soumise au traitement par électrocoagulation.

III.5.3. Description des essais de couplage électrocoagulation-adsorption

Pour évaluer l'effet du couplage électrocoagulation-adsorption sur l'élimination du diclofénac, une étape d'adsorption a été réalisée sur la solution traitée par électrocoagulation, en utilisant les conditions optimales déterminées lors des essais précédents (40 mg/L, 0,55 A, 2 ml/min). Après l'adsorption, la solution a été filtrée à l'aide d'un papier filtre.

III.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les principales méthodes expérimentales et les étapes suivies au cours de l'étude en laboratoire.

Nous avons décrit ainsi la préparation des réactifs et les différents procédés analytiques nécessaires à nos essais. Nous avons également défini les conditions expérimentales pour les procédés d'électrocoagulation (EC) et d'adsorption par lesquelles nous avons réalisé, au cours des différentes étapes, nos manipulations.

A travers ce chapitre, il nous a été aussi possible de décrire les essais de couplage électrocoagulation-adsorption pour lesquels les conditions optimales déterminées lors des essais précédents ont été utilisées en vue de l'élimination de diclofénac.

CHAPITRE IV

RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1. Introduction

Ce chapitre expose les résultats des essais expérimentaux évaluant l'impact des paramètres de l'électrocoagulation (EC) et de l'adsorption (temps, intensité de courant, débit, concentration) et (concentration initial, pH, temps, température) et le couplage des deux procédés sur la performance d'élimination de la matière organique. Une analyse détaillée des résultats sera proposée, accompagnée des interprétations tirées des différentes variations testées

IV.2. Etablissement de la courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage du composé de diclofénac a été obtenue en mesurant l'absorbance de solutions étalons (0–100mg/L) à $\lambda_{\max} = 276$ nm. La relation $A = f(C)$ est illustrée dans la figure IV.1 et le tableau IV.1 (voir l'annexe).

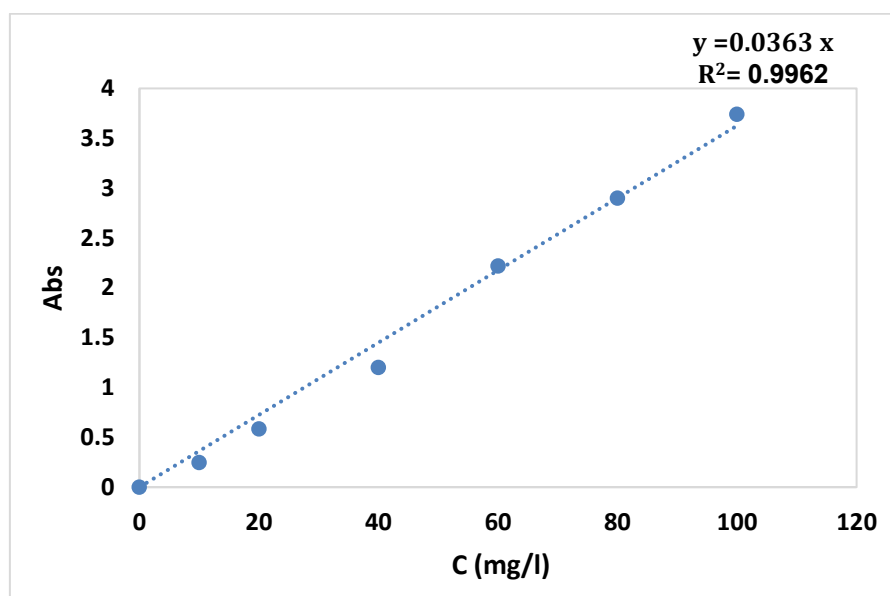


Figure IV.1. Courbe d'étalonnage du diclofénac

IV.3. L'électrocoagulation

IV.3.1. Paramètres réactionnels

IV.3.1.1. Effet de la concentration initiale

L'effet de concentration initiale a été étudié en réalisant des essais d'électrocoagulation avec différentes valeurs de concentration (40,70,100 mg/l) et on fixe les deux paramètres tels que le courant et le débit de la pompe. Les résultats sont démontrés dans les tableaux (voir l'annexe) et les figures (IV.2, IV.3, IV.4, IV.5).

Cinétique 01 :

$C_0 = 40 \text{ mg/l}$

$I = 0.55 \text{ A}$

$Q = 2 \text{ ml/min}$

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.2 (voir l'annexe), et la courbe correspondante est donnée par la figure IV.2.

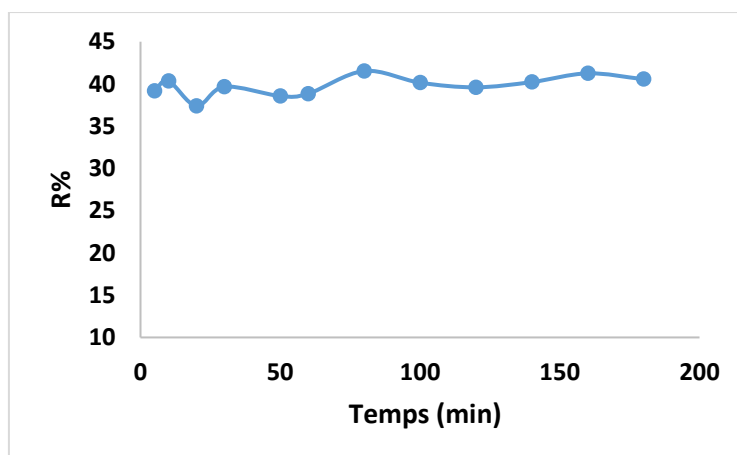


Figure IV.2. Résultats d'essai 1 d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$, $Q = 2 \text{ ml/min}$)

Cinétique 02 :

$C_0 = 70 \text{ mg/l}$

$I = 0.55 \text{ A}$

$Q = 2 \text{ ml/min}$

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.3 (voir l'annexe), et la courbe correspondante est donnée par la figure IV.3.

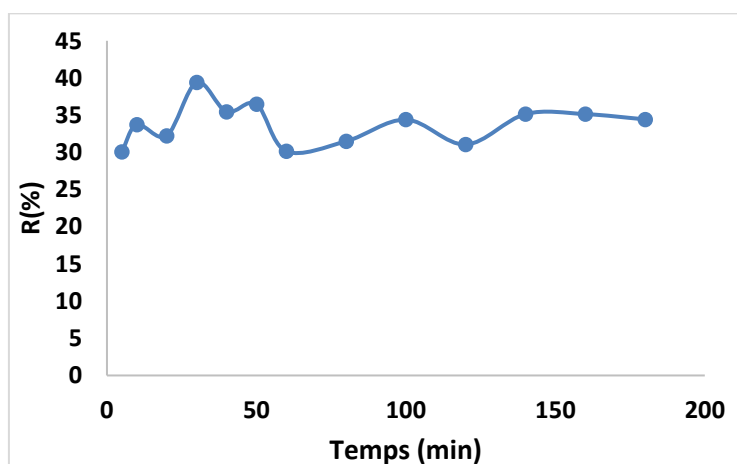


Figure IV.3. Résultats d'essai 2 d'électrocoagulation ($C_0 = 70 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$, $Q = 2 \text{ ml/min}$)

Cinétique 03 :

$C_0 = 100 \text{ mg/l}$

$I = 0.55 \text{ A}$

$Q = 2 \text{ ml/min}$

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.4 (voir l'annexe), et la courbe correspondante est donnée par la figure IV.4.

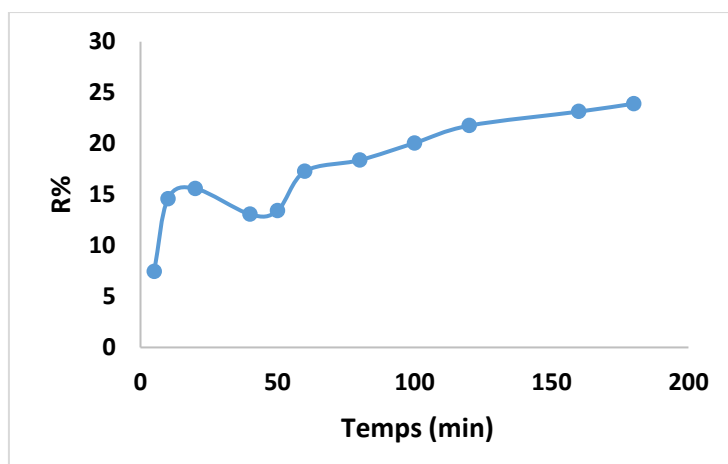


Figure IV.4. Résultats d'essai 2 d'électrocoagulation ($C_0 = 100 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$, $Q = 2 \text{ ml/min}$)

On résume l'effet de la concentration initiale de la solution sur l'efficacité d'électrocoagulation du diclofénac dans la figure suivante :

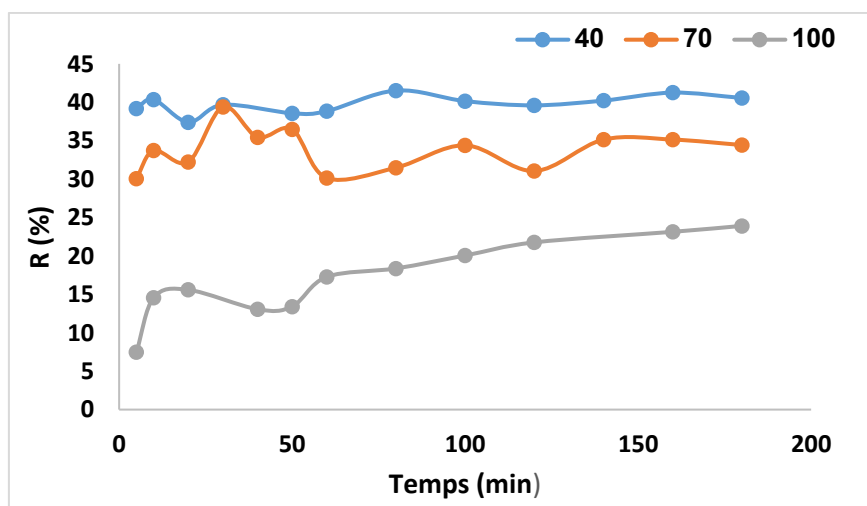


Figure IV.5. Effet de la concentration initiale sur le rendement d'électrocoagulation du diclofénac ($C_0 = 40, 70, 100 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$, $Q = 2 \text{ ml/min}$)

Les résultats expérimentaux ont montré la relation entre la concentration initiale (40, 70, 100 mg/l) et le rendement de traitement de l'eau par électrocoagulation utilisant des électrodes d'aluminium (Al). L'étude a révélé que la concentration optimale permettant d'obtenir l'efficacité maximale, était de **40 mg/l**.

Lorsque la concentration en polluants est faible (40 mg/L dans notre étude), la quantité de coagulants produits est suffisante pour capter et éliminer **40%** en particules polluantes. Ce rapport optimal entre coagulants et polluants permet d'atteindre un rendement d'élimination maximal à cette concentration.

IV.3.1.2. Effet du courant

Pour étudier l'effet du courant sur le procédé électrocoagulation, nous avons appliqué la concentration optimale déterminée précédemment (40 mg/l) et le débit (4.5 ml/min), avec différentes valeurs de courant (**0.1;0.55 ;1 A**). Les résultats sont démontrés dans les tableaux (voir l'annexe) et les figures (IV. 6, IV.7, IV.8, IV.9).

Cinétique 01 :

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.5(voir l'annexe) et la courbe correspondante est donnée par la figure IV.6.

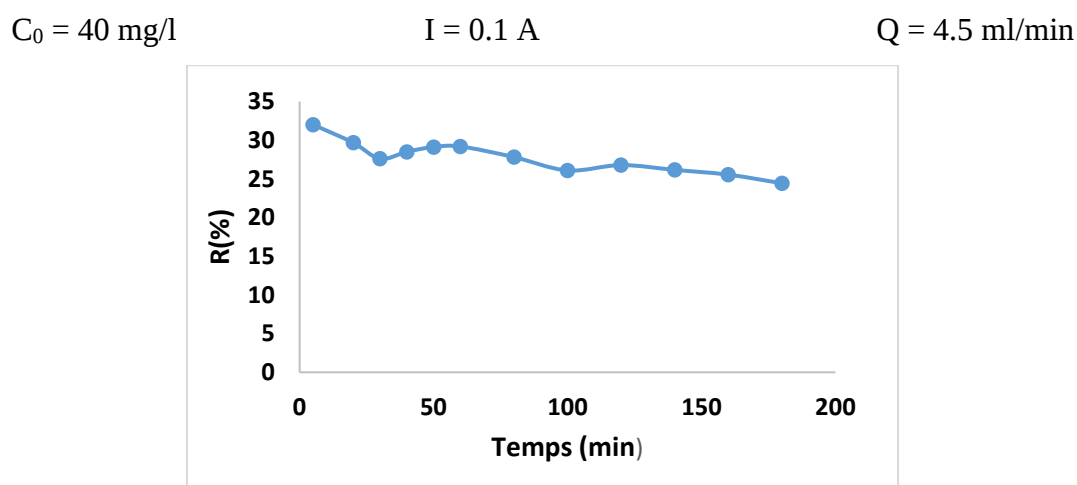


Figure IV.6. Résultats d'essai 2 d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.1 \text{ A}$, $Q = 4.5 \text{ ml/min}$)

Cinétique 02 :

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.6 (voir l'annexe), et la courbe correspondante est donnée par la figure IV.7.

$C_0 = 40 \text{ mg/l}$ $I = 0.55 \text{ A}$ $Q = 4.5 \text{ ml/min}$

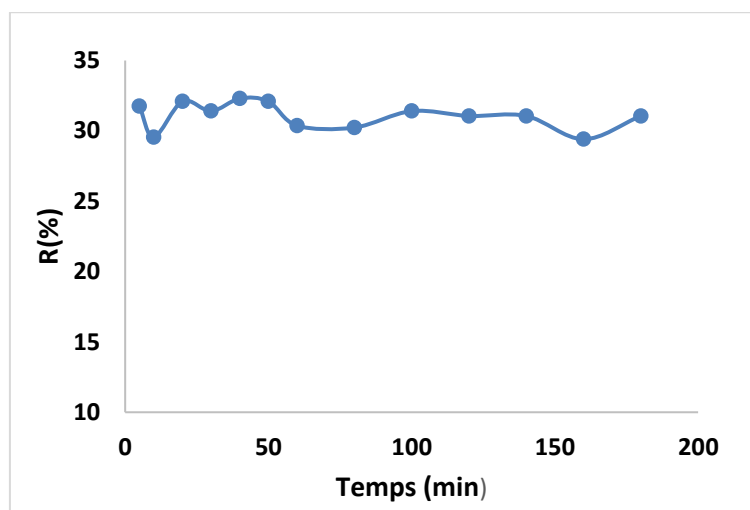


Figure IV.7. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$, $Q = 4.5 \text{ ml/min}$)

Cinétique 03 :

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.7, et la courbe correspondante est donnée par la figure IV.8.

$C_0 = 40 \text{ mg/l}$

$I = 1 \text{ A}$

$Q = 4.5 \text{ ml/min}$

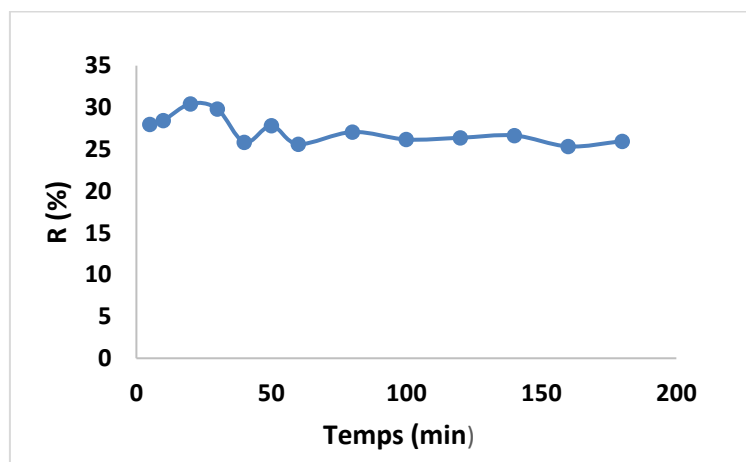


Figure IV.8. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 1 \text{ A}$, $Q = 4.5 \text{ ml/min}$)

On résume l'effet du courant sur l'efficacité d'électrocoagulation du diclofénac dans la figure suivante :

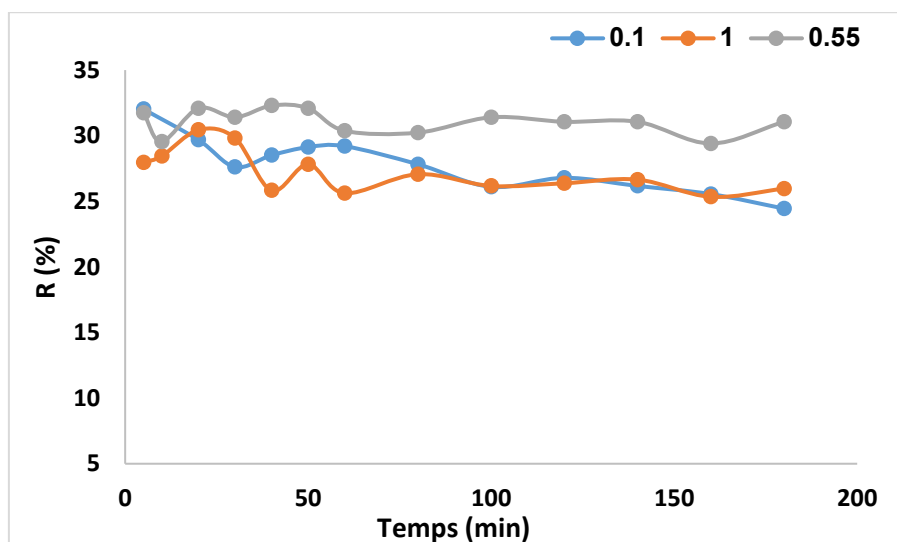


Figure IV.9. Effet du courant sur le rendement d'électrocoagulation du diclofénac ($CO = 40\text{mg/l}$, $I = 0.1, 0.55, 1\text{ A}$, $Q = 2\text{ ml/min}$)

L'étude montre que l'intensité du courant optimale est de **0,55 A**, surtout avec un débit de **4,5 ml/min** et une concentration initiale de **40 mg/L**. À cette Valeur, la production d'agents coagulants et le temps de contact sont bien équilibrés, ce qui permet d'éliminer efficacement les polluants.

Si l'intensité est trop faible (**0,1 A**), les coagulants produits ne suffisent pas. À inverse, si elle est trop élevée (**1 A**), il y a une sur production de coagulants et une consommation d'énergie inutile, ce qui réduit l'efficacité.

IV.3.1.3. Effet de débit

Effet de débit a été étudié en testant trois valeurs (**2 ,4.5 ,7 ml/min**), tandis que la concentration initiale (**40 mg/l**) et le courant (**0.55 A**) sont constants. Les résultats sont présentés dans le tableau IV.8 (voir l'annexe), et les figure (IV.10, IV.11, IV.12, IV.13).

Cinétique 01 :

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.8 (voir l'annexe), et la courbe correspondante est donnée par la figure IV.10.

$C_0 = 40 \text{ mg/l}$

$I = 0.55 \text{ A}$

$Q = 2 \text{ ml/min}$

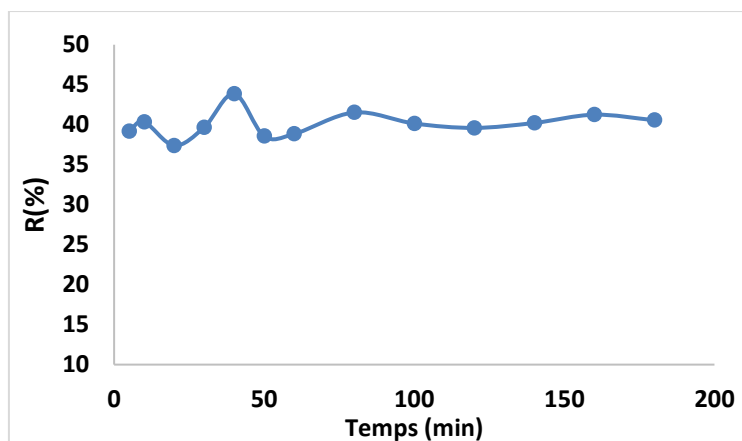


Figure IV.10. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$, $Q = 2 \text{ ml/min}$)

Cinétique 02 :

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.9 (voir l'annexe), et la courbe correspondante est donnée par la figure IV.11.

$C_0 = 40 \text{ mg/l}$

$I = 0.55 \text{ A}$

$Q = 4.5 \text{ ml/min}$

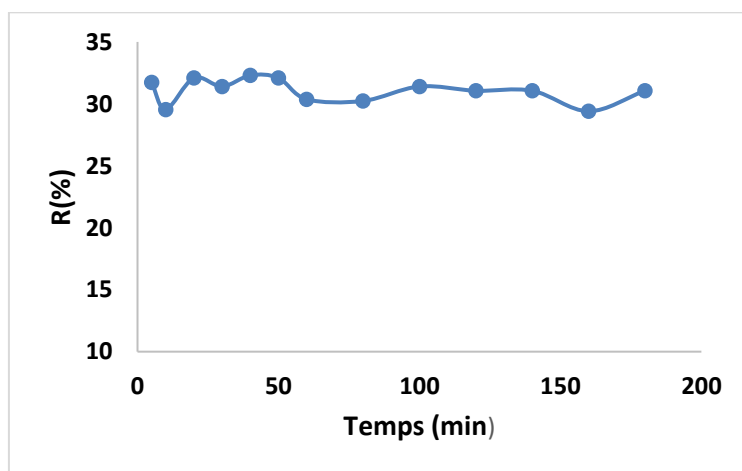


Figure IV.11. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$, $Q = 4.5 \text{ ml/min}$)

Cinétique 03 :

Les résultats sont présentés dans le tableau IV.10 (voir annexe), et la courbe correspondante est donnée par la figure IV.12.

$C_0 = 40 \text{ mg/l}$

$I = 0.55 \text{ A}$

$Q = 7 \text{ ml/min}$

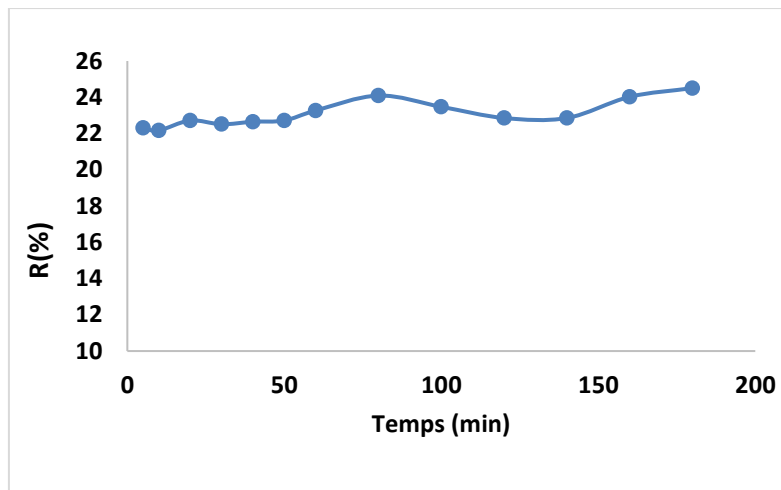


Figure IV.12. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$, $Q = 7 \text{ ml/min}$)

On résume l'effet du débit sur l'efficacité d'électrocoagulation du diclofénac dans la figure suivante :

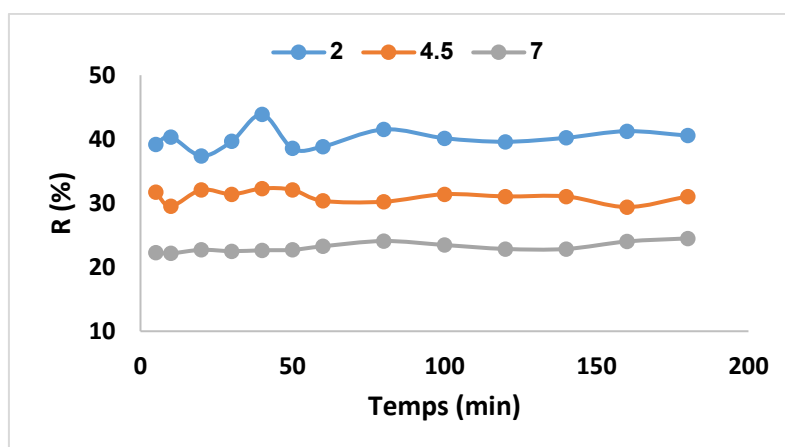


Figure IV.13. Effet du débit sur le rendement d'électrocoagulation du diclofénac ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$, $Q = 2, 4.5, 7 \text{ ml/min}$)

Les résultats montrent que le débit de 2 ml/min permet d'obtenir la meilleure efficacité d'abattement. Le débit du fluide influence significativement l'efficacité de l'électrocoagulation. Un débit de **2 ml/min** permet un compromis optimal, favorisant à la fois un bon contact entre les particules à coaguler et les espèces électrochimiques actives, tout en assurant un temps de réaction suffisant pour une coagulation efficace.

IV.4. L'adsorption

IV.4.1. Description des essais d'adsorption de diclofénac par charbon activé

Tous les essais d'adsorption sont réalisés suivant un même protocole expérimental suivant :

Tableau IV.12. Protocole et condition d'utilisation dans toutes les expériences

Charbon activé	Solution mère	Vitesse d'agitation	Temps de contact	Température de solution	pH de solution
30 mg	30 ml	V = 400tr/min	3h	20 C°	6.7

Après chaque essai d'adsorption la solution (solution mère + CBA) nous avons fait la filtration sur un papier filtre, puis on mesure la valeur d'absorbance par appareil spectroscopie (UV).

IV.4.2. Etude d'élimination (d'adsorption) de la substance diclofénac sur charbon activé

IV.4.2.1. Effet de la concentration initial de la diclofénac

L'effet de la concentration initiale sur l'adsorption du diclofénac par charbon active a été étudié en variant la concentration initiale de (10, 20, 40, 70, 100 mg/l), en présence de (0.03g) de l'adsorbant dans les solutions, et un temps de contact de 3heures, le pH=6.7, T=20°C.

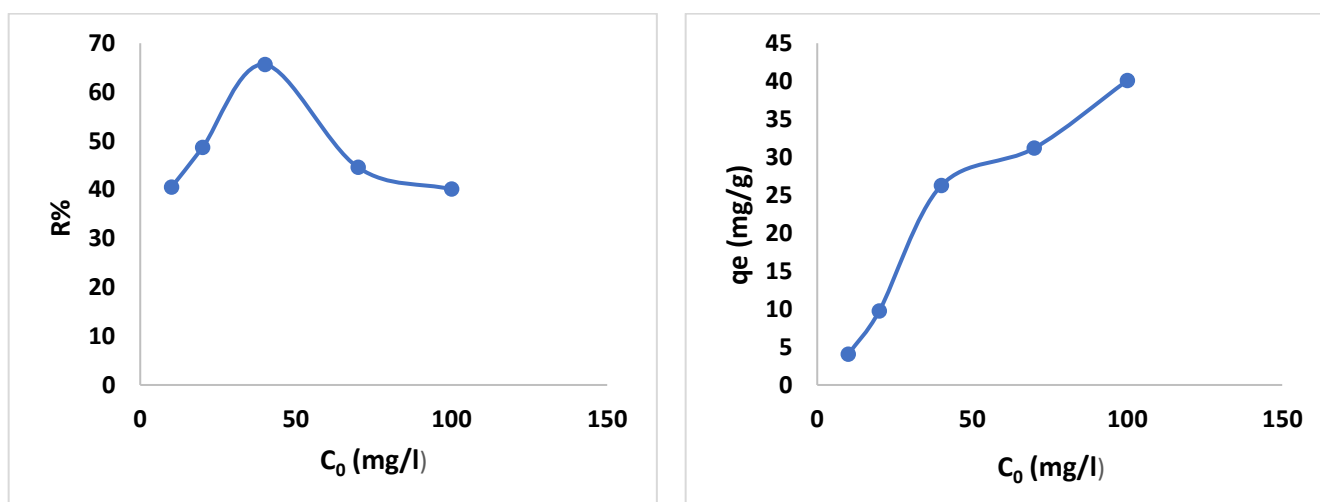


Figure IV.14. Effet de la concentration initiale sur la quantité adsorbée et le rendement d'élimination du diclofénac

Les résultats de la figure IV.14 montrent que le rendement d'élimination (R%) du diclofénac augmente jusqu'à 40 mg/L, puis diminue à des concentrations plus élevées, en raison de la saturation des sites d'adsorption. En revanche, la quantité adsorbée (q_e) augmente continuellement avec la concentration initiale.

IV.4.2.2. Effet du temps

Les essais d'adsorption ont été réalisés avec une solution de diclofénac à **20 mg/L**, en présence de **30 mg** d'adsorbant, à **pH 6.7** et température ambiante (**20°C**). L'étude cinétique a porté sur des temps de contact variant régulièrement entre 10 et 180 minutes (**10, 20, 30, 40, 50, 60, 80, 100, 120, 140, 160 et 180 minutes**). L'ensemble est agité à une vitesse de **400tr/min**.

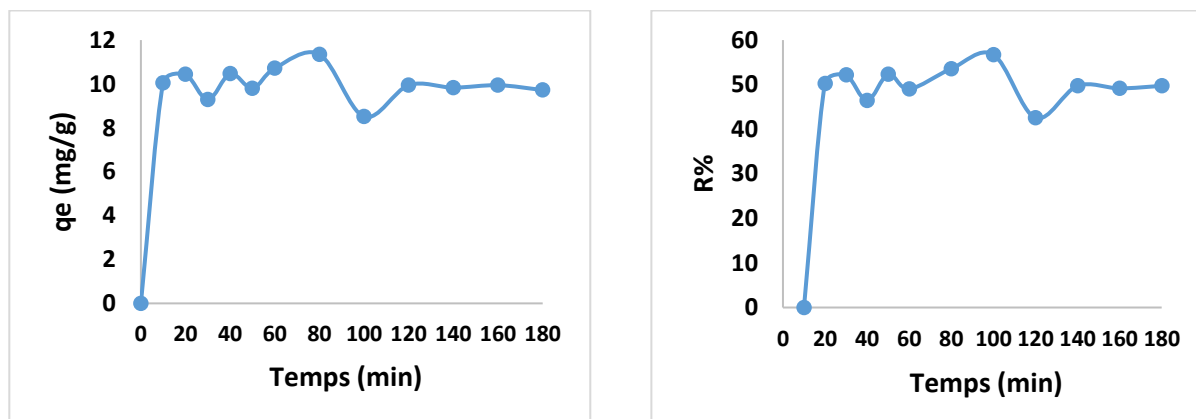


Figure IV.15. Effet de temps d'agitation sur la capacité et rendement d'élimination du diclofénac

(pH = 6.7 ; $C_0 = 20$ mg/l)

Les deux courbes de la figure IV.15 montrent l'effet du temps d'agitation sur le rendement d'élimination ($R\%$) et la capacité d'adsorption (q_e) du diclofénac. Les deux paramètres atteignent leur valeur maximale autour de 100 minutes $R\% \approx 56.74 \%$ et de 80 minutes $q_e \approx 11.34$ mg/g), puis diminuent et se stabilisent. Cela indique que le temps d'agitation optimal est de **100 minutes**, au-delà duquel l'efficacité baisse probablement en raison de la saturation du support adsorbant.

IV.4.2.3. Effet du pH

L'influence du pH sur l'adsorption a été étudiée dans des milieux de différents pH [2.37 ; 4.01 ; 6.01 ; 8.05 ; 10 ; 12.05], en ajustant les solutions aux valeurs désirées, par **HCl (0.1 M)** et **NaOH (0.1M)**, on fixe les autres paramètres tels que la concentration initiale du diclofénac (**20mg/l**), la masse du charbon activé (**30mg**), temps contact de **3heurs**, la figure (IV.) montre l'effet de pH de diclofénac sur l'adsorption de l'adsorbat (diclofénac).

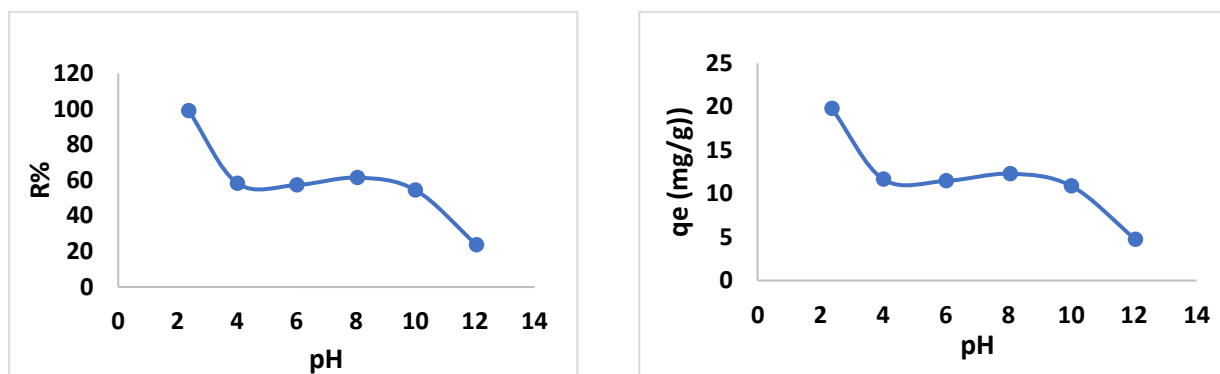


Figure IV.16. Effet de pH sur la quantité adsorbée et le rendement d'élimination d'adsorbat

D'après la figure IV.16, l'efficacité d'adsorption ($R\%$ et q_e) est maximale en milieu acide ($pH=2$) et diminue avec l'augmentation du pH, surtout au-delà de ($pH=10$). Cela s'explique par des interactions électrostatiques favorables en milieu acide, tandis qu'en milieu basique, la présence d'ions OH^- et le changement de charge de surface réduisent l'efficacité.

IV.4.2.4. Effet de la température

L'effet de la température a été étudiée en variant les températures ($30 ; 40 ; 50 ; 60^\circ C$) de la solution du diclofénac sur la capacité et le rendement d'adsorption sur charbon actif, on fixe les autres paramètres (concentration initiale ($20mg/l$) de la solution, temps de contact égal à $3h$, Vitesse d'agitation $V=400$ tr/min et $pH=6.7$).

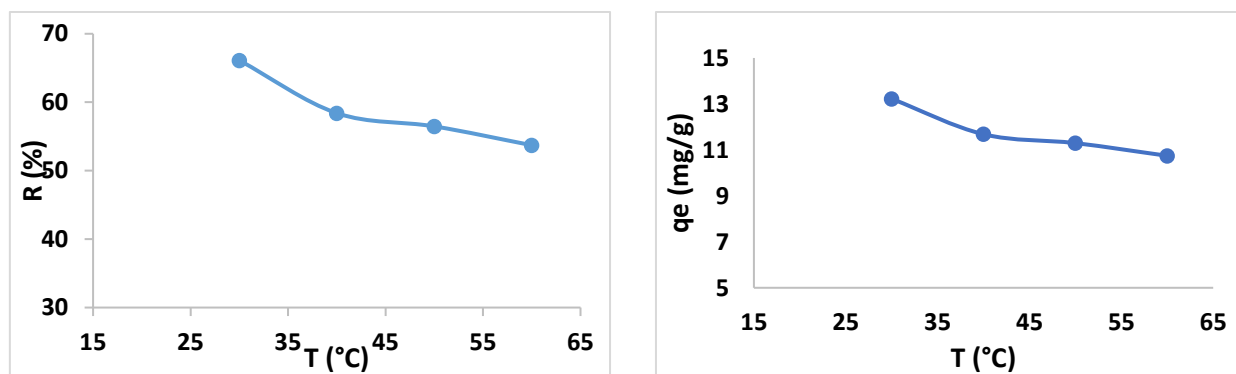


Figure IV.17. Effet de température sur le rendement et la quantité adsorbée

On remarque que la quantité adsorbée (q_e) et le rendement ($R\%$) diminuent légèrement avec l'augmentation de la température, donc on peut conclure que le processus d'adsorption ici est exothermique.

IV.4.3. Caractérisation de l'adsorbant

Lorsque le spectre FTIR de l'adsorbant avant et après l'adsorption, a été examiné, on a observé : La présence des pics, qui caractérisent le DCF dans la gamme d'environ $700-800\text{ cm}^{-1}$ dans le charbon activé après l'adsorption [61].

Les pics observés en dessous de $1\ 000\text{ cm}^{-1}$ appartiennent aux pics π (C-H). Les pics π (C-H). On peut dire que les pics dans cette région ont été formés par l'adsorption du DCF par l'interaction π - π . Les groupes hydroxyles (OH), qui jouent un rôle clé dans la liaison hydrogène, ont été confirmés par des pics à 3693 et 3132 cm^{-1} ,

Une large bande d'absorption autour de 1578.88 cm^{-1} a été attribuée aux liaisons C=C

En outre, les vibrations d'étirement C=O des acides aliphatiques ont été identifiées à 1376.45 cm^{-1} .

Un pic net observé à 691.5 cm^{-1} est lié aux modes de vibration C-H des anneaux aromatiques

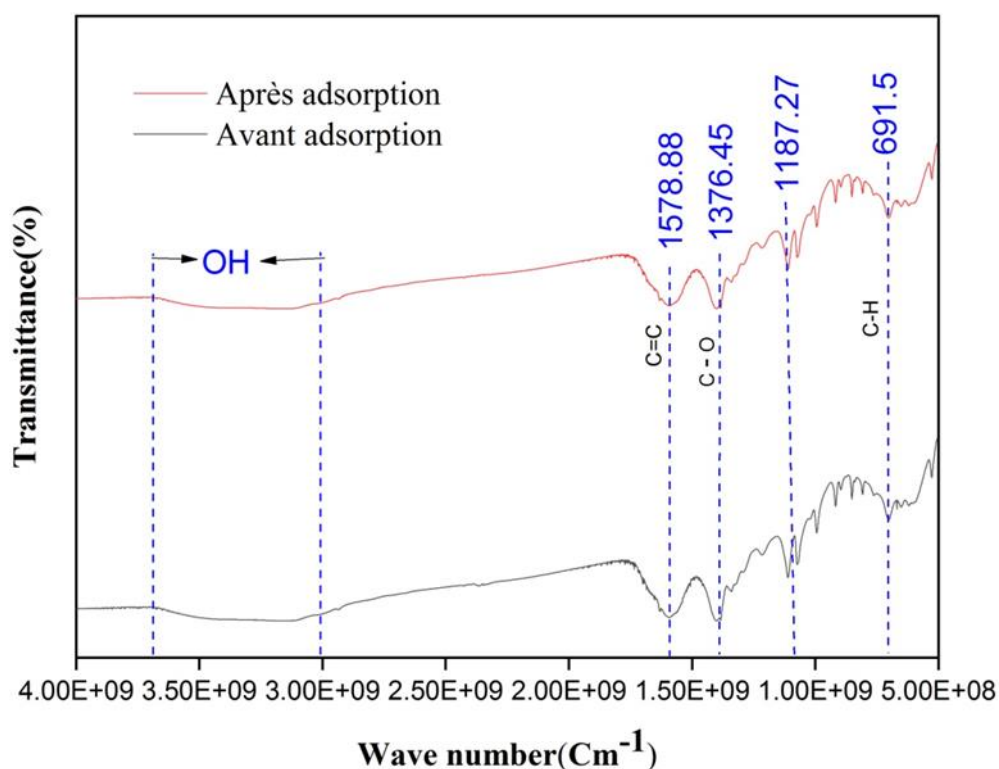


Figure IV.18. Spectres FTIR. du charbon activé avant et après l'adsorption

IV.4.4. Modélisation des isothermes d'adsorption du diclofénac sur charbon activé

Les figures suivantes montrent les isothermes des modèles retenus pour la représentation des résultats expérimentaux

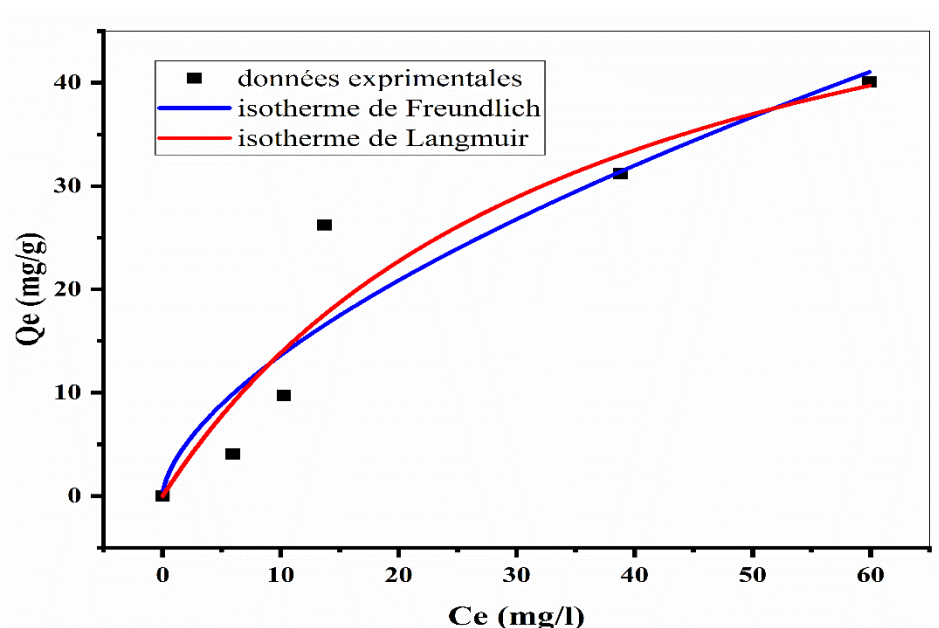


Figure IV.19. Isotherme de Freundlich et Langmuir

Tableau IV.13. Constantes relatives aux 2 modèles

Freundlich			Langmuir		
K_F	n_F	R_F^2	K_L	R_L^2	$Q_m(\text{mg/l})$
3.29	1.64	0.83	0.027	0.90	63.52

Les résultats obtenus montrent que l'adsorption du diclofénac obéit à l'isotherme de Langmuir.

IV.4.5. Modélisation de la cinétique d'adsorption du diclofénac sur charbon activé

Les constantes de la cinétique d'adsorption sont déterminées par analyse des données à l'aide des deux modèles cinétiques : pseudo-premier ordre et pseudo-second ordre.

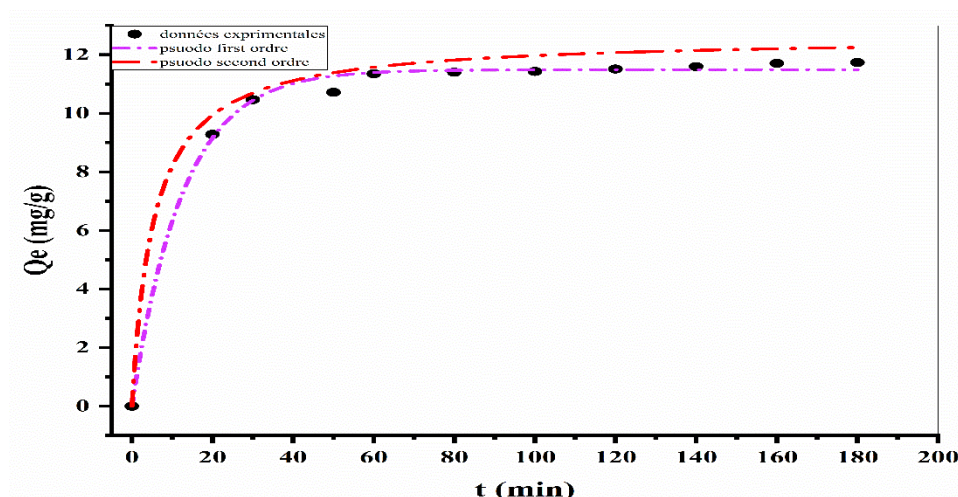


Figure IV.20. Modèle de pseudo-premier ordre et second ordre

Tableau IV.14. Paramètre des isothermes de premier ordre et second ordre

Cinétique du pseudo – premier ordre			Cinétique du pseudo – second ordre		
Q_e (mg/l)	K_1	R^2	Q_e (mg/l)	K_2	R^2
11.48	0.079	0.99	12.61	0.014	0.97

L'adsorption du diclofénac sur charbon active suit parfaitement une cinétique de pseudo-premier ordre.

IV.4.6. Etude Thermodynamique

D'une façon générale, le phénomène d'adsorption est toujours accompagné d'un processus thermique qui peut être soit exothermique ($\Delta H < 0$) ou endothermique ($\Delta H > 0$). La mesure de la chaleur d'adsorption ΔH est le principal critère qui permet de différencier la chimisorption de la physisorption. La chaleur d'adsorption ΔH est donnée par la relation de Gibbs-Helmholtz :

$$\Delta G = -RT \cdot \ln(k_c) \quad \text{Eq (1)}$$

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad \text{Eq (1)}$$

$$K_c = \frac{C_{ads}}{C_e} \quad \text{Eq (2)}$$

$$\ln(K_c) = -\left(\frac{\Delta H^0}{RT}\right) + \left(\frac{\Delta S^0}{R}\right) \quad \text{Eq (3)}$$

Tableau IV.15. Paramètres thermodynamiques adsorption du diclofénac sur le charbon

T (K)	1/T (10 ⁺³)	ΔS (j/mol)	ΔH (kj/mol)	ΔG (kj/mol)
303	3.29	40.64	-13.84	-12.327
313	3.19			-12.734
323	3.09			-13.140
333	3.00			-13.546

K_c : constante d'équilibre, ΔG° : enthalpie libre (J/mol),

ΔH° : enthalpie (J/mol),

ΔS° : entropie (J/mol. K),

T : temperature absolue (K).

C_{ads} : difference de concentration,

K_d : est le coefficient de distribution)

R : constante des gas parfaits ($8,314 \text{ J. mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)

Les chaleurs d'adsorption ΔH et les entropies ΔS du diclofénac sur charbon actif préparé sont déterminées graphiquement en portant $\ln K_c$ en fonction de l'inverse de la température ($1/T$) du milieu. Les résultats des paramètres thermodynamiques sont présentés dans le tableau IV.14 suivants :

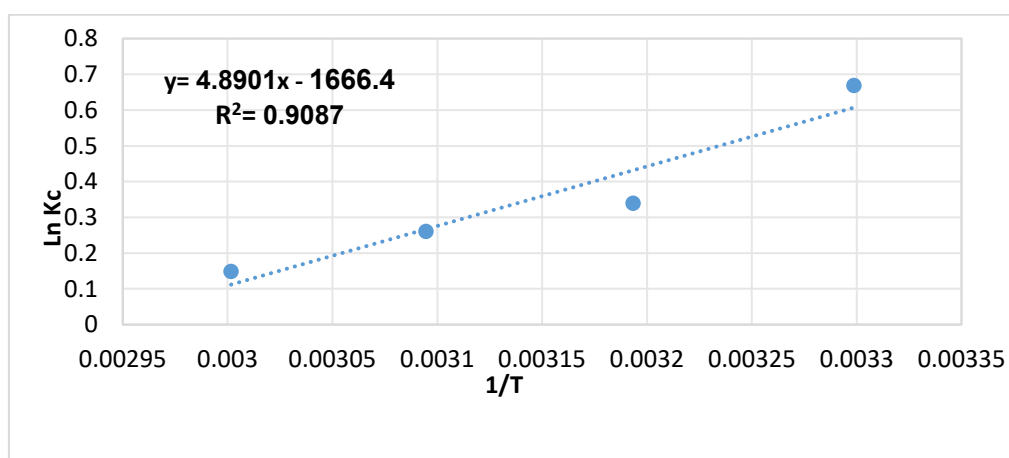


Figure IV.21. Détermination des enthalpies et des entropies d'adsorption du diclofénac sur charbon préparé

D'après les résultats obtenus (tableau IV.14 et la figure IV.21), les valeurs négatives de ΔH confirment que l'adsorption du diclofénac sur le charbon préparé est un processus exothermique. Les valeurs faibles (absolues) de cette chaleur, inférieures à **40 k Joule/mole** montrent qu'il s'agit d'une adsorption physique. La valeur négative de l'entropie montre que l'adsorption du diclofénac sur le charbon actif est accompagnée par un désordre du milieu.

La valeur positive de l'entropie traduisant une augmentation du degré de liberté du système lors de la réaction. Les valeurs négatives de l'énergie libre observées à chaque température indiquent la nature spontanée du processus d'adsorption du diclofénac sur le charbon activé.

IV.5. Le couplage avec l'adsorption

Pour étudier l'effet du couplage entre l'électrocoagulation et l'adsorption sur le rendement d'élimination du diclofénac, on a décidé de faire une adsorption pour la solution sortie du processus d'électrocoagulation par les conditions optimales déterminées lors des essais expérimentaux précédents (**40 mg/l ; 0.55 A ; 2 ml/min**), après l'adsorption nous avons fait la filtration sur un papier filtre.

Les résultats obtenus sont portés dans la figure IV.20 :

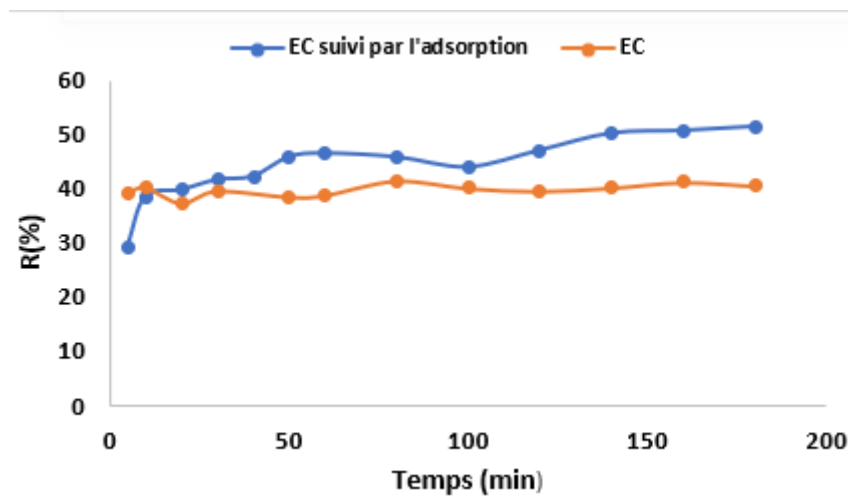


Figure IV.22. *Effet de couplage avec l'adsorption*

L'adsorption sur charbon activé suivi adsorption a amélioré le rendement d'élimination à **51,44 %**, confirmant son efficacité pour capturer les contaminants résiduels après électrocoagulation. Donc le couplage avec l'adsorption plus efficace pour l'élimination du diclofénac que l'utilisation l'électrocoagulation seule.

IV.6. Conclusion

À travers ce chapitre, nous avons essayé d'analyser les résultats expérimentaux déterminés par une série de traitements effectués pour éliminer le polluant pharmaceutique (diclofénac) par l'électrocoagulation, adsorption et leur couplage.

A partir de ces résultats, on peut conclure que l'électrocoagulation du diclofénac est efficace avec ces conditions optimales suivantes : intensité de courant (0.55 A), le débit de la pompe (2 ml/mn) et la concentration initial (40 mg/l) avec un rendement de (43.87 %) a temps 40 min.

De même que pour l'électrocoagulation, l'adsorption du diclofénac sur le charbon activé étudié, paraît efficace. En effet le taux d'élimination atteint plus de 56,74% pour un temps d'agitation de 100min, dose d'adsorbant de 30mg/l et une concentration initiale du diclofénac de 40mg/l.

CONCLUSION GENERAL

Les polluants organiques contenus dans les rejets industriels se trouvent dans l'eau en solution ou en suspension, et qui peuvent être toxique. De plus, le traitement de l'eau chargée par les matières organiques indécantable et non-biodégradables, exige souvent le recours à des procédés assez performants pour satisfaire aux normes des rejets. Le pourcentage élevé de diclofénac dans l'eau représente un problème environnemental important.

Dans ce travail, nous avons étudié une méthode qui combine l'électrocoagulation (utilisant des électrodes en aluminium) et l'adsorption par charbon active préparé à partir des tiges d'aubergine pour améliorer l'élimination de ce polluant.

A travers tous les résultats obtenus ; nous pouvons tirer les conclusions suivantes pour chaque méthode :

❖ Pour la méthode d'électrocoagulation :

- ✓ Une concentration initiale plus faible de diclofénac (**40 mg/l** dans notre étude) améliore le rendement de traitement.
- ✓ L'application d'une intensité de courant modéré (**0.55 A**) conduit à une efficacité d'élimination satisfaisante.
- ✓ Un faible débit, notamment la valeur de **2 ml/min**, permet d'atteindre un bon rendement.

❖ Pour la méthode d'adsorption :

- ✓ Le rendement d'élimination du diclofénac atteint un maximum de **65.63 %** puis diminue à forte concentration, tandis que la quantité adsorbée continue d'augmenter avec la concentration initiale.
- ✓ L'augmentation rapide de la quantité d'adsorbat du diclofénac et rendement d'élimination avec l'accroissement du temps d'adsorption jusqu'au temps optimale (**100 minutes**).
- ✓ La meilleure quantité adsorbée est maximale en milieu acide.
- ✓ L'efficacité d'adsorption de diclofénac diminue avec l'augmentation de la température, donc le processus d'adsorption est exothermique.
- ✓ L'adsorption de la diclofénac sur le charbon préparé suit le modèle de Langmuir.
- ✓ La cinétique d'adsorption de la diclofénac sur le charbon préparé est de pseudo premier ordre.

REFERENCES

- [1] H. P. De Carvalho, J. Huang, M. Zhao, G. Liu, L. Dong, et X. Liu, « Improvement of Methylene Blue removal by electrocoagulation/banana peel adsorption coupling in a batch system », *Alex. Eng. J.*, vol. 54, n° 3, p. 777-786, sept. 2015, doi: 10.1016/j.aej.2015.04.003.
- [2] B. Kocabıyık, O. Üner, et Ü. Geçgel, « Diclofenac sodium adsorption in aqueous media by activated carbon obtained from einkorn (*Triticum monococcum* L.) husk », *Adsorption*, vol. 30, n° 6, p. 1033-1046, 2024, doi: 10.1007/s10450-024-00479-2.
- [3] B. M. B. Ensano, « Applicability of the electrocoagulation process in treating real municipal wastewater containing pharmaceutical active compounds », *J. Hazard. Mater.*, vol. 361, p. 367-373, janv. 2019, doi: 10.1016/j.jhazmat.2018.07.093.
- [4] BENDAIA Marwa, « Décontamination de colorants alimentaires de l'eau par électrocoagulation et adsorption », doctorat, UNIVERSITE BADJI MOKHTAR- ANNABA, 2021.
- [5] Tiphane Deblonde, « Évaluation des risques sanitaires de la consommation d'eaux potentiellement chargées en résidus de médicaments », doctorat, Université de Lorraine, 2013. Consulté le : 26 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur : <https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01750648>
- [6] « Pollution des eaux ». Consulté le : 26 février 2025. [En ligne]. Disponible sur : <https://www.aide.be/epuration/pollution-des-eaux>
- [7] S. Mohamed et L. FARES ALAA EDDINE, « Evaluation de l'efficacité de la station d'épuration de GUELMA (N-EST ALGERIE) », Master, UNIVERSITE BADJI MOKHTAR- ANNABA, 2018.
- [8] MEHAMMEDIA Ammar et TOUATI TLIBA Khalifa, « Evaluation de l'efficacité de la station d'épuration des eaux usées (STEP) de Guelma », Master, 08 Mai 1945 GUELMA, 2020.
- [9] B. Abdeljabar et T. Oussama, « Diagnostic de Fonctionnement de la station D'épuration de Kouinine: Solutions Proposées », Master, d'El-Oued, 2019.
- [10] NANI Houari Boumediene, TOUIL Abdelmadjid, et NANI Moussa, « LaRéutilisationDesEau usées EnAgricultureàPartirDeLa StationD'épuration (STEP03) De LaWilayad'El-Oued », Master, Echahid HAMMA LAKHDAR d'El-Oued, 2021.
- [11] L. Wahiba et A. Saliha, « Elimination d'un polluant métallique des eaux métallifères par adsorption sur un polymère synthétisé », Master, Ibn-Khaldoun de Tiaret, 2020.
- [12] « Qu'est-ce qu'un médicament ? », VIDAL. Consulté le : 20 février 2025. [Enligne].Disponiblesur: : <https://www.vidal.fr/medicaments/utilisation/regles-bon-usage/qu-est-ce-qu-un-medicament.html>
- [13] BOUDINA Nabila, « Contribution au traitement des effluents pharmaceutiques par adsorption sur *Loofah Cylindrica* », MAGISTER, Ecole Nationale Polytechnique, 2013.

- [14] E. Lecomte, « 7 choses à savoir sur la présence de médicaments dans l'eau », Sciences et Avenir. Consulté le : 19 février 2025. [En ligne]. Disponible sur : https://www.sciencesetavenir.fr/nature-environnement/7-choses-a-savoir-sur-la-presence-de-medicaments-dans-l-eau_14568
- [15] « Diclofénac : substance active à effet thérapeutique », VIDAL. Consulté le : 26 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur : <https://www.vidal.fr/medicaments/substances/diclofenac-6757.html>
- [16] T. FETH ANOUR, « Élimination du diclofénac par charbon activé acide préparé à partir des coques de chêne », Master, Mohamed Khider de Biskra, 2021.
- [17] M. Bolduc, « CONCENTRATION SYNOVIALE ET PLASMATIQUE, DE DICLOFENAC APRES SON UTILISATION TOPIQUE ET ORALE CHEZ LE CHEVAL », M.Sc, Université de Montréal, 2008.
- [18] « Traitement des effluents industriels ». Consulté le : 26 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur : <https://www.emo-france.com/traitement-des-effluents-industriels/>
- [19] TEBIB Hanane et CHEREF Dhehbiya, « Etude théorique de l'élimination des produits pharmaceutiques par le procédé d'électrocoagulation », Master, Djilali Bounaâma de Khemis Miliana, 2020.
- [20] Kelly OHANESSIAN, « OPTIMISATION DE FILIERES DE TRAITEMENT DES EAUX RESIDUAIRES INDUSTRIELLES PAR COUPLAGE DE PROCESSES PHYSICO-CHIMIQUES, THERMIQUES ET BIOLOGIQUES », doctorat, AIX MARSEILLE, 2019.
- [21] MOUMENI Mabrouka, « Traitement des eaux huileuses par coagulation/ floculation », Master, Ecole Nationale Polytechnique, 2015.
- [22] GUITOUN Safa, « Utilisation des procédés membranaires dans le traitement des eaux de surface », Master, Ecole Nationale Polytechnique, 2017.
- [23] BENAOUMEUR Kacem, « ADSORPTION DES MÉTAUX LOURDS SUR SUPPORT MINÉRAL, L'HYDROXYAPATITE », MAGISTER, ÉCOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE, 2011.
- [24] KANOURI Rima et LABIDE Abdelhamid, « Adsorption du phénol sur la bentonite de Maghnia », Master, KASDI MERBAH OUARGLA, 2013.
- [25] Boutira fatma Zohra, « Préparation de nouveaux matériaux - Application à l'adsorption des polluants organiques », Master, MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU, 2014.
- [26] DOUADI Mohammed et MEDAKENE Abderrahmane, « Etude de l'adsorption d'une eau polluée par des hydrocarbures sur charbon actif », Master, KASDI MERBAH OUARGLA, 2017.
- [27] « Adsorption / Charbon Actif - Lenntech ». Consulté le : 26 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur : <https://www.lenntech.fr/adsorption.htm>

- [28] CHEBBI Meriem, « Valorisation des matériaux locaux pour l'élimination des produits pharmaceutiques par procédés physico-chimiques de traitement », doctorat, Mohamed Khaider – Biskra, 2024.
- [29] OMARI Ladjal et MOKADEM Belmokhtar Abdenmour, « Optimisation du pH, dose et température paramètres d'adsorption par une modélisation avec le plan de box-behnken », Master, Abdel Hamid Ibn Badis University – Mostaganem, 2021.
- [30] Azri Naima, « Etude les caractéristiques physico-chimiques de charbon (brute et active) et l'application d'adsorption », Master, Mohamed Khaider – Biskra, 2019.
- [31] Djeddar Zohra, « Etude comparative entre l'adsorption du fer totale par les algues vertes brutes et activées », Master, Mohamed Khaider – Biskra, 2020.
- [32] Nora SEDIRA, « Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes », MAGISTER, Mohamed Chérif Massaadia Souk-Ahras, 2013.
- [33] Sekraf Oumelkheir et Khair Fatma, « Modélisation de l'adsorption : Application à la dépollution des eaux », Master, Mohamed Khaider – Biskra, 2019.
- [34] « Powdered Activated Carbon | Food Grade & Industrial PAC | Qizhong Chemical », <https://qizhongcarbon.com/fr/>. Consulté le : 26 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur : <https://qizhongcarbon.com/fr/product/powdered-activated-carbon/>
- [35] « Cegesan® KJ - Charbon actif ». Consulté le : 26 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur : <https://www.koerner-biogaz.ch/aktivkohle/index.html>
- [36] Naidji Sana et Benseid Zineb, « Traitement d'une eau polluée par adsorption », Master, MOHAMED BOUDIAF - M'SILA, 2020.
- [37] GUETTAFI Maroua et SADOUK Rosa Yamina, « ADSORPTION DES POLLUANTS EMERGENTS PHARMACEUTIQUES SUR LES ECORCES DE MORINGAOLEIFERA », BLIDA 1, 2021.
- [38] « Figure VI.5 : Classification des isothermes d'adsorption et formes des... », ResearchGate. Consulté le : 26 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur : https://www.researchgate.net/figure/Classification-des-isothermes-dadsorption-et-formes-des-pores-associes-5-6_fig30_281798991
- [39] AFTIS Sarra et DJERROUD Hadja Ourdia, « Elimination d'un polluant organique – nitrophénol- par adsorption sur un matériau siliceux mésoporeux », Master, A. MIRA - Béjaïa, 2020.
- [40] ADDA ABDELOUAHAB et BENHAMIDA SABRIA, « Etude de l'élimination du Rouge Bemacide par le procédé d'adsorption sur un charbon actif granulaire », Master, Abdelhamid Ibn Badis University – Mostaganem, 2023.
- [41] HAMDOUN Amira et SALHI Abir, « Etude bibliographique sur l'adsorption de quelques colorants par des bio-adsorbant », Master, KASDI-MERBAH Ouargla, 2020.

- [42] MAIZA Hillel, « MODELISATION DES CINETIQUES D'ADSORPTION DANS LE CAS DU PHENOL ET DU BLEU DE METHYLE SUR LE CHARBON ACTIF EN GRAIN », ingénieur d'état, ECOLE NATIONALE SUPERIEUR POLYTECHNIQUE, 2009.
- [43] Bounafi Khaouala, « Elimination du nickel (II) par un (charbon activé noix de pèche) », Master, Mohamed Khider de Biskra, 2020.
- [44] BELOUDAH Marwa, « Etude des propriétés de l'électrocoagulation d'un acide organique », Master, Mohamed Khaider – Biskra, 2020.
- [45] ABRANE Rahma, « Dépollution d'un effluent de laiterie par électrocoagulation et comparaison d'efficacité avec d'autres techniques de traitement », doctorat, BADJI MOKHTAR-ANNABA, 2021.
- [46] « Fig. 1. Schematic of the electrocoagulation process. », ResearchGate. Consulté le : 26 mai 2025. [En ligne]. Disponible sur : https://www.researchgate.net/figure/Schematic-of-the-electrocoagulation-process_fig1_361781733
- [47] BEHLOUL Mourad, « Elimination du malathion par Electrocoagulation et par sorption sur de nouveaux supports », doctorat, Ecole Nationale Polytechnique, 2016.
- [48] Oussama ISHAKA, « OPTIMISATION DU TRAITEMENT DU PHOSPHORE DES EAUX USEES PAR ELECTROCOAGULATION », Master, KARA, 2019.
- [49] Abbas Meriem et Messaad Aicha, « Utilisation de l'électrocoagulation pour l'élimination de colorants des eaux usées de l'industrie textile », Master, MOHAMED BOUDIAF - M'SILA, 2017.
- [50] Amel RABAHI, « ETUDE DE TRAITEMENT DES LIXIVIATS DE CET PAR ELECTROCOAGULATION ET LA FAISABILITE DE LEURS BIODEGRADATION », doctorat, Constantine 3, 2020.
- [51] Soraya DEMIM, « Traitement de l'ultrafiltrat de margine par combinaison de l'électrocoagulation et de la boue activée », MAGISTER, ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE, 2007.
- [52] Isbath Bona Ouré Sanni, « COMBINAISON DES PROCÉDÉS D'ÉLECTROCOAGULATION ET D'ELECTRO-OXYDATION POUR LE TRAITEMENT DES EAUX USÉES RÉSIDUAIRES ISSUES DES OPÉRATIONS DE NETTOYAGE DE CUVES INDUSTRIELLES », grade de Maître ès sciences (M.Sc.), Québec, 2018.
- [53] ALEM SALIM, « Etude comparative entre coagulation -floculation et electrocoagulation-electroflottation », Master, Abderrahmane MIRA de Bejaia, 2016.
- [54] Bouktir Souaad et Guerna Dalila, « Etude de l'effet des paramètres du traitement de l'eau polluée par méthode électrochimique », Master, 2022.
- [55] Slimane Bessioud, « TRAITEMENT D'UNE EAU DE SURFACE PAR ELECTROCOAGULATION », MAGISTER, 08 Mai 1945 GUELMA, 2020.

- [56] J. Qu *et al.*, « One-step preparation of Fe/N co-doped porous biochar for chromium (VI) and bisphenol a decontamination in water : Insights to co-activation and adsorption mechanisms », *Bioresour. Technol.*, vol. 361, p. 127718, oct. 2022, doi: 10.1016/j.biortech.2022.127718.
- [57] X. Tang, L. Shen, S. Liu, et J. Gao, « Effective removal of the herbicide glyphosate by the kelp *Saccharina japonica* female gametophytes from saline waters and its mechanism elucidation », *Chemosphere*, vol. 274, p. 129826, juill. 2021, doi: 10.1016/j.chemosphere.2021.129826.
- [58] Al-Jaf, H. ; Alazawii, A. ; Al-Shujairi, S. ; Saad, N. Adsorption of glyphosate from aqueous solution by using modified corn cob and rice husk as adsorbents. AIP Conf. Proc. 2021, 2331, 050024. [CrossRef]
- [59] Lescano, T.Z. ; Romero, P.E. ; Monzón, A.R. Evaluation of the adsorption efficiency of glyphosate onto the chitin-polymer composite derived from shrimp shells. J. Environ. Chem. Eng. 2021, 9, 105935. [CrossRef]
- [60] Pramanik, B.K.; Rahman, A.; Asce, M. Degradation of glyphosate: A review of environmental fate, microbial mechanisms, and available treatment options. J. Environ. Eng. 2022, 148, 03121001. [CrossRef]
- [61] Biorad Laboratories. n.d. <https://spectrabase.com/spectrum/IRvypsRL3jl> (accessed 15 January 2020).

ANNEXES

Tableau IV.1. *Tableau d'étalonnage*

C (mg/L)	0	10	20	40	60	80	100
Abs (à 276nm)	0	0,247	0,584	1,2	2,22	2,9	3,81

Tableau IV.2. *Résultats d'essai 1 d'électrocoagulation ($C_0 = 40$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2$ ml/min)*

t (min)	Abs	C_f	R (%)
5	0.883	24.32	39.18
10	0.866	23.85	40.35
20	0.909	25.04	37.39
30	0.876	24.13	39.66
40	0.815	22.45	43.87
50	0.892	24.57	38.56
60	0.888	24.46	38.84
80	0.849	23.38	41.52
100	0.869	23.93	40.15
120	0.877	24.15	39.6
140	0.868	23.91	40.22
160	0.853	23.49	41.25
180	0.863	23.77	40.56

Tableau IV.3 : *Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 70$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2$ ml/min)*

t (min)	Abs	C_f	R (%)
5	1.777	48.95	30.06
10	1.684	46.39	33.72
20	1.722	47.43	32.72
30	1.54	42.42	39.39
40	1.64	45.17	35.45
50	1.614	44.46	36.48
60	1.775	48.89	30.14
80	1.741	47.96	31.48
100	1.667	45.92	34.39
120	1.752	48.26	31.05
140	1.648	45.39	35.14
160	1.648	45.39	35.14
180	1.666	45.89	34.43

Tableau IV.4. *Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 100$ mg/l, $I = 0.55$ A, $Q = 2$ ml/min)*

t (min)	Abs	C_f	R (%)
5	3.359	92.53	7.46
10	3.101	85.42	14.57
20	3.064	84.41	15.59
40	3.156	86.94	13.05
50	3.143	86.58	13.41
60	3.003	82.73	17.27
80	2.963	81.63	18.37
100	2.902	79.94	20.05
120	2.84	78.24	21.76
160	2.79	76.86	23.14
180	2.762	76.09	23.91

**Tableau IV.5. Résultats d'essai 1 d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.1 \text{ A}$,
 $Q = 4.5 \text{ ml/min}$)**

t (min)	Abs	C _f	R (%)
5	0.987	27.19	32.02
20	1.021	28.12	29.68
30	1.051	28.95	27.61
40	1.038	28.59	28.51
50	1.029	28.34	29.13
60	1.028	28.31	29.20
80	1.048	28.87	27.82
100	1.073	29.55	26.10
120	1.063	29.28	26.79
140	1.072	29.53	26.17
160	1.081	29.77	25.55
180	1.097	30.22	24.44

**Tableau IV.6 : Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$,
 $Q = 4.5 \text{ ml/min}$)**

t (min)	Abs	C _f	R (%)
5	0.991	27.30	31.74
10	1.023	28.18	29.54
20	0.986	27.16	32.09
30	0.996	27.43	31.40
40	0.983	27.079	32.30
50	0.986	27.16	32.09
60	1.011	27.85	30.37
80	1.013	27.90	30.23
100	0.996	27.43	31.40
120	1.001	27.57	31.06
140	1.001	27.57	31.06
160	1.025	28.23	29.40
180	1.001	27.57	31.06

Tableau IV.8. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 1 \text{ A}$,
 $Q = 4.5 \text{ ml/min}$)

t (min)	Abs	Cf	R (%)
5	1.046	28.81	27.96
10	1.039	28.62	28.44
20	1.01	27.82	30.44
30	1.019	28.07	29.82
40	1.077	29.66	25.82
50	1.048	28.87	27.82
60	1.08	29.75	25.61
80	1.059	29.17	27.06
100	1.072	29.53	26.17
120	1.069	29.44	26.37
140	1.065	29.33	26.65
160	1.084	29.86	25.34
180	1.075	29.61	25.96

Tableau IV.9. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55\text{A}$,
 $Q = 2 \text{ ml/min}$)

t (min)	abs	Cf	R (%)
5	0.883	24.32	39.18
10	0.866	23.85	40.35
20	0.909	25.04	37.39
30	0.876	24.13	39.66
40	0.815	22.451	43.87
50	0.892	24.57	38.56
60	0.888	24.46	38.84
80	0.849	23.38	41.52
100	0.869	23.93	40.15
120	0.877	24.15	39.60
140	0.868	23.91	40.22
160	0.853	23.49	41.25
180	0.863	23.77	40.563

Tableau IV.10. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$,
 $Q = 4.5 \text{ ml/min}$)

t (min)	abs	C_f	R (%)
5	0.991	27.30	31.74
10	1.023	28.18	29.54
20	0.986	27.16	32.09
30	0.996	27.43	31.40
40	0.983	27.07	32.30
50	0.986	27.16	32.09
60	1.011	27.85	30.37
80	1.013	27.90	30.23
100	0.996	27.43	31.40
120	1.001	27.57	31.06
140	1.001	27.57	31.06
160	1.025	28.23	29.40
180	1.001	27.57	31.06

Tableau IV.11. Résultats d'essai d'électrocoagulation ($C_0 = 40 \text{ mg/l}$, $I = 0.55 \text{ A}$,
 $Q = 7 \text{ ml/min}$)

t (min)	abs	C_f	R (%)
5	1.13	31.07	22.30
10	1.132	31.13	22.16
20	1.124	30.91	22.71
30	1.127	30.99	22.51
40	1.125	30.94	22.64
50	1.124	30.91	22.71
60	1.116	30.69	23.26
80	1.104	30.36	24.09
100	1.113	30.61	23.47
120	1.122	30.85	22.85
140	1.122	30.85	22.85
160	1.105	30.39	24.02
180	1.098	30.19	24.50