

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Ibn Khaldoun–Tiaret
Faculté des Sciences de la nature et de la vie
Département Sciences de la Nature et de la Vie



Mémoire de fin d'études
En vue de l'obtention du diplôme de Master académique
Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie
Filière : Biotechnologie
Spécialité : Biotechnologie microbienne

Présenté par : M^{elle} BOUDJELIDA Rekia

Thème

*Evaluation de l'efficacité du procédé
Coagulation-floculation pour le traitement d'un rejet laitier*

Soutenu publiquement le 10/07/2018

Jury:

Président: M^r FETOUHI B

Encadreur: M^r BOUSSOUM M

Examineur: M^r M.MOUNCHARA.N

Année universitaire 2017– 2018

Remerciements

Tout d'abord je tiens à remercier Allah tout puissant de m'avoir donné le courage et la volonté de terminer ce travail.

En tout premier lieu je tiens à remercier M^r BOUSSOUM M pour l'honneur qu'il m'a fait en m'encadrant, pour l'aide précieuse qu'il m'a donné, pour ses remarques et conseil qui m'ont permis de mener à bien ce travail.

Je tiens à remercier les membres de jury pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de juger le travail.

Je remercie également tous les responsables et techniciens des laboratoires de GIPLait, la station d'épuration, les laboratoires de l'université de Tiaret.

A toutes personnes ayant participé de près ou de loin à notre formation et à tout ceux qui m'on apporté leur soutiens et encouragement durant la réalisation de ce travail.

Remerciements

Tout d'abord je tiens à remercier Allah tout puissant de m'avoir donné le courage et la volonté de terminer ce travail.

En tout premier lieu je tiens à remercier M^r BOUSSOUM M pour l'honneur qu'il m'a fait en m'encadrant, pour l'aide précieuse qu'il m'a donné, pour ses remarques et conseil qui m'ont permis de mener à bien ce travail.

Je tiens à remercier les membres de jury pour l'honneur qu'ils me font en acceptant de juger le travail.

Je remercie également tous les responsables et techniciens des laboratoires de GIP Lait, la station d'épuration, les laboratoires de l'université de Tiaret.

A toutes personnes ayant participé de près ou de loin à notre formation et à tout ceux qui m'ont apporté leur soutiens et encouragement durant la réalisation de ce travail.



Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail,
À ceux qui ont consacré leur vie
Pour que je réussisse dans tout ce que j'entretiens.
A ma mère et mes très chères sœurs et frères,
A ma grande famille et
A tous mes amis.*

Abréviations

DCO : Demande Chimique en Oxygène.

DBO₅ ; Demande Biologique en Oxygène.

DO : Oxygène Dissous.

MES : Matière En Suspension.

QSP : Quantité Suffisante Pour.

GAT : Germe aérobie totaux.

ISO : Organisation international de standarisation.

JO : Journal officiel

Mg : Magnésium.

MG : Matière grasse.

NTU: L'unité de turb idité Nephelometric Turbidity Unit

PCA : Plat Count Agar.

P.E : Prise d'essai.

Sp : Sous espèce.

St :Staphylococcus aureus

TSE :Tryptone sel eau.

UFC/ml :Unite Formant Colonie par millilitre.

UI : Gélose lactosée biliée au Crital Violet ou rouge neutre.

VF : Viande Foie.

PHA : Poly-β-hydroxybutérate

PHV : Poly-β-hydroxyvalérate

Liste des tableaux

Tableau 1 (annexe 02) ; Gamme d'étalonnage pour le DBO₅

Tableau 2 (annexe 03) : Gamme d'étalonnage des phosphates

Tableau 3 (annexe 04) : Gamme d'étalonnage des nitrates

Tableau I.1: (annexe 09) Caractéristiques physicochimiques des différents coagulants

Tableau I.3 : (annexe 10) Caractéristiques de l'eau d'alimentation de GIPLait

Tableau I.4 :(annexe 12) Paramètres de pollution des eaux usées brutes de rejet industriel de GIPLait

Listes des figures

Figure I.1 .Jar Test.....	6
Figure I.1 : pourcentage d'abattement des MES en fonction de la concentration de coagulant.....	19
Figures II.2 : variation du p H en fonction de la concentration du coagulant.....	21
Figures II.3 :pourcentage d'abattement des DCO en fonction de la concentration de coagulant.....	23
Figures II.4 :pourcentage d'abattement de DBO5 en fonction de la concentration de coagulant.....	24
Figures II.5 ;pourcentage d'abattement des phosphates en fonction de la concentration de coagulant.....	25
Figures II.6 :pourcentage d'abattement des nitrates en fonction de la concentration de coagulant.....	27

Liste des abréviations
Liste des tableaux
Liste des figures

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Matériel et méthodes	
I.1. Présentation de l'unité de GIPLait.....	3
Lieu de travail.....	3
I.2.Méthodologie expérimentale.....	4
I.2.1.Echantillons.....	4
I.2.2.Prélèvement.....	4
I.2.3. Dispositif expérimental.....	5
I.2.4.Caractérisations physicochimiques des Produits utilisés.....	6
I.2.4.1Caractérisation physicochimique des coagulants.....	6
I.2.5.Paramètres étudiés.....	6
I.2.5.1.Demande chimique en oxygène.....	7
I.2.5.2. Demande biologique en oxygène.....	8
I.2.5.3.Turbidité.....	9
I.2.5.4.Matière en suspension.....	12
I.2.5.5.Ortho phosphates	12
I.2.5.5.Détermination des phosphates PO_4^{3-}	13
I.2.5.6.Détermination des nitrates NO_3^-	14
I.2.6.Paramètres bactériologiques.....	15
I.2.6.1.Germes Aérobie mésophiles totaux.....	16
I.2.6.2.Germes totaux et fécaux.....	17
I.2.6.3.Spores des anaérobies sulfite réducteurs.....	17
I.2.6.4.Levures et moisissures.....	17
I.2.6.5.Salmonella.....	17

Liste des abréviations
Liste des tableaux
Liste des figures

Chapitre II : Résultats et discussion

II.1 Introduction.....	18
II.2.Caractéristiques des produits utilisées.....	18
II.3.Evolutions des paramètres physicochimiques	18
II.3.1.Matières en suspension	19
II.3.2 .pH.....	21
II.3.3.DCO.....	23
II.3.4.DBO ₅	24
II.3.5.Phosphates.....	25
II.1.6.Nitrates.....	26
II.4.Evolution des paramètres bactériologiques.....	27
Conclusion générale.....	30
Références bibliographiques.....	31
Annexe.....	34

Liste des abréviations

Liste des tableaux

Liste des figures

Introduction

L'eau, indispensable au développement des sociétés, est une ressource limitée en quantité et de qualité vulnérable, ce qui en fait le bien le plus précieux. De plus en plus soumise aux interventions de l'homme, c'est une ressource naturelle qu'il est indispensable de gérer et de protéger, pour préserver la vie. À l'heure où la demande industrielle est grandissante, suite à l'accroissement rapide de la population mondiale, il y a une prise de conscience générale des effets nocifs et toxiques qu'induisent certains effluents industriels sur l'environnement [1,3].

Les industries agroalimentaires, de par la nature de leurs productions, sont grandes consommatrices d'eau de très bonne qualité. A l'autre bout de la chaîne, leurs rejets représentent 20 % des eaux résiduaires de l'industrie nationale. La totale implication de l'agroalimentaire dans la chaîne de l'eau conduit donc à ce que la préservation de la ressource constitue une de ses priorités. 10 % des investissements des industries agroalimentaires sont réalisés pour la protection de l'environnement. Parmi les principaux investisseurs, on retrouve les sucreries, les industries du grain, le secteur de la viande et, enfin, les laiteries et les conserveries [2, 3,6].

Dans la filière laitière, le principal problème se situe au niveau de l'eau. Elle doit être dépolluée avant rejet dans le milieu naturel car elle a une forte teneur en DBO et DCO, en solides dissous ou en suspension qui contiennent principalement des huiles et des graisses, et des nutriments tels que les phosphates et les nitrates ; induits par les différents processus de fabrication mis en jeu et les processus de nettoyage, c'est pour cela qu'il faut d'abord réaliser un bilan pollution pour étudier les sources de pollution, caractériser le rejet et essayer de minimiser cette pollution. Ce traitement génère des boues dont il faut aussi tenir compte [3,7].

La première étape du traitement des eaux usées porte sur la séparation des formes de pollution facilement récupérables (particules par exemple). Le but est de minimiser la quantité de pollution à traiter dans la suite de la filière de dépollution. Ainsi, les effluents de l'industrie laitière peuvent subir différents prétraitements : dégrillage ou tamisage, dégraissage, dessablage dans le but d'éliminer la pollution particulaire [3,7].

Par la suite, les effluents laitiers qui contiennent une pollution essentiellement organique et sous forme soluble peuvent subir un épandage sur des terres agricoles ou un traitement biologique. Dans le premier cas, la pollution est éliminée par les micro-organismes

Introduction

du sol et les végétaux. Dans le second cas, on confie à des populations microbiennes présentes dans des réacteurs biologiques le soin d'éliminer la pollution [3,4,7].

On peut aussi traiter les effluents laitiers par des procédés physico-chimiques tels que la coagulation floculation. Ce procédé étant largement utilisé pour la clarification des eaux et l'élimination de composés organiques et inorganiques. Généralement ces procédés utilisent des concentrations importantes de réactifs entraînant ainsi une augmentation de la salinité des effluents et du volume de solides générés [1, 3,8].

Notre travail s'inscrit justement dans l'optique d'évaluer l'efficacité de la coagulation-floculation, sur un effluent laitier issu de la laiterie GIPLait de la wilaya de Tiaret qui se caractérise par une forte teneur en matière organique. A l'issue du traitement, des comparaisons avec les normes de rejet permettront de vérifier l'efficacité de notre procédé mis en place.

Le présent travail s'articule principalement sur les points suivant :

Le premier chapitre englobe la description du matériel et des méthodes analytiques utilisées ainsi que le protocole expérimental suivi.

Le deuxième chapitre présente les résultats obtenus.

Enfin une conclusion est donnée.

I.1.Présentation de l'unité de GIPLait de Tiaret

L'unité de GIPLait a été créée en juin 1987. la date du début d'activité était 01 juillet 1987. construite par un organisme Danois spécialiste dans l'industrie laitière.

L'unité est localisée dans la zone industrielle de Zaaroura à 6 km de Tiaret, son implantation dans cette zone a été envisagée dans le cadre d'un processus économique car son lieu favorise son alimentation en gaz, eau et électricité.

Répartie sur une superficie de 817 m², regroupe 160 personnes avec une consommation de 450 m³ d'eau potable par jour et une moyenne de production qui varie entre (130 –160)×10³ litres / jour de lait et produits laitiers.

Le volume et la composition des eaux résiduaires dépendent de la nature des produits fabriqués et des méthodes de travail en moyenne et par litre de lait traité par jour. la quantité d'eau nécessaire est de 7 à 11 litre pour le lait de consommation, 7 à 17 litres pour la poudre de lait et de 2 à 4 litre pour le beurre. Le volume des eaux résiduaires est également variable selon le type d'exploitation.

Objectif

Le but de notre étude est d'évaluer l'efficacité du procédé de coagulation-floculation pour le traitement d'un effluent simulé de laiterie qui se caractérise par une forte teneur en matière organique.

Lieu de travail

Notre étude a été réalisée au niveau des laboratoires de l'université Ibn Khaldoun, la station d'épuration de la laiterie GIPLait et les laboratoires de la station d'épuration des eaux usées de Tiaret.

I. 2.Méthodologie expérimentale

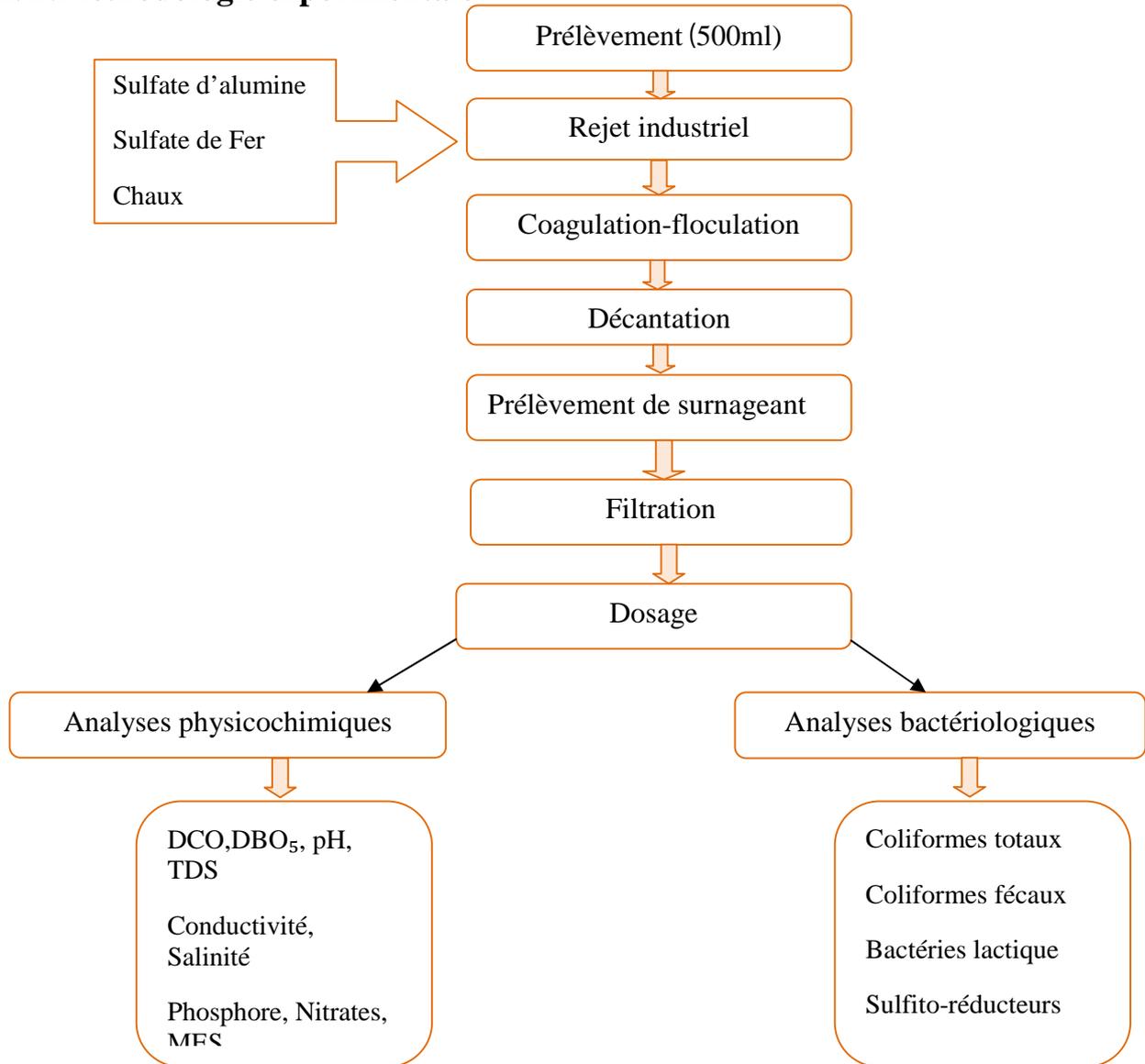


Figure I : Organigramme du protocole expérimental

I.2.1. Echantillons

Les rejets liquides étudiés proviennent de l'unité de production de lait et des produits laitiers GIPlait de la région de Tiaret.

I.2.2. Prélèvement

L'échantillonnage est réalisé lors de deux périodes de fonctionnement de tous les ateliers de l'unité de production (17 Décembre- 17 Janvier) et (15 juin-28juin) .En effet, un échantillon de 60 litres prélevé dans la station d'épuration. En ce qui concerne les analyses

Chapitre I : Matériels & méthodes

microbiologiques 500 ml de différents échantillons sont prises dans des flacons en verre stérile qui sont transportés et conservés à 4°C.

Les analyses sont effectuées dans les 6 heures qui suivent selon la méthode préconisée par RODIER. Un ensemble de paramètres physicochimique et microbiologique ont été sujet d'études et de suivi au cours de ce travail.

Les paramètres physicochimiques analysés sont : pH, DCO, DBO₅ Ortho-phosphates, TDS, turbidité, salinité et nitrates.

Les analyses bactériologiques ont été focalisées sur huit types de bactéries les plus présentés (Tableau II.3), des dilutions allant jusqu'à 10⁻⁶. Le nombre de bactéries est représenté en unité formant colonies (UFC) par ml. Seules boîtes contenant 30-300 colonies sont dénombrées. Pour chaque paramètre, trois analyses ont été réalisées.

Pour notre étude on a dilué 5 g de poudre de lait dans un litre d'eau distillée déjà pasteurisée.

Et on a procédé les études pour le lait de vache sur la même mesure 5 g de lait de vache.

Une partie des analyses physicochimiques et microbiologique a été réalisé au niveau de laboratoire de la laiterie GIPLait [16, 19,20].

I.2.3. Dispositif expérimental

Nos essais ont été réalisés sur un Flocculateur de type FLOC TESTER appelé Jar-Test. Il permet d'agiter simultanément, à différentes vitesses, un litre d'eau de rejet de la laiterie et ceci pour différentes concentrations de coagulants dans une série de quatre béchers identiques.

JAR test consiste en une rangée de béchers alignés sous un appareillage permettant de tous les agiter à la même vitesse. Les différents béchers ont reçu une dose différente de réactifs et au temps d'agitation qui permettent d'obtenir l'eau la plus limpide, les floccs les plus gros et les mieux décantés. Concernant les vitesses d'agitation, la seule certitude est que la coagulation nécessite une vitesse d'agitation plutôt rapide (afin de bien mélanger l'eau et que les colloïdes et les cations métalliques se rencontrent et se neutralisent) et que la flocculation - quant à elle - nécessite une vitesse relativement lente 100 tr /min pendant 15 min (afin de favoriser la rencontre et l'agrégation des colloïdes mais sans détruire les floccs déjà formés. (RODIER.2005)



Figure I.1 : Jar Test

I.2.4. Caractérisations physico-chimiques des produits utilisés

Les produits utilisés pour réaliser ce traitement sont : les eaux brutes de rejet industriel de GIPLait, eaux d'alimentation de la laiterie GIPLait, et les sels de coagulations tel que sulfates d'aluminium, sulfate de Fer et la chaux.

I.2.4.1. Caractérisations physico-chimiques des coagulants

On utilise les espèces ioniques : la chaux ; $\text{Ca}(\text{OH})_2$, sulfate de Fer ; $\text{FeII}(\text{SO}_4)_3$, et le sulfate d'alumine $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ à des doses croissantes de 5 mg/l à 140 mg/l pour les deux sels et de 10 mg/l à 4 g/l pour la chaux. Le tableau I.1 indique les caractéristiques physicochimiques des différents coagulants utilisés dans notre travail [35]. (Voire annexe n°1)

Les caractérisations des eaux d'alimentation de l'unité GIPLait sont illustrées sur le tableau I.1 (voire annexe n°2). Les analyses des eaux brutes de rejet industriel sont illustrées sur le tableau I.3 (voire annexe n°3).

I.2.5. Paramètres étudiés

Après chaque traitement, nous avons déterminé les paramètres physicochimiques suivants :

pH, turbidité, TDS (voire annexe n°4), DBO_5 , DCO, phosphates et nitrates.

I.2.5.1. Demande chimique en oxygène (RODIER, 1974) (voire annexe n°)

Ce test a pour but d'approcher la teneur en matière organique présente dans l'eau.

✓ Principe

L'opération consiste à mesurer, en milieu acide et en milieu alcalin, la quantité d'oxygène utilisé pour la réduction du permanganate de potassium par les matières organiques d'origine animale ou végétale contenues dans une eau.

✓ Réactifs

- Solution d'acide sulfurique diluée à 50%
- Solution de permanganate de potassium N/80
- Solution de sulfate ferreux ammoniacal :
 - Sulfate ferreux ammoniacal.....10g
 - Acide sulfurique (d=1.83).....10g
 - Eau distillée.....1000 ml
 - Solution de bicarbonate de sodium

✓ Mode opératoire

L'essai doit être fait sur une eau limpide. si elle renferme des matières en suspension, les éliminer au préalable par repos et décantation ou par filtration.

➤ Mesure en milieu acide

Introduire dans un matras de 1 litre, 200 ml d'eau à analyser et 10 ml d'acide sulfurique dilué à 50%.

Dans un deuxième matras de 500 ml, introduire 100 ml d'eau à analyser et 5 ml d'acide sulfurique dilué à 50%.

Ajouté dans chacun des deux matras 10 ml de solution de permanganate de potassium N/80.

Porter les deux matras à ébullition ménagée pendant 10 min, à partir du moment où les bulles en formation au fond du ballon viennent crever la surface du liquide. Laisser refroidir pendant

Chapitre I : Matériels & méthodes

30 min. Ajouter dans chaque ballon 10 ml de sulfate ferreux ammoniacal pour décolorer. Revenir immédiatement à la teinte rose faible mais persistante en introduisant dans les deux essais, à l'aide d'une burette graduée la solution de permanganate de potassium N/80.

Les différences volumétriques de solution de permanganate de potassium trouvé entre les deux essais, représentent le nombre de milligrammes d'oxygène consommé par litre d'eau.

➤ Mesure en milieu alcalin

Introduire dans un matras de 500ml, 100 ml d'eau à analyser et 1 ml de la solution saturée de bicarbonate de sodium.

Dans un deuxième matras de 500 ml, introduire 100 ml d'eau distillée et 1 ml de la solution saturée de bicarbonate de sodium.

Ajouter dans chacun des deux matras 10 ml de solution de permanganate de potassium N/80. Porter les deux matras à ébullition ménagée pendant 10 min à partir du moment où les bulles en formation au fond du ballon viennent crever la surface du liquide. Laisser refroidir pendant 30 min. Ajouter dans chaque ballon 2.5 ml d'acide sulfurique diluée à 50 % puis 10 ml de sulfate ferreux ammoniacal pour décolorer. Revenir immédiatement à la teinte rose faible mais persistante en introduisant dans les deux essais, à l'aide d'une burette graduée la solution de permanganate de potassium N/80.

Les différences volumétriques de solution de permanganate de potassium trouvée entre les deux essais, représentent le nombre de milligrammes d'oxygène consommé par litre d'eau.

I.2.5.2. Demande biologique en oxygène (Rodier, 2005) (voire annexe n°2)

La demande biochimique en oxygène (DBO₅) est une expression pour indiquer la quantité d'oxygène qui est utilisée pour la destruction de matières organiques décomposables par des processus biochimiques. La détermination de la DBO sert à évaluer la concentration des polluants organiques dans les entrées et sorties de station d'épuration biologique, c'est-à-dire à mesurer le rendement.

✓ Principe

Les mesures sont réalisées à partir d'échantillons d'eau prélevés sur le terrain, deux prélèvements sont nécessaires :

Chapitre I : Matériels & méthodes

le premier sert à la mesure de la concentration initiale en O₂.

Le second sert à la mesure de la concentration résiduaire en O₂ au bout de 5 jours.

La DBO₅ est la différence entre ces 2 concentrations.

Les mesures seront effectuées sur un même volume st le second échantillon sera conservé 5 jours à l'obscurité et à 20°C.

Afin de mesurer la totalité de la demande, l'O₂ ne doit pas devenir facteur limitant de l'activité microbienne.

En effet une eau abandonnée à elle-même dans un flacon fermé consommera rapidement le dioxygène dissous, il faut donc s'assurer au préalable que ce dioxygène suffira largement à la consommation des micro-organismes.

On utilise pour cela la méthode des dilutions, ou l'échantillon à doser est dilué dans une quantité d'eau telle qu'à l'issue de la mesure, le taux d'o₂ résiduel reste supérieur à 50% du taux initial. Une quantité réduite du mélange micro-organisme + substrat est mis à disposition du dioxygène d'un important volume d'eau dépourvu de demande propre.

Le choix du bon facteur de dilution n'est pas évident (il est réalisé en laboratoire d'analyse par tâtonnements à partir de la mesure de la DCO).deux mesures correctives (des « blanc ») peuvent être effectuées sur l'eau de dilution(pour simplifier le protocole, elle peuvent être négligées ;il suffit alors de ne pas tenir compte des mesures et des calculs relatifs à D0 et D 5 dans la description suivante).

✓ Matériel

Récipient 10 l (eau de dilution), aérateur, flacon bouché 1 l (prélèvement),flacon à bouchon rodé 200 à 300 ml (mesure).pipettes, éprouvettes graduées, étuve 20°C.

✓ Mode opératoire

Prélèvement de l'eau à analyser.

Préparation de l'eau de dilution : mettre la veille du prélèvement, dans un récipient de 10 L , de l'eau du robinet dans laquelle on plonge toute la journée un aérateur d'aquarium pour la saturer en dioxygène. Laisser reposer 12 h.

Chapitre I : Matériels & méthodes

Choix du facteur de dilution : le facteur de dilution dépendra de la charge de l'eau analysée. par exemple, on choisira un facteur de dilution de l'ordre de 10 pour une eau de surface (DBO moyenne = 1 à 30 mg/l) ou de 50 à 100 pour eau usée (DBO moyenne = 300 mg/l pour un effluent domestique). concrètement, si en début de mesure l'eau est saturée en dioxygène (8 mg/l), pour une eau usée (DBO de l'ordre de 300 mg/l), on choisira un facteur de dilution F de l'ordre de $300 / (8 - 8/2) = 75$. Si l'on dispose d'un flacon de 150 ml, en diluant 2 ml d'eau usée dans 148 ml d'eau de dilution on obtient un facteur de dilution $F = 148 / 2 = 74$ convenable.

✓ Préparation des flacons de mesure

Verser dans le flacon un peu d'eau de dilution, puis la quantité prévue d'échantillon, puis remplir le reste du flacon avec l'eau de dilution. Fermer le flacon sans y laisser d'air, faire ainsi 2 flacons identiques.

Préparer 2 autres flacons avec uniquement de l'eau de dilution (blancs).

Toutes ces opérations seront réalisées en veillant à ne pas modifier la teneur en dioxygène dissous.

Mesure au temps 0 : doser l'O₂ dissous dans un flacon d'échantillon dilué (T₀) et dans un flacon d'eau de dilution (D₀), jeter l'eau.

Incubation : placer les 2 flacons restants à l'étuve 20 °C et à l'obscurité pendant 5 jours.

Mesure au temps 5 j : doser l'O₂ dissous dans le flacon d'échantillon dilué restant (T₅) et dans un flacon d'eau de dilution restant (D₅), jeter l'eau.

✓ Résultats

$$DBO = F(T_0 - T_5) - (F - 1)(D_0 - D_5) \text{ ou } DBO = [(T_0 - T_5) - (D_0 - D_5)F_1] / P$$

Avec F = facteur de dilution

T₀ et T₅ concentration en O₂ de la dilution à 0 et 5 jours

D₀ et D₅ concentration en O₂ de l'eau de dilution à 0 et 5 jours.

$$F = [\text{volume total (ex=150 ml)} - \text{volume d'échantillon (ex= 2 ml)}] / \text{volume total (150 ml)}$$

P = volume d'échantillon (2 ml / volume total (150)).

Chapitre I : Matériels & méthodes

On pourra présenter ces résultats dans un tableau de calcul. Par exemple :

NB : dans l'eau potable on peut utiliser le mode opératoire suivant :

-dans une bouteille à DBO, mettre 50,100,150ml d'eau brute et compléter avec l'eau de dilution(appelé : Eau brute

Dans une deuxième bouteille, mettre 300 ml d'eau de dilution. (Appelé : Témoin) :

Avec un oxymètre, mesurer la quantité d'oxygène dissous(OD) dans chaque bouteille ;

Fermer les bouteilles et mettre dans un incubateur à 20°C pour une période de 5 (ou 21) jours ;

Avec un oxymètre, mesurer de nouveau la quantité d'oxygène dissous (OD) dans chaque bouteille ;

Calculer avec la formule suivante, la DBO (mg/l) pour échantillon.

$$DBO = [(T_0 - T_5) - (D_0 - D_5) F] / P$$

T_0 = lecture de l'OD dans l'échantillon avant l'incubation (mg/l)

T_5 = lecture de l'OD dans l'échantillon après 5 jours d'incubation (mg/l)

D_0 = lecture de l'OD dans le témoin avant l'incubation (mg/l)

D_5 = lecture de l'OD dans le témoin après 5 jours d'incubation (mg/l)

F = fraction décimale de l'eau de dilution (300 - volume d'échantillon) / 300

P = fraction décimale de l'échantillon utilisé (volume d'échantillon / 300)



Figure I.5 : DBO mètre

I.2.5.3. Turbidité

la turbidité de l'eau est liée à sa transparence, elle donne une idée de la teneur en matière en suspension elle est mesuré par un turbidimètre. Son unité est le NTU.

I.2.5.4. Matière en suspension

La teneur et la composition minérale et organique des matières en suspension dans les eaux usées sont très variables selon la composition de rejet. des teneurs élevées peuvent empêcher la pénétration de la lumière, diminuer l'oxygène dissous et limiter le développement de la vie

I.2.5.5. Ortho phosphate

Le phosphore à l'état naturel se trouve surtout sous forme de phosphates. Ces dérivés ont une grande influence sur la fertilité des eaux et des sols. Leur dosage revêt donc une importance considérable dans les eaux naturelles ou usées.

Il existe une grande variété de phosphores minéraux ou organiques, de solubilités diverses.

Formes inorganiques

- phosphates
- Pyrophosphates
- Trimeta phosphates.

Chapitre I : Matériels & méthodes

Formes organiques :

- Phospholipide
- Poly phosphate
- Phosphore organique

Ortho phosphate, H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} , HPO_4^{3-} .

➤ **Détermination des phosphates PO_4^{3-} (ISO : 6878)** (voire annexe n°3)

✓ **Principe**

Formation en milieu acide d'un complexe avec le molybdate d'ammonium et le tartrate double d'antimoine et de potassium.

Réduction par l'acide ascorbique en un complexe coloré en bleu qui présente deux valeurs maximales d'adsorption (l'une vers 700 nm, l'autre plus importante à 880nm).

- ✓ Réactifs
- ✓ Réactif –mélange

13 g d'heptamolybdate d'ammonium.....qsp 100 ml H_2O distillée.

0.35 g de tartrate d'antimoine.....qsp 100 ml H_2O distillée.

150 ml d'acide sulfurique concentré..... qsp 300 ml H_2O distillée.

Acide ascorbique

10 g d'acide ascorbique..... qsp 100 ml H_2O distillée.

✓ **Mode opératoire**

-prendre 40 ml d'eau à analyser

-1 ml d'acide ascorbique

-ajouter 2 ml du réactif- mélange

-incubation pendant 10 min.

L'apparition de la coloration bleue indique la présence des PO_4^{3-} .

Chapitre I : Matériels & méthodes

- ✓ Expression des résultats

Le résultat est donné directement en mg/l.

I.2.5.6. Détermination des nitrates (NO_3^-) : Méthode au salicylate de sodium (Rodier, 2005) (voire annexe n°4)

✓ **Principe**

En présence de salicylate de sodium, les nitrates donnent du paranitro-salicylate de sodium, coloré en jaune et susceptible d'un dosage colorimétrique.

✓ **Réactifs**

- Solution de salicylate de sodium à 0.5 % à renouveler toute les 24 heures.
- Acide sulfurique concentré ($d=1.84$).
- Solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium :

Hydroxyde de sodium400g

Tartrate double de sodium et de potassium 60g

Eau distillée..... 1000ml

Faire dissoudre les sels dans de l'eau. Laisser refroidir et compléter à 1000 ml a conservé dans un flacon en polyéthylène.

- Solution mère étalon d'azote nitrique à 0.1 g/l :

Nitrate de potassium anhydre0.722g

Eau distillée1000 ml

Chloroforme (pour conserver)..... 1 ml

- Solution fille étalon d'azote nitrique à 0.005 g/l.

Amener 50 ml de la solution mère à 1000 ml avec de l'eau distillée.

Evaporer à sec au bain-marie ou dans une étuve portée à 75-80°C (ne pas surchauffer, ni chauffer trop longtemps), laisser refroidir, reprendre le résidu par 2 ml d'acide sulfurique concentré en ayant soin de l'humecter complètement. Attendre 10 minutes, ajouter 15 ml d'eau distillée puis 15 ml de la solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium qui développe la couleur jaune. Effectuer les lectures au spectromètre

Chapitre I : Matériels & méthodes

à la longueur d'onde de 420 nm. Soustraire des densités optiques lues pour les étalons, la valeur relevée pour le témoin. construire la courbe d'étalonnage.

✓ Mode opératoire

Introduire 10 ml d'eau dans une capsule de 60 ml (pour des teneurs en azote nitrique supérieur à 10 mg/l, opérer une dilution). Alcaliniser faiblement avec la solution d'hydroxyde de sodium. Ajouter 1 ml de solution de salicylate de sodium puis poursuivre le dosage comme pour la courbe d'étalonnage. Préparer de la même façon un témoin avec 10 ml d'eau bi distillée, effectuer les lectures au spectromètre à la longueur d'onde de 415 nm et tenir compte de la valeur lue pour le témoin.

Se reporter à la courbe d'étalonnage.

✓ Expression des résultats

Pour une prise d'essai de 10 ml, la courbe donne directement la teneur en azote nitrique exprimée en milligrammes par litre d'eau, pour obtenir la teneur en nitrate (NO₃), multiplier ce résultat par 4.43. (Rodier, 2005)

➤ Résultats des paramètres physicochimiques

Les résultats sont exprimés en pourcentage d'abattement pour chaque paramètre en présence de différents coagulants.

% de réduction = $\frac{\text{concentration initiale} - \text{concentration finale}}{\text{concentration initiale}}$

Concentration initiale

I.2.6. Paramètres bactériologiques

Avant toute analyse bactériologique qui doit être réalisée dans des conditions d'asepsie, on doit effectuer une série de dilution :

✓ **Préparation de la dilution décimale**

Au moment de l'emploi, distribuer le diluant (TSE) (voir annexe N°1) à raison de 9 ml dans des tubes stériles de 20/200mm (6 tubes), et les placer dans l'autoclave pour la stérilisation à 120°C pendant 15 minutes. Une dilution au 1/10 est obtenue en transférant aseptiquement 1 ml de lait (après leur homogénéisation convenable) à l'aide d'une pipette de 1 ml stérile dans 9 ml de la dilution (TSE).

Une dilution au 1/100 est obtenue en transférant 1 ml de la dilution au 1/10 à l'aide d'une nouvelle pipette de 1 ml stérile dans un second tube de dilution.

Procéder de manière identique pour les dilutions suivantes jusqu'à la dilution 1/10⁶.

Mélanger soigneusement chacune des dilutions pendant 5 à 10 secondes au moment de leur préparation et avant les ensemencements.

D'après RODIER, le diluant ne doit pas introduire des variations quantitatives et qualitatives dans la flore microbienne. Il doit assurer la survie de tous les microorganismes mais ne doit pas favoriser leur multiplication. Pour cela toutes les manipulations doivent Les contrôles microbiologiques doivent permettre de garantir une bonne qualité hygiénique et marchande du produit fabriqué. De plus les contrôles doivent permettre de minimiser la charge microbienne de rejet industriel afin de faciliter le traitement de ce dernier.

Ces analyses sont basées sur la recherche : [15,26].

- Des germes capables d'altérer la qualité marchande de l'aliment mais ne sont pas pathogènes,
- Des germes potentiellement pathogènes pour le consommateur (salmonella).
- Des germes de contamination fécale. (habituellement les coliformes et les streptocoques fécaux).

I.2.6.1. Germes Aérobie Mésophile Totaux (voire annexe n°5)

Appelés aussi "Flore totale" ou nombre très approximatif des germes qui se trouvent dans les produits alimentaires. Ces micro-organismes peuvent par leurs quantités dégrader la denrée, altérer sa qualité marchande et provoquent des troubles digestifs ou allergiques chez

Chapitre I : Matériels & méthodes

le consommateur. La flore peut être saprophyte ou pathogène, originelle ou apportée lors des manipulations [2, 4,26].

I.2.6.2. Coliformes Totaux et Fécaux (voire annexe n°6)

Les coliformes totaux sont des bacilles à Gram négatifs, aérobies ou anaérobies facultatifs, non sporulés, ne possèdent pas d'oxydase, capables de se multiplier en présence de sels biliaries et capables de fermenter le lactose avec production d'acide et de gaz en 24 à 48 h à une température comprise entre 36 et 37 °C. Les coliformes fécaux ont les mêmes caractères des coliformes totaux, mais ils sont capables de fermenter le lactose avec production d'acide et de gaz en 24 h à une température de l'ordre de 44 °C [4].

I.2.6.3. Spores des Anaérobies Sulfito – Réducteurs (voire annexe n°7)

Staphylococcus aureus Les Staphylococcus aureus appartiennent à la famille de Micrococcaceae. Ce sont des cocci à Gram positif, non sporulés, aéro–anaérobies facultatifs, immobiles, halophiles, se divisent en plusieurs plans en formant des amas irréguliers, coagulase, protéase et catalase positives. [6,26]

I.2.6.4. Levures et moisissures (voire annexe n°8)

Les levures et les moisissures sont des champignons hétérotrophes, organismes eucaryotes uni ou multicellulaires. La structure de la cellule est celle d'une cellule eucaryote. Les levures sont des champignons unicellulaires qui constituent un groupe morphologique relativement homogène. Tandis que Les moisissures sont des champignons filamenteux uni ou multicellulaires [4].

I.2.6.5. Salmonella (voire annexe n°9)

Les Salmonelles appartiennent à la famille des Enterobactriaceae ils sont Bacilles à Gram négatif, anaérobies facultatifs, habituellement mobiles grâce à une ciliature péri triche, mais Salmonella gallanirum est toujours immobiles, elles possèdent une catalase, réduisent les nitrates en nitrites, fermentent les glucoses avec production d'acide et de gaz [4].

Chapitre II : Résultats & discussions

II.1. Introduction

Etant donné que notre étude consiste à traiter un effluent industriel issu de la laiterie GIPLait de Tiaret, nous avons essayé d'étudier l'influence de l'incorporation de trois coagulants, à savoir, le sulfate d'aluminium : $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, le sulfate de fer II : $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ et la chaux : $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sur le processus de coagulation-floculation le long du traitement afin d'améliorer le rendement d'abattement des différents polluants en effectuant des analyses physico-chimiques (pH, T° , DCO, DBO_5 , NO_3^- , PO_4^{3-}) et bactériologiques (coliformes totaux, coliformes fécaux, streptocoques, lactobacilles, sulfitoréducteurs, levures, moisissures et lactococcus lactic).

Notre contribution est que ce travail se propose d'étudier l'efficacité d'un coagulant à réduire la couleur, la turbidité et les matières organiques d'un rejet. Néanmoins, on ne peut négliger son prix et les effets secondaires comme les fuites en Fe^{3+} et Al^{3+} .

II.2. Caractérisation des produits utilisés

Avant d'entamer notre traitement, une caractérisation (chimique, biologique et organoleptiques) des produits utilisés (lait de vache, lait en poudre, eau d'alimentation et l'eau de rejet industriel) dans notre étude ont été caractérisés afin de les comparer avec les valeurs requises par la norme et connaître de notre traitement.

II.3. Evolution des paramètres physicochimiques

La physico-chimie des eaux est considérée comme un élément de soutien à la biologie, c'est-à-dire que les seuils de qualité à déterminer doivent retranscrire les conditions du milieu qui permettent ou non aux différents compartiments biologiques d'être en bon état. Ainsi, est-il nécessaire de connaître les exigences du vivant en terme de température, de salinité, de transparence, d'oxygène dissous et de nutriments ce qui implique une analyse des liens entre les paramètres physico-chimiques et la biologie ainsi que de leurs préférendum.

Afin de faciliter la comparaison des résultats avec les normes, on s'est basé sur les maxima, les minima et les moyennes ainsi les rendements d'abattement pour

Chapitre II : Résultats & discussions

illustrer les variations des paramètres physico-chimiques et bactériologiques de rejet laitier étudié. Pour cela, des essais expérimentaux sur Jar Test ont été menés pour le choix d'un meilleur coagulant. Le choix du coagulant peut influencer les caractérisations de la coagulation, c'est pour ça qu'il faut d'abord faire des essais en laboratoire pour pouvoir déterminer quel coagulant utiliser et sa concentration optimale, pour une eau donnée.

En premier lieu, nous exposerons les résultats obtenus sur l'effluent industriel de la laiterie GIPLait de Tiaret.

II.3.1. Matières en suspension

L'intérêt de dosage de ce paramètre réside dans le but de minimiser la turbidité de l'eau et de faciliter la pénétration de la lumière dans l'eau ainsi d'augmenter la teneur en oxygène dissous pour un meilleur développement des microorganismes dans la vie aquatique. Le suivi de l'élimination MES par les trois coagulants utilisés dans notre étude est illustré dans la figure II.1.

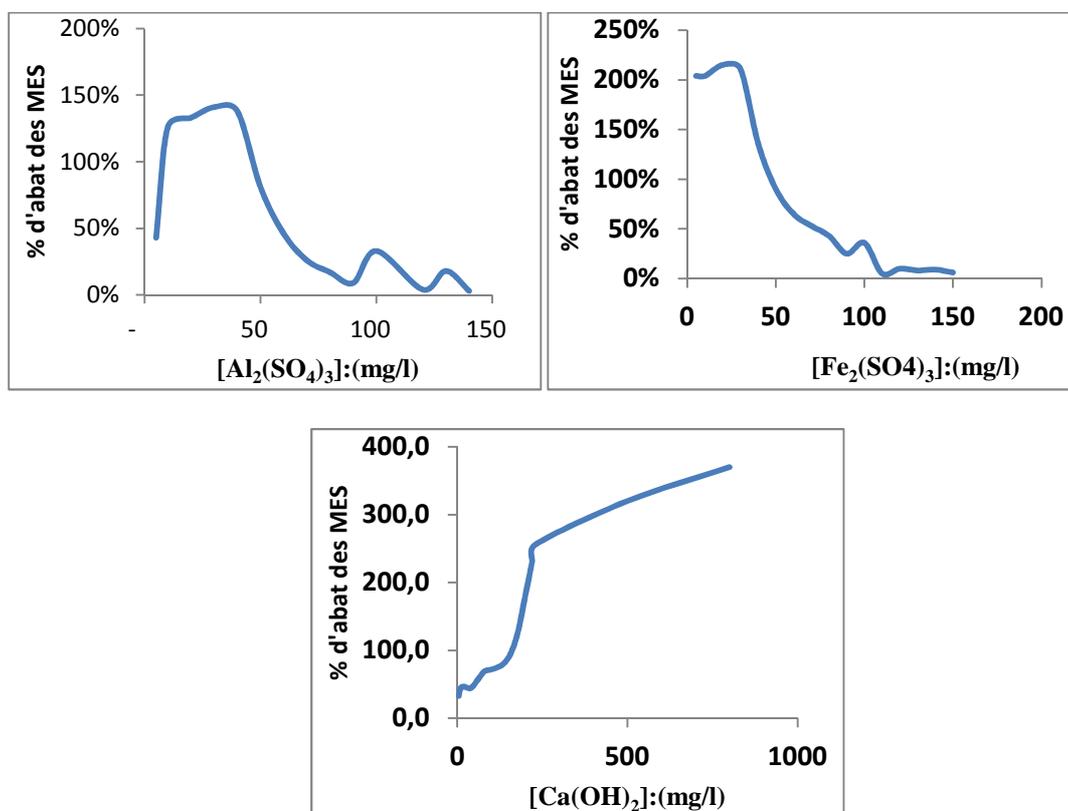


Figure II.1: Pourcentage d'abattement des MES en fonction de la concentration des coagulants.

Chapitre II : Résultats & discussions

cette figure, on constate, d'une part, la présence de trois optimums qui se situent, respectivement, à des rendements d'abattement de l'ordre de 140%, de 33% et de 18% qui correspondent aux concentrations de sulfate d'alumine de 30, 100 et 130mg/L et d'autre part, deux optimums, à savoir, 215% pour une concentration en sulfate de fer de 20mg/L et de 36% pour une concentration de 100mg/L de même coagulant. Par contre, dans le cas de la chaux, plus on augmente la teneur en chaux, plus le rendement d'abattement sera élevé.

Le rendement d'abattement de 140% peut s'expliquer par la présence élevée de matières colloïdales vu que la coagulation constitue la première partie de la déstabilisation des particules à caractère colloïdal, elle consiste essentiellement à neutraliser ou diminuer la charge électrique (potentiel zêta) de la particule et à favoriser le rapprochement entre les particules pour former des floccs qui atteignent ainsi un état et une taille qui les rendent décantables. De plus, il existe des forces de répulsion électrostatiques, dues à la charge de surface, et des forces d'attraction intermoléculaires, dues aux interactions de Van der Waals. En effet, les micro-floccs formés par agglomération des particules préalablement déchargées par l'effet du coagulant minéral ajouté, sont plus renforcés par les macromolécules du flocculant ajouté. Dans cette étape dite flocculation, ces micro-floccs s'agrègent formant des floccs qui tiennent donc plus de particules en suspension.

Le rendement d'abattement des MES par le sulfate de fer est de l'ordre de 215%, est un rendement le plus élevé par rapport aux autres coagulants, ceci peut s'expliquer par le fait que ce dernier peut être bivalent ou trivalent. Ces intermédiaires polychargés positifs sont très efficaces pour neutraliser la charge primaire négative des colloïdes. Il s'agit de la véritable forme coagulante, qui déstabilise les particules chargées négativement. Par ailleurs, l'efficacité de ces coagulants est directement liée à la valence des cations utilisés.

A la lumière de ces résultats, on peut considérer que le sulfate de fer est le meilleur coagulant.

Chapitre II : Résultats & discussions

II.3.2.pH

Le paramètre le plus important à prendre en compte lors de la coagulation est le pH. Pour chaque eau, il existe un intervalle de pH pour lequel la coagulation a lieu rapidement, qui est fonction du coagulant utilisé, de sa concentration et de la composition de l'eau à traiter. Pour les sels de fer et d'aluminium, les plages de pH optimales s'étendent respectivement de 4 à 6 et de 5 à 7, pour certaines eaux, il faut parfois corriger le pH à l'aide de divers produits (acides, chaux ou soude). La figure II.2 présente la variation de pH en fonction de la concentration de coagulant.

Il est reconnu que le pH influence les taux d'abattement de la pollution contenue dans les eaux usées. Pour chaque eau, il existe une plage de pH pour laquelle la coagulation a lieu rapidement. Lorsque le pH est optimal les produits solubles d'aluminium sont pratiquement inexistant.

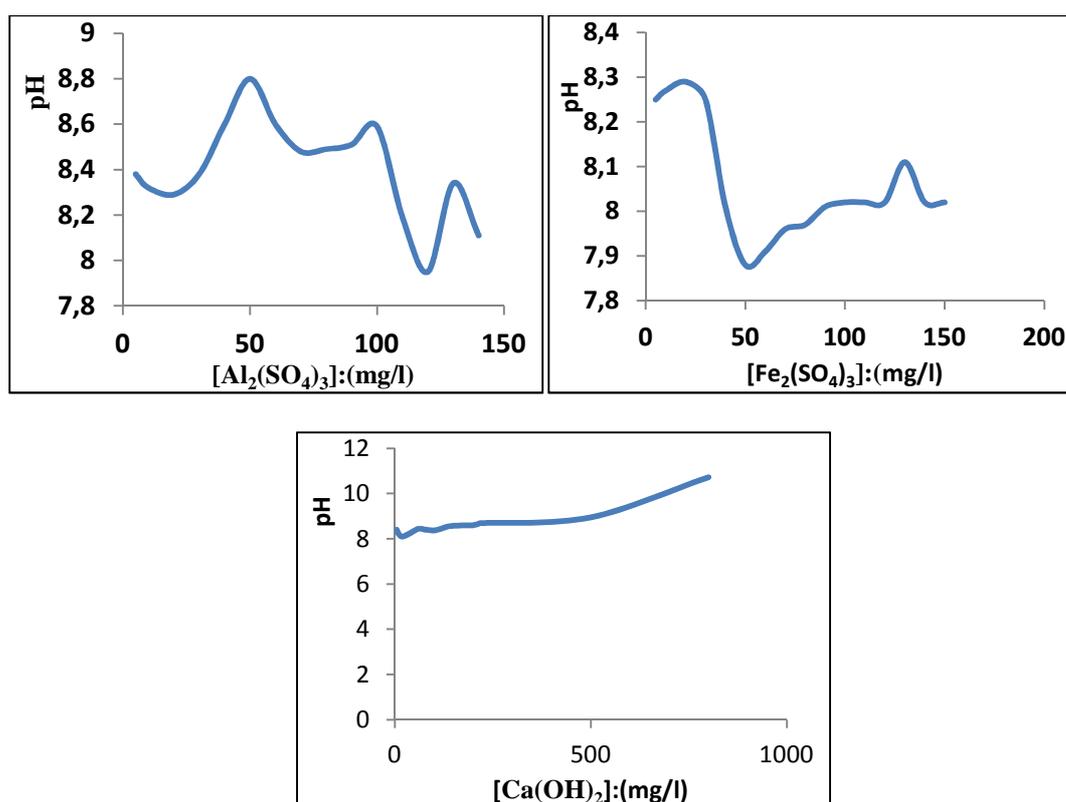


Figure II.2: Variation du pH en fonction de la concentration des coagulants

Chapitre II : Résultats & discussions

Pour notre étude la plage de pH optimal de l'élimination des indicateurs de pollutions représentés dans les figures II.2 est entre 8.80 et 10.72. Ces valeurs de pH corroborent les résultats trouvés par Taha et al. [23] qui ont travaillé sur *l'optimisation de la coagulation-décantation des eaux blanches de laiteries* en faisant varier le pH et la dose des adjuvants, notamment le sulfate d'aluminium, et ont trouvé un pH optimal proche de 6. Par ailleurs, les travaux de HAMDANI et al. , [13] qui ont travaillé sur *Caractérisation et traitement par coagulation-décantation d'un effluent de laiterie*, et ont trouvé un pH d'abattement des MES de l'ordre de 8, et celui du phosphore total se situe entre 6 et 6.5 pour le coagulant à base d'aluminium et entre 6.5 et 7 pour le coagulant à base de Fer.

Ce tracé (figure II.2) montre que lorsqu'on augmente la dose du coagulant, le pH a tendance à diminuer de 8,8 à 7,95. Cette baisse du pH peut être expliquée par le fait que l'ajout de sels d'aluminium dans l'eau entraîne une libération d'ions H^+ , selon la réaction successive d'hydrolyse suivante :



Néanmoins, cette valeur est toujours située dans la gamme de pH optimal de coagulation obtenue par le coagulant, ne nécessitant donc aucune correction du pH.

En allant vers des concentrations plus élevées de coagulants, on sort de la zone de pH optimale, qui favorise la formation du $Al(OH)_3$, ce qui va créer une légère solubilisation des particules et une déstabilisation des floccs, et donc un relargage.

II.3.3.DCO

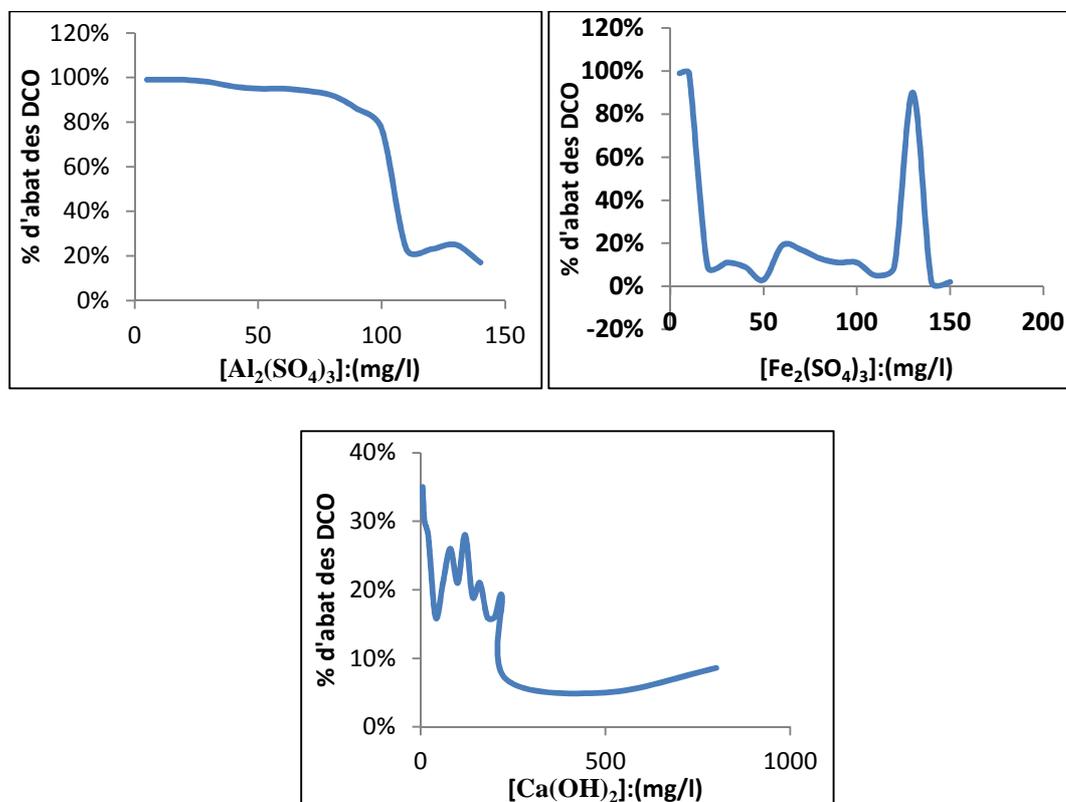


Figure II.3. Pourcentage d'abattement des DCO en fonction de la concentration des coagulants

Cette figure montre que la DCO diminue progressivement de 99% ,20% et 34% jusqu'à la valeur résiduelle constante de 20% ,9% et 5% en utilisant le sulfate d'aluminium et le sulfate de Fer et de 34% à 5% en utilisant la chaux. L'élimination de la matière organique par le coagulant est expliquée par une complexation ou échange de ligand entre les monomères, dimères ou les polymères métalliques cationiques et la matière organique (Tipping et Backes, 1988 ; Lefebvre et Legube, 1990), [25]. La DCO résiduelle étant essentiellement sous forme soluble, difficile à éliminer par coagulation-floculation, elle persiste même si on ajoute des doses croissantes du coagulant. la coagulation porte essentiellement sur la séparation des particules fines ou extra-fines et des colloïdes de la phase interstitielle par précipitation [24],

Chapitre II : Résultats & discussions

Le relargage du phosphore est accompagné d'un abattement de la DCO, qui peut être expliqué par le fait que les bactéries déphosphatantes utilisent le phosphore comme source d'énergie pour stocker le substrat organique [29].

L'élimination biologique du phosphore est liée à une réabsorption de P plus importante que le relargage [30].

II.3.4.DBO₅

La conséquence principale d'un apport de matières organiques dégradables dans le milieu est l'augmentation de la consommation de l'oxygène dissous par les bactéries. Les valeurs de la DBO₅(figure II.5) mesurée au début de notre expérimentation sont pratiquement de même ordre (ce qui permet de noter un gradient décroissant de la DBO₅ au début de traitement et en fin de ce dernier.

Une analyse similaire à celle de la DCO s'applique au paramètre DBO₅. Le pourcentage d'abattement de la DBO calculé sur la base des charges à l'entrée et à la sortie est de .Ce rendement d'abattement de la DBO₅ se situe dans l'intervalle du pourcentage minimal de réduction autorisé par Directive Européenne, estimé 70-90.

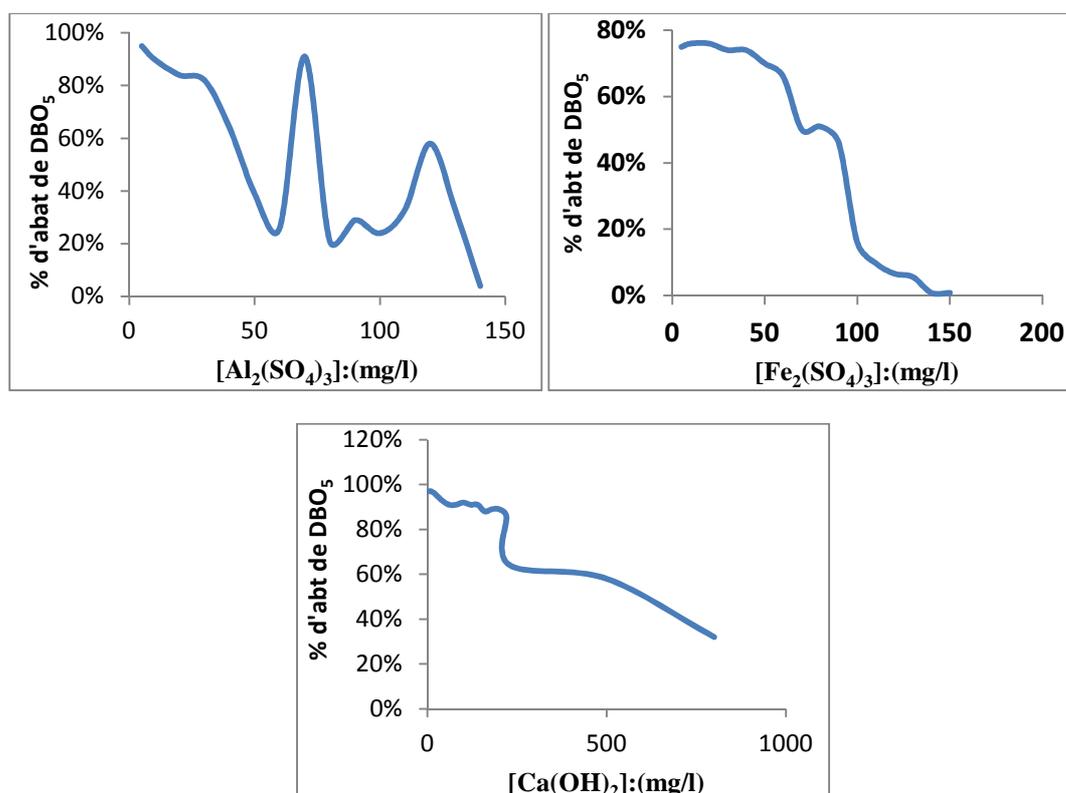


Figure II.4. Pourcentage d'abattement des DBO₅ en fonction de la concentration des coagulants.

Chapitre II : Résultats & discussions

II.3.5.Phosphates

Etant donné que notre étude consiste à traiter un effluent fortement chargée en phosphore, nous avons essayé d'étudier l'influence de la charge volumique sur le processus de déphosphatation le long de traitement. La figure II.3 illustre l'évolution de pourcentage d'abattement des phosphates en fonction de la concentration des trois coagulants utilisés dans notre étude.

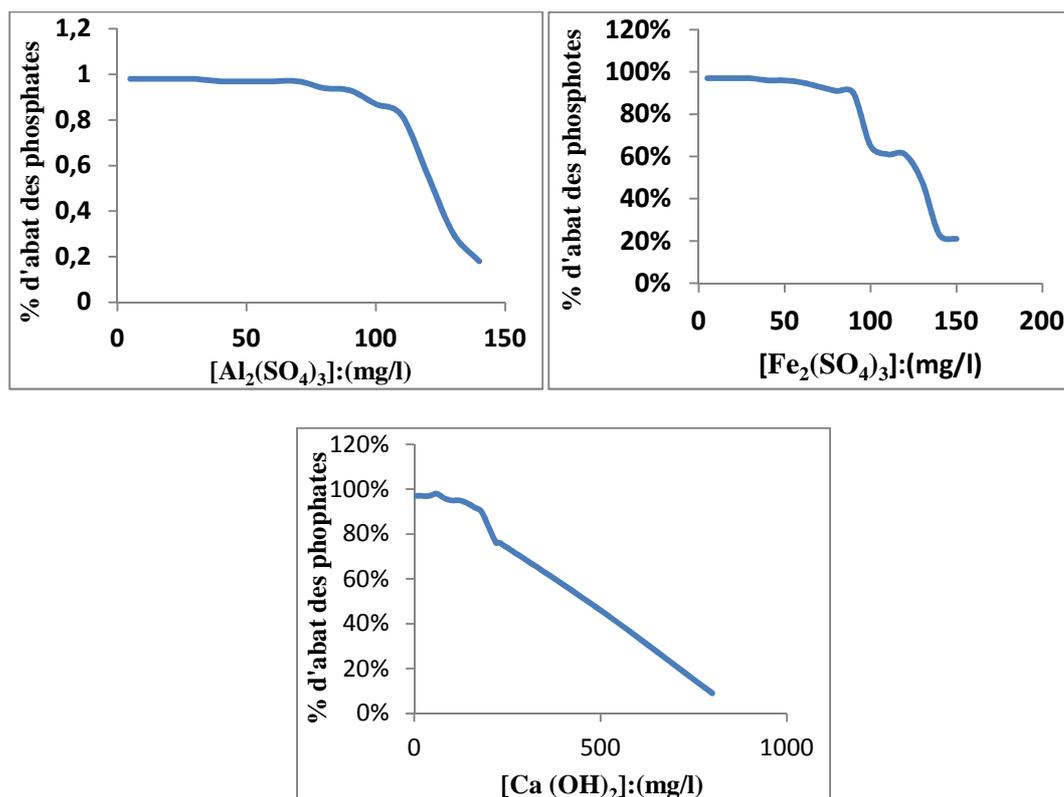


Figure II.5. Pourcentage d'abattement des phosphates en fonction de la concentration des coagulants.

La figure 3 montre un abaissement du pourcentage d'abattement des phosphates en fonction de la concentration de coagulant et diminue de 0.98% ,0.97% et 0.97% à 0.18 % ,23% et 9% respectivement en parallèle de l'augmentation de concentration de sulfate d'alumine, sulfate de Fer et de la chaux. L'action bénéfique sur l'enlèvement du phosphore total résulte de la formation de précipité

Chapitre II : Résultats & discussions

d'hydroxyapatite calcique surtout à des valeurs de pH élevées (8 à 12) selon la réaction suivante [26] : $\text{Ca}(\text{PO}_4\text{H})_2 + \text{Ca}(\text{OH})_2 \rightarrow \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$

De plus, nous observons un relargage du phosphore ce qui s'explique par les bactéries déphosphatantes (bactéries bio-P) utilisent les réserves intracellulaires, soit les polyphosphates inorganiques (poly-P), comme source d'énergie, et font le stockage du substrat simple organique sous la forme de polymères : le poly- β -hydroxybutyrate (PHB) et le poly- β -hydroxyvalérate (PHV). En même temps se produit le relargage dans l'eau du phosphore présent dans la biomasse [27].

II.3.6. Nitrates

Les sels nutritifs (nitrates, nitrites, ammonium, phosphates et silicates) sont des éléments essentiels pour la croissance des organismes vivants. Toutefois, en excès, ils peuvent engendrer un boom algal, parfois toxique (ou une eutrophisation des eaux) réduisant alors fortement le stock en oxygène dissous (risque d'hypoxie ou d'anoxie des eaux). De plus, la nitrification qui vise à transformer l'ammoniac en nitrite puis en nitrate sous l'action de bactéries, est l'un des processus les plus actifs en tant que consommateur d'oxygène dissous.

Dans le but d'optimiser la concentration initiale en nitrates nous avons fait varier l'effluent synthétique à différentes concentrations en nitrates à savoir :

L'évolution de la teneur en azote en fonction de la dose du coagulant ajouté est illustrée sur la figure II.6.

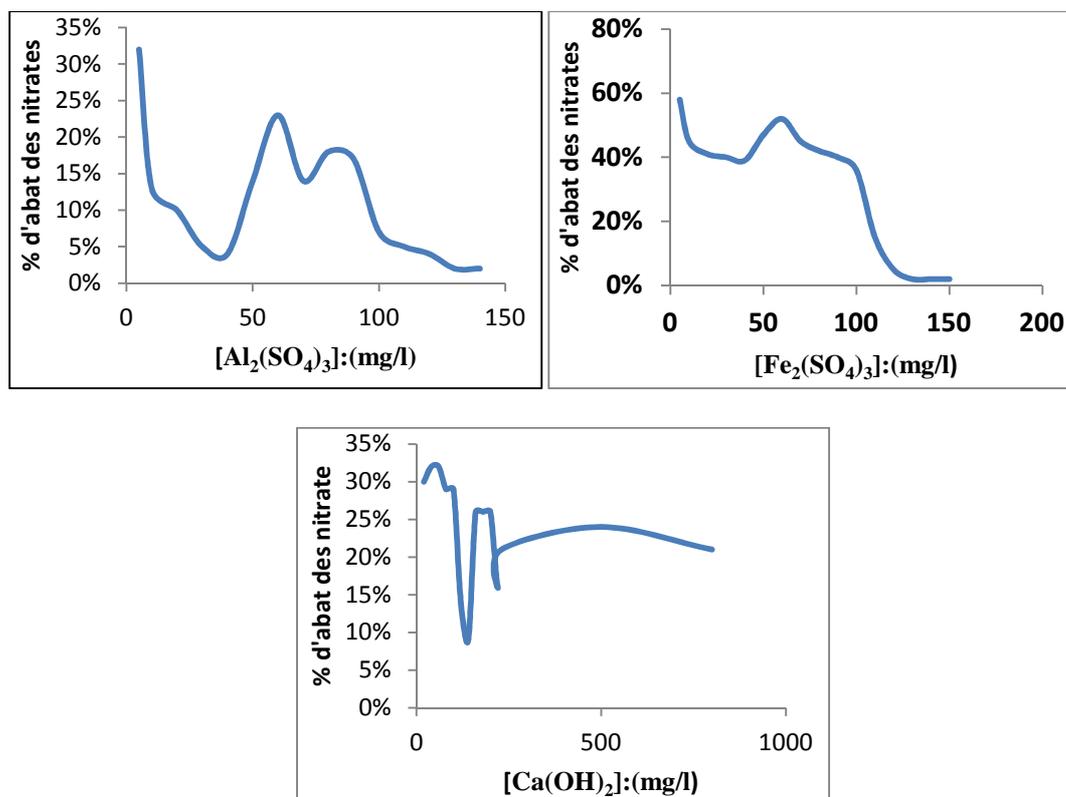


Figure II.6. Pourcentage d'abattement des nitrates en fonction de la concentration des coagulants.

Les concentrations des nitrates enregistrées lors de cette étude sont élevées et oscillent entre 0,01mg/l et 800mg/l. La variation des taux d'abattement est aléatoire pour les deux coagulants, à savoir, le sulfate de fer et la chaux

Les taux d'abattement respectifs du N-NTK sont 32%,58%,30% respectivement par le sulfate d'alumine, sulfate de Fer et par la chaux diminuent avec la concentration de coagulant.

II.4 Analyses bactériologiques de différents constituants

Afin d'avoir une idée sur la qualité bactériologique des eaux usées brutes de rejet industriel de la laiterie GIPLait de la ville de Tiaret, et sa qualité après traitement par les trois coagulants. Le tableau II.3 regroupe les résultats d'analyses des paramètres de pollution à savoir les ; Coliformes totaux, Lactobacillus, Streptocoque, Algues, Sulfito réducteurs, Levures et moisissures.

Chapitre II : Résultats & discussions

Echantillons	Eau brute de rejet	Eau décanté par le sulfate de Fer	Eau décanté par le sulfate d'alumine	Eau décanté par la chaux
Micro-organismes				
Coliformes totaux	$>10^6$	240.10^4	23.10^4	9
Lactobacillus	$>10^6$	00	00	20
Lactococcuslactis	$>10^6$	00	00	00
streptocoque	$>10^6$	$>10^6$	12.10^4	$>10^6$
Algues	Présence	présence	présence	00
Bactéries Sulfite réducteur	4×10^3	4×10^3	4×10^3	4×10^3
Levure et moisissures	$>10^6$	00	00	00

Tableau II.3 : Paramètres de pollution des eaux usées brutes de rejet industriel de GIPLait avant et prés traitement.

Chapitre II : Résultats & discussions

L'étude de la caractérisation bactériologique a révélé que l'effluent étudié présente une charge microbiologique importante en bactéries indicatrices de contamination fécale. Les essais de traitement par coagulation décantation ont montré que les trois coagulants utilisés ne permettraient pas de débarrasser l'effluent laitier global brut de sa charge bactérienne. Le meilleur résultat est enregistré avec la chaux car des performances d'abattement des algues de l'ordre de 80% à une concentration de 2 g/l. Malgré ces résultats, ce type de traitement reste un traitement partiel qui ne permet qu'une faible élimination des polluants.

Comme perspective à notre travail, on suggère d'effectuer une étude approfondie par d'autres coagulants à savoir le sulfate ferreux, sulfate de chlore et de mener une étude microbiologique approfondie.

Conclusion

Notre étude a montré que l'utilisation de la coagulation –floculation dans le traitement de rejet laitier constitue une démarche très intéressante puisque une importante amélioration de la qualité a été enregistrée avec des performances en terme d'abattement des phosphates, nitrates et matières en suspension.

caractérisation des résultats obtenu à chaque opération de coagulation montre que la rétention de la matière en suspension est voisine de 83% ,43%, respectivement par la chaux et le sulfate d'alumine, l'abattement des phosphates et nitrates est de l'ordre de 98% et 60% par le sulfate d'alumine et le sulfate de Fer. La rétention en matière polluante dissoute organique et minérale augmente en fonction de la concentration de coagulant. Les taux de rétention enregistrés en termes de DCO, sont alors approximativement de 99%, 98% et 41%, et de 32% ,60% et 30% respectivement par le sulfate d'alumine, sulfate de Fer et la chaux. La rétention des ions bivalents est nettement supérieure à celle des ions monovalents. Par ailleurs, la détermination de l'abattement des DBO5 en termes de coagulant montre que les meilleurs abattements sont obtenus à une concentration de 140 ,150 ,1000 mg/l respectivement des trois sels ; sulfate de d'alumine, sulfate de Fer et la chaux. Les valeurs enregistrées sont d'environ 95% et 75% et 97%. Les résultats obtenus par les analyses bactériologiques montrent une très faible rétention des microorganismes pathogènes, seul l'abattement des algues est remarquable à la concentration de 500g/l en chaux est de l'ordre de 85%, le traitement de cet effluent par coagulation-décantation à l'aide du sulfate de Fer, sulfate d'aluminium et la chaux, ont donné un très bon résultat. L'action bénéfique sur l'enlèvement du phosphore et des algues mais reste incomplet vis-à-vis la charge microbienne.

Comme perspective à notre travail, on suggère d'effectuer une étude approfondie par d'autres coagulants à savoir le sulfate ferreux, sulfate de chlore et de mener une étude microbiologique approfondie.

Références bibliographiques

(5) **ALAIS C ,1984.**Science du lait ; principes des techniques laitiers.4^{ème} édition.

Paris.P 814.

(7) **AMIOT J, FOURNIER S ,2003.**Biochimie alimentaire.5^{ème} édition .Ed Masson.

Paris. P 312-320.

(9) **Art.2.** de l'arrête du ministère de commerce du 27 octobre 1999 relatif aux spécifications du lait en poudre industriel.

(10) **AYECHE1 R et al, 2010.** Mémoire de fin d'étude Caractérisation et traitement par coagulation floculation d'un effluent Laitier. Laboratoire de génie de l'environnement, département génie des procédés, université Badji Mokhtar, Annaba 2Unité de recherche appliquée en sidérurgie métallurgie (U.R.A.S.M/C.S.C Annaba), Algérie

(28) **Balannec et al. 2011.**A two-stage ultrafiltration and nanofiltration process for recycling dairy wastewater Jianquan Luo a,b , Luhui Ding b , Benkun Qi a , Michel Y.

(8) **BALASKA Adel , 2005.** Traitement de l'eau usée de la laiterie Edough-Annaba par des procédés physicochimiques et biologiques » (Université Badji Mokhtar Annaba, Magister.

(4) **BOURGEOIS C et al, 1996,** Microbiologie alimentaire : Aspect microbiologique de la sécurité et de la qualité des aliments. vol 1 *Ed Tech et Doc*, Lavoisier.Paris.P272

(11) **BARTHE C ,1998.** Guide d'interprétation des paramètres microbiologiques d'intérêt dans le domaine de l'eau potables, ministère de l'environnement du Québec P 155

(36)**Comité Technique ISO/TC 147/SC 2** Méthodes physiques, chimiques et biochimiques 2004-06

(12) **COMPENDIUM de NORMES ISO, 2005.**Environnement qualité de l'eau Tome

2 –méthodes chimiques,

(3) **GUY MARTIN, 1987.** Point sur l'épuration et le traitement des effluents vol.3.

2^{ème} édition. Paris. P 322-344.

Références bibliographiques

- (24) **GUETTIER P, et al .1994**P.L'assainissement des agglomérations : Techniques d'épuration actuelles et évolutions. Étude interagences numéro 27. Agences de l'eau, Paris, France,
- (6) **GHARSA Sabiha,2011**. Caractérisation et traitement par coagulation-floculation et électrocoagulation des lixiviats du CET de Ouled Fayet » (Ecole Nationale Polytechnique, PFE).
- (1) **HENRI K ,1992** . Fondement théorique du traitement chimique des eaux volume 2 Ed. Paris. P 2.
- (13) **HAMDANI H et al ; 2004**. Caractérisation et traitement par coagulation-décantation d'un effluent de laiterie. Le Lait, INRA Editions, 84 (3), pp.317-328.
- (25) **Harrelkas F,et al** Pons, Treatment of textile dye effluents using coagulation-floculation coupledwith membrane process or adsorption on powdered active carbon, Desalination, vol. 235, pp. 330-339.
- (27) **J.P.KUSHAWAHA et al**. Treatment of dairy wastewater by inorganiccoagulants: Parametric and disposal studies ». Water Research 44 (2010) 5867 – 5874.
- (21) **J.S.ROBERT, J.B.D.SHELDON**, *Wat. Res.* 1996, 30, 1169.
- (15) **LEYRAL G, VERLING E, 2001**. Microbiologie et toxicologie des aliments ; Hygiène et sécurité alimentaire.3^{eme} édition. Ed centre régionale de documentation pédagogique d'aquitaine, Bordeaux.P173
- (30) **LEVEU J,BOUIX, 1993**.MicrobiologieIndustrielle les micro-organismesd'intérêt industrial Collection. Scienceet techniques agroalimentaires.
- (16) **MOLETTA R ,1999** .Impact environnemental des effluents de la filière laitière, *Tech. Ing.* Paris.P 4-58.
- (24) **Mossadeq F.2001**. Les contraintes de la filière lait, *Economiste* p .99.
- (33) **Norme ISO 6461-2**.Recherche et dénombrement des spores de micro organismesanaerobiesulfito-réducteurs Clostridia.Méthode par filtration.

Références bibliographiques

- (34) **Norme NF T 90-415**. Recherche et dénombrement des spores de bactéries anaérobies sulfiro-réductrices et de *Clostridium sulfito-réducteurs*. Méthode générale par incorporation en gélose en tube profonds.
- (32) **OMS, 2000**. Directives de qualité pour l'eau de boisson; volume 2 – critères d'hygiène et documentation à l'appui. Organisation mondiale de la Santé, 2e édition, 1050 p.
- (17) **RABOTIN E, 2009**. Lait de vache et lait de chèvre. Ed Dimetry Bairachnyl. P1-3.
- (10) **RODIER, 2005**. L'analyse de l'eau, Eaux naturelles, Eaux résiduaires, Eaux de mer
8^{ème} Edition .Paris.
- (31) **Robertson, W 1995** Utilités et limites des indicateurs microbiologiques de la qualité de l'eau potable. Dans : Air intérieur et Eau potable, sous la direction de Pierre Lajoie et Patrick Levallois, Presses de l'Université Laval, p. 179-193.
- (27) **Ramasamy, E. et al, 1997**, Feasibility studies on the treatment of dairy waste waters with up flow anaerobic sludge blanket reactors. *Bioresour Technol.* 93 : 209-212.
- (18) **TORRIJOS M et al, 1997**. Application d'un procédé SBR à la dépollution des eaux usées de petites coopératives laitières, Eau. 1^{ère} édition 1. Paris.
- (23) **TAHA S, Tremaudan G, Dorange G, 1995**. Étude comparative entre les techniques de coagulation-décantation et d'ultrafiltration frontale pour l'élimination du COT des eaux blanches, in: Les procédés d'épuration des effluents et déchets des industries biologiques et alimentaires, Tec. et Doc. Lavoisier, Paris, pp. 55–(24).
- (19) **VEISEYRE R, 1975**. Technologie du lait : Constitution, traitement transformation du lait. Ed Maison Rustique, Paris. P 44-48.
- (20) **ZONGO Inoussa, 2009**. Etude expérimentale et théorique du procédé d'électrocoagulation : Application au traitement de deux effluents textiles et d'un effluent simulé de tannerie » (Institut National Polytechnique de Lorraine, Doctorat.

Références bibliographiques

(Ramasamy, E.V, Gajalakshmi, S, Sanjeevi, R, Jithesh, M.N. and Abbsi, S.A.2004.
Feasibility studies on the treatment of
dairy wastewaters with upflow anaerobic sludge blanket reactors. *Bioresour Technol.* 93 : 209-
212.

Annexe 01

DCO : Oxygène consommé par les matières organiques (RODIER. 1974)

Ce test a pour but d'approcher la teneur en matière organique présente dans l'eau.

Principe

L'opération consiste à mesurer, en milieu acide et en milieu alcalin, la quantité d'oxygène utilisé pour la réduction du permanganate de potassium par les matières organiques d'origine animale ou végétale contenues dans une eau.

Réactifs

- solution d'acide sulfurique diluée à 50%
- solution de permanganate de potassium N/80
- Solution de sulfate ferreux ammoniacal :
- sulfate ferreux ammoniacal.....10g
- acide sulfurique (d=1.83).....10g
- eau distillée.....1000 ml
- solution de bicarbonate de sodium

MODE OPERATOIRE

L'essai doit être fait sur une eau limpide. si elle renferme des matières en suspension, les éliminer au préalable par repos et décantation ou par filtration.

a. Mesure en milieu acide

Introduire dans un matras de 1 litre, 200 ml d'eau à analyser et 10 ml d'acide sulfurique dilué à 50%.

Dans un deuxième matras de 500 ml, introduire 100 ml d'eau à analyser et 5 ml d'acide sulfurique dilué à 50%.

Ajouté dans chacun des deux matras 10 ml de solution de permanganate de potassium N/80.

Porter les deux matras à ébullition ménagée pendant 10 min, à partir du moment où les bulles en formation au fond du ballon viennent crever la surface du liquide. Laisser refroidir pendant 30 min. Ajouter dans chaque ballon 10 ml de sulfate ferreux ammoniacal pour décolorer. Revenir immédiatement à la teinte rose faible mais persistante en introduisant dans les deux essais, à l'aide d'une burette graduée la solution de permanganate de potassium N/80.

Les différences volumétriques de solution de permanganate de potassium trouvé entre les deux essais, représentent le nombre de milligrammes d'oxygène consommé par litre d'eau.

b-Mesure en milieu alcalin

Introduire dans un matras de 500ml, 100 ml d'eau à analyser et 1 ml de la solution saturée de bicarbonate de sodium.

Dans un deuxième matras de 500 ml, introduire 100 ml d'eau distillée et 1 ml de la solution saturée de bicarbonate de sodium.

Ajouter dans chacun des deux matras 10 ml de solution de permanganate de potassium N/80. Porter les deux matras à ébullition ménagée pendant 10 min à partir du moment où les bulles en formation au fond du ballon viennent crever la surface du liquide. Laisser refroidir pendant 30 min. Ajouter dans chaque ballon 2.5 ml d'acide sulfurique diluée à 50 % puis 10 ml de sulfate ferreux ammoniacal pour décolorer. Revenir immédiatement à la teinte rose faible mais persistante en introduisant dans les deux essais, à l'aide d'une burette graduée la solution de permanganate de potassium N/80.

Les différences volumétriques de solution de permanganate de potassium trouvée entre les deux essais, représentent le nombre de milligrammes d'oxygène consommé par litre d'eau.

DBO Détermination de la demande biologique en oxygène

Principe

Les mesures sont réalisées à partir d'échantillons d'eau prélevés sur le terrain, 2 prélèvements sont nécessaires :

- le premier sert à la mesure de la concentration initiale en O_2 .
- Le second à la mesure de la concentration résiduaire en O_2 au bout de 5 jours.

La DBO_5 est la différence entre ces 2 concentrations.

Les mesures seront effectuées sur un même volume et le second échantillon sera conservé 5 jours à l'obscurité et à 20°C.

Afin de mesurer la totalité de la demande, l' O_2 ne doit pas devenir facteur limitant de l'activité microbienne.

En effet une eau abandonnée à elle-même dans un flacon fermé consommera rapidement le dioxygène dissous, il faut donc s'assurer au préalable que ce dioxygène suffira largement à la consommation des micro-organismes.

On utilise pour cela la méthode des dilutions, ou l'échantillon à doser est dilué dans une quantité d'eau telle qu'à l'issue de la mesure, le taux d' O_2 résiduel reste supérieur à 50% du taux initial. une quantité réduite du mélange micro-organisme + substrat est mis à disposition du dioxygène d'un important volume d'eau dépourvu de demande propre.

Le choix du bon facteur de dilution n'est pas évident (il est réalisé en laboratoire d'analyse par tâtonnements à partir de la mesure de la DCO). deux mesures correctives (des « blanc ») peuvent être effectuées sur l'eau de dilution (pour simplifier le protocole, elle peuvent être négligées ;il suffit alors de ne pas tenir compte des mesures et des calculs relatifs à D_0 et D_5 dans la description suivante).

Annexes

Matériel

Récipient 10 l (eau de dilution), aérateur, flacon bouché 1 l (prélèvement), flacon à bouchon rodé 200 à 300 ml (mesure). pipettes, éprouvettes graduées, étuve 20°C.

Mode opératoire

Prélèvement de l'eau à analyser.

Préparation de l'eau de dilution : mettre la veille du prélèvement, dans un récipient de 10 L, de l'eau du robinet dans laquelle on plonge toute la journée un aérateur d'aquarium pour la saturer en dioxygène. Laisser reposer 12 h.

Choix du facteur de dilution : le facteur de dilution dépendra de la charge de l'eau analysée. par exemple, on choisira un facteur de dilution de l'ordre de 10 pour une eau de surface (DBO moyenne = 1 à 30 mg/l) ou de 50 à 100 pour eau usée (DBO moyenne = 300 mg/l pour un effluent domestique). concrètement, si en début de mesure l'eau est saturée en dioxygène (8 mg/l), pour une eau usée (DBO de l'ordre de 300 mg/l), on choisira un facteur de dilution F de l'ordre de $300 / (8 - 8/2) = 75$. Si l'on dispose d'un flacon de 150 ml, en diluant 2 ml d'eau usée dans 148 ml d'eau de dilution on obtient un facteur de dilution $F = 148/2 = 74$ convenable.

Préparation des flacons de mesure :

Verser dans le flacon un peu d'eau de dilution, puis la quantité prévue d'échantillon, puis remplir le reste du flacon avec l'eau de dilution. Fermer le flacon sans y laisser d'air, faire ainsi 2 flacons identiques.

Préparer 2 autres flacons avec uniquement de l'eau de dilution (blancs).

Toutes ces opérations seront réalisées en veillant à ne pas modifier la teneur en dioxygène dissous.

Mesure au temps 0 : doser l'O₂ dissous dans un flacon d'échantillon dilué (T0) et dans un flacon d'eau de dilution (D0), jeter l'eau.

Incubation : placer les 2 flacons restants à l'étuve 20 °C et à l'obscurité pendant 5 jours.

Mesure au temps 5 j : doser l'O₂ dissous dans le flacon d'échantillon dilué restant (T5°) et dans un flacon d'eau de dilution restant (D5), jeter l'eau.

Annexes

Résultats :

$$DBO = F(T_0 - T_5) - (F - 1)(D_0 - D_5) \text{ ou } DBO = [(T_0 - T_5) - (D_0 - D_5)F_1] / P$$

Avec F=facteur de dilution

T_0 et T_5 concentration en O_2 de la dilution à 0 et 5 jours

DO et D_5 concentration en O_2 de l'eau de dilution à 0 et 5 jours.

$$FI = [\text{volume total (ex=150 ml)} - \text{volume d'échantillon (ex= 2 ml)}] / \text{volume total (150ml)}$$

P =volume d'échantillon (2 ml/volume total (150)).

On pourra présenter ces résultats le tableau1 de calcul. Par exemple :

Mesure n°	Volume V_e échantillon	Volume V_t de l'eau de dilution	$F = V_t / V_e$	Flacon n°	T_0	T_5	DO	D_5	DBO
1	2ml	148 ml	74	1	8.1mg/1				
				2		4.3 mg/l			
				3			8.1 mg/l		
				4				7.9 mg/l	266 mg/l

Tableau1

NB : dans l'eau potable on peut utiliser le mode opératoire suivant :

-dans une bouteille à DBO, mettre 50,100,150 ml d'eau brute et compléter avec l'eau de dilution(appelé : Eau brute

Dans une deuxième bouteille, mettre 300 ml d'eau de dilution. (Appelé : Témoin) :

Annexes

Avec un oxymètre, mesurer la quantité d'oxygène dissous(OD) dans chaque bouteille ;

Fermer les bouteilles et mettre dans un incubateur à 20°C pour une période de 5 (ou 21) jours ;

Avec un oxymètre, mesurer de nouveau la quantité d'oxygène dissous (OD) dans chaque bouteille ;

Calculer avec la formule suivante, la DBO (mg/l) pour échantillon.

$$DBO = [(T_0 - T_5) - (D_0 - D_5) F] / P$$

T_0 = lecture de l'OD dans l'échantillon avant l'incubation (mg/l)

T_5 = lecture de l'OD dans l'échantillon après 5 jours d'incubation (mg/l)

D_0 = lecture de l'OD dans le témoin avant l'incubation (mg/l)

D_5 = lecture de l'OD dans le témoin après 5 jours d'incubation (mg/l)

F = fraction décimale de l'eau de dilution (300 - volume d'échantillon) / 300

P = fraction décimale de l'échantillon utilisé (volume d'échantillon / 300)

Annexe 03

Phosphates

On détermine les phosphates PO_4^{3-} par la méthode **ISO : 6878**

Principe

Formation en milieu acide d'un complexe avec le molybdate et le tartrate double d'antimoine et de potassium.

Réduction par l'acide ascorbique en un complexe colore en bleu qui présente deux valeurs maximales d'adsorption (l'une vers 700 nm, l'autre plus importante a 880 nm).

Réactifs

Réactif-mélange

a -13 g d'heptamolybdate d'ammonium.....Q.S.P 100 ml H₂O distillée

b- 0.35 g de tartrate d'ammonium..... Q.S.P 100 ml H₂O distillée

c- 150 ml d'acide sulfurique concentré.....Q.S.P 300 ml H₂O distillée

Acide ascorbique

10g d'acide ascorbique.....Q.S.P 100 ml H₂O distillée.

Mode opératoire

Prendre 40 ml d'eau a analysé ,1 ml d'acide ascorbique ajouté 2 ml du réactif-mélange.

Incubation pendant 10 min. l'apparition de la coloration bleue indique la présence des PO_4^{3-} .

Étalonnage

Préparer une solution mère d'Ortho-phosphate à 50 mg/l de P⁻ pour cela, sécher une quantité de Dihydrogenophosphate de Potassium KH_2PO_4 a 105°C ,dissoudre 0.2197g dans 800 ml d'eau puis ajouter 10 ml d' H_2SO_4 (7.5 mol/l) et compléter à 1000 ml avec de l'eau distillée.

Préparer une solution-fille à 2 mg/l en pipétant 20 ml de la solution mère et en complétant à 500 ml d'eau distillée.(tableau 2)

Gamme d'étalonnage

N°Fiole	0	1	2	3	4	5
S.fille à 2.0 mg/l P	0ml	2ml	4ml	6ml	8ml	10ml
Qsp 40 ml eau distillée	40ml	38ml	36ml	34ml	32ml	30ml
mg/l de P	00	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
mg/l de PO_4^{-3}	00	0.306	0.612	0.918	1.224	1.53
Formule : $\text{PX}3.06 = \text{PO}_4^{-3}$						
Acide ascorbique	1 ml	1ml	1ml	1ml	1ml	1ml
Réactif- mélange	2ml	2ml	2ml	2ml	2ml	2ml
Incubation : 10 min puis lecture au spectrophotomètre						

.(Tableau 2)

Expression des résultats

Le résultat est donné directement en mg/l.

Annexe 04

Nitrates (NO_3^-)

Pour le dosage on a travaillé par la méthode au salicylate de sodium (**Rodier, 2005**)

Principe

En présence de salicylate de sodium, les nitrates donnent du paranitro-salicylate de sodium, coloré en jaune et susceptible d'un dosage colorimétrique.

Réactif

- Solution de salicylate de sodium à 0.5 % à renouveler toute les 24 heures.
- Acide sulfurique concentré (d=1.84).
- Solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium :

Hydroxyde de sodium400g

Tartrate double de sodium et de potassium 60g

Eau distillée..... 1000ml

Faire dissoudre les sels dans de l'eau. Laisser refroidir et compléter à 1000 ml a conservé dans un flacon en polyéthylène.

- Solution mère étalon d'azote nitrique à 0.1 g/l :

Nitrate de potassium anhydre0.722g

Eau distillée1000 ml

Chloroforme (pour conserver)..... 1 ml

- Solution fille étalon d'azote nitrique à 0.005 g/l.

Amener 50 ml de la solution mère à 1000 ml avec de l'eau distillée.

Annexes

Etablissement de la courbe d'étalonnage

Dans une série de capsules de 60 ml, introduire successivement (tableau3)

Numéro des capsules	T	1	2	3	4
Solution étalon d'azote nitrique à 0.005g/l (ml)	0	1	2	5	10
Eau distillée (ml)	10	9	8	5	0
Correspondance en mg/l d'azote nitrique	0	0.5	1	2.5	5
Solution de salicylate de sodium (ml)	1	1	1	1	1

Evaporer à sec au bain-marie ou dans une étuve portée à 75-80°C (ne pas surchauffer, ni chauffer trop longtemps), laisser refroidir, reprendre le résidu par 2 ml d'acide sulfurique concentré en ayant soin de l'humecter complètement. Attendre 10 minutes, ajouter 15 ml d'eau distillée puis 15 ml de la solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium qui développe la couleur jaune. Effectuer les lectures au spectromètre à la longueur d'onde de 420 nm. Soustraire des densités optiques lues pour les étalons, la valeur relevée pour le témoin .construire la courbe d'étalonnage.

Mode opératoire :

Introduire 10 ml d'eau dans une capsule de 60 ml (pour des teneurs en azote nitrique supérieur à 10 mg/l, opérer une dilution). Alcaliniser faiblement avec la solution d'hydroxyde de sodium. Ajouter 1 ml de solution de salicylate de sodium puis poursuivre le dosage comme pour la courbe d'étalonnage. Préparer de la même façon un témoin avec 10 ml d'eau bi distillée, effectuer les lectures au spectromètre à la longueur d'onde de 415 nm et tenir compte de la valeur lue pour le témoin.

Se reporter à la courbe d'étalonnage.

Expression des résultats :

Pour une prise d'essai de 10 ml, la courbe donne directement la teneur en azote nitrique exprimée en milligrammes par litre d'eau, pour obtenir la teneur en nitrate (NO₃), multiplier ce résultat par 4.43. (Rodier, 2005)

Annexe 05

Coliformes, coliformes Thermorésistantes (E.Coli)

Selon ISO, les coliformes sont des bacilles Négatifs(BGN). Appartenant a la famille des Entérobacteriaceae. Ce sont des aérobies et anaérobies facultatifs, non sporulés, ne possédant pas d'oxydase. Ils sont capable de se multiplier en présence de sels biliaires et de fermenter le lactose avec production d'acide et de gaz en 24 h à 48h à une température entre 36 et 37°C.

Les coliformes thermo tolérants : ils ont les mêmes caractéristiques que les coliformes mais ils poussent à 44°C.

Bien que la présence de coliformes fécaux témoigne habituellement d'une contamination d'origine fécale, plusieurs coliformes fécaux ne sont pas d'origine fécale et peuvent provenir d'eaux enrichies de matière organique (effluents industriels),il serait plus approprié d'utiliser le terme génériques « coliformes Thermo tolérants » que celui de « coliformes fécaux(OMS ,ROBERTSON 1995).

Mode opératoire :

Larecherche et le dénombrement des bactéries coliformes,coliformes thermo tolérants et des Escherichia Coli dans les eaux en milieu liquide

Annexe 06

Streptocoques fécaux (OMS ,ROBERTSON 1995).

Les streptocoques appartiennent à la famille des Lactobactériaceae qui sont des cocci Gram positif se présente en chaînette plus ou moins longue, non sporules, aérobies ou anaérobies facultatifs catalase(-).la méthode utilisée est la numération indirecte après culture sur milieu liquide ou sur milieu solide. Tout d'abord, il faudrait stériliser l'entonnoir gradué en acier inoxydable ainsi que la membrane poreuse à l'aide d'un bec bunsen.

Les refroidir tout de suite après, avec l'eau a analysé.

Mettre en place de façon aseptique une membrane de porosité nominale de 0.2µentre la membrane poreuse et l'entonnoir à l'aide d'une pince stérile.

Fixer ce dispositif avec la pince correspondante.

Déposer ensuite aseptiquement 100 ml, devant un bec bunsen

Actionner ensuite la pompe à vide pour absorber l'eau à travers la membrane.

Retirer l'entonnoir, enlever la membrane à l'aide de pince stérile. A la surface d'une plaque de gélose SLANETZ et BARTLEY préalablement préparée. Cette dernière sera incubée le couvercle en bas à $36\pm 2^{\circ}\text{C}$ pendant 44 ± 4 heures.

La lecture et l'interprétation :

Après la période d'incubation spécifiée, les streptocoques du groupe D apparaissent sous forme de petites colonies lisses légèrement bombées à contours réguliers et pigmentées en rouge, marron ou rose. Transférer aseptiquement la membrane du milieu de Slanetz et Bartley sur une plaque de gélose Bille esculine azoture (BEA) préchauffée préalablement à 44°C . Cette dernière sera incubée à son tour à $44\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ pendant 2 heures. Les colonies caractéristiques prennent alors une coloration noire traduisant ainsi l'hydrolyse de l'esculine présente dans le milieu. Compter le nombre de colonies et le rapporter à 100 ou 250ml d'eaux à analyser.

Bactéries anaérobies sulfito-réducteurs

Les sulfito-réducteur représentent l'indice d'une contamination ancienne. ils sont résistants aux conditions défavorables grâce à la sporulation. Ils sont des bactéries anaérobies strictes, sporulés, Gram positif, réduisent les sulfites en sulfure et dont la plus part des espèces est mobile.

Clostridium perfringens est un germe très résistant aux sulfites et dont l'activité sulfite réductrice est la plus forte. il peut être d'origine fécale et aussi d'origine tellurique et sa présence dans une eau ne constitue pas à elle une preuve de contamination fécale, tout au plus elle permet d'envisager la possibilité.

Mode opératoire :

La recherche des spores des bactéries anaérobies sulfite-réductrices par filtration sur membrane nécessite une préparation au préalable, qui se déroule selon les étapes suivantes :

Tout d'abord, il faudrait stériliser l'entonnoir gradué en acier inoxydable ainsi que la membrane poreuse à l'aide d'un bec bunsen.

Les refroidir tout de suite après, avec l'eau à analyser.

Mettre en place de façon aseptique une membrane de porosité nominale de 0.2µentre la membrane poreuse et l'entonnoir à l'aide d'une pince stérile.

Fixer ce dispositif avec la pince correspondante.

Déposer ensuite aseptiquement 100 ml, devant un bec bunsen

Actionner ensuite la pompe à vide pour absorber l'eau à travers la membrane.

Retirer l'entonnoir, enlever la membrane à l'aide de pince stérile puis la placer dans une boîte de façon à ce que la face quadrillée adhère au fond de la boîte tout en évitant les bulles d'air sous le filtre.

Verser par la suite environ 18 ml de gélose TSC.TSN ou à défaut VF fondue puis refroidie à $47\pm 1^{\circ}\text{C}$

Si on utilise de la gélose VF, il faudrait au préalable chauffer l'eau à une température de 75°C pendant 15 minutes dans le but d'éliminer les formes végétatives. Après solidification sur paillasse, cette boîte sera incubée couvercle en bas à 36±2°C pendant 20 ± 4 heures puis 44±4 heures.

Lecture et interprétation : Compter les colonies caractéristiques noires aussi bien après la première période d'incubation soit après 20±4 heures qu'après la seconde période d'incubation soit après 44±4 heures rapporter le nombre total de colonies à 100 ml d'eau à analyser

Annexe 08

Dénombrement de la Flore Mésophile Aérobie Totale (FMAT)

La FMAT est un indicateur d'hygiène important. En effet, elle permet d'évaluer le nombre d'UFC (Unité Formant colonie) présent dans un produit ou sur une surface. Ce dénombrement se fait à 30°C ce qui permet de dénombrer trois grands types de flore:

- la flore thermophile T° optimale de croissance à 45°C
- La flore mésophile T° optimale de croissance entre 20°C et 40°C
- La flore psychrophile T° optimale de croissance à 20°C

Comme il s'agit d'un milieu ordinaire, la plupart des micro-organismes peuvent se développer, sauf ceux qui sont exigeants et les Micro-organismes anaérobies stricts (contact avec l'air). Il est donc préférable de parler de Flore Mésophile Aérobie à 30°C que de "flore totale". L'unité est l'UFC (Unité Formant colonie) car une colonie observable sur la gélose peut venir d'un micro-organisme isolé, ou bien d'une spore ou d'une micro-colonie.

Technique des dilutions successives

En milieu aseptique, un millilitre d'eau est prélevé avec une pipette graduée, est versé dans un tube contenant 9 ml d'urée tryptophane afin de réaliser une dilution au 1/10^e : si l'eau pur contenait 10 000 bactéries/ml, le second tube contient 1 000 bactéries/ml. L'opération est renouvelée en changeant de pipette et en versant de nouveau 1 ml dans un nouveau tube d'urée-tryptophane, et ainsi de suite, jusqu'à ce que la concentration en bactéries devienne relativement faible. Les tubes sont homogénéisés entre chaque dilution et afin d'avoir égalité statistique entre les tubes, un millilitre de la dernière solution est jetée. On considère que les colonies sont dénombrables si leur nombre est compris entre 10 et 300. Au-dessus de 300, elles sont indénombrables, et en dessous de 10 on considère qu'elles sont trop rares pour être dénombrées.

Mise en gélose PCA

La gélose PCA est une gélose standard pour le dénombrement. On prend une nouvelle pipette et à partir de la dernière dilution, on prélève 1 ml de dilution qui sera réparti en goutte au fond de la boîte correspondante. L'opération est renouvelée pour la seconde boîte. On remonte jusqu'à la dilution supérieure sans changer de pipette, jusqu'à la première dilution.

Annexes

Les gouttes sont ensuite recouvertes d'une couche de gélose PCA en surfusion, et le tout est homogénéisé avec des mouvements circulaires. On s'arrange pour que la gélose ne soit pas trop chaude de façon à ne pas tuer les bactéries.

Une fois la gélose refroidie, on la passe une seconde couche de gélose PCA, ce qui a pour effet d'immobiliser les bactéries, et donc de former des colonies bien définies. On met à incuber à 30 °C pendant 72 h.

Lecture des résultats

Il est impossible de compter une boîte contenant plus de 300 colonies en raison d'un risque d'erreur trop important. Ces résultats sont donc rejetés. Les boîtes contenant moins de 30 colonies sont elles aussi écartées, les colonies sont trop rares et peuvent induire en erreur.

On utilise la formule mathématique :
$$N = \frac{\sum \text{colonnes}}{V \text{ ml} \times (n1 + 0.1n2) \times d1}$$

N : nombre d'UFC par gramme ou par ml de produit initial ;

\sum colonnes : Sommes des colonies des boîtes interprétables ;

V : Volume de solution déposé (1 ml) ;

n1 : Nombre de boîtes considérées à la première dilution retenue.

n2 : Nombre de boîtes considérées à la seconde dilution retenue .

: Facteur de la première dilution retenue.

Application numérique :

$$N = 29\,090 \text{ UFC/l.}$$

Annexes

Annexe 09

Le tableau I.1 indique les caractéristiques physicochimiques des différents coagulants utilisés dans notre travail [35].

Nom	Formule	Quantité (g/m ³)	Remarques	pH	État physique
Sulfate d'aluminium	$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3, 18\text{H}_2\text{O}$	10 à 150 pour les eaux de surface 50 à 300 pour les eaux résiduaires	-obtention d'une eau de très faible turbidité. -poudre irritante, corrode les métaux ferreux.	> 2.9 à 5	solide Granules ou poudre
Sulfate ferrique	$\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3, 9\text{H}_2\text{O}$	10 à 250 pour les eaux de surface	-oxydant corrosif. -Produit tachant	3 - 4	Cristaux
Sulfate ferreux	$\text{Fe SO}_4, 7 \text{H}_2\text{O}$	5 à 150 pour les eaux de surface 100 à 400 pour les eaux résiduaires	-corrode les métaux ferreux, -produit tachant Conservation à 10°C	fortement basique	Cristaux
chaux	$\text{Ca}(\text{OH})_2$	/	/	fortement basique	solide Cristal cubique

Tableau I.1 : Caractéristiques physicochimiques des différents coagulants [35].

Annexe 10

Analyse de l'eau d'alimentation de GIPLait de Tiaret(eaux traités de barrage BAKHADA)

Paramètres organoleptiques		Normes	Unité
couleur	/	Incolore	unité
odeur	/	/	Dilut
Gout	/	Sans gout	Dilut
Paramètres chimiques			
PH	7.2	7.76	
Conductivité à 25°C	1100	2800	µs/cm
Température	17.5	8-17	°c
Turbidité	0.8-0.9	5	NTU
Oxygène dissous	/	/	mg/l
Salinité	0.3	/	mg/l
TDS	332		mg/l
Paramètres de pollution			
Nitrate NO ₃	2-3	50	mg/l
Phosphate PO ₄	<0.01	0.2-0.5	mg/l
DCO	/	/	mg/l O ₂
DBO ₅	/	/	mg/l O ₂
Paramètres Bactériologiques			
Germes totaux	00	00	c/ml
Coliformes totaux	00	00	c/ml
Streptocoques fécaux	00	00	c/100ml
Clostridium sulfito-réducteurs	00	00	c/100ml
Salmonella typhi	00	00	c/5l
Chlore résiduel libre	trace	0.1-0.8	mg/l

Tableau : I.2 : Résultats d'analyses physicochimiques et bactériologiques de l'eau

D'alimentation de GIPLait.

Annexe 11

I.1. Essais de coagulation-floculation

Ces traitements ont pour but de déstabiliser les particules et de provoquer leur agrégation sous forme de floccs décantables. Celle-ci est provoquée par une vitesse d'agrégation rapide de l'ordre de 100 trs/min pendant 15 minutes puis une vitesse d'agrégation lente de 40 tour/minutes pendant 10 minutes. Le temps de décantation des floccs est relatif au réactif utilisé. .

Cette technique a pour but de déterminer la concentration optimale du réactif utilisé.



Figure I.2: Coagulation-floculation

I.2. Décantation

Après l'opération de floculation on mesure la vitesse de sédimentation des floccs pendant 30 minutes, qui varie selon le réactif utilisé.



Figure I.3: Décantation

I.3. Filtration

Cette étape s'effectue automatiquement pour séparer les solides de liquide. Par les méthodes mécaniques en utilisant des filtres. Ce qui nous aide à récupérer la matière en suspension et avoir une eau filtrée facile à étudier.



Figure I.4 : Filtration

I.4. Paramètres étudiés

Après chaque traitement, nous avons déterminé les paramètres suivants :

I.4.1 Paramètres physicochimique

- **pH** : détermine l'importance des charges des particules et la précipitation du coagulant. Le pH n'a pas une signification hygiénique mais il présente une notion très importante pour la détermination de l'agressivité de l'eau pour les eaux usées, le pH est compris entre 5.5 et 8.5 pour la mesure on a utilisé un pH mètre ou un multiparamètres.
- **Conductivité** : permet d'avoir très rapidement une idée sur la concentration de l'eau en sel dissous. Une conductivité élevée traduit soit des Ph anormaux soit le plus souvent une salinité élevée, est mesuré par un multi paramètres, son unité est $\mu\text{s/cm}$.
- **TDS** : détermine le taux des sels dissous dans l'eau. S'exprime en mg/l.
- **Salinité** : La mesure de la salinité a été réalisée à l'aide d'un multi paramètre de marque Cond 197i (WTW) TETRA.
- La mesure de salinité, conductivité, TDS et la température ont été réalisées à l'aide d'un multi paramètre de marque Cond 197i (WTW) TETRA.

Annexe 12

Analyses de rejet industriel de GIPLait

Paramètres organoleptiques		Normes	Unité
couleur	Présence		unité
odeur	Présence		Dilut
Gout	/		Dilut
Paramètres physicochimiques			
PH	8.38	5.5-8.5	
Conductivité à 25°C	2.52	/	µs/cm
Température	18.6	30	°c
Turbidité	979.73	/	NTU
Oxygène dissous	5	/	mg/l
DCO	4608	120	mg/l
MES	186	/	mg/l
TDS	2.5	/	mg/l
Paramètres de pollution			
Nitrate NO ₃	4.48	30-100	%
Phosphate PO ₄	71.13	10-25	10 %
DCO	451.2	120	mg/l O ₂
DBO ₅	189.31	40	mg/l O ₂
Paramètres Bactériologiques			
Germes totaux	>10 ⁶	<10 ³	c/ml
Coliformes totaux	>10 ⁶	<10 ³	c/ml
colibacilles	>10 ⁶	<10 ³	c/100ml
Streptocoques fécaux	>10 ⁶	< 10 ³	c/100ml
Clostridium sulfito-réducteurs	4 × 10 ³	/	c/100ml
Algues	présence	/	c/5l

Tableau : I.4 : Résultats d'analyses physicochimiques et bactériologiques de l'eau de rejet industriel de GIPLait.

Résumé

L'objectif de cette étude est de clarifier les eaux usées de rejet industriel de la laiterie GIPLait par un traitement physicochimique basé sur la coagulation –floculation en introduisant trois coagulants ; la chaux, sulfate de fer et le sulfate d'alumine. Les résultats des principales caractéristiques physicochimiques et bactériologiques de l'effluent brut enregistrées dépassent largement les normes Algérienne des rejets liquides. Notre étude a révélé que ce rejet est très chargé en matière organique exprimée en DCO moyenne : (451.2-4608 mg/l), en nitrate (N : 4.85mg/l), en ortho phosphate (71.13 mg/L), en coliformes fécaux (CF moyenne : 240×10^4 UFC/ml) et en streptocoques fécaux (SF moyenne : 30×10^4 UFC·ml). cette charge organique analysée, qui est en moyenne de 2078 mg d'O₂/l pour la DCO et de 1600 mg d'O₂/l pour la DBO5, le traitement de cet effluent par coagulation-décantation à l'aide du sulfate de Fer, sulfate d'aluminium et la chaux, ont donné une très bonne résultats. L'action bénéfique sur l'enlèvement du phosphore et des algues mais reste incomplet vis-à-vis la charge microbienne.

Mots clés ; Coagulation-floculation, rejet laitier, NO₃ ; P, DBO, DCO.

المخلص

هدفنا من هذه المدكرة هو تنقية فضالات المياه الناتجة عن ملبنة جبيلي عن طريق المعالجة الفيزيائية والكيميائية وايجاد طريقة مناسبة لترسيب مادة الفوسفور المتواجدة في المياه المستعملة والمطروحة من الملبنة المتواجدة بولاية تيارت. حيث استعملت مادة سولفات الالمنيوم ، سولفات الحديد و مادة الجير. قمت بتحليل كل من المياه المستعملة والمياه المطروحة. النتائج المتحصل عليها اثبتت تواجد مادة الفسفور بكمية كبيرة في المياه المستعملة المطروحة والتي يعود سببها الى مصل الحليب الناتج عن صناعة الجبن و الحليب الرائب هذا المصل يمثل نسبة من المياه المطروحة من الملبنة. أظهرت التجارب التي أجريت باستعمال هذه الطريقة أن المواد المخثرة قامت بتخفيض إجمالي المواد العضوية، والمواد النيتروجينية بلغت نسبة التنقية 96% العالقة 83% من الفوسفور الكلي. الكلمات المفتاحية الطلب البيولوجي للاوكسجين. الطلب الكيميائي للاوكسجين. المواد العالقة. الفوسفور.

Abstract

The objective of this study is to clarify industrial waste water from dairy GIPLait by a physicochemical treatment based on coagulation-flocculation by introducing three coagulants; lime, iron sulphate and sulphate of alumina. The results of the main physicochemical and bacteriological characteristics of the raw effluent recorded largely exceed the Algerian norms of liquid discharges. Our study revealed that this release is very heavy in organic matter expressed in average COD: (451.2-4608 mg / l), in nitrate (N: 4.85mg / l), in ortho phosphate (71.13 mg / L), in coliforms fecal (mean CF: 240×10^4 CFU / ml) and fecal streptococci (mean SF: 30×10^4 CFU · ml). This organic load analyzed, which is on average 2078 mg of O₂ / l for COD and 1600 mg of O₂ / l for BOD5, the treatment of this effluent by coagulation-decantation using iron sulphate Aluminum sulphate and lime gave very good results. The beneficial action on the removal of phosphorus and algae but remains incomplet towards the microbial load.

Key Word : Coagulation-flocculation, Coagulants, COD, BOD5. NO₃, P.