



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR
ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE IBN KHALDOUN TIARET
Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie
Département des Sciences de la Nature et de la Vie
Filière : Biotechnologie

Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du Diplôme de Master
Académique

Spécialité: Biotechnologie Microbienne

Présenté par : Metti Amina

Thème

*Caractérisation des eaux résiduaires de l'ENPEC et essai de leur
traitement par la boue de la STEP de Tiaret*

Date de soutenance : 09/07/2019

Devant le Jury composé de :

President: Mr. Hadj Said A.

Examineur : Mr. Sassi M.

Promotrice : Mme Rais S.

Année universitaire : 2018 /2019

Remerciements

Tout d'abord, je remercie le bon DIEU tout puissants de m'avoir donné le courage, la volonté et la patience avec toutes ses difficultés pour pouvoir réaliser ce modeste travail.

J'exprime mes vifs remerciements à Mme RAIS SANAA ma promotrice de m'avoir guidé, encouragé, conseillé et pour sa disponibilité tout au long de mon travail,

Je remercie mademoiselle ABDELLAH FATIHA, ingénieur au niveau de laboratoire de recherche d'amélioration et valorisation des productions animales locales, pour ses connaissances, pour ses conseils judicieux .

Je remercie également les membres de jury :

Mr. HADJ SAID pour avoir bien jugé ce modeste travail et accepter de faire partie de ce jury.

MR SASSI MOHAMED enseignant à l'université de Tiaret qui m'a fait un grand honneur qu'il veuille bien trouver ici et examiner notre modeste travail. Mes sentiments de respects.

Mes sincères remerciements au chef de département

Enfin, je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce mémoire

Dédicace

Tout d'abord, je dédie ce travail à ma mère qui est la plus proche de mon cœur et la plus chère du monde, je n'oublie jamais ce qu'elle a fait pour moi.

Je dédie ce modeste travail à :

- *A mon cher père.*
- *Mes aimables sœurs Fatima zohra, Aicha et Kheira ainsi que son épouse Boualem.*
- *A mes adorables frères Abdelkader et sa femme Farida, Amar et sa femme Houda, Mohamed.*
- *A mes adorables : Anfel, Moncef, Rym, Aya, Mahdi, Farouk, Fassine, Mohamed sedik, Anes, Djana, Lina.*
- *A mes amies : Fatiha, Kawthar, Fatima, Salih, Zohra, Djamilia.*
- *A mes collègues : Skram, Fatih, Sara, Imene, Aicha.*
- *A tous ceux qui me sont chers.*
- *A toute la promotion biotechnologie microbienne 2018/2019.*

Liste des abréviations

C : concentration molaire de la solution (mol/L)

C_e : concentration à l'équilibre (mg/l).

CF : coliforme fécaux

C_i : concentration initiale. (mg/l)

CT : coliforme totaux

D₀ : La teneur en oxygène (mg/l) de l'eau de dilution au début de l'essai.

D₅ : La teneur en oxygène (mg/l) de l'eau de dilution au bout de 5 jours d'incubation.

DBO : Demande Biologique en Oxygène

DCO : Demande Chimique en Oxygène

DO : la densité optique

ε : coefficient d'extinction molaire (L.mol⁻¹.cm⁻¹)

ENPEC : Entreprise Nationale des Produits de l'Électrochimie

EPA :Eau Peptonée 10 fois concentrée

EPT : Eau Peptoné tamponnée

F : Facteur de dilution choisi tel que : $0,4 T_0 \leq T_0 - T_5 \leq 0,6 T_0$.

GT : germes totaux

I : intensité de la lumière sortante.

I₀ : intensité de la lumière entrante..

L : longueur de trajet optique (cm)

MES : matière en suspension

ms : milli Siemens

nm : nanomètre

P1 : le poids du filtre avant la filtration de l'échantillon (exprimé en mg).

P2 : le poids du filtre après la filtration de l'échantillon (exprimé en mg).

Pb : plomb

pH : Potentiel d'hydrogène

Qe : quantité adsorbée à l'équilibre en mg/g

Qm : quantité fixée maximale du soluté (mg/g)

STEP : Station d'Épuration des Eaux Polluées

T0 : La teneur en oxygène (mg/l) de l'échantillon dilué au début de l'essai.

T5 : La teneur en oxygène (mg/l) de l'échantillon dilué au bout de 5 jours d'incubation.

TDS : Teneur en Sels Dissous

UCP : Unité Cobalt Platine

UV : ultra violet

V : volume de l'échantillon filtré (exprimé en Litre).

VBRL : Viole Red Bile Lactose

VF : viande foie.

TAC CaCO₃ :Titre Alcalimétrie Complet

Liste des tableaux

Tableau 1 : Matériels et produits utilisés au laboratoire.....	5
Tableau 2 : Résultats des analyses physico-chimiques des eaux usées de l'ENPEC.....	23
Tableau 3 : Les résultats bactériologiques des analyses des eaux usées de l'ENPEC.....	29
Tableau 4 : Les valeurs maximales d'élimination du Pb par la boue de la STEP.....	35
Tableau 5 : Détermination de la courbe d'étalonnage.....	44
Tableau 6: Détermination de rapport solide liquide.....	44
Tableau 7 : Étude cinétique de la variation du Ph.....	44
Tableau 8 : Étude de cinétique de fixation.....	45
Tableau 9 : Effet de la concentration initiale en polluants.....	45
Tableau 10 : Le rendement d'élimination du Pb.....	45

Listes des figures

Figure 1 : Protocole expérimental.....	7
Figure 2 : Comparaison de résultat de la température de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes.....	24
Figure 3 : Comparaison de résultat de pH de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes.....	25
Figure 4 : Comparaison de résultat de conductivité de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes.....	26
Figure 5 : Comparaison de résultat de la DBO de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes.....	26
Figure 6 : Comparaison de résultat de la DCO de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes.....	27
Figure 7 : Comparaison de résultat du plomb de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes.....	28
Figure 8 : Comparaison de résultat de la MES de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes.....	28
Figure 9 : Courbe d'étalonnage de plomb.....	30
Figure 10 : Influence de R S/L sur l'adsorption du plomb par la boue de STEP.....	31
Figure 11 : Étude cinétique de la variation du pH durant l'adsorption du Pb par la boue.....	32
Figure 12 : La cinétique de fixation de Pb par la boue de STEP, le volume de l'effluent.....	33
Figure 13 : Variation de dilution des polluants.....	34
Figure 14 : Rendement d'élimination du Pb par la boue de la STEP.....	35
Figure 15 : Résultat de recherche et dénombrement des Staphylocoques.....	46
Figure 16 : Résultat de recherche et dénombrement des <i>Clostridium sulfito-reducteurs</i> (forme sporulée et végétative).....	47

Figure 17 : Recherche et dénombrement de Vibrio-cholérique.....	47
Figure 18 : Résultat de recherche et dénombrement de Salmonella.....	48
Figure 19 : Résultat de recherche et dénombrement des coliformes totaux.....	48
Figure 20 : Résultat de recherche et dénombrement des germes totaux.....	49
Figure 21 : Résultat du dosage du plomb (les deux phases).....	51
Figure 22 : Résultat de la phase chloroformique (dosage de plomb).....	51

Sommaire

Remerciements

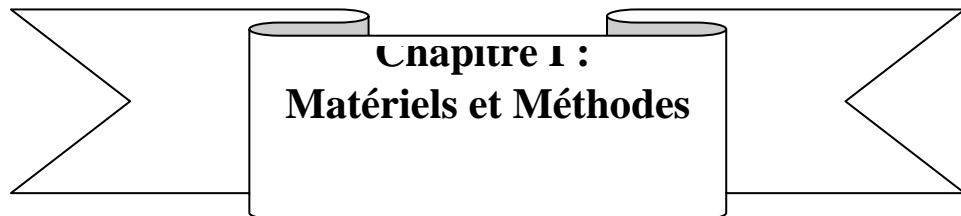
Dédicace

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction générale.....1



I.1.L'objectif de travail4

I.2.Date et lieu de travail.....4

I.3. Matériels et méthodes4

I.3.1. Présentation de la zone d'étude4

I.3.2. Matériels et produits utilisés5

1.3.2.1. Matériels biologiques5

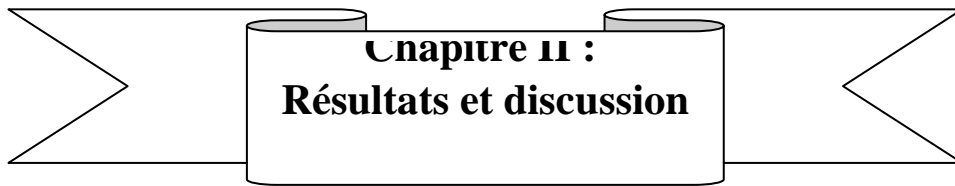
I. 3.3. Méthode d'échantillonnage et d'analyse des eaux6

I.3.3.1. Prélèvement de l'échantillon6

I.3.3.2. Conservation des échantillons.....	6
I.4. Protocole expérimental.....	7
I.5.	
Méthodes	8
I.5.1. Méthodes d'analyses bactériologiques.....	8
I.5.1.1. Les coliformes totaux (CT)	8
I.5.1.2. Les coliformes fécaux (CF)	9
I.5.1.3.	Germes
totaux	9
I.5.1.4.	<i>Clostridium sulfito-</i>
<i>reducteurs</i>	10
I.5.1.5.	
Salmonelles	10
I.5.1.5. 1. Pré enrichissement.....	10
I.5.1.5. 2. Enrichissement en milieux sélectifs liquides.....	11
I.5.1.5.	3.
Isolement.....	11
I.5.1.6. Vibrio-cholera	11
I.5.1.7.	Les
staphylocoques	11
I.5.2. Méthodes d'analyses physico chimiques	12
I.5.2.1.	Paramètres
physiques.....	12

I.5.2.1.1.		La
Couleur.....	12	
I.5.2.1.2.		
L'Odeur.....	12	
I.5.2.1.3.		Le
pH.....	12	
I.5.2.1.4. La conductivité électrique	13	
I.5.2.1.5.		La
température	13	
I.5.2.1.6. Les matières en suspension	14	
I.5.2.2. Paramètres chimiques.....	15	
I.5.2.2.1.		La
DBO.....	15	
I.5.2.2.2.		
DCO.....	16	
I.5.3. Protocole de dosage du plomb par spectrophotométrie	18	
I.5.3.1. Préparation des solutions de dithizone.....	18	
I.5.4.	Spectrophotomètre	UV-visible
.....	18	
I.5.5. Courbe d'étalonnage	19	
I.5.6.Rapport		solide /liquide
(S/L)	19	
I.5.7. Étude cinétique de la variation du		
pH.....	19	
I.5.8. Étude cinétique (temps de contact).....	19	

I.5.9. effet de la concentration initiale en polluants.....	20
---	----



Chapitre II :
Résultats et discussion

II.1. Résultats des paramètres physico-chimiques.....	23	
II.1.1.La température.....	24	II
.1.2.Le pH	24	
II.1.3. Couleur	25	
II.1.4. Odeur	25	
II.1.5. Conductivité électrique	25	
II.1.6. DBO5	26	La
II.1.7. DCO	27	La
II.1.8. plomb	27	Le
II.1.9. MES	28	
II.2. Analyses bactériologiques	29	
II.3. Essai de traitement de l'effluent par la boue.....	29	

II.3.1.courbe d'étalonnage	29
II.3.2. Étude le rapport solide liquide	30
II.3.3. Étude cinétique de la variation du pH.....	31
II.3.4. Étude de cinétique de fixation	32
II.3.5. Effet de la concentration initiale en polluants.....	34
II.3.6. Le rendement d'élimination du Pb	34
Conclusion.....	3
8	
Références bibliographiques.....	40
Annexes.....	4
6	
Résumé	

Introduction générale

Introduction générale

L'eau est une denrée de plus en plus rare en Algérie et de moins en moins renouvelable. Elle fait actuellement l'objet d'une exploitation concurrentielle entre les besoins de la population, ceux de l'agriculture et de l'industrie qui se disputent une disponibilité limitée.

La pollution des eaux de surface et souterraines est possible par les rejets d'eaux usées tant domestiques qu'industrielles ainsi que par l'utilisation d'engrais et de pesticides en agriculture. La pollution constitue à court terme, un risque de pénurie d'eau accentuée ce qui impose la nécessité de protéger cette ressource contre toute altération et utilisation irrationnelle [1].

Les métaux lourds sont des polluants engendrés par l'activité humaine qui ont un fort impact toxicologique. Certains métaux sont des éléments nutritifs essentiels, d'autres connus comme étant toxiques. Les métaux toxiques sont nombreux, mais on peut citer surtout le chrome, le cadmium, le plomb et le mercure. Ils ont des impacts sur les végétaux, les produits de consommation courante et sur l'homme [2].

L'utilisation des adsorbants capables de piéger ces micropolluants est intéressante afin de diminuer le degré de pollution des eaux contaminées. Un certain nombre de travaux a étudié l'utilisation de biosorbant, bon marché et efficace, comme alternatif ou procédé complémentaire aux techniques existantes comme la précipitation chimique, la filtration, échange ionique, le traitement électrochimique, les procédés membranaires, l'adsorption sur du charbon actif, l'évaporation ...etc. ces techniques ont montré leurs limites comme l'inefficacité à faible concentration, leur coût élevé et la genèse de grandes quantités de boues secondaires [3, 4, 5].

L'adsorption est l'une des techniques faciles à mettre en œuvre, elle est largement utilisée pour le traitement des eaux. La recherche des adsorbants alternatifs et efficaces à faible coût, de préférence issus des substances naturelles et déchets locaux a été mise à l'étude par plusieurs chercheurs [6,7].

Dans ce contexte s'inscrit notre étude qui a pour objectif le traitement de l'eau usée de l'ENPEC riche en plomb par la boue de la STEP de la wilaya de Tiaret.

Cette étude est structurée en deux chapitres :

Ce travail comporte deux chapitres essentiels :

Introduction générale

- Le 1^{er} chapitre ; est consacré à la description de la zone d'étude d'une part et d'autre part, le matériel et méthodes qui décrivent la stratégie expérimentale adoptée.
- Le 2^{eme} chapitre : regroupe l'ensemble des résultats obtenus, leurs interprétations.

Enfin, nous finirons notre étude par une conclusion générale qui résume les principaux résultats.

Chapitre I :

Matériels et
Méthodes

I.1. Les objectifs du travail

Notre objectif est de faire une étude sur les caractérisations physico- chimiques et bactériologiques des eaux usées de l'entreprise nationale des produits de l'électrochimie « ENPEC - Sougueur » et étudier la capacité d'une boue résiduaire sèche de la STEP de Tiaret à épurer l'effluent de cette industrie.

I.2. Date et lieu de travail

Cette étude a été réalisée au sein du laboratoire d'amélioration et Valorisation des productions animales Locales ; et au sein de laboratoire de Microbiologie de l'institut des sciences vétérinaire de l'Université Ibn Khaldoun de Tiaret ainsi que le laboratoire ENPEC Sougueur durant la période allant du 27 février au 20 juin 2019.

I.3. Matériels et méthodes

I.3.1. Présentation de la zone d'étude

L'entreprise nationale des produits de l'électrochimie (ENPEC) : C'est une entreprise nationale implantée au niveau de 3 wilayas sur le territoire national Alger, (Oued smar), Sétif (El hassi) et Tiaret (Sougueur). L'unité de Sougueur c'est une unité d'accumulateurs à une activité de production des batteries de démarrages (électrochimiques).

Le processus de fabrication est accompagné des rejets de différentes catégories qui se sont cités comme suit :

- Solides : contenant les grilles, des plaques rebutées par le processus, les scories et les batteries rejetées ou récupérées de l'extérieur.
- Poussières : contenant l'oxyde de plomb provenant de la manutention et la manipulation des plaques.
- Vapeurs : contenant l'acide sulfurique provenant des opérations de formation des batteries.
- Eau : contenant des poudres de plomb provenant essentiellement du lavage de l'empâteuse [8].

I.3.2. Matériels et produits utilisés**1.3.2.1. Matériels biologiques**

La boue de STEP de la wilaya de Tiaret.

Le tableau suivant présente les matériels et les produits utilisés.

Tableau 1 : Matériels et produits utilisés au laboratoire

Verrerie	Appareillage	Milieu de culture	Réactifs	autre matériel
-Burettes	-Spectrophotomètre OPTIZEN 1412 V	-Gélose Nutritive	-Acide Nitrique	-tamis 150µm
-pipettes pasteur	-balance OHAUS	-Gélose Hektoen	-Acide Sulfurique	-papier filtre
-éprouvette	-Bec benzène	-Gélose GNAB	-Pbcl ₂	-Chronomètre
- fiole	-Bain marie GFL	-Gélose Chapman	(Chlorure de Pb)	-micropipette
- Becher	-Réfrigérateur	-Gélose VF(Viande Foie)	-Ammoniaque	-barreau magnétique
-boite Petrie	Star light	-Gélose VRBL	de Sodium	-coton
-ampoule à décanté	-pH mètre	(Viole RedBile Lactose)	-Chloroforme	- cuves pour spectrophoto- mètre
	-Conductimètre	-rappaport vassiliadis	-Cyanure de Potassium	
	-Thermomètre	-milieu sélénite	-Citrate d'ammonium	
	-Oxymètre	cystine	-Chlorhydrate d'hydroxylamine	
	-DBO mètre		-Eau Peptonée Tamponnée (EPT)	
	-Balance analytique OHAUS		-EPA	
	-Agitateur MINI MR1 basic KIKA labortechnik		-Eau distillée	
	-Etuve HERAEUS		-Eau bidistillée	

-Four à moufle

-La Dithizone

HERAEUS

I. 3.3. Méthode d'échantillonnage et d'analyse des eaux

I.3.3.1. Prélèvement de l'échantillon

La première étape de la partie expérimentale, s'intéresse au dépistage de la pollution. Cette étape doit être réalisée avec soin pour éviter toute perturbation des caractéristiques physico-chimiques et bactériologiques de l'eau à analyser. L'échantillon doit être homogène et représentatif de l'ensemble de l'eau ciblée par l'analyse.

Pour prélever un échantillon, il est recommandé d'utiliser un flacon en verre, de le maintenir stérilisé, de l'introduire sous la surface de l'eau à 15 – 30 cm en dessous du niveau de l'eau puis retirer le bouchon pour remplir le flacon afin d'éviter toute sorte de contamination de l'échantillon.

Au cours du prélèvement il existe des analyses effectuées sur site telle que le pH, la température, la conductivité électrique etc. Ses paramètres analysés sur site suite à la disponibilité du matériels électroportatifs (pH mètre, thermomètre et Conductimètre...).

I.3.3.2. Conservation des échantillons

Il faut garder les échantillons dans une mallette isotherme de température entre 0° et 4°C jusqu'à leur arrivée au laboratoire dans un délai qui ne dépasse pas les 24 heures.

I.4. Protocole expérimental

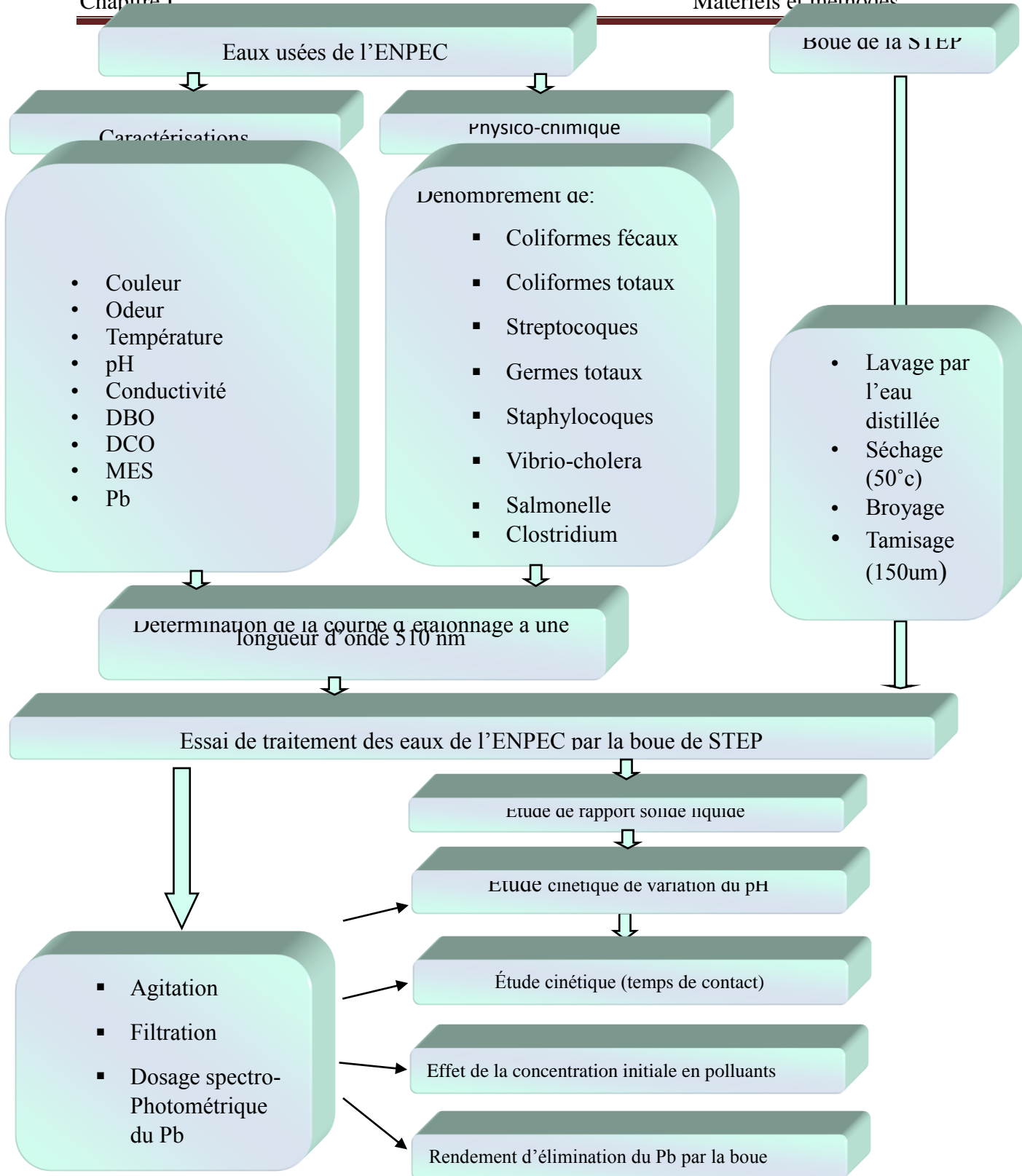


Figure 1 : Protocole expérimental

I.5. Méthodes

I.5.1. Méthodes d'analyses bactériologiques

L'échantillon prélevé a subi des analyses bactériologiques qui ont consisté à la recherche et dénombrement de certains germes indicateurs de contamination tels que les Coliformes totaux et fécaux, les Streptocoques, *Clostridium*, germes totaux, Vibrio-cholérique et Salmonella..

I.5.1.1. Recherche et dénombrement des coliformes totaux (CT)

Les coliformes sont des bâtonnets, anaérobies facultatifs, gram (-) permettant l'hydrolyse du lactose à 35°C [9].

Les coliformes regroupent les genres *Echerichia*, *Citrobacter*, *Entérobacter*, *Klébsiella*, *Yersinia*, *Serratia* [10].

La recherche et le dénombrement de l'ensemble des coliformes (fécaux et totaux), sans préjuger de leur appartenance taxonomique et de leur origine, est capital pour la vérification de l'efficacité d'un traitement désinfectant et est d'un intérêt nuancé pour déceler une contamination d'origine fécale [11].

✓ Mode opératoire

- trois boîtes de Pétri, d'un diamètre de 90 mm, reçoivent chacune 1 ml de chaque dilution
(10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3}) de notre échantillon d'eau à analyser.
- Marquer sur chaque boîte de Pétri le numéro d'enregistrement de l'eau de l'ENPEC, la température d'incubation et la dilution.
- Faire fendre la gélose VRBL
- Après refroidissement de la gélose, couler la gélose aseptiquement dans les boîtes de Pétri contenant les dilutions.
- Agiter doucement par un mouvement circulaire pour assurer un mélange homogène de l'eau avec la gélose sans faire des bulles.
- Laisser refroidir sur un plan parfaitement horizontal.
- Incuber les boîtes pendant 24 à 48 h à température 37 °C.

I.5.1.2. Recherche et dénombrement des coliformes fécaux (CF)

Les coliformes fécaux, ou coliformes thermo-tolérants, sont un sous-groupe des coliformes totaux capables de fermenter le lactose à une température de 44°C. Ce sont des bâtonnets Gram (-), aérobies et facultativement anaérobies ; on les désigne souvent sous le nom d'*Escherichia coli* bien que le groupe comporte plusieurs souches différentes [12], [13].

La recherche et le dénombrement des coliformes fécaux sont un examen proposé en raison d'une concordance statistique entre leur présence et l'existence d'une contamination fécale quasi certaine [12].

✓ **Mode opératoire**

On suit les mêmes étapes de la recherche des coliformes totaux sauf la température de l'incubation qui est de l'ordre de 44°C.

I.5.1.3. Germes totaux

Cette méthode Consiste à une estimation du nombre total des germes présents dans l'eau.

➤ **Mode opératoire**

- Trois boites de Pétri, d'un diamètre de 90 mm, reçoivent chacune 1 ml de la dilution 10^{-1} , 10^{-2} , 10^{-3} .
- Marquer sur chaque boite de pétri le numéro d'enregistrement de l'eau de l'ENPEC, la température d'incubation et la dilution.
- Faire fendre la gélose nutritive.
- Lorsque la gélose est refroidie, couler la aseptiquement dans les boites de Pétri contenant les dilutions.
- Agiter doucement par un mouvement circulaire pour assurer un mélange homogène de l'eau avec la gélose sans faire des bulles.
- Laisser refroidir sur un plan parfaitement horizontal.
- Incuber les boites de chaque dilution à 37 °c pendant 72 heures.

I.5.1.4. Recherche et dénombrement des *Clostridium sulfito-réducteurs*

Il ya deux formes : sporulé et végétative:

➤ **Mode opératoire**

Dans un tube à essai stérile on met 5 ml de l'échantillon (eau usée de l'ENPEC), on le chauffe à température de 90°C pendant 10 min et on le refroidit rapidement (effectuer un choc thermique) et le remplit de Gélose VF fondue et maintenu à 45 °C puis on ajoute 0.5 ml de Sulfite de Sodium et quelques gouttes d'Alun de Fer ensuite on mélange soigneusement sans faire des bulles d'air et incuber le tube à 44°C pendant 24h.

Concernant la recherche de la forme végétative on suit le même protocole précédant mais sans chauffer notre échantillon.

I.5.1.5. Recherche et dénombrement des Salmonelles

Les Salmonelles appartiennent à la famille des Entérobacteriaceae qui sont des bacilles à Gram négatif, anaérobie facultatif, habituellement mobiles grâce à une ciliature péritriche, mais des mutants immobiles peuvent exister [14].

Les Salmonelles sont en général considérées comme pathogènes bien que leur virulence et leur pathogénèse varient énormément : fièvres typhoïdes, salmonelloses systémiques, gastro-entérites, toxi-infections alimentaires. Les hôtes naturels des salmonelles sont la population humaine, les animaux domestiques, les volailles et le bétail ainsi que les animaux sauvages, y compris les oiseaux communs. Les humains et les animaux peuvent éliminer dans les selles des salmonelles non seulement en cas de maladie mais aussi en tant que porteurs asymptomatiques [14].

➤ **Mode opératoire**

I.5.1.5. 1. Pré-enrichissement

Mettre dans un flacon contenant 225 ml de l'eau peptonée tamponnée 10 ml d'échantillon d'eau de L'ENPEC, incuber les bouillonsensemencés à 37 °C pendant 18 au 24 heures.

Cette méthode permet de la multiplication des salmonelles et autres bactéries.

I.5.1.5. 2. Enrichissement en milieux sélectifs liquides

Introduire 1 ml du bouillon de pré-enrichissement dans un tube contenant de 9 ml de bouillon rapport vassiliadis et incuber à 45°C pendant 24heures.

On suit les mêmes étapes pour le milieu sélénite cystine et incuber à 37°C pendant 24 heures

I.5.1.5. 3. Isolement

À partir de bouillon d'enrichissement, effectuer un ensemencement sur le milieu sélectif Hektoon par des stries de quelque centimètres et des stries perpendiculaires jusqu'au bout de la boîte Pétri.

Les boîtes sont incubées à 37 °C pendant 24 heures.

Après l'incubation si les colonies sont incolores avec ou sans centre noir on suspecte la présence de Salmonella.

I.5.1.6. Recherche et dénombrement de Vibrio-cholérique

Est une bactérie à gram négatif, en forme de bâtonnet incurvé, mobile et responsable chez l'homme du Choléra (une maladie épidémique contagieuse).

➤ **Mode opératoire**

- ensemencer un flacon de bouillon EPA avec 50 ml d'eau de l'ENPEC.
- Incuber à 37°c pendant 24 h.
- faire le repiquage dans un milieu GNAB.
- Incuber à 37°c pendant 24 h.

1.5.7. Recherche et dénombrement des staphylocoques

➤ **Mode opératoire**

- Dans une boîte de Pétri, d'un diamètre de 90 mm, contenant le milieu Chapman on fait l'ensemencement par étalement de 0.1 ml de notre échantillon d'eau à analyser.
- Incuber la boîte à 37 °c pendant 24 heures.

I.5.2. Méthodes d'analyses physico chimiques

I.5.2.1. Paramètres physiques

I.5.2.1.1. La Couleur

la détermination de la couleur de l'eau se fait par un examen visuel.

I.5.2.1.2. L'odeur

Pour comprendre l'origine des goûts et des odeurs dans l'eau potable, l'approche traditionnelle consiste en une enquête systématique des sources chimiques et biologiques et des réactions chimiques qui sont réputées causées ces problèmes [15].

I.5.2.1.3. Le pH

➤ Détermination du pH

Il est utilisé pour exprimer le degré d'ionisation de l'eau. C'est la mesure de la concentration en ions Hydronium (H_3O^+) provenant de la dissociation des molécules d'eau en proton H^+ . Il contrôle les vies aquatiques et régule le processus d'épuration dans les plans d'eau. Le pH dans l'eau naturelle varie entre 6,6 et 7,8 [16].

➤ Mode opératoire

Le pH a été mesuré à l'aide d'un pH mètre.

- ✓ Allumer l'appareil.
- ✓ Rincer avec l'eau distillée et sécher avec chiffon propre.
- ✓ Collecter l'échantillon dans un récipient propre.
- ✓ Passer l'échantillon et lire le résultat.

I.5.2.1.4. La conductivité électrique

➤ Détermination de La conductivité électrique

La conductivité permet d'estimer le degré de minéralisation d'une eau, elle est liée à la force ionique. Elle est proportionnelle à la teneur en sels dissous (TDS). Elle s'exprime en micro siemens par centimètre ($\mu S/cm$) [17].

➤ Mode opératoire

- ✓ La conductivité électrique est mesurée à l'aide d'un conductimètre.

- ✓ Collecter l'échantillon dans un récipient propre.
- ✓ Rincer plusieurs fois la cellule à conductivité.
- ✓ Plonger l'électrode successivement dans l'échantillon à mesurer.
- ✓ Attendre la stabilité de la valeur sur l'écran pour lire le résultat.

I.5.2.1.5. La température

➤ Détermination de La température

La température influence beaucoup de phénomènes physico-chimiques tels que le pouvoir auto-épurateur d'une eau polluée, la solubilité des gaz, la conductivité et le pH [18].

➤ Mode opératoire

On mesure La température à l'aide du thermomètre, elle est exprimée en degré Celsius « C° ».

- ✓ Collecter l'échantillon dans un récipient propre.
- ✓ Rincer plusieurs fois le thermomètre.
- ✓ Plonger le thermomètre dans le récipient.
- ✓ Après la lecture de la température, enregistrer les valeurs de la température dans la fiche d'échantillonnage (Le résultat est donné directement en °C).

I.5.2.1.6. Les matières en suspension

➤ Détermination des matières en suspension

Ce sont des substances minérales ou organiques insolubles d'origines diverses. Suivant leur densité et les caractéristiques du milieu récepteur, elles évaluent la répartition de la charge polluante entre la pollution dissoute et la pollution sédimentée [19].

Elles sont exprimées en mg/l.

➤ Mode opératoire

- ✓ Peser le papier filtre à l'aide d'une balance de précision.

- ✓ Faire passer l'échantillon de volume connu 100 ml.
- ✓ Incuber le papier filtre dans l'étuve à 105° C.
- ✓ Peser à nouveau le filtre jusqu'à la stabilisation du poids.
- ✓ Quantité des matières en suspension est obtenue par l'expression suivante :

$$\text{MES (mg/l)} = (\text{P2-P1}) / \text{V}$$

P1 : le poids du filtre avant la filtration de l'échantillon (exprimé en mg).

P2 : le poids du filtre après la filtration de l'échantillon (exprimé en mg).

V : le volume de l'échantillon filtré (exprimé en litre).

- ✓ **Calcination** : c'est une étape pour déterminer les matières en suspension minérale et organique.
 - Peser la capsule 1 vide.
 - Peser le papier filtre qui contient la matière en suspension.
 - Mettre le papier filtre dans la capsule 1 et entrer à l'étuve à 550°C pendant 5 heures.
 - Peser la capsule 2 vide.
 - Peser le papier filtre vide de même poids du 1^{er}.
 - Mettre le papier filtre dans la capsule 2 et faire entrer à l'étuve à 550°C pendant 5 heures.
 - Peser les deux capsules.

La matière en suspension organique est obtenue par l'expression suivante :

$$\text{MES organique} = \text{MES totale} - \text{MES minérale}$$

I.5.2.2. Paramètres chimiques

I.5.2.2.1. La DBO

➤ Détermination de la DBO

C'est la quantité d'oxygène nécessaire aux microorganismes vivants pour assurer l'oxydation et la stabilisation des matières organiques présentes dans l'eau usée. Par convention, la DBO est la valeur obtenue après 5 jours d'incubation : DBO5. L'essai normalisé prévoit un ensemencement microbien à l'aide d'eau usée domestique, d'une eau de rivière ou d'un effluent de station et une incubation à 20°C. Dans le cas des eaux usées industrielles, l'ensemencement microbien, la durée d'incubation, la toxicité et la nitrification sont des facteurs pouvant influencer la DBO et doivent par conséquent être particulièrement pris en considération [20].

➤ Mode opératoire

- ✓ Préparer l'eau de dilution par le mélange de 5 ml de la solution phosphates + 10 ml de la solution saline (les deux solutions sont préparées précédemment) + 1 L d'eau distillée,
- ✓ Aérer la solution obtenue pendant 3 heures jusqu'à ce qu'elle contienne environ 8 mg/l d'oxygène en prenant toutes précautions utiles pour ne pas la contaminer par l'addition de matières organiques ou de métaux. Le jour de l'utilisation, ajouter 5 ml d'eau d'ensemencement à cette solution,
- ✓ Diluer l'échantillon avec de l'eau de dilution. Le rapport de dilution est celui indiqué par la mesure de l'oxydation au permanganate,
- ✓ Vérifier que le pH obtenu est compris entre 6 et 8 avant d'ajuster le volume, amener le pH à une valeur voisine de 7 (la neutralité) par l'addition d'acide sulfurique ou de soude (NaOH),
- ✓ Doser l'oxygène dissous dans le mélange,
- ✓ Remplir complètement un flacon en verre à colle rodée avec ce mélange en veillant à ce qu'il ne reste aucune bulle d'air à l'intérieur,
- ✓ Pratiquer un essai témoin en dosant l'oxygène dissous dans l'eau de dilution, conserver les flacons à 20° C ± 1° C dans l'obscurité, mesurer l'oxygène dissout subsistant au bout de 5 jours.

La DBO5 égale à :

$$DBO5 \text{ (mg d'oxygène/l)} = F (T0 - T5) - (F - 1) (D0 - D5)$$

T0 : La teneur en oxygène (mg/l) de l'échantillon dilué au début de l'essai.

T5 : La teneur en oxygène (mg/l) de l'échantillon dilué au bout de 5 jours d'incubation.

D0 : La teneur en oxygène (mg/l) de l'eau de dilution au début de l'essai.

D5 : La teneur en oxygène (mg/l) de l'eau de dilution au bout de 5 jours d'incubation.

F : Facteur de dilution choisi tel que : $0,4 T_0 \leq T_0 - T_5 \leq 0,6 T_0$.

I.5.2.2.2. DCO

➤ Détermination de la DCO

C'est la quantité d'oxygène consommée par les matières existantes dans l'eau et oxydables par voie chimique dans les conditions opératoires définies [21]. En fait, la mesure correspond à une estimation des matières oxydables présentes dans l'eau, qu'elles soient d'origine organique ou minérale (chlorure, sulfure, fer ferreux, nitrite et ammoniac). La DCO est la fonction des caractéristiques des matières présentes, de leurs proportions respectives et des possibilités de l'oxydation.

➤ Mode opératoire

- ✓ Introduire 10 ml d'échantillon dans le tube à réaction,
- ✓ Ajouter 5 ml de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) et quelques billes de verre afin de régulariser l'ébullition,
- ✓ Ajouter lentement 15 ml de sulfate d'argent (Ag_2SO_4) en milieu sulfurique,
- ✓ Installer le tube à réaction dans le porte-tubes et mettre l'ensemble dans le bloc chauffant,
- ✓ Connecter correctement le réfrigérant à air au tube à réaction,
- ✓ Enclencher l'interrupteur en position 1,
- ✓ Vérifier sur l'afficheur que le chiffre inscrit sous « PR » est 1 (c'est-à-dire le programme n°1 composé de : palier n°1 à 150° pendant 30 mn et palier n°2 à 170° pendant 60 mn.
- ✓ Démarrer l'analyse en appuyant sur « R/S ».
- ✓ A la fin de l'analyse, l'appareil émettra une alarme, appuyer alors sur « R/S »

- ✓ Sortir le porte-tubes et le poser sur le support de refroidissement.
- ✓ Attendre 15 mn et rincer le réfrigérant toujours connecter au tube à réaction avec 75ml d'eau distillée.
- ✓ Laisser refroidir jusqu'à une température ambiante.
- ✓ Transvaser ensuite le contenu du tube à réaction dans un erlenmeyer de 500 ml et doser par le sel de Mohr $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ à 0,12 moles/l en présence de 2 gouttes de ferroïne.
- ✓ Un essai à blanc est réalisé dans les mêmes conditions de travail que l'échantillon en remplaçant l'échantillon par l'eau distillée.

$$\text{DCO (mg d'oxygène /l)} = [8000 \times T \times (V_2 - V_1)]/\text{PE}$$

T : Titre de sel de Mohr.

V1 : Volume de burette de l'échantillon.

V2 : Volume de burette de l'essai blanc.

PE : Prise d'essai échantillon.

I.5.3. Protocole de dosage du plomb par spectrophotométrie

L'analyse spectrophotométrique est basée sur l'intensité de la coloration de la solution due à la présence d'un complexe coloré de l'ion en question.

La détermination des quantités de plomb est réalisée à l'aide d'un réactif spécifique qui permettra de colorer la solution et d'en mesurer l'absorbance. Pour le plomb, le réactif en question est la dithizone, c'est une méthode rapide convenable pour le dosage de quantités déjà assez importantes. Elle donne avec l'ion Pb^{2+} un complexe rouge (dithizonate de plomb) extractible par le chloroforme.

I.5.3.1. Préparation des solutions de dithizone

La préparation des solutions de dithizone sont faites selon les méthodes décrites par W.I. Stephene (1988) pour le dosage des métaux lourds.

➤ **Mode opératoire**

○ **Solution chloroformique de dithizone**

On dissout 0.1 g de dithizone dans 100 cm³ de chloroforme. La solution est gardée à l'abri de la lumière et de la chaleur[37].

○ **Solution aqueuse de dithizone**

Dans une ampoule à décanter, on mélange 6 cm³ de dithizone chloroformique avec 10 cm³ d'ammoniaque (0.5 M). On élimine la phase chloroformique (partie inférieure) et on filtre la phase aqueuse qui sera gardée à l'abri de la lumière et de la chaleur[37].

I.5.4. Spectrophotomètre UV-visible

C'est une technique analytique quantitative repose sur la colorimétrie. Le principe est d'analyser l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée en solution à une longueur d'onde précise.

Les spectrophotomètres UV/ visible permettent d'obtenir le spectre des composés examinés sous la forme d'un tracé de l'absorbance en fonction des longueurs d'onde. Le principe des spectrophotomètres est basé sur la loi de BEER-LAMBERT exprimé ci-dessous :

$$A=DO = \log (I_0/I) = \epsilon.L.C$$

A: l'absorbance ou densité optique.

DO : la densité optique.

I₀ : intensité de la lumière entrante.

I : intensité de la lumière sortante.

ε : coefficient d'extinction molaire (L.mol⁻¹.cm⁻¹)

L : longueur de trajet optique (cm).

C : concentration molaire de la solution (mol/l).

I.5.5. Courbe d'étalonnage

Il est nécessaire de tracer la courbe d'étalonnage DO=f(c) dans des conditions où la loi de Béer Lambert est vérifiée pour montrer l'évolution de l'absorbance de plusieurs solutions à des concentrations connues de plomb (0 ; 2.5 ; 5 ; 7 µg/l) en se plaçant à la longueur d'onde 510nm.

I.5.6.Rapport solide /liquide (S/L)

Pour étudier l'influence du rapport solide liquide sur l'adsorption du plomb par la boue de la STEP, en utilisant 100 ml de l'eau usée de l'ENPEC avec 3 masses de boue (50, 100,200 mg)sous agitation à une température ambiante de 25 °c , le matériau est complexé par la dithizone et lire au spectrophotomètre à 510 nm.

I.5.7. Étude cinétique de la variation du pH

On mélange 50 ml de l'eau de l'effluent avec 50 mg de la boue de la STEP de Tiaret, puis on observe les variations de pH pendant 2 heures (de 1 à 130 min)

I.5.8. Étude cinétique (temps de contact)

La cinétique d'adsorption est l'étude de l'évolution de l'adsorption au cours du temps. Elle est réalisée dans des conditions opératoires suivantes : à une température de 25°C, 400 ml d'une solution de l'effluent brut et mise en suspension avec une quantité de boue égale à 200, 400 mg, les mélanges sont agités pendant des durées variables allant de 1 min à 120 min, les concentrations du plomb sont dosées à 510 nm.

La quantité fixée est déterminée par la relation suivante :

$$Q_e = (c_i - c_e) \times v/m$$

Q_e : quantité fixée à l'équilibre en (mg/g)

c_i : concentration initiale de l'adsorbat en (mg/l)

c_e : concentration résiduelle (à l'équilibre) de l'adsorbat en (mg/l)

v : le volume de la solution (L)

m : masse de biosorbant en (g)

Le rendement d'élimination des colorants est défini par :

$$R\% = \frac{c_i - c_t}{c_i} \times 100$$

Ou :

c_i : Concentration initiale du Pb testé en (mg/l).

c_t : Concentration initiale du Pb testé à l'instant (t) en (mg/l).

R : Le pourcentage de la quantité du Pb fixé.

I.5.9. effet de la concentration initiale en polluants

Pour faire varier la concentration des polluants, nous avons procédé à une dilution de l'effluent (1, 1/2, 1/4, 3/4). L'opération est effectuée à une température ambiante et à pH acide et quantité de boue égale à 25 mg.

Chaque solution est portée à une agitation pendant 2 h à vitesse de 120 tr/min ensuite prendre des ampoules à décanter et mettre dans chaque ampoule 50 ml de l'échantillon

de mélange de chaque bécher et ajouter (1 ml d'hexamétaphosphate de sodium; 1ml de chlorhydrate d'hydroxylamine ;30 ml de solution alcaline cyanurée ; 0,5 de solution aqueuse de Dithizone ;10 ml de chloroforme) , bien mélanger pendant 1 minute puis laisser les deux phase se séparer ,Sécher le tube de l'ampoule à décanter puis insérer du coton, éliminer la solution chloroformique et lire à 510 nm au spectrophotomètre

Chapitre II :

Résultats et
discussion

II.1. Résultats des paramètres physico-chimiques

Le prélèvement d'eau a été fait le 27/02/2019 au niveau de l'unité ENPEC sougueur avant traitement.

Les résultats physico-chimiques des eaux usées de l'ENPEC sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau 2 : Les résultats des analyses physico-chimiques des eaux usées de l'ENPEC avant traitement.

Paramètres	Résultats	Normes	
		Algériennes *	Unité
Température	14.2	30	°C
pH	2.7	6,5 à 8,5	pH
Couleur	Gris- bleuâtre	Sans	/
Odeur	Désagréable	Sans	/
Goût	Désagréable	Sans	/
Conductivité	2960	1000	mS/cm
DBO	12	35	mg/l
DCO	32.5	120	mg/l
Pb	3.55	0.5	mg/l
MES	25	35	mg/l
Turbidité	0.29	-	NTU
TDS	41.5	-	mg/l
Sal	0.1	-	%
TAC CaCO ₃	24	-	mg/l

Bicarbonates	00	-	mg/l
Dureté totale	4	-	mg/l
calcium	3.40	-	mg/l
Magnésium	14.18	-	mg/l
Chlore	16.23	-	mg/l
Sulfates	13.3	-	mg/l
Nitrates NO₃	0.44	-	mg/l
Nitrites NO₂	0.01	-	mg/l
Ammonium NH₄	0.44	-	mg/l

*Valeurs limitées des paramètres de rejets d'effluents liquides industriels selon le journal officiel de la république algérienne N° 26, 2006

II.1.1.La température

D'après la **figure 2** on remarque que la température des eaux usées de l'ENPEC est inférieur aux normes peut être attribué au contact direct avec l'air froid.

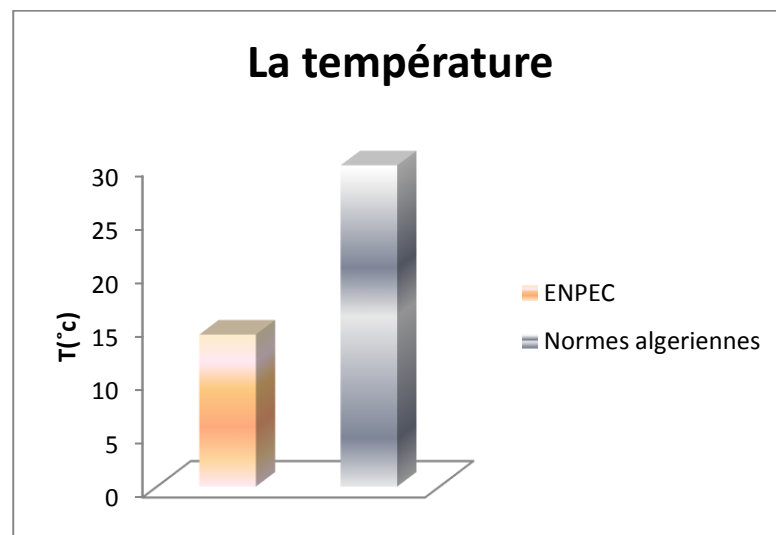


Figure 2 : Comparaison de résultat de la température de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes

II.1.2. Le pH

Selon les résultats d'analyses physicochimique on constate que le pH de l'eau usée de l'ENPEC est très acide (pH= 2.7), ce résultat est plus faible que les normes algériennes qui indique une valeur de pH varie entre 6.5-8.5, cette acidité de l'eau usée de l'ENPEC peut être due à la présence de l'acide sulfurique qui est utilisé sous divers densités dans la fabrication :

H₂SO₄ d=1,28 utilisé pour le remplissage de la batterie.

H₂SO₄ d=1,33 utilisé pour le lavage de batterie.

H₂SO₄ d=1,40 utilisé dans la préparation de la pâte.

H₂SO₄ d=1,05 utilisé pour former les plaques de la batterie.

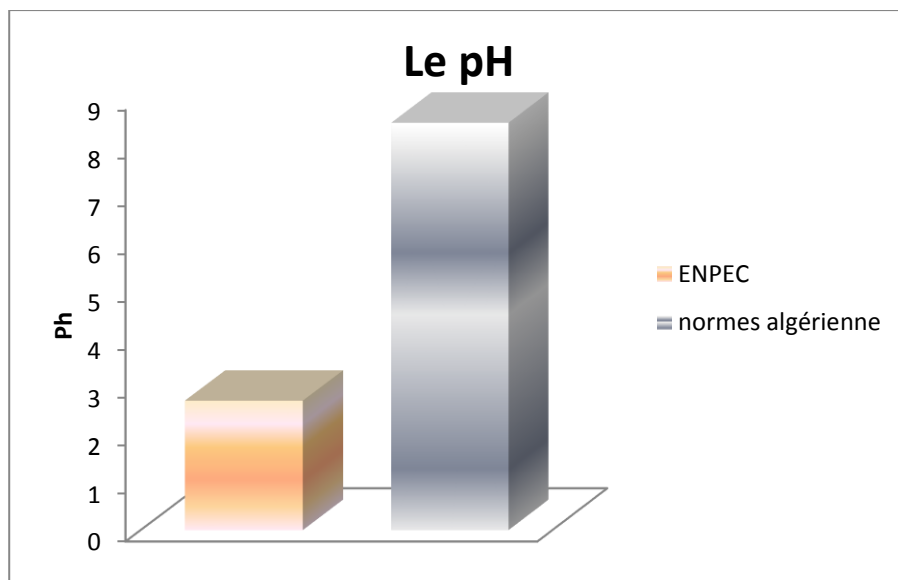


Figure 3 : Comparaison de résultat de pH de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes

II.1.3. Couleur

Nous remarquons une couleur grise bleuâtre de l'eau usée de l'ENPEC à cause de la contamination par des particules du plomb.

II.1.4. Odeur

L'eau usée de l'ENPEC a une odeur désagréable à cause de la présence de plusieurs composants tels que les sels dissous et les métaux lourds comme le plomb, aussi le chlore et d'autres molécules organiques issus de bactéries ou algues, qui causent cette odeur désagréable.

II.1.5. Conductivité électrique

D'après la **figure 4** la conductivité de l'eau usée de l'ENPEC est très élevée et supérieure aux normes elle est due à l'accumulation des ions de divers composants à travers toute l'opération de fabrication.

Le courant électrique est transporté par les ions de la solution, la conductivité augmente lorsque la concentration des ions augmente [22].

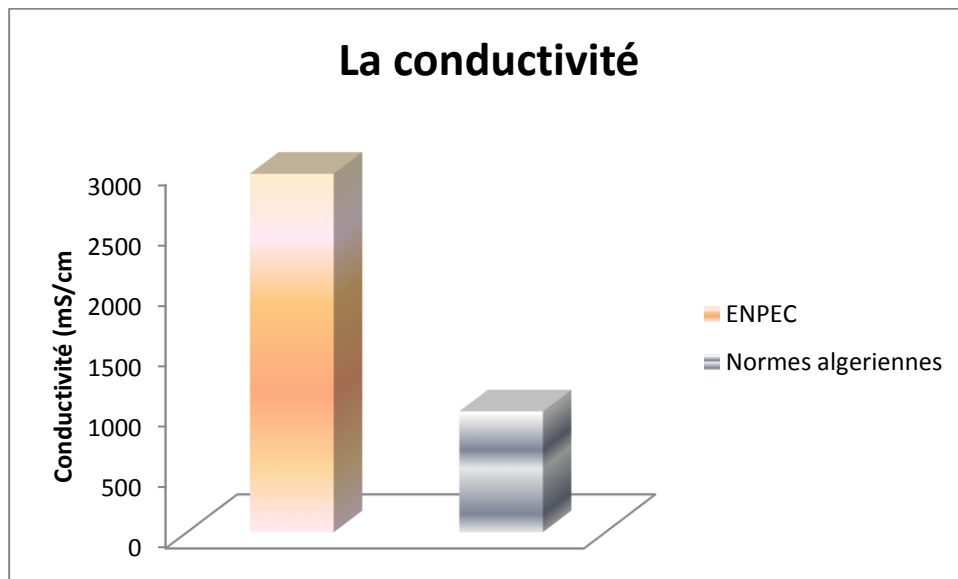


Figure 4 : Comparaison de résultat de la conductivité de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes

II.1.6. La DBO5

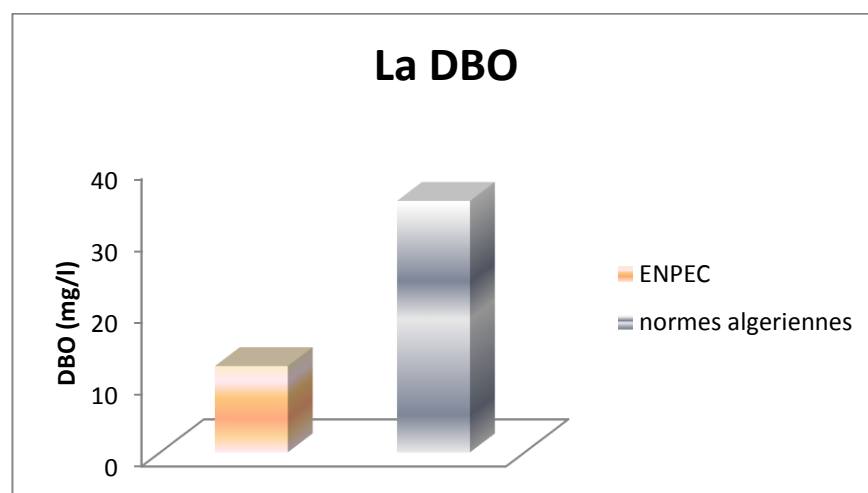


Figure 5 : Comparaison de résultat de la DBO de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes

La DBO c'est la quantité d'oxygène nécessaire pour oxyder les matières organiques (biodégradables) par voie biologique (oxydation des matières organiques biodégradables par des bactéries).

La toxicité et la nitrification sont des facteurs pouvant influencer la DBO et doivent par conséquent être particulièrement pris en considération. La DBO est le meilleur indicateur de pollution organique.

Selon les résultats obtenus (**figure 5**) la DBO de l'eau usée de l'ENPEC est inférieure aux normes à cause de la charge élevée des matières toxiques.

II.1.7. La DCO

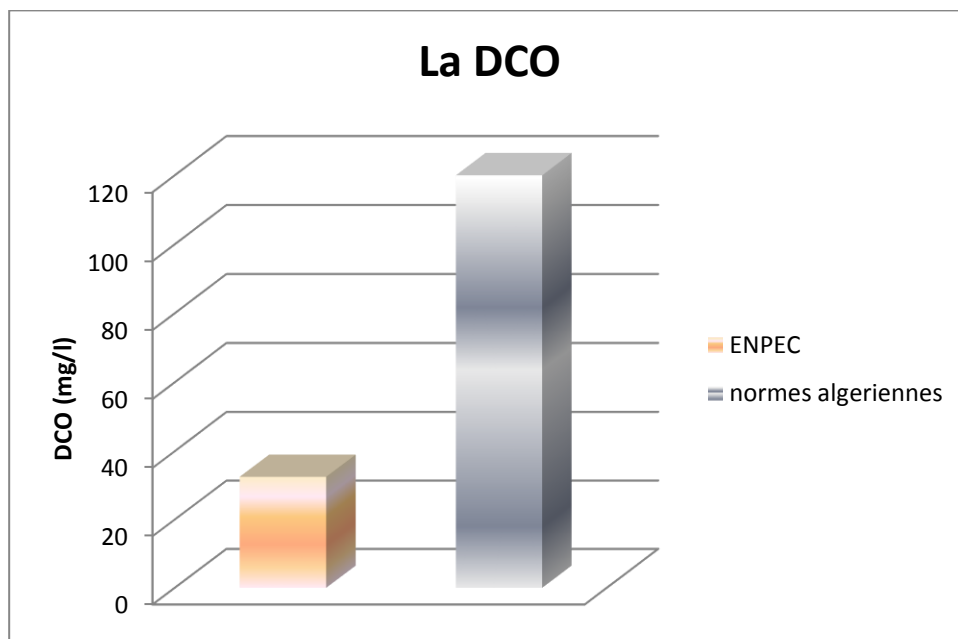


Figure 6 : Comparaison de résultat de la DCO de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes

La DCO est influencée en fonction des caractéristiques des matières présentes, de leurs proportions respectives et des possibilités de l'oxydation,

Selon la **figure 6** la DCO de l'eau de l'ENPEC est inférieure aux normes à cause d'une consommation d'oxygène dissous pour oxyder chimiquement les charges organiques dans l'eau usée.

II.1.8. Le plomb

Selon les résultats obtenus **figure 7** nous remarquons une augmentation de la concentration du plomb dans l'eau usée de l'ENPEC ceci est dû essentiellement à sa utilisation en fabrication des grilles en plomb et la formation de la pâte à l'aide de l'oxyde du plomb et l'acide sulfurique.

La contamination des eaux par le plomb présente un risque majeur pour le milieu récepteur grâce aux effets toxiques du plomb non seulement pour la nature mais aussi pour la santé des êtres vivants tel que l'homme « un taux élevé du plomb sanguin ou ce qu'on l'appelle le saturnisme [23].

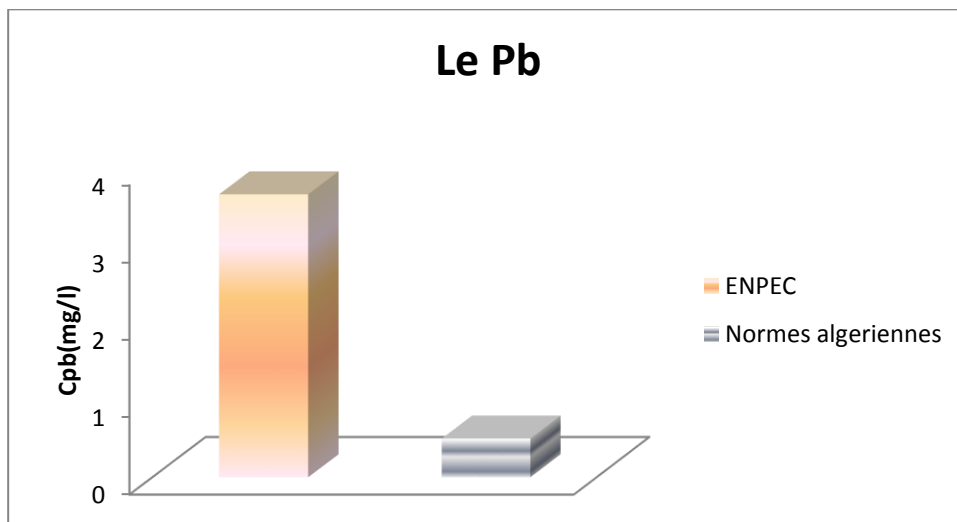


Figure 7: Comparaison de résultat du Pb de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes

II.1.9. MES

Selon la **figure 8** la matière en suspension de l'eau usée de l'ENPEC est faible et inférieure aux normes algériennes parce que les matières organiques et minérales sont présentes sous la forme dissoute dans l'eau pas en suspension.

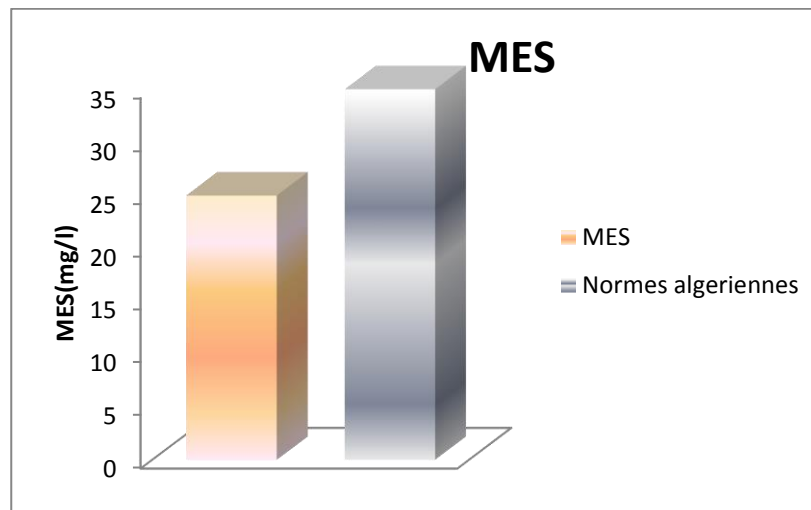


Figure 8 : Comparaison de résultat de la MES de l'eau de l'ENPEC par les normes algériennes

II.2. Analyses bactériologiques

Les résultats des paramètres bactériologiques des eaux usées de l'ENPEC sont résumés dans le tableau suivant.

Tableau 3 : les résultats bactériologiques des analyses des eaux usées de l'ENPEC avant traitement.

Micro-organismes	Eau usée de l'ENPEC
Coliformes fécaux	Absence
Coliformes totaux	Absence
Germes totaux	Absence
Staphylocoques	Absence
Vibrio-cholérique	Absence
Salmonella	Absence
<i>Clostridium</i> sulfito-réducteurs	Absence

Les résultats des analyses microbiologiques révèlent l'absence total de tout les germes à rechercher ceci peut être expliqué par l'acidité de l'eau de l'ENPEC (pH= 2.7) ce qui empêche la croissance des germes qui nécessite un pH de l'ordre de 6 à 7 pour leur développement [24].

Ces résultats peuvent être attribués aussi à la richesse de cette eau en métaux lourds qui sont toxiques pour les germes bactériens et inhibent leur développement et croissance. [25].

II.3. Essai de traitement de l'effluent par la boue

II.3.1. Courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage montrant l'évolution de l'absorbance en fonction de la concentration du plomb est représentée dans la **figure 9**.

La courbe a été obtenue en employant des solutions du Pb entre 0 et 7.5 ug/l.

Les valeurs obtenues montre qu'il ya une variation linéaire entre l'absorbance et la concentration du Pb avec un coefficient de corrélation $R^2=0.926$ selon l'équation suivante :

$$Y = 0,0328 x + 0,1665$$

Ou:

y: L'absorbance à 510 nm.

x: Concentration du Pb en ug /l.

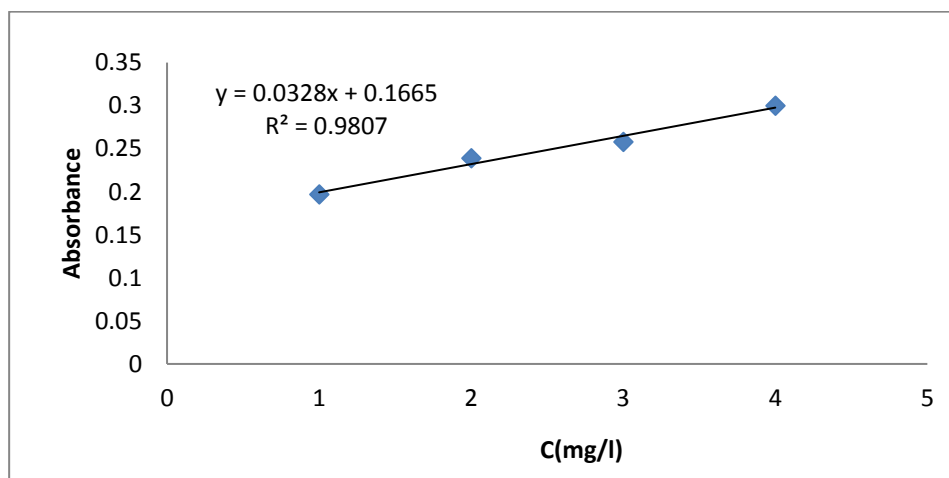


Figure 9 : courbe d'étalonnage du plomb

II.3.2. Étude le rapport solide liquide :

L'influence de rapport solide liquide sur l'adsorption du plomb par la boue de STEP est représentée dans la **figure 10**

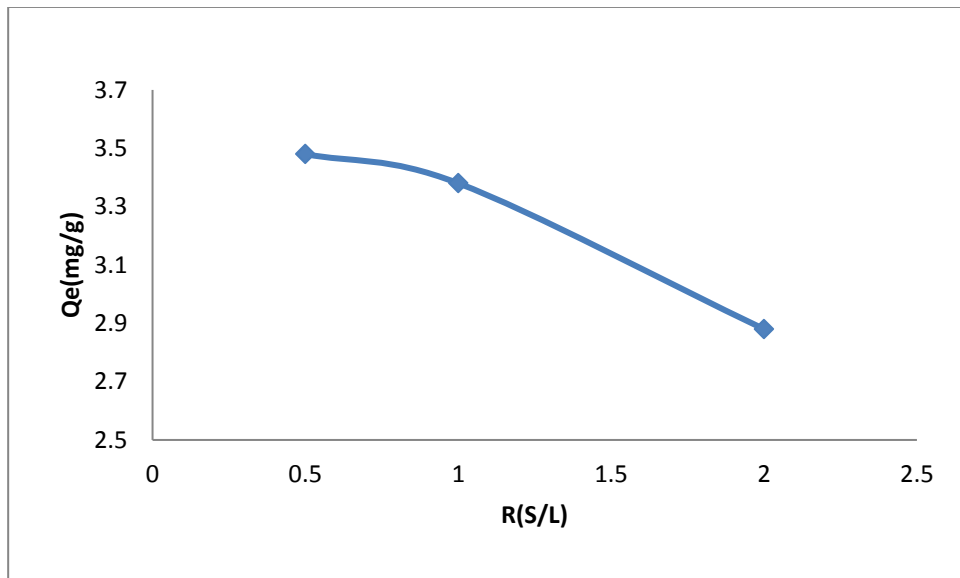


Figure 10 : Influence de R S/L sur l'adsorption du plomb par la boue de STEP

Condition : $V_{\text{eau ENPEC}} = 100 \text{ ml}$, $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$.

D'après les résultats consignés dans l a **figure 10**. On remarque une diminution de la quantité adsorbée du Pb^{+2} lorsque la concentration du solide /liquide augmente, la meilleure quantité adsorbée est remarquée pour un rapport solide / liquide égale à $\frac{1}{2}$, ce qui correspond à une masse optimale égale à 0.05 g. L'augmentation de la quantité de biomasse diminue légèrement le temps d'équilibre et empêche les ions métalliques d'atteindre les différents site de biosorption[26]. La réduction de la capacité d'adsorption peut être due à l'agrégation de particules, résultant d'une masse élevée d'adsorbant. Une telle agrégation conduirait à une diminution des sites actifs totaux sur la surface de l'adsorbant et conduirait aussi à une augmentation de la longueur du trajet de diffusion. [27].

II.3.3. Étude cinétique de la variation du pH

Le pH joue un rôle crucial dans la mobilité des métaux lourds ; il influence le nombre de charges négatives qui peuvent être mises en solution [28].

Une étude cinétique est réalisée à fin de déterminer les variations du pH pendant l'intervalle d'étude (2 heures).

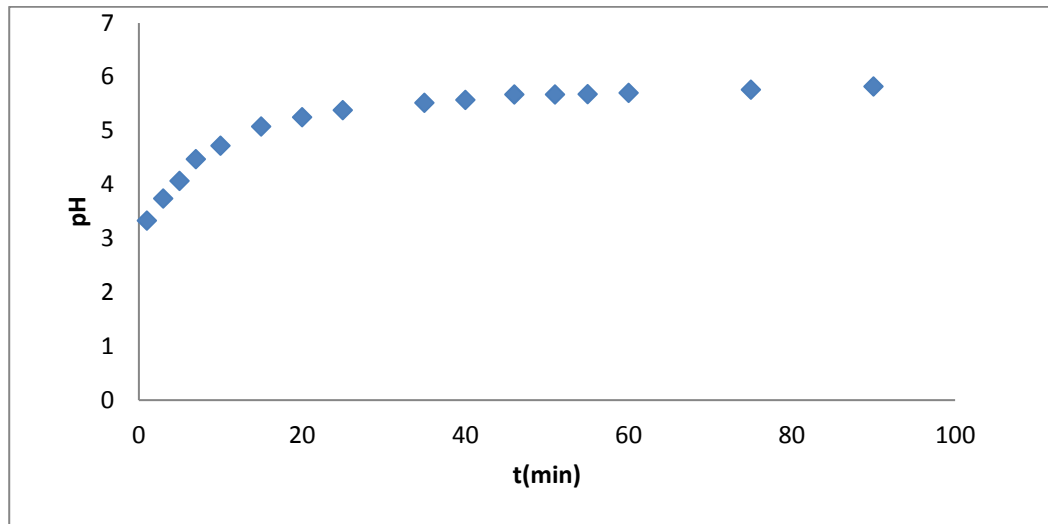


Figure 11 : Étude cinétique de la variation du pH durant l'adsorption du Pb par la boue et T=25 °c.

D'après la **figure 11** on remarque que le pH augmente progressivement en fonction du temps, mais le pH reste toujours acide (inférieur à 6) ce qui confirme bien que la boue de la STEP possède un certain pouvoir tampon. L'augmentation de pH final indique qu'il y a une fixation des protons par la biomasse [29]. Les biosorbants peuvent exprimer un effet tampon en modifiant le pH du milieu à l'occasion des échanges protoniques entre la solution et le biosorbant [30].

Une étude [31] avait montré que l'augmentation du pH favorise la déprotonation des complexes aqueux et des groupements fonctionnels de surface des phases solides. Du fait de la diminution des quantités de protons, la compétition entre protons et cations métalliques est plus faible donc les répulsions diminuent, ce qui accélère alors la formation de nouvelles phases. Ainsi, la solubilité des cations métalliques diminue lorsque le pH augmente.

II.3.4. Étude de cinétique de fixation

L'adsorption a été étudiée en fonction du temps pour déterminer la quantité du pb adsorbé à différents intervalles de temps. Les différents résultats obtenus sont tracés sous forme de courbe $q = f(t)$, ils sont représentés dans la **figure 12**.

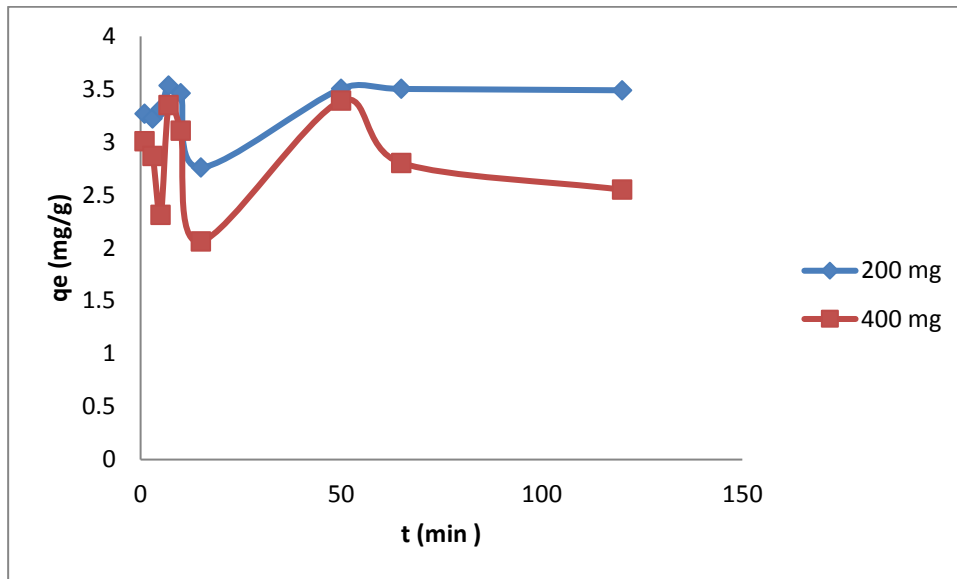


Figure12 : La cinétique de fixation de Pb par la boue de STEP, le volume de l'effluent=400ml, avec $\text{pH}<6$, $T= 25^{\circ}\text{C}$

D'après les résultats obtenus on constate que en 20 premières minutes une fluctuation de la fixation du pb par les deux quantités de biomasse (200 et 400 mg) ceci peut être expliqué par la fixation du plomb et le relargage de ce dernier par cette boue.

Entre 20 à 50 minutes, on remarque une augmentation de la capacité de fixation du Pb pour les deux quantités de biosorbant . Le maximum d'élimination du pb est obtenu à 50min pour les deux masses de boue 200 et 400 mg qui est de l'ordre de 3.50 et 3.39 mg/ g respectivement.

Après 50 min , on constate que la fixation du plomb par la quantité de boue de 200 mg a atteint le plateau ce qui est due à la saturation des sites de biosorbant et qui correspond à la capacité de fixation maximale (q_{max}) de la biomasse. Tandis que avec la quantité de boue de 400 mg, on remarque une diminution du taux de fixation qui expliqué par un relargage du Pb par le biosorbant par la suit cette fixation atteint le plateau.

Les résultats obtenues révèlent que la quantité du pb fixé par 200 mg de boue est meilleur par rapport à celle fixé par 400 mg car à forte dose de biosorbant la disponibilité des sites à haute énergie diminue une large fraction des sites à basse énergie sont occupé ce qui à pour conséquence la diminution de la capacité de fixation [35]

II.3.5. Effet de la concentration initiale en polluants

Pour faire varier la concentration du polluant, nous avons procédé à des dilutions 1/2, 1/4, 3/4 de l'eau de l'ENPEC, l'opération se fait dans les mêmes conditions précédentes, excepté que la quantité de boue est 25 mg avec un volume de l'eau de l'ENPEC égale à 50ml.

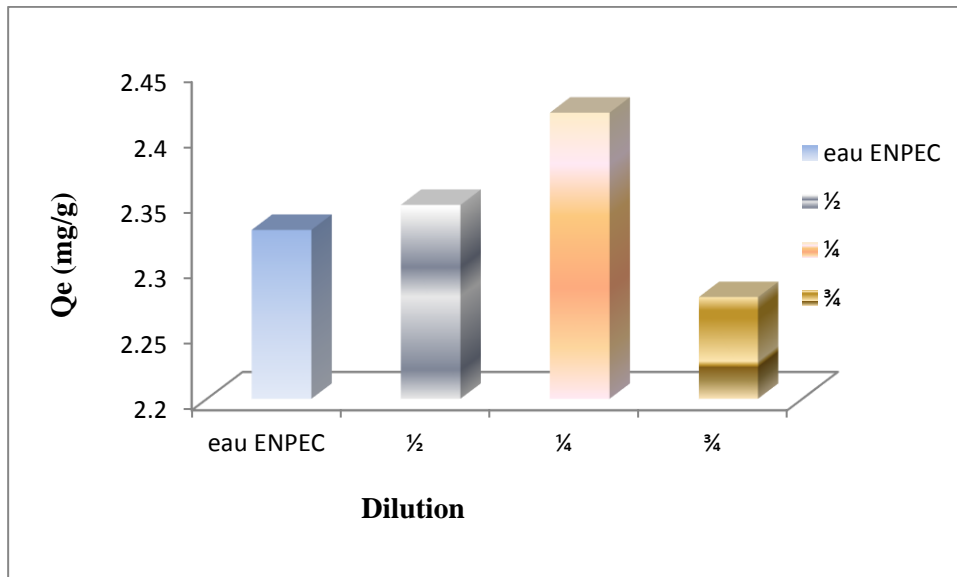


Figure 13 : Variation de dilution des polluants

Conditions (m=25 mg, V=50 ml, T=25 °c, agitation 2 heures)

Nous remarquons sur la **figure 13** une augmentation de la quantité fixée de Pb pour les dilutions 1/2 et 1/4 tandis que pour la dilution 3/4 on remarque une diminution de la fixation du polluant ceci expliqué par largage du Pb.

II.3.6. Le rendement d'élimination du Pb

La cinétique de la biosorption représente le taux d'élimination du biosorbat contrôlé par le temps.

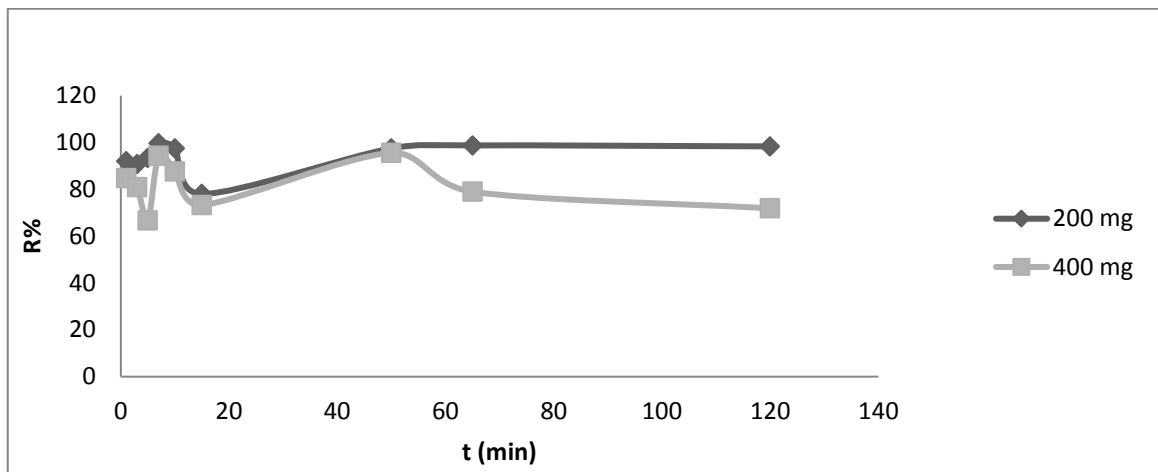


Figure 14 : Rendement d'élimination du Pb par la boue de la STEP

Le rendement d'élimination du Pb par la boue de la STEP est représenté dans la **figure 14**, Les résultats obtenus montrent que le rendement d'élimination du Pb varie avec le temps d'agitation, on a obtenu un maximum d'efficacité au bout de 50 min pour les deux rapports.

La valeur maximale d'élimination correspondante à ce temps est exprimée dans le tableau suivant :

Tableau 10 : les valeurs maximales d'élimination du Pb par la boue de la STEP

	La boue de la STEP	
	0.5 g/l	1 g/l
t(min)	50	50
R %	97,48	95,54

Conclusion générale

La pollution par les métaux lourds est considérée aujourd'hui comme l'un des plus importants problèmes environnementaux. De nombreuses industries produisent et rejettent des déchets contenant ces micropolluants dans l'environnement.

Les métaux lourds ont un caractère polluant avec des effets toxiques pour les organismes vivants même à faible concentration. C'est le cas du plomb (Pb), le mercure (Hg) et le cadmium (Cd).

Le traitement est devenu donc une priorité. Les procédés chimiques existant ne sont pas économiques pour traiter de grands volumes d'eau contenant des micropolluants à faibles concentrations [30].

La biosorption constitue un nouveau procédé de traitement biologique efficace et bon marché. C'est dans ce cadre que nous avons testé une boue de STEP dans la biosorption du plomb d'une eau usée d'une industrie d'électrochimie (ENPEC- Souguer).

Les analyses physico-chimiques de l'eau de l'unité ENPEC de SOUGUEUR montrent une forte concentration du plomb qui accuse une teneur de l'ordre de 3,55mg/l qui dépassant de loin la teneur maximale admise qui est 0,5 mg/l selon les normes algériennes (2006).

Les résultats des analyses microbiologiques indiquent l'absence total de tous les germes à rechercher (Coliformes fécaux et totaux, Germes totaux, Staphylocoques, Vibrio-cholérique et Salmonella) ceci peut être expliqué par l'acidité de l'eau de l'ENPEC (pH= 2.7).

Les essais de traitement de ces eaux par une boue résiduaire de Station d'épuration des eaux usées montrent que

- Le biosorbant possède un faible effet tampon en modifiant le pH du milieu de 2,7 à 5,8.
- L'étude cinétique montre que l'équilibre s'établit au bout de 50 minutes à 25°C pour les deux rapports. Le maximum d'élimination du pb est obtenu pour un pH 5.
- Le rendement de l'adsorption du Pb est maximal est de l'ordre de 97,48% pour un rapport =1/2.
- Une augmentation de la quantité fixée du Plomb lorsque la concentration initiale en polluants diminue de 25% (dilution 1/4).

On se basant sur tous les résultats, on peut conclure que la boue de STEP peut être utilisée comme un biosorbant efficace pour traiter l'effluent industriel de l'ENPEC (élimination du plomb) en raison de sa disponibilité et de son faible coût.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] Selghi, (2001) : Différentes filières de traitement des eaux, ed univ IZ Rabat, 22p.
- [2] Sabit N,(2016) : Caractérisation physico chimique des rejets liquides de l'unité industrielle ENPEC de Sougueur, Mémoire de Master , 2p.
- [3] J. Wang, C. Chen, Biosorbents for heavy metals removal and their future, Biotechnology Advances 27 (2009) 195-226.
- [4] K. Vijayaraghavan, Y-S. Yun, Bacterial biosorbents and biosorption, Botechnology Advances 26 (2008) 266–291.
- [5] Z. Aksu, Application of biosorption for the removal of organic pollutants: a review Process Biochemistry 40 (2005) 997–1026.
- [6] W. Xuejiang, et al, Technical note, Bio sorption of Cu(II) and Pb(II) from aqueous. Solutions by dried activated sludge, Minerals Engineering 19 (2006) 968-971.
- [7] O. Gulnaz, A. Kaya, F. Matyar, B. Arıkan Sorption of basic dyes from aqueous solution. by activated sludge Journal of Hazardous Materials B108 (2004) 183–188.
- [8] ZAZOUA, (2000), Direction générale de l'ENPEC, page 02.
- [9] OMS., 1979 : Recommandation pour la surveillance sanitaire des zones côtières à usage récréatif et des zones conchylicoles. Bureau régional de l'OMS pour l'Europe, Copenhague, 168p.
- [10] Rodier et *al.*, 1996 : Joly et Reynaud, 2003).
- [11] Rodier, Bazin, et al, (1996) : Analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer, 8ème édition. Edition DUNOD, Paris, 1983p.
- [12] Rodier et *al.*, 1996 : Joly et Reynaud, 2003).
- [13] OMS., 1979 : Recommandation pour la surveillance sanitaire des zones côtières à usage récréatif et des zones conchylicoles. Bureau régional de l'OMS pour l'Europe, Copenhague, 168p.
- [13] Microbiologie alimentaire: aspect microbiologique de la sécurité et de la qualité des aliments. Edition Lavoisier .P : 5- 6.

Références bibliographiques

- [14] Rodier J., Legube B., Merlet N., et al., 2009. L'analyse de l'eau: Eaux naturelles, Eaux résiduaires, Eau de mer. 9^{ème} édition: Dunod, Paris.
- [15] Proulx .F, (2010) : Les goûts et les odeurs dans l'eau potable : revue des composés responsables et des techniques de mesure, Revue des sciences de l'eau Université du Québec - INRS-Eau, Terre et environnement Volume 23, numéro 3, p. 303-323.
- [16] Fonkou T, (1991) : Contribution à l'étude de Pistia stratiotes L. dans les essais d'épuration des eaux usées au campus de l'université de Yaoundé. Mémoire de maîtrise des sciences de la vie. Yaoundé (Cameroun) : Faculté des sciences. Université de Yaoundé.
- [17] : Payne A. I, (1986) : The ecology of tropical lakes and rivers. Great Britain: John Wiley&sons Ltd.
- [18] Leynaud, G, (1968) : Les pollutions thermiques : influence de la température sur la vie aquatique. Paris : Ministère Français de l'agriculture.
- [19] Bontoux. j. (1993) : introduction à l'étude des eaux douces- eau naturelle, eaux usées, eaux de boisson qualité et la santé ed tec. et. doc. pages :350.
- [20] **Eckenfelder W.W**, (1982) : Gestion des eaux usées urbaines et industrielles. Ed. Lavoisier. Paris, 503p.
- [21] Bontoux. j. (1993) : introduction à l'étude des eaux douces- eau naturelle, eaux usées, eaux de boisson qualité et la santé ed tec. et. doc. pages :350.
- [22] Lenntech, (2016) : traitement de l'eau et de l'air, ed : 1998-2016 Lenntech B.V. All rights reserved©.
- [23] Bastarache.E.2002, substitutions de matériaux céramiques complexes .ed: Sorel-tracy. Québec canada. pages :167
- [24] Hashmi I., Shaukat F., Qaiser S, 2009. Incidence of fecal contamination within a public drinking water supply in Ratta Amral, Rawalpindi, Desalin. Water Treat., Vol.11, Issues 1-3, 124-131.
- [25] **Kozłowski R,(2003) ;**Métaux lourds dans l'environnement, menaces et possibilités de riposte **Institut des Fibres Naturelles, Poznan, Pologne Centre de Recherche pour l'Agriculture et la Forêt Académie des Sciences Polonaise, Poznan, Pologne.**

Références bibliographiques

- [27] Safa Y ,Bhatti H.N "Adsorptive removal of direct textile dyes by low cost agricultural waste: application of factorial design analysis "Chem Eng , 2011.
- [28] McLaughlin MJ, Lambrechts R M, Smolders E, Smart M K., 1998, Effect of sulfate on cadmium uptake by Swiss chard: II. Effect due to sulfate addition to soil. Plant soil; 202: 217-222.
- [29] F.Yuzhu,T.Viraraghavan (2002).Removal of Congo Red from an aqueous solution by fungus aspergillus niger. Advances in environmental Research,p.239-247.
- [30] Sassi M,2011- mise en œuvre d'une boue de laiterie dans l'élimination des micropolluants. Thèse de doctorat, université de mostaganem,p2 ,42.
- [31] Liliane J., 2007. Mobilisation du chrome et du nickel à partir de sols contaminés, en présence de complexants : Transfert et accumulation de ces métaux chez *Datura innoxia* , Thèse de doctorat, Université de Limoges, pp 38-115.
- [32] Alsenani Ghada studies on adsorption of crystal violet dye from aqueous solution onto *calligonum comosum* leaf powder (CCLP), princes Nora University,Riyadh,2013.
- [33] Fayoud N,Alami Younssi S,Tahiri S et Albizane A, " étude cinétique et thermodynamique de l'adsorption de bleu de methylene sur les cendres du bois" J.Mater Environ ,3295-3306,2015.
- [34] : Rodier
- [35] Sassi M,"Contribution à la rétention des micropolluants minéraux contenus dans l'eau par la bentonite de M'zila". Thèse de Majister, université de Tiaret.

Annexes

Annexe I :

Tableau 5 : Détermination de la courbe d'étalonnage

concentration	0	2.5	5	7.5
DO	0.197	0.239	0.258	0.300

Tableau 6 : Détermination de rapport solide liquide

R(S/L)	Qe (mg/g)
0.5	3,48
1	3,38
2	2,88

Tableau 7 : Étude cinétique de la variation du pH

t(min)	pH
1	3,33
3	3,74
5	4,07
7	4,47
10	4,72
15	5,08
20	5,25
25	5,38
35	5,52
40	5,57
46	5,67
51	5,67
55	5,68
60	5,7
75	5,76
90	5,82

Annexes

Tableau 8 : Étude de cinétique de fixation

t (min)	Rapport solide liquide 1/2	Rapport solide liquide 1
	Qe (mg /g)	Qe (mg /g)
1	3,2671	3,008
3	3,2226	2,87
5	3,31	2,312
7	3,5351	3,349
10	3,4608	3,107
15	2,7611	2,061
50	3,5052	3,391
65	3,503	2,803
120	3,4904	2,551

Tableau 9 : Effet de la concentration initiale en polluants

Dilution	Qe (mg/g)
eau ENPEC	2,329
1/2	2,348
1/4	2,418
3/4	2,278

Tableau 10 : Le rendement d'élimination du Pb

t(min)	Rapport solide liquide 1/2	Rapport solide liquide 1
	R%	R%
1	92,032	84,75
3	90,779	80,86
5	93,29	66,73
7	99,58	94,36
10	97,48	87,54
15	77,98	73,27
50	97,48	95,54
65	98,74	78,98
120	98,32	71,88

Annexe II

Préparation des dilutions

10^{-1} : 1 ml de l'échantillon (eaux usée de l'ENPEC) et ajouter 9 ml d'eau distillé.

10^{-2} : 1 ml de solution 10^{-1} et ajouter 9 ml d'eau distillée.

10^{-3} : 1 ml de solution 10^{-2} et ajouter 9 ml d'eau distillée.

10^{-4} : 1 ml de solution 10^{-3} et ajouter 9 ml d'eau distillée.

10^{-5} : 1 ml de solution 10^{-4} et ajouter 9 ml d'eau distillée.

10^{-6} : 1 ml de solution 10^{-5} et ajouter 9 ml d'eau distillée.

Figure 15 : Résultat de recherche et dénombrement des Staphylocoques

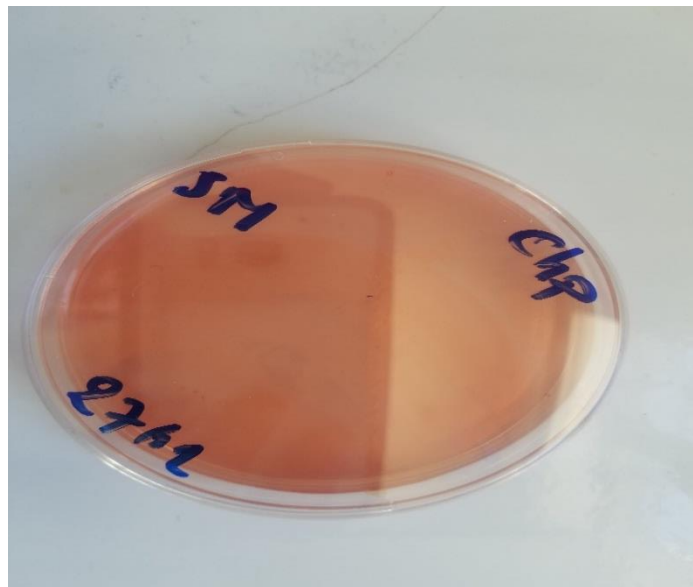




Figure 16 : Résultat de recherche et dénombrement des *Clostridium sulfito-reducteurs* (forme sporulée et végétative)



Figure 17 : Recherche et dénombrement de *Vibrio-cholérique*.

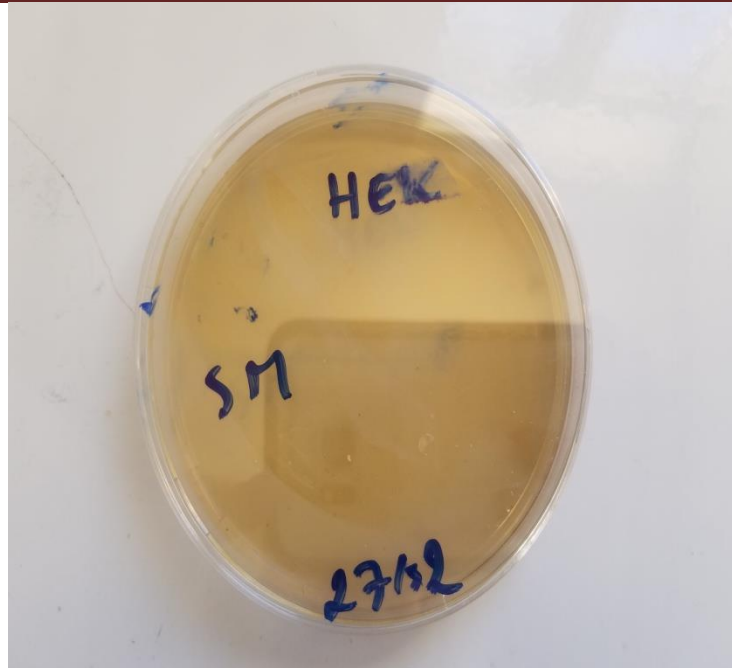


Figure 18 : Résultat de recherche et dénombrement de Salmonella.

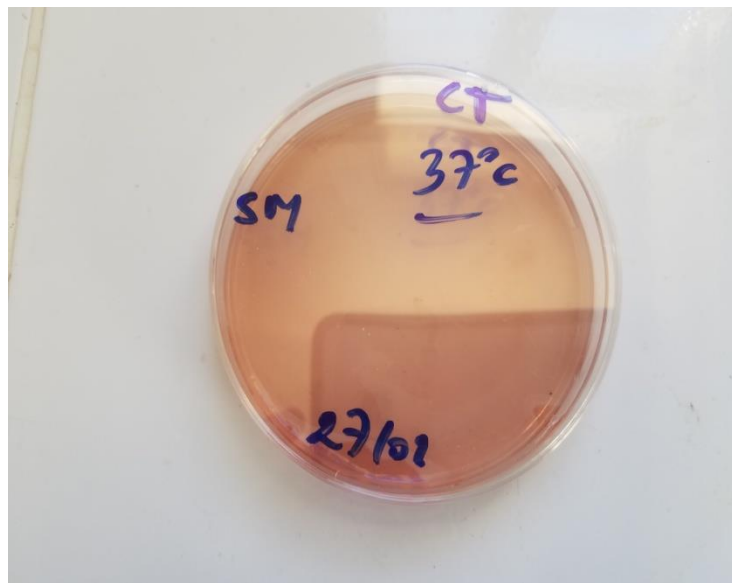


Figure 19 : Résultat de recherche et dénombrement des coliformes totaux.

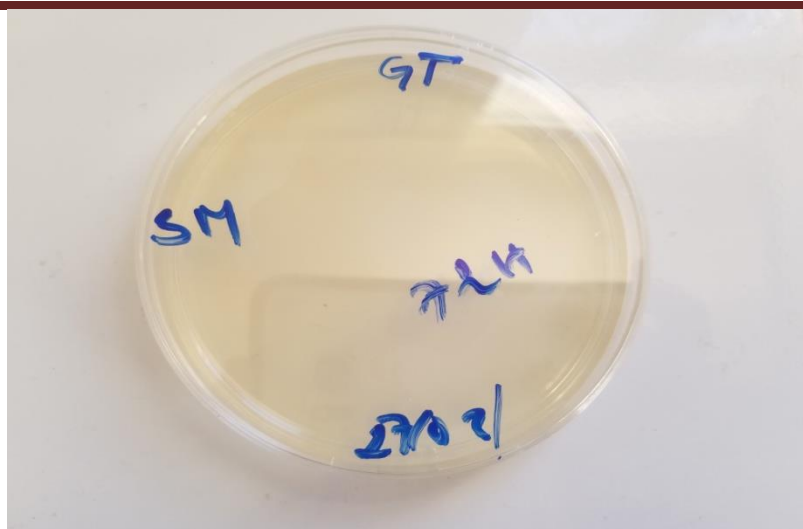


Figure 20 : Résultat de recherche et dénombrement des germes totaux

Annexe III

Méthodologie spectrophotométrique de dosage du plomb

Courbe d'étalonnage [34].

Numéro des ampoules	1	2	3	4	5	6	7
Acide nitrique 1% (ml)	10	10	10	10	10	10	10
0,5 mg							
PbCl ₂ 0,005 g/l(ml)	0	0,5	1	1,5	2	2,5	3
Solution ammoniacale sulfitée et cyanurée (ml)	30	30	30	30	30	30	30
Solution aqueuse de Dithizone	10	10	10	10	10	10	10
Concentration du Plomb	0	2,5	5	7,5	10	12,5	15

Préparation des solutions

- **Solution ammoniacale sulfitée et cyanurée :**
 - 5 volumes d'Ammoniaque
 - volume de Solution de sulfite de sodium à 1%

Annexes

- 1 volume de Solution de cyanure de potassium à 2%

- **Acide nitrique 1% :**

1 ml d'Acide Nitrique et compléter avec l'eau distillé jusqu'à 100 ml.

- **PbCl₂ 0,005 g/l :**

0,5 g de chlorure de Plomb et compléter avec l'eau distillée jusqu'à 100 ml.

- **Solution de sulfite de sodium à 1% :** 1 g de sulfite de sodium et compléter avec l'eau distillée jusqu'à 100 ml.

Dosage du plomb

- **Principe**

Cette méthode est basée sur la formation d'un complexe entre le plomb et la dithizone, coloré en rouge et qui est soluble dans le chloroforme. La mesure de l'intensité de la coloration permet d'estimer la quantité de plomb présent dans l'échantillon analysé. Le dosage au spectrophotomètre se fait à une longueur d'onde de 510 nm [35].

Dans une ampoule à décanter de 100 ml ,mettre 50 ml de l'échantillon, 1 ml d'hexamétaphosphate de sodium, 1 ml de chlorhydrate d'hydroxylamine , 30 ml de solution alcaline cyanurée , 0,5 de solution aqueuse de Dithizone et 10 ml de chloroforme. Bien mélanger pendant 1 minute puis laisser les deux phase se séparer .Sécher le tube de l'ampoule à décanter puis insérer du coton. Éliminer la solution chloroformique. Lire à 510 nm au spectrophotomètre [35].

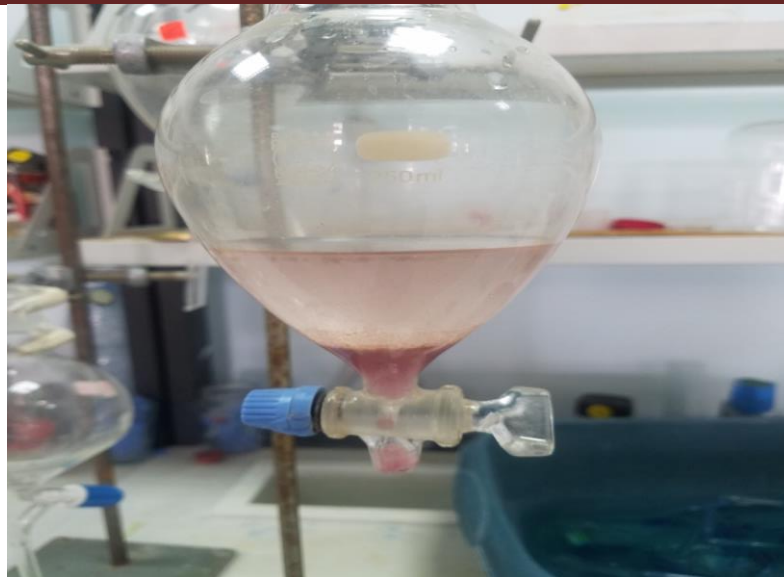


Figure 21 : Résultat du dosage du plomb (les deux phases)



Figure 22: Résultat de la phase chloroformique (dosage de plomb)

Résumé

Les métaux lourds sont des polluants engendrés par l'activité humaine qui ont un fort impact toxicologique. Certains métaux sont des éléments nutritifs essentiels, d'autres connus comme étant toxiques. Les métaux toxiques sont nombreux, mais on peut citer surtout le chrome, le cadmium, le plomb et le mercure. Ils ont des impacts sur les végétaux, les produits de consommation courante et sur l'homme.

La présente étude porte sur l'utilisation d'une boue de STEP dans la biosorption du plomb d'une eau usée d'une industrie d'électrochimie (ENPEC- Sougueur).

Les analyses physico-chimiques de l'eau de l'unité ENPEC de SOUGUEUR montrent une forte concentration du plomb qui accuse une teneur de l'ordre de 3,55mg/l tandis que les résultats microbiologiques indiquent l'absence total de tous les germes à rechercher.

Les essais de traitement de ces eaux par une boue résiduaire de Station d'épuration des eaux usées montrent que Le biosorbant possède un effet tampon en modifiant le pH du milieu de 2,7 à 5,8. L'étude cinétique montre que l'équilibre s'établit au bout de 50 minutes. Le maximum d'élimination du pb est obtenu pour un pH 5. Donc, les résultats obtenus lors de cette étude montrent l'efficacité de la boue de STEP pour traiter les milieux aqueux contaminés par le plomb.

Mots clés : Plomb, Poue, Biosorption, Eau usée ENPEC

المخلص

المعادن الثقيلة هي ملوثات ناتجة عن النشاط البشري والتي لها تأثير سام قوي. بعض المعادن مغذيات أساسية ، والبعض الآخر معروف بأنه سام. المعادن السامة عديدة ، ولكن يمكننا أن نذكر بشكل رئيسي الكروم ، الكاديوم ، الرصاص والزنك. والتي لها تأثيرات على النباتات والمنتجات الاستهلاكية والبشر.

تبحث هذه الدراسة في استخدام الوحل الناتج عن محطة معالجة المياه المستعملة عين بوشيف تيارت في الامتصاص الحيوي للرصاص في المياه المستعملة الناتجة عن الصناعة كهروكيميائية (الشركة الوطنية للمنتجات الكهروكيميائية السوق).

تُظهر التحليلات الفيزيائية الكيميائية لمياه وحدة الشركة الوطنية للمنتجات الكهروكيميائية في (السوق تيارت) تركيزاً عالياً للرصاص يصل إلى 3.55مغ/ل في حين تشير النتائج الميكروبيولوجية إلى الغياب التام لجميع الجراثيم جاري البحث عنها.

تشير اختبارات معالجة هذه المياه بالوحل في محطة معالجة المياه المستعملة إلى أن المادة البيولوجية الماصة لها تأثير عازل عن طريق تعديل درجة الحموضة في الوسط من 2.7 إلى 5.8. أظهرت الدراسة الحركية أن التوازن يتم بعد 50 دقيقة.

الحد الأقصى لإزالة الرصاص يتم في درجة الحموضة 5.

وبالتالي ، فإن النتائج التي تم الحصول عليها في هذه الدراسة تظهر فعالية الوحل الناتج عن محطة معالجة المياه المستعملة عين بوشيف تيارت في علاج الأوساط المائية الملوثة بالرصاص.

الكلمات الرئيسية: الرصاص، الوحل، الامتصاص الحيوي، المياه المستعملة الشركة الوطنية للمنتجات الكهروكيميائية

Abstract

Heavy metals are pollutants generated by human activity that have a strong toxicological impact. Some metals are essential nutrients, others known to be toxic. Toxic metals are numerous, but we can mention mainly chromium, cadmium, lead and mercury. They have impacts on plants, consumer products and humans.

This study investigates the use of STEP sludge in the lead biosorption of wastewater from an electrochemical industry (ENPEC-Souguer).

The physicochemical analyzes of the water of the ENPEC unit of SOUGUEUR show a high concentration of the lead which accuses content of the order of 3,55mg / 1 while the microbiological results indicate the total absence of all the germs to research.

The tests of treatment of these waters with wastewater treatment plant wastewater sludge show that the biosorbent has a buffering effect by modifying the pH of the medium from 2.7 to 5.8. The kinetic study shows that equilibrium is established after 50 minutes. The maximum removal of pb is obtained for pH 5. Therefore, the results obtained in this study show the effectiveness of STEP sludge in treating lead contaminated by lead.

Key words: Lead, Sludge, , Biosorption, Wastewater ENPEC.