



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

**UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCEM**

# MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

**MASTER EN CHIMIE**

Spécialité : Chimie Macromoléculaire

Par :

**Mlle KAZI TANI Ghizlen**

Sur le thème

---

## **Préparation des polymères modifiés à base d'un bio-polymère. –Application à l'élimination des turbidités par coagulation/floculation.**

---

Soutenu le 06 Octobre 2020 à Tlemcen devant le jury composé de :

Mr TENNOUGA Lahcène	Professeur	ESSA-Tlemcen	Président
Mr HOCINE Tayeb	Maître de conférences B	Université de Tlemcen	Encadrant
Mr BENABADJI K. Kamel Ismet	Maître de conférences A	Université de Tlemcen	Examineur
Mme BELKAID EP BOUHAJER Soraya	Maître de conférences B	ESSA-Tlemcen	Examinatrice
Mr BOURAS Brahim	Maître de conférences A	Université de Tlemcen	Co-encadrant

*Année Universitaire : 2019 ~ 2020*

## Remerciements

Mes remerciements vont en premier lieu à Dieu le tout puissant qui m'a donné la force, le courage et la patience pour aboutir à cet accomplissement.

Ce travail a été réalisé au sein du Laboratoire de Recherche Application des Electrolytes et des Polyélectrolytes Organiques (LAEPO) de l'Université ABOU BAKR-BELKAID Tlemcen, sous la direction de Monsieur le Professeur **K.MEDJAHED**. Je tiens à lui exprimer mes sincères remerciements de m'avoir accepté au sein de son laboratoire.

Je m'exprime ma profonde reconnaissance à celui qui a dirigé ce travail, à celui qui a été patient et m'a aidé par ses encouragements et n'a pas cessé une seconde à me donner ses conseils à Monsieur **T.HOUCINE** Maître de conférences « B » à l'Université de Tlemcen, qu'il accepte mes remerciements pour l'aide bien vaillante qu'il m'a fait bénéficier.

Mes vifs remerciements vont à Monsieur **B.BOURAS** Maître de conférences « A » à l'Université de Tlemcen qui a suivi cette recherche avec compétence, et pour ses encouragements, ses précieux conseils et la confiance qu'il m'a toujours témoignée.

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur **L.TENNOUGA**, pour l'honneur qu'il nous a fait en acceptant de présider le jury.

De même, je remercie Monsieur **I.BENABADJI** Maître de conférences « A » à l'Université de Tlemcen et Madame **S.BELKAID** Maître de conférences « B » à l'Ecole Supérieure en Sciences Appliquées de Tlemcen, pour avoir acceptés de participer aux membres de jury en tant qu'examineurs.

J'adresse une attention particulière à mes camarades **Imane, Chahinez et Amine**, ceux qui n'ont cessé de m'aider tout au long du travail et ceux qui m'ont donné la force de terminer ce mémoire avec succès.

Mes remerciements vont également à mes collègues : **Imane, Chahinez, Soundous, Meriem, Nedjwa, Sara, Amine, Ayoub, Redouane, Rabah, Med el Amine, Kheireddine** et **Mohammed** ayant une ambiance chaleureuse et une forte compréhensibilité, aux doctorants en particulier **Sanaa** et **Ali** pour leurs conseils et l'aide qu'il m'ont fourni durant la réalisation de ce mémoire.

Je tiens aussi à exprimer ma gratitude à Madame **Souhila** l'Ingénieure du Laboratoire (LAEPO), pour sa gentillesse, sa disponibilité, son aide et son soutien.

Je tiens aussi à remercier toutes l'équipe de la formation du master pour tout le savoir qu'ils nous ont transmis.

Je suis spécialement reconnaissante envers ma famille en particulier mes parents et mes sœurs, qui ont toujours été présents et n'ont cessé de me soutenir et m'encourager, en espérant que j'étais à la hauteur de leurs attentes.

Enfin, je remercie sans oublier tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour la réalisation de ce travail.

**KAZI TANI Ghizlen**

# TABLE DES MATIERES

Introduction générale.....	1
Références bibliographiques.....	3

## Chapitre I : Synthèse bibliographique

Partie 1 : Les matériaux.....	4
I.1.1 chitine et chitosane.....	4
I.1.1.1 sources et structures chimiques de la chitine et du chitosane.....	4
I.1.1.2 Le procédé d'obtention du chitosane à partir de la chitine (Processus de désacétylation).....	6
I.1.1.3 Principales propriétés du chitosane.....	8
I.1.1.4 Domaine d'application du chitosane.....	8
I.1.2 Amidon.....	8
I.1.2.1 Composition et architecture macromoléculaires de l'amidon.....	9
I.1.2.2 Présentation physique de l'amidon.....	12
I.1.2.3 Propriétés de l'amidon.....	13
I.1.2.4 Les modifications chimiques de l'amidon.....	13
PARTIE 2 : Théorie de la coagulation/ floculation.....	14
I.2.1 Introduction.....	14
I.2.2 Processus de la coagulation/floculation.....	14
I.2.3 Définition de la coagulation.....	14
I.2.4 Définition de la floculation.....	14
I.2.5 Comparaison entre le traitement avec les sels de métaux et avec les polymères.....	15
I.2.6 Principaux avantages des polymères comme des agents coagulants/floculants.....	16
I.2.7 Les matières colloïdales et en suspension.....	16
I.2.8 Bentonite.....	17
I.2.9 kaolin.....	18
I.2.10 Perlite.....	21
PARTIE 3 : Travaux antérieurs sur la floculation par les bio-polymères.....	23
Références bibliographiques.....	25

## Chapitre II : Etude expérimentale

II.1 Produits et matériaux utilisés.....	28
II.1.1 Produits et réactifs.....	28

II.1.2 Matériaux.....	28
II.2 Modification de l'amidon.....	29
II.2.1 Mode opératoire.....	29
II.3 Préparation du chitosane à partir de la chitine.....	29
II.3.1 Protocole expérimentale.....	29
II.4 Etude des bio-polymères dans l'élimination de la turbidité par coagulation/floculation.....	30
II.4.1 Préparation de la solution d'amidon.....	30
II.4.2 Préparation de la solution de chitosane.....	30
II.4.3 Mode opératoire de Jar-test.....	30
II.5 Techniques expérimentales.....	31
II.5.1 Potentiométrie.....	31
II.5.2 Conductimétrie.....	32
II.5.3 La spectroscopie Infra-Rouge à Transformation de Fourier (FTRI).....	33
II.5.4 La Diffraction des Rayons X (DRX).....	34
II.5.5 Fluorescences des rayons X (XRF).....	35
II.5.6 Jar test.....	36
II.5.7 Turbidité.....	37
Références bibliographiques.....	38

### **Chapitre III : Résultats et discussion**

PARTIE 1 : Caractérisation des matériaux utilisés.....	39
III.1.1 Détermination du degré de désacétylation (DDA) du chitosane.....	39
III.1.2 Caractérisation du chitosane par spectroscopie infrarouge.....	40
III.1.3 Caractérisation FT-IR de la bentonite et du kaolin.....	42
III.1.4 Caractérisation des suspensions par la diffractions des Rayons-X (DRX).....	43
III.1.5 Caractérisation de la bentonite, kaolin et de la perlite par Fluorescence X (XRF).....	45
PARTIE 2 : Etude de la sédimentation naturelle des suspensions des argiles.....	46
III.2.1 Détermination du point isoélectrique de la bentonite.....	46
III.2.2 Etude de la sédimentation naturelle des suspensions de bentonite.....	47
III.2.3 Etude de la sédimentation naturelle des suspensions de kaolin.....	48
III.2.4 Etude de la sédimentation naturelle des suspensions de perlite.....	49
PARTIE 3 : L'étude de l'élimination des argiles par coagulation/floculation.....	51

III.3.1 Amidon modifié.....	51
III.3.2 Test de solubilité.....	51
III.3.3 Application de l'amidon modifié dans l'élimination de la turbidité par coagulation/floculation.....	51
Références bibliographiques.....	54
Conclusion générale.....	55

# LISTE DES FIGURES

## Chapitre I : Synthèse bibliographique

Figure I.1 : Structure chimique de la chitine parfaite, du chitosane parfait et du chitosane commercial.....	5
Figure I.2 : Procédé de la fabrication de chitine et chitosane.....	7
Figure I.3 : Groupement $\alpha$ -D-glucopyranose.....	9
Figure I.4 : Formule semi-développée d'une chaîne d'amylose.....	10
Figure I.5 : Structure semi-développée de l'amylopectine.....	11
Figure I.6 : Principaux types de chaînes dans l'amylopectine.....	12
Figure I.7 : Un granule d'amidon du niveau moléculaire au niveau microscopique.....	12
Figure I.8 : Principe de la coagulation/floculation.....	15
Figure I.9 : Comparaison entre la floculation avec les sels de métaux et avec les polymères.....	16
Figure I.10 : Représentation schématique de la structure d'une montmorillonite.....	18
Figure I.11 : Représentation schématique de la structure cristalline de la kaolinite.....	19

## Chapitre II : Etude expérimentale

Figure II.1 : Le pH-mètre OHAUS STARTER 2C (LAEPO).....	31
Figure II.2 : Conductimètre utilisé dans notre travail (LAEPO).....	33
Figure II.3 : Appareillage FTIR CARY 600 SERIES FTIR (LAEPO).....	34
Figure II.4 : Appareil DRX type « RIGAKU ULTIMA-IV » (LAEPO).....	35
Figure II.5 : Appareil XRF de type Thermo scientific Niton XL3t (LAEPO).....	36
Figure II.6 : L'appareil de Jar-test utilisé lors du traitement (LAEPO).....	36
Figure II.7 : Turbidimètre type Hanna (LAEPO).....	37

## Chapitre III : Résultats et discussion

Figure III.1 : Dosage conductimétrique basique de la solution du chitosane.....	40
Figure III.2 : Spectre FTIR du chitosane.....	41
Figure III.3 : Spectre Infrarouge de la bentonite.....	42
Figure III.4 : Spectre Infrarouge du kaolin.....	43
Figure III.5 : Diffractogramme DRX de la bentonite.....	44
Figure III.6 : Diffractogramme DRX du kaolin.....	44
Figure III.7 : Diffractogramme DRX de la perlite.....	45
Figure III.8 : Graphe montrant les points isoélectriques de la bentonite.....	47

Figure III.9 : Sédimentation naturelle des suspensions de bentonite en fonction du pH.....	48
Figure III.10 : Sédimentation naturelle des suspensions du kaolin en fonction du pH.....	49
Figure III.11 : Sédimentation naturelle des suspensions de perlite en fonction du pH.....	50

## **LISTE DES TABLEAUX**

### **Chapitre I : Synthèse bibliographique**

Tableau I.1 : Sources potentielles de la chitine.....	4
Tableau I.2 : Propriétés du chitosane.....	8
Tableau I.3 : Les applications industrielles du kaolin.....	20
Tableau I.4 : Composition chimique de la perlite provenant de diverses sources.....	21

### **Chapitre II : Etude expérimentale**

Tableau II.1 : Les caractérisations de l'amidon utilisé.....	28
--	----

### **Chapitre III : Résultats et discussion**

Tableau III.1 : Bandes d'adsorption en Infrarouge du chitosane.....	41
Tableau III.2 : Analyse par Fluorescence X de la bentonite.....	45
Tableau III.3 : Analyse par Fluorescence X du kaolin.....	45
Tableau III.4 : Analyse par Fluorescence X de la perlite.....	46
Tableau III.5 : Testes de solubilité de l'amidon modifié à température ambiante.....	51
Tableau III.6 : Turbidité éliminée de suspensions de bentonite pour les trois pH à différents temps de décantation.....	52
Tableau III.7 : Turbidité éliminée de suspensions de kaolin pour les trois pH à différents temps de décantation.....	52

## **LISTE DES ABREVIATIONS**

Al : Aluminium

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : Alumine ou oxyde d'aluminium

CaO : Oxyde de calcium

CO<sub>2</sub> : Dioxyde de carbone

C<sub>2</sub> : Carbone numéro 2

C<sub>3</sub> : Carbone numéro 3

C<sub>6</sub> : Carbone numéro 6

DA : Degré d'acétylation

DD : Degré de désacétylation

DMSO : Diméthylsulfoxyde

DP : Degré de polymérisation

Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : Oxyde de fer

HCl : Acide chlorhydrique

H<sub>2</sub>O : Eau

H<sub>2</sub>S : Sulfure d'hydrogène

K<sub>2</sub>O : Oxyde de potassium

Mg : Magnésium

MgO : Oxyde de magnésium

Mw : Poids moléculaire

N : Normalité

NaOH : Hydroxyde de sodium

Na<sub>2</sub>O : Oxyde de sodium

O<sub>2</sub> : Dioxygène

pH : Potentiel d'Hydrogène

pH<sub>f</sub> : Potentiel d'Hydrogène final

pH<sub>i</sub> : Potentiel d'Hydrogène initial

PLA : Acide polylactique

PZC : Point isoélectrique

Si : Silicium

SiO<sub>2</sub> : Dioxyde de silicium

TU<sub>0</sub> : Turbidité initiale

# ***INTRODUCTION GENERALE***

L'humanité dispose de 1,4 trillion de litres d'eau sur Terre, dont seulement 3% d'eau douce. Autour de 60 à 70 % des ressources en eau douce sont utilisées pour l'irrigation dans l'agriculture, le reste est consommé par les êtres humains et l'industrie, bien que la qualité et la quantité diffèrent de d'une région à l'autre. L'eau est essentielle à tous les processus de la vie [1].

Au cours des dernières décennies, le développement rapide de diverses industries a entraîné une augmentation de la contamination des milieux aqueux par les ions de métaux lourds et a soulevé de graves problèmes dans le monde entier. La contamination par les métaux lourds représente une préoccupation environnementale majeure en raison de la toxicité, de la non-biodégradabilité, de la cancérogénicité et de la capacité des métaux lourds à s'intégrer dans l'environnement, qui font qu'ils s'accumulent dans le corps des êtres vivants et entrent dans la chaîne alimentaire pour la contaminer [2].

En tant que métal lourd, le chrome et ses dérivés sont utilisés dans un grand nombre d'industries, notamment les usines chimiques, les industries du cuir, les aciéries, la production de teintures et de pigments, les combustions de charbon, le placage des métaux et l'industrie textile, où ils se retrouvent dans l'environnement par le biais des eaux usées produites par ces industries [3]. La turbidité est causée par diverses matières particulaires ou colloïdales composées de limon, d'argile, de composés organiques ou inorganiques ainsi que du plancton et d'autres micro-organismes, elle gêne l'efficacité des traitements de désinfection. À cette fin, il est essentiel de traiter ces déchets pour limiter la quantité de polluants rejetés dans l'environnement. Il existe plusieurs techniques classiques pour éliminer l'excès de polluants organiques colorés, par exemple le bleu de méthylène [4].

La coagulation/floculation est l'un des procédés de traitement chimique couramment utilisés pour l'eau et les eaux usées. Son efficacité et sa simplicité d'utilisation lui permettent d'être utilisé dans de nombreuses installations de traitement de l'eau et des eaux usées [3]. La coagulation permet, par l'injection et la dispersion de produits chimiques (coagulants) lors d'un mélange relativement intense, de déstabiliser les particules et macromolécules naturelles et/ou de précipiter des particules supplémentaires. La floculation permet, par l'ajout de polymères synthétiques ou naturels en mélange lent, de favoriser l'agrégation et de lier ensemble les microflocs de particules déstabilisées en des floccs plus grands qui peuvent être éliminés ultérieurement par sédimentation et/ou filtration. Toutefois, l'utilisation de ces produits chimiques, en particulier l'aluminium, peut avoir plusieurs conséquences sur l'environnement. L'utilisation de coagulants polymères organiques synthétiques tels que les polyacrylamides et

les polyamines est également problématique car ils peuvent être toxiques dans certaines circonstances [5].

Récemment, l'utilisation de coagulants respectueux de l'environnement s'est étendue. Ils peuvent être proposés comme une alternative importante pour le traitement des eaux. Les polymères organiques naturels appelés bio-polymères sont produits ou extraits naturellement à partir de tissus animaux, végétaux ou de micro-organismes. Ces bio-polymères ne sont pas toxiques pour la santé humaine et sont biodégradables. Leur utilisation comme coagulants est avantageuse car ils sont efficaces à faible dosage et réduisent donc le volume des boues [6].

L'objectif de ce travail est de préparer les bio-polymères l'amidon et le chitosane (à partir de la chitine) puis les utiliser dans le traitement des eaux polluées par la technique de la coagulation/floculation.

Pour présenter le travail réalisé, nous l'avons scindé en trois chapitres :

- Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique sur :
  - ✓ Les propriétés de la chitine et du chitosane, leurs sources ainsi que leurs différents procédés d'obtention et différents domaines d'application ;
  - ✓ L'amidon, sa source ainsi que ses modifications chimiques ;
  - ✓ Généralités sur le processus de la coagulation/floculation, ainsi que les trois milieux colloïdaux utilisés (bentonite, kaolin et perlite) ;
- Le second chapitre consiste à présenter les métaux, les méthodes opératoires ainsi que les techniques expérimentales utilisées dans la réalisation de ce travail.
- Le dernier chapitre regroupe les résultats expérimentaux obtenus, discutés et interprétés.

Nous terminons par une récapitulation des principales conclusions issues de ce travail.

### Références bibliographiques :

- [1] G. Liquids *et al.*, “Water Treatment Water Treatment,” no. 403, pp. 1–5, 1995.
- [2] A. Ahmadi, R. Foroutan, H. Esmaeili, and S. Tamjidi, “The role of bentonite clay and bentonite clay@MnFe<sub>2</sub>O<sub>4</sub> composite and their physico-chemical properties on the removal of Cr(III) and Cr(VI) from aqueous media,” *Environ. Sci. Pollut. Res.*, no. Vi, 2020, doi: 10.1007/s11356-020-07756-x.
- [3] B. Bouras, T. Hocine, K. Benhabib, R. Zair, A. Mansri, L. Tennouga, and K. Guemra “TURBIDITY REMOVAL FROM BENTONITE SUSPENSION BY COAGULATION / FLOCCULATION USING MODIFIED,” *Academia Romana.*, vol. 64, no. 11, pp. 985–991, 2019, doi: 10.33224/rch.2019.64.11.07.
- [4] G. S. Bilotta and R. E. Brazier, “Understanding the influence of suspended solids on water quality and aquatic biota,” *Water Res.*, vol. 42, no. 12, pp. 2849–2861, 2008, doi: 10.1016/j.watres.2008.03.018.
- [5] J. Q. Jiang, “The role of coagulation in water treatment,” *Curr. Opin. Chem. Eng.*, vol. 8, pp. 36–44, 2015, doi: 10.1016/j.coche.2015.01.008.
- [6] H. Zemmouri, M. Drouiche, A. Sayeh, H. Lounici, and N. Mameri, “Chitosan application for treatment of Beni- Amrane’s water dam,” *Energy Procedia*, vol. 36, pp. 558–564, 2013, doi: 10.1016/j.egypro.2013.07.064.

***SYNTHESE  
BIBLIOGRAPHIQUE***

**PARTIE 1 : Les matériaux****I.1.1 Chitine et chitosane****I.1.1.1 Sources et structures chimiques de la chitine et du chitosane**

La chitine est l'un des bio-polymères le plus abondant au monde après la cellulose. Les principales sources exploitées sont deux crustacés marins, les crevettes et les crabes. Elle est présentée également dans les coquilles de mollusques, dans les cuticules des insectes, dans la paroi de la plupart des champignons et dans certaines algues chlorophycées [1] [2].

Les sources potentielles de la chitine sont très nombreuses. Le tableau I.1 illustre les différentes sources potentielles de la chitine.

**Tableau I.1** : Sources potentielles de chitine [1].

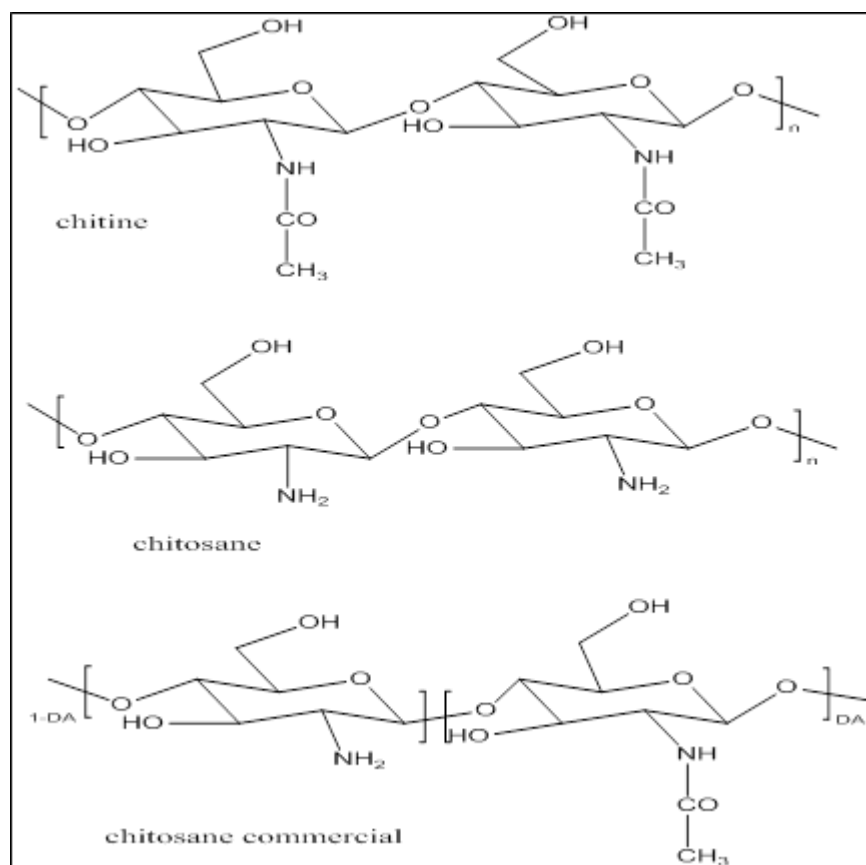
Sources de chitine	Teneur en chitine (%)
Crabe marbré ( <i>Grapsus marmoratus</i> )	10
Crabe rouge ( <i>Portunus puber</i> )	10
Le crabe comestible	70
Crabe araignée ( <i>Maia squinada</i> )	16
Homard sauterelle ( <i>Scyllarus arctus</i> )	25
Langouste ( <i>Palinurus vulgaris</i> )	32
Crevette ( <i>Palaemon fabricius</i> )	44
Seiche ( <i>sepia officinalis</i> )	20
Calmar ( <i>Loligo vulgaris</i> )	40
Champignons ( <i>Aspergillus niger</i> )	42

Le chitosane est un amino polysaccharide d'origine biologique. Ce bio-polymère est une substance peu répandue dans la nature. Il est présent dans la paroi cellulaire de certains micro-organismes fongiques (champignons zygomycètes), la paroi de certaines algues vertes et, de façon temporaire, dans la carapace d'arthropodes.

Il n'y a donc pas de source primaire de chitosane exploitable, sa production étant assurée par transformation des déchets issus de la pêche. La source majeure du chitosane vendu commercialement provient, en effet, de la désacétylation de la chitine [3].

Le chitosane ( $C_6H_{11}NO_4$ )<sub>n</sub> est une forme modifiée de la chitine. La chitine est un polysaccharide constitué d'unités de poly N-acétyl-D-glucosamine liées par des liaisons de type  $\beta(1\rightarrow4)$  tandis que le chitosane est un copolymère linéaire composé d'unités monomériques de D-glucosamine et de N-acétyl-D-glucosamine liées par des liaisons  $\beta(1\rightarrow4)$ , dont le degré d'acétylation est inférieur à 50 % [3][4].

Le chitosane fut pour la première fois préparé à partir de la chitine en 1894 par Hoppe Seylar et obtenu par désacétylation complète de la chitine mais sans destruction de sa chaîne polymérique [5]. Les structures chimiques de la chitine et du chitosane sont caractérisées par la présence de groupements amine et de groupements acétamide et la présence de nombreuses fonctions hydroxyle qui confèrent un fort caractère hydrophile notamment au chitosane. Ces deux bio-polymères sont également caractérisés par leur degré d'acétylation (DA) ou, selon les auteurs, par leur degré de désacétylation (DD) [3][4].



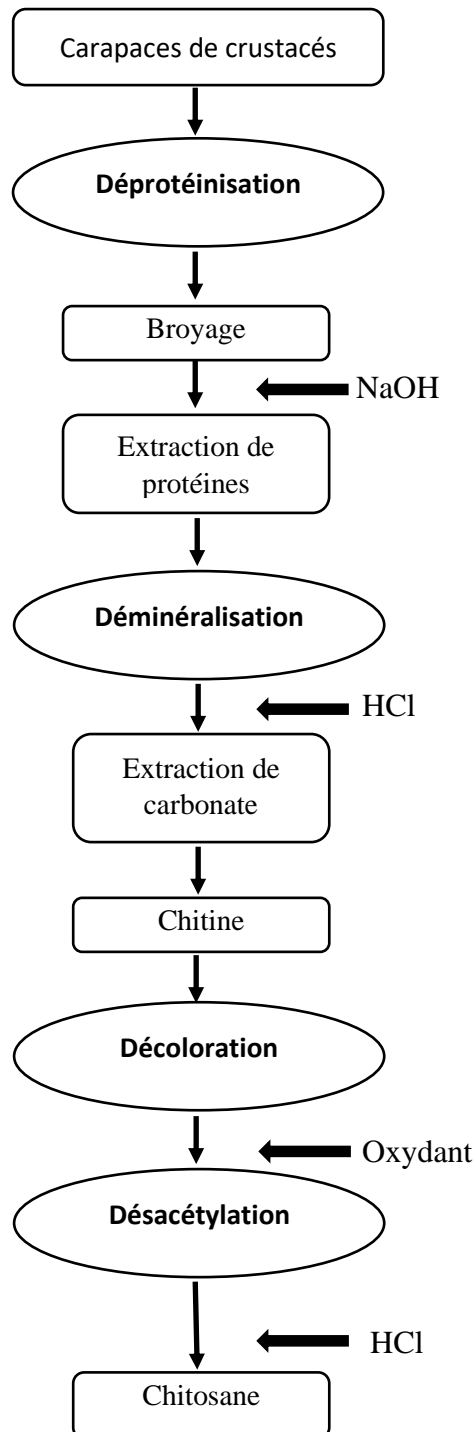
**Figure I.1** : Structure chimique de la chitine parfaite, du chitosane parfait et du chitosane commercial [3].

### I.1.1.2 Le procédé d'obtention du chitosane à partir de la chitine (Processus de désacétylation)

La production commerciale de chitosane utilise la chitine provenant des crevettes et des crabes. Les procédés de fabrication les plus courants font appel à une série de traitements chimiques incluant les étapes suivantes [3][4]:

- **L'étape de déprotéinisation** : c'est une étape qui consiste à éliminer les protéines liées à la chitine. Elle se fait par hydrolyse basique. Les carapaces de crustacés sont d'abord broyées, puis les protéines ainsi qu'une partie des colorants naturels sont extraits par une solution de soude ou de potasse.
- **L'étape de déminéralisation** : c'est une étape qui consiste à éliminer la matière minérale (principalement carbonates et phosphates) liée à la chitine. Elle se fait par hydrolyse acide chlorhydrique.
- **L'étape de décoloration** : c'est une étape qui comporte à éliminer les pigments qui sont liés à la chitine. Elle est effectuée par un agent oxydant.
- **L'étape de désacétylation** : c'est l'étape de désacétylation de la chitine. Elle se fait par hydrolyse basique de la chitine ou par voie enzymatique. Le chitosane obtenu peut être ensuite redissous dans une solution d'acide organique afin de le purifier.

Le processus permettant de passer de l'extraction de la chitine à l'obtention de chitosane est schématisé sur la figure I.2.



**Figure I.2 :** Procédé de la fabrication de la chitine et du chitosane [4].

### I.1.1.3 Principales propriétés du chitosane

**Tableau I.2 :** Propriétés du chitosane [3].

Propriétés	Description
Physico-chimique	-Polyamide linéaire, hydrophile. -Structure semi-rigide, réactive. -Matériau brut non poreux.
Polyélectrolytes en milieu acide	-Polymère cationique à forte densité de charge.
Biologiques	-Matériau non toxique. -Substance biocompatible et biodégradable. -Activité antibactérienne et antifongique.
Filmogènes : interactions avec d'autres substances	-Complexation/chélation. -Propriétés de coagulation/floculation et d'adsorption. -Propriétés de rétention d'eau. -Propriétés d'adhésion.

### I.1.1.4 Domaine d'application du chitosane

Les propriétés physico-chimiques et biologiques du chitosane en font un matériau de choix. Ce matériau polyvalent est utilisé dans de nombreux domaines industriels comme les secteurs biomédical, pharmaceutique, cosmétique, chimique, agroalimentaire et agricole. Le chitosane est également largement appliqué dans le traitement de l'eau et des eaux usées car il peut être conditionné et utilisé pour la complexation des polluants sous différentes formes, des formes hydrosolubles aux formes solides (gels, perles, membranes, fibres, etc.) [2] [3].

### I.1.2 Amidon

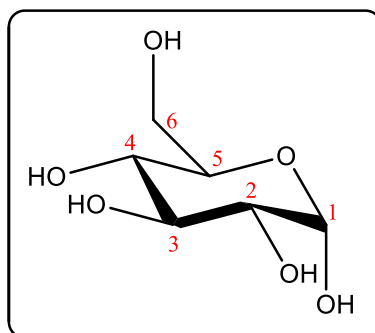
Les polysaccharides sont des substances de masse moléculaire très élevée, résultant de la condensation d'un grand nombre de sucres. Les plus communs correspondent à la condensation d'hexoses (particulièrement du glucose), mais il existe des composés analogues provenant de la condensation des pentoses (xylose par exemple). Les polysaccharides les plus

importants sont la cellulose, l'amidon et le glycogène. L'amidon est un polysaccharide végétal que l'on trouve principalement dans les céréales, les racines et les tubercules comme les pommes de terre, et les légumineuses comme les pois, les pois chiches et les haricots [6][7].

### I.1.2.1 Composition et architecture macromoléculaires de l'amidon

L'amidon est un polysaccharide de formule brute  $(C_6H_{10}O_5)_n$  que l'on trouve dans les plantes sous forme granulaire de 1 à 100  $\mu\text{m}$  ; ils varient en taille et en forme selon leur origine botanique. Des composants mineurs (lipides, protéines, minéraux) sont présents en quantités variables en fonction de l'origine botanique et de la technologie d'extraction. Les constituants de l'amidon sont essentiellement représentés par des polyholosides (98 à 99%). La fraction non glucidique (1 à 2%) est donc minoritaire.

Il est principalement constitué de deux homopolymères de  $\alpha$ -D-glucopyranose (figure I.3): l'amylose linéaire dans lequel les groupements  $\alpha$ -D-glucopyranose sont liés par des liaisons de type  $\alpha$  (1-4), et l'amylopectine ramifié dans lequel les groupements  $\alpha$ -D-glucopyranose sont liés par des liaisons de type  $\alpha$  (1-4) et  $\alpha$  (1-6) [8].



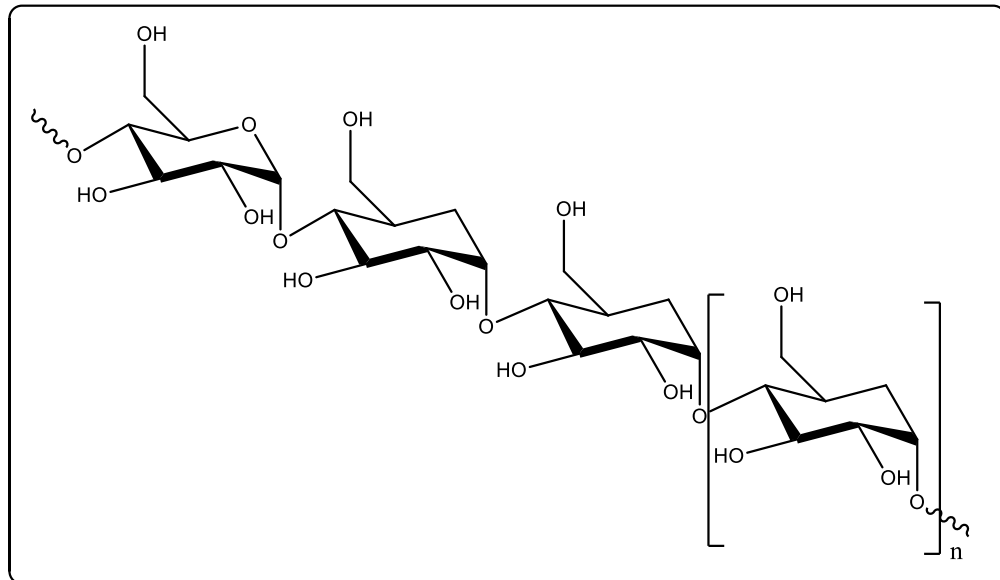
**Figure I.3** : Groupement  $\alpha$ -D-glucopyranose [8].

Selon l'origine botanique, les teneurs en amylose et en amylopectine varient respectivement de 20 à 30% et de 70 à 80% pour les amidons standards. Cependant, quelques espèces d'amidon peuvent contenir moins de 1% d'amylose (maïs cireux ou waxy) ou entre 45 à 80% d'amylose (amylomaïs) [9].

#### a) Amylose

L'amylose est caractérisé par une macromolécule de structure linéaire constituée de 600 à 6000 unités  $\alpha$ -D-glucopyranose, reliées par des liaisons de type  $\alpha$ -(1-4) (figure I.4). Toutefois, on note une faible quantité de liaisons  $\alpha$ -(1-6). Sa masse molaire moyenne varie de  $10^5$  à  $10^6$  g/mol selon l'origine botanique de l'amidon ce qui correspond à un degré de

polymérisation compris entre 100 et 1000. Les molécules d'amylose peuvent être faiblement ramifiées et ces ramifications sont d'autant plus nombreuses que la masse molaire est grande [10].

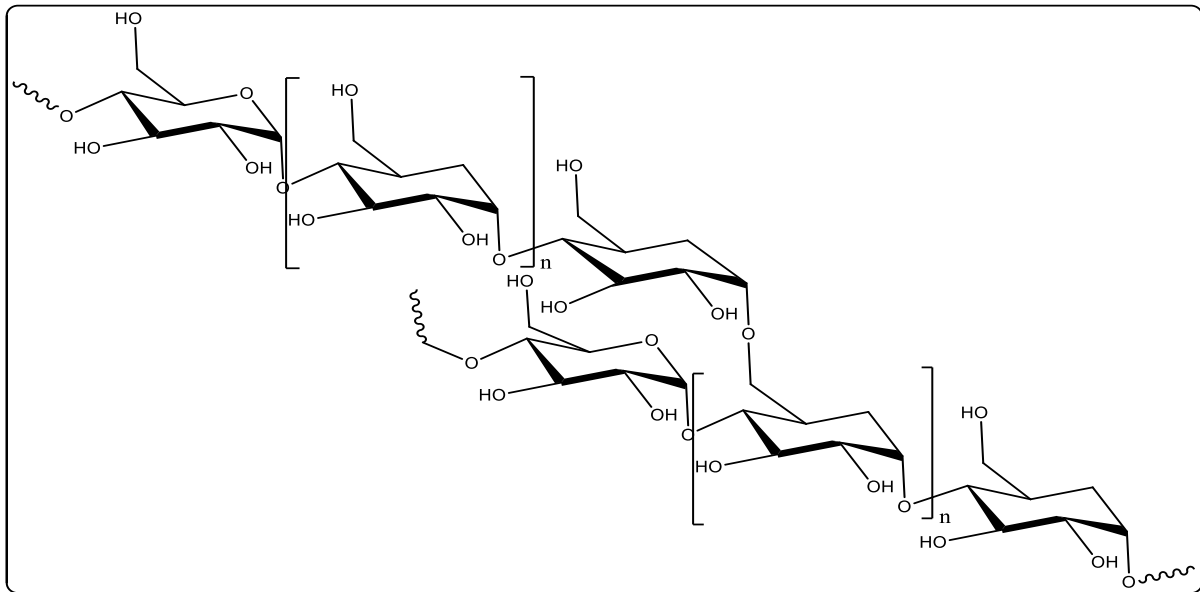


**Figure I.4 :** Formule semi-développée d'une chaîne d'amylose [11].

Les molécules d'amylose ont tendance à adopter une conformation en hélice simple ou double autour de la liaison  $\alpha$ -(1-4). Ces hélices forment des cavités hydrophobes qui confèrent à l'amylose la capacité à complexer des molécules hydrophobes telles que l'iode, des acides gras ou des alcools. En particulier, la complexation de l'iode est à la base de sa caractérisation analytique [10][11].

### b) Amylopectine

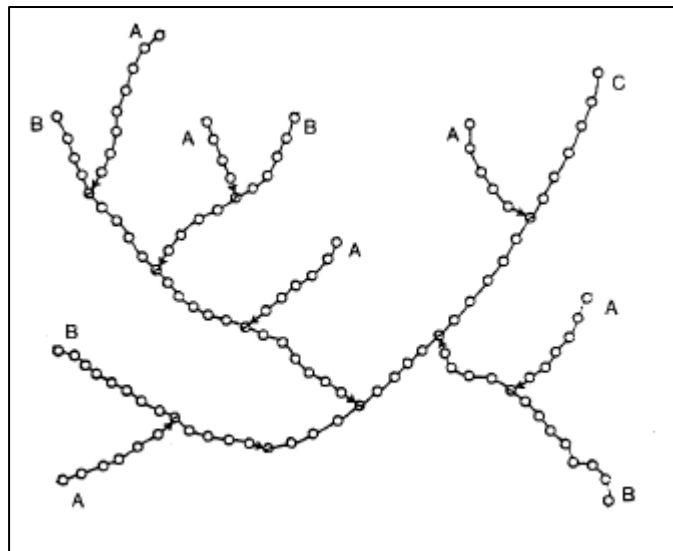
Contrairement à la longue chaîne linéaire d'amylose, l'amylopectine est une macromolécule de structure ramifiée. Les éléments constitutifs de l'amylopectine sont également des unités de  $\alpha$ -D-glucopyranose reliées entre elle par des liaisons de type  $\alpha$ -(1-4), mais dans ce cas, une partie considérable des liaisons sont en fait des unités de glucose  $\alpha$ -(1-6) (5%-6%), ce qui donne à la molécule une structure ramifiée (figure I.5).



**Figure I.5 :** Structure semi-développée de l'amylopectine [11].

La masse moléculaire moyenne de l'amylopectine est assez élevée entre  $10^7$  et  $10^9$  g/mol selon l'origine botanique de l'amidon. Le modèle structural le plus représentatif au niveau des chaînes d'amylopectine est le modèle du cluster c'est-à-dire de grappe comme illustré sur la figure I.6 et il est composé de trois types de chaînes (figure I.6) [12] :

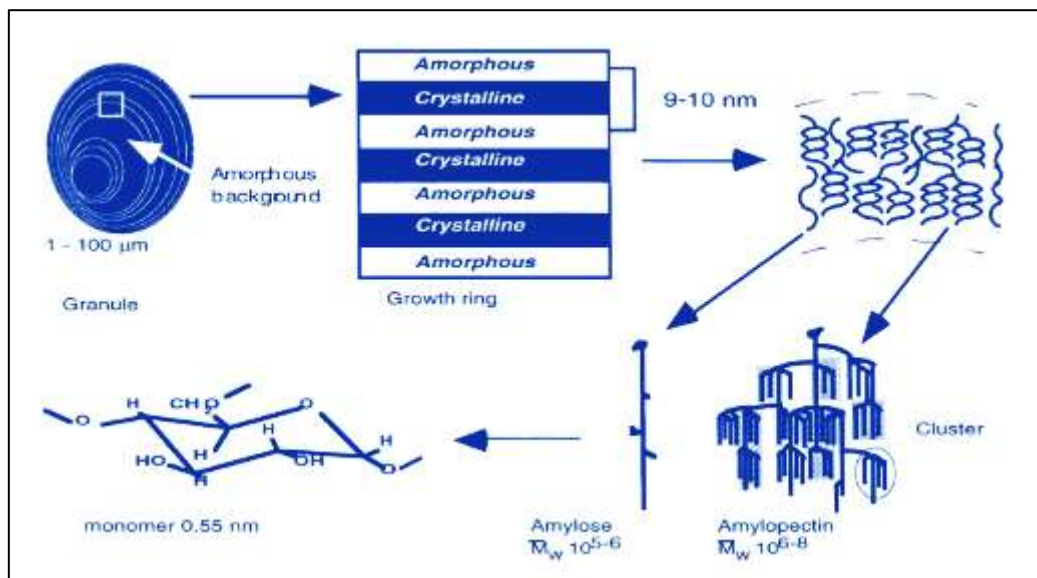
- Chaines courtes de type A (ne portent pas d'autres chaînes), portées par les chaînes B avec un degré de polymérisation (DP) proche de 15-20, forment les arborescences terminales.
- Chaines de type B avec un degré de polymérisation (DP) entre 40 et 50, forment l'ossature de la molécule.
- Chaines de type C avec un degré de polymérisation proche de 60, chaînes portant le groupe réducteur de la molécule, néanmoins, la présence éventuelle d'un groupe réducteur n'est pas significative, et les chaînes C peuvent être considérées comme des chaînes B.



**Figure I.6 :** Principaux types de chaînes dans l'amylopectine [13].

### I.1.2.2 Présentation physique de l'amidon

L'amidon, après extraction à partir des organes de réserve des végétaux supérieurs et purification se présente sous la forme d'une poudre blanche insoluble dans l'eau froide. Cette poudre est constituée d'entités microscopiques nommées « grains d'amidon » dont la taille varie entre 2 et 100  $\mu\text{m}$ . Le grain d'amidon possède une structure qui présente une alternance de zones claires et sombres entourant un centre plus foncé appelé « hile » [11].



**Figure I.7 :** Un granule d'amidon du niveau moléculaire au niveau microscopique [14].

### I.1.2.3 Propriétés de l'amidon

La conformation spatiale de l'amidon contrôle ses propriétés physiques et chimiques. L'amidon possède des régions cristallines et des régions amorphes. En effet, on sait que la région amorphe est beaucoup plus accessible à l'attaque des réactifs que la région cristalline car les liaisons hydrogènes étant beaucoup plus nombreuses dans cette dernière. De ce fait, il est préférable de traiter préalablement l'amidon de manière à rompre les liaisons hydrogène intra et intermoléculaire et ainsi le modifier chimiquement [14].

### I.1.2. 4 Les modifications chimiques de l'amidon

L'amidon contient trois fonctions hydroxyle substituables par unité glucose, la première sur le C<sub>6</sub> et les deux secondaires sur C<sub>2</sub> et C<sub>3</sub>. Ces fonctions hydroxyle constituent des sites actifs pour la modification chimique de l'amidon.

Parmi toutes les modifications que l'on peut trouver, quatre grands types de modifications se distinguent dans la littérature [15] :

- L'oxydation de l'amidon afin de réduire le degré de polymérisation et donc de réduire sa viscosité. Ce type de modification n'a pas d'effet sur sa sensibilité à l'eau, il détériore les propriétés mécaniques mais augmente sa solubilité.
- La réticulation par l'introduction de liaisons intra et intermoléculaires, notamment à l'aide de groupements phosphates ou adipates. Le but est d'augmenter la densité de réseau, la résistance à la température, à l'acidité et au cisaillement.
- La substitution des fonctions alcool par des groupements chimiques hydrophobes dans le but de stabiliser et de diminuer l'hygroscopicité de l'amidon, mais également pour limiter le phénomène de rétrogradation. Pour cela plusieurs fonctions chimiques tels que les esters, les phosphates ou les éthers sont utilisées.
- Le greffage de polymères ou de copolymères sur les fonctions alcool (PLA, silane-fluoroacrylate, acide polyacrylique, copolymère PLA-polyvinyle-alcool...) dans le but d'obtenir des propriétés particulières selon le polymère greffé.

## **PARTIE 2 : Théorie de la coagulation/ floculation**

### **I.2.1 Introduction**

La coagulation et la floculation constituent le processus unitaire important dans le traitement de l'eau potable. Ce processus vise à produire une eau biologiquement et chimiquement sûre pour la consommation humaine. L'eau traitée doit être esthétiquement agréable en termes d'odeur, d'apparence et de goût [16].

### **I.2.2 Processus de la coagulation/floculation**

La coagulation-floculation est une technique de séparation solide/liquide qui permet l'élimination des matières en suspensions et des matières colloïdales. Les matières en suspension, souvent de trop petites dimensions, sédimentent difficilement, ce qui rend leur élimination impossible. L'ajout d'un agent coagulant permet alors un accroissement de leur taille et une décantation plus rapide dans les équipements prévus à cet effet. Les matières colloïdales, présentent des charges de surface qui empêchent leur agglomération naturelle (les matières colloïdales se répulsent les unes les autres) d'où la nécessité d'ajouter aussi des agents coagulants pour réduire le potentiel de surface de ces particules [5].

### **I.2.3 Définition de la coagulation**

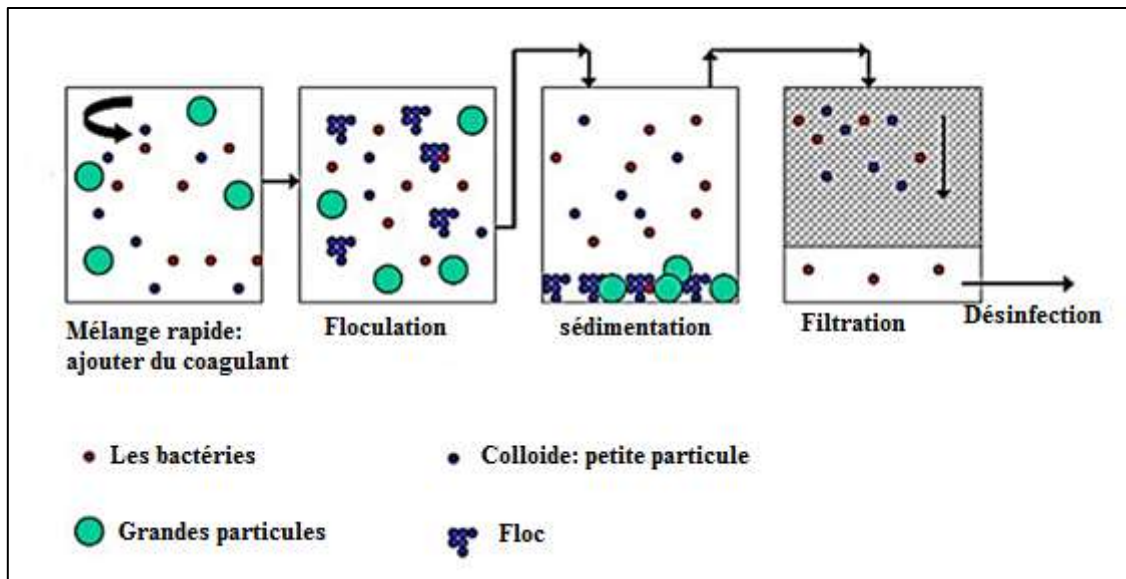
La coagulation est un procédé permettant de combiner de petites particules en agrégats plus grands (flocs) lors d'un mélange relativement intense et d'adsorber la matière organique dissoute sur les agrégats de particules, par l'injection et la dispersion de produits chimiques (coagulants) afin que ces impuretés puissent être éliminées dans les procédés ultérieurs de séparation solide/liquide [17].

- **Coagulant :** C'est une substance chimique comme l'alun qui cause l'agglomération des particules fines et permet de former un précipité gélatineux dans l'eau usée pouvant ensuite être retiré [18].

### **I.2.4 Définition de la floculation**

La floculation a pour objectif de favoriser, à l'aide d'un mélange lent, les contacts entre les molécules déstabilisées. Ces particules s'agglutinent pour former un floc qu'on peut facilement éliminer par les procédés de décantation et filtration [5].

- **Floculant** : C'est un polymère qui emprisonne les matières colloïdales agglomérées et forme ainsi des flocons volumineux qui se déposent par gravité. Il est ajouté après la coagulation pour augmenter davantage la taille et la cohésion des flocs [18].

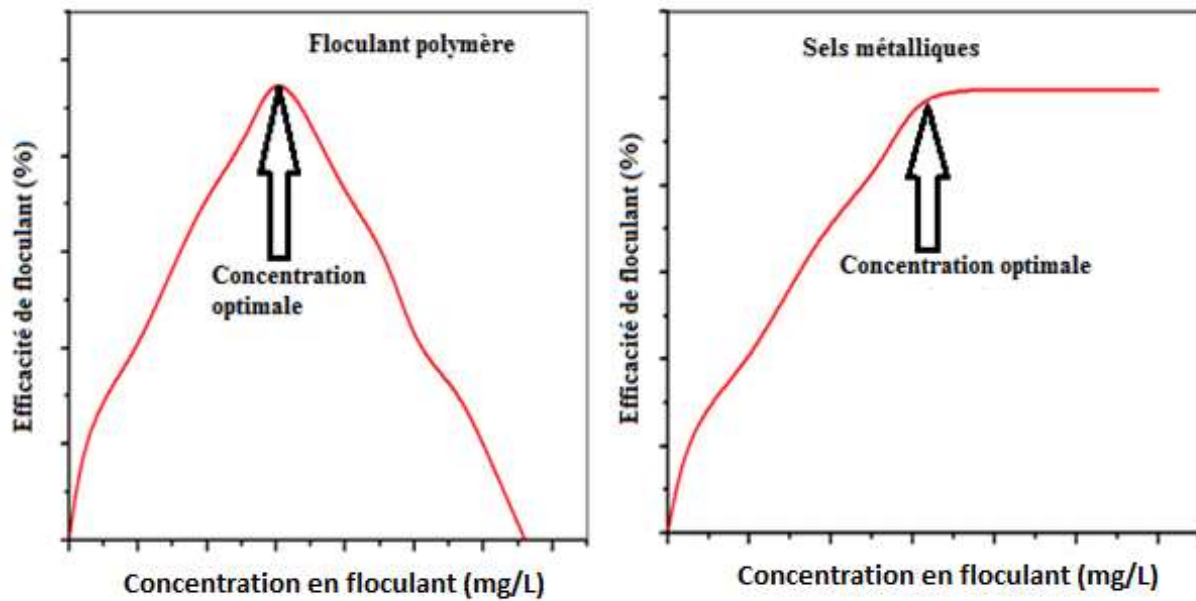


**Figure I.8** : Principe de la coagulation/floculation [18].

### I.2.5 Comparaison entre le traitement avec les sels de métaux et avec les polymères

D'après les résultats de Murcott et Harleman, les polymères ont une efficacité remarquable dans un intervalle étroit de pH. La concentration du coagulant et/ou du floculant est l'une des facteurs les plus influençant sur le processus de coagulation/floculation. Lors de l'utilisation d'un sel de métaux, le taux de l'efficacité de floculation augmente avec la concentration de floculant jusqu'à atteindre un maximum ; après cette valeur de la concentration (concentration optimale) le taux reste constant. Par contre, si le sel est remplacé par un polymère sa surdose conduit à un effet négatif sur l'efficacité de la floculation [19].

- **la concentration optimale** : est la plus faible concentration qui permettra d'atteindre le bon rendement.



**Figure I.9 :** Comparaison entre la floculation avec les sels de métaux et avec les polymères [19].

### I.2.6 Principaux avantages des polymères comme des agents coagulants/floculants

- Les polymères sont efficaces à très faibles doses par rapport aux sels de métaux.
- Les faibles doses de polymères réduisent le volume des boues produites.
- Les polymères sont généralement plus biodégradables que les boues de sels de métaux et facilitent donc la digestion des boues par les micro-organismes.
- Ils sont non corrosifs et faciles à manipuler.
- Les polymères ne posent pas de problèmes en termes de contamination des métaux résiduels [20].

### I.2.7 Les matières colloïdales et en suspension

La composition de l'eau peut se regrouper en trois catégories [21] :

- **Matières en suspension :** Ce sont des entités d'origine organique ou minérale (sable, acide humiques, argiles...). Leur dimension est entre  $10^{-3}$  à  $10^{-2}$  mm. A ces derniers s'ajoutent les bactéries, les virus et les algues (les micro-organismes). Les matières en suspension sont responsables de la couleur et de la turbidité de l'eau.
- **Matières colloïdales :** Ce sont des matières de même origine que les matières en suspension mais avec une taille plus petite (dimension entre  $10^{-6}$  à  $10^{-3}$ ) d'où leur décantation est lente.

- **Matières dissoutes** : Généralement se sont des anions et des cations. Il se trouve aussi une partie de la matière organique qui est dissoute et aussi des gaz tels que CO<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S.....

Parmi les milieux colloïdaux utilisés dans notre travail sont : la bentonite, le kaolin et la perlite.

### I.2.8 Bentonite

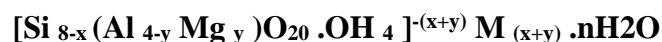
La bentonite fut découverte au 19<sup>ème</sup> siècle près de Montmorillon, dans le département de la Vienne (France). Elle est constituée de plus de 75% de de montmorillonite. En Algérie, les gisements de bentonite les plus importants économiquement se trouvent dans l'oranie (ouest algérien). On constate en particulier la carrière de Maghnia (Hammam Boughrara) dont les réserves sont estimées à un million de tonnes et de celle de Mostaganem (M'zila) avec des réserves de deux millions de tonnes [16].

#### ➤ Composition et structure de la bentonite

Les roches sédimentaires naturelles qui contiennent une smectite, le principal minéral argileux, sont appelées bentonite. Outre les smectites, les bentonites comprennent également d'autres minéraux argileux telles que l'illite et la kaolinite et des minéraux non argileux sous forme impurétés avec des teneurs différentes tels que le gypse [22].

La bentonite est une roche argileuse, tendre, onctueuse et fiable. Elle est grise, blanche ou légèrement jaune, sa teinte dépend de la sa composition (les oxydes des métaux et la matière organique) [23].

La formule idéalisée d'une maile unitaire de la montmorillonite peut décrire [24] :



Le complexe entre crochets indique : la macro anion qui compose le feuillet.

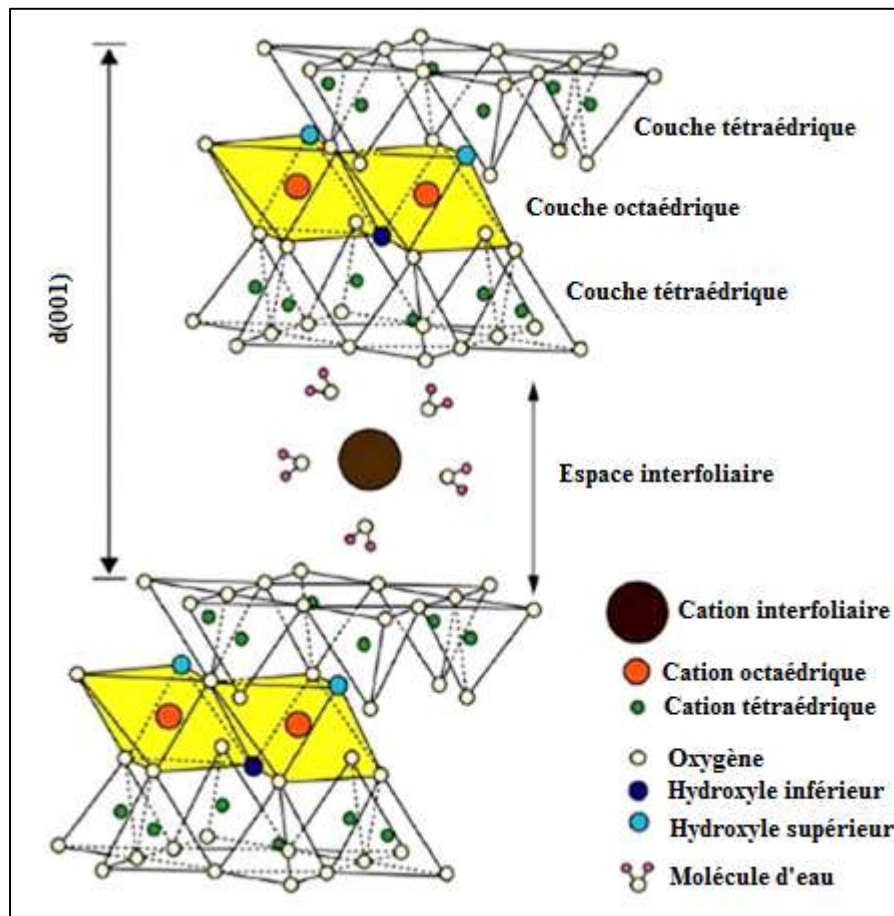
**M(x+y)** : Est le cation échangeable dans l'espace interfoliaire.

**y/8** : Est la proportion d'atome de Si substitué par Al tétraédrique.

**x/4** : Est la proportion d'Al dans la couche octaédrique substitué par Mg.

La structure de la montmorillonite a été définie à partir des travaux de Hofmant. Endel et Wilm. Marchal. Le feuillet représenté dans la figure I.10 est constitué de deux couches de tétraèdres centrées sur le silicium entre les quelles se trouve une couche octaédrique centrée sur l'aluminium. Deux couches sont séparées par l'espace interfoliaire dont l'épaisseur est de

l'ordre de  $14\text{\AA}$ , épaisseur qui peut varier selon la teneur en eau ( $9.8\text{\AA}$  pour une montmorillonite séchée à  $110^\circ\text{C}$ ).



**Figure I.10** : Représentation schématique de la structure d'une montmorillonite [24].

### ➤ Les propriétés de la bentonite

La densité de la montmorillonite, généralement est égale à 2,04. Elle est partiellement soluble dans l'acide chlorhydrique mais totalement détruite par l'acide sulfurique. Elle se caractérise par [25]:

- Une capacité d'échange de cations qui varie de 100 à 150 milliéquivalents pour 100g d'argile.
- Une surface spécifique qui est (pour la montmorillonite de Maghnia) de  $90\text{ m}^2/\text{g}$ .
- Le gonflement dans l'eau en formant une masse visqueuse et gélatineuse.

### I.2.9 Kaolin

L'argile kaolinique, constituée en grande partie de kaolinite, est largement utilisée comme pigment blanc. Aux États-Unis, la production de kaolin pigmentaire a atteint près de

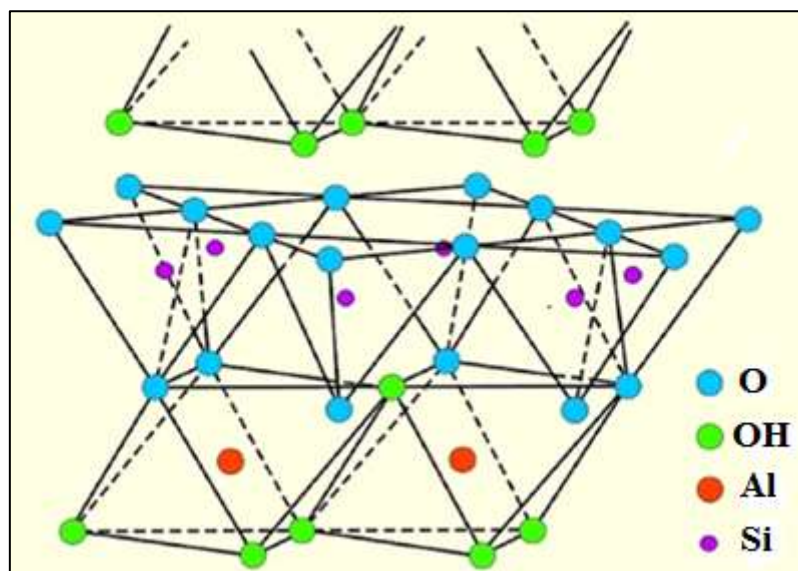
8,5 millions de tonnes en 1999. Le revenu estimé pour ce volume de production était proche de 1,8 milliard de dollars [26]. En Algérie, il existe quelques gisements de kaolin mais jusqu'à présent le pays en importe une partie. Parmi les gisements de kaolin on peut citer le gisement de Djebel Debagh et de Tamazert [27].

➤ **Structure et composition de la kaolinite**

La kaolinite minérale est un silicate d'aluminium et peut être représentée par la formule  $(OH)_8 Si_4 Al_4 O_{10}$ . La kaolinite pure a la composition, exprimée en oxydes : 46,54%  $SiO_2$ , 39,50%  $Al_2O_3$ , et 13,96%  $H_2O$ . En fait, les kaolins commerciaux diffèrent quelque peu de l'analyse ci-dessus en raison de la présence de minéraux d'accès et d'éventuelles substitutions d'autres éléments dans le réseau cristallin [26].

La kaolinite possède une structure assez particulière de type feuillet dans une poudre sèche, c'est le grain qui constitue la particule élémentaire de matière solide ; il peut être caractérisé par un procédé quelconque de séparation granulométrique. Le grain de kaolinite possède la particularité d'être constitué par un groupement ordonné de feuillets ou agrégats, plus ou moins régulièrement empilés dans des agrégats [27].

Les feuillets sont à peu près fixes les uns par rapport aux autres et ne peuvent fixer ni eau ni cation dans leurs intervalles ; les possibilités de gonflement, le pouvoir absorbant des bases sont donc réduits. Les kaolinites sont donc très résistantes à la chaleur.



**Figure I.11** : Représentation schématique de la structure cristalline de la kaolinite [28].

➤ **Propriétés physico-chimiques de la kaolinite**

Les propriétés de la kaolinite ont été étudiées par Cases et al. 1982 et Murray, 1991. Le kaolin pur est considéré comme [27]:

- Un minéral non gonflant.
- Chimiquement inerte dans un domaine relativement large de pH 4 à 9.
- Doux et non abrasif.
- Plastique, réfractaire.
- Faiblement biréfringente, l'indice de réfraction moyen est de 1,56.
- Blancheur élevée.
- Faiblement conducteur à la fois de chaleur et d'électricité.

➤ **Les principales utilisations industrielles du kaolin**

Le kaolin présente plusieurs usages industriels grâce à ses diverses propriétés citées précédemment et son faible coût. Les principales applications du kaolin dans l'industrie sont regroupées dans le tableau I.3.

**Tableau I.3** : les applications industrielles du kaolin [27].

Rôle	Utilisation
Couchage	Couchage de peinture, papier et encre
Charge	Charge minérale du papier, plastique, adhésifs, caoutchouc, polymères, linoléum, textiles
Matière première	Fibre de verre, catalyseur, ciment, plâtre, industries de bâtiments, fibres émaux, céramique, production des composés chimiques d'Aluminium, fonderie, production des zéolites
Diluant, absorbant ou transporteur	Vecteur de médicament, polissage, insecticides, engrais, produits de beauté, détergents, produits pharmaceutiques

### I.2.10 Perlite

La perlite est un verre volcanique siliceux, dont le volume peut se dilater considérablement sous l'effet de la chaleur. Lorsqu'il est chauffé au-dessus de 870°C, son volume augmente de 4 à 20 fois par rapport au volume initial. En raison de cette augmentation de volume et de sa structure poreuse, l'absorption d'eau de la perlite expansée est considérablement élevée. La densité de la perlite diminue à mesure que son volume augmente, c'est pourquoi elle est décrite comme un matériau léger. Elle est de couleur grise, gris argenté, brun foncé et noir. Il existe des gisements de perlite dans de nombreux pays du monde. Les principaux producteurs mondiaux de perlite sont la Grèce, la Chine, l'Iran, la Turquie, les États-Unis et le Japon [29].

#### ➤ Composition de la perlite

Chimiquement, le minerai de perlite se compose de SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et de quantités moindres de plusieurs oxydes métalliques (sodium, potassium, fer, calcium et magnésium). Le tableau I.4 montre la composition des minerais de perlite de plusieurs pays.

**Tableau I.4** : Composition chimique de la perlite provenant de diverses sources [30].

Origine	Etats-Unis	Grèce	Turquie	Hongrie
SiO <sub>2</sub>	65-77,5	71-75	71-75	68-75
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	11-18	12-16	12,5-18	10-15
Na <sub>2</sub> O	2,4-4,6	3,0-4,0	2,9-4,0	2,8-4,5
K <sub>2</sub> O	1,4-5,7	4,0-5,0	4,0-5,0	3,2-4,5
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,5-2,0	0,5-2,0	0,1-1,5	1,0-2,5
MgO	0,2-0,7	0,2-0,7	0,03-0,5	0,2-1,5
CaO	0,5-3,6	0,5-1,5	0,5-2,0	1,5-2,0

#### ➤ Propriétés physiques

La perlite expansée est un matériau résistant au feu, à la chaleur et aux produits chimiques qui a une structure poreuse. La porosité est déterminée comme le rapport moyen entre le volume des pores et le volume total des grains de perlite. La structure poreuse donne à la perlite une capacité d'absorption volumétrique et superficielle. Pour prévenir la pollution de l'eau et assurer l'isolation, l'absorption d'eau est involontaire, car les pores

remplis d'eau augmentent la conductivité thermique. La structure poreuse donne à la perlite une capacité d'absorption superficielle et une légèreté [31].

➤ **Les applications de la perlite**

Construction : Dans la fabrication de matériaux d'isolation thermique et sonore, et de béton léger. Elle permet de réaliser des économies de matériaux, d'obtenir un avantage volumétrique et de renforcer la résistance.

Agriculture : Dans les travaux de terrassement, le stockage de l'eau, les aciéries et la floriculture, les engrais artificiels, le remplissage et le transport de matériaux.

Industrie : Utilisée comme isolateur de remplissage à sec et substitut de filtre, jusqu'à 250°C, et également utilisée dans les fonderies [32].

**PARTIE 3 : Travaux antérieurs sur la floculation par les bio-polymères**

La réduction de la turbidité par coagulation-floculation dans l'eau potable réduit les microbes et la matière organique, ce qui augmente l'efficacité du traitement en aval. Le chitosane est un coagulant prometteur pour l'eau, mais son utilisation nécessite des paramètres. Plusieurs études ont été faites pour étudier l'effet de la dose de chitosane, du poids moléculaire (MW), du degré de désacétylation (DD) et des groupes fonctionnels sur la réduction de la turbidité de la bentonite et de la kaolinite dans l'eau [33].

**RAVI DIVAKARAN and V. N. SIVASANKARA PILLAI [26]** ont étudié la floculation de suspensions de kaolinite dans l'eau à l'aide de chitosane dans une gamme de pH 5-9 et une turbidité allant de 10 à 160 NTU. L'efficacité de la floculation est très sensible au pH, et atteint un maximum à pH 7,5 et diminue rapidement à des valeurs de pH plus élevées ou plus faibles. Une très faible concentration de 1 mg/l de chitosane dans le floculant réduit efficacement la turbidité résiduelle à moins de 10 NTU, quelle que soit la turbidité initiale. La floculation est plus rapide à des concentrations plus élevées de kaolinite et les floes sont grands et se déposent rapidement.

**J. Li et al [34]** ont testé des chitosans de différents degrés de désacétylation (DD) et de poids moléculaire (Mw) pour la floculation de suspensions de bentonite préparées avec de l'eau déminéralisée et de l'eau du robinet. Un modèle cinétique de floculation des collisions de particules combinant des mesures de potentiel zêta et de turbidité a été utilisé pour étudier les effets de la DD et du Mw des chitosanes sur les propriétés de floculation. Les résultats ont indiqué que les doses de chitosane (Mw 232 kDa) requises pour une floculation maximale sont de 20 mg/L en DW et 5 mg/L en TW, respectivement, indépendamment de la DD de 54,6 % à 95,2 % et du pH de la suspension de bentonite. Les chitoooligomères (Mw 1,5 kDa, DD 95,2%) n'ont pas atteint la turbidité résiduelle requise (c'est-à-dire 10 NTU) dans l'eau de mer dans toutes les conditions étudiées, alors que de bons résultats ont été obtenus en utilisant 5-20 mg/L dans l'eau de mer. La floculation induite par le polymère traité a obéi à l'équation du taux bimoléculaire de Von Smoluchowski et les collisions les plus efficaces ont lieu au dosage optimal.

**A. Soros et al [35]** ont fait une étude sur les chitosanes solubles dans l'acides et dans l'eau afin d'optimiser la sélection des propriétés du chitosane telles que le degré de désacétylation et le poids moléculaire. Les réductions les plus importantes ont été observées aux doses de 1 et 3 mg/L pour des MW >50 000 ou >70 % de DD (turbidité résiduelle <5 NTU).

Des doses plus élevées n'ont pas nécessairement augmenté la réduction de façon continue. Pour les groupes fonctionnels, 3 mg/L ont produit les plus fortes réductions par le lactate, l'acétate et le HCl, et des réductions plus faibles de la kaolinite que de la bentonite. Les doses pour lesquelles le point de charge zéro a été observé se sont concentrées autour de 3 mg/L. La bentonite avait une gamme de dose efficace plus large et une réduction plus importante à la dose optimale que la kaolinite. Les chitosanes solubles dans l'acide étaient aussi efficaces que les chitosanes solubles dans l'eau pour éliminer la turbidité de la bentonite et de la kaolinite.

**Références bibliographiques**

- [1] A. Tolaimate, J. Desbrieres, M. Rhazi, and A. Alagui, "Contribution to the preparation of chitins and chitosans with controlled physico-chemical properties," *Polymer (Guildf.)*, vol. 44, no. 26, pp. 7939–7952, 2003, doi: 10.1016/j.polymer.2003.10.025.
- [2] F. Renault, B. Sancey, P. M. Badot, and G. Crini, "Chitosan for coagulation/flocculation processes - An eco-friendly approach," *Eur. Polym. J.*, vol. 45, no. 5, pp. 1337–1348, 2009, doi: 10.1016/j.eurpolymj.2008.12.027.
- [3] P. Badot, N. Morin, and G. Crini, "Traitement des eaux par du chitosane : intérêts, méthodes et perspectives," *Tech. L'Ingenieur*, vol. RE 126, no. 0, pp. 1–13, 2009.
- [4] N. K. Mathur and C. K. Narang, "Chitin and chitosan, versatile polysaccharides from marine animals," *J. Chem. Educ.*, vol. 67, no. 11, pp. 938–942, 1990, doi: 10.1021/ed067p938.
- [5] E. Onsosyen and O. Skaugrud, "Metal recovery using chitosan," *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, vol. 49, no. 4, pp. 395–404, 1990, doi: 10.1002/jctb.280490410.
- [6] P. H. Elchinger *et al.*, "Polysaccharides: The 'click' chemistry impact," *Polymers (Basel)*, vol. 3, no. 4, pp. 1607–1651, 2011, doi: 10.3390/polym3041607.
- [7] I. J. Joye, "Starch," *Encycl. Food Chem.*, pp. 256–264, 2018, doi: 10.1016/B978-0-08-100596-5.21586-2.
- [8] D. R. Lu, C. M. Xiao, and S. J. Xu, "Starch-based completely biodegradable polymer materials," *Express Polym. Lett.*, vol. 3, no. 6, pp. 366–375, 2009, doi: 10.3144/expresspolymlett.2009.46.
- [9] H. F. Zobel, "Chapter IX - Gelatinization of Starch and Mechanical Properties of Starch Pastes a2 - Whistler, Roy L.," *Starch Chem. Technol. (Second Ed.)*, pp. 285–309, 1984, doi: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-746270-7.50015-X>.
- [10] A. Buléon, P. Colonna, V. Planchot, and S. Ball, "Starch granules: Structure and biosynthesis," *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 23, no. 2, pp. 85–112, 1998, doi: 10.1016/S0141-8130(98)00040-3.
- [11] R. F. Tester, J. Karkalas, and X. Qi, "Starch - Composition, fine structure and architecture," *J. Cereal Sci.*, vol. 39, no. 2, pp. 151–165, 2004, doi: 10.1016/j.jcs.2003.12.001.
- [12] V. Saritha, N. Srinivas, and N. V. Srikanth Vuppala, "Analysis and optimization of coagulation and flocculation process," *Appl. Water Sci.*, vol. 7, no. 1, pp. 451–460, 2017, doi: 10.1007/s13201-014-0262-y.
- [13] D. J. Manners, "Recent developments in our understanding of amylopectin structure," *Carbohydr. Polym.*, vol. 11, no. 2, pp. 87–112, 1989, doi: 10.1016/0144-8617(89)90018-0.
- [14] S. Pérez and E. Bertoft, "The molecular structures of starch components and their contribution to the architecture of starch granules: A comprehensive review," *Starch/Staerke*, vol. 62, no. 8, pp. 389–420, 2010, doi: 10.1002/star.201000013.
- [15] H. Wei, B. Gao, J. Ren, A. Li, and H. Yang, "Coagulation/flocculation in dewatering of sludge: A review," *Water Res.*, vol. 143, no. 2015, pp. 608–631, 2018, doi:

- 10.1016/j.watres.2018.07.029.
- [16] H. Zemmouri, M. Drouiche, A. Sayeh, H. Lounici, and N. Mameri, “Chitosan application for treatment of Beni- Amrane’s water dam,” *Energy Procedia*, vol. 36, pp. 558–564, 2013, doi: 10.1016/j.egypro.2013.07.064.
- [17] J. Q. Jiang, “The role of coagulation in water treatment,” *Curr. Opin. Chem. Eng.*, vol. 8, pp. 36–44, 2015, doi: 10.1016/j.coche.2015.01.008.
- [18] L. Semerjian and G. M. Ayoub, “High-pH-magnesium coagulation-flocculation in wastewater treatment,” *Adv. Environ. Res.*, vol. 7, no. 2, pp. 389–403, 2003, doi: 10.1016/S1093-0191(02)00009-6.
- [19] S. Matériaux, “Thèse lmd,” 2018.
- [20] S. Kawamura, D. R. F. Harleman, E. A. Thomson, and P. E. A. Hruskoci, “United States Patent (19),” no. 19, 1996.
- [21] Z. Adamczyk, “Particle adsorption and deposition: Role of electrostatic interactions,” *Adv. Colloid Interface Sci.*, vol. 100–102, no. SUPPL., pp. 267–347, 2003, doi: 10.1016/S0001-8686(02)00062-3.
- [22] F. E. Özgüven, A. D. Pekdemir, M. Önal, and Y. Sarıkaya, “Characterization of a bentonite and its permanent aqueous suspension,” *J. Turkish Chem. Soc. Sect. A Chem.*, vol. 7, no. 1, pp. 11–18, 2019, doi: 10.18596/jotcsa.535937.
- [23] T. Hocine, K. Benhabib, B. Bouras, and A. Mansri, “Comparative Study Between New Polyacrylamide Based Copolymer Poly(AM-4VP) and a Cationic Commercial Flocculant: Application in Turbidity Removal on Semi-Industrial Pilot,” *J. Polym. Environ.*, vol. 26, no. 4, pp. 1550–1558, 2018, doi: 10.1007/s10924-017-1049-7.
- [24] B. Zohra, K. Aicha, S. Fatima, B. Nourredine, and D. Zoubir, “Adsorption of Direct Red 2 on bentonite modified by cetyltrimethylammonium bromide,” *Chem. Eng. J.*, vol. 136, no. 2–3, pp. 295–305, 2008, doi: 10.1016/j.cej.2007.03.086.
- [25] L. Wang and A. Wang, “Adsorption properties of Congo Red from aqueous solution onto surfactant-modified montmorillonite,” *J. Hazard. Mater.*, vol. 160, no. 1, pp. 173–180, 2008, doi: 10.1016/j.jhazmat.2008.02.104.
- [26] S. Mathur, “Kaolin flotation,” *J. Colloid Interface Sci.*, vol. 256, no. 1, pp. 153–158, 2002, doi: 10.1006/jcis.2002.8271.
- [27] K. Murugesh Babu, “Silk: Processing, properties and applications,” *Silk Process. Prop. Appl.*, vol. 6, pp. 1–264, 2018, doi: 10.1016/C2017-0-02174-2.
- [28] H. G. Dill, “Kaolin: Soil, rock and ore: From the mineral to the magmatic, sedimentary and metamorphic environments,” *Earth-Science Rev.*, vol. 161, pp. 16–129, 2016, doi: 10.1016/j.earscirev.2016.07.003.
- [29] O. Sengul, S. Azizi, F. Karaosmanoglu, and M. A. Tasdemir, “Effect of expanded perlite on the mechanical properties and thermal conductivity of lightweight concrete,” *Energy Build.*, vol. 43, no. 2–3, pp. 671–676, 2011, doi: 10.1016/j.enbuild.2010.11.008.
- [30] L. D. Maxim, R. Niebo, and E. E. Mcconnell, “Perlite toxicology and epidemiology - A review,” *Inhal. Toxicol.*, vol. 26, no. 5, pp. 259–270, 2014, doi:

- 10.3109/08958378.2014.881940.
- [31] I. B. Topçu and B. Işıkdağ, “Manufacture of high heat conductivity resistant clay bricks containing perlite,” *Build. Environ.*, vol. 42, no. 10, pp. 3540–3546, 2007, doi: 10.1016/j.buildenv.2006.10.016.
- [32] A. M. Rashad, “A synopsis about perlite as building material - A best practice guide for Civil Engineer,” *Constr. Build. Mater.*, vol. 121, pp. 338–353, 2016, doi: 10.1016/j.conbuildmat.2016.06.001.
- [33] C. Beaulieu, “Les effets multiples du chitosane,” *Phytotherapie*, vol. 5, no. SUPPL. 1, pp. 38–45, 2007, doi: 10.1007/s10298-007-0233-7.
- [34] J. Li, X. Song, J. Pan, L. Zhong, S. Jiao, and Q. Ma, “Adsorption and flocculation of bentonite by chitosan with varying degree of deacetylation and molecular weight,” *Int. J. Biol. Macromol.*, vol. 62, pp. 4–12, 2013, doi: 10.1016/j.ijbiomac.2013.08.009.
- [35] A. Soros, J. E. Amburgey, C. E. Stauber, M. D. Sobsey, and L. M. Casanova, “Turbidity reduction in drinking water by coagulation-flocculation with chitosan polymers,” *J. Water Health*, vol. 17, no. 2, pp. 204–218, 2019, doi: 10.2166/wh.2019.114.

***ETUDE  
EXPERIMENTALE***

Dans ce chapitre, les différents produits et matériaux utilisés seront présentés ainsi que les techniques d'analyse et les différents protocoles expérimentaux utilisés pour la réalisation de notre travail qui consiste à préparer des polymères modifiés (amidon et chitosane) à base d'un bio-polymère pour l'élimination des turbidités par coagulation/floculation.

## II.1 Produits et matériaux utilisés

### II.1.1 Produits et réactifs

Les solvants et les produits utilisés dans notre travail sont :

- L'eau distillée
- Toluène
- Acétone
- Ethanol
- DMSO
- Chlorure de téréphtaloyle
- L'acide chlorhydrique (HCl)
- L'hydroxyde de sodium (NaOH)

### II.1.2 Matériaux

- **Amidon** : L'amidon utilisé est extrait du maïs (maïzena). Ces caractéristiques sont regroupées dans le tableau suivant :

**Tableau II.1** : Les caractérisations de l'amidon utilisé.

Formule brute	Apparence	T° fusion	Solubilité
$(C_6H_{10}O_5)_n$	Poudre blanche	200°C (décomposition)	50 g/L (eau, 90°C)

- **Chitine et chitosane** : La chitine est extraite à partir des carapaces des crustacés et le chitosane est obtenu par désacétylation de la chitine qui se fait par hydrolyse alcaline.
- **Bentonite** : L'argile utilisée provient de BOUGHRARA à MAGHNIA.
- **Kaolin** : Le kaolin est une argile qui se compose de kaolinite pratiquement pure, ou de minéraux argileux apparentés.
- **Perlite** : La perlite utilisée provenant de BOUGHRARA à MAGHNIA.

## II.2 Modification de l'amidon

L'amidon est, après la cellulose, la principale substance glucidique synthétisée par les végétaux supérieurs à partir de l'énergie solaire. C'est un homopolymère de D-glucose. Les granules d'amidon sont des particules blanches semi-cristallines, insolubles dans l'eau à température ambiante [1].

### II.2.1 Mode opératoire

Dans un erlenmeyer de 100 ml, on a dissous 5g d'amidon dans 50 ml de DMSO, le mélange est ensuite porté sous agitation et chauffage entre (100-120°C) à bain d'huile pendant 45 min, après le repos de quelques minutes jusqu'à la disparition des bulles d'air on introduit 0,5g de chlorure de téréphtaloyle. On remet le mélange de nouveau sous agitation dans un montage à reflux jusqu'à la dissolution complète de chlorure de téréphtaloyle.

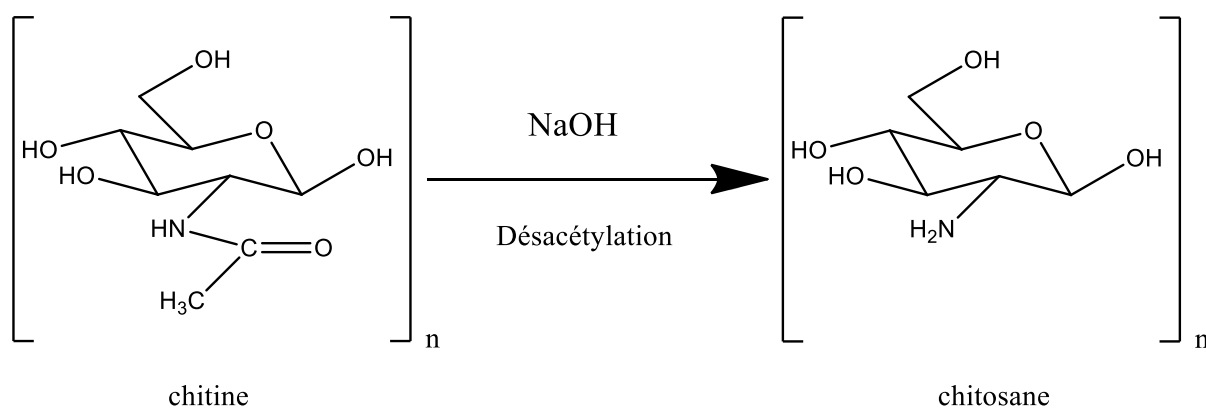
Après avoir refroidi la solution on verse le contenu dans une ampoule à décanter puis on laisse le mélange coulé goutte à goutte dans un bécher de 250 ml rempli avec de l'eau distillée (non solvant) en agitant, le produit se précipite, on filtre sur Buchner. Le produit est séché dans l'étuve à 90°C jusqu'à un poids constant.

## II.3 Préparation du chitosane à partir de la chitine

Chez les crustacés, la chitine est intimement associée au calcaire de la coquille, elle est liée par des liaisons covalentes aux protéines, aux caroténoïdes, aux lipides et aux pigments [2].

### II.3.1 Protocole expérimentale

Le chitosane s'obtient par désacétylation de la chitine qui se fait par hydrolyse alcaline selon la réaction suivante :



Afin d'optimiser les conditions d'obtention du chitosane ayant des propriétés d'un bon flocculant et le moins coûteux, nous avons opté à suivre la cinétique de désacétylation de la chitine produite par les étapes précitées. Pour ceci, des quantités identiques de chitine (un gramme) ont été mis en suspensions dans 50 ml du NaOH à 40% dans des flacons de 100 ml pendant 35 jours à deux températures différentes (20 et 35°C). Les échantillons produits à différents temps sont ensuite filtrés et lavés à l'eau distillée jusqu'à stabilité du pH, puis étuvés à 50 °C pendant 24 heures.

## **II.4 Etude des bio-polymères dans l'élimination de la turbidité par coagulation/floculation**

**II.4.1 Préparation de la solution d'amidon :** On introduit 0,025 g de l'amidon dans une fiole de 25 ml et on le dissout dans un volume d'eau distillée en agitant manuellement. Une fois le mélange est bien homogène, on ajuste avec de l'eau distillée.

**II.4.2 Préparation de la solution de chitosane :** Le chitosane est un polymère de glucosamine dont l'effet flocculant ne peut être exercé qu'à son état soluble. Une quantité de 70 mg de chitosane en poudre est donc dissoute sous agitation lente dans 20 ml d'acide chlorhydrique HCl (0.1N). Ajustement du volume à 100 ml en ajoutant de l'eau distillée.

### **II.4.3 Mode opératoire de Jar-test**

Dans le but de tester le pouvoir coagulant/ flocculant les bio-polymères synthétisés précédemment, nous utilisons un appareil Jar-test. Le mode de travail de cet appareil se fait selon le protocole suivant :

1. Mise en suspension de l'échantillon de bentonite et de kaolin à l'aide d'un agitateur mécanique : 200 ppm dans 500 ml d'eau distillée.
  2. Mesure de la turbidité initiale ( $TU_0$ ) et l'ajustement du pH de la suspension à la valeur en utilisant du NaOH ou du HCl à 1N.
  3. Agitation à 200 rpm, suivi de l'ajout de 2,5 ml de la solution du polymère durant 2 min (étape de coagulation).
  4. Réduction de la vitesse d'agitation à 50 rpm pendant 10 min (étape de floculation).
  5. Arrêt de l'agitation et début de la décantation : prélèvement de 10 ml du surnageant chaque les 10 min pendant 1h et mesure de leurs turbidités.
-

## II.5 Techniques expérimentales

### II.5.1 Potentiométrie

Un titrage potentiométrique est une méthode de titrage par potentiométrie durant laquelle on mesure le potentiel électrique d'une solution entre deux électrodes (électrode indicatrice et électrode de référence) en fonction du volume de titrant ajouté dans le but de déterminer la concentration d'une espèce chimique dans cette solution. Le pH (potentiel hydrogène) traduit la balance entre l'acide et la base sur une échelle de 0 à 14 avec 7 étant le pH de neutralité. Ce paramètre caractérise un grand nombre d'équilibre physico-chimique et dépend de facteurs multiples, dont l'origine est l'eau [3].

Toutes les mesures potentiométriques dans notre travail ont été effectuées à l'aide d'un pH-mètre OHAUS STARTER 2C scientifique avec une électrode combinée. L'électrode est plongée dans la solution à analyser jusqu'à la stabilisation de la valeur du pH.



**Figure II.1** : le pH-mètre OHAUS STARTER 2C (LAEPO).

### II.5.2 Conductimétrie

#### ➤ Principe et théorie

La conductivité ionique s'explique par le déplacement des ions en solution, sous l'effet d'un champ électrique. Dans les solutions ioniques, les cations et les anions participent au transport du courant électrique, c'est le transport par migration des ions. Le sens de déplacement des cations donne le sens du courant électrique, les anions se déplacent en sens contraire.

Un conductimètre est un ohmmètre alimenté en courant alternatif. On mesure la résistance  $R$  de la solution piégée dans la cellule de mesure. Celle-ci est constituée d'un corps

en verre supportant deux plaques parallèles et de même surface  $S$ , distantes d'une longueur  $L$ . Ces deux plaques sont des électrodes en platine recouvertes de noir de platine.

La conductance électrique,  $G$ , est la mesure de l'aptitude d'un corps de forme et de dimensions connues à conduire le courant électrique.

$$G = \frac{1}{R} = \frac{\sigma}{K} \quad (\Omega^{-1} \text{ ou } S)$$

Où **R**: résistance de la solution

**K**: constante de cellule

**$\sigma$** : conductivité de la solution

La résistance de la solution électrolytique piégée dans la cellule de mesure du conductimètre est donnée dans l'équation suivante :

$$R = \rho \frac{L}{S} \quad (\Omega)$$

Le rapport  $K = \frac{L}{S}$  est appelé constante de cellule et a pour unité  $m^{-1}$  ou  $cm^{-1}$  [4].

### ➤ Appareillage

Dans le but de déterminer le degré de désacétylation de la chitine, la conductivité de la solution polymère a été effectuée à l'aide d'un conductimètre CDM 210 (Radiometer, Meter Lab).



**Figure II.2** : Conductimètre utilisé dans notre travail (LAEPO).

### II.5.3 La spectroscopie Infra-Rouge à Transformation de Fourier (FTRI)

#### ➤ Principe

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) est une technique physico-chimique qui permet d'analyser des solides, les liquides et les gaz. Elle permet d'accéder directement à l'information moléculaire, à la nature chimique et à l'organisation conformationnelle et structurale des matériaux analysés.

En apportant de l'énergie (effet des rayons IR), les molécules de l'échantillon analysé vont subir des changements d'état vibrationnel, à des fréquences de vibration caractéristiques de chaque groupement moléculaire. Les spectromètres mesurent les nombres d'onde (en  $\text{cm}^{-1}$ ) et l'atténuation de l'énergie de la radiation que l'échantillon absorbe, permettant une identification des groupements chimiques et une évaluation de leur concentration [5].

#### ➤ Appareillage

Les spectres FTIR pour le chitosane utilisé dans le travail présent sont enregistrés à l'état ... en utilisant un spectrophotomètre CARY 600 SEIES FTIR couplé à un ordinateur Digital permettent le tracé des spectres entre  $4000$  et  $200 \text{ cm}^{-1}$  au Laboratoire d'application des électrolytes et des polyélectrolytes organiques (LAEPO).



**Figure II.3** : Appareillage FTIR CARY 600 SERIES FTIR (LAEPO).

### II.5.4 La Diffraction des Rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X constitue aujourd'hui l'une de ces techniques les plus utiles et les plus répandues, elle est utilisée de façon préférentielle dans la caractérisation minéralogique de matériaux argileux et leurs composites à base des polymères. La DRX nous

permet d'étudier la cristallinité de la maille avant et après divers traitements physiques et chimiques. Cette technique d'analyse est fondée sur la diffraction des rayons X sur la matière, la loi de **Bragg** établit la condition essentielle à la diffraction :

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

Où  $\lambda$  : la longueur de d'onde du faisceau incident.

$\theta$  : l'angle entre le faisceau incident et les plans diffractant.

$d$  : la distance réticulaire entre les plans diffractant.

A partir de cette relation qui lie la longueur d'onde des rayons X utilisés et aux distances inter réticulaires de la famille de plans {hkl} qui diffractent ces rayons, on peut calculer les distances interfoliaires  $d$  et les plans hkl correspondants [3].

L'appareil utilisé dans notre travail pour la caractérisation des argiles, est un DRX de type « RIGAKU ULTIMA-IV » avec un CBO de cuivre de radiation  $K\alpha$  ( $\lambda=1.54 \text{ \AA}$ ) sous 40 kV et 30 mA à une température de 20°C. Les diffractogrammes sont enregistrés entre 2° et 80° ( $2\theta$ ) avec une vitesse de scan 5°/min.



**Figure II.4** : Appareil DRX type « RIGAKU ULTIMA-IV » (LAEPO).

### II.5.5 Fluorescences des rayons X (XRF)

#### ➤ Principe

La spectrométrie par fluorescence X ou XRF est une technique analytique non destructive permettant d'obtenir des analyses quantitatives élémentaires. L'échantillon est bombardé par des photons émis d'un tube à rayon X. Des électrons appartenant aux couches internes des

atomes sont alors éjectés. Il s'agit de la phase d'absorption du rayonnement primaire. Les atomes de la matière ainsi ionisés par leur électron 'manquant' se trouvent en état instable. Les couches internes de ces atomes se réorganisent afin de tendre vers un état plus stable. Les électrons des couches plus externes supérieures comblent les couches internes insaturées, il s'agit de la phase d'émission (faisceau de rayon X secondaire émis). Cette relaxation électronique libère une énergie sous la forme d'un photon caractéristique pour chaque atome et pour chaque transition de chaque atome. Ces photons peuvent être détectés par un compteur (SSD "Silicon Drift Detector" ou diode Si-pin) qui va permettre d'identifier l'atome en fonction de son énergie. Du flux de photons reçus, l'analyseur peut aussi déduire en temps réel la concentration correspondante [6].

### ➤ Appareillage

La caractérisation élémentaire des échantillons de kaolin, bentonite et perlite utilisés dans le présent travail est faite par un appareil XRF de type thermo scientifique Niton XL3t.



**Figure II.5** : Appareil XRF de type Thermo scientifique Niton XL3t (LAEPO).

### II.5.6 Jar test

Le Jar-test est une technique qui aide à la détermination de la concentration optimale du coagulant pour le processus de coagulation/floculation.

Dans les expériences qui suivent, les tests de coagulation-floculation sont réalisés sur un Jar- test de type Conventionnel Jar-Test de six compartiments avec une vitesse maximum de 250tr/min.



**Figure II.6 :** l'appareil de Jar-test utilisé lors du traitement (LAEPO).

### II.5.7 Turbidité

La turbidité de l'eau est représentée par des particules en suspension composées d'argile, de débris organique et de divers autres organismes microscopique. La turbidité est un indice de la présence de particules en suspension dans l'eau. Elle est déterminée à l'aide d'un Turbidimètre. Cet appareil mesure la lumière dispersée par les particules en suspension avec un angle de  $90^\circ$  par rapport au faisceau de lumière incident.

Nos mesures de turbidité ont été effectuées avec un turbidimètre de type Hanna [7].



**Figure II.7 :** turbidimètre type Hanna (LAEPO).

**Références bibliographiques**

- [1] H. F. Zobel, "Starch Crystal Transformations and Their Industrial Importance," *Starch - Stärke*, vol. 40, no. 1, pp. 1–7, 1988, doi: 10.1002/star.19880400102.
  - [2] H. Zemmouri, M. Drouiche, A. Sayeh, H. Lounici, and N. Mameri, "Chitosan application for treatment of Beni- Amrane's water dam," *Energy Procedia*, vol. 36, pp. 558–564, 2013, doi: 10.1016/j.egypro.2013.07.064.
  - [3] "Polymer Analysis," *Anal. Chem.*, vol. 50, no. 6, pp. 578A-584A, 1978, doi: 10.1021/ac50027a767.
  - [4] T. Kousksou, A. Jamil, Y. Zeraouli, and J. P. Dumas, "Equilibrium liquidus temperatures of binary mixtures from differential scanning calorimetry," *Chem. Eng. Sci.*, vol. 62, no. 23, pp. 6516–6523, 2007, doi: 10.1016/j.ces.2007.07.008.
  - [5] A. Gil, S. A. Korili, R. Trujillano, and M. A. Vicente, "A review on characterization of pillared clays by specific techniques," *Appl. Clay Sci.*, vol. 53, no. 2, pp. 97–105, 2011, doi: 10.1016/j.clay.2010.09.018.
  - [6] U. Kramar, *X-ray fluorescence spectrometers*, no. May. Elsevier Inc., 2016.
  - [7] R. J. Davies-Colley and D. G. Smith, "Turbidity, suspended sediment, and water clarity: A review," *J. Am. Water Resour. Assoc.*, vol. 37, no. 5, pp. 1085–1101, 2001, doi: 10.1111/j.1752-1688.2001.tb03624.x.
-

## ***RESULTATS ET DISCUSSION***

Ce chapitre est divisé en deux parties, la première décrit la caractérisation de tous les matériaux utilisés au cours de ce travail, la deuxième étudiera la sédimentation naturelle des suspensions et la troisième portera sur l'étude de l'élimination de la turbidité de la bentonite, le kaolin et la perlite par coagulation/floculation.

### **PARTIE 1 : Caractérisation des matériaux utilisés.**

#### **III.1.1 Détermination du degré de désacétylation (DDA) du chitosane**

Le dosage conductimétrique a été effectué dans le but de déterminer le DDA de l'échantillon du chitosane, selon les étapes suivantes :

- Prélèvement d'un volume de 20 ml de la solution du chitosane préparée précédemment puis l'ajout de 10 ml de l'eau distillée.
- Titration de la solution du chitosane, tout en l'agitant, avec une solution de NaOH de 0,05N.
- Mesure de la conductivité de la solution après chaque ajout de NaOH.

Le degré de désacétylation (DDA) a été calculé par la formule suivante :

$$DDA = \frac{203 \cdot (V_2 - V_1) \cdot N}{m + 42 \cdot (V_2 - V_1) \cdot N} \cdot 100$$

Où **N** : la normalité de la solution de NaOH (N).

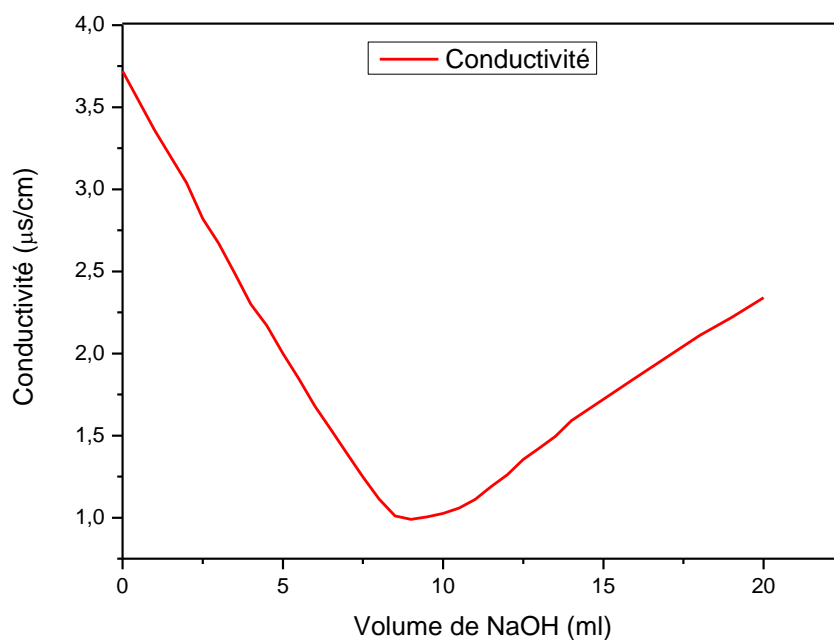
**V<sub>2</sub>** et **V<sub>1</sub>** : les volumes équivalents de NaOH comme présenté dans la figure.

**m** : la masse de l'échantillon (g).

**203** : la masse moléculaire du monomère acétylé (g/mol).

**42** : la différence entre la masse moléculaire du monomère acétylé et la masse moléculaire du monomère désacétylé (g/mol).

Les mesures du changement des conductivités permettent de tracer la courbe présentée dans la figure III.1. Cette courbe présente deux points d'inflexion. La différence du volume de NaOH entre ces deux points correspond à la quantité de HCl nécessaire pour protoner les groupements aminés de l'échantillon de chitosane, c'est à-dire pour transformer les groupements (-NH<sub>2</sub>) en (-NH<sub>3</sub><sup>+</sup>).



**Figure III.1** : Dosage conductimétrique basique de la solution du chitosane.

➤ **Méthode de calcul**

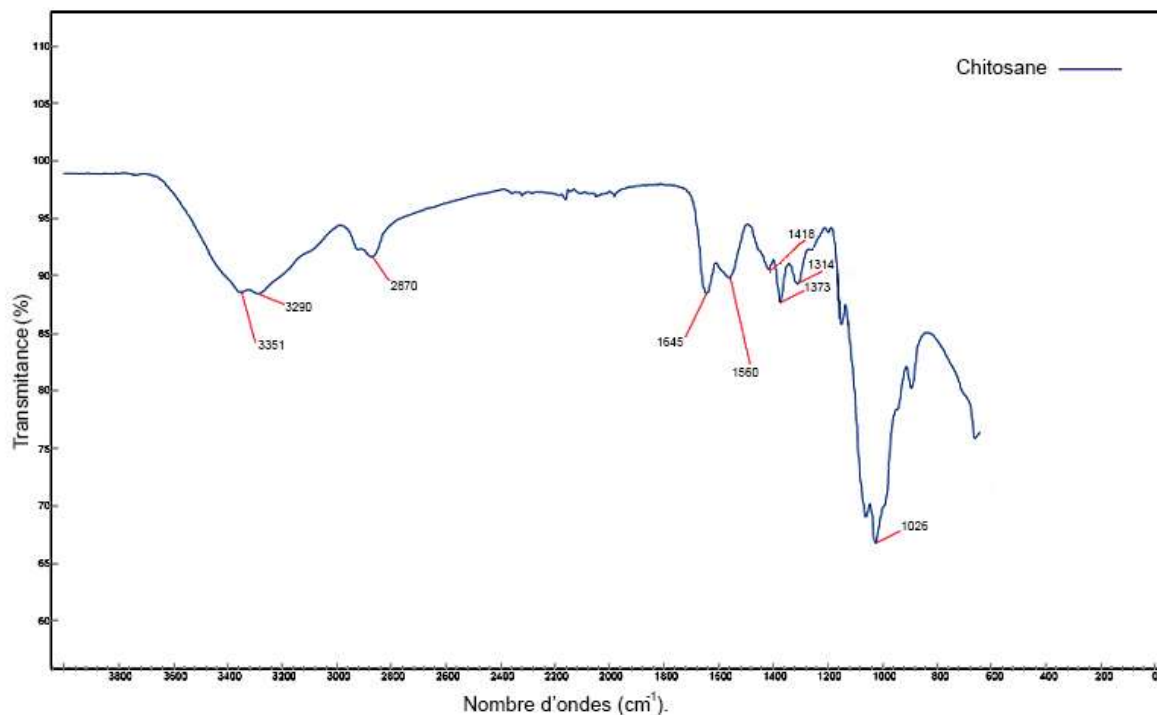
On a:  $V_1 = 8.5$  ml ;  $V_2 = 10$  ml ;  $N = 0.05$  ;  $m = 14$  g.

$$\text{DDA} = \frac{203 \cdot (10 - 8.5) \cdot 0.05}{14 + 42 \cdot (10 - 8.5) \cdot 0.05} \cdot 100 \Rightarrow \text{DDA} = 88,74\%.$$

Le degré de désacétylation du chitosane est égal 88.74% qui est supérieur à 50 % cela s'explique par la présence des groupes  $\text{NH}_2$ , donc il y a plus de chitosane que de la chitine.

### III.1.2 Caractérisation du chitosane par spectroscopie infrarouge

Le spectre obtenu par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier de l'échantillon de chitosane est montré à la figure III.2.



**Figure III.2** : Spectre FTIR du chitosane.

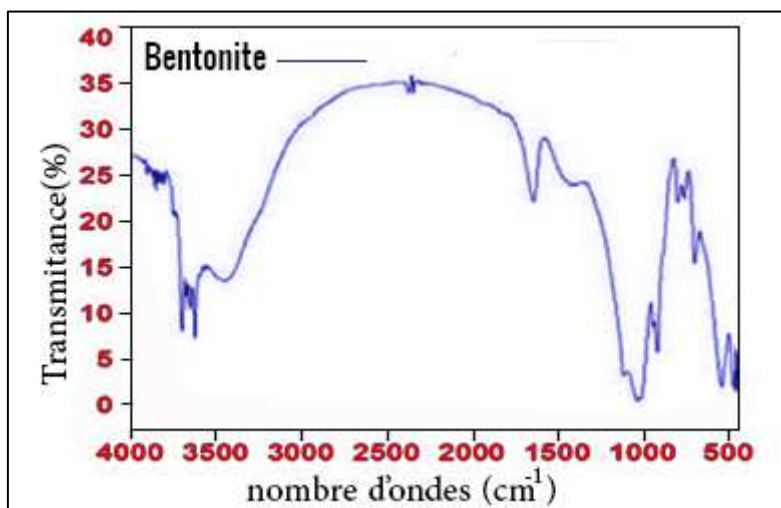
Le tableau III.1 résume les bandes caractéristiques du spectre FTIR du chitosane.

**Tableau III.1** : Bandes d'adsorption en Infrarouge du chitosane.

Bandes d'adsorption en Infrarouge (cm <sup>-1</sup> )	attribution	Nature de la vibration
3351	O-H	Elongation
3290	N-H	Elongation
1026	C-O-H	Elongation
2870-1418	C-H	Elongation
1314	C-N	Elongation
1645	Amide I : C=O	Elongation
1373	CH <sub>2</sub> -CH <sub>3</sub>	Elongation
1560	Amide II : N-H	Déformation

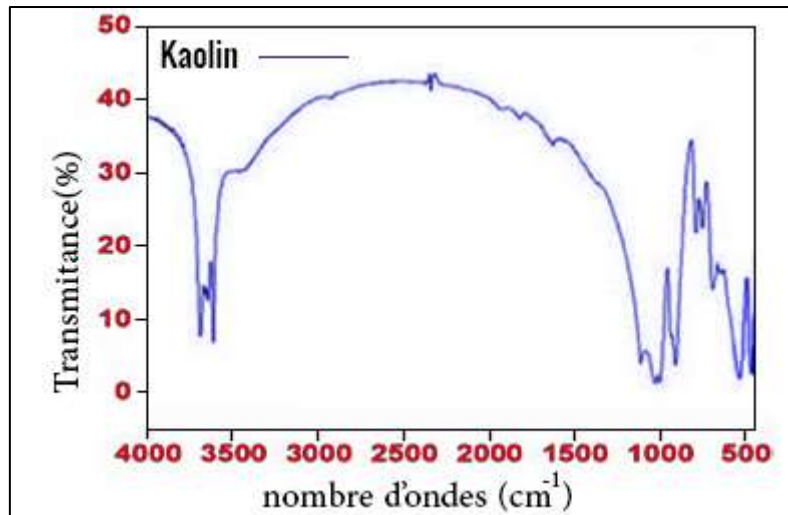
### III.1.3 Caractérisation FT-IR de la bentonite et du kaolin

La spectroscopie FT-IR a été utilisée pour étudier les groupes fonctionnels de la bentonite et du kaolin. Les figures III.3 et III.4 montrent les spectres infrarouges des échantillons de la bentonite et du kaolin respectivement.



**Figure III.3** : Spectre Infrarouge de la bentonite.

Dans le spectre FT-IR de la bentonite, la bande d'absorption à  $3695,17\text{ cm}^{-1}$  est due à la vibration des groupes O-H et concerne les composés de type alcools et phénols. L'apparition d'une position de bande à  $796,59\text{ cm}^{-1}$  due à l'étirement de l'Al-Mg-OH confirme la présence de quartz. Deux bandes faibles à  $938,81\text{ cm}^{-1}$  et  $1421,46\text{ cm}^{-1}$  sont dues à la flexion O-H du groupe acide carboxylique et à la flexion C-H des alcanes. Une bande étroite faible de  $2380,24\text{ cm}^{-1}$  confirme le groupe de composés  $\text{CO}_2$ . Les bandes larges, fortes et moyennement pointues de  $698,49\text{ cm}^{-1}$ ,  $539,26\text{ cm}^{-1}$  et  $470,79\text{ cm}^{-1}$  sont dues à l'étirement de Si-O, Si-O-Al et Si-O-Si.

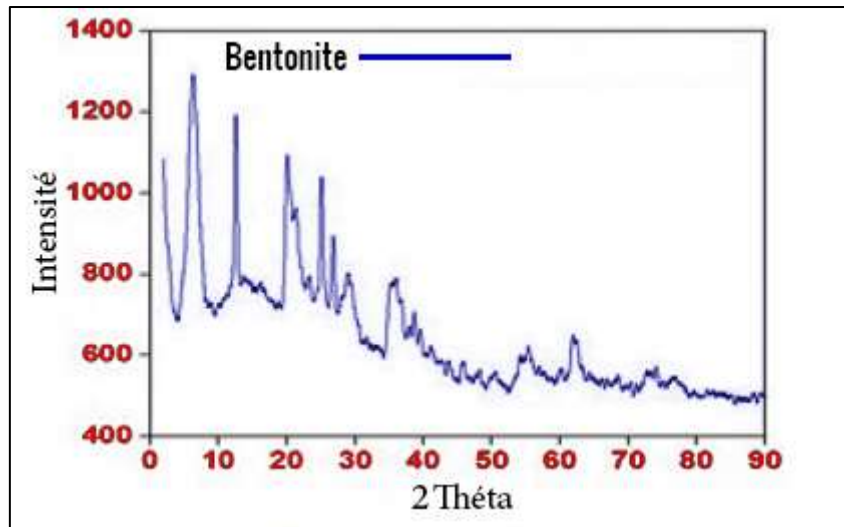


**Figure III.4** : Spectre Infrarouge du kaolin [1].

Les absorptions FT-IR de l'échantillon du kaolin étudié montrent des bandes à  $3620,56\text{cm}^{-1}$ ,  $3696,54\text{ cm}^{-1}$ ,  $3654,20\text{ cm}^{-1}$ ,  $3458,93\text{ cm}^{-1}$  et  $2927,53\text{ cm}^{-1}$  correspondent aux liaisons O-H. La bande observée de  $3620,56\text{ cm}^{-1}$  est attribuée aux hydroxyles internes et les autres dans cette région sont attribués aux vibrations des hydroxyles externes. La bande d'étirement O-H de  $2927,53\text{ cm}^{-1}$  est attribuée aux acides carboxyliques. La forte apparition de l'étirement O-C-O est observée à  $2346,35\text{ cm}^{-1}$ . Une bande faible de  $1937,32\text{ cm}^{-1}$  est observée comme étant la flexion C-H d'un composé aromatique. Des bandes fortes de  $1006,84\text{ cm}^{-1}$ ,  $1032,05\text{ cm}^{-1}$  et  $1116,03\text{ cm}^{-1}$  sont attribuées à l'étirement Si-O. En raison de l'étirement important de l'Al-Al-OH, le pic de  $912,64\text{ cm}^{-1}$  est apparu avec une forte intensité. Deux pics sont attribués en raison de l'étirement Al-Mg-OH et de l'étirement Si-O-Al de  $794,83\text{ cm}^{-1}$  et  $754,97\text{ cm}^{-1}$  de bandes respectivement.

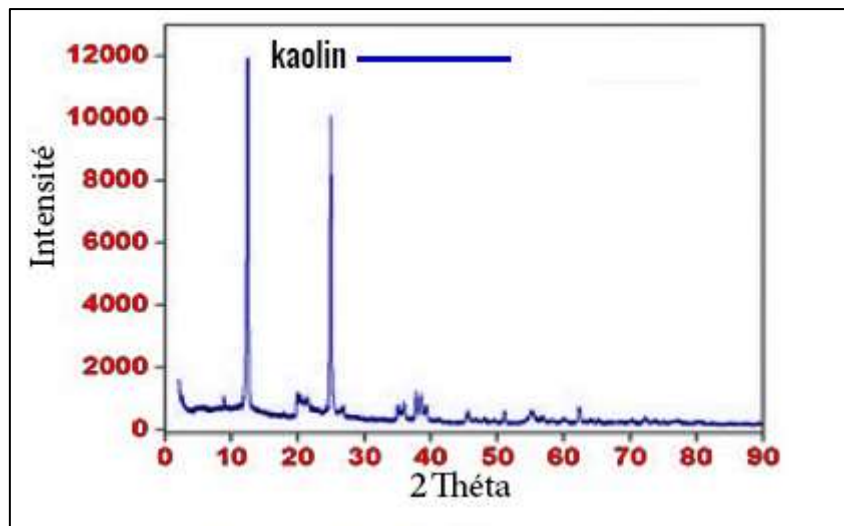
#### III.1.4 Caractérisation des suspensions par la diffraction des Rayons-X (DRX)

La diffraction des rayons-X est une technique très utilisée pour la caractérisation des matériaux argileux [2]. Les figures III.5, III.6 et III.7 montrent les spectres de rayons X des échantillons de la bentonite du kaolin et de la perlite respectivement.



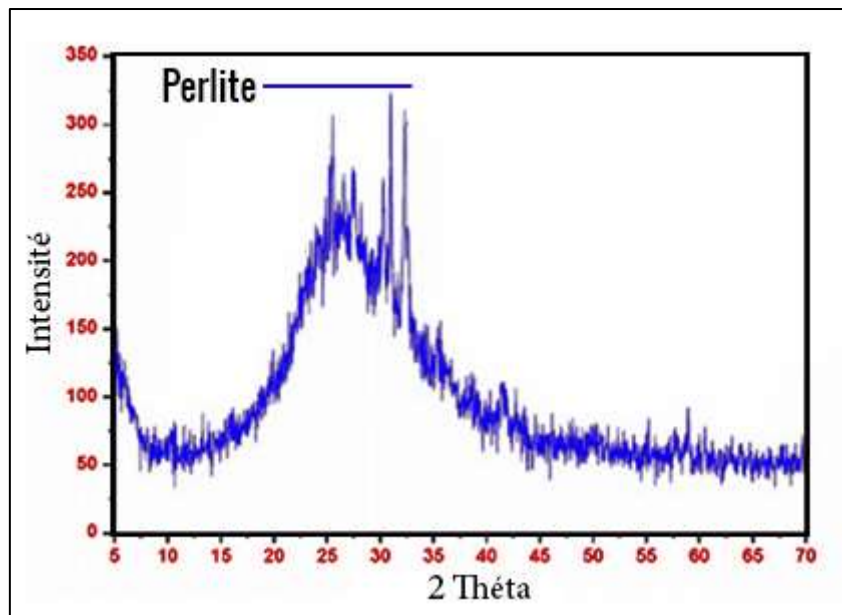
**Figure III.5** : Diffractogramme DRX de la bentonite [3].

Les résultats de la caractérisation de la bentonite par diffraction des rayons X ont montré que la bentonite est généralement composée de cinq types de minéraux : montmorillonite, quartz, illite, feldspar et calcite. Le pic maximum apparaît à  $5,71^\circ$  confirme la présence de montmorillonite (65-70%). Les autres pics d'absorption trouvés à  $2\theta$  ( $^\circ$ ) = 20,53, 25,09, 35,05 et 35,92 correspondent au quartz, illite, feldspar et calcite respectivement.



**Figure III.6** : Diffractogramme DRX du kaolin.

L'échantillon étudié est constitué en majeure partie de kaolinite minérale. Ce minéral a été identifié par ses principales raies de diffraction à  $7,14\text{\AA}$  et  $3,57\text{\AA}$ . D'autres minéraux ont été détectés en proportion mineure, tels que le quartz à  $20,38^\circ$ , la cristobalite à  $24,91^\circ$ , la trydimite à  $35,98^\circ$  et la dolomite à  $38,46^\circ$ .



**Figure III.7** : Diffractogramme DRX de la perlite.

La figure III.7 présente l'analyse XRD de la perlite. Le diffractogramme montre que la perlite utilisée contient trois composés : quartz  $\text{SiO}_2$ , anorthite  $\text{Ca}(\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_8)$  et biotite  $\text{KFeMg}_2(\text{AlSi}_3\text{O}_{10})(\text{OH})_2$ .

### III.1.5 Caractérisation de la bentonite, kaolin et la perlite par Fluorescence X (XRF)

L'analyse de la composition a été effectuée pour trouver les compositions chimiques des échantillons d'argile. La Fluorescence X est une technique qui repose sur le chauffage de l'échantillon avec une température de  $1000^\circ\text{C}$  pour transformer l'argile en oxydes afin d'évaluer leur teneur en masse [4]. Les tableaux III.2, III.3 et III.4 résument les compositions chimiques obtenues pour la bentonite, le kaolin et la perlite respectivement.

**Tableau III.2** : Analyse par Fluorescence X de la bentonite.

Composé	$\text{SiO}_2$	$\text{AlO}_3$	$\text{FeO}_3$	$\text{CaO}$	$\text{MgO}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{TiO}_2$	LOI
% (w/w)	65,19	17,26	2,11	1,21	3,08	2,13	0,58	0,19	8,23

**Tableau III.3** : Analyse par Fluorescence X du kaolin.

Composé	$\text{SiO}_2$	$\text{AlO}_3$	$\text{FeO}_3$	$\text{CaO}$	$\text{MgO}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{TiO}_2$	LOI
% (w/w)	45,22	38,43	1,52	0,08	0,05	2,13	0,58	0,19	11,8

**Tableau III.4** : Analyse par Fluorescence X de la perlite.

Composé	SiO <sub>2</sub>	AlO <sub>3</sub>	FeO <sub>3</sub>	CaO	MgO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	SO <sub>3</sub>	LOI
% (w/w)	72,80	13,68	2,17	2,38	0,06	0,96	3,62	0,01	4,22

Les trois tableaux montrent des quantités importantes de SiO<sub>2</sub> et d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sont présentes dans les trois argiles avec un maximum de 72,80% de SiO<sub>2</sub> pour la perlite et 38,43% d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> pour le kaolin. Le tableau III.3 montre que la plus grande quantité de LOI (11,8 %) est présente dans l'échantillon d'argile du kaolin. Les données XRF de la perlite montrent la présence d'une très faible quantité de SO<sub>3</sub> (0,01) qui ne se trouve pas dans la composition des deux autres argiles (bentonite et kaolin) et montre aussi l'absence du composé TiO<sub>2</sub>.

## **PARTIE 2 : Etude de la sédimentation naturelle des suspensions des argiles.**

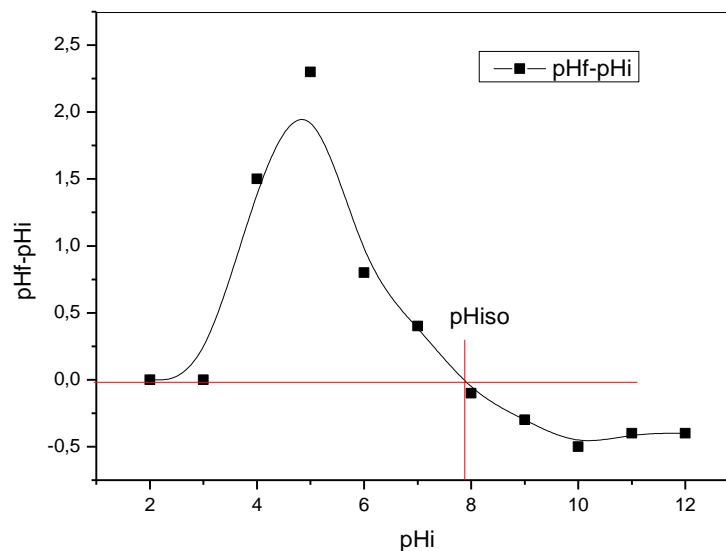
### **III.2.1 Détermination du point isoélectrique de la bentonite**

Le point isoélectrique (PZC) est un paramètre important pour caractériser l'interface solide-solution. Il est par le point auquel les particules de bentonite possèdent un potentiel de charge nul, la présence des ions OH<sup>-</sup> et H<sup>+</sup> dans la solution peut changer le potentiel de charges. Les argiles sont constituées d'un ensemble d'oxydes (SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>...) qui s'hydratent et forment des hydroxydes amphotères de types SOH [5].

Le protocole expérimental de la détermination du PZC est le suivant :

- 50 mg de l'argile est ajoutée à 50 ml d'eau distillée à différents pH (allant de 2 à 12), le pH est ajusté par addition de HCl et/ou NaOH (0.1N).
- Agitation pendant 24h et mesure du pH<sub>f</sub>.
- Tracer les courbes pH<sub>f</sub> - pH<sub>i</sub> = f (pH<sub>i</sub>).

Les résultats obtenus sont représentés sur la figure III.8.



**Figure III.8 :** Graphe montrant les points isoélectriques de la bentonite.

- **Si le  $pH_f > pHi$**  : (le milieu est acide) : les groupes fonctionnels de la surface de la bentonite seront protonés par un excès de protons  $H^+$ , donc la surface acquiert une charge positive.
- **Si le  $pH_f = pHi$**  : les proportions en  $X-OH^{+2}$  et  $X-O^-$  sont équivalentes. C'est le pH isoélectrique ( $pH_{iso} = 7,8$ ), donc la surface est électriquement neutre.
- **Si le  $pH_f < pHi$**  : (le milieu est basique) : les groupes fonctionnels de la surface seront déprotonés par la présence des ions  $OH^-$  de la solution, donc la surface a une charge négative.

### III.2.2 Etude de la sédimentation naturelle des suspensions de bentonite

Le suivi de la sédimentation naturelle sert de référence pour comparer l'effet de la coagulation/floculation sur l'élimination de la turbidité. Pour ce faire nous avons effectué une étude de la sédimentation naturelle des suspensions de bentonites ayant différents pH en fonction du temps. A cette raison, une concentration initiale des suspensions de bentonite 30mg/L de turbidité initiale 8,13 NTU a été préparée par la dispersion d'une quantité relative dans le bécher de 1 L. La suspension résultante est déposée à l'air libre sans aucune agitation. Les solutions de HCl et NaOH 0,1N sont utilisées pour l'ajustement de pH. La turbidité résiduelle a été mesurée en fonction du temps à l'aide de turbidimètre pendant une semaine de sédimentation.

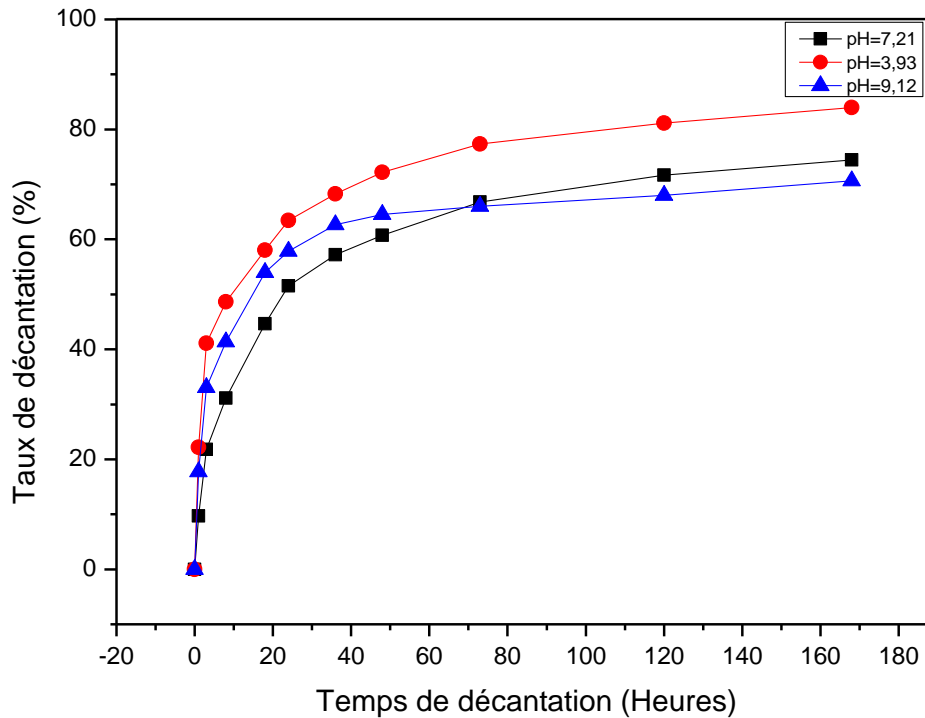
Le calcul du pourcentage de sédimentation se fait par la relation suivante :

$$\text{Turbidité éliminée (\%)} = \left( \frac{TU_0 - TU}{TU_0} \right) * 100$$

Où  $TU_0$  : Turbidité initiale de la suspension (NTU)

$TU$  : Turbidité résiduelle de la suspension (NTU)

Les résultats obtenus sont représentés dans la figure III.9.



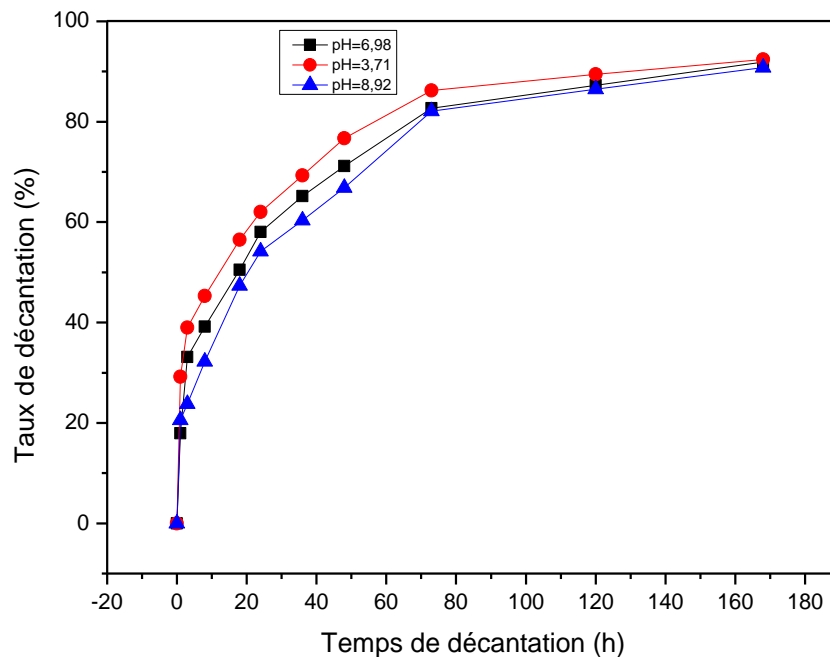
**Figure III.9** : Sédimentation naturelle des suspensions de bentonite en fonction du pH.

La figure III.9 montre que la sédimentation naturelle prend la même allure pour les trois pH. Comme on peut le constater qu'il y a deux parties. La première commence dès les premières secondes de sédimentation jusqu'à 60 minutes après (sédimentation rapide), la deuxième (après 60 minutes) devient plus stable avec un taux de sédimentation faible. Dans un milieu acide le taux de sédimentation dépasse les 80% pendant une semaine, alors que pour les deux autres milieux (basique et neutre) même après une semaine de sédimentation le taux ne dépasse pas les 70%.

### III.2.3 Etude de la sédimentation naturelle des suspensions de kaolin

Les suspensions de kaolins à concentration initiale 30mg/L de turbidité initiale 27,46NTU est préparée par la dispersion d'une quantité relative dans un bécher de 1 L. les

suspensions sont laissées décanter à l'air libre sans aucune agitation. Les solutions de HCl et NaOH 0,1N sont utilisées pour l'ajustement de pH. La turbidité résiduelle est mesurée en fonction du temps à l'aide de turbidimètre. Les résultats obtenus sont représentés dans la figure III.10.

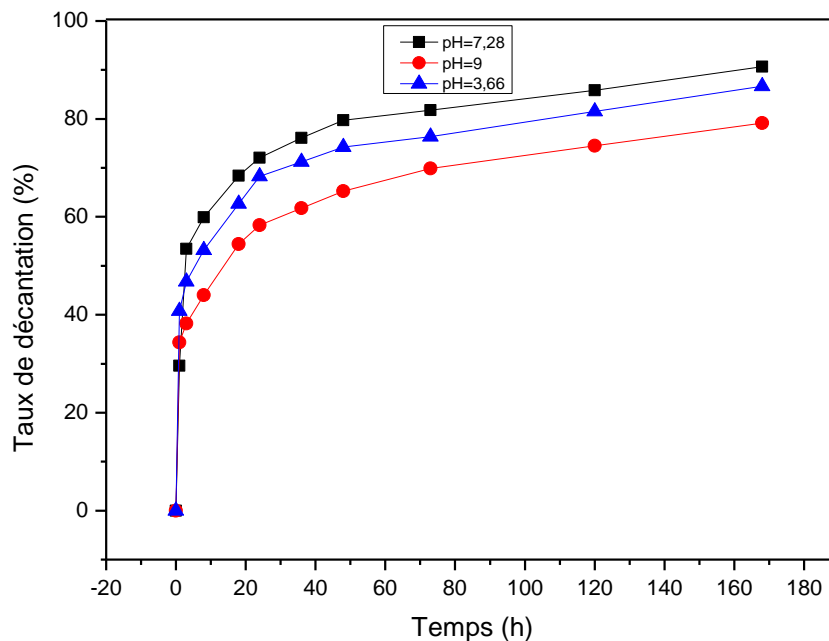


**Figure III.10** : Sédimentation naturelle des suspensions du kaolin en fonction du pH.

D'après les résultats obtenus, on peut dire que la sédimentation naturelle du kaolin pour les trois pH est presque identique. Un pourcentage d'élimination maximal de 92% a été enregistré avec les trois suspensions pendant une semaine de sédimentation. Dans le milieu acide, le pourcentage et la vitesse de la sédimentation des particules du kaolin étaient légèrement plus élevés mais après 170 heures deviennent égaux avec les milieux basique et neutre.

#### III.2.4 Etude de la sédimentation naturelle des suspensions de perlite

Le suivi de la cinétique de sédimentation de la perlite en fonction du temps a été étudié avec différents pH avec une turbidité initiale 2,47 NTU. Pour cela on utilise des bécher de 1 L et on effectue des prélèvements pour mesurer la turbidité résiduelle. La figure III.4 résume les résultats du taux de décantation en fonction du temps pour les différentes concentrations initiales en perlite.



**Figure III.11** : Sédimentation naturelle des suspensions de perlite en fonction du pH.

D'après cette figure, nous remarquons une augmentation de taux de sédimentation de suspension de la perlite (pH= 7,28) en fonction du temps dont un maximum de 93% pendant une semaine de décantation. Les résultats obtenus dans le milieu acides ne sont pas très loin de ceux du pH neutre, alors que le pourcentage obtenu pour le milieu basique est moins important avec un maximum de 75%.

D'après tous ces résultats obtenus, on peut dire que la sédimentation naturelle de la bentonite, du kaolin et de la perlite est un processus très lent ce qui est en accord avec les résultats de Bouras et al [6]. Le faible pourcentage de sédimentation naturelle des suspensions de bentonite peut être expliqué par plusieurs paramètres liés à la nature de la bentonite, tels que la structure cristalline et la charge de surface des particules de bentonite. Il est bien documenté que la bentonite est principalement constituée de montmorillonite, constituée de couches d'argiles. Le comportement de stabilité des particules colloïdales est directement lié à la nature des charges de surface, et ces charges de surface sont fonction du pH [7]. Les résultats des suspensions du kaolin sont plus élevés par rapport à la sédimentation des suspensions de la bentonite. Cela peut être expliqué par l'existence de nombres importants des particules en suspensions du kaolin (sa turbidité est 3 fois plus élevée à celle de la bentonite) qui sont

accumulées entre eux et se décantent rapidement. Donc nous concluons que l'eau à forte niveau de turbidité est la plus facile à sédimenté naturellement.

### **PARTIE 3 : L'étude de l'élimination des argiles par coagulation/floculation.**

#### **III.3.1 Amidon modifié**

Afin de pouvoir éliminer la turbidité des suspensions d'argiles en peu de temps et avec un pourcentage très important, on a utilisé un bio-polymère modifié comme étant un coagulant/floculant. Sa modification est décrite dans le chapitre II.

#### **III.3.2 Test de solubilité**

Le produit obtenu est testé dans différents solvants à température ambiante (25°C). Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau III.5.

**Tableau III.5** : Testes de solubilité de l'amidon modifié à température ambiante.

<b>Solvants</b>	<b>Eau distillée</b>	<b>Acétone</b>	<b>Ethanol</b>	<b>Toluène</b>
<b>Solubilité</b>	Insoluble	Insoluble (trouble)	Insoluble (trouble)	Insoluble

#### **III.3.3 Application de l'amidon modifié dans l'élimination de la turbidité par coagulation/floculation**

Notre polymère de concentration  $C = 4,97$  ppm a été testé avec les deux suspensions (bentonite et kaolin) pour différents pH (acide, basique et neutre) avec des valeurs ayant des turbidités initiales respectives 45,47 ; 94 et 39,48 pour la bentonite et 149 ; 355 et 51 pour le kaolin. Les résultats obtenus sont donnés dans les tableaux III.6 et III.7.

**Tableau III.6 :** Turbidité éliminée de suspension de bentonite pour les trois pH à différents temps de décantation.

Temps de décantation (min)		10	20	30	40	50	60
		Taux d'élimination (%)					
pH	2,7	17,17	17,59	21,48	24,71	25,26	25,77
	7	14,89	25,53	26,59	27,65	29,78	30,85
	9,3	3,06	7,95	9,09	11,39	11,67	13,09

**Tableau III.7 :** Turbidité éliminée de suspension de kaolin pour les trois pH à différents temps de décantation.

Temps de décantation (min)		10	20	30	40	50	60
		Taux d'élimination (%)					
pH	2,8	25,10	22,23	22,71	22,84	22,95	22,97
	7,19	5,63	15,77	24,78	34,92	35,49	36,05
	8,9	4,55	4,70	5,33	5,69	5,80	5,86

D'après les résultats obtenus, on peut dire que l'élimination de la turbidité des suspensions de bentonite et de kaolin est très faible et parfois la solution est même plus turbide qu'avant l'ajout du polymère. Un pourcentage d'élimination maximal de 36,05 % a été enregistré avec la suspension du kaolin à un pH=7,19 pendant une heure de décantation, alors que pour un pH basique (pH=8,9) dans les mêmes conditions, les valeurs de la turbidité s'augmentent lorsqu'on ajout notre polymère. Les résultats de l'élimination de la turbidité pour les suspensions de bentonite ont été aussi faibles avec un taux d'élimination maximal de 30,85% dans un pH=7. Delà, on conclue que notre polymère modifié a donné un résultat qui ne dépasse

pas les 50% avec les paramètres utilisés. Pour améliorer son rôle comme coagulant pour l'élimination de la turbidité des suspensions de la bentonite et du kaolin, il est nécessaire de changer quelques paramètres tels que la concentration du polymère et les conditions de coagulation/floculation (vitesse et temps d'agitation).

**Références bibliographiques**

- [1] A. Kumar and P. Lingfa, “Sodium bentonite and kaolin clays: Comparative study on their FT-IR, XRF, and XRD,” *Mater. Today Proc.*, vol. 22, no. December 2019, pp. 737–742, 2020, doi: 10.1016/j.matpr.2019.10.037.
- [2] A. A. Bunaciu, E. gabriela Udriștioiu, and H. Y. Aboul-Enein, “X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications,” *Crit. Rev. Anal. Chem.*, vol. 45, no. 4, pp. 289–299, 2015, doi: 10.1080/10408347.2014.949616.
- [3] R. Chihaoui, H. Khelafi, Y. Senhadji, and M. Mouli, “Potential use of natural perlite powder as a pozzolanic mineral admixture in Portland cement,” *J. Adhes. Sci. Technol.*, vol. 30, no. 17, pp. 1930–1944, 2016, doi: 10.1080/01694243.2016.1171568.
- [4] *X-Ray Fluorescence Spectrometry (XRF) in Geoarchaeology*. 2011.
- [5] M. Alkan, Ö. Demirbaş, and M. Doğan, “Electrokinetic properties of kaolinite in mono- and multivalent electrolyte solutions,” *Microporous Mesoporous Mater.*, vol. 83, no. 1–3, pp. 51–59, 2005, doi: 10.1016/j.micromeso.2005.03.011.
- [6] B. Bouras, T. Hocine, K. I. Benabadji, K. Benhabib, and A. Mansri, “Optimizing the coagulation/flocculation process for bentonite suspension with poly(acrylamide-co-(N-methyl-4-vinylpyridinium tosylate)) [AM7/VP10/0.1%/CTs],” *Turkish J. Chem.*, vol. 42, no. 3, pp. 748–758, 2018, doi: 10.3906/kim-1711-11.
- [7] A. L. Ahmad, S. Sumathi, and B. H. Hameed, “Residual oil and suspended solid removal using natural adsorbents chitosan, bentonite and activated carbon: A comparative study,” *Chem. Eng. J.*, vol. 108, no. 1–2, pp. 179–185, 2005, doi: 10.1016/j.cej.2005.01.016.

## ***CONCLUSION GENERALE***

L'objectif principal de ce travail, consistait à préparer des bio-polymères tels que l'amidon modifié et le chitosane puis étudier leur efficacité sur l'élimination de la turbidité des suspensions d'argiles (bentonite, kaolin et perlite) par coagulation/floculation.

Cette étude a été réalisée en trois étapes, la première concerne la synthèse de la modification de l'amidon par le chlorure de téréphtaloyle et la désacétylation de la chitine pour obtenir du chitosane.

La seconde est faite pour la caractérisation des matériaux utilisés. Différentes techniques ont été utilisées pour confirmer la composition chimique de la bentonite, kaolin et la perlite à savoir l'infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la diffraction des Rayons-X (DRX) et Fluorescence X (XRF). La spectroscopie FT-IR a confirmé la présence du chitosane sur la chitine désacétylée par l'apparition d'un pic de la liaison N-H d'une amine primaire.

La troisième étape consiste à l'application de l'amidon modifié dans l'élimination de la turbidité des suspensions de trois milieux turbides (bentonite, kaolin et perlite).

Le procédé coagulation/floculation est utilisé pour évaluer l'efficacité de cette élimination. L'application de l'amidon modifié à l'élimination des particules en suspension de la bentonite et du kaolin montre une faible efficacité. Elle atteint une valeur maximale de l'ordre de 36,05% d'élimination. C'est un résultat encourageant pour développer l'étude par l'investigation d'autres paramètres de coagulation/floculation.

Ce travail prévoit un nombre de perspectives. Le bio-polymère peut donner un très bon résultat sur l'élimination des colorants, les polluants organiques et des métaux lourds. Il sera intéressant de modifier les bio-polymères étudiés par des agents chargés et revoir les conditions de coagulation/floculation. Il donnera aussi un résultat plus intéressant en ajoutant quelques agents aides coagulant/floculant.

A cause de la pandémie covid-19, les travaux ont été arrêtés pour des raisons de sécurité. Le deuxième bio-polymère (le chitosane) n'a pas été testé sur l'élimination de la turbidité des suspensions d'argiles par coagulation/floculation.

## ملخص

تعتبر العمليات الفيزيائية والكيميائية لمعالجة وتنقية مياه الصرف باستخدام المواد الكيميائية الأكثر استخدامًا فعالة ولكنها تسبب مشاكل بيئية وصحية خطيرة. في وقت يتزايد فيه الطلب العام على المنتجات المتجددة والقابلة للتحلل البيولوجي جنبًا إلى جنب مع الوعي بحماية البيئة، يبدو أن المواد ذات الأصل البيولوجي تقدم حلولًا.

في عملنا الحالي، قمنا بتصنيع البوليمرات الحيوية القائمة على النشا والكيتين. تميز الكيتوزان بالتحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء (FTIR). تم استخدامه كمادة ندف لتنقية المياه التي تحتوي على جزيئات معلقة من (البنتونيت والكاولين). تمت دراسة تأثير معامل الأس الهيدروجيني. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن التغيير في الرقم الهيدروجيني للمحلول له تأثير على معدل إزالة التعكر، ولكن يبقى مراجعة ظروف التخثر / التلبد المستخدمة. أعطى البوليمر الحيوي المستخدم أقصى نتيجة 36.05 في وسط متعادل مع معلقات الكاولين.

**الكلمات المفتاحية:** البوليمر الحيوي، النشا، الشيتوزان، البنتونيت، الكاولين، البيرلايت، التخثر / التلبد

## Abstract

The physico-chemical processes for the treatment and purification of wastewater using the most commonly used chemicals are effective but pose serious environmental and health problems. At a time when public demand for renewable and biodegradable products is growing along with awareness of environmental protection, materials of biological origin appear to offer solutions.

In our present work, we have synthesized starch and chitin based biopolymers. Chitosan was characterized by Infrared Spectroscopy (FTIR). It was used as flocculant for the purification of water containing suspended particles of (bentonite and kaolin). The influence of the pH parameter was studied. The results obtained show that the change in pH of the solution has an influence on the rate of turbidity removal but the coagulation/flocculation conditions used still need to be reviewed. The bio-polymer used gave a maximum result of 36.05 in a neutral medium with the kaolin suspensions.

**Key words:** Bio-polymer, starch, chitosan, bentonite, kaolin, perlite, coagulation/flocculation.

## Résumé

Les procédés physico-chimiques de traitement et d'épuration des eaux usées utilisant des produits chimiques les plus couramment utilisés sont efficaces mais posent de sérieux problèmes environnementaux et de santé. À l'heure où la demande du public en matière de produits renouvelables et biodégradables croît avec la sensibilisation à la protection de l'environnement, les matériaux d'origine biologique apparaissent porteurs de solutions.

Dans notre présent travail, nous avons synthétisé des bio-polymères à base d'amidon et de la chitine. Le chitosane a été caractérisé par la spectroscopie Infra-Rouge (FTIR). Il a été utilisé comme floculant pour la purification des eaux contenant des particules de (bentonite et kaolin) en suspension. L'influence du paramètre pH a été étudiée. Les résultats obtenus montrent que le changement du pH de la solution a une influence sur le taux de l'élimination de la turbidité mais reste à revoir les conditions de la coagulation/floculation utilisés. Le bio-polymère utilisé a donné un résultat maximum de 36,05 dans un milieu neutre avec les suspensions du kaolin.

**Mots clés :** Bio-polymère, amidon, chitosane, bentonite, kaolin, perlite, coagulation/floculation.