

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université A. Mira de Bejaia



Faculté de Technologie
Département de Génie des procédés
Laboratoire de génie de l'environnement

Mémoire EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLOME DE Master

Domaine : Sciences et Technologies Filière : Génie des Procédés
Spécialité : Génie Chimique

Présenté par

M^{me} TARAFT Warda & M^{me} ABDELLI Narimene

Thème

Valorisation du métal des boîtes de conserve en électrodes utilisées dans le procédé d'électrocoagulation en vue d'éliminer le colorant rouge basique 46

Soutenue le 06/07/2022

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom	Grade		
M ^{me} KHENNICHE Lamia	M.C.A	Université Abderrahmane Mira- Béjaia	Présidente
M ^r YAHIAOUI Idris	M.C.A	Université Abderrahmane Mira- Béjaia	Examineur
M ^{me} MADI Katia	M.C.B	Université Abderrahmane Mira- Béjaia	Rapporteur

Année Universitaire : 2021/2022

Remerciement

Avant tout, nous devons remercier Dieu le tout puissant qui nous a permis de mener à terme ce travail ;

Notre gratitude à notre promotrice Dr k. MADI d'avoir accepté de nous encadrer, guidé tout le long de ce travail, on la remercie pour sa disponibilité, son sérieux et ses précieux conseils. Madame, veuillez croire en l'expression de notre profonde reconnaissance et de notre profond respect.

Nos vifs remerciements vont également aux membres de jury, Dr L. KHENNICHE et Dr I. YAHIAOUI d'avoir accepté d'évaluer notre travail.

En fin, on tient à remercier toute personne ayant contribué à la réalisation de ce mémoire.

Dédicace

Je dédie ce modeste travail

**A l'homme de courage et de force à celui qui a toujours été présent, qui m'a
appris les vraies valeurs de la vie à celui qui m'a soutenu en toutes
circonstances, mon père.**

**A la femme la plus courageuse, sensible, généreuse, a celle qui a su me donner
amour et joie de vivre, ma mère.**

A ma chère sœur : Maissa.

A mon cher frère : Saad.

A mes chers oncles et chères tantes.

A ma chère camarade Warda et sa famille.

A mes chers amis Kenza, Thiziri, Cylia, Adel et Amer.

**Et à la fin un grand merci à tous ceux et celles qui d'une manière ou d'une
autre m'ont aidée et soutenue.**

Narimene.

Dédicace

Je dédie ce travail :

A celle qui m'a donné la vie et l'envie de vivre, à celle qui m'a entouré de sa tendresse, à celle qui a attendu avec patience, à ma très chère mère défunte

Mon très cher père, conscient de tous les sacrifices, les efforts, et la gentillesse qu'il m'a toujours apporté.

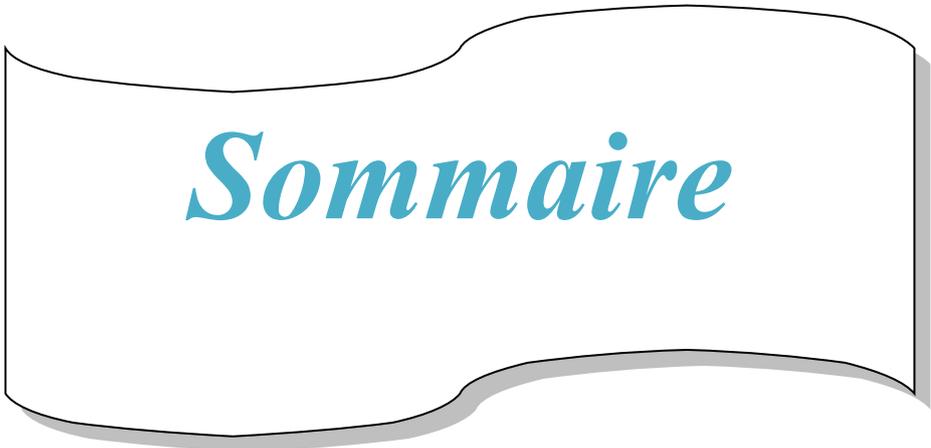
A mes très chers frères Rayane, Abderrahime.

A ma très cher binôme narimene et sa famille.

A mes copines Thiziri, kenza, cylie.

Et en fin, à tous ceux qui me sont chers.

TARAF Warda



Sommaire

Sommaire

Sommaire

Liste des Abréviations

Liste des Figures

Liste des Tableaux

Introduction.....01

Chapitre I : Etude bibliographique

I.1 Déchets.....03

I.1.1 Définition de déchets.....03

I.1.2 Impacts des
déchets.....03

I.1.2.1. Pollution de l'air.....03

I.1.2.2 Pollution du sol04

I.1.2.3 Santé humaine04

I.1.2.4 Détérioration des paysages.....04

I.1.2.5 Pollution des eaux océaniques04

I.1.3 Composition des déchets04

I.1.3.1 Composition des déchets dans le monde05

I.1.3.2 Composition des déchets en Algérie :.....05

I.1.4 Valorisation des déchets.....05

I.1.4.1 Valorisation de matière par le réemploi, la réutilisation05

I .2 Colorant.....05

I.2.1 Définition d'un colorant.....05

I.2.2 Classification des colorants06

I.2.2.1 Classification tinctoriale06

I.2.2.2 Classification chimiques.....06

I.2.3 Domaines d'utilisation des colorants07

I.2.4 Toxicité et les impacts des colorants07

I.2.6.1 Toxicité des milieux aquatiques par les rejets industriels07

I.2.6.2 Toxicité sur la santé humaine.....08

Sommaire

I.3 Procédés d'élimination des colorants	08
I.3.1 Procédés biologiques.....	08
I.3.2 Procédés physique.....	08
I.3.3 Procédés chimiques	09
I.3.3.1 Procédés d'oxydation classiques.....	09
I.3.3.2 Procédés d'oxydation avancée(POA).....	09
I.3.3.3 Procédés électrochimique	09
I.4 Principaux paramètres influents sur l'élimination des polluants par le procédé d'électrocoagulation.....	12
I.4.1 Influence de la densité de courant	13
I.4.2 Influence de la concentration initiale du polluant.....	14
I.4.3 Influence du pH de la solution	15

Chapitre II : Plans des expériences

II.1 Généralités sur les plans d'expériences.....	17
II.1.1 Aperçu historique	17
II.1.2 Définition des plans d'expériences.....	17
II.1.3 Principe.....	17
II.2 Terminologie.....	18
II.2.1 Facteurs	18
II.2.2 Réponse.....	18
II.2.3 Surface de réponse.....	18
II.3 Modélisation	19
II.3.1 Variables codées	19
II.3.2 Plans factoriels complets à deux niveaux	20
II.3.2.1 Calcul des coefficients du modèle	21
II.3.2.2 Analyse statique.....	21
II.3.2.2.1 Vérification de la signification des coefficients (test de Student).....	21
II.3.2.2.2 Validation du modèle (test de Fisher).....	22
II.3.2.2.3 Coefficient de détermination	23

Sommaire

II.3.2.2.4 Analyse des résidu.....	24
II.3.3 Plans composites centrés	25
II.3.3.1 Propriétés des plans composites.....	26

Chapitre III: Matériels et méthodes

III.1 Matériels et réactifs utilisés	29
III.1.1 Matériels utilisés	29
III.1.2 Produits et réactifs.....	29
III.2 Méthode d'analyse	30
III.2.1 Spectrophotométrie UV. Visible.....	30
III.2.2. Analyse par Diffraction des Rayons X (DRX)	31
III.2.3 Fluorescence X (FX).....	32
III.3 Mise en œuvre expérimentale	34
III.3.1 Electrodes utilisées	34
III.3.2 Mode opératoire	35
III.3.2.1 Préparation des solutions	35

Chapitre IV : Cinétique d'électrocoagulation

IV.1 Cinétique d'électrocoagulation.....	36
IV.1.1 Influence de la densité de courant.....0.....	36
IV.1.2. Influence du pH.....	38
IV.1.3. Influence de la concentration initiale.....	40

Chapitre V: Modélisation et optimisation

V.1 Plan factoriel complet à 2 niveaux.....	42
V.1.1 Modélisation.....	42
V.1.1.1 Plan d'expérimentation	42
V.1.1.2 Elaboration du modèle de premier degré.....	42
V.1.1.3 Calcul des coefficients du modèle de premier ordre	44
V.1.1.4 Analyse statistique de l'équation de régression.....	44
V.1.1.4.1 Vérification de la signification des coefficients.....	44

Sommaire

V.1.1.4.2 Test de validation de l'équation de régression.....	45
V.1.1.4.3 Test de signification de la régression.....	46
V.1.1.4.4 Calcul du coefficient de détermination	46
V.1.1.4.5 Validation du modèle par le point au centre	46
V.1.1.4.6 Analyse des résidus	47
V.1.2 Optimisation.....	49
V.1.2.1 Surfaces de réponses et courbes iso-réponses	50
V.1.2.2 Validation du modèle par l'expérience	53
V.2 plan composite centré.....	54
V.2.1 Plan d'expérimentation	55
V.2.2 Elaboration du modèle de deuxième degré	55
V.2.2.1 Calcul des coefficients du modèle.....	56
V.2.3 Analyse statistique de l'équation de régression.....	57
V.2.3.1 Vérification de la signification des coefficients.....	57
V.2.3.2 Test de validation de l'équation de régression.....	58
V.2.3.3 Test de signification de régression.....	59
V.2.3.4 Calcul du coefficient de détermination.....	59
V.2.3.5 Validation du modèle par le point au centre.....	59
V.2.3.6 Analyse des résidus.....	60
V.2.2 Optimisation.....	62
V.2.2.1 Surfaces de réponses et courbes iso-réponses.....	62
V.2.2.2 Validation du modèle par l'expérience.....	65
Conclusion.....	66
Annexes	

Liste des abréviations

Liste des abréviations

ABS : Absorbance

Al : Aluminium

Al(OH)⁴⁻ : Hydroxyde d'aluminium

B : Vecteur

b₀ : Terme constant de l'équation de régression

b_j : Effets linéaires

b_{uj} : Effets d'interaction

b_{jj} : Effets quadratiques

Ca : Calcium

Cd : Cadmium

CFC : Chloro-fluro-carbone

CH₄ : Méthane

Cl : Chlore

CO₂ : Dioxyde de carbone

Cr : Chrome

Cu : Cuivre

C : Concentration molaire de la solution

C₀ : Concentration initiale

C_{jj} : Éléments de la diagonal de la matrice de dispersion

C(t) : Concentration à l'instant t

e : Distance entre les électrodes

DRX : Diffraction des rayons x

EC : Electrocoagulation

f (Z₁, Z₂ ..., Z_k) : Facteurs contrôlés

F : Fisher Snedecor

Fe : Fer

XRF : La fluorescence X

H₂ : Hydrogène

Liste des abréviations

H₂O : Eau

HCl : Acide chlorhydrique

H₂SO₄ : Acide sulfurique

H₂O₂ : Peroxyde d'hydrogène

i : Densité de courant

I₀ et **I** : Intensités du rayonnement avant et après avoir traversé le milieu absorbant respectivement

K : Nombre de facteurs

l : Nombre de coefficients significatif

Mg : Magnésium

Mo : Molybdène

Mn : Manganèse

N : Nombre d'expériences

n_f : Essais d'un plan factoriel complet

n₀ : Essais au centre du domaine

N_f : Nombre d'essais du plan factoriel

N₀ : Nombre d'essais en étoiles

NaOCl : l'hypochlorite de sodium

NH₂ : Ammoniaque

NaCl : Chlorure de sodium

NaOH : Hydroxyde de sodium

Ni : Nickel

O₃ : Ozone

OH⁻ : Anion hydroxyde

pH : Potentiel d'hydrogène

Pb : plomb

Pt : platine

POA : procédés d'oxydation avancée

R : Rendement

R² : Coefficient de détermination

\bar{R}^2 : Valeur corrigé du coefficient de régression multiple

Liste des abréviations

RB46 : Rouge basique 46

Sn : Etain

Se : Sélénium

Si² : Variances de sondage

S²_{rep} : Variance de reproductibilité

S_{bj} : L'écart quadratique moyen

S²_{rés} : Variance résiduelle

T : Température

t: temps

UV. Visible : Ultra-Violet Visible

V : Volume

X_i: Facteurs ou variables codées d'entrée du système

x_j: Coordonnées des facteurs

x₁, x₂ ... x_k : Variables centrées réduites ou variables codées

[X^T]⁻¹ : Matrice inverse de la matrice

[X^TX]⁻¹ [X] : Matrice des variables indépendantes

y : Réponse expérimentale

ŷ: Valeur prédite par le modèle

Z_j exprimés en variables centrées réduites

Z₁, Z₂... Z_k : Facteurs contrôlés (variables réelles)

Z₁^o, Z₂^o... Z_k^o : Variables réelles correspondants au centre du plan ou parfois niveau

Zn : Zinc

Z_{min} : Valeur minimale de la variable réelle

Z_{max} : Valeur maximale de la variable réelle

ΔZ_j : Unité ou intervalle de variation suivant l'axe des Z_j

ω: Vitesse d'agitation

ε : Terme d'erreur aléatoire

λ_{max} : Longueur d'onde maximale

λ : Longueur d'onde

Liste des figures

Liste des figures

Chapitre I : Etude bibliographique

Figure I.1: Structure chimique d'un colorant azoïque.....	07
Figure I.2: Représentation schématique des effets des effluents de l'industrie textile sur l'environnement.....	07
Figure I.3: Schéma du principe de l'électrocoagulation.....	11
Figure I.4: Effet de la densité de courant sur l'efficacité d'élimination des ions Hg(II).....	13
Figure I.5: Effet de la densité de courant sur l'efficacité d'élimination de la turbidité.....	14
Figure I.6: Influence de la concentration initiale sur l'élimination du RB46	14
Figure I.7: Effet de la teneur initiale en nickel sur la cinétique d'électrocoagulation du Ni ²⁺	15
Figure I.8: Influence du pH sur le pourcentage l'élimination de phosphates.....	16

Chapitre II: plans des expériences

Figure II.1: Surface de réponse.....	19
Figure II.2: Plan composite centré pour deux facteurs(k=2).....	25

Chapitre III: matériels et méthodes

Figure III.1: Courbe d'étalonnage du colorant Rouge Basique 46 à $\lambda_{max} = 531$ nm.....	29
Figure III.2: Diffractogramme DRX des électrodes utilisées avant et après décapage.....	30
Figure III.3: Spectrométrie de fluorescence X.....	31
Figure III.4: Dispositif expérimental.....	32
Figure III.5: Electrodes utilisées.....	33

Chapitre IV: Cinétique d'électrocoagulation

Figure IV.1: Influence de la densité de courant sur l'élimination du RB46 par EC.....	37
Figure IV.2: Influence de pH sur l'élimination du RB46 par EC.....	39

Liste des figures

Figure IV.3: Influence de la concentration initiale sur l'élimination du colorant RB46.....40

Chapitre V: modélisation et optimisation

Figure V.1: Diagramme des résidus.....48

Figure V.2: Comparaison entre les valeurs des réponses prédites et celles donnée par l'expérience.....48

Figure V.3: Interaction entre le pH et la densité de courant.....49

Figure V.4: Interaction entre la densité de courant et la concentration initiale en colorant.49

Figure V.5: Surface de réponses dans le plan densité de courant – concentration initiale (pH=6.5).....51

Figure V.6: Courbe iso-réponses dans le plan densité de courant – concentration initiale (pH=6.5).....51

Figure V.7: Surface de réponses dans le plan pH – concentration initiale ($i=50.87\text{mA/cm}^2$)52

Figure V.8: Courbe iso-réponses dans le plan pH – concentration initiale ($i=50.87\text{mA/cm}^2$)52

Figure V.9: Surface de réponses dans le plan densité de courant – pH ($[\text{RB46}]_0=44.46\text{ mg/L}$)53

Figure V.10: Courbe iso-réponses dans le plan densité de courant – pH ($[\text{RB46}]_0=44.46\text{ mg/L}$)53

Figure V.11: Spectre d'absorbance de la solution en fonction du temps d'électrocoagulation. Conditions : $[\text{RB46}]_0=44.46\text{ mg/L}$, $i=50.87\text{ mA/cm}^2$ et $\text{pH}=6.5$54

Figure V.12: Diagramme des résidus.....60

Figure V.13: Droite de régression linéaire du modèle.....60

Figure V.14: Interaction entre le pH et la densité de courant.....61

Figure V.15: Interaction entre la densité de courant et la concentration initiale en colorant..61

Figures V.16: Surface de réponses dans le plan densité de courant – concentration initiale(pH=10).....63

Figures V.17: Courbe iso-réponses dans le plan densité de courant – concentration initiale (pH=10).....63

Figures V.18 : Surface de réponses dans le plan pH – concentration initiale ($i=36.03\text{mA/cm}^2$).....64

Figures V.19: Courbe iso-réponses dans le plan pH – concentration initiale ($i=36.03\text{mA/cm}^2$).....64

Figures V.20: Surface de réponses dans le plan densité de courant – pH ($[\text{RB46}]_0=102.5\text{mg/L}$).....65

Liste des figures

Figures V.21: Courbe iso-réponses dans le plan densité de courant – pH ($[\text{RB46}]_0=102.5$ mg/L).....65

Figures V.22: Spectre d'absorbance de la solution en fonction du temps d'électrocoagulation.
Conditions : $[\text{RB46}]_0 = 44.46$ mg/L, $i=36.03$ mA/cm² et pH=4.42.....66

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Chapitre I : Etude bibliographique

Tableau I.1 : Principaux groupements chromophores et auxochromes classés par intensité croissante.....06

Chapitre II : Plans des expériences

Tableau II.1 : Matrice de planification des expériences d'un plan 2^321

Tableau II.2 : Valeurs de ω et de n selon les propriétés recherchées pour le plan composite.28

Chapitre III: Matériels et méthodes

Tableau III.1 : caractéristique et structure chimique de la molécule étudié30

Tableau III.2 : Résultats de l'analyse FX.....33

Chapitre IV : Cinétique de l'électrocoagulation

Tableau IV.1: Influence de la densité de courant sur le rendement faradique.....38

Chapitre V : Modélisation et optimisation

Tableau V.1 : Valeurs des paramètres opératoires à différents niveaux.....42

Tableau V.2 : Matrice des essais du plan factoriel complet ($2^{k=3}$).....43

Tableau V.3 : Valeurs des réponses des essais au centre.....44

Tableau V.4 : Valeurs des coefficients de l'équation de régression.....44

Tableau V.5 : valeurs des t_j 45

Tableau V.6 : Valeurs des paramètres opératoires à différents niveaux.....55

Tableau V.7 : Matrice des essais du plan factoriel complet ($2^{k=3}$).....55

Tableau V.8: Matrice des essais au centre du domaine.....56

Tableau V.9 : Matrice des essais en étoile (2^k).....56

Tableau V.10 : Coefficients du modèle.....57

Tableau V.11: valeurs de t_j58



*Introduction
générale*

Introduction générale

L'Algérie est comme les autres pays en développement, rencontre des problèmes liés à la gestion des déchets ménagers engendrés par la croissance démographique, l'évolution économique, le changement du mode de vie.

La mise en décharge des déchets ménagers était une solution simple, peu coûteuse et pratique. Mais très vite, la quantité, la qualité et la nocivité des déchets générés se sont multipliées. Cependant ce processus produit un autre type de pollution causée par le contact de l'eau de pluie avec ces déchets pour former des lixiviats. La composition de ce type de déchets (plastique, verre, textile, papier/carton, d'objets métalliques, etc.) devient de plus en plus complexe et peut nuire à l'environnement et à la santé publique. A la base, une ressource naturelle est transformée puis consommée et enfin jetée comme déchets, or que la plupart de ces déchets sont des produits qui peuvent être valorisés.

C'est pour cela, que nous nous sommes intéressés à valoriser un déchet qui se trouve en grande quantité dans l'environnement, il s'agit de boîtes de conserve de thon utilisées comme électrodes dans le procédé d'électrocoagulation pour traiter des solutions synthétiques polluées en colorant textile. La raison de choix des colorants est due à leurs utilisations fréquentes et leurs toxicités. Ces colorants sont à l'origine de la pollution une fois évacués dans l'environnement.

Dans ce projet, nous avons utilisé le procédé électrocoagulation en raison de sa simplicité de mise en œuvre, son faible cout mais surtout en raison de sa grande efficacité.

Ce mémoire est structuré en Cinq chapitres :

Le chapitre I, concerne la synthèse bibliographique traitant des généralités sur les déchets, les colorants et plus particulièrement les colorants textiles, leurs définitions, classifications, leurs impacts sur l'environnement, ainsi que la technique de dépollution par électrocoagulation et quelques résultats rapportés par différents chercheurs sur l'influence des paramètres opératoires sur le taux d'élimination des polluants par le procédé d'électrocoagulation.

Le second chapitre est destiné aux plans d'expériences. Une description détaillée sur la méthode utilisée pour trouver le modèle mathématique permettant de donner le rendement d'élimination de colorant rouge basique 46 (RB46) en fonction des paramètres opératoires choisis a été présentée.

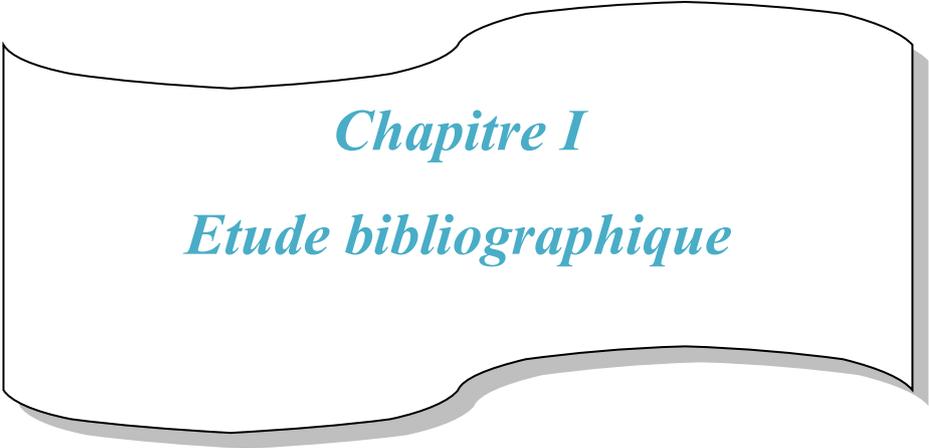
Introduction générale

Chapitre trois décrit, le dispositif expérimental mis au point, le protocole expérimental ainsi que les produits, les techniques de caractérisation et les analyses effectuées.

Le quatrième chapitre est consacré aux résultats obtenus. La cinétique et l'interprétation des résultats lors de l'étude des paramètres influents sur l'élimination du colorant sont présentées.

Le dernier chapitre traite l'élaboration des modèles reliant le taux d'élimination du colorant RB46 en fonction des paramètres opératoires par la méthodologie des plans d'expériences. Le tracé des courbes iso-réponses et des surfaces de réponses en fonction des différents paramètres étudiés ainsi que la détermination des conditions optimales de fonctionnement de notre procédé.

Enfin nous avons terminé le manuscrit par une conclusion générale relatant les principaux résultats de cette étude et les perspectives concernant le procédé d'électrocoagulation.



Chapitre I

Etude bibliographique

Chapitre I

Etude bibliographique

I.1 Déchets

I.1.1 Définition de déchets

Un déchet est un débris, un résidu considéré comme indésirable et sans valeur pour la personne qui s'en débarrasse. Le terme « déchet » revêt une signification particulière selon les pays, les cultures et même les personnes. Ainsi, un objet peut être sans valeur pour une personne et avoir une valeur pour une autre [1]. Un déchet (détritus, ordure, résidu,..etc.) désigne la quantité perdue dans l'usage d'un produit, ce qui en reste après son utilisation. De nos jours, ce terme tend à désigner n'importe quel objet ou substance ayant subi une altération d'ordre physique ou chimique, ou qui ne présente plus d'utilité et le destinant à l'élimination ou au recyclage (Il est alors parfois nommé recyclât) [2].

Un déchet peut être défini de différentes manières selon le domaine et l'intérêt d'étude et par son origine et l'état de déchets.

➤ **Approche juridique de déchets:** selon la conception objective, un déchet est un bien dont la gestion doit être contrôlée au profit de la protection de la santé publique et de l'environnement, indépendamment de la volonté du propriétaire et de la valeur économique du bien. Les biens recyclables qui sont des matières premières secondaires entrent dans cette définition objective. Ainsi, le détenteur d'un bien est soumis à la réglementation et il ne peut se décharger de ses responsabilités envers la gestion de ce déchet sous prétexte de sa valeur économique [3].

➤ **Approche environnementale :** du point de vue environnemental, un déchet constitue une menace à partir du moment où l'on envisage un contact avec l'environnement. Ce contact peut être direct ou le résultat d'un traitement [4].

➤ **Approche économique :** selon le sens économique du terme, un déchet est défini comme un objet ou une matière dont la valeur économique est nulle ou négative pour son détenteur, à un moment et dans un lieu donné [5,6].

I.1.2 Impacts des déchets

I.1.2.1 Pollution de l'air : On considère que l'air est pollué quand il contient des substances qui n'entrent pas dans sa composition naturelle de base et qui peuvent entraîner des nuisances plus ou moins graves [7], la décomposition naturelle des déchets entraîne des sous-produits et

de nombreux types d'émissions tel que le méthane (CH₄), le dioxyde de carbone (CO₂), l'hydrogène (H₂), l'ammoniaque (NH₃), les chloro-fluoro-carbone (CFC), la concentration de ces gaz dans l'atmosphère engendre des effets irréversibles et dangereux tel que l'effet de serre, les pluies acides...etc. [8].

I.1.2.2 Pollution du sol : La pollution du sol est causée essentiellement par les anciennes décharges ou par l'infiltration de substances polluantes, comme les métaux, les pesticides, les déchets organiques et les matières plastiques comme les PVC. Cette pollution est aussi due à des retombées atmosphériques liées à l'incinération et la percolation des lixiviats des décharges [1].

I.1.2.3 Santé humaine : Les décharges représentent un risque potentiel pour la santé. En effet, il est possible que des produits chimiques migrent hors du site et polluent les milieux environnementaux (eau, air et le sol) [9].

I.1.2.4 Détérioration des paysages : Les dépôts sauvages, les déchets abandonnés par les passants (papier, cigarettes, tickets, emballages divers,...etc.) ou les animaux, et qui résultent de la circulation automobiles sont la source de nuisances esthétiques et visuelles de notre environnement [3], beaucoup de sites touristiques demeurent moins fréquentables à cause de la dégradation de la qualité de l'environnement, surtout par les dépôts d'ordures impressionnant qui s'agglomèrent [7].

I.1.2.5 Pollution des eaux océaniques : La dégradation de la qualité bactériologique des eaux de baignade et de l'environnement sur les lieux de vacances et de loisir nautique, entraîne plusieurs nuisances d'ordre visuel, olfactif et sanitaire pour les usagers de la mer et des plages. Parmi les conséquences de cette situation, l'apparition d'infections cutanées chez les baigneurs et de gastro-entérites chez les consommateurs de fruits de mer [7].

I.1.3 Composition des déchets

I.1.3.1 Composition des déchets dans le monde : La composition moyenne des déchets à l'échelle mondiale pour l'année 2018 telle qu'elle est donnée par 44% pour les déchets alimentaires ou végétaux représentent la plus grosse partie du volume total. Le plastique arrive deuxième, avec 17% du volume de déchets. L'encore, de fortes disparités sont observables en fonction du niveau de développement, les pays faibles revenus produisent davantage de déchets alimentaires, tandis que les pays développés produisent davantage de

déchets «secs» (plastique, papier, métal, ou verre), issus notamment de l'industrie et des produits de consommation [10].

I.1.3.2 Composition des déchets en Algérie : En Algérie les principaux composants des déchets générés par la population sont les résidus alimentaires (organiques) avec un taux moyen de 72 %, le plastique à 10 %, le papier/carton à 9,3 %, le verre à 1,36 %, les métaux à 3,2% et le chiffon et autres à 4,14[11].

I.1.4 Valorisation des déchets

C'est l'un des points forts du code de l'environnement. La valorisation concerne des composés et des matières premières contenues dans les déchets et elle peut se faire par réemploi, réutilisation, recyclage, valorisation de matières, etc. [12]

I.1.4.1 Valorisation de matière par le réemploi, la réutilisation

- **Réemploi :** Le réemploi consiste à utiliser une nouvelle fois un produit ou objet usagé, pour un usage analogue à celui de sa première utilisation ou pour une autre utilité, sans qu'il y ait de traitement intermédiaire. Il s'agit, en d'autres termes, de prolonger la durée de vie du produit avant qu'il ne devienne un déchet tout en limitant les processus de transformation du produit. Il permet donc une réduction de l'utilisation de ressources naturelles et donc, des impacts négatifs sur l'environnement [13].

- **Réutilisation :** La réutilisation consiste à utiliser de nouveau un déchet, pour un usage différent de son premier emploi. Exemple : l'utilisation de pneus usagers pour protéger la coque des bateaux [13].

I.2 Colorants

I.2.1 Définition d'un colorant

Un colorant est une matière colorée par elle-même, capable de se fixer sur un support. La coloration plus ou moins intense des différentes substances est liée à leur constitution chimique [14], il est défini comme étant un produit capable de teindre une substance d'une manière durable. Il possède des groupements qui lui confèrent la couleur : appelés chromophores, et des groupements qui permettent sa fixation : auxochromes [15], et des structures aromatiques conjuguées (cycles benzéniques, anthracène, pérylène...). Ces groupements sont capables de transformer la lumière blanche dans le spectre visible de (380 à 750nm) en lumière colorée [16].

Tableau I.1: Principaux groupements chromophores et auxochromes classés par intensité croissante [17]

Groupements chromophores	Groupements auxochromes
Azo (-N=N-) Nitrozo (-NO ou N-OH) Carbonyl (=C=O) Vinyl (-C=C-) Nitro (-NO ₂ ou =NO-OH) Sulphure (>C=S)	Amino(-NH ₂) Méthylamino (-NHCH ₃) Diméthylamino (-N(CH ₃) ₂) Hydroxyl ((-HO) Alkoxy (-OR) Groupements donneurs d'électrons.

I.2.2 Classification des colorants

Les colorants synthétiques sont classés selon leur structure chimique et leurs méthodes d'application, on distingue deux catégories de classifications [18] :

I.2.2.1 Classification tinctoriale : Cette méthode de classification repose sur la nature de groupement auxochrome.

I.2.2.2 Classification chimiques : Cette méthode de classification repose sur la nature de groupement chromophore, les familles des colorants les plus utilisés selon cette méthode de classification sont [18] :

- Les colorants azoïques;
- Le colorant anthraquinonique;
- Les colorants indigoïdes;
- Les colorantes xanthines;
- Les colorants phtalocyanines;
- Les colorants nitrés et nitrosé.

a) Colorants azoïques

Les colorants azoïques sont caractérisés par le groupement chromophore N=N qui a été découvert par Griess en 1858. Suivant le nombre de chromophores rencontrés dans la molécule, on distingue les monoazoïques, diazoïques et polyazoïques. Les colorants azoïques sont synthétisés par diazotation d'amines aromatiques et réaction de copulation avec des phénols. Ces réactions offrent un grand nombre de possibilités de liaison entre molécules et cela explique le développement considérable de la classe des colorants azoïques qui comporte plus que 1000 produits et représente 50% de la production mondiale de colorants [19].

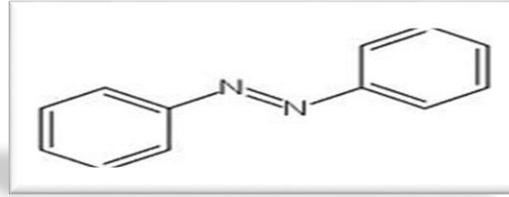


Figure I.1 : Structure chimique d'un colorant azoïque

I.2.3 Domaines d'utilisation des colorants

Les colorants comme tous les produits chimiques ont des applications pour lesquelles ils sont synthétisés, à titre d'exemple les colorants azoïques sont utilisés dans les domaines suivants [20] :

- Industrie de matière plastique (pigment);
- Industrie du bâtiment : peintures (pigment);
- Industrie pharmaceutique (colorant);
- Industrie des cosmétiques;
- Industrie agroalimentaire (colorants alimentaires);
- Imprimerie (papier, encre) [21].

I.2.4 Toxicité et les impacts des colorants

I.2.6.1 Toxicité des milieux aquatiques par les rejets industriels

Le schéma ci-dessous résume les effets des rejets de l'industrie textile sur l'environnement.

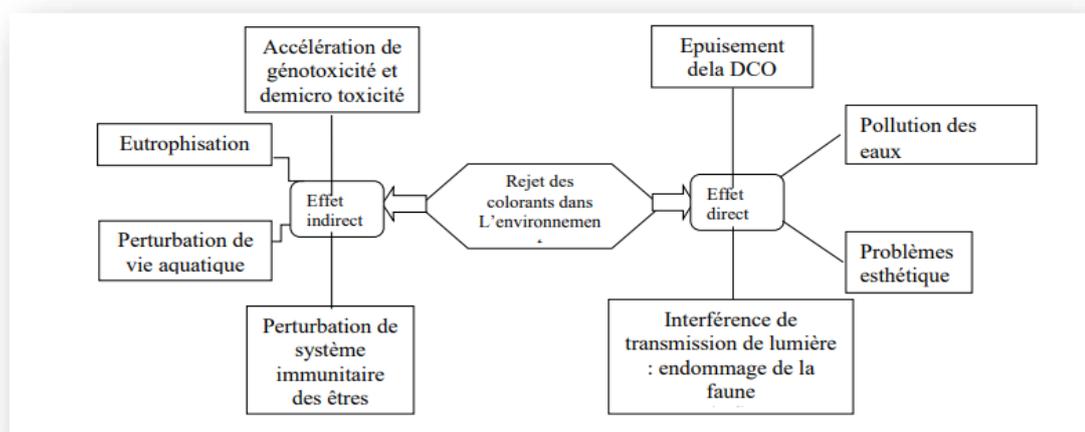


Figure I.2: Représentation schématique des effets des effluents de l'industrie textile sur l'environnement [22]

I.2.6.2 Toxicité sur la santé humaine

- Être mutagènes;
- Être Génotoxiques;
- Entraîner des cancers de la thyroïde;
- Entraîner des tumeurs des glandes surrénales;
- Contenir des substances cancérigènes;
- Avoir des actions sur le système nerveux central ;
- Inhibition ou déficit de certaines enzymes;
- Augmentation de la perméabilité intestinale [23].

I.3 Procédés d'élimination des colorants

De nombreuses techniques de dépollution des effluents chargés en colorants sont développées au cours de ces dernières années. Parmi ces techniques :

I.3.1 Procédés biologiques

C'est la technique la plus utilisée dans le traitement des effluents colorés. Il y a deux types de traitement biologique, aérobique et anaérobique. En mode aérobique les bactéries ont besoin de la présence de l'oxygène (eau) pour dégrader les colorants. A l'inverse, pour le mode anaérobique la dégradation des colorants a lieu en absence d'oxygène. Les boues activées détruisent environ 10 à 20% de la couleur [24].

I.3.2 Procédés physique

Les procédés les plus simples et les plus anciens d'élimination des polluants réfractaires aux traitements biologiques sont des méthodes physiques de transfert de masse : en général, la floculation et l'adsorption sur charbon actif. Mais, d'une part, ces méthodes déplacent simplement la pollution dans les grandes quantités de boues ainsi créées et d'autre part, elles ne sont pas suffisamment actives pour résoudre les problèmes liés à la coloration. La coagulation et la floculation sont, par ailleurs, inefficaces en ce qui concerne les colorants basiques, et la récupération des colorants de cuve par adsorption sur charbon actif est médiocre [25].

I.3.3 Procédés chimiques**I.3.3.1 Procédés d'oxydation classiques**

Les techniques d'oxydation classiques utilisent des oxydants puissants et variés tels que l'hypochlorite de sodium (NaOCl), l'ozone (O₃), ou encore le peroxyde d'hydrogène (H₂O₂), en présence ou non de catalyseur [26].

I.3.3.2 Procédés d'oxydation avancée(POA)

Les POA regroupent des méthodes chimiques, photochimiques ou électrochimiques. Le développement de ces méthodes est en plein essor depuis environ trois décennies. Ces méthodes de traitement consistent à dégrader les molécules de colorants [27].

I.3.3.3 Procédés électrochimique

L'électrochimie est principalement basée sur un transfert d'électrons, ce qui la rend particulièrement intéressante du point de vue environnemental et peut s'appliquer sur un grand nombre de polluants. L'électrochimie a prouvé son efficacité pour le traitement d'effluents toxiques contenant des cyanures ou pour la récupération de métaux lourds par réduction cathodique. En outre, elle peut également traiter des solutions aqueuses chargées en matière organique, soit sous forme d'un prétraitement pour transformer les composés réfractaires en produits biodégradables, ou soit en traitement final pour minéraliser complètement les composés organiques. L'oxydation électrochimique présente l'avantage de pouvoir réagir sur les polluants de deux manières différentes, soit de manière directe ou indirecte [28]. Parmi les procédés électrochimiques, on cite l'électrocoagulation (EC) :

➤ Définition de procédé de l'électrocoagulation

Tel que son nom l'indique, l'électrocoagulation est la fusion des sciences de l'électrochimie et de la coagulation. L'électrocoagulation est une technique physico-chimique et l'une des technologies développées pour le traitement des eaux qui utilisent des électrodes consommables (sacrificielles) pour fournir des ions dans l'effluent d'eau, cela veut dire que cette technique est basée sur la production in situ de cation métallique par dissolution électrochimique [29].

➤ Origine et évolution

Les premiers travaux sur l'électrocoagulation ont été rapportés par Webster [30], il utilisa des électrodes de fer pour favoriser la floculation dans l'eau de mer, source des

chlorures. Ceux-ci étaient supposés former de l'acide hypochloreux. Un pilote a été construit à Londres en 1889 pour traiter de l'eau de mer par électrolyse. Une demande de licence a été déposée par A.E. Dietrich en 1906 pour le traitement des eaux usées de manufactures. En 1909, Harries dépose un nouveau brevet sur ce procédé, les anodes étaient alors constituées par des plaques de fer et d'aluminium. En 1912, deux autres stations de traitements des eaux usées furent construites sur ce principe, aux Etats-Unis. En 1912, aux Etats-Unis, deux autres stations de traitement des eaux usées furent construites sur ce principe. Cependant, leur fonctionnement fut arrêté, quelques années plus tard (1930), en raison du coût qui était deux fois plus élevé que celui d'un traitement biologique [30], les recherches sur l'EC commencent à se développer avec un intérêt de son application au traitement de différents types d'eau. Néanmoins, cette technique reste peu développée en raison de l'évolution d'autres procédés exigeant un coût plus faible. L'électrocoagulation a actuellement regagné de l'importance avec des besoins croissants en eau et des réglementations environnementales strictes. Plusieurs auteurs se sont ainsi intéressés à comprendre les principes de l'EC, à étudier les d'influence en les optimisant afin de minimiser la demande en énergie et d'obtenir le traitement le plus économique [31,32].

L'EC a été utilisée pendant toutes ces années sans véritablement connaître un succès et sans qu'elle ne soit acceptée par les populations et les industriels. Cependant, ces dernières années, on constate un regain d'intérêt, et son utilisation s'est accrue et bon nombre d'industriels font appel à elle pour le traitement de leur effluent. La technologie a été optimisée pour minimiser la consommation énergétique et pour augmenter l'efficacité du traitement. Son efficacité a été démontrée sur divers polluants. Il est efficace dans le traitement des métaux lourds tels que Pb, Cd, Cr et As, les métaux tels que Mn, Cu, Zn, Ni, Al, Fe, Sn, Mg, Se, Mo, Ca et Pt, également des anions tels que CN^- , PO_4^{3-} , SO_4^{2-} , NO_3^- , F^- et Cl^- , les non métaux tels que le phosphore et des composés organiques, hydrocarbures totales de pétrole (TPH), Toluène, Benzène et Xylène (TBX), Methyltert-butylether (MTBE), Minéraux, colorants organiques, huiles et graisses tous des effluents industriels variés [33].

➤ Mécanismes de formation des hydroxydes

Dans un réacteur d'EC comportant une anode de fer ou d'aluminium et une cathode, l'application d'un courant électrique produit une oxydation à l'anode et une réduction à la cathode. La dissolution anodique des électrodes de fer ou d'aluminium favorise la production

des espèces cationiques telles que : Al^{3+} et Fe^{2+} qui forment des hydroxydes de fer ou d'aluminium.

❖ **Réaction anodique**



❖ **Réaction cathodique**



❖ **Réaction au sein de la solution**



A l'instar des électrodes d'aluminium, il y a également formation d'ions OH^- et dégagement de H_2 à la cathode. Dans le cas de l'utilisation des électrodes de fer, les hydroxydes forment une suspension gélatineuse verte foncée qui retire les polluants de l'eau par complexation ou par attraction électrostatique [34,35]. Contrairement aux électrodes d'aluminium, les électrodes de fer ne sont que peu utilisées dans le traitement des eaux potables. On les retrouve surtout dans les usines de traitement des eaux usées [36].

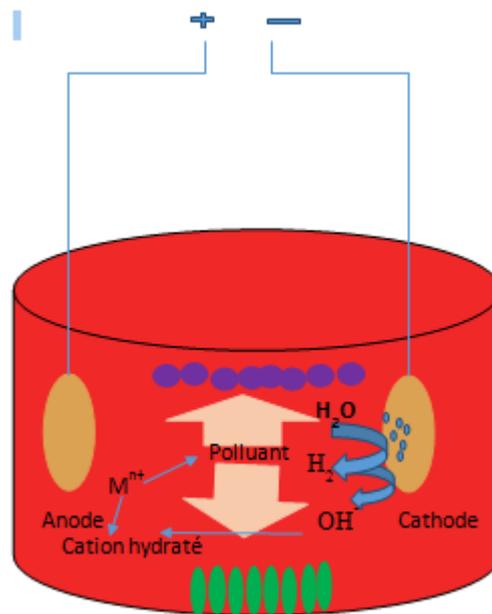


Figure I.3 : Schéma du principe de l'électrocoagulation M^{n+}

➤ Avantages et inconvénients du procédé d'électrocoagulation

Comme tous les procédés d'épuration des eaux, l'électrocoagulation possède des avantages et des inconvénients qui limitent ses domaines d'application.

- Le procédé d'électrocoagulation ne nécessite pas l'ajout de produit chimique, il nécessite l'ajout de petite quantité d'additif pour améliorer la conductivité électrique de l'effluent.
- L'eau usagée traitée par l'EC donne de l'eau de goût agréable, claire, sans couleur et inodore...etc. [37].
- Le procédé d'EC a l'avantage d'éliminer les plus petites particules colloïdales. L'application d'un champ électrique entre les électrodes entraîne les particules dans un mouvement plus rapide, facilitant de ce fait leur agglomération [38].

L'électrocoagulation présente quelques inconvénients parmi lesquelles on peut citer :

- L'effluent traité par électrocoagulation doit être un électrolyte ce qui impose un ajout de sel pour certains effluents faiblement conducteurs.
- Les électrodes sacrificatoires sont dissoutes dans l'effluent à traiter en raison de l'oxydation, et doivent être régulièrement remplacées.
- La maintenance des installations est parfois coûteuse, le nettoyage et changement des électrodes nécessitent l'arrêt du procédé au cours de ces opérations [39].

I.4 Principaux paramètres influents sur l'élimination des polluants par le procédé d'électrocoagulation

Plusieurs paramètres peuvent affecter l'efficacité du procédé d'EC. Il s'agit entre autres le pH du milieu, la concentration initiale en polluant, la densité de courant...etc.

I.4.1 Influence de la densité de courant

Il est bien connu que la densité de courant détermine non seulement la dose du coagulant mais aussi le taux de production des bulles et la croissance des floccs qui peuvent influencer l'efficacité du traitement par électrocoagulation. Par conséquent, l'effet de la tension électrique appliquée à la cellule sur l'élimination des polluants a été étudié [40].

Nanseu-Njiki et al. [41] ayant étudié l'influence de la densité de courant sur le procédé d'EC en présence des électrodes en fer et en aluminium dans le cas des ions du mercure comme polluant. Ils ont observé qu'une augmentation de la densité de courant de 0.625 jusqu'à 15 A/dm², accélère l'élimination du polluant. Ces résultats ont été expliqués par le fait d'augmenter la densité de courant, le taux de dissolution de l'anode augmente ce qui favorise par conséquent la floculation. La figure I.4 représente l'effet de la densité de courant sur l'élimination du mercure en utilisant des électrodes en aluminium et en fer, respectivement.

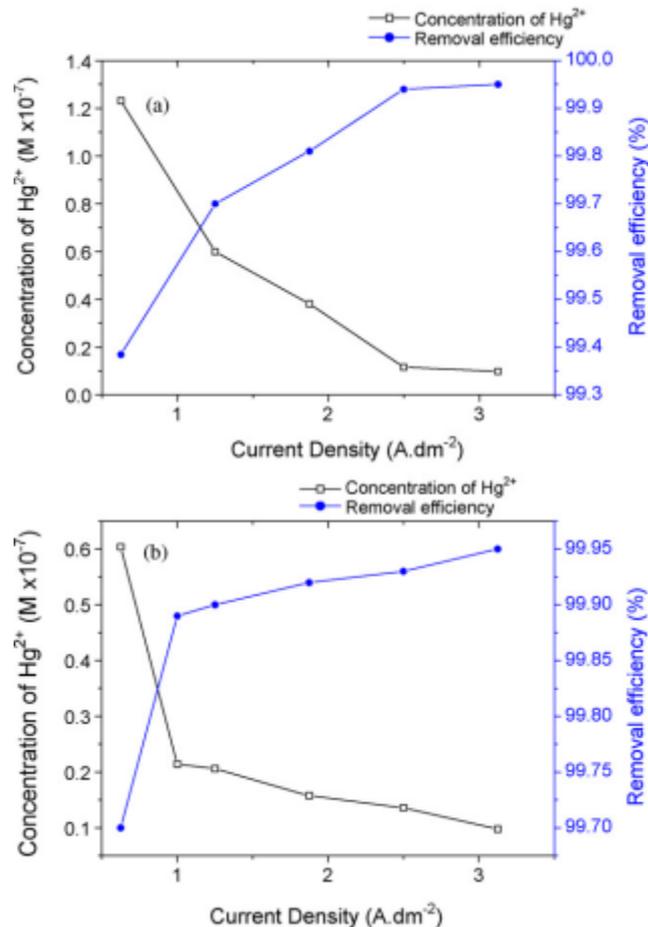


Figure I.4 : Effet de la densité de courant sur l'efficacité d'élimination des ions $Hg(II)$.

Concentration initiale en ions mercure(II) = $2 \times 10^{-5} M$, $S = 8 \text{ cm}^2$, $t = 25 \text{ mn}$.

pH = 2,7, Electrodes (a) en aluminium et (b) en fer

Les mêmes explications ont été rapportées par Lemlikchi [42], si le courant est trop faible, une faible quantité d'hydroxydes sera produite, une faible quantité d'hydrogène sera dégagée à la cathode et le temps de résidence de l'effluent dans le réacteur devra être plus long afin d'obtenir une bonne qualité d'eau.

Aoudjehane et al.[43] eux aussi ont mené une étude sur l'effet de ce paramètre sur l'efficacité d'élimination de la turbidité en utilisant des électrodes en fer. Différentes concentrations (1 % (p/p); 2 % (p/p) et 4 % (p/p)) ont été testées en variant la densité de courant. Les résultats sont présentés dans la figure I.5. Ils ont rapporté que quelle que soit la concentration de l'émulsion, qu'une augmentation de la densité de courant entraîne une augmentation de l'efficacité du procédé.

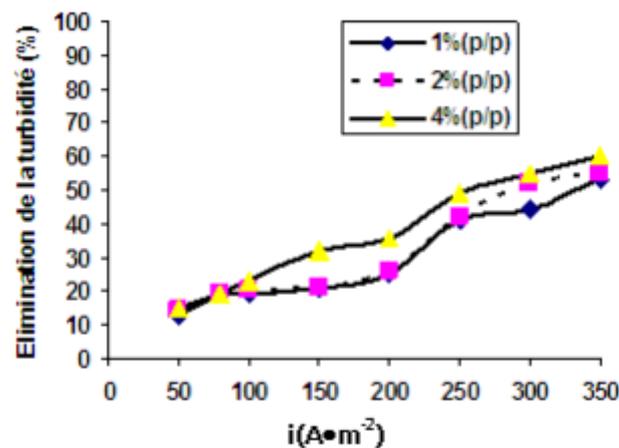


Figure I.5 : Effet de la densité de courant sur l'efficacité d'élimination de la turbidité [44].

I.4.2 Influence de la concentration initiale du polluant

Madi et al. [44] ont étudié l'effet de la concentration initial en colorant Rouge Basique 46 (RB46) sur sa décoloration, en utilisant des électrodes et variant la concentration en polluant entre 30 et 200 mg/L. Ils ont observé que pour une densité de courant constante, la concentration résiduelle diminue linéairement avec le temps après une faible période de latence et pour un temps d'électrolyse constant, l'efficacité d'élimination de la couleur a diminué progressivement les fortes concentrations (figure I.6). Ceci a été attribué à l'insuffisance du nombre de sites disponibles sur les floes par rapport à la quantité importante des polluants.

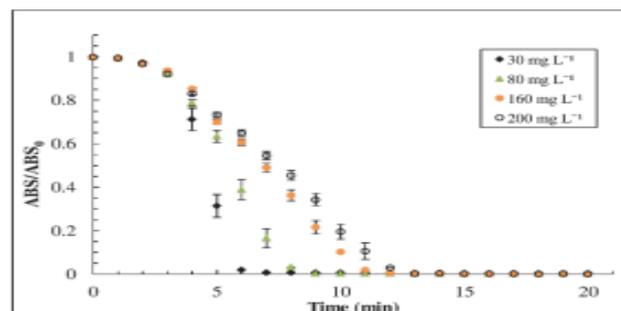


Figure I.6 : Influence de la concentration initiale sur l'élimination du RB46

Conditions : $I = 9 \text{ mA/cm}^2$, $\text{pH} = 8$, $T = 35^\circ\text{C}$ et $\omega = 120 \text{ tr/min}$ [44].

Dans une autre étude rapportée par Imine et al. [45] sur l'élimination du Nickel par électrocoagulation le suivi de l'élimination du Nickel a été réalisé pour différentes concentrations initiales à savoir: (95,160, 240 mg/L). Ils ont remarqué que l'efficacité d'élimination est importante pour les faibles concentrations, alors que pour des concentrations élevées cette dernière est moins importante et nécessite un temps d'électrocoagulation élevé,

en raison de l'insuffisance des ions hydroxydes et des ions métalliques produits par les électrodes.

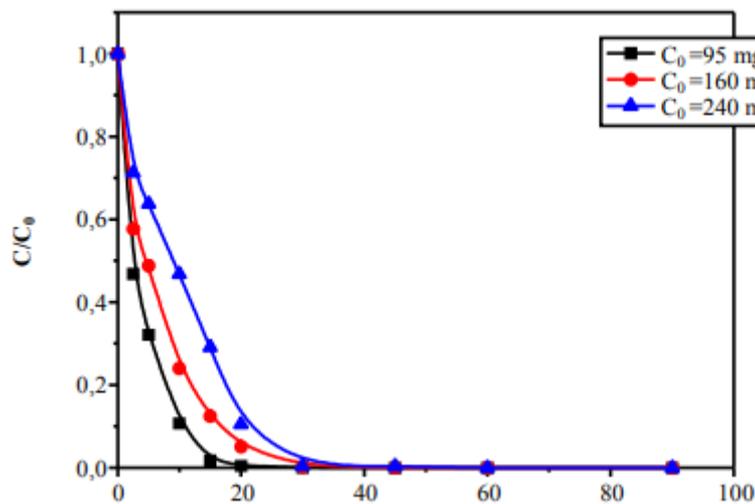


Figure I.7: Effet de la teneur initiale en nickel sur la cinétique d'électrocoagulation du Ni^{2+} , $\text{pH}=7$, $I= 1,86 \text{ A}$, $d = 1 \text{ cm}$, $n = 4$ électrodes [45].

I.4.3 Influence du pH de la solution

Le pH de la solution joue un rôle primordial dans le procédé d'électrocoagulation pour le cas de nombreux polluants. Son premier effet est lié au coagulant qui peut présenter différentes espèces dépendant du pH, espèces ioniques du métal, complexes d'hydroxyde monomériques et d'autres polymériques. Le type et la quantité de ces espèces sont importants car chacun d'eux présente des interactions différentes avec les polluants, ce qui résulte en différentes performances de coagulation. Par exemple, dans des conditions alcalines élevées, l'espèce qui se forme lors de l'utilisation d'une anode en aluminium est $\text{Al}(\text{OH})_4^-$. Cette espèce présente une faible activité coagulante. Les conditions du pH modifient de manière significative les propriétés physico-chimiques des coagulants tels que [46]:

- La solubilité des hydroxydes du métal;
- La conductivité électrique des hydroxydes métalliques;
- La taille des particules colloïdales des complexes.

Verma et al. [48] ont étudié l'élimination du chrome (VI) d'une eau synthétique par EC et ont trouvé que le pH a un effet significatif sur l'efficacité du traitement. Les expériences ont été réalisées à différents pH et un maximum d'élimination a été obtenu à pH 4. Selon les auteurs, le pH s'élève après électrocoagulation en augmentant le temps d'électrolyse en raison de la génération des ions OH^- dans le processus d'EC.

D'autres expériences ont été réalisées par Behbahani et al. [48] afin d'étudier l'effet de ce paramètre sur l'efficacité d'élimination des phosphates en utilisant des électrodes en aluminium et en fer. Les résultats sont présentés dans la figure I.8.

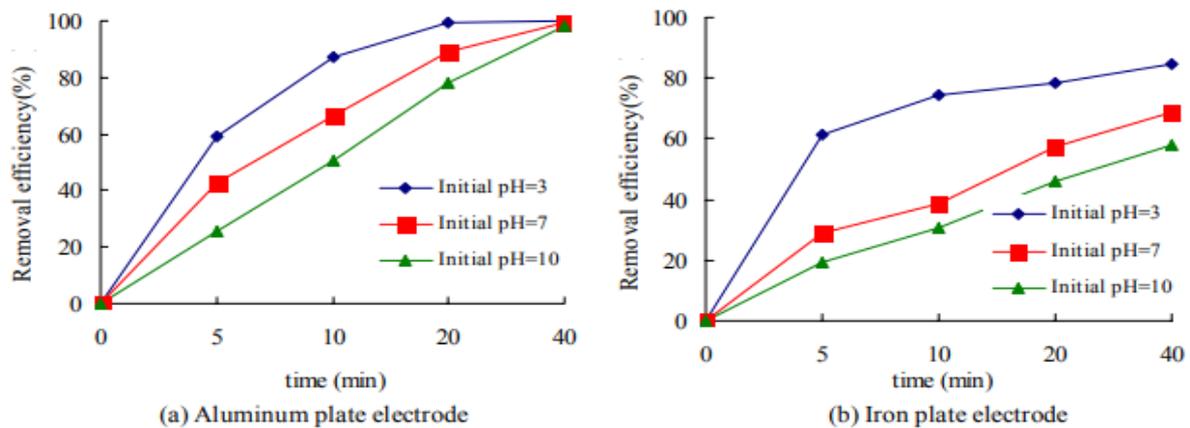


Figure I.8: Influence du pH sur le pourcentage l'élimination de phosphates [48].

Les résultats du travail ont montré que l'élimination maximale des phosphates est obtenue dans un milieu acide (pH= 3), des pourcentages aussi importants en 40 min avec les deux types d'électrodes à différent pH (3, 7 et 10). Les mêmes observations ont été rapportées par Irdemez et al [49].

Références bibliographiques

- [1]: K. Abdedo, S. Boussad « évaluation de la gestion des déchets ménagers dans la commune de bouzeguene et implication pour la mise en œuvre d'un mode de gestion plus durable ».Mémoire master. Université de Tizi - Ouzou, Algérie (2015)
- [2]: M. Hamdi, S. Khouildi « La gestion des déchets industriels : étude de cas flash chemicals industry (FCI) ». Mémoire master. Université d'Ouargla (2017).
- [3]: C. AiMaamar,A. Kechot « Contribution à l'étude d'état de la gestion des déchets ménagers et assimilés dans la commune de Tizi–Ouzou». Mémoire master. Université de Tizi –Ouzou (2016).
- [4]: H. Bruno « Système d'aide à la décision pour le traitement des déchets industriels spéciaux ». Thèse de doctorat. Sciences de l'environnement de INSA de Lyon, France, (1997).
- [5]: Y. San « La gestion des déchets à Abidjan : un problème récurrent et apparemment sans solution ». (2002).
- [6]: O. Kofoworola «Recovery and recycling practices in municipal solid waste management in Lagos ». Waste management (2007).
- [7]: C. Desachy «Les déchets : sensibilisation à une gestion écologique ». Ed tec et doc. Paris (2001).
- [8]: N. Dorbane « Gestion des déchets solides urbains dans la ville de Tizi- ouzou ». Mémoire de magister. Université mouloud mammeri de Tizi-Ouzou, (2004).
- [9]: H. Dolk «Lanfill sites and congenital abnormalities, Author's reply». Lancet (1998).
- [10]: Site web : [www.siedmto.fr durée-de-vie-des-déchets](http://www.siedmto.fr/durée-de-vie-des-déchets) .
- [11]: B. Djemaci«La gestion des déchets municipaux en Algérie : Analyse prospective et éléments d'efficacité». Thèse de doctorat. Université de Rouen. France(2012).
- [12]: A. Addou« Traitement des déchets : valorisation, élimination ». Ellipses(2009).
- [13]: L. Guedjali, W. Mebroukine « Valorisation d'un déchet industriel dans les matrice cimentaires ». Mémoire master. Université de Bejaia, Algérie (2021).
- [14]: J. Majaul« Textiles chimiques, fibres modernes». Editions eyrolles ». (1999)
- [15]: L. Naidja «Elimination du colorant orange par voie photochimique et par adsorption ». Mémoire magister. Université de Constantine, Algérie (2010).
- [16] : M. Boumelik « Etude d'adsorption d'un polluant sur des matériaux de la région de Béchar ». Mémoire magister. Université d'Oran, Algérie (2016).

- [17] : S. Brahmi, S. Mameri « Elimination d'un colorant (Rouge Azucryl) par des écorces de fruits ». Mémoire de master. Université de Bejaia, Algérie (2019).
- [18] :H. Mansour, B. Boughzala, O. Dridi, d.Barillier, D.Chekir-Ghedira, L.R. Mosrati « Les colorants textiles sources de contamination de l'eau : Criblage de la toxicité et des méthodes de traitement ». Revue des sciences de l'eau 24 209–238(2011).
- [19]: R. Tafer « Photodégradation directe et induite des micro-polluants organiques (cas d'un colorant azoïque) » Mémoire de magister. Université de Constantine, Algérie (2007).
- [20] : H. Korichi «Synthèse et caractérisation d'une nouvelle solution solide de type pyrochlore de formule $\text{Bi}_{1.5}\text{Nb}_{1.5}\text{Cu}_{1-x}\text{Zn}_x\text{O}_7$: application catalytique ». Mémoire magister. Université d'Oran, Algérie (2014).
- [21] : S. Saadia «Dégradation d'un colorant cationique parphotocatalyse, électro-oxydation et leur couplage ». Thèse de doctorat. Université Badji Mokhtar, Annaba, Algérie (2018).
- [22]: L. RehnBlasengeschwulstebeiFuchsin-Arbeitern. ArchKlinChir; 50 588 600(1895).
- [23]: R. Fghire, H. Elbouhali, M.Esshaimi,Khouhaddo « Caractérisation d'un colorant naturel ».Mémoire de licence. Université de marrakech, Maroc (2006).
- [24]: H. Ben mansour, O. Boughzala, D. Dridi, L. Chedira, R. Mosrati « Les colorants textiles sources de contamination de l'eau : criblage de la toxicité et des méthodes de traitement ». Revue des sciences de l'Eau, 24 209-238 (2010).
- [25]: G. Crini, P.M. Badot, N. Morin-Crini, G. Torri. « Les principales techniques d'épuration des eaux industrielles polluées : une revue récente des méthodes proposées dansla littérature ». Paris, France (2007).
- [26]: O. Joseph « Etude du potentiel d'utilisation de résidus agricoles haïtiens pour le traitement par biosorption d'effluents pollués». Thèse de doctorat. Lyon, France (2009).
- [27]: G. Dib, F. Aissani « Etude de la dégradation d'un colorant synthétique par photocatalyse en présence de dioxyde de titane en suspension ». Université de Bejaia, Algérie (2012).
- [28]: F. Zaviska, P. Drogul, G. Mercier, J. Blais « Procédés d'oxydation avancée dans le traitement des eaux et des effluents industriels : application à la dégradation des polluants réfractaires». Revue des sciences de l'eau, 22 535-564(2009).
- [29]: M. Beloudah« Etude des propriétés de l'électrocoagulation d'un acide organique ».Mémoire de Master. Université de Biskra, Algérie (2020).
- [30]: M. Benneajah « Traitement des rejets industriels liquide par électrocoagulation /électroflotation en réacteur airlift ». Thèse de doctorat. Institut national polytechnique de Toulouse, France (2010).

- [31]: D. Ghosh, H. Solanki, M.K. Purkait « Removal of Fe (II) from tap water by electrocoagulation technique ». Indian journal of hazardous materials, 155135–143 (2008).
- [32]: A. Attour, M. Touati, M. Tlili, M. Ben amor, F. Lapique, J.P. Leclerc «Influence of operating parameters on phosphate removal from water by electrocoagulation using aluminum electrodes». Sep,PurifTechnol, 123124–129 (2014).
- [33]: H.A. Moreno, D.L. Cocke, J.A.G. Gomes, P. Morkovsky, J.R. Parga, E. Peterson et C. Garcia « Electrochemistry behind electrocoagulation using iron electrodes ». ECS transactions 61-15 (2007).
- [34]: J. Ibanez, M.M.Singh, Z. Szafran « Colorremoval of simulated wastewater by electrocoagulation-electroflotation. ». Laboratory experiments on electrochemical remediation of the environment. Part 4: Journal of Chemical Education 751040-1041 (1998).
- [35]: K. Rajeshwar, J. Ibanez «Environmental electrochemistry fundamentals and application in pollution abatement». Academic press. San Diego, CA, ÉtatsUnis, (1977).
- [36]: G. Chen. «Electrochemical technologies in waste water treatment». Separation and purification technology38 11-41 (2004).
- [37]: J. Miquel « Épuration électrolytique des eaux résiduaires industrielles ». Technique moderne1 31-33 (1997).
- [38]: F. Pesin, M. Rumeau « Le traitement électrochimique des eaux et des effluents ». Tribune de l'eau 3 45-56 (1989).
- [39]: N. Mameri, A.R. Yeddou, I. Lounic, D. Belhocine, H.Grib, D. Bariou « Defluoridation of septentherial sahara water of north africa by electrocoagulation process using bipolar aluminum electrodes, water research, 16041612,32,5
- [40]: S. Hanafi, N. Sadif, O. Assobhei, M. Mountadar «Traitement des margines par électrocoagulation avec des électrodes plates en aluminium». Revue des sciences de l'eau journal of water science, 22 473-485 (2009).
- [41]: C.P. Nanseu-Njiki, S.R. Tchamango, P.C. Ngom, A. Darchen, E. Ngameni. « Mercury (II) removal from water by electrocoagulation using aluminium and iron electrodes ». Journal of hazardous materials, 168 1430–1436 (2009).
- [42]: W. Lemlikchi «élimination de la pollution des eaux industrielles par différents procédé d'oxydation et de co-précipitation ». Thèse du doctorat. Université de Tizi –Ouzou, Algérie (2012).
- [43]: M. Aoudjehane, M. Rezzouk, A. Kellil, Y. Aurelle, C. Guigui « Etude comparative de l'électrocoagulation et de la coagulation floculation vis-à-vis de la déstabilisation d'une émulsion d'huile de coupe ». Revue des sciences de l'eau édition (2022).

- [44]: K. Madi, I. Yahiaoui¹, F. Aissani-Benissad, C. Vial, F. Audonnet, L. Favier « Basic red dye removal by coupling electrocoagulation process with biological treatment». *Environmental engineering and management journal*, 3 563-573 (2019).
- [45]: L. Imine, K. Amara « Elimination du Nickel par électrocoagulation bipolaire ». *Mémoire master. Université de Tizi–Ouzou, Algérie* (2011).
- [46]: A. Doggaz« Déferrisation des eaux par procédé d'électrocoagulation: étude des phénomènes physico-chimiques et réactionnels impliqués ». *Thèse doctorat. Université de Lorraine* (2018).
- [47]: S.K. Verma, V. Khandegar, A.K Saroha« Removal of chromium from electroplating industry effluent using electrocoagulation». *Journal of hazardous and toxic radio waste* 7 146- 152 (2013).
- [48]: M. Behbahani, M.R. Alavimoghaddam, M.A. Arami « Comparison between aluminum and iron electrodes on removal of phosphate from aqueous solutions by electrocoagulation process ». *International journal of environmental*, (2011)
- [49]: S. Irdemez, N. Demircioglu, S.Yildiz « The effects of current density and phosphate concentration on phosphate removal from wastewater by electrocoagulation using aluminum and iron plate electrodes ». *Separation Purification Technology*, 52218-223 (2006).



Chapitre II

Plan d'expériences

Chapitre II**Plans d'expériences****II.1 Généralités sur les plans d'expériences****II.1.1 Aperçu historique**

Les plans d'expériences sont issus de méthodes mathématiques et statistiques appliquées à l'expérimentation. Les premiers scientifiques à faire face au problème de l'organisation des essais sont les agronomes. Ils avaient en effet beaucoup de paramètres à étudier et n'avaient pas la possibilité de multiplier le nombre d'expériences. De plus, la durée des expériences constituait une contrainte supplémentaire forte. C'est Fisher [1, 2] qui, pour la première fois en 1925, proposa une méthode avec laquelle ont étudié plusieurs facteurs à la fois. Cette méthode fut reprise puis développée par des statisticiens et des mathématiciens pour définir des tables d'expériences permettant de réduire considérablement le nombre d'expériences à effectuer sans diminuer la pertinence de la campagne d'essais. Les grandes entreprises se sont ensuite intéressées à cette méthodologie dans le cadre de l'approche qualité à la suite des travaux du docteur Taguchi [3].

II.1.2 Définition des plans d'expériences

Un plan d'expérience constitue une stratégie de planification d'expériences afin d'obtenir des conclusions solides et adéquates de manière efficace et économique. La méthodologie des plans d'expériences est basée sur le fait qu'une expérience convenablement organisée, conduira fréquemment à une analyse et à une interprétation statistique relativement simple des résultats [4].

Un plan d'expérience peut être défini comme une suite d'essais organisés de manière à déterminer en un minimum d'essais et avec un maximum de précision l'influence des paramètres étudiés sur une réponse [5].

II.1.3 Principe

Contrairement à la méthode classique où on fait varier un seul facteur et la fixation des autres, l'analyse par plans d'expériences permet la variation de tous les facteurs à la fois. Cette méthodologie offre de nombreux avantages entre autres [6] :

- ✓ nombre de facteurs étudiés important;
- ✓ diminution du nombre d'essais;
- ✓ détection des interactions entre les différents facteurs;

- ✓ meilleure précision;
- ✓ modélisation des réponses étudiées;
- ✓ optimisation.

II.2 Terminologie

II.2.1 Facteurs

Un paramètre d'entrée d'un système (variable d'entrée) est appelé facteur X. Ce facteur est une cause possible de variation de la réponse Y. Le choix d'un facteur se fait souvent en plusieurs phases : une phase de recensement faisant appel à la créativité du groupe, une phase de classement et une phase de sélection où les modalités des facteurs devant être étudiés de façon prioritaire seront définies [7].

II.2.2 Réponse

Une réponse Y (variable de sortie) correspond à un paramètre de sortie du système étudié. Une réponse doit être représentative, quantifiable et la moins dispersée possible pour des variables d'entrées maîtrisées et constantes. Pour appliquer la méthodologie des plans d'expériences, il est conseillé d'avoir une réponse exprimée sous forme quantitative. En effet, les méthodes d'analyse des résultats d'essais telles que l'analyse de variance ou l'analyse de régression au sens des moindres carrés, s'appuient sur des données exclusivement quantitatives [7].

II.2.3 Surface de réponse

Chaque point du domaine d'étude correspond à une réponse. L'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond à un ensemble de réponses qui se localise sur une surface appelée surface de réponse (figure II.1). En général, on ne connaît que quelques réponses qui correspondent aux points expérimentaux. On interpole, à l'aide d'un modèle mathématique, les réponses inconnues pour obtenir la surface de réponse. Les points d'expérience retenus par la théorie des plans d'expériences assurent la meilleure précision possible sur la forme et la position de la surface de réponse [8].

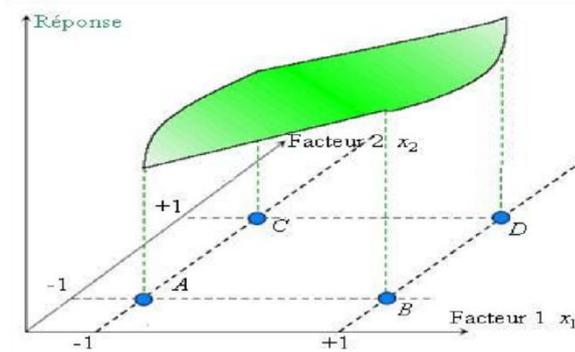


Figure II.1 : Surface de réponse [8]

II.3 Modélisation

II.3.1 Variables codées

Le codage des facteurs est le moyen d'exprimer la variation des facteurs en dehors de toute unité et de pouvoir ainsi comparer leurs effets [9]. Pour chaque variable réelle Z_j est associée d'une variable codée X_j , sachant que $Z_{j \min}$ correspond au niveau (-1) et $Z_{j \max}$ correspond au niveau (+1).

Les formules permettant le passage des variables réelles aux variables codées sont :

$$x_j = \frac{z_j - z_j^0}{\Delta z_j}, \quad j=1,2,\dots, \tag{Eq.II.1}$$

$$z_j^0 = \frac{z_{j \max} + z_{j \min}}{2} \quad \text{et} \quad \Delta z_j = \frac{z_{j \max} - z_{j \min}}{2\alpha}$$

Tel que :

x_1, x_2, \dots, x_k : Variables centrées réduites ou variables codées;

Z_1, Z_2, \dots, Z_K : Facteurs contrôlés (variables réelles) ;

ΔZ_j : Unité ou intervalle de variation suivant l'axe des z_j ;

Z_{\min} : Valeur minimale de la variable réelle.

La modélisation est l'objet même des plans d'expériences. Elle permet une fois que les facteurs influents sont identifiés, de trouver l'équation ou la fonction qui décrit au mieux les variations du phénomène étudié en fonction de ces facteurs [10].

L'équation de modélisation s'écrit sous la forme :

$$y = f (Z_1, Z_2 \dots, Z_K) + \varepsilon$$

Avec

- y : Réponse expérimentale;
- $f(Z_1, Z_2, \dots, Z_K)$: Facteurs contrôlés;
- ε : Terme d'erreur aléatoire;

f est une fonction inconnue (modèle théorique) des facteurs influents contrôlés (Z_1, Z_2, \dots, Z_K).

Cette fonction, inaccessible par l'expérience, ne peut être qu'estimée par lissage à l'aide de polynômes. L'idée de base présidant à ce choix étant qu'au voisinage d'un point, toute fonction peut être développée en série de Taylor et donc remplacée par un polynôme. L'équation de régression obtenue sur la base de l'expérience, s'écrit sous la forme suivante [11].

$$\hat{y} = b_0 + \sum_{j=1}^k b_j x_j + \sum_{\substack{u,j=1 \\ u \neq j}}^k b_{uj} x_u x_j + \sum_{j=1}^k b_{jj} x_j^2 \quad \text{Eq.II.2}$$

\hat{y} : la réponse prédite par le modèle de y (réponse expérimentale). Chaque valeur expérimentale est sujette aux erreurs aléatoires de distribution normale telle que [12].

$$y_i = \hat{y} + \varepsilon_i \quad \text{Eq.II.3}$$

x_1, x_2, \dots, x_j : Variables centrées réduites ou variables codées;

b_0 : Terme constant de l'équation de régression ;

b_j : Effets linéaires ;

b_{uj} : Effets d'interaction ;

b_{jj} : Effets quadratiques.

II.3.2 Plans factoriels complets à deux niveaux

Les plans factoriels à deux niveaux sont les simples et les plus utilisés ils permettant de bien comprendre le principe de la méthode, et ont de nombreuses applications. Pour les plans factoriels complets (PFC) à deux niveaux, chaque facteur prend deux valeurs, une valeur inférieure notée ($Z_{\min} = -1$) et une valeur supérieure notée ($Z_{\max} = +1$) [13]. Ces plans ont l'avantage de conduire à des interprétations simples en termes d'effets principaux et d'interactions, et une modélisation mathématique immédiate [14]. Le nombre d'expériences à

réaliser est 2^k tel que k est le nombre de facteurs. Ci-dessous un exemple d'une matrice de planification des expériences d'un plan 2^3 (Tableau II.1).

Tableau II.1 : Matrice de planification des expériences d'un plan 2^3 [15].

Valeurs réelles				Valeurs codées				Réponses
N de l'essai	Z ₁	Z ₂	Z ₃	x ₀	x ₁	x ₂	x ₃	Y
1	Z _{1min}	Z _{2min}	Z _{3min}	1	-1	-1	-1	y ₁
2	Z _{1min}	Z _{2min}	Z _{3max}	1	-1	-1	1	y ₂
3	Z _{1min}	Z _{2max}	Z _{3min}	1	-1	1	-1	y ₃
4	Z _{1min}	Z _{2max}	Z _{3max}	1	-1	1	1	y ₄
5	Z _{1max}	Z _{2min}	Z _{3min}	1	1	-1	-1	y ₅
6	Z _{1max}	Z _{2min}	Z _{3max}	1	1	-1	1	y ₆
7	Z _{1max}	Z _{2max}	Z _{3min}	1	1	1	-1	y ₇
8	Z _{1max}	Z _{2max}	Z _{3max}	1	1	1	1	y ₈

II.3.2.1 Calcul des coefficients du modèle

Pour le calcul des coefficients du modèle (matrice de dispersion) on utilise une méthode de régression basée sur la méthode des moindres carrés. Les ordres de grandeur de ces coefficients que l'on note B sont donnés par la relation suivante :

$$B = [X^T \cdot X]^{-1} X^T Y \tag{Eq.II.4}$$

[X] : Matrice des effets;

[X^T] : Matrice transposée de X;

[X^T · X]⁻¹: Matrice inverse de la matrice[X · X].

II.3.2.2 Analyse statique

II.3.2.2.1 Vérification de la signification des coefficients (test de Student)

Un coefficient est dit significatif s'il est pour un risque donné significativement différent de zéro, on utilise le test de student [16].

❖ Cas où chaque essai est répété m fois :

$$\bar{y}_i = \frac{\sum_{u=1}^m y_{iu}}{m} \quad 1, 2, \dots, N \quad \text{Eq.II.5}$$

Avec :

m : Nombre de répétitions pour chaque essai;

N : Nombre d'expériences.

La variance de sondage :

$$S_i^2 = \frac{\sum_{u=1}^m (y_{iu} - \bar{y}_i)^2}{m-1} \quad 1, 2, \dots, N \quad \text{Eq.II.6}$$

La variance de reproductibilité :

$$S^2_{repr} = \frac{\sum_{i=1}^N S_i^2}{N} \quad \text{Eq.II.7}$$

❖ Cas où l'essai au centre est répété n_0 fois :

La variance de reproductibilité (la variance des mesures) est estimée par celle calculée au centre du domaine expérimental :

$$S^2_{rep} = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1} \quad \text{Eq.II.8}$$

Tel que \bar{y}_0 est la moyenne des mesure au centre :

$$\bar{y}_0 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} y_i}{n_0} \quad \text{Eq.II.9}$$

Dans les deux cas, la variance de reproductibilité est indispensable pour estimer la signification des coefficients de l'équation de régression par le test de Student. Un coefficient est dit significatif, s'il est, pour un risque donné, significativement différent de zéro on testera donc l'hypothèse :

$$H_0 = \ll b_j = 0 \gg$$

Contre l'hypothèse : $H_1 = \ll b_j \neq 0 \gg$

Pour ce faire, on calcule le rapport :

$$t_j = \frac{|b_j|}{s_{b_j}}$$

Eq.II.10

Ou :

- t_j : Suit la loi de student;
- b_j : Coefficient de l'équation de régression;

- S_{bj} est l'écart quadratique moyen qui est défini dans le cas d'un modèle du première degré par :

$$S_{bj} = \frac{S_{rep}}{\sqrt{N}} \quad \text{Eq.II.11}$$

La valeur de $t_\alpha(f)$ pour le niveau de signification choisi α est le nombre de degrés de liberté f est déterminer à partir de la table de Student, la règle du test est la suivante :

- Si $t_j > t_\alpha(f)$ on rejette H_0 au risque accepté;
- Si $t_j < t_\alpha(f)$; on accepte H_0 au risque accepté.

II.3.2.2 Validation du modèle (test de Fisher)

- **Recherche de biais**

Avant d'accepter le modèle postulé, il faut vérifier l'absence de biais. Le modèle doit décrire correctement les variations de la réponse en fonction des facteurs [11 ; 16]. L'absence de biais peut être vérifiée par le test de Fisher Secondar donné par [18] :

$$F = \frac{S^2_{rés}}{S^2_{rep}}$$

Avec : $S^2_{rés}$ est la variance résiduelle

$$S_{rés}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y})^2}{N-1} \quad \text{Eq.II.12}$$

- (N-1) : Degré de liberté
- 1 : Nombre de coefficients significatifs
- y_i : Réponse expérimentale.
- \hat{y} : Réponse calculée à partir du modèle.

Si l'inégalité suivante est vérifiée, Le modèle est considéré sans biais :

$$F = \frac{S_{rés}^2}{S_{rep}^2} < F_{0.95}(N-l, n_0-1) \quad \text{Eq.II.13}$$

- **Validation de l'équation de régression**

Le test de la validité de l'équation de régression est basé sur la statistique de Fisher [16].

$$F = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2 / (l-1)}{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 / (N-l)} \quad \text{Eq.II.14}$$

\bar{y} : est la moyenne de toutes les mesures

$$\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^N y_i}{N} \quad \text{Eq.II.15}$$

$\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2$: Somme des carrés dus à la régression,

$\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2$: Somme des carrés des résidus.

Si F est supérieur à la valeur tabulée du test de Fisher F_α (f_1, f_2) pour le niveau de signification α et les nombres de degrés de liberté $f_1 = l - 1$ et $f_2 = N - l$, dans ce cas, les variables retenues pour la modélisation ont, dans leur ensemble, un effet significatif sur y et l'équation est adéquate.

II.3.2.2.3 Coefficient de détermination

Le coefficient de détermination est appelé aussi coefficient de corrélation ou coefficient d'explication représente le rapport entre la variation due à la régression et à la variation totale il est défini par [11,19] :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2} \quad \text{Eq.II.16}$$

R^2 est utilisé comme mesure d'ajustement du modèle. Il donne une indication sur la qualité de l'ajustement, sa valeur varie entre 0 et 1. Des valeurs de R^2 proche de 1 correspondent à un meilleur ajustement.

Plus on ajoute de facteurs, plus le R^2 augmente, même si les nouveaux facteurs sont très reliés à la réponse, tout dépend du nombre de résultats et du modèle choisi. Pour éviter ce phénomène, on calcule le coefficient $R^2_{\text{ajusté}}$ [20].

$$R^2_{\text{ajusté}} = \overline{R^2} = R^2 - (1 - R^2) \frac{(l-1)}{(N-l)} \quad \text{Eq.II.17}$$

$\overline{R^2}$: Valeur corrigée du coefficient de régression multiple.

II.3.2.2.4 Analyse des résidus

Lorsqu'on utilise le modèle pour estimer la réponse, on mesure généralement un écart appelé résidu. Cet écart apparaît lorsque le nombre d'expériences est supérieur au nombre de degrés de liberté du modèle [21], Un résidu est la différence entre la réponse mesurée et la réponse calculée, l'analyse des résidus constitue une étape primordiale de la régression linéaire. Cette étape est essentiellement fondée sur des méthodes graphiques, elle consiste à porter les résidus en fonction des réponses prédites ou en fonction d'autres grandeurs, ces

graphes permettront de vérifier l'ajustement global et de détecter des différences significatives entre les valeurs observées et les valeurs prédites [22].

$$e_i = (y_i - \hat{y}_i)$$

II.3.3 Plans composites centrés

Les plans composites centrés (PCC) ont été proposés par Box et Wilson (1951) en vue d'estimer avec un maximum de précision des surfaces de réponse quadratiques, et par leur intermédiaire des conditions optimales d'une étude [23]. Le plan composite centré consiste à réaliser les essais d'un plan factoriel complété par des expériences au centre du domaine d'étude et des essais en étoile [12, 24]. Le nombre de niveaux d'un plan composite est de cinq par facteur : le point central (0), les deux niveaux du plan factoriel (-1, +1) et les deux niveaux des points en étoile (- α , + α).

Le nombre total d'essais (N) à réaliser est la somme de :

- n_0 : essais d'un plan factoriel complet;
- $2k$ essais en étoile sur les axes à une distance α du centre du domaine;
- n_f : essais au centre du domaine.

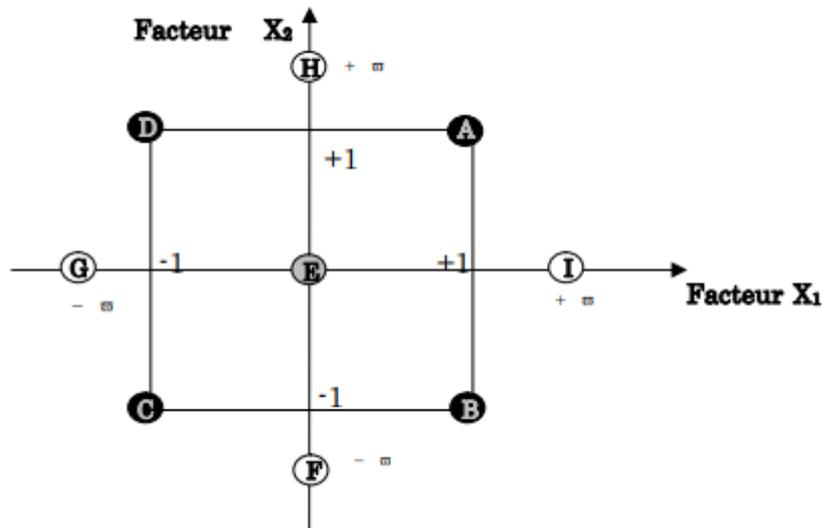


Figure II.2 : Plan composite centré pour deux facteurs ($k=2$) [24].

II.3.3.1 Propriétés des plans composites

- **Modèle mathématique postulé**

Les plans du second degré ou plans pour surfaces de réponse permettent d'établir des modèles mathématiques du second degré [8]. Ils sont utilisés pour les variables continues.

Pour deux facteurs, on a :

$$\hat{y} = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_{12}x_1x_2 + b_{11}x_1^2 + b_{22}x_2^2 \tag{Eq.II.18}$$

- **Matrice de calcul**

Pour un plan composite à deux facteurs, 12 expériences sont donc nécessaires pour déterminer les valeurs des 6 coefficients de l'équation du modèle. Ainsi, la matrice des essais [X] est la suivante [25] :

$$X = \begin{bmatrix} 1 & - & - & + & + & + \\ 1 & + & - & - & + & + \\ 1 & - & + & - & + & + \\ 1 & + & + & + & + & + \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & -\alpha & 0 & 0 & +\alpha^2 & 0 \\ 1 & +\alpha & 0 & 0 & +\alpha^2 & 0 \\ 1 & 0 & -\alpha & 0 & 0 & +\alpha^2 \\ 1 & 0 & +\alpha & 0 & 0 & +\alpha^2 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \\ 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Comme la matrice [X] n'est pas orthogonale, la matrice $[X^T \cdot X]^{-1}$ n'est plus diagonale. Les variances des coefficients du modèle sont obtenues en multipliant les éléments C_{jj} de la diagonal de cette matrice de dispersion par la variance de reproductibilité [26].

$$S_{rep}^2 = C_{jj} \cdot S_{rep}^2 \tag{Eq.II.19}$$

Pour calculer le vecteur de solution on utilise l'équation suivante :

$$B = [X^T \cdot X]^{-1} X^T Y$$

Les valeurs du paramètre ω et du nombre n_0 de points au centre sont fonction du nombre de facteurs «k», du plan factoriel de base et du critère d'optimalité rempli par le plan.

✓ **Critères d'optimalité**

Pour un type de modèle donné, on cherchera le placement « optimal » des points des expériences pour lequel l'erreur sur les réponses prédites est la plus faible possible [12].

✓ **Critère d'isovariance par rotation**

Si l'on veut que le plan composite satisfasse ce critère, il faut placer les points en étoile à une distance ω égale à la racine quatrième du nombre de points du plan factoriel. Dans la littérature anglo-saxonne, on parle de critère de rétractabilité « ω » est calculé en utilisant la relation suivante [27].

$$\omega = n f^{1/4} \tag{Eq.II.20}$$

✓ **Critère de presque orthogonalité**

Rappelons que le critère d'orthogonalité est respecté si la matrice $[X^T \cdot X]^{-1}$ est diagonale. Dans le cas des plans composites centrés, la sous matrice obtenue en éliminant la première ligne et la première colonne correspondante aux termes constants et aux termes carrés de la matrice $[X^T \cdot X]^{-1}$ est diagonale si ω choisi satisfait la condition suivante :

$$\omega = \left[\frac{n(\sqrt{N} - \sqrt{n_f})^2}{4} \right]^{1/4} \tag{Eq.II.21}$$

La matrice de dispersion correspondante $[X^T \cdot X]^{-1}$ est presque orthogonale et donc le critère de presque orthogonalité est assuré.

✓ **Critère de précision uniforme**

Elle est obtenue quand la variance de la réponse prédite est constante à l'intérieur du domaine. Son intérêt est d'assurer une même précision de réponse prédite sur tout le domaine. Le tableau II.2 regroupe les valeurs de ω et de n_0 en fonction des différents critères d'optimalité [12].

Tableau II.2 : Valeurs de ω et de n selon les propriétés recherchées pour le plan composite [12].

K	2	3	4	5	(2^{5-1})	6	(2^{6-1})
$N_f 2^k$ (ou 2^{k-p})	4	8	16	32	16	64	32
N_0	4	6	8	10	10	12	12
Isovariance par rotation n_0 précision uniforme orthogonalité	≥ 1	≥ 1	≥ 1				
	5	6	7	10	6	15	9
	8	12	12	17	10	24	15
ω	1.41	1.68	2	2.38	2.0	2.83	2.83

- N_f : Nombre d'essais du plan factoriel ;
- N_0 : Nombre d'essais en étoiles ;
- n_0 : Nombre d'essais au centre du domaine ;
- k : Nombre de facteurs.

Références bibliographiques

- [1]: R.M. Christie « Environmental Aspects of Textile Dyeing ». Woodhead, bocaraton, Cambridge (2007).
- [2]: P.F. Gordon, P. Gregor « Organic chemistry in colour». Springer-verlag, (1983).
- [3]: V.K. Gupta « Application of low-cost adsorbents for dye removal ea review ». Journal of environmental manageme manage (2009).
- [4]: N. Bouchrite, «Traitement des colorants textiles par procédés de couplage : fenton-enzyme». Thèse de doctorat. Université de Tizi-ouzou, algérie (2016).
- [5] : J. Majault, « Textiles chimiques, fibres modernes». Eyrolles (1961).
- [6] : J. C. Chauveau, J. P. Chassaing « Introduction à la méthode des plans d'expériences par la méthode de Taguchi. ». Compléments au cours d'asservissement, C.N.E.D Génie electrotechnique.
- [7] :F. Bouhbel, L. Seghir «Calage du modèle de mohr coulomb à partir de l'essai a la boite de cisaillement, en utilisant la méthode d'optimisation detaguchi ». Université de Guelma, Algérie (2020).
- [8] : J. Goupy, L. Creighton « Introduction aux plans d'expériences». Dunod (2006).
- [9] : J.P. Gauchi, « Introduction à la méthode des plans d'expériences». Unité de mathématiques et d'informatique appliquées du génome à l'environnement (2016).
- [10] : J. Faucher « Les plans d'expériences pour le réglage de commande à base de logique floue » Thèse de doctorat. Université de Toulouse, France (2006).
- [11]: V. Kafarov « Modélisation cybernétique et technologie chimique ». MIIr moscou (1974).
- [12]: K. Madi, N. Benmehdi, « Modélisation et optimisation par les plans d'expériences du procédé de dégradation photocatalytique d'un colorant azoïque (jaune viocryle) ». Mémoire d'ingénieur d'état. Université de Bejaia, Algérie (2010).
- [13]: J.L. Goupy, « Etude comparative de divers plans d'expériences ».Revue de statistique appliquée (1990).
- [14]: P. Dagnelie « Principes d'expérimentation : Planification des expériences et analyse de leurs résultats » (1988).
- [15]: I. Yahiaoui, F. Aissani-Benissad, « Experimental design for copper cementation process in fixed bed reactor using two-level factorial design. » Arabian journal of chemistry. 3 187-190 (2010).

- [16]: I. Yahiaoui, F. A. Benissad, F. Fourcade, A. Amraneb « Response surface methodology for the optimization of the electrochemical degradation of phenol on pb/pbO₂electrode ». American Institute of Chemical Engineers 001-9(2011)
- [17]: P. Ozil. « Plans d'expériences: Méthodes de Taguchi ». Fascicule I. Grenoble, France (1997).
- [18]: W. Djoudi, F. Benissad, S.B. Bacha« Optimization of copper cementation process by iron using central composite design experiments ». Chemical Engineering Journal, 1331–6 (2007).
- [19]: P. Robert, J.P. Scharff. «Chimie industrielle ».Masson (1997).
- [20] : D. Lepadatu «Optimisation des procédés de mise en forme par approche couplée plans d'expériences, éléments finis et surface de réponse » Thèse de doctorat. Université d'Angers (2006).
- [21] : D. Amoura « Modélisation d'un réacteur à lit fixe par la méthode des plans d'expériences. Application à la cémentation du cuivre par la poudre de zinc ». Mémoire de magister. Université de Bejaia, Algérie (2011).
- [22] : P.A. Cornillon, E.M. Lober « Régression théorie et application ». Springer (2007).
- [23] : K. Kimouche «Etude de quelques plans d'expériences associées aux surfaces de réponse ». Mémoire de magister. Université de Constantine, Algérie(2008).
- [24]: J. Goupy «Whatkind of experimental design for finding and check in grobustness of analytical methods? ». Analytica chimica Acta (2005).
- [25] : G. Sado, M.C. Sado « Les plans d'expériences de l'expérimentation à l'assurance qualité ». Afnor Technique (1991).
- [26] : A.R. Amani-Ghadim, S. Abera, A. olad et H. Ashassi-Sorkhabi, «Optimization of electrocoagulation process for removal of an azo dye using response surface methodology and investigation on the occurrence of destructive side reactions». Chemical Engineering and processing 64 68-78 (2013).
- [27] : I. Abdkarim, L. Ait saada, « Etude cinétique et modélisation par les plans d'expériences du procédé d'oxydation électrochimique directe de la tylosine sur une électrode en feutre de carbone ». Mémoire de master. Université de Bejaia, Algérie (2013).

Chapitre III

Matériels et méthodes expérimentales

Chapitre III**Matériels et méthodes expérimentales**

Dans ce chapitre, nous exposons les produits chimiques, le matériel, la méthode de préparation des solutions électrolytiques et les techniques de mesure et d'analyse utilisées pour la réalisation de ce mémoire.

III.1 Matériels et réactifs utilisés**III.1.1 Matériels utilisés**

- **Plaque chauffante menée d'un agitateur** : L'agitation de la solution en colorant a été assurée par une plaque chauffante à agitation magnétique sans chauffage, la vitesse d'agitation a été fixée à 120 tr/min
- **pH-mètre**: le pH des solutions aqueuses est ajusté par ajout d'acide sulfurique ou de soude, il est contrôlé à l'aide d'un pH-mètre de marque **HANNA pH210**, auquel est raccordée une électrode combinée en verre.
- **Balance** : Les pesées ont été réalisées sur une balance analytique de marque **RADWAG** de Capacité 600g.
- **Un générateur de courant** : c'est une source d'énergie et il permet à un courant de circuler dans un circuit bien conçu, il est du type **GWINSTEK GPS-3030D**.
- **Centrifugeuse** : la séparation des mélanges (solution, boue) a été réalisé à l'aide d'une centrifugeuse de marque **NTRA SPIN**, la vitesse de centrifugation a été fixée à 5000 tr/min.
- **Multimètre**: sert à détecter une panne ou un éventuel dysfonctionnement dans un circuit électrique.

III.1.2 Produits et réactifs

- Acide chlorhydrique (HCl), pureté 36%;
- Sodium chlorure cristallisé, Pureté 99 %;
- Soude (NaOH), pureté 97 %;
- Acide sulfurique (H₂SO₄), pureté 97%.
- **Colorant** : le colorant textile utilisé dans cette étude est le rouge Asucryle (Rouge basique 46) dont les caractéristiques ainsi que sa structure chimique sont données dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : caractéristique et structure chimique de la molécule étudié [1]

Nom commercial	Rouge Asucryle GRL (Rouge Basique 46) RB46
Formule brute	$C_{18}H_{21}N_6Br$
Masse molaire (g/mole)	400.9
Absorbance maximale (λ_{max} (nm))	531
Pureté (%)	>95%
Structure chimique	

III.2 Méthode d'analyse

III.2.1 Spectrophotométrie UV. Visible

La spectroscopie d'absorption dans l'UV- visible est une méthode très commune dans les laboratoires. C'est une méthode d'analyse quantitative et qualitative qui consiste à mesurer l'absorbance ou la densité optique d'une substance chimique donnée en solution plus cette substance est concentrée plus elle absorbe la lumière (relation entre la concentration et l'absorbance).

L'appareil réalise une mesure de l'intensité de la lumière après son passage à travers d'une cuve de 1 cm contenant la solution à étudier. L'intensité de la lumière monochromatique émise (I_0) est connue à partir de la mesure de l'intensité de lumière transmise (I), l'appareil donne l'absorbance (A) selon la formule suivante [2]:

$$A = \log \frac{I_0}{I} \quad \text{Eq.III.1}$$

Avec :

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot C \quad \text{Eq.III.2}$$

Où :

- I_0 et I : Intensités du rayonnement avant et après avoir traversé le milieu absorbant, respectivement;
- ε : Coefficient d'extinction du chromophore ($\varepsilon=f(\lambda)$);
- C : Concentration molaire de la solution;
- l : Longueur de l'échantillon en cm;
- λ : Longueur d'onde.

La longueur d'onde d'absorption optimale λ_{\max} de RB46 est déterminée en réalisant un balayage entre 400 nm et 800 nm. Elle est obtenue à 531 nm.

Pour tracer la courbe d'étalonnage, nous avons mesuré l'absorbance de plusieurs solutions de différentes concentrations à longueur d'onde maximale de la molécule de colorant utilisé $\lambda_{\max}= 531$ nm à l'aide d'un spectrophotomètre NANOCOLOR UV-visible en utilisant des cuves en quartz de 1 cm de trajet optique.

La figure III.1 ci-dessous donne l'absorbance (Abs) en fonction de la concentration (C) de la solution en rouge basique 46.

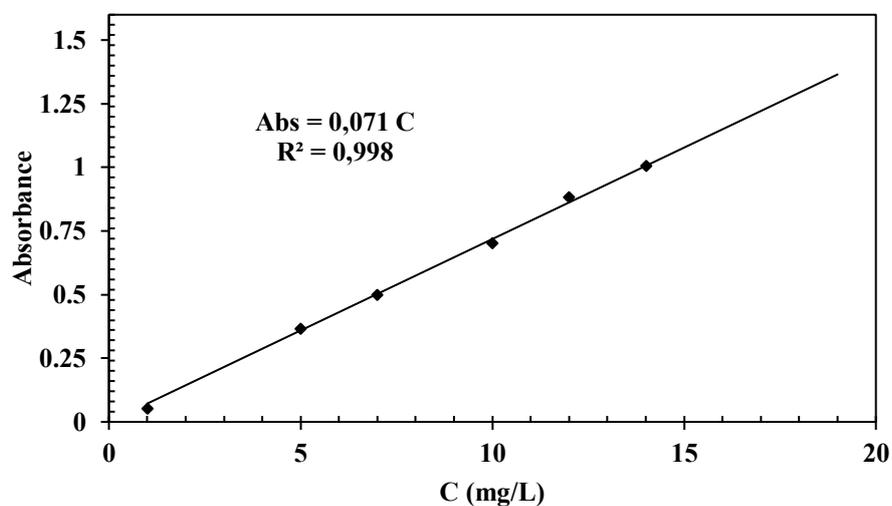


Figure III.1 : Courbe d'étalonnage du colorant Rouge Basique 46 à $\lambda_{\max}= 531$ nm

III.2.2. Analyse par Diffraction des Rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une méthode universelle utilisée pour identifier les espèces minérales présentes dans un échantillon. Elle permet également de déterminer la structure cristallographique d'un composé cristallisé [3].

La caractérisation des électrodes utilisées ont été analysées par la DRX. Le diffractomètre de type Expert prof Panalytical, système $\Theta // \Theta$ Vertical, Pds/PASS, Spener-detector ex celerato a été utilisé. Les résultats de l'analyse DRX sont présentés dans la figure III.2.

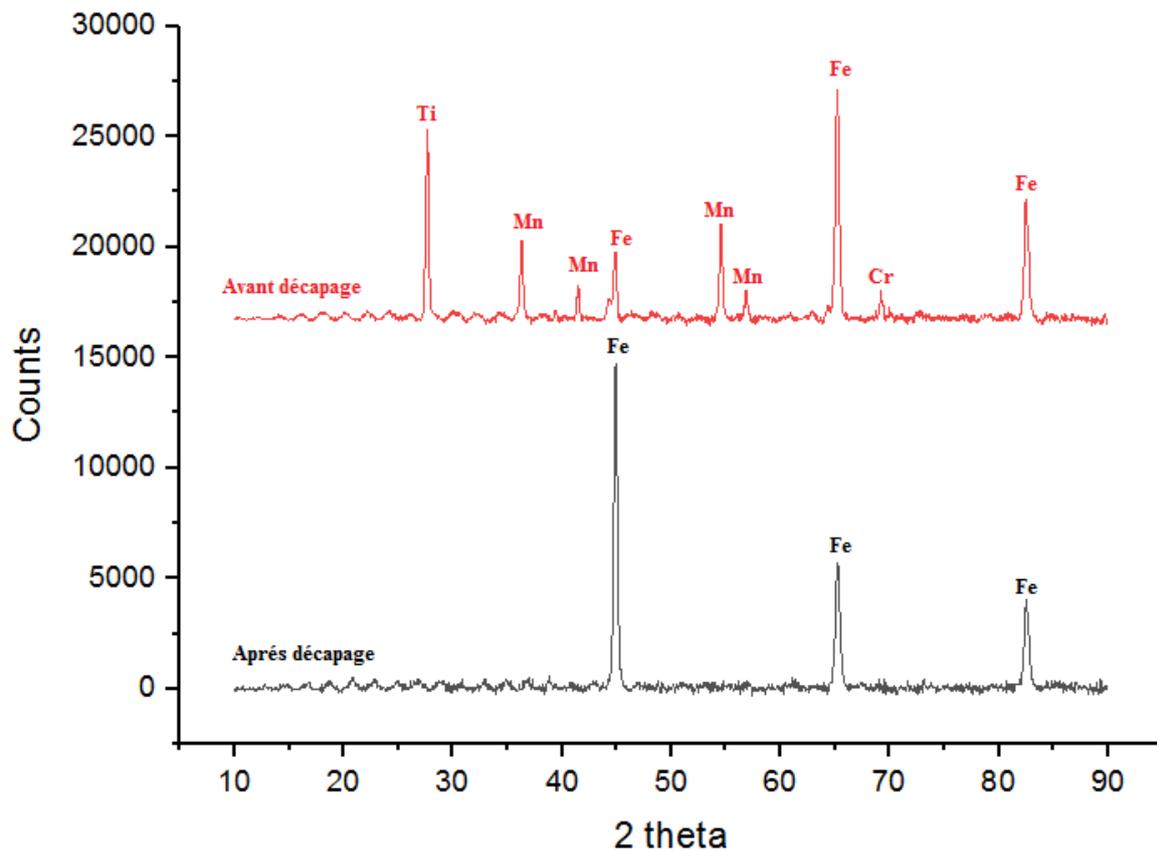


Figure III.2 : Diffractogramme DRX des électrodes utilisées avant et après décapage.

III.2.3 Fluorescence X (FX)

La spectrométrie de fluorescence X (SFX ou FX, ou en anglais XRF pour X-ray fluorescence) est une technique d'analyse chimique non destructive qualitative et quantitative utilisant une propriété physique de la matière, la fluorescence de rayons X [4]. Elle permet d'identifier et de doser tous les éléments à partir du carbone, dans des échantillons très divers : minéraux, métaux, huiles, alliages, poudres, céramiques, polymères, ciments, verres ... [5].

L'échantillon à analyser est placé sous un faisceau de rayons X. Sous l'effet de ces rayons X, les atomes constituant l'échantillon passent de leur état fondamental à un état excité. L'état excité est instable, les atomes tendent alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, sous forme de photons X notamment. Chaque atome, ayant une

configuration électronique propre, va émettre des photons d'énergie et de longueur d'onde propres. C'est le phénomène de fluorescence X qui est une émission secondaire de rayons X, caractéristiques des atomes qui constituent l'échantillon. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet à la fois de connaître la nature des éléments chimiques présents dans un échantillon ainsi que leur concentration massique [5]. .

Les analyses FX ont été réalisés afin d'identifier la composition des électrodes utilisées avant et après décapage, les résultats obtenus sont présentés dans le tableau III.2 et figure III.3.

Tableau III.2 : Résultats de l'analyse FX

Eléments	Fe	Ti	Mn	Cr
Pourcentage (%) (Avant décapage)	92.63	6.79	0.412	0.167
Pourcentage (%) (Après décapage)	99.65	0.00	0.315	0.039

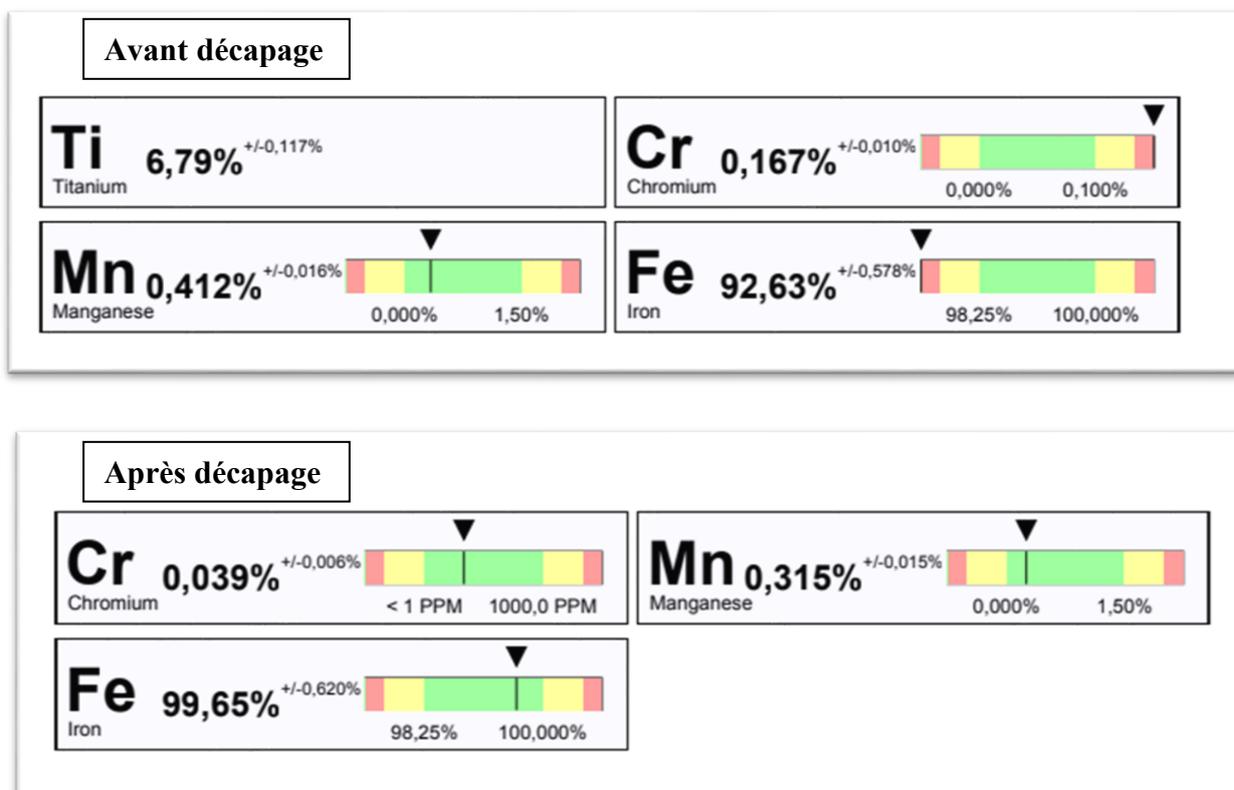


Figure III.3 : Spectrométrie de fluorescence X

III.3 Mise en œuvre expérimentale

L'élimination du colorant rouge basique 46 par le procédé d'électrocoagulation a été réalisée dans une cellule de capacité maximale de 1 L (figures III.4) qui comporte deux électrodes, une cathode et une anode (3 et 4) séparées d'une distance inter électrodes de 1 cm. Ces électrodes sont reliées à un générateur de type GWINSTEK GP. 3030D (1) à l'aide de fils électriques.

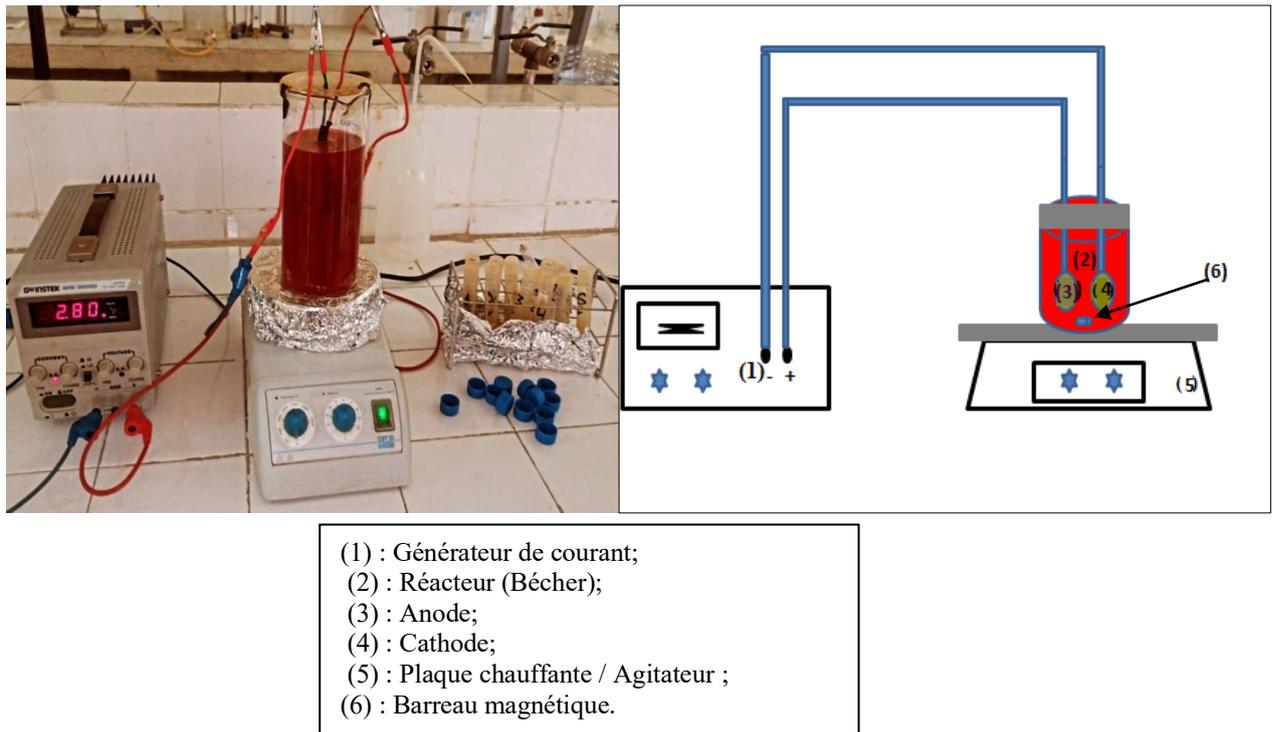


Figure III.4 : Dispositif expérimental

III.3.1 Electrodes utilisées

La nature des électrodes, est en particulier celle des anodes, joue un rôle primordial sur l'efficacité et le rendement du procédé.

Le matériau d'électrode détermine le cation introduit en solution. Plusieurs chercheurs ont étudié le choix du matériau d'électrode avec une variété de théories quant à la préférence d'un matériau particulier. Les plus communes électrodes étaient des plaques en aluminium ou en fer citées par vik et al [6].

Les électrodes utilisées dans cette étude sont des rejets métalliques (couverture des boîtes de conserve « thon ») sous forme circulaire de même surface qui est de 22.9 cm²

(Figure III.5) récupérés dans l'environnement. Le choix de ces électrodes est basé sur le faible coût et la disponibilité de ce déchet et afin de réduire son l'impact sur l'environnement.

Ces électrodes ont été préalablement décapées mécaniquement et chimiquement afin d'éliminer la couche protectrice. Les électrodes sont extraites du réacteur, après chaque manipulation d'électrocoagulation dans le but de les examiner, et de les nettoyer, étant donné que les résidus de décomposition des polluants peuvent se déposer sur leur surface.



Figure III.5: Electrodes utilisées

III.3.2 Mode opératoire

III.3.2.1 Préparation des solutions

- Une solution mère en colorant rouge basique 46 synthétique d'une concentration de 1 g/L a été utilisée pour préparer par dilution des solutions filles de différentes concentrations.
- La solution conductrice de NaCl est préparée en ajoutant 2 g de sel (NaCl) à environ 1000 ml d'eau robinet ;
- Les différentes valeurs de pH sont obtenues par ajustement de la solution à l'aide d'une solution de soude (NaOH) ou d'acide sulfurique (H₂SO₄).
- Une solution d'acide chlorhydrique (HCl) d'une concentration de 0,2 M a été utilisée pour décapier les électrodes avant usage.

Références bibliographiques

- [1] : K. Madi « Utilisation de l'électrocoagulation pour l'élimination de colorants et d'autres contaminants en milieu aqueux ». Thèse de doctorat. Bejaia, Algérie (2016)
- [2] : E. Lacasa et P. Canizares « Electrochemical phosphates removal using iron and aluminium electrodes ». Chemical Engineering Journal. 172 137–143 (2011).
- [3] : L. Taksrit, L. Zemouri, « Adsorption d'un colorant textile rouge asucryl par la bentonite : modélisation par les plans d'expérience ». Mémoire de master. Université de Bejaia, Algérie (2013).
- [4] : H. Czichos, T. Saito, L. Smith « Springer handbook of materials measurement methods » Springer (2006).
- [5] : J. Mendham, R.C. Denney, J.D. Barnes, M.J.K. Thomas « Analyse chimique quantitative de Vogel » 6^{ème} édition, université de boeck(2005).
- [6] : O. Legrini, E. Oliveros, A.M. Braum « Photochemical process for water treatment ». Chemical reviews, 93671-698 (1993).

Chapitre IV

Cinétique d'électrocoagulation



Chapitre V

Modélisation et Optimisation

Chapitre V

Modélisation et Optimisation

Après l'étude cinétique qui nous a permis de choisir les paramètres ayant une influence sur l'élimination du colorant rouge basique 46 par le procédé d'électrocoagulation, ces paramètres sont au nombre de trois (pH de la solution à traiter, la densité de courant et la concentration initiale en colorant). Nous avons procédé à l'optimisation de ces paramètres par la méthodologie des plans d'expériences en utilisant un plan factoriel à deux niveaux et un plan factoriel contré.

V.1 Plan factoriel complet à 2 niveaux

V.1.1 Modélisation

V.1.1.1 Plan d'expérimentation

Les variables centrées réduites x_1 , x_2 et x_3 correspondent respectivement aux variables réelles pH, densité de courant (i) et concentration initiale en colorant $[RB46]_0$. Les niveaux de variation de ces paramètres sont présentés dans le tableau (1). Les paramètres : volume de la solution (750 ml), distance entre les électrodes (1cm), vitesse d'agitation (120 tr/min) et la durée de l'expérience (8 min) sont maintenus constants.

Tableau V.1 : Valeurs des paramètres opératoires à différents niveaux.

Avec :

- 0 : Centre du domaine ;
- -1 et +1 : Niveaux bas et haut du plan factoriel.

V.1.1.2 Elaboration du modèle de premier degré

Le modèle mathématique postulé s'écrit dans ce cas-là sous la forme suivante :

$$\hat{y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3 + b_{123} x_1 x_2 x_3$$

Avec :

- \hat{y} : Réponse calculé a partir du modèle;
- x_1, x_2, x_3 : Variables centrées réduites;
- b_0 : Valeur moyenne de la réponse;
- b_0, b_2, b_3 : Effets linéaires;
- b_{12}, b_{13}, b_{23} : Effets d'interaction double;

- b_{123} : Effets d'interaction triple.

La matrice des expériences du plan factoriel à deux niveaux est présentée dans le tableau

Tableau V.2 : Matrice des essais du plan factoriel complet ($2^{k=3}$)

N° d'essai	Variables codées			
	X_0	X_1	X_2	X_3
1	+1	-1	-1	-1
2	+1	-1	-1	+1
3	+1	-1	+1	-1
4	+1	-1	+1	+1
5	+1	+1	-1	-1
6	+1	+1	-1	+1
7	+1	+1	+1	-1
8	+1	+1	+1	+1

Les résidus : $e_i (\%) = y(\%) - \hat{y} (\%)$

Nous avons choisi de prendre $n_0= 2$, car pour obtenir un plan ayant des propriétés d'iso-variance par rotation, le nombre n_0 d'expériences à réaliser au centre du domaine doit être supérieur ou égale à 1. Les valeurs des réponses des essais au centre sont rassemblées dans le tableau V.3

Tableau V.3 : Valeurs des réponses des essais au centre.

N° d'essai	Variable codées			
	X_0	X_1	X_2	X_3
1	1	0	0	0
2	1	0	0	0

Le rendement moyen des essais au centre : $y_{moy} = \%$

V.1.1.3 Calcul des coefficients du modèle de premier ordre

Les coefficients du modèle sont donnés par le produit matriciel suivant :

$$B = [X^T \cdot X]^{-1} X^T$$

Ces coefficients sont regroupés dans le **tableau V.4**

Tableau V.4 : Valeurs des coefficients de l'équation de régression.

Terme constant	Effets linéaires			Effets d'interaction			
b_0	b_1	b_2	b_3	b_{12}	b_{13}	b_{23}	b_{123}

V.1.1.4 Analyse statistique de l'équation de régression

V.1.1.4.1 Vérification de la signification des coefficients

La signification des coefficients est vérifiée par le teste de Student. On calcule les valeurs de t_j , à partir de cette relation :

$$t_j = \frac{|b_j|}{s_{bj}}$$

Avec:

$$s_{bj} = \frac{s_{rep}}{\sqrt{N}}$$

La variance de reproductibilité est estimée par celle calculée au centre du domaine expérimental :

$$s_{rep}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1} \quad i = 1, 2, n_0$$

On obtient :

- Une variance de reproductibilité: $s_{rep}^2 =$
- Un écart quadratique: $s_{bj} =$

Les valeurs de t_j sont rassemblées dans le tableau V.5

Tableau V.5 : valeurs des t_j :

Terme constant	Effets linéaires	Effets d'interaction

t_0	t_1	t_2	t_3	t_{12}	t_{13}	t_{23}	t_{123}
641.232	17.768	72.464	51.857	17.321	1.607	51.625	1.768

Pour le niveau de signification $\alpha = 0.05$ et le nombre de degré de liberté $f_1 = n_0 - 1 = 1$, la valeur tabulée du test de Student $t_{0.05}(1) =$. Comme les valeurs de t_{13} et t_{123} sont inférieures à $t_{0.05}(1) =$, les coefficients b_{13} et b_{123} sont donc non significatifs et par conséquent éliminés de l'équation de régression.

V.1.1.4.2 Test de validation de l'équation de régression

- Recherche de biais

La recherche de biais peut se faire à l'aide du test de Fisher Snedecor en comparant la variance résiduelle à la variance de reproductibilité.

$$F = \frac{S_{rés}^2}{S_{rep}^2}$$

Où la variance de reproductibilité est donnée par :

$$S_{rep}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1} =$$

Et la variance résiduelle pour $(N - l)$ degrés de liberté est donnée par :

$$S_{res}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \hat{y}_i)^2}{N - l} =$$

Tel que :

\hat{y} : Valeur du rendement de dégradation du colorant calculée à partir du modèle pour $N = 8$, $l = 6$ avec l est le nombre de coefficients significatifs.

La valeur de F calculée est :

$$F = \frac{0.448}{0.157} =$$

La valeur tabulée du test de Fisher $F_{0.95}(N - l, n_0 - 1) =$ est égale à 200. Cette valeur étant supérieur à la valeur calculée, le modèle est alors considérée sans biais.

V.1.1.4.3 Test de signification de la régression

Le modèle étant sans biais, nous pouvons donc vérifier la signification de la régression à l'aide du test de Fisher :

$$F = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2 / (l-1)}{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 / (N-l)}$$

Avec :

$$\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^N y_i}{N}$$

D'après la table de Fisher, $F_{0,95} (l - 1, N - l) = (5, 2) = .$ La valeur de F calculée étant supérieure à celle tabulée, l'équation de régression est adéquate et le modèle est validé à 95%. L'équation retenue pour le modèle s'écrit donc :

V.1.1.4.4 Calcul du coefficient de détermination

Le coefficient de détermination est égal à :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2} =$$

Et le coefficient corrigé est égal à :

$$\overline{R^2} = R^2 - (1 - R^2) \frac{l-1}{N-l} =$$

Ces valeurs nous permettent d'affirmer que le modèle choisi est adéquat.

V.1.1.4.5 Validation du modèle par le point au centre :

Pour cela, on compare la valeur du rendement calculé à partir du modèle au centre du domaine d'étude $\hat{y}(0, 0, 0)$ à la moyenne des expériences au centre \bar{y}_0 .

$$\hat{y}(0, 0, 0) = \%$$

$$\bar{y}_0 = \%$$

L'écart absolu entre ces deux valeurs est de 2.93%, il est inférieur à 5%. Ce résultat confirme que le modèle linéaire de 1^{er} degré, simule bien le procédé de décoloration pour le niveau de signification choisi.

V.1.1.4.6 Analyse des résidus :

- Calcul de la moyenne des résidus :

$$moy_{résidus} = \frac{\sum e_i}{N} = 0$$

Avec :

$e_i = (y_i - \hat{y}_i)$: résidus ;

N : nombre d'essais.

La valeur moyenne des résidus est égale à zéro et d'après le diagramme des résidus (figure V.1) qui ne laisse apparaître aucune relation entre les valeurs \hat{y} et les résidus puisque les points sont disposés aléatoirement, nous pouvons conclure que le modèle mathématique de premier degré obtenu simule de manière parfaite le phénomène étudié.

Figure V.1 : Diagramme des résidus

Figure V.2 : Comparaison entre les valeurs des réponses prédites et celles donnée par l'expérience.

✓ **Analyse du Modèle**

L'analyse du modèle établi précédemment nous renseigne sur les paramètres les plus influents :

- Le pH et la concentration initiale en polluant influent négativement avec des coefficients de -2.49 et de -7.26, respectivement ;
- La densité de courant influe positivement avec un coefficient de +10.15.

L'analyse des interactions d'après la figure V.3 et la figure V.4 nous a permis de conclure que l'interaction pH-densité de courant est faible et l'interaction densité de courant-concentration initiale est forte .

Figure V.3 : Interaction entre le pH et la densité de courant.

Figure V.4 : Interaction entre la densité de courant et la concentration initiale en colorant.

V.1.2 Optimisation

A partir du modèle précédemment établi pour l'étude de l'élimination du colorant rouge basique 46 par le procédé d'électrocoagulation permet d'accéder à la combinaison des trois paramètres opératoires conduisant au rendement d'élimination optimal. Cet optimum est obtenu par le tracé des courbes iso-réponses et surfaces de réponses à l'aide du logiciel de STATISTICA.

V.1.2.1 Surfaces de réponses et courbes iso-réponses

Vue l'importance des courbes iso-réponses, leurs tracés doivent accompagner les courbes de surfaces de réponses afin de visualiser l'optimum et de cerner la zone où se situent les résultats recherchés. Pour ce faire :

- ❖ Nous avons tracé dans le plan la densité de courant (x_2) et la concentration initiale en colorant (x_3), pour différentes valeurs du pH : 4.42 ; 6.5 ; 8.58.

Les courbes de surfaces de réponses et iso-réponses dans les figures V.5 et V.6 conduisent à un rendement maximal de 95% dans un milieu de pH égal à 6.5, des concentrations initiales situées entre [44.46 – 160.54] mg/L et pour une densité de courant comprise entre [21.18 – 50.87] mA/cm².

- ❖ Nous avons tracé aussi dans le plan pH (x_1) et concentration initiale (x_3) pour différentes densités de courant (x_2) à savoir: 21.18; 36.03; 50.87 mA/cm²

Les surfaces de réponses et les courbes iso-réponses présentées dans les figures V.7 et V.8 donnent un rendement maximal de 100% pour un pH varié entre [4,42 – 6,5] et une concentration initiale qui est entre [44.46 – 160.54] mg/L à une densité de courant de 50.87 mA/cm².

- ❖ Dans le dernier plan on a tracé la densité de courant (x_2) et pH (x_1) à différentes concentrations initiales en colorant (x_3) à savoir :44.46; 102.5; 160.54 mg/L.

Les courbes de surfaces de réponses et iso-réponses conduisent à un rendement maximal de 100% dans les figures V.9 et V.10 pour une concentration initiale de 44.46 mg/L dans

l'intervalle de pH entre [4,42 – 8.58] et une densité de courant variant entre 21.18 et 50.87 mA/cm².

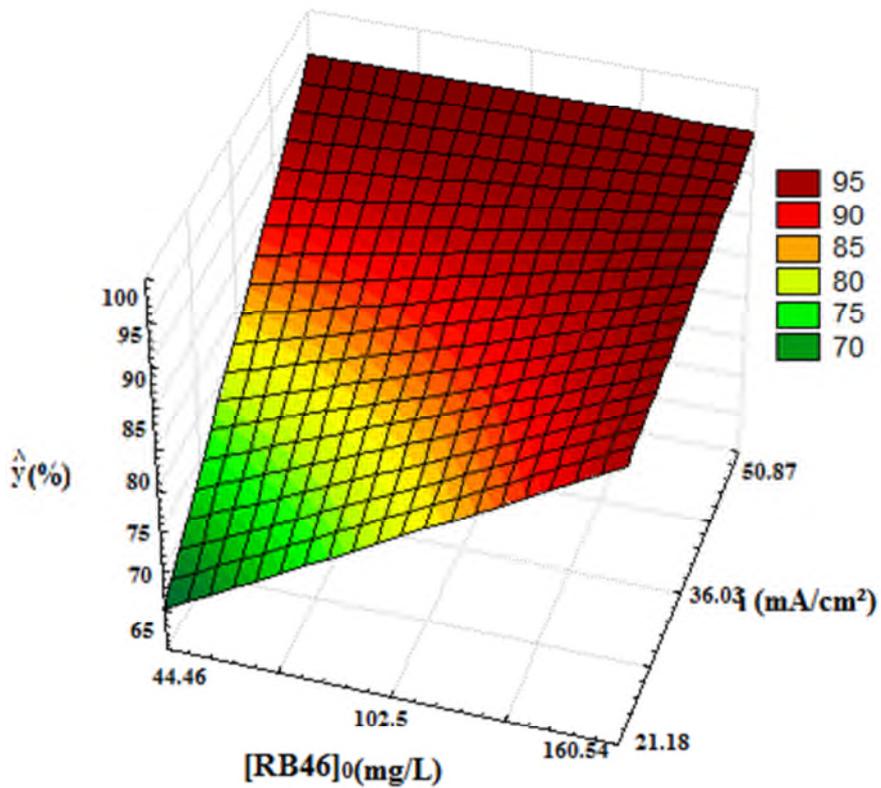


Figure V.5 : Surface de réponses dans le plan densité de courant – concentration initiale (pH=6.5).

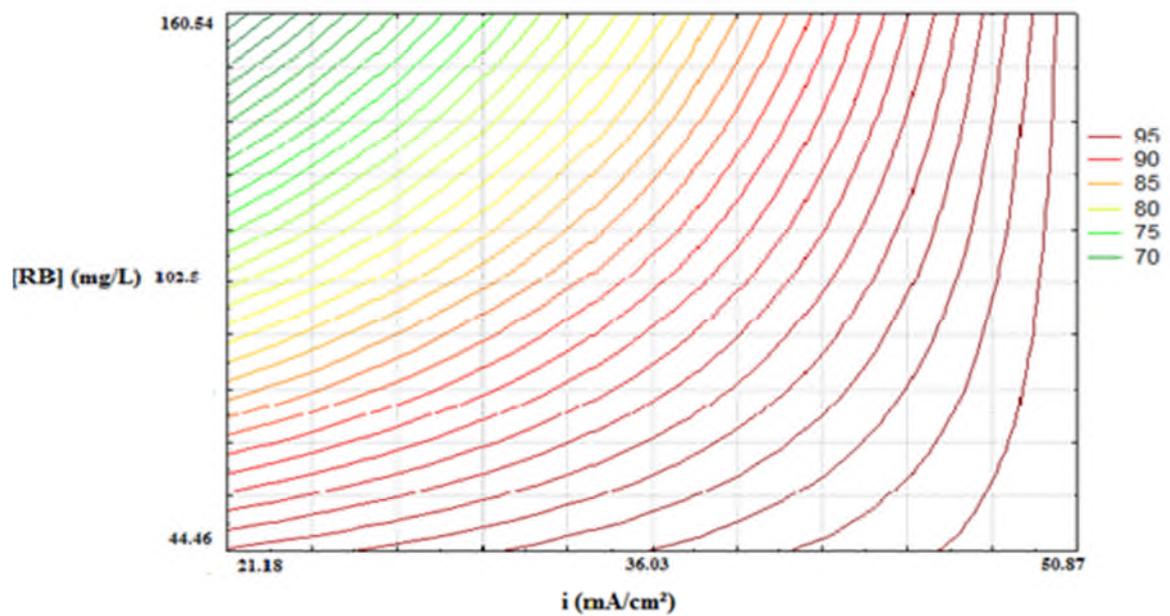


Figure V.6 : Courbe iso-réponses dans le plan densité de courant – concentration initiale (pH=6.5).

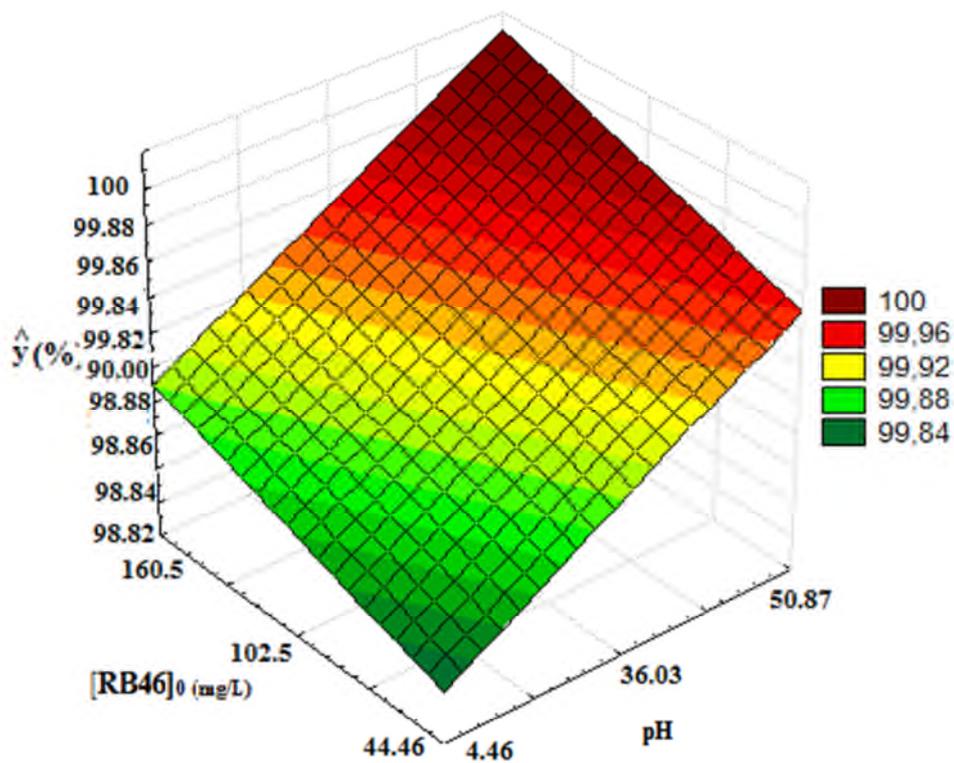


Figure V.7: Surface de réponses dans le plan pH – concentration initiale ($i=50.87\text{mA/cm}^2$)

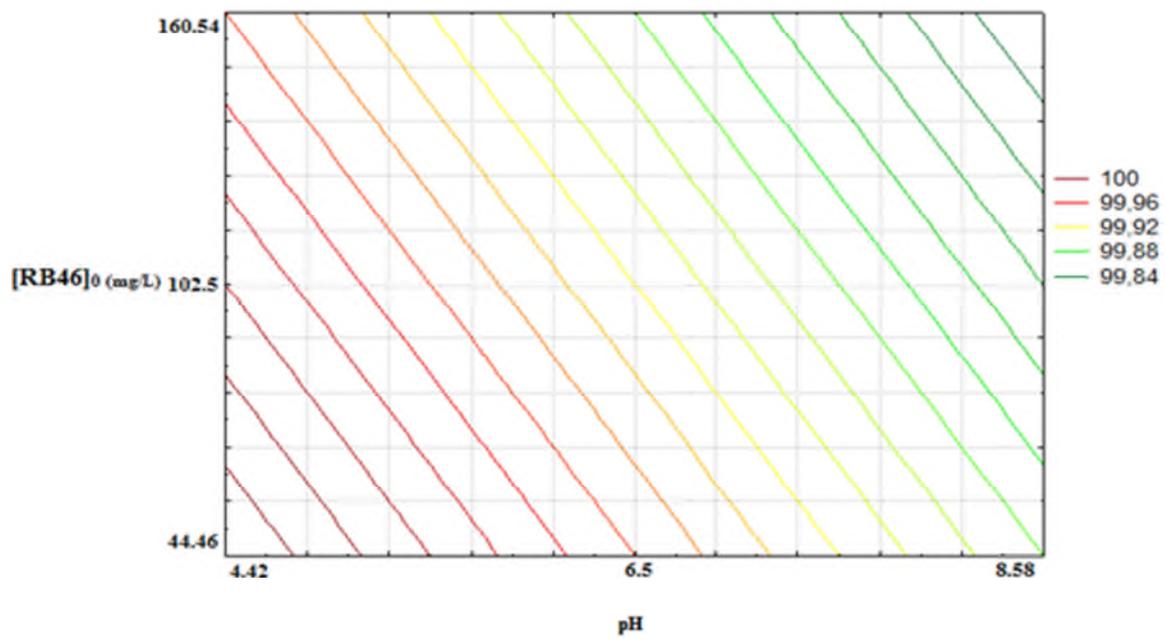


Figure V.8: Courbe iso-réponses dans le plan pH – concentration initiale ($i=50.87\text{mA/cm}^2$).

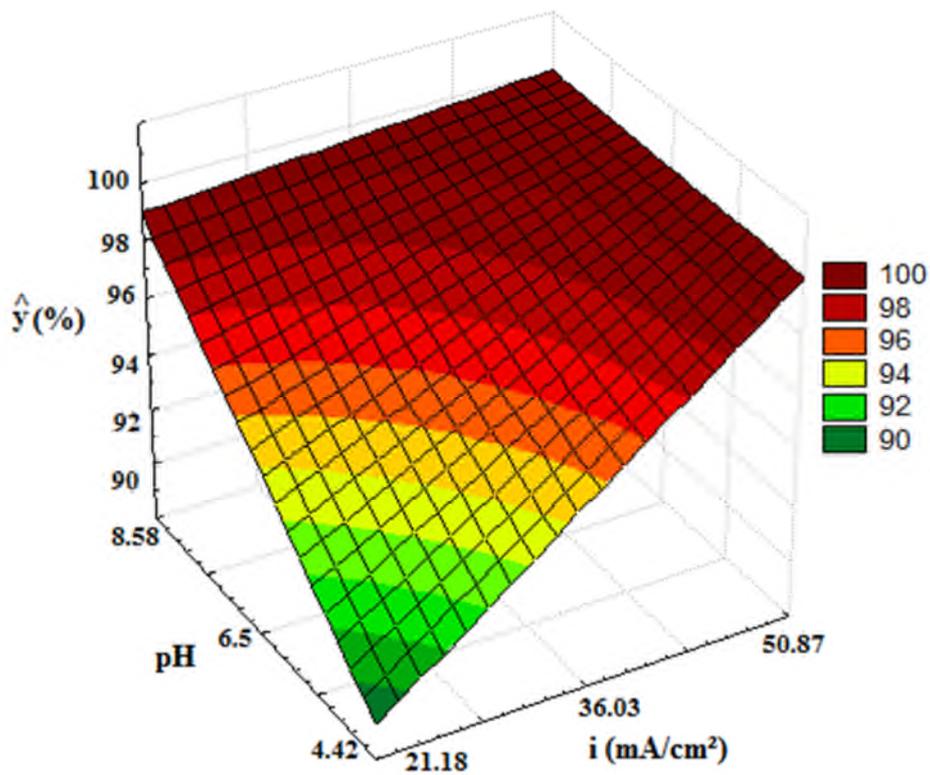


Figure V.9 : Surface de réponses dans le plan densité de courant – pH
 ($[\text{RB46}]_0=44.46\text{ mg/L}$).

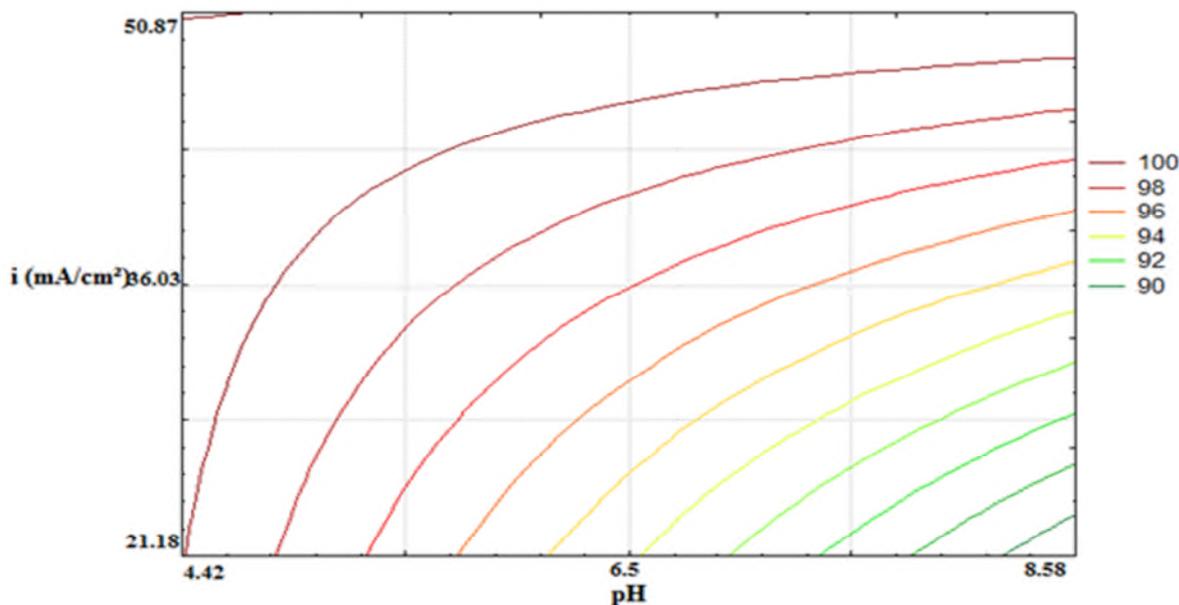


Figure V.10 : Courbe iso-réponses dans le plan densité de courant – pH

($[\text{RB46}]_0 = 44.46 \text{ mg/L}$).

V.1.2.2 Validation du modèle par l'expérience

Après avoir tracées les courbes de surfaces de réponses et iso-réponses avec différentes combinaisons entre la densité de courant, le pH et la concentration initiale en colorant, nous avons tenu à vérifier notre modèle par l'expérience. Pour ce faire, nous avons choisi de fixer les paramètres opératoires aux valeurs suivantes : $C_0 = 44.46 \text{ mg/L}$, $i = 50.87 \text{ mA/cm}^2$ et $\text{pH} = 6.5$ afin de comparer le rendement prédit au rendement réel. Dans les conditions spécifiées, le modèle élaboré prévoit un rendement d'élimination du colorant de 99.96 % (figure V.8).

Après avoir réalisé cette expérience, nous avons obtenu un rendement d'élimination de 100% (Figure V.11). L'écart est donc très faible soit 0,04%. Ce résultat permet de conclure que le modèle établi décrit de manière très satisfaisante le rendement d'élimination du colorant par le procédé d'électrocoagulation.

Figure V.11 : Spectre d'absorbance de la solution en fonction du temps d'électrocoagulation. Conditions : $[\text{RB46}]_0 =$, $i = \text{mA/cm}^2$ et $\text{pH} =$

V.2 plan composite centré

V.2.1 Plan d'expérimentation

Les niveaux des facteurs et leurs correspondances en variables centrées réduites ainsi que l'ensemble des expériences réalisées, sont données respectivement dans les tableaux V.6, V.7, V.8 et V.9. Les paramètres suivants gardent une valeur fixe tout le long des essais : volume de la solution (750 ml), distance entre les électrodes (1cm), vitesse d'agitation (120 tr/min) et la durée de l'expérience (7 min).

Tableau V.6 : Valeurs des paramètres opératoires à différents niveaux

- 0 : Représente le centre du domaine ;
- -1 et +1 : Sont respectivement, les niveaux bas et haut du plan factoriel ;
- -1,68 et +1,68 : Sont respectivement, les niveaux bas et haut des points axiaux.

V.2.2 Elaboration du modèle de deuxième degré

Le modèle mathématique postulé s'écrit dans ce cas sous la forme suivante :

$$\hat{y} = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3 + b_{12} x_1 x_2 + b_{13} x_1 x_3 + b_{23} x_2 x_3 + b_{11} x_1^2 + b_{22} x_2^2 + b_{33} x_3^2$$

Pour élaborer le modèle de second degré, on réalise les essais du plan factoriel complet à deux niveaux ($2^{k=3}$), les essais au centre du domaine d'étude et on réalise les expériences complémentaires en étoile (2k).

Les trois matrices des expériences du plan du second degré sont représentées dans les tableaux ci-dessous :

Tableau V.7 : Matrice des essais du plan factoriel complet ($2^{k=3}$)

N° Essai	Variable codées			
	X ₀	X ₁	X ₂	X ₃
1	+1	-1	-1	-1
2	+1	-1	-1	+1
3	+1	-1	+1	-1

4	+1	-1	+1	+1
5	+1	+1	-1	-1
6	+1	+1	-1	+1
7	+1	+1	+1	-1
8	+1	+1	+1	+1

Tableau V.8: Matrice des essais au centre du domaine

N ^o d'essai	Variable codées			
	X ₀	X ₁	X ₂	X ₃
1	1	0	0	0
2	1	0	0	0
3	1	0	0	0
4	1	0	0	0
5	1	0	0	0
6	1	0	0	0

Tableau V.9 : Matrice des essais en étoile (2 k)

N ^o Essais	Variable codées			
	X ₀	X ₁	X ₂	X ₃
1	1	-1.68	0	0
2	1	+1.68	0	0
3	1	0	-1.68	0
4	1	0	+1.68	0
5	1	0	0	-1.68
6	1	0	0	+1.68

V.2.2.1 Calcul des coefficients du modèle

L'estimation des coefficients de l'équation de régression se fait par le calcul du produit matriciel suivant :

$$B = [X^T \cdot X]^{-1} X^T Y$$

Les résultats de ce calcul sont rassemblés dans le tableau V.10

Tableau V.10 : Coefficients du modèle

Terme constant		
b₀		
Effets linéaires		
b₁	b₂	b₃
Effets d'interaction		
b₁₂	b₁₃	b₂₃
Effets quadratiques		
b₁₁	b₂₂	b₃₃

V.2.3 Analyse statistique de l'équation de régression

V.2.3.1 Vérification de la signification des coefficients

La valeur de la variance de reproductibilité $S_{rep}^2 =$. Pour déterminer la variance résiduelle du modèle, il suffit de multiplier les éléments C_{jj} de la diagonale de la matrice de dispersion $[X^T \cdot X]^{-1}$ par cette variance : $S_{bj} = C_{jj} \cdot S_{rep}^2$

Pour tester la signification des différents coefficients de notre modèle nous avons calculé les valeurs de t_j du test de Student, ces valeurs sont rassemblées dans le tableau V.11

Tableau V.11: valeurs de t_j

Terme constant		
t₀		
84.15		
Effets linéaires		
t₁	t₂	t₃
3.91	27.56	5.75
Effets d'interaction		
t₁₂	t₁₃	t₂₃

2.96	0.80	5.37
Effets quadratiques		
t₁₁	t₂₂	t₃₃
1.01	17.77	1.11

Pour le niveau de signification $\alpha = 0.05$ et le nombre de degré de liberté $f_1 = (n_0 - 1) = 5$, la valeur tabulée du test de Student $t_{\alpha=0.05}(5) = 2.57$. Comme les valeurs de t_{13} , t_{11} et t_{33} sont inférieures à $t_{\alpha=0.05}(5) = 2.57$, les coefficients b_{13} , b_{11} et b_{33} sont donc non significatifs et par conséquent éliminés de l'équation de régression.

V.2.3.2 Test de validation de l'équation de régression

▪ Recherche de biais

La recherche de biais peut se faire à l'aide du test de Fisher Snedecor en comparant la variance résiduelle à la variance de reproductibilité.

$$F = \frac{Srés^2}{Srep^2}$$

Où la variance de reproductibilité est donnée par :

$$Srep^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n_0} (y_i - \bar{y}_0)^2}{n_0 - 1} =$$

Et la variance résiduelle pour (N-1) degrés de liberté est donnée par :

$$Srés^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2}{N - l} =$$

La valeur de F calculée est :

$$F = \frac{14.212}{7.765} =$$

La valeur tabulée du test de Fisher Snedecor pour le niveau de signification $\alpha = 0.05$ et les nombres de degrés de liberté $f_1 = (N - l) = 13$ et $f_2 = (n_0 - 1) = 5$ varie entre 4.62 et 4.68. Cette valeur étant supérieure à la valeur calculée, le modèle est alors considérée sans biais.

V.2.3.3 Test de signification de la régression

Le modèle étant sans biais, nous pouvons donc vérifier la signification de la régression à l'aide du test de Fisher :

$$F = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y}) / (l-1)}{\sum_{i=1}^N (y_i - \hat{y}_i)^2 / (N-l)} =$$

Avec :

$$\bar{y} = \frac{\sum_{i=1}^N y_i}{N}$$

D'après la table de Fisher, $F_{0,95}(l-1, N-l) = (6, 13) = 4.68$. La valeur de F calculée étant supérieure à celle tabulée, l'équation de régression est adéquate et le modèle est validé à 95%. L'équation retenue pour le modèle s'écrit donc :

4 Calcul du coefficient de détermination

Le coefficient de détermination est égal à :

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (\hat{y}_i - \bar{y})^2}{\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2} =$$

Et le coefficient corrigé est égal à :

$$\bar{R}^2 = R^2 - (1 - R^2) \frac{l-1}{N-l} =$$

Ces valeurs nous permettent d'affirmer que le modèle choisi est adéquat.

V.2.3.5 Validation du modèle par le point au centre

Pour cela, on compare la valeur du rendement calculé à partir du modèle au centre du domaine d'étude $\hat{y}(0, 0, 0)$ à la moyenne des expériences au centre \bar{y}_0 .

$$\hat{y}(0, 0, 0) = 95.630\%$$

$$\bar{y}_0 = 95.632\%$$

L'écart absolu entre ces deux valeurs est inférieur à 5% puisqu'il est de l'ordre de 0.002 %. Ce résultat confirme que le modèle linéaire de 2^{er} degré, simule bien le procédé de décoloration pour le niveau de signification choisi.

V.2.3.6 Analyse des résidus

L'évaluation de la qualité du modèle du second degré peut être faite par une analyse des résidus. La moyenne des résidus est égale à -1.06

Figure V.12 : Diagramme des résidus**Figure V.13 :** Droite de régression linéaire du modèle.**✓ Analyse du Modèle**

L'analyse du modèle établi précédemment nous renseigne sur les paramètres les plus influents :

- La densité de courant, le pH et la concentration initiale en polluant influent positivement avec des coefficients de 0.79, 2.91 et de 5.3, respectivement

L'analyse des interactions d'après la figure V.14 et la figure V.15 nous a permis de conclure que l'interaction entre pH-densité de courant est faible et l'interaction entre densité de courant-concentration initiale est forte.

Figure V.14 : Interaction entre le pH et la densité de courant.**Figure V.15 :** Interaction entre la densité de courant et la concentration initiale en colorant.**V.2.2 Optimisation**

À partir du modèle précédemment établi, la recherche du point optimum peut se faire par le tracé des courbes iso-réponses et surfaces de réponse, à l'aide du logiciel de STATISTICA.

V.2.2.1 Surfaces de réponses et courbes iso-réponses

Vue l'importance des courbes iso-réponses, leurs tracés doivent accompagner les courbes de surfaces de réponses afin de visualiser l'optimum et de cerner la zone où se situent les résultats recherchés. Pour ce faire :

- ❖ Nous avons tracé dans le plan la densité de courant (x_2) et la concentration initiale en colorant (x_3), pour différentes valeurs du pH : 3; 6.5 ; 10.

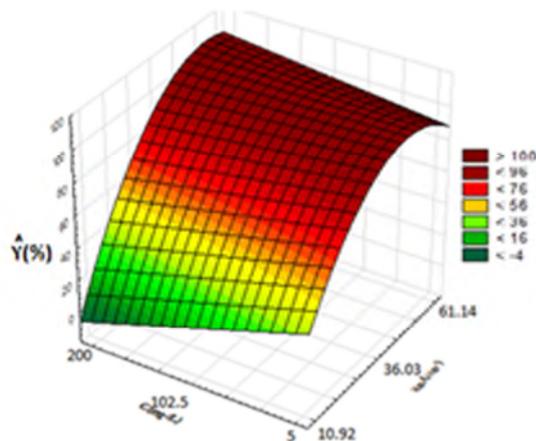
Les courbes de surfaces de réponses et iso-réponses dans les figures V.16 et V.17 conduisent à un rendement maximal de 100% dans un milieu de pH égal à 10 et des concentrations initiales situées entre pour une densité de courant comprise entre 2 .

- ❖ Nous avons tracé aussi dans le plan pH (x_1) et la concentration initiale (x_3) pour différentes densités de courant (x_2) :10.

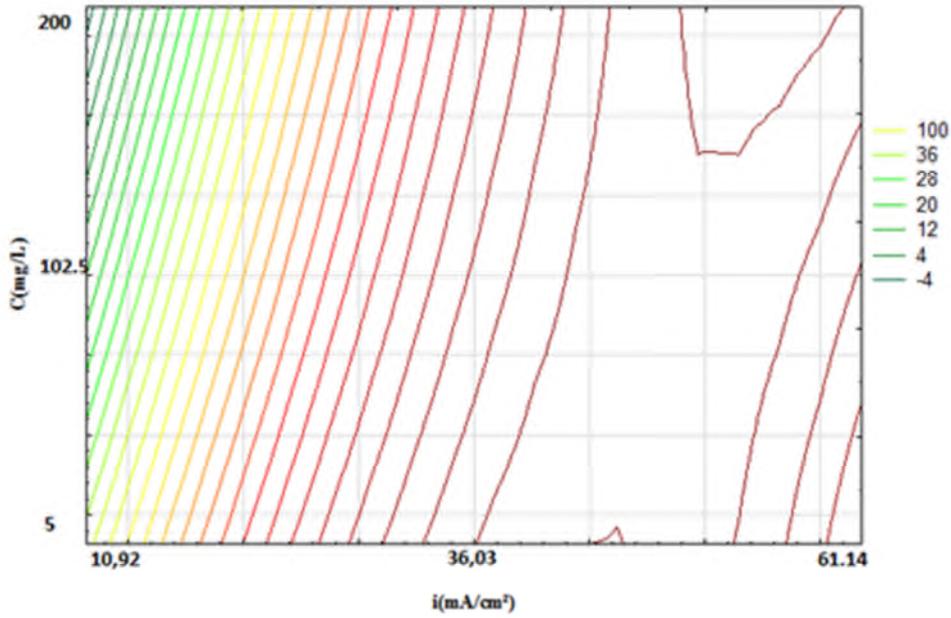
Les surfaces de réponses et les courbes iso-réponses présentées dans les figures V.18 et V.19 donnent un rendement maximal de 100% pour un pH varié entre [3 – 10] et une concentration initiale qui est entre mg/L à une densité de courant mA/cm².

- ❖ Dans le dernier plan on a tracé la densité de courant (x_2) et pH (x_1) à différentes concentrations initiales en colorant (x_3) à savoir /L

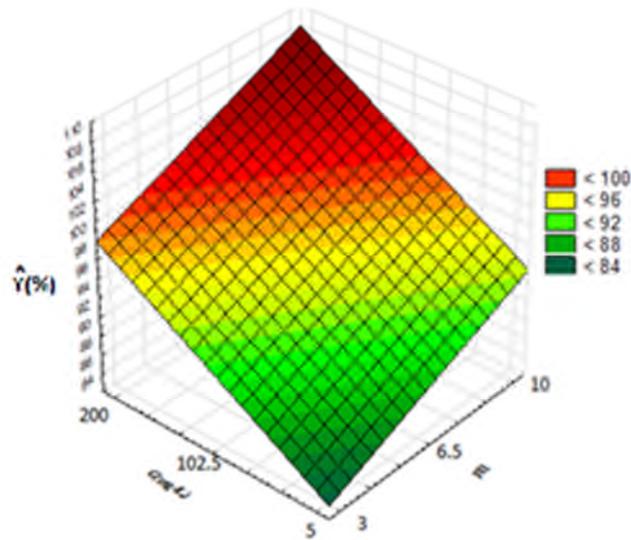
Les courbes de surfaces de réponses et iso-réponses conduisent à un rendement maximal de 100% dans les figures V.20 et V.21 pour une concentration initiale de dans l'intervalle de pH entre [3 – 10] et une densité de courant variant entre mA/cm².



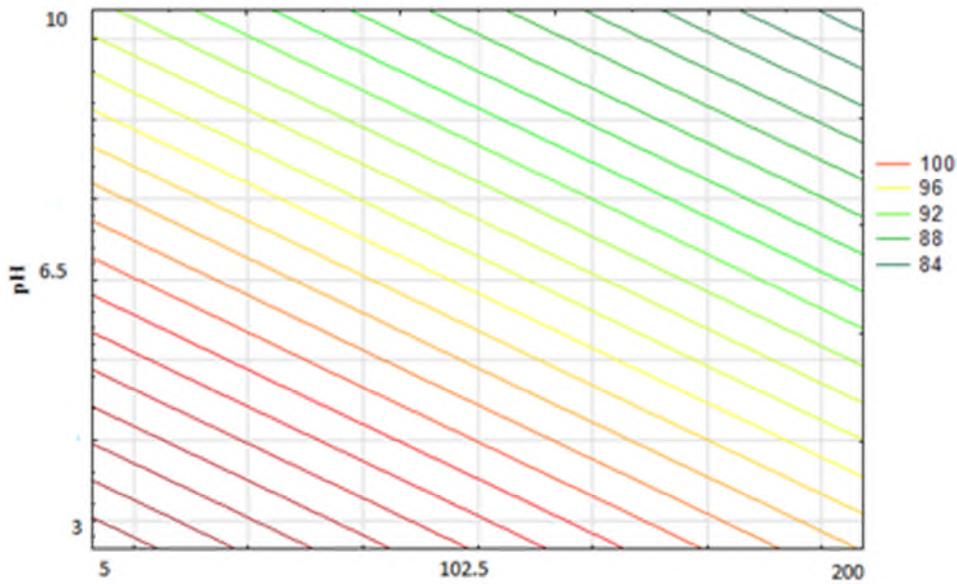
Figures V.16 : Surface de réponses dans le plan densité de courant – concentration initiale (pH=10).



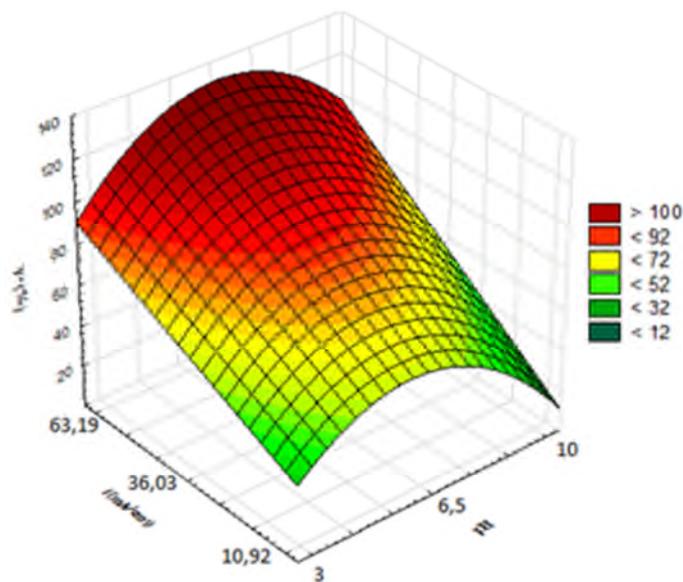
Figures V.17 : Courbe iso-réponses dans le plan densité de courant – concentration initiale (pH=10).



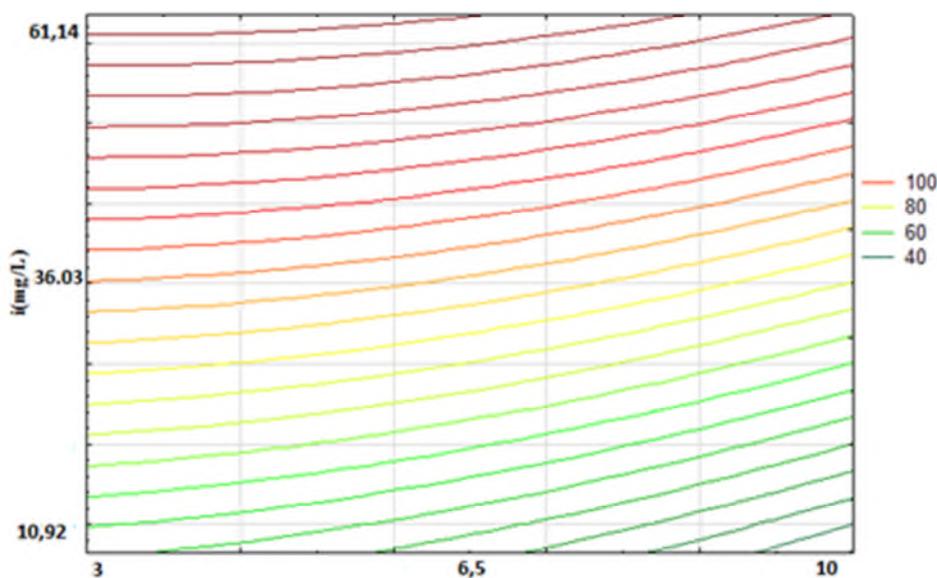
Figures V.18 : Surface de réponses dans le plan pH – concentration initiale ($i=36.03\text{mA/cm}^2$).



Figures V.19 : Courbe iso-réponses dans le plan pH – concentration initiale ($i=36.03\text{mA/cm}^2$).



Figures V.20 : Surface de réponses dans le plan densité de courant – pH ($[\text{RB46}]_0=102.5\text{mg/L}$).



Figures V.21 : Courbe iso-réponses dans le plan densité de courant – pH ($[\text{RB46}]_0=102.5$ mg/L).

V.2.2.2 Validation du modèle par l'expérience

Après avoir tracées les courbes de surfaces de réponses et iso-réponses avec différentes combinaisons entre la densité de courant, le pH et la concentration initiale en colorant, nous avons tenu à vérifier notre modèle par l'expérience. Pour ce faire, nous avons choisi de fixer les paramètres opératoires aux valeurs suivantes : afin de comparer le rendement prédit au rendement réel. Dans les conditions spécifiées, le modèle élaboré prévoit un rendement d'élimination du colorant de 100 % (figure V.19).

Après avoir réalisé cette expérience, nous avons obtenu un rendement d'élimination de 100% (Figure V.22). Ce résultat permet de conclure que le modèle établi décrit de manière très satisfaisante le rendement d'élimination du colorant par le procédé d'électrocoagulation.

Figures V.22 : Spectre d'absorbance de la solution en fonction du temps d'électrocoagulation. Conditions : $[\text{RB46}]_0 =$.



Conclusion générale

Conclusion générale

Ce travail avait pour objectif à la fois la valorisation du déchet « boîtes de conserve » en électrodes utilisées dans le procédé d'électrocoagulation, l'étude cinétique de l'élimination d'un polluant textile en l'occurrence le rouge basique 46 par le procédé d'électrocoagulation, ainsi que la modélisation et l'optimisation par la méthode des plans d'expérience des paramètres ayant une influence sur l'élimination du colorant.

Au cours de la première partie de notre étude : nous avons abordé l'étude cinétique de l'élimination du colorant par le procédé d'électrocoagulation en fonction des paramètres expérimentaux à savoir : la densité de courant i (mA/cm²), le pH de la solution et la concentration initiale en polluant [RB46]₀ (mg/L). Les résultats des essais réalisés ont montré que :

Pour les différentes concentrations, l'augmentation de la densité de courant augmente le rendement d'élimination de colorant.

Le pH est un paramètre important dans le procédé d'électrocoagulation, pour notre cas le taux de décoloration le plus élevé est enregistré à pH 3.

Le rendement d'élimination du colorant est inversement proportionnel avec la concentration, le meilleur rendement est obtenu avec la plus faible concentration initiale en colorant soit 20 mg/L.

Par la suite, nous avons élaboré par la méthodologie des plans d'expériences deux modèles mathématiques (d'ordre 1 et 2) permettant de simuler le rendement d'élimination de colorant en fonction des paramètres opératoires: densité de courant, concentration initiale en RB46 et pH de la solution

- ❖ Le modèle de premier degré a été élaboré en utilisant un plan factoriel complet à niveaux, sa formule est la suivante :

$$\hat{y}=89.77 - 2.49x_1 + 10.15x_2 - 7.26x_3 + 2.43x_1x_2 + 7.23x_2x_3$$

L'analyse de ce modèle nous a permis de déduire que:

- Le pH influe négativement sur le rendement d'élimination avec un facteur de (-2.49).
- La densité de courant joue un rôle aussi important que les autres paramètres. Elle influe positivement sur l'élimination de colorant avec un facteur (+10.15), ce que nous avons attribué à une dissolution importante du métal de l'électrode.

Conclusion générale

- L'augmentation de la concentration initiale en RB46, influe négativement sur le rendement d'élimination de colorant avec un facteur de (-7.26).
- Le modèle a mis en évidence l'existence de deux fortes interactions qui sont : pH-densité de courant et densité de courant - concentration initiale.

Le tracé des surfaces de réponse et des courbes iso-réponses a permis de visualiser le domaine où le rendement d'élimination est total.

Malgré la validation de ce modèle par les tests statistiques, nous avons tenu à le valider aussi par l'expérience en réalisant un essai avec une combinaison donnant un taux d'élimination théorique de 99.96 %. Les paramètres ont donc été fixés à la concentration initiale de 44.46 mg/L, une densité de courant de 50.87 mA/cm² et un pH de 6.5. Le taux d'élimination en colorant obtenu par l'expérience est estimé à 100 %, l'erreur maximale est de l'ordre de 0.04 largement inférieure à 5% ce qui confirme la fiabilité de notre modèle.

- ❖ Un modèle de second degré a été obtenu en utilisant un plan composite centré, il s'écrit comme suit :

$$\hat{y}=95.63 - 20.95x_1 + 20.79x_2 - 4.33x_3 + 2.91x_1x_2 + 5.9x_2x_3 - 13.06x_2^2$$

D'après le modèle élaboré, le pH et la concentration initial influs avec des effets négatif (-20.95), (-4.33) respectivement par contre la densité de courant influe positivement sur la décoloration (20.79).

Au terme de ce mémoire, nous avons réussi sans difficulté à appliquer une méthodologie expérimentale fiable et facile d'utilisation pour l'étude et de l'optimisation et modélisation des réponses de l'élimination du RB46. Il reste néanmoins des points à compléter ou à développer, notamment:

- Etudier d'autres paramètres tels que la température et la distance entre les électrodes ;
- Faire une étude comparative avec d'autres molécules (antibiotique) avec un intérêt particulier pour les solutions contenant 2 ou plus de molécules;
- Tester l'élimination de polluants dans les effluents industriels;
- Caractériser la boue formée lors du traitement par EC.



Annexes

Annexes A

Table de student

Unilatéral	0,01	0,05	0,025	0,01	0,005
Bilatéral	0,20	0,10	0,05	0,02	0,01
v					
1	3,08	6,31	12,7	31,8	63,7
2	1,89	2,92	4,30	6,97	9,92
3	1,64	2,35	3,18	4,54	5,84
4	1,53	2,13	2,78	3,75	4,60
5	1,48	2,02	2,57	3,37	4,03
6	1,44	1,94	2,45	3,14	3,71
7	1,42	1,90	2,37	3,00	3,50
8	1,40	1,86	2,31	2,90	3,36
9	1,38	1,83	2,26	2,82	3,25
10	1,37	1,81	2,23	2,76	3,17
11	1,36	1,80	2,20	2,72	3,10
12	1,36	1,78	2,18	2,68	3,06
13	1,35	1,77	2,16	2,65	3,01
14	1,35	1,76	2,15	2,62	2,98
15	1,34	1,75	2,13	2,60	2,95
16	1,34	1,75	2,12	2,58	2,92
17	1,33	1,74	2,11	2,57	2,90
18	1,33	1,73	2,10	2,55	2,88
19	1,33	1,73	2,09	2,54	2,86
20	1,33	1,73	2,09	2,53	2,85
21	1,32	1,72	2,08	2,52	2,83
22	1,32	1,72	2,07	2,51	2,82
23	1,32	1,71	2,07	2,50	2,81
24	1,32	1,71	2,06	2,49	2,80
25	1,32	1,71	2,06	2,49	2,79
26	1,32	1,71	2,06	2,48	2,78
27	1,31	1,70	2,05	2,47	2,77
28	1,31	1,70	2,05	2,47	2,76
29	1,31	1,70	2,05	2,46	2,76
30	1,31	1,70	2,04	2,46	2,75
40	1,30	1,68	2,02	2,42	2,70
∞	1,28	1,65	1,96	2,33	2,58

Annexes B

Table de Fisher

Valeur de 95^{èmes} centiles (niveaux 0.05)

$F_{0,95}$ pour la distribution F

V_1 : degres de liberte au numérateur

V_2 : degres de liberte au dénominateur

$V_1 \rightarrow$ $V_2 \downarrow$	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	24	30	40	60	120	∞
1	161	200	216	225	230	234	237	239	241	242	244	246	248	249	250	251	252	253	254
2	18,5	19,00	19,2	19,20	19,3	19,3	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,4	19,5	19,5	19,5	19,5	19,5
3	10,1	9,55	9,28	9,12	9,01	8,94	8,89	8,85	8,81	8,79	8,74	8,7	8,66	8,64	8,62	8,59	8,57	8,55	8,53
4	7,71	6,94	6,59	6,39	6,26	6,16	6,09	6,04	6,00	5,96	5,91	5,86	5,80	5,77	5,75	5,72	5,69	5,66	5,63
5	6,61	5,79	5,41	5,19	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,68	4,62	4,56	4,53	4,50	4,46	4,43	4,40	4,37
6	5,99	5,14	4,76	4,53	4,39	4,28	4,21	4,15	4,10	4,06	4,00	3,94	3,87	3,84	3,81	3,77	3,74	3,70	3,67
7	5,59	4,74	4,35	4,12	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,57	3,51	3,44	3,41	3,38	3,34	3,3	3,27	3,23
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,28	3,22	3,15	3,12	3,08	3,04	3,01	2,97	2,93
9	5,12	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,18	3,14	3,07	3,01	2,94	2,90	2,86	2,83	2,79	2,75	2,71
10	4,96	4,10	3,71	3,48	3,33	3,22	3,14	3,07	3,02	2,98	2,91	2,85	2,77	2,74	2,70	2,66	2,62	2,58	2,54
11	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,01	2,95	2,90	2,85	2,79	2,72	2,65	2,61	2,57	2,53	2,49	2,45	2,40
12	4,75	3,89	3,49	3,26	3,11	3,00	2,91	2,85	2,8	2,75	2,69	2,62	2,54	2,51	2,47	2,43	2,38	2,34	2,30
13	4,67	3,81	3,41	3,18	3,03	2,92	2,83	2,77	2,71	2,67	2,60	2,53	2,46	2,42	2,38	2,34	2,30	2,25	2,21
14	4,60	3,74	3,34	3,11	2,96	2,85	2,76	2,7	2,65	2,60	2,53	2,46	2,39	2,35	2,31	2,27	2,22	2,18	2,13
15	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,71	2,64	2,59	2,54	2,48	2,40	2,33	2,29	2,25	2,20	2,16	2,11	2,07
16	4,49	3,63	3,24	3,01	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,42	2,35	2,28	2,24	2,19	2,15	2,11	2,06	2,01
17	4,45	3,59	3,20	2,96	2,81	2,70	2,61	2,55	2,49	2,45	2,38	2,31	2,23	2,19	2,15	2,1	2,06	2,01	1,96
18	4,41	3,55	3,16	2,93	2,77	2,66	2,58	2,51	2,46	2,41	2,34	2,27	2,19	2,15	2,11	2,06	2,02	1,97	1,92
19	4,38	3,52	3,13	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38	2,31	2,23	2,16	2,11	2,07	2,03	1,98	1,93	1,88
20	4,35	3,49	3,10	2,87	2,71	2,60	2,51	2,45	2,39	2,35	2,28	2,20	2,12	2,08	2,04	1,99	1,95	1,90	1,84
21	4,32	3,47	3,07	2,84	2,68	2,57	2,49	2,42	2,37	2,32	2,25	2,18	2,10	2,05	2,01	1,96	1,92	1,87	1,81
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34	2,30	2,23	2,15	2,07	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,78
23	4,28	3,42	3,03	2,80	2,64	2,53	2,44	2,37	2,32	2,27	2,20	2,13	2,05	2,01	1,96	1,91	1,86	1,81	1,76
24	4,26	3,40	3,01	2,78	2,62	2,51	2,42	2,36	2,30	2,25	2,18	2,11	2,03	1,98	1,94	1,89	1,84	1,79	1,73
25	4,24	3,39	2,99	2,76	2,60	2,49	2,40	2,34	2,28	2,24	2,16	2,09	2,01	1,96	1,92	1,87	1,82	1,77	1,71
26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	2,15	2,07	1,99	1,95	1,9	1,85	1,8	1,75	1,69
27	4,21	3,35	2,96	2,73	2,57	2,46	2,37	2,31	2,25	2,2	2,13	2,06	1,97	1,93	1,88	1,84	1,79	1,73	1,67
28	4,20	3,34	2,95	2,71	2,56	2,45	2,36	2,29	2,24	2,19	2,12	2,04	1,96	1,91	1,87	1,82	1,77	1,71	1,65
29	4,18	3,33	2,93	2,70	2,55	2,43	2,35	2,28	2,22	2,18	2,10	2,03	1,94	1,90	1,85	1,81	1,75	1,70	1,64
30	4,17	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,21	2,16	2,09	2,01	1,93	1,89	1,84	1,79	1,74	1,68	1,62
40	4,08	3,23	2,84	2,61	2,45	2,34	2,25	2,18	2,12	2,08	2,00	1,92	1,84	1,79	1,74	1,69	1,64	1,58	1,51
60	4,00	3,15	2,76	2,53	2,37	2,25	2,17	2,10	2,04	1,99	1,92	1,84	1,75	1,70	1,65	1,59	1,53	1,47	1,39
120	3,92	3,07	2,68	2,45	2,29	2,18	2,09	2,02	1,96	1,91	1,83	1,75	1,66	1,61	1,55	1,50	1,43	1,35	1,25
∞	3,84	3,00	2,60	2,37	2,21	2,10	2,01	1,94	1,88	1,83	1,75	1,67	1,57	1,52	1,46	1,39	1,32	1,22	1,00

Résumé

Les principaux objectifs visés par ce travail sont:(i) le premier est de valoriser des rejets métalliques (couvercle de boîte de conserve « thon ») en électrodes dans le procédé d'électrocoagulation utilisé pour traiter des solutions de colorant rouge basique 46, en fonction des paramètres expérimentaux (pH, densité de courant et concentration initiale en colorant), (ii) la modélisation par les plans d'expériences en utilisant le plan factoriel complet à 2 niveaux et le plan composite centré, et l'optimisation des paramètres opératoires. L'ensemble des résultats obtenus confirme l'efficacité du procédé d'électrocoagulation afin d'éliminer le colorant rouge basique 46.

Mots clés : Boîtes métalliques, électrodes, rouge basique 46, électrocoagulation, cinétique, plans d'expériences,

Abstract

The main objectives of this work are: (i) the first is to valorize metal rejects (lid of "tuna" tin can) as electrodes in the electrocoagulation process used to treat solutions of basic red dye 46, according to the experimental parameters (pH, current density and initial dye concentration), (ii) the modeling by the experimental plans using the full factorial design 2level and the centered composite design, and the optimization of the operating parameters. All the results obtained confirm the efficiency of the electrocoagulation process to remove the basic red dye 46.

Key words: Metal boxes, Basic Red 46, Electrocoagulation, Kinetics, Experimental design.

ملخص

الأهداف الرئيسية لهذا العمل هي: (1) الأول هو استعادة النفايات المعدنية (غطاء علب "التونة")، وتحويلها إلى أقطاب كهربائية في عملية التخثير الكهربائي المستخدمة لمعالجة محاليل الصبغة الحمراء الأساسية 46 ، اعتمادًا على المعلمات التجريبية (الرقم الهيدروجيني) ، كثافة التيار والتركيز الأولي لصبغة ، (2) نمذجة معدل الإزالة من خلال الخطط التجريبية باستخدام خطة العوامل الكاملة على مستويين والخطة المركزة، وتحسين معايير التشغيل. تؤكد جميع النتائج التي تم الحصول عليها فعالية عملية التخثير الكهربائي من أجل إزالة الصبغة الحمراء الأساسية 46

الكلمات المفتاحية : تثمين النفايات المعدنية ، الأقطاب الكهربائية ، التخثير الكهربائي ، الأحمر 46 الأساسي ، تصاميم التجارب.