

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département du Génie de l'Environnement
Laboratoire des sciences et techniques de l'environnement

MEMOIRE

Présenté par

CHERGUI YASSINE

Ingénieur d'Etat en Chimie Industrielle,
Option Génie de l'Environnement, USTHB -Alger

Pour l'obtention du titre de

MAGISTER EN GENIE DE L'ENVIRONNEMENT

Option : Génie de l'Environnement

THEME

**ETUDE DE L'ELIMINATION DU PHENOL DANS
UN BIOREACTEUR CONTINU A CULTURE FIXE**

Soutenu le 12 /03 /2008 devant le jury suivant :

Président :	Mme. D. HARIK	Professeur	ENP
Directeurs :	Mr. A. NAMANE	Docteur, Chargé de cours	ENP
	Mme. A. HELLAL	Professeur	ENP
Examineurs :	Mme. F. MOHELLEBI	Maître de conférences	ENP
	Mme. S. ZEBODJ	Maître de conférences	ENP
	Mme. O. HAOUCHINE	Chargée de cours	ENP
Invité :	Mr. S. MOHAMMEDI	Chargé de cours	Université de Boumerdès

SOMMAIRE

DEDICACE	i
REMERCIEMENTS	ii
LISTE DES FIGURES	iii
LISTE DES TABLEAUX	v
NOMENCLATURE	vi
INTRODUCTION GENERALE	1
I. LE PHENOL ET SONT IMPACT SUR L'ENVIRONNEMENT	
I.1. DEFINITION	2
I.2. ORIGINE DU PHENOL.....	2
I.3. PROCEDES DE FABRICATION DU PHENOL	3
I.4. UTILISATION DU PHENOL	3
I.5. PRINCIPALES SOURCES DES REJETS PHENOLES	4
I.6. COMPORTEMENT DANS L'ENVIRONNEMENT	5
I.7. TOXICITE DU PHENOL.....	5
I.8. ASPECTS REGLEMENTAIRES.....	6
II. TECHNIQUES DE TRAITEMENT DES EAUX POLLUEES PAR LE PHENOL	
II.1. TRAITEMENTS CHIMIQUES ET PHYSICO-CHIMIQUES	7
II.2. TRAITEMENTS PHYSIQUES.....	8
II.3. TRAITEMENT BIOLOGIQUE.....	8
II.3.1. Définition des phénomènes biologiques.....	9
II.3.2. Mécanisme de la biodégradation du phénol	9
III. GÉNÉRALITÉS SUR L'ADSORPTION	
III. 1. DEFINITION	12
III.1.1. Adsorption physique (ou physisorption)	12
III.1.2. Adsorption chimique (ou chimisorption)	12
III.2. FACTEURS INFLUENCANTS LE PHENOMENE D'ADSORPTION	12
III.3. DIFFERENTES SORTES D'ADSORBANTS.....	12

III.4. ADSORPTION SUR CHARBON ACTIF.....	12
III.4.1. Structure du charbon actif	13
III.4.2. Phénomène d'adsorption.....	14
III.4.3. Filtration sur charbon actif granulaire	15
III.4.4. Régénération du charbon actif granulaire	15
IV. ADSORPTION DYNAMIQUE, BIOSORPTION ET CROISSANCE BACTÉRIENNE	
IV.1. ADSORPTION DYNAMIQUE.....	16
IV.1.1. Capacité d'élimination de l'adsorbant au temps de percée	17
IV.1.2. Capacité d'élimination de l'adsorbant au point de saturation	17
IV.2. LA BIOSORPTION	18
IV.2.1. Réacteurs à biomasse fixée (Procédé du type lit bactérien)	18
IV.2.2. Cultures bactériennes fixées.....	19
IV.2.3. Processus du charbon actif biologique	22
IV.3. CROISSANCE BACTERIENNE.....	23
IV.3.1. Courbe de croissance	23
IV.3.2. Influence de l'environnement sur la croissance	24
IV.3.3. Biomasse sélectionnée « Pseudomonas aeruginosa »	27
IV.4. MODELES MATHEMATIQUE.....	28
V. LES BIORÉACTEURS	
V.1. GENERALITES SUR LES BIOREACTEURS.....	29
V.2. CONCEPTION ET UTILISATION DU BIOREACTEUR	29
V.3. BIOREACTEURS A CULTURES FIXES	30
V.4. TRANSFERT DE MATIERE	30
VI. PLANS D'EXPERIENCES	
VI.1. PARTICULARITES D'UNE ETUDE EXPERIMENTALE.....	31
VI.2. LIMITES DES METHODES TRADITIONNELLES D'ESSAIS	31
VI.3. LES QUESTIONS AUXQUELLES REPONDENT LES PLANS D'EXPERIENCES	32
VI.4. PRINCIPES DE MISE EN ŒUVRE DE LA METHODE.....	33
VI.5. LES LIMITES DE L'APPLICATION DES PLANS D'EXPERIENCES	35
VI.1. PLAN D'EXPERIENCE TYPE 2 ^k	38

VII. PARTIE EXPERIMENTALE

VII.1. CONCEPTION ET MISE AU POINT DU BIOREACTEUR	43
VII.1.1. Conception du bioréacteur.....	43
VII.1.2. Rôle de l'aération dans le colmatage.....	44
VII.1.3. Matériel annexe	44
VII.1.4. Mise au point du bioréacteur.....	46
VII.2. MATERIELS ET METHODOLOGIE EXPERIMENTALE.....	50
VII.2.1. Dispositif expérimental	50
VII.2.2. Méthodologie de travail	51
VII.3. ETUDE DE LA BIOSORPTION DYNAMIQUE DU PHENOL	55
VII.3.1. Influence du débit volumique	56
VII.3.2. Influence de la hauteur du lit bactérien	60
VII.3.3. Influence de la concentration initiale du phénol	64
VII.3.4. Constante de vitesse de la biosorption « k_{Th} »	68
VII.4. MODELISATION MATHEMATIQUE	76
CONCLUSION GENERALE	83

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**ANNEXE 1** : PREPARATION DU CHARBON ACTIF EN GRAINS**ANNEXE 2** : COURBE D'ETALONNAGE POUR L'ADSORPTION DU PHENOL**ANNEXE 3** : COURBE D'ETALONNAGE POUR LA BIOSORPTION DU PHENOL**ANNEXE 4** : COMPOSITION DU MILIEU DE CULTURE**ANNEXE 5** : VALEURS TABULEES DU CRITERE DE STUDENT

REMERCIEMENTS

Le présent travail a été réalisé au Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement de l'Ecole Nationale Polytechnique.

Je remercie, vivement et profondément, mes promoteurs, le Docteur **A. NAMANE** et Mme le Professeur **A. HELLAL** de l'Ecole Nationale Polytechnique, qui n'ont cessé de m'aider, de me soutenir et de me prodiguer leurs précieux conseils. Je leur suis fortement reconnaissant.

Je remercie vivement Mme le Professeur **D. HARIK**, de l'Ecole Nationale Polytechnique pour avoir accepté de présider le jury.

Je remercie également Madame **S. ZEBOUJ**, Maître de Conférences à l'Ecole Nationale Polytechnique, Madame **O. HAOUCHINE**, Chargée de Cours à l'Ecole Nationale Polytechnique, ainsi que Mme **F. MOHELLEBI**, Maître de Conférences à l'Ecole Nationale Polytechnique pour avoir accepté d'examiner le présent mémoire.

Je tiens à remercier Monsieur **S. MOHAMMEDI**, Chargé de Cours à L'Université de Boumerdès pour son aide, son soutien et ses précieux conseils ainsi que d'avoir accepté de figurer en tant que membre invité dans le jury.

Mes remerciements vont également à Monsieur **H. BOUTICHE**, chef de service du laboratoire de soufflage de verre « ENAVA » pour l'aide qu'il m'a apporté durant ma recherche ainsi que toute l'équipe du laboratoire du soufflage de verre « ENAVA ».

Je remercie chaleureusement Madame **N. KERMICHE** et Mr **A. LAKABI** pour leurs précieux conseils et leur grand soutien.

Un remerciement tout spécial à l'adresse de mes professeurs Mme **A. HELLAL**, Mme **N. BELHANECH-BENSEMRA**, Mme **D. HARIK**, Mr **KERBACHI** pour la formation qu'ils nous ont assuré tout au long de ces années d'études.

Je tiens à exprimer ma gratitude à mes collègues du Laboratoire des Sciences et Techniques de l'Environnement et à tous ceux qui par leurs soutiens, leurs conseils, leurs compétences, ont participé à la réalisation de ce mémoire.

LISTE DES FIGURES

FIGURE II.1 : VOIES METABOLIQUES DU PHENOL	10
FIGURE III.1 : SCHEMATISATION DE LA STRUCTURE DU CHARBON ACTIF	13
FIGURE III.2 : ETAPES DE TRANSFERT D'UN SOLUTE LORS DE SON ADSORPTION	14
FIGURE IV.1 : -1- PROGRESSION DU FRONT DE LA ZTM A TRAVERS UN LIT D'ADSORBANT -2-ÉVOLUTION DE LA CONCENTRATION A LA SORTIE DU LIT.....	16
FIGURE IV.2 : ELEMENT DE LIT BACTERIEN	19
FIGURE IV.3 : BACTERIES ET BIOFILMS	20
FIGURE IV.4 : MODELE DE FORMATION D'UN BIOFILM PAR PSEUDOMONAS AERUGINOSA	21
FIGURE IV.5 : MODELE DE DEVELOPPEMENT D'UN FILM BACTERIEN.....	21
FIGURE IV.6 : COURBE DE CROISSANCE MICROBIENNE DANS UN SYSTEME FERME	23
FIGURE IV.7 : SCHEMA DE PRINCIPE DE LA NUTRITION BACTERIENNE	26
FIGURE VI.1 : REPRESENTATION DU SYSTEME A ETUDIER PAR LA METHODE DES PLANS D'EXPERIENCES	33
FIGURE VI.2 : CONSTRUCTION D'UN PLAN D'EXPERIENCE	37
FIGURE VII.1.1 : SCHEMA GENERAL DU BIOREACTEUR	45
FIGURE VII.1.2 : ETUDE DE L'INFLUENCE DU SENS DE L'ÉCOULEMENT	46
FIGURE VII.1.3 : INFLUENCE DU SENS DE L'ALIMENTATION SUR LES COURBES DE PERCEE POUR $Q=5\text{ML/MN}$	48
FIGURE VII.1.4 : INFLUENCE DU SENS DE L'ALIMENTATION SUR LES COURBES DE PERCEE POUR $Q=10\text{ML/MN}$	48
FIGURE VII.1.5 : EVOLUTION DES COURBES DE PERCEE EN ALIMENTATION ASCENDANTE.....	49
FIGURE VII.1.6 : EVOLUTION DES COURBES DE PERCEE EN ALIMENTATION DESCENDANTE	49
FIGURE VII.2.1 : DISPOSITIVE EXPERIMENTAL.....	50
FIGURE VII.2.2 : PROCEDE DE FIXATION DES BACTERIES SUR LE CAG	53
FIGURE VII.3.1 : EVOLUTION DES COURBES DE PERCEE EN FONCTION DU DEBIT VOLUMIQUE	56
FIGURE VII.3. (2 ; 3) : VARIATION DES VOLUMES DE PERCEE ET DE SATURATION EN FONCTION DU DEBIT VOLUMIQUE	57
FIGURE VII.3. (4 ; 5) : VARIATION DE A_p ET A_p/M EN FONCTION DU DEBIT VOLUMIQUE	58
FIGURE VII.3. (6 ; 7) : VARIATION DE A_T ET A_T/M EN FONCTION DU DEBIT VOLUMIQUE	58

FIGURE VII.3.8 : EVOLUTION DES COURBES DE PERCEE EN FONCTION DE LA HAUTEUR DU BIOFILTRE.....	60
FIGURE VII.3. (9 ; 10) : VARIATION DES VOLUMES DE PERCEE ET DE SATURATION EN FONCTION DE LA HAUTEUR DU BIOFILTRE	61
FIGURE VII.3. (11 ; 12) : VARIATION DE A_p ET A_p/M EN FONCTION DE LA HAUTEUR DU BIOFILTRE	61
FIGURE VII.3. (13 ; 14) : VARIATION DE A_T ET A_T/M EN FONCTION DE LA HAUTEUR DU BIOFILTRE	62
FIGURE VII.3.15 : EVOLUTION DES COURBES DE PERCEE EN FONCTION DE LA CONCENTRATION INITIALE DU PHENOL	64
FIGURE VII.3. (16 ; 17) : VARIATION DES VOLUMES DE PERCEE ET DE SATURATION EN FONCTION DE LA CONCENTRATION INITIALE DU PHENOL.....	65
FIGURE VII.3. (18 ; 19) : VARIATION DE A_p ET A_p/M EN FONCTION DE LA CONCENTRATION INITIALE DU PHENOL	65
FIGURE VII.3. (20 ; 21) : VARIATION DE A_T ET A_T/M EN FONCTION DE LA CONCENTRATION INITIALE DU PHENOL	66
FIGURE VII.3.22 : EVOLUTION DE $\ln [(C_0/C)-1]$ EN FONCTION DU TEMPS POUR DIFFERENTS DEBITS VOLUMIQUE ; (H=6cm, $C_0=300\text{mg/l}$)	68
FIGURE VII.3.23 : EVOLUTION DE $\ln [(C_0/C)-1]$ EN FONCTION DU TEMPS POUR DIFFERENTES HAUTEURS DU BIOFILTRE ; (Q=5,5 ml/mn, $C_0=300\text{mg/l}$)	69
FIGURE VII.3.24 : EVOLUTION DE $\ln [(C_0/C)-1]$ EN FONCTION DU TEMPS POUR DIFFERENTES CONCENTRATIONS INITIALES DU PHENOL ; (Q=5,5 mg/l, H=8cm)	69
FIGURE VII.3.25 : EVOLUTION DE K_{TH} EN FONCTION DU DEBIT VOLUMIQUE	70
FIGURE VII.3.26 : EVOLUTION DE K_{TH} EN FONCTION LA HAUTEUR DU BIOFILTRE	71
FIGURE VII.3.27 : EVOLUTION DE K_{TH} EN FONCTION DE LA CONCENTRATION INITIALE DU PHENOL.....	72
FIGURE VII.3.28 : VARIATION DE (A_T/m ; A_0) EN FONCTION DU DEBIT VOLUMIQUE ; (H=6 cm, $C_0=300\text{mg/l}$)	73
FIGURE VII.3.29 : VARIATION DE (A_T/m ; A_0) EN FONCTION DE LA HAUTEUR DU BIOFILTRE; (Q=5,5 mg/l, $C_0=300\text{mg/l}$)	74
FIGURE VII.3.30 : VARIATION DE (A_T/m ; A_0) EN FONCTION DE LA CONCENTRATION INITIALE DU PHENOL ; (Q=5,5 mg/l, H=8cm)	74

LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU I.1 : IDENTIFICATION ET CARACTERISATION.....	2
TABLEAU I.2 : PROPRIETES PHYSIQUES DU PHENOL	2
TABLEAU I.3 : CAPACITES DE PRODUCTION, EN 2005	3
TABLEAU I.4 : PRINCIPAUX PRODUCTEURS, EN 2005.....	3
TABLEAU I.5 : PRINCIPALES UTILISATIONS DU PHENOL, EN 2006	4
TABLEAU I.6 : REJETS INDUSTRIELS DE PHENOL ET DE COMPOSES PHENOLIQUES TOTAUX.....	4
TABLEAU I.7 : EFFETS SYSTEMIQUES.....	6
TABLEAU III.1 : EVOLUTION DES IDEES EN MATIERE D'ADSORPTION	13
TABLEAU III.2 : CLASSEMENT ET CARACTERISTIQUES DES PORES	14
TABLEAU IV.1 : SOURCES DE CARBONE, D'ENERGIE ET D'ELECTRONS	25
TABLEAU VII.1.1 : VALEURS DES PARAMETRES RELATIFS A L'ADSORPTION POUR DIFFERENTS DEBITS VOLUMIQUES	47
TABLEAU VII.3.1 : VALEURS DES PARAMETRES RELATIFS A LA BIOSORPTION POUR DIFFERENTS DEBITS VOLUMIQUES	56
TABLEAU VII.3.2 : VALEURS DES PARAMETRES RELATIFS A LA BIOSORPTION POUR DIFFERENTES HAUTEURS DU BIOFILTRE	60
TABLEAU VII.3.3 : VALEURS DES PARAMETRES RELATIFS A LA BIOSORPTION POUR DIFFERENTES CONCENTRATIONS DU PHENOL.....	64
TABLEAU VII.3.4 : VALEURS DE K_{TH} POUR LES DIFFERENTS FACTEURS.....	70
TABLEAU VII.3.5 : VALEURS DE A_0 POUR LES DIFFERENTS FACTEURS.....	73
TABLEAU VII.4.1 : LIMITES DE VARIATION DES FACTEURS	76
TABLEAU VII.4.2 : RESULTATS EXPERIMENTAUX	77
TABLEAU VII.4.3 : MATRICE DE PLANIFICATION D'EXPERIENCES	78
TABLEAU VII.4.4 : MATRICE DE CALCUL DES EFFETS	79
TABLEAU VII.4.5 : ESTIMATIONS DES COEFFICIENTS.....	82

NOMENCLATURE

C_S : concentration du phénol au point de percée en (mg.L^{-1}) ;

C_P : concentration du phénol au point de saturation en (mg.L^{-1}) ;

C_0 : concentration initiale du phénol en (mg.L^{-1}) ;

C : concentration instantanée du phénol en (mg.L^{-1}) ;

V_P : le volume de percée en (L) ;

m : masse de charbon actif.

A_P : quantités éliminée par le lit au point de percée (mg).

A_P/m : quantités éliminée par le CAG au point de percée (mg).

A_T : quantités totale éliminée par le lit au point de percée (mg).

A_T/m : quantités totale éliminée par le CAG au point de percée (mg).

V_P : volumes de percée (mL).

V_S : volumes de saturation (mL).

K_{Th} : constante de la cinétique de la biosorption ($\text{mL.mn}^{-1}.\text{mg}^{-1}$) ;

A_0 : quantité éliminée, selon le modèle de Thomas (mg.g^{-1}) ;

X : quantité d'adsorbant dans le lit (g) ;

Q : débit volumique (mL.mn^{-1}) ;

INTRODUCTION

Depuis le milieu du XIXe siècle, les effets de l'industrialisation ont rompu le fragile équilibre du recyclage naturel des éléments. Le rejet brutal et massif de résidus toxiques dans l'environnement a peu à peu conduit à la dégradation de l'environnement en général et concerne tous les milieux (eau, air et sol) [1].

« Sans eau il n'y a pas de vie possible ! » Nous sommes intimement liés à son existence quelque soit la forme qu'elle adopte : solide, liquide ou gazeuse.

L'histoire du développement industriel s'est construite en partenariat avec l'eau. Les usines sont toujours implantées au bord des rivières, canal ou mer pour des raisons de commodités diverses [2]. Parce que de nombreuses sortes de produits chimiques y sont dissoutes, l'eau est connue comme un solvant universel, cette propriété fait que sa contamination est inévitable.

Une gamme importante de technologies physico-chimiques est disponible pour décontaminer l'eau. Ces traitements, souvent très coûteux, induisent d'importantes modifications des propriétés du milieu, ce qui a incité à développer des méthodes biologiques curatives. L'action des micro-organismes dans le traitement de l'eau relève d'une constatation ancienne, mais l'importance de ce rôle n'est réellement apparue qu'au début du XXe siècle [1].

En vue de la réduction, voire de l'élimination de ces substances toxiques, notre travail consiste à étudier l'influence de certains paramètres opératoires dans l'élimination des constituants organiques en général et le phénol en particulier par une adsorption/biodégradation. Cette matière organique peut en effet devenir très dangereuse lorsque sa présence dans l'eau prend des proportions alarmantes et qu'elle dépasse le seuil de tolérance.

Le but de cette étude est d'apporter une modeste contribution quant à la réduction ou l'élimination d'une fraction de la pollution organique générée par l'activité humaine. Elle consiste en la détermination de conditions adéquates à l'élimination du phénol ; elle se compose de trois parties.

La première, porte sur l'usinage d'une colonne en verre à double paroi (bioréacteur) selon des spécificités bien définies et la mise au point des conditions de fonctionnement.

La deuxième, porte sur l'élimination du phénol par un biosorbant obtenu à partir de charbon actif en grainsensemencé par des bactéries -*Pseudomonas aeruginosa* - en système continu, ceci n'est autre que la mise en œuvre du traitement biologique associé au procédé d'adsorption connu sous le terme de « biosorption ».

La troisième, porte sur la quantification de l'influence des différents paramètres opératoires qui permet d'établir un modèle mathématique régissant la biosorption du phénol au sein du bioréacteur.

I.1. DEFINITION

Le phénol, appelé aussi hydroxybenzène, est un composé aromatique portant une fonction hydroxyle liée à un groupe phényle [3 ; 4].

Tableau I.1 : Identification et caractérisation [5 ; 6].

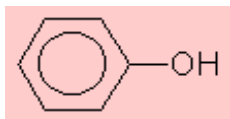
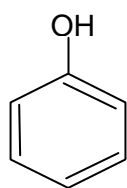
Phénol	Formule brute	Forme physique
	C_6H_6O	Solide blanc et cristallin

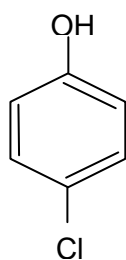
Tableau I.2 : Propriétés physiques du phénol [5 ; 6].

Paramètres	Valeur
Masse molaire	94,11 g.mol ⁻¹
Température de fusion	40,5 °C
Température de vaporisation	181,8 °C
Solubilité	9,8 g/100 ml d'eau
Densité	1,07
Température d'auto-inflammation	715 °C

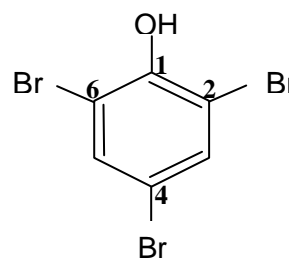
On nomme d'habitude les phénols en les considérant comme des dérivés du composé de base [7].



Phénol



p-chlorophénol



2,4,6 tribromophénol

I.2. ORIGINE DU PHENOL

Dès le début du XIX^e siècle, les chimistes avaient réussi à isoler le phénol des huiles moyennes du goudron de houille. En raison de la nature du procédé d'extraction, on considérait ce composé comme un acide ; il fut appelé d'abord acide carbolique, puis acide phénique. C. F. Gerhardt proposa de l'appeler «phénol», nom qui a, peu à peu, détrôné celui d'acide phénique, encore partiellement en usage en 1930 [4].

Toutefois la production du phénol à partir de goudrons, des eaux de cokerie et des eaux résiduaires de craquage va en diminuant par rapport à la production du phénol par synthèse [8].

I.3. PROCÉDES DE FABRICATION DU PHENOL

De nombreux procédés de fabrication du phénol ont été mis au point [8], mais seuls deux sont mis en œuvre industriellement [5].

- La méthode de Hock qui comporte trois phases :
 - Alkylation du benzène avec du propène pour former de l'isopropylbenzène ;
 - Oxydation du cumène qui donne naissance à du tert-hydroperoxyde ;
 - Séparation en phénol et acétone.
- La méthode "Dow" qui consiste en une oxydation du toluène pour former de l'oxyde benzoïque suivie d'une décarboxylation oxydante permettant d'obtenir du phénol.

I.4. UTILISATION DU PHENOL

Environ huit millions de tonnes de phénol sont utilisées dans le monde annuellement [9]. Cependant, le plus grand intérêt de la plupart des phénols naturels ou des phénols synthétiques réside dans leur emploi comme intermédiaires de synthèse : parfums, colorants, produits pharmaceutiques et phytosanitaires, fibres synthétiques, résines thermodurcissables, etc. [3].

Tableau I.3 : Capacités de production, en 2005, en 10^3 tonnes.an⁻¹ [9].

Etats-Unis	2 300
Japon	920
Allemagne	880
Chine	520
Italie	460
Russie	240
France	160

Tableau I.4 : Capacités de production de phénol des principaux producteurs, en 10^3 tonnes.an⁻¹, en 2005 [9].

INEOS PHENOL(Royaume-Uni)	1 600
Sunoco (Etats-Unis)	840
Mitsui (Japon)	750
Shell (Allemagne)	540
Novacap (France)	395
General Electric (Etats-Unis)	320
Dow Chemical (Etats-Unis)	250

Tableau I.5 : Principales utilisations du phénol, en 2006 [9].

Produits	Monde
Bisphénol A et oxyde de polyphénylène (pour résines époxy et polycarbonate)	43%
Résines phénoliques (matériaux composites)	28%
Intermédiaires pour fibres (caprolactame, cyclohexanol et cyclohexanone)	12%
Aniline	2%

I.5. PRINCIPALES SOURCES DES REJETS PHENOLES

Le phénol et les autres composés phénoliques susceptibles de se rencontrer dans les eaux sont généralement d'origine industrielle [10]. Nous pouvons citer les industries pétrochimiques, les usines de cokéfaction, de la combustion du bois et du tabac [3 ; 5].

Tableau I.6 : Rejets industriels de phénol et de composés phénoliques totaux, en 1996¹ [11].

SECTEUR INDUSTRIEL	REJETS (TONNES)			
	Atmosphère	Eau	Autres milieux ²	Rejets totaux
Pates, papiers et bois	205.6	44.3	6.5	256.4
Minéraux (non métalliques)	62.7	0.0	1.3	64.0
Chimie	22.9	0.0	15.4	38.3
Acier et métaux	23.3	9.2	2.0	34.5
Raffinage du pétrole	1.8	5.0	6.5	13.3
Autres ³	5.5	0.0	2.7	8.2
Total	321.8	58.5	34.4	414.7

1. Enquête auprès de l'industrie canadienne (Environnement Canada, 1997).
2. Les effluents industriels envoyés dans les stations municipales de traitement des eaux usées, en décharge, en injection en puits profonds et à l'épandage sur les terres agricoles.
3. Le secteur du textile, des équipements de transport, de la machinerie et de l'équipement industriel.

I.6. COMPORTEMENT DANS L'ENVIRONNEMENT

✓ Solubilité dans l'eau

La présence du phénol dans la nappe phréatique a pour effet la pollution de l'eau potable. Elle lui donne un goût qui la rend impropre à la consommation [6].

✓ Mobilité dans les sols

Le phénol serait mobile à moyennement mobile dans les sols où il subit une dégradation microbienne aérobie ou anaérobie, de sorte que l'effet d'accumulation reste limité [5 ; 6].

✓ Dans l'atmosphère

Les vapeurs de phénol forment des mélanges explosifs sous l'effet de la chaleur. Le phénol s'oxyde à l'air, et ce processus d'oxydation est accéléré par la lumière ou par des impuretés à effet catalytique [6].

I.7. TOXICITE DU PHENOL

✓ Persistance

La biodégradabilité des phénols naturels est généralement très bonne, de sorte qu'une accumulation dans la flore ou la faune est peu probable. En revanche, la biodégradation des phénols synthétiques est plus faible, car nombre d'entre eux ont une action bactéricide. Plus les phénols contiennent d'atomes de chlore ou d'azote, plus leur toxicité est forte. La substance est toxique pour les organismes aquatiques [6 ; 12].

✓ Chez l'homme

Le phénol est rapidement absorbé par toutes les voies d'exposition. Il est rapidement distribué dans tous les tissus. Les organes cibles sont le cerveau et les reins. Les principaux symptômes d'une intoxication par ingestion d'eau de boisson contaminée par du phénol sont des diarrhées, des inflammations et des brûlures buccales ainsi que la présence d'urines colorées en noir. Dans l'organisme humain, le phénol est éliminé par voie urinaire après oxydation ou liaison conjuguée avec l'acide sulfurique ou l'acide gluconique [5 ; 6].

✓ Chez l'animal

Chez le rat, le porc et le mouton, lors d'exposition aiguë, la mort survient le plus souvent suite à une dépression du système nerveux central [5].

Tout comme chez l'homme, des irritations cutanées sont rapportées lors de l'exposition au phénol. Il s'agit d'érythèmes, d'inflammation, de décoloration, d'eczéma, de papillomes et de nécrose [5].

Tableau I.7 : Effets systémiques [5].

Substance Chimique	Voies d'exposition	Taux d'absorption		Organe cible
		Homme	Animal	Principal
Phénol	Inhalation	70 à 80 %	95 %	Poumon, cœur, rein, foie
	Ingestion			Cardio-vasculaire
	Cutanée			Cardio-vasculaire Peau

I.8. ASPECTS REGLEMENTAIRES

I.8.1. Normes et objectifs pour l'eau potable ($\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$) [13] :

Paramètre	CEE	O.M.S. européenne	O.M.S. internationale	
	CMA		CMA	Norme
Phénol	0.5	1	2	1

CMA : Concentration Maximale Admissible.

I.8.2. Critères de qualité pour les eaux brutes ($\text{g}\cdot\text{m}^{-3}$) [13] :

Paramètre	CEE		A.W.W.A
	Préconisé	Obligatoire	Autorisé
Phénol	0.01	0.1	0.001

A.W.W.A : American Water works Association

I.8.3. Réglementation algérienne :

Elle suit généralement la norme de l'O.M.S.

Selon l'importance de la pollution, différents procédés peuvent être mis en œuvre pour l'épuration des eaux résiduaires phénoliques en fonction des caractéristiques de celles-ci et du degré d'épuration souhaité [14]. Les procédés de traitement des rejets d'eaux phénoliques se répartissent en deux grandes catégories :

- 1/ Le produit peut être traité dans le but d'une éventuelle récupération si le volume de rejet par jour est élevé et si les conditions techniques sont présentes.
- 2/ Elle permet leur destruction. Pour les petites exploitations où le volume n'atteint que quelques mètres cubes par jour, la récupération n'est pas rentable.

Pour atteindre les objectifs d'une eau épurée qui satisfait aux normes de rejet édictées par la législation [14], nous disposons de trois groupes de techniques séparées ou utilisées en combinaison :

- Le traitement chimique.
- Le traitement physique.
- Le traitement biologique.

II.1. TRAITEMENTS CHIMIQUES ET PHYSICO-CHIMIQUES

L'addition d'un réactif chimique peut transformer une substance indésirable en un composé inoffensif, ou la piéger dans une composition chimique qui la précipitera facilement [14] ; les phénols sont oxydés par le peroxyde de chlore [15].

✓ **Traitement par l'ozone** : l'ozone est un gaz oxydant qui convient parfaitement au traitement de l'eau, car il peut entrer en réaction avec un grand nombre de substances. Son agressivité dépend du pH.

Dans un milieu alcalin, l'ozone se décompose catalytiquement par les ions d'hydroxydes en divers radicaux, parmi lesquels le radical hydroxyle (OH) est le principal. Celui-ci attaque presque tous les carbures avec une cinétique élevée [14].

✓ **Traitement par l'ozone + U.V** : des travaux effectués par plusieurs auteurs [16] ont montré que l'association ozone + U.V est plus performante pour l'élimination des composés phénoliques que par l'ozone seul.

Une réaction en chaîne est activée par les photons U.V qui décomposent l'ozone en une molécule d'oxygène libre et un oxygène radicalaire, ce dernier réagit avec l'eau pour donner des radicaux hydroxylés OH[•], qui réagissent très vite avec le phénol.

II.2. TRAITEMENTS PHYSIQUES

✓ **Procédé à membrane** : le but de ce procédé est de retenir côté concentrât les matières dissoutes dans l'eau brute (sels, impuretés organiques, métaux lourds) pour obtenir un perméat qui n'en contienne plus [14].

✓ **Dégazage physique** : le stripping, ou désorption, est une opération par laquelle un soluté gazeux est chassé de l'eau par l'action d'un autre gaz appelé gaz laveur (air, vapeur d'eau, gaz carbonique, gaz naturel, etc.). Effectué à température ambiante ou à des températures supérieures à 100°C (en utilisant la vapeur d'eau comme gaz laveur), le stripping réalisé dans des colonnes à garnissage concerne essentiellement l'élimination des phénols volatils [14].

✓ **Extraction liquide-liquide** : cette technique est mise en œuvre dans certains cas pour l'élimination et la récupération de rejets organiques toxiques au moyen d'un solvant non miscible à l'eau (benzol, acétate de butyle). On extrait de cette dernière le polluant ou certaines substances ayant une valeur commerciale qui s'y sont dissous. Cette technique, peu pratiquée, trouve une application dans l'épuration de rejets particulièrement concentrés en composés phénolés [14].

Les procédés conventionnels de précipitation, d'échange d'ions, électrochimique et/ou membranaire sont communément appliqués au traitement des effluents industriels. Cependant, l'application de tels procédés est parfois restreinte par des contraintes techniques ou économiques [17].

✓ **Adsorption sur charbon actif** : l'adsorption sur charbon actif est un procédé de plus en plus employé pour le traitement des eaux résiduaires, surtout pour éliminer les micropolluants toxiques. Le charbon actif peut être ajouté à l'eau à traiter sous forme de poudre, ou bien l'eau passe à travers des colonnes remplies de charbon actif en grains. Dans une colonne, le charbon est constamment en contact avec la solution, et la vitesse d'adsorption dépend de la concentration des substances à éliminer [14].

II.3. TRAITEMENT BIOLOGIQUE

Ce type de traitement reproduit certaines réactions biologiques du milieu naturel. A l'inverse d'autres procédés n'agissant qu'en concentrateurs de pollution, elle permet la transformation des corps indésirables, notamment de la pollution organique dissoute. Le traitement biologique constitue le mode classique d'épuration de la pollution organique carbonée et azotée [14].

II.3.1. Définition des phénomènes biologiques

L'épuration biologique des eaux usées peut s'effectuer par voie aérobie ou anaérobie, c'est la première de ces techniques qui est universellement utilisée par suite de sa supériorité évidente, tout au moins pour de faibles concentrations polluantes des effluents à traiter. Du fait du caractère beaucoup plus exothermique du métabolisme aérobie, le processus est plus rapide et plus complet, avec comme contrepartie, la production d'une masse cellulaire beaucoup plus importante.

Les techniques d'épuration biologique reposent sur les conditions qui permettent aux flores microbiennes de se développer pour assurer la dégradation des matières organiques polluantes (à condition cependant qu'elles soient biodégradables) dans la mesure où elles servent d'aliments aux bactéries.

Selon l'oxydation qui se produit, la nature des produits de dégradation élémentaires ou déchets sera différente : CO_2 , H_2O , NH_3 , ou NO_3 en aérobiose ; CO_2 , CH_4 et acides gras en anaérobiose [14].

II.3.2. Mécanisme de la biodégradation du phénol

a) En aérobiose

Plusieurs bactéries et champignons aérobies peuvent utiliser le phénol comme source unique de carbone et d'énergie, nous pouvons citer : les *Pseudomonas*, *Vibrions*, *Enterobacteries* [18].

Les *Pseudomonas* figurent parmi les bactéries pouvant dégrader le phénol jusqu'à des concentrations initiales au-delà de 1000 ppm [19], sur une collection de 700 bactéries, les *Pseudomonas* étaient le groupe le plus abondant, dont 48 souches sélectionnées de liquide ou de suspension solides pour leur réponse physiologique à l'identification du polluant phénolique [18].

Une voie métabolique typique de la dégradation du phénol est celle de l'hydroxylation du cycle aromatique pour obtenir un dérivé du catéchol, puis le cycle est ouvert par ortho ou par méta comme illustré dans la figure II.1 [20].

Pseudomonas aeruginosa est capable d'oxyder rapidement le catéchol et bien d'autres composés de ce groupe [18 ; 20].

Pseudomonas putida utilise le phénol par la voie méta. Dans la voie méta, le 2,3 dioxigénase est un système d'induction où le phénol peut jouer le rôle d'inducteur [21].

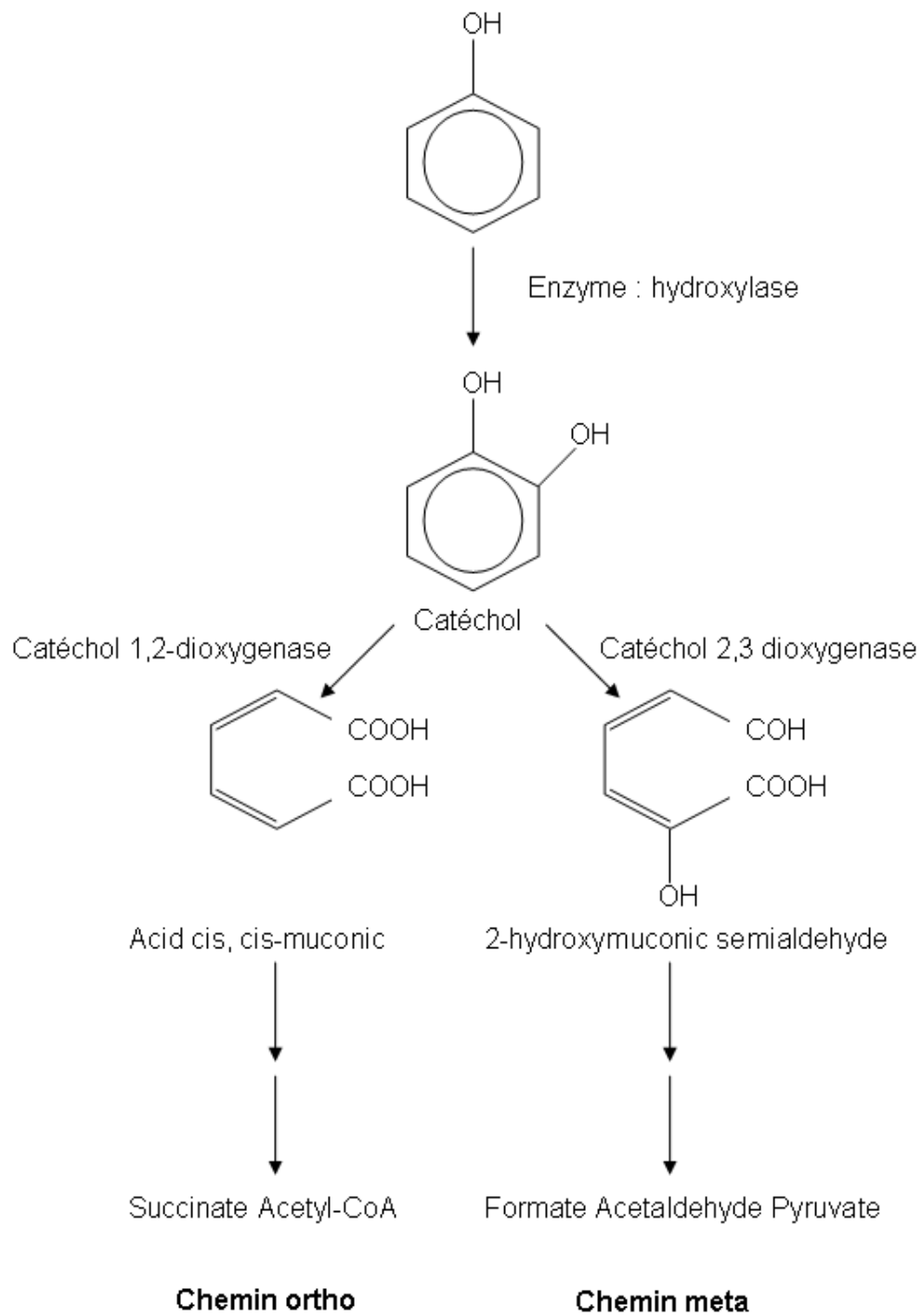


Figure II.1 ■ Voies métaboliques du phénol

b) En anaérobiose

Les méthodes de culture anaérobies nécessitent une longue phase d'adaptation contrairement aux conditions aérobies [22].

Une étude a été réalisée pour déterminer le potentiel de dégradation du phénol. Il a été procédé à la purification d'une bactérie capable de faire les premières étapes de la dégradation du phénol [23], soit sa carboxylation en 4-hydroxybenzoate et la déhydroxylation de ce dernier en benzoate [23 ; 24 ; 25].

Du point de vue plus pratique, des travaux ont permis de développer un procédé anaérobie (réacteur à film fixe) pour le traitement d'effluents industriels contenant du phénol. Il a été démontré qu'il est ainsi possible de rendre les effluents pétrochimiques conformes aux normes de rejets [23].

D'autres méthodes biologiques font l'objet de travaux de recherches pour l'élimination du phénol et de ses dérivés. Certaines plantes aquatiques ont la capacité de déplacer des produits chimiques en les métabolisant, en les évaporant ou en les dégradant. Il faut, toutefois, rester à des concentrations inférieures aux seuils de toxicité des espèces employées [26].

L'adsorption est l'un des moyens de traitement le plus efficace pour éliminer les matières organiques des eaux polluées [27 ; 28].

III.1. DEFINITION

L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des molécules dissoutes ou dispersées se fixent sur les surfaces de corps solides appelés adsorbants [13].

L'adsorption est différenciée en deux catégories selon la nature des interactions qui retiennent l'adsorbat à la surface [13 ; 29] :

III.1.1. Adsorption physique (ou physisorption)

Dans ce cas, des forces électriques appelées forces de Van der Waals agissent entre le composé adsorbé et l'adsorbant. Ce processus dégage une chaleur entre 8 et 21 KJ.mol⁻¹ [13].

III.1.2. Adsorption chimique (ou chimisorption)

Un lien chimique s'établit entre la substance adsorbée et l'adsorbant. Des modifications ont lieu dans les structures moléculaires, libérant une énergie comprise entre 40 et 200 KJ.mol⁻¹ [13].

III.2. FACTEURS INFLUENÇANT LE PHENOMENE D'ADSORPTION

Différents paramètres influent sur l'évolution du phénomène d'adsorption, à savoir : la nature de l'adsorbant, la nature de l'adsorbât, la surface spécifique [30], les facteurs physiques (la température, le temps de contact ainsi que le pH) [13] ont une influence importante sur le phénomène d'adsorption.

III.3. DIFFERENTES SORTES D'ADSORBANTS

- Adsorbants à faible capacité : scories, cendres, etc., ne sont pas régénérés [31] ;
- Adsorbants à haute capacité : différentes marques de charbon actif, gel de silice, résines synthétiques macroporeuses, etc., sont régénérables [31].

III.4. ADSORPTION SUR CHARBON ACTIF

Les charbons actifs sont des substances de grand intérêt, leurs propriétés sorptives sont utilisées pour purifier des solutions liquides ou gazeuses [32]. L'utilisation du charbon actif a évolué au cours du temps, sa grande porosité et sa surface spécifique importante lui accordent un pouvoir d'adsorption très étendu [33].

Ses applications chronologiques sont résumées dans le tableau III.1 [13].

Tableau III.1 : Evolution des idées en matière d'adsorption.

Utilisation du charbon actif	
Déchloration	Depuis 1930
Elimination du gout et des odeurs	Depuis 1955
Elimination des matières organiques	Depuis 1970
Filtration biologique	Depuis 1976

III.4.1. Structure du charbon actif

La texture du charbon actif se présente sous la forme d'un empilement de couches planes d'atomes de carbones ordonnés. Cette structure définit des pores à l'intérieur de la particule de charbon qui sont classés en trois catégories différentes représentées sur la figure III.1 [33].

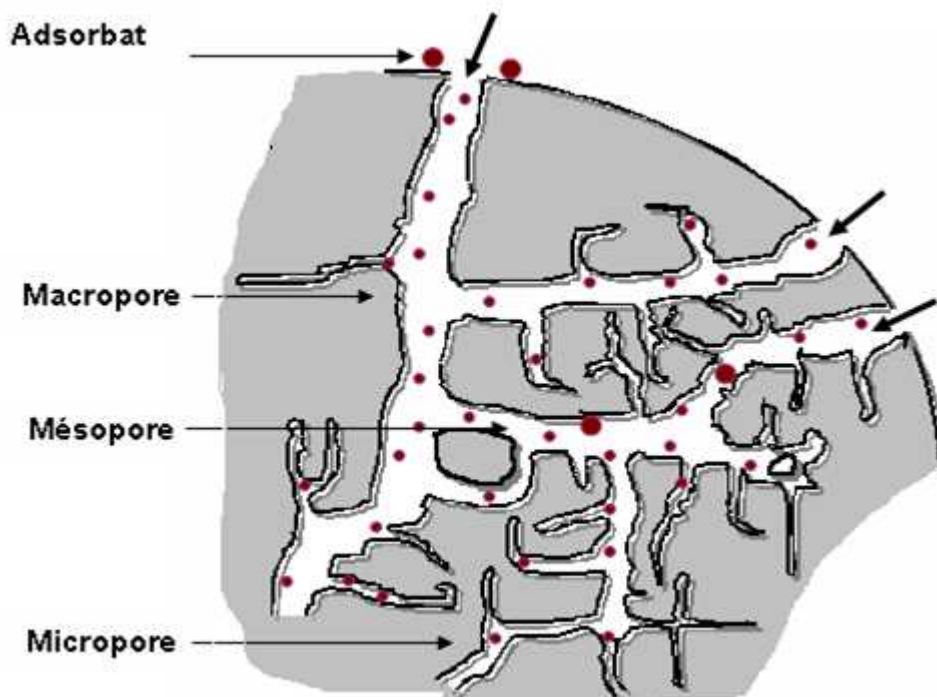


Figure III.1 ■ Schématisation de la structure du charbon actif

Selon l'Union Internationale de la Chimie Pure et Appliquée (IUPAC), les pores des charbons actifs sont classés dans trois groupes [34].

Tableau III.2 : Classement et caractéristiques des pores [33].

	Macropore	Mésopore	Micropore
Rayon (nm)	50 – 100	1.8 – 2	< 1.8
Volume (mL.g ⁻¹)	0.2 – 0.8	0.02 – 0.1	0.15 – 0.5
Surface massique (m ² .g ⁻¹)	0.5 – 2	25 – 75	95% surface totale

La surface spécifique est la caractéristique essentielle pour permettre l'adsorption des solutés, elle est de l'ordre de 500 à 1500 m² par gramme de charbon, les micropores représentant jusqu'à 95% de la surface totale du charbon, sont les lieux d'adsorption [33].

III.4.2. Phénomène d'adsorption

Ce processus comporte plusieurs étapes [33] :

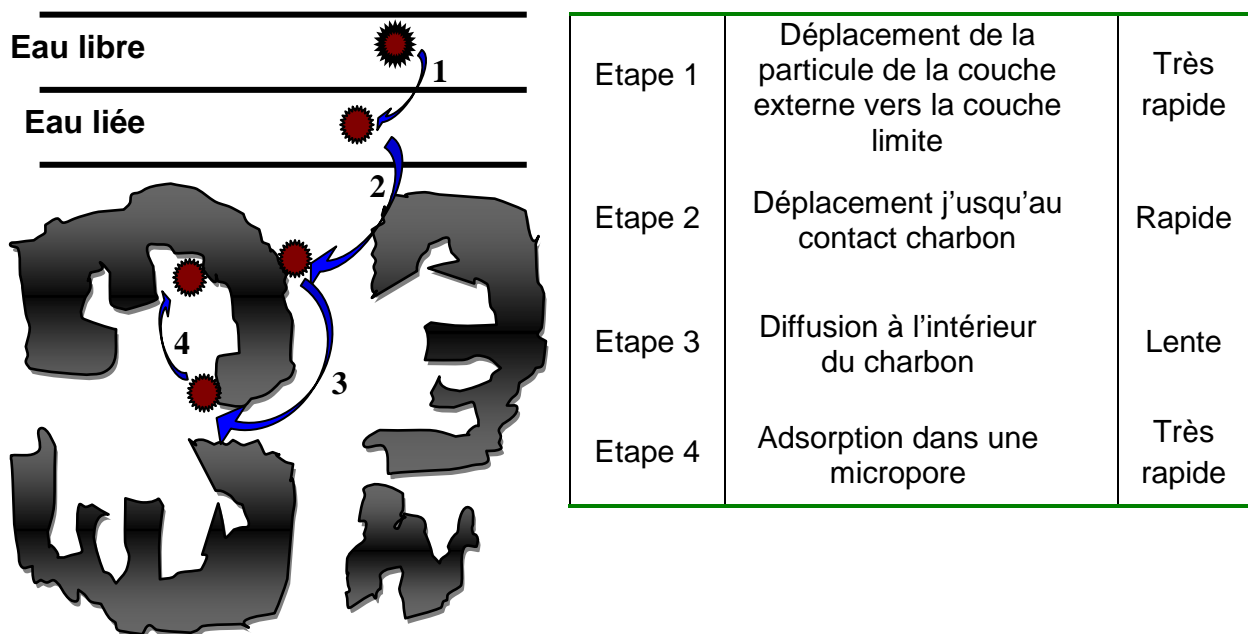


Figure III.2 ■ Etapes de transfert d'un soluté lors de son adsorption

III.4.3. Filtration sur charbon actif granulaire

L'élimination des micropolluants organiques et de la matière organique est l'enjeu majeur de l'emploi du charbon actif granulaire. Ceci est particulièrement le cas lorsque les sources d'eau sont fortement polluées. L'efficacité d'un charbon dépend de sa nature (densité et mouillabilité, taille des particules, distribution et forme, résistance à l'abrasion), des caractéristiques du micropolluant (taille, solubilité) et des conditions hydrauliques de filtration [13 ; 33].

III.4.4. Régénération du charbon actif granulaire

Au fur et à mesure que des molécules sont adsorbées, l'aptitude du charbon à adsorber s'amenuise. La régénération consiste à désorber la matière fixée et restaurer, autant que possible, la capacité d'adsorption du charbon [13].

a) Régénération chimique

Elle implique plusieurs lavages du charbon usagé. Dans le cas des phénols, un lavage à la soude caustique a pour but, d'une part, de les désorber, d'autre part, de les transformer en ions phénates moins adsorbables et, enfin, les évacuer. Le charbon, pour lequel la régénération est fructueuse, est réutilisable immédiatement [13].

b) Régénération thermique

Elle demeure la méthode la plus répandue. Dans cette méthode, l'eau et les composés organiques volatils sont évaporés et les produits organiques restants sont carbonisés. La réactivation a lieu ensuite par introduction d'eau sous une atmosphère légèrement oxydante [13].

c) Régénération biologique

En conditions aérobies, les bactéries sont capables de minéraliser la matière organique adsorbée sur la surface du charbon.

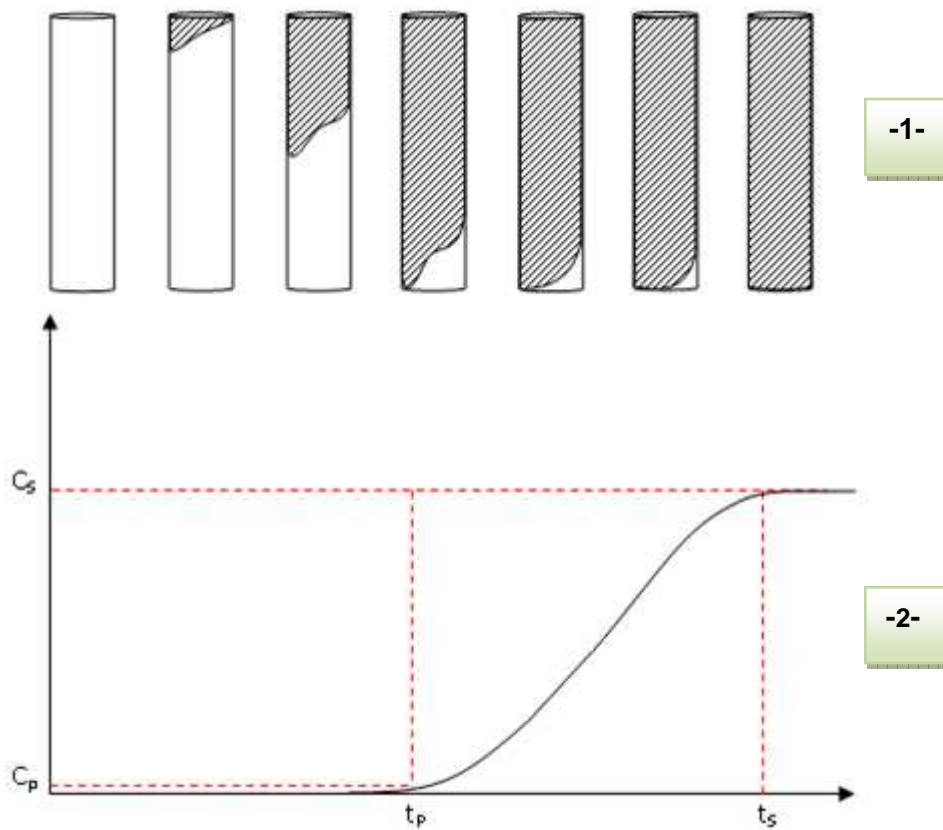
La régénération biologique est fondée sur deux principes :

- ✓ L'existence d'une vie biologique et bactérienne à la surface du charbon actif et la possibilité d'une désorption de solutés initialement adsorbés ;
- ✓ Le maintien, dans les filtres de charbon actif granulaire, d'une partie de la population bactérienne en présence de fortes concentrations de chlore dissous [13].

IV.1. ADSORPTION DYNAMIQUE

La plus grande partie des opérations d'adsorption se fait en continue, soit en lit fixe, soit en lit mobile. Ces opérations consistent à faire passer un effluent dans une colonne garnie de charbon actif et de récupérer à sa sortie un effluent traité.

La dynamique d'adsorption peut être visualisée en termes de zone d'adsorption active qui se déplace le long de la colonne en laissant derrière elle une zone de saturation schématisée par la figure IV.1 [35].



**Figure IV.1 ■ -1- Progression du front de la ZTM à travers un lit d'adsorbant
-2- Evolution de la concentration à la sortie du lit**

Avec :

- C_p : concentration en point de percée. Elle est prise habituellement comme concentration maximale de rejet : $0,05.C_0$.
- C_s : concentration en point de saturation ; elle est comprise entre $0,75$ et $0,95$ de C_0 .

Ce concept a été appliqué aux lits d'adsorbants par Lukchis [36]. Cette méthode de traitement des courbes de concentrations en fonction du temps, appelée communément courbe de percée est simple et efficace, elle permet d'exploiter rapidement les résultats obtenus et de trouver des corrélations pour les systèmes d'adsorption dynamique.

L'application de cette méthode nécessite la vérification de certaines hypothèses :

- Un lit uniforme ;
- Un débit volumique et une concentration uniformes pour la phase liquide ;
- Pas de changement de phase ;
- Une énergie d'adsorption négligeable ;
- Pas d'interaction entre les molécules adsorbées.

IV.1.1. Capacité d'élimination de l'adsorbant au temps de percée

Elle mesure la quantité de soluté éliminée au point de percée par unité de masse d'adsorbant. Elle est donnée par la relation:

$$\frac{A_P}{m} = \frac{\int_0^{V_P} (C_0 - C) dv}{m} \quad (1)$$

IV.1.2. Capacité d'élimination de l'adsorbant au point de saturation

Elle mesure la quantité de soluté éliminée au point de saturation par unité de masse d'adsorbant. Elle est donnée par la relation :

$$\frac{A_S}{m} = \frac{\int_0^{V_S} (C_0 - C) dv}{m} \quad (2)$$

Où :

- V_S : volume d'effluent collecté au point de saturation, $V_S = Q.t_S$;
- V_P : volume d'effluent collecté au point de percée, $V_P = Q.t_P$;
- C_0 : concentration initiale de soluté (mg.L^{-1}) ;
- C : concentration au temps t de soluté (mg.L^{-1}).

IV.2. LA BIOSORPTION

La biosorption a fait l'objet de plusieurs travaux de recherche au cours des dernières années et représente une alternative intéressante pour le traitement de divers types d'effluents industriels aqueux [17 ; 37]. Le développement actuel de cette technique vise à réaliser simultanément, dans le même ouvrage, le processus biologique de dégradation par la biomasse épuratrice et la filtration par adsorption de l'effluent à traiter.

IV.2.1. Réacteurs à biomasse fixée (Procédé du type lit bactérien)

Le traitement biologique d'une eau usée s'effectue dans une sorte de réacteur où l'on met en contact des micro-organismes épurateurs avec l'eau à épurer [14]. Des recherches récentes ont abouti à la mise au point de procédés biologiques à biomasses fixées sur milieux granulaires : les biofiltres [38].

Ce sont les hygiénistes anglais, tels Sir E. Franklin, qui, les premiers, dans les années 1880, ont cherché à intensifier et accélérer le phénomène naturel d'auto-épuration. Le premier procédé développé, installé en 1893 en Angleterre par J. Corbett, et appelé « lit bactérien » [39].

➤ Mécanismes de l'élimination de la pollution par voie aérobie

Des bactéries aérobies se fixent naturellement sur un garnissage poreux, qui leur sert de support, à travers lequel on fait ruisseler l'eau à traiter [38 ; 39]. L'oxygène nécessaire à la respiration des bactéries est apporté par insufflation [40]. La pollution contenue dans l'eau et l'oxygène de l'air diffusent à travers le film biologique jusqu'aux micro-organismes épurateurs tandis qu'inversement les sous produits et le dioxyde de carbone s'éliminent dans les fluides en circulation [38].

On peut représenter un élément de lit bactérien, avec le mouvement de divers composés (figure IV.2) [41 ; 42].

En ruisselant, l'eau à épurer forme un film liquide qui sera traversé par l'oxygène venant de l'air, et par le CO₂ formé dans la biomasse.

Comme la migration du substrat est environ 3 à 5 fois plus lente que celle de l' O_2 , on pourra obtenir trois couches dans le biofilm, de l'extérieur vers l'intérieur :

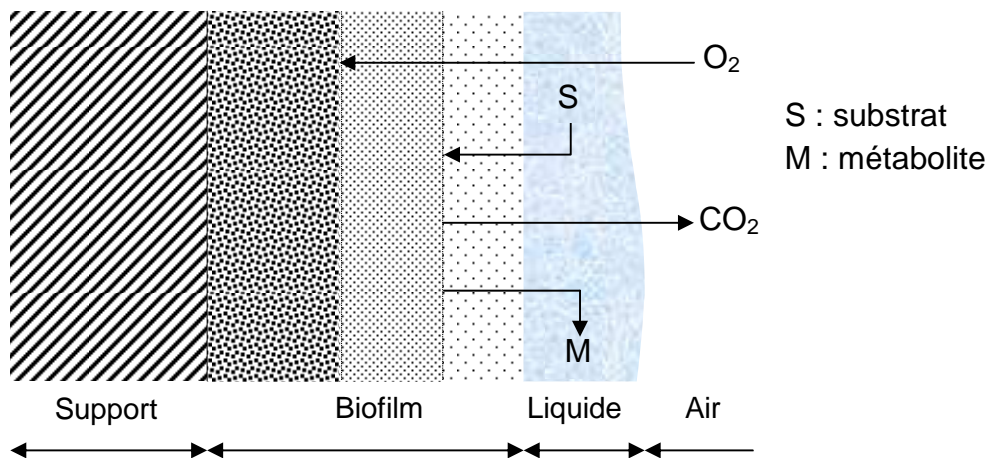


Figure IV.2 ■ Élément de lit bactérien

- Couche aérobie recevant du substrat, en croissance ;
- Couche aérobie ne recevant pas du substrat, non en croissance mais en respiration endogène ;
- Couche anaérobie, ne recevant ni oxygène, ni substrat, en fermentation.

Cette troisième couche prend une teinte noire et devient fragile à cause des bulles de gaz qui s'y forment. Finalement le film entier se détache par lambeaux, entraînés dans le courant liquide, et le support dénudé est à nouveau colonisé. Ce phénomène qui permet à l'épaisseur du biofilm de se régulariser automatiquement est appelé l'autocurage. La migration lente du substrat est le facteur limitant du processus d'épuration. Il est donc inutile de rechercher la formation de films épais, et de nombreux essais ont montré que l'épuration était fonction de la surface exposée, et non du poids de biomasse (qui d'ailleurs reste lui aussi constant, grâce à l'autocurage) [41 ; 42].

IV.2.2. Cultures bactériennes fixées

La plupart des micro-organismes favorise un mode de vie où la population bactérienne se trouve fixée sur un support plutôt que libre et isolée dans le milieu environnemental.

L'attachement sur une surface est une « stratégie de survie » qui permet à la bactérie de s'installer et de coloniser un environnement. Après attachement, les bactéries vont mettre en place et développer une communauté organisée à laquelle William Costerton a donné le nom de « biofilm » [43].

➤ Les biofilms



Figure IV.3 ■ Bactéries et Biofilms [44]

Le biofilm se définit comme une population bactérienne adhérente à une surface et enrobée d'une matrice d'exopolysaccharide. Ces rassemblements de bactéries conduisent à la formation de micro-colonies dont la différenciation mène à l'élaboration du biofilm. La matrice d'exopolysaccharide, essentiellement l'alginate pour *Pseudomonas aeruginosa*, représente quelque 85% du volume total. Cette matrice renforce la structure du biofilm tout en lui conservant une grande plasticité. Au sein du biofilm, les micro-colonies sont séparées par des canaux aqueux qui forment un réseau de circulation permettant, d'une part, d'acheminer l'oxygène et les nutriments dans les régions enfouies du biofilm, et, d'autre part, d'évacuer les déchets [43].

L'utilisation de supports fixes permet le développement d'une microflore à la surface du support sous forme de pellicules membraneuses très riches en colonies microbiennes. Cette structuration permet de séparer facilement les micro-organismes de l'eau traitée et de maintenir le temps de séjour de la biomasse plus long, ainsi de maintenir une concentration élevée en micro-organismes actifs dans le procédé [38 ; 45].

➤ Formation des biofilms

Souvent, les bactéries communiquent entre elles et peuvent coopérer grâce à des signaux dépendants de la densité et ne performant certaines activités particulières que lorsqu'un seuil de densité de population est atteint. Ce phénomène est appelé « perception du quorum » [46]. Ce système de communication bactérienne a été retrouvé chez d'autres bacilles à Gram négatif comme *Pseudomonas aeruginosa*. Chez *Pseudomonas aeruginosa*, le Quorum-sensing amplifie et coordonne l'expression de gènes par activation de leur transcription [47].

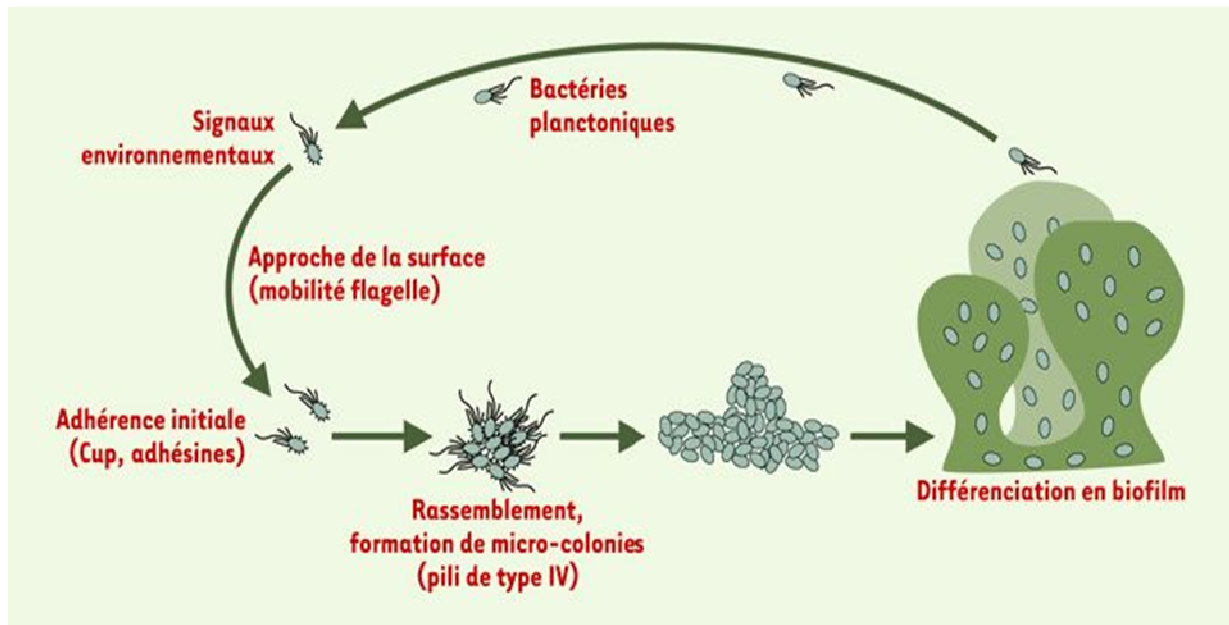


Figure IV.4 ■ Modèle de formation d'un biofilm par *Pseudomonas aeruginosa* [43]

La mise en place d'un biofilm s'effectue en quatre étapes [48] :

- a) Le transport des bactéries sur les surfaces ;
- b) L'adsorption, pratiquement instantanée ;
- c) L'adhésion due à différents types de forces qui interviennent entre la surface inerte et la cellule vivante (Van der Waals, électrostatiques) ;
- d) La colonisation qui peut durer de quelques heures à quelques mois en fonction des conditions dans lesquelles se trouvent les micro-organismes.

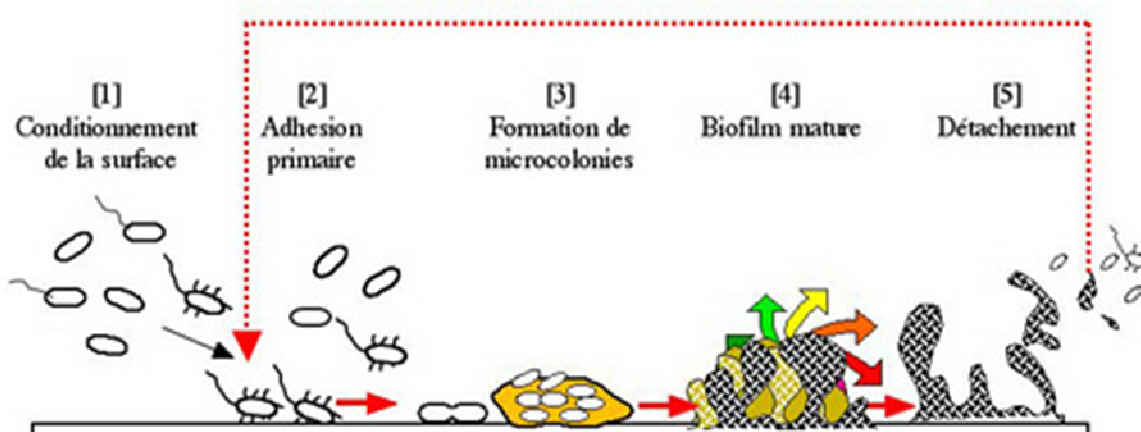


Figure IV.5 ■ Modèle de développement d'un film bactérien [49]

Le biofilm ainsi formé est le lieu privilégié des réactions biochimiques, on trouve en effet très peu de bactéries libres et actives dans la phase libre [50].

➤ Applications industrielles des biofilms

Traitement des eaux [51] :

- Potabiliser (dénitrification, dégradation des pesticides ...) ;
- Résiduaires urbaines (élimination C/N/P) ;
- Résiduaires industrielles ;
- Aquaculture.

IV.2.3. Processus du charbon actif biologique

L'élimination de la matière organique biodégradable fait appel aux phénomènes d'adsorption et de biodégradation. Cette bioélimination est rendue possible par la présence d'une biomasse colonisatrice et de la surface du charbon [41]. Bien que Le charbon actif soit un adsorbant, c'est aussi un milieu de fixation pour la croissance bactérienne. Les deux types du charbon actif, en poudre (CAP) ou bien en granulés (CAG), peuvent être utilisés dans le processus du charbon actif biologique [52]. On trouve des bactéries hétérotrophes de morphologie bacillaire gram- comme *Pseudomonase*, des bâtonnets gram+ de la famille *Bacillus*, quelques coques gram+ mais jamais de bactéries anaérobies strictes [41].

Cependant, en se basant sur les caractéristiques de l'eau d'alimentation et la nature du processus, les types appropriés pour le charbon actif sont sélectionnés. La plupart des CAG sont utilisés comme des lits filtrants fixés [52].

Les avantages du charbon actif biologique sont largement approuvés dans la recherche, notamment pour la stabilité du système [52].

D'après la littérature, la population bactérienne est maximale sur charbon actif après une utilisation de celui-ci durant deux mois.

La population bactérienne, tel-que *Pseudomonase aeruginosa*, s'élève à 10^8 germes.cm⁻³. La croissance est plus développée sur charbon actif que sur sable ou charbon inactivé. Les bactéries adhèrent sur toute la surface du charbon, y compris dans les macropores de diamètre supérieur à 300nm [13].

IV.3. CROISSANCE BACTERIENNE

Elle peut se traduire par une augmentation de la taille des micro-organismes, du nombre d'organismes ou des deux [46].

IV.3.1. Courbe de croissance

On peut décrire l'évolution du développement d'une population de bactéries en milieu non renouvelé en fonction du temps par une courbe de croissance microbienne [53 ; 54].

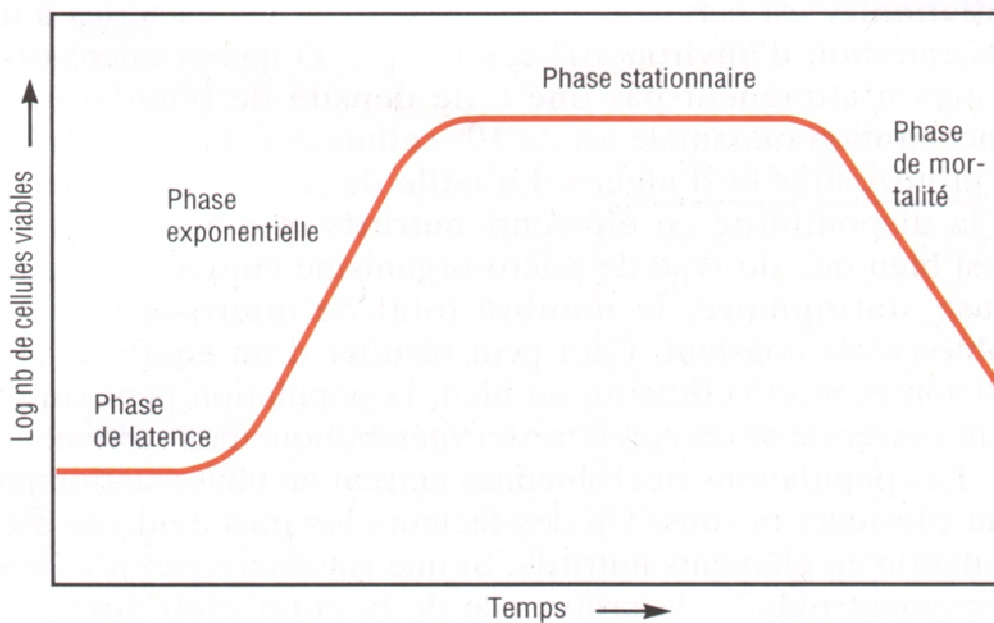


Figure IV.6 ■ Courbe de croissance microbienne dans un système fermé

Les quatre phases de la courbe de croissance sont représentées par la figure IV.6 [46].

(1) Phase de latence : quand des micro-organismes sont introduits dans un milieu de culture frais, différents constituants doivent être synthétisés avant que la croissance ne débute.

Les cellules se réorganisent, répliquent leur ADN, commencent à augmenter leur masse et finalement se divisent.

(2) Phase exponentielle : les micro-organismes se développent et se divisent à la vitesse maximale selon leur potentiel génétique, la nature du milieu et les conditions de

culture. Cette vitesse de croissance est constante, et les organismes se divisent et doublent leur nombre à intervalles de temps réguliers.

Pendant la phase exponentielle, chaque micro-organisme se divise à intervalles de temps constants appelés temps de génération ou temps de doublement [46].

Les bactéries se divisent par scissiparité, le temps moyen entre deux divisions varie de 15 à 60mn [46].

$$G = \frac{t}{n}$$

Où :

n : le nombre de générations dans le temps t.

La vitesse de croissance exprimée en terme de constante de vitesse de croissance moyenne « k » est le nombre de générations par unité de temps donnée par :

$$k = \frac{n}{t}$$

Lorsque la culture est réalisée avec apport continu de nutriments et élimination des déchets, la phase exponentielle peut être maintenue très longtemps [46].

(3) Phase stationnaire : la croissance de la population finit par s'arrêter et la courbe de croissance devient horizontale. Cette phase stationnaire est habituellement atteinte par les bactéries à une concentration d'environ 10^9 cellules.mL⁻¹. Le nombre total de micro-organismes viables reste constant. La population cesse de se diviser et reste métaboliquement active.

Les populations microbiennes entrent en phase stationnaire pour plusieurs raisons. Un des facteurs les plus évidents est la limitation en éléments nutritifs [46]. En effet, lorsqu'elle est privée de nutriment, la bactérie cesse de proliférer [55].

(4) Phase de mortalité : la carence en nutriment et l'accumulation de déchets toxiques conduisent à la diminution du nombre de cellules viables, caractéristique de la phase de mortalité.

V.3.2. Influence de l'environnement sur la croissance

La croissance des micro-organismes est considérablement influencée par la nature chimique et physique de l'environnement [46].

a) Besoins nutritifs

Pour épurer biologiquement certains effluents industriels, il est parfois nécessaire d'ajouter des nutriments nécessaires au développement des micro-organismes spécifiques [56].

Quelques éléments majeurs tel que : carbone, oxygène, hydrogène, azote, soufre, phosphore, potassium, calcium, magnésium et fer sont indispensables en quantités importantes et sont appelés macro-éléments ou macronutriments. S'il manque un nutriment essentiel, le développement sera limité quelque soit la concentration des autres éléments nutritifs [46].

En plus du carbone, hydrogène et oxygène, tout organisme a besoin de sources d'énergie et d'électrons pour sa croissance.

On peut classer les micro-organismes sur la base dont sont satisfaits les besoins nutritionnels (tableau IV.1) [46].

Tableau IV.1 : Sources de carbone, d'énergie et d'électrons.

Sources de carbone, d'énergie et d'électrons	
Sources de carbone	
<i>Autotrophes</i>	CO ₂ seule ou principale source de carbone
<i>Hétérotrophes</i>	Molécules organiques préformées, réduites provenant d'autres organismes
Sources d'énergie	
<i>Phototrophes</i>	Lumières
<i>Chimiotrophes</i>	Oxydation de composés organiques et inorganiques
Sources d'électrons	
<i>Lithotrophes</i>	Molécules inorganiques réduites
<i>Organotrophes</i>	Molécules organiques

La nutrition des micro-organismes peut se décomposer en cinq phases [42] :

- 1) Transport des aliments depuis le liquide jusqu'à la surface de la bactérie ;
- 2) Adsorption des aliments sur la membrane cellulaire (pour les organismes incapables de se mouvoir pour prendre leur nourriture) ;
- 3) Prédigestion par des exoenzymes ou des enzymes de surface, pour réduire les dimensions des molécules ;
- 4) Perméation ou franchissement de la membrane cellulaire ;
- 5) Métabolisation avec ses deux aspects :
 - ✓ Anabolisme ;
 - ✓ Catabolismes (et respiration endogène).

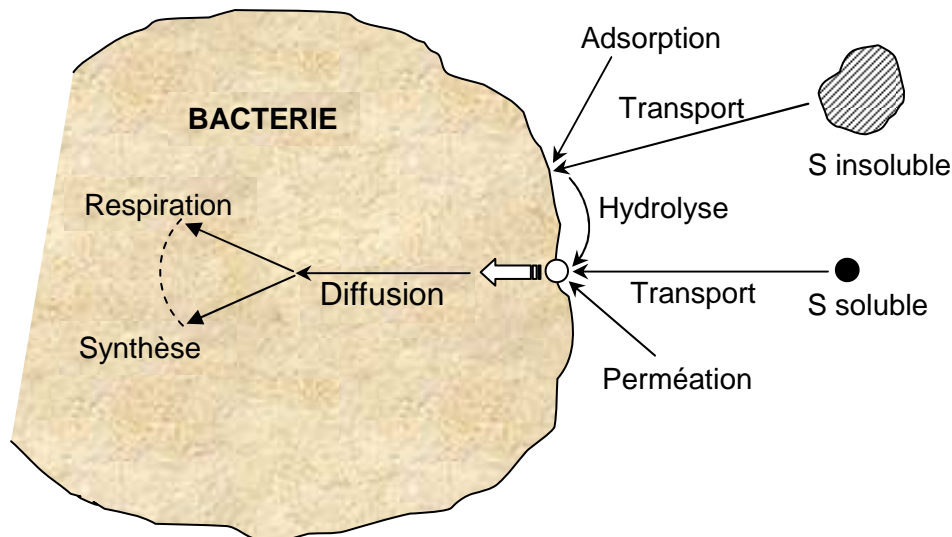


Figure IV.7 ■ Schéma de principe de la nutrition bactérienne

b) Facteurs influant sur la croissance

Plusieurs facteurs influent la croissance : la disponibilité en eau, le pH, la température, la concentration en oxygène, la pression, les radiations et de nombreux autres facteurs de l'environnement. Cependant, beaucoup de micro-organismes, les bactéries en particulier, s'adaptent et prospèrent dans des conditions extrêmes, qui détruiraient la plupart des organismes supérieurs [46].

IV.3.3. Biomasse sélectionnée « *Pseudomonas aeruginosa* »

Notre intérêt pour cette espèce bactérienne a commencé avec *Pseudomonas aeruginosa* qui a été utilisée dans le cadre de plusieurs projets portant sur la dégradation du phénol. C'est un micro-organisme intéressant sur plusieurs aspects. Outre sa capacité à dégrader certains hydrocarbures, *Pseudomonas* peut s'adapter spécifiquement à la croissance dispersée ou en biofilm, apparemment par un phénomène dit de « variation de phase ». Elle peut former des biofilms sur des interfaces solide/liquide mais aussi liquide/liquide, comme par exemple sur une goutte d'hydrocarbure flottant sur de l'eau [57 ; 58].

➤ **Caractères bactériologiques**

Pseudomonas aeruginosa est l'espèce type du genre *Pseudomonas* de la famille des Pseudomonadaceae : Gram-, aérobie stricte, nosocomial, mélioïdose.

Il s'agit d'un petit bacille ubiquiste, mobile grâce à son flagelle simple, que l'on retrouve partout dans la nature, dans l'eau, le sol, les plantes, les animaux et l'homme, vivant à l'état libre et opportuniste.

Pseudomonas aeruginosa produit un pigment (colorant) bleu gris : la pyocyanine, d'où il tire son nom de bacille pyocyanique, nom usuel de la bactérie en France.

✓ **Morphologie** : Les souches de cette espèce sont constituées de bacilles de 0,5 à 0,8µm de diamètre sur 1,5 à 3,0µm de longueur, se présentant de manière isolée ou groupés par deux ou en courtes chaînes, mobiles grâce à une ciliature monotriche (quelques rares cellules portent cependant plusieurs flagelles polaires).

✓ **Température** : La température optimale de croissance est comprise entre 30 et 37°C.

✓ **Milieux de culture** : *Pseudomonas aeruginosa* est cultivée facilement sur les milieux d'usage courant en bactériologie (gélose nutritive, gélose trypticase-soja, gélose de Mueller-Hinton, gélose au sang ...) et sur de nombreux milieux utilisés pour l'étude des entérobactéries (Drigalski, MacConkey, Hektoen, SS ...). Les cultures dégagent une odeur très caractéristique de seringas et elles présentent une coloration verdâtre.

✓ *Pseudomonas aeruginosa* assimile de nombreux composés carbonés [59 ; 60].

IV.4. MODELES MATHEMATIQUES

De nombreux modèles numériques ont été développés ces trente dernières années, pour évaluer les performances de tels systèmes. Le modèle développé par *Ying et Weber* [61] consiste en une modification de la résistance transfert de matière dans le lit fixe, en introduisant des résistances additionnelles dues au biofilm et à la bioregeneration du support [61]. Le modèle mathématique proposé par *Kindzierski et Coll.* [62] consiste à supposer que le charbon actif biologique est la combinaison d'une adsorption et d'une biodégradation.

D'autre part, le dimensionnement d'unité d'adsorption ou de biosorption en continue nécessite la connaissance de la vitesse d'élimination du polluant.

Un des modèles le plus utilisés pour cela est celui de *Thomas*, qui à partir des courbes de percée (concentration/ temps) permet de déterminer la cinétique du processus ainsi que de la capacité maximum adsorbée ou biodégradée [63].

$$\frac{C}{C_0} = \frac{1}{1 + \exp k_{TR} \left(\frac{X_0 m}{Q} - C_0 t \right)} \quad (3)$$

La linéarisation de l'équation (3) donne :

$$\ln \left(\frac{C_0}{C} - 1 \right) = \frac{k_{TR} \cdot A_0 \cdot X}{Q} - k_{TR} \cdot C_0 \cdot t \quad (4)$$

L'équation (4) permet de déterminer k_{Th} et q_0 en traçant $\ln [(C_0/C) - 1]$ en fonction de t .

Bien avant que Pasteur ait démontré que la fermentation était provoquée par des cellules vivantes, les micro-organismes étaient déjà exploités par l'homme. Ainsi, les égyptiens par exemple employaient la levure pour faire lever la pâte à pain. Les premières applications industrielles ont été généralisées au secteur de l'alimentation : pain et produits assimilés, production de vinaigre, industrie laitière et fromagère. Progressivement les procédés de fermentation se sont étendus à d'autres secteurs économiques : chimie, pharmacie, agriculture et environnement [64].

V.1. GENERALITES SUR LES BIOREACTEURS

Un bioréacteur, appelé aussi fermenteur, est un récipient dans lequel les phases biotique et abiotique sont mises en contact pour que se déroule le processus microbiologique [65 ; 66]. Le bioréacteur permet de contrôler les conditions de fonctionnement du processus microbiologique (température, pH, aération, etc.).

La mise en œuvre peut se faire de façon [65] :

- **Discontinue** : après stérilisation, le fermenteur est rempli d'un milieu de culture stérilisé, on introduit par la suite l'inoculum pour que la fermentation se déroule. Tant que le processus n'est pas terminé, on ne soutire pas de produit.
- **Continue** : dans une cuve de fermentation, on maintient un état d'équilibre entre l'alimentation et le soutirage en continu. Ce mode de fonctionnement ne se conçoit pas sans ensemencement préalable. Alimentation et soutirage aux mêmes débits commencent quand une certaine concentration cellulaire est atteinte dans la cuve.

V.2. CONCEPTION ET UTILISATION DU BIOREACTEUR

Un bioréacteur est conçu en fonction du type de processus qui doit s'y dérouler. Il doit permettre un contact aussi bon que possible entre les deux phases, biotique et abiotique du système. Certains sont destinés à la production de protéines d'organismes unicellulaires (levures, bactéries), d'autres peuvent être utilisés en traitement des eaux résiduaires. Une caractéristique très importante du bioréacteur, dans le cas de processus aérobies, est sa capacité de transférer, à la biomasse microbienne, la quantité d'oxygène dont elle a besoin. Dans le cas de processus ne nécessitant pas un transfert d'oxygène important, on utilise des colonnes à bulles. Pour ce type de bioréacteur, il s'agit de cuves dont la hauteur est considérablement supérieure au diamètre, de façon à augmenter le temps de séjour moyen des bulles de gaz émises à la partie inférieure par une couronne percée de trous [65].

V.3. BIOREACTEURS A CULTURES FIXES

La tendance aujourd'hui est d'intensifier l'épuration en remplaçant les réacteurs à cultures libres comme les boues activées par des réacteurs dits à cultures immobilisées sur des solides soit d'origine minérale, telle l'argile expansée ou les cendres agglomérées, soit d'origine organique, comme le charbon actif en grains. L'idée n'est pas nouvelle, mais Hattori au Japon et K. Mosbach en Suède en ont renouvelé l'étude, parallèlement aux premières immobilisations d'enzymes.

Les bactéries se nichent dans les cavités du support, de préférence ayant un diamètre compris entre une à cinq fois leur taille. Quant aux supports eux-mêmes, ils sont soit fixés « lits fixes », soit en mouvement « lits fluidisés ». Cette deuxième configuration favorise d'autant plus le renouvellement du contact entre les cellules épuratrices et les polluants. Dans ce type de bioréacteurs, qu'ils soient à lit fixe ou fluidisé, la concentration de bactéries n'est plus tributaire des possibilités de décantation.

D'autre part, la surface sur laquelle les bactéries peuvent se fixer est considérable. Cela permet de traiter une plus grande quantité de polluants qu'avec les bassins de boues activées : cinq fois plus avec les lits fixes, et dix à vingt fois plus avec les lits fluidisés.

La mise au point de réacteurs dits triphasiques (solide-liquide-gaz), où l'oxygène est fourni directement sous forme de gaz, pose des problèmes de répartition des fluides. Ceux-ci ont été résolus pour les réacteurs à lit fixe. Quant aux lits fluidisés, ils font encore l'objet de travaux approfondis [67].

V.4. TRANSFERT DE MATIERE

Le bon déroulement du procédé est lié aux phénomènes de transferts entre les cellules et le milieu de culture. Il s'agit tout d'abord de transfert de matière, du milieu extérieur vers la cellule pour ce qui est du substrat et des composés du milieu de culture nécessaires à la croissance cellulaire [65].

L'oxygène joue un rôle essentiel dans le métabolisme aérobie producteur d'énergie, comme accepteur final des électrons et des protons produits par les réactions d'oxydation [65]. L'objectif recherché est de satisfaire les besoins en oxygène des micro-organismes qui utilisent l'oxygène dissous dans le milieu et rejettent du gaz carbonique sous forme de carbonate et bicarbonate [68 ; 69].

VI.1. PARTICULARITES D'UNE ETUDE EXPERIMENTALE

Tout chercheur a un objet d'étude dont il veut connaître les propriétés. Cet objet d'étude peut être une réaction chimique, le fonctionnement d'un appareil etc. Cet objet est susceptible de se trouver dans des états différents ou de changer d'état sous l'action du milieu extérieur.

Il existe ainsi des facteurs déterminant l'état de l'objet. Ce terme «**facteur**» est donc considéré comme désignant toute cause pouvant modifier l'état de l'objet d'étude. Mais l'on ne peut jamais tenir compte de tous les facteurs agissant sur l'état de l'objet d'étude. Ainsi le principal problème rencontré est la désignation des facteurs essentiels. Une marge assez large est donnée ici à la connaissance du domaine d'intervention par le chercheur.

On peut dire que l'objet d'étude produit quelques effets qui intéressent le chercheur et qui, en principe, doivent varier selon l'état de l'objet (rendement d'un produit à la suite d'une réaction chimique, fiabilité d'un appareil, etc.)

Le chercheur veut savoir comment calculer la réponse ou quelles sont ses propriétés : tendances de variation, valeurs extrémales, etc.

On ignore totalement ou en partie, au début de l'étude, le mécanisme de transformation des données d'entrée (des valeurs de facteurs) en celles de sortie (les réponses). On désigne l'objet d'étude par le terme «**boite noire**».

Quand on dispose d'une bonne théorie décrivant les propriétés de la boite noire, la réponse est donnée soit par une équation différentielle dont elle est la solution, soit par une formule analytique toute faite, soit par un algorithme réalisable avec des moyens de calcul automatique. Dans tous les cas, l'étude de la réponse se réduit à des procédés purement mathématiques.

Une expérience active suppose que l'état de la boite noire est reproductible, au gré de l'expérimentateur. Cela veut dire qu'il est possible de répéter la même observation (au même point x) autant de fois que l'on veut.

VI.2. LIMITES DES METHODES TRADITIONNELLES D'ESSAIS

Traditionnellement, les essais sont effectués de manière séquentielle en faisant varier les facteurs d'entrée du système étudié l'un après l'autre sans planification préalable de l'ensemble des essais à réaliser. Il en résulte que la décision d'arrêter ou de continuer les essais repose essentiellement sur des résultats obtenus pas à pas.

Ainsi les essais classiques ne permettent pas toujours d'optimiser le produit ou le processus. En effet, le principe même de ces essais conduit à s'arrêter dans le meilleur cas à la première solution jugée satisfaisante. Il s'ensuit que la solution retenue n'est pas nécessairement optimale, dans la mesure où d'autres solutions non explorées, auraient peut-être pu permettre d'atteindre de meilleures performances, ou, pour des résultats identiques, d'obtenir une solution plus économique.

Ensuite, les essais selon les méthodes classiques ne prennent pas en compte les interactions entre facteurs, lesquelles interactions sont omniprésentes.

Enfin, les essais selon les méthodes classiques ne permettent pas de tenir compte aisément de la variabilité des grandeurs observées, occasionnées par une multitude de sources de fluctuations. Celles-ci dispersent les résultats d'essais et rendent incertaines, voire fausses, les conclusions.

En définitive, les démarches traditionnelles conduisent à :

- Une prolifération d'essais à cause des tâtonnements et des remises en cause fréquentes.
- Une connaissance très relative des influences des facteurs et par suite à des conclusions peu fiables et non généralisables. Elles ne permettent pas de prévoir le comportement du système étudié pour des valeurs non testées des facteurs.
- Un manque de méthode, de rigueur et de formalisme, notamment pour capitaliser et valoriser l'expérience technique.

VI.3. LES QUESTIONS AUXQUELLES REPONDENT LES PLANS D'EXPERIENCES

Le système à étudier peut être un produit, un processus ou un dispositif quelconque (Fig.VI.1). Les grandeurs à étudier / optimiser dans ce système sont caractérisées par les réponses Y_1 , Y_2 , Elles peuvent correspondre, par exemple, à des performances à optimiser, ou à des défauts à minimiser. Soient A, B, C, les variables ayant *a priori* une influence sur l'une ou plusieurs de ces réponses. Elles seront dans la suite appelées facteurs. Un modèle mathématique veut répondre à plusieurs objectifs différents :

- Il peut synthétiser sous une forme condensée des résultats expérimentaux et nous avons alors un *modèle descriptif*.
- Il peut permettre de déterminer mathématiquement la valeur de la réponse en un point où aucune expérience n'a été faite et il devient un modèle prévisionnel.

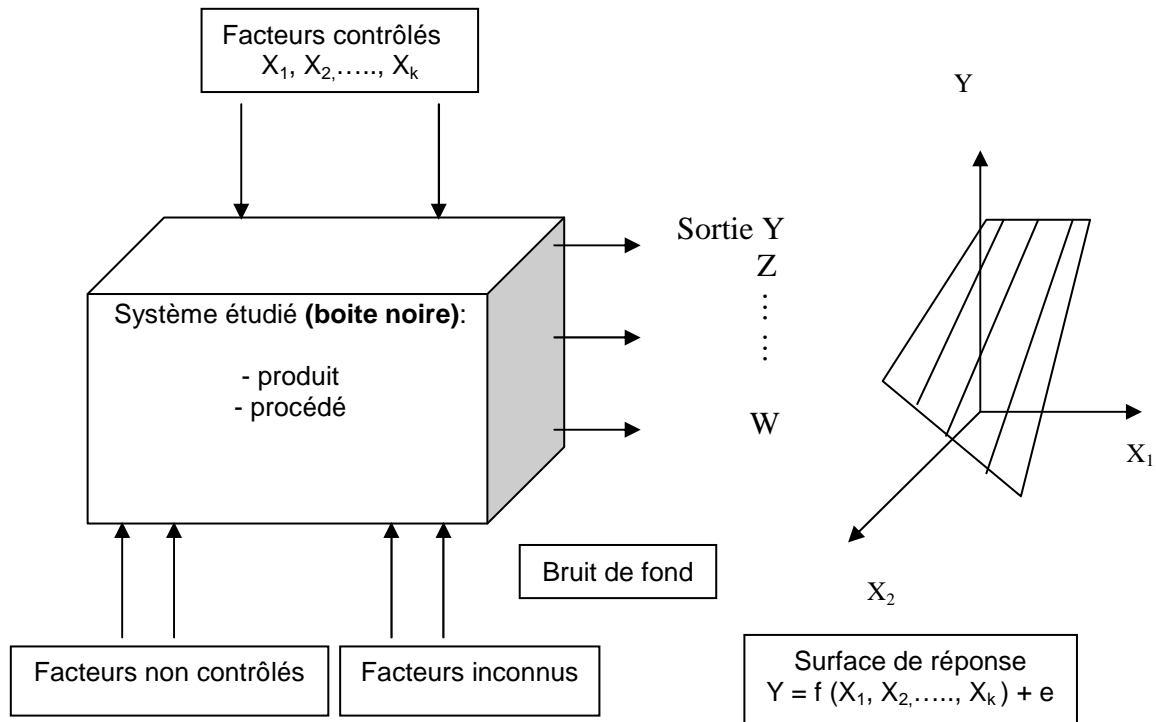


Figure VI.1 ■ Représentation du système à étudier par la méthode des plans d'expériences

VI.4. PRINCIPES DE MISE EN ŒUVRE DE LA METHODE

Après avoir précisé les objectifs déclinés en réponses à atteindre, en termes de valeur moyenne ou de dispersion de ces réponses :

- On liste les facteurs a priori influents sur ces performances ;
- On les hiérarchise et on retient les plus importants a priori ;
- On définit le domaine de variation de chaque facteur retenu puis le nombre de niveaux qu'il faut lui donner.

Pour répondre aux objectifs de l'étude, la méthode des plans d'expériences va conduire à modéliser la relation reliant les facteurs aux réponses. Pour cela on part du principe que le système étudié est régi par une loi de comportement stable, qui, en général, est mal connue.

Les coefficients du modèle algébrique retenu seront estimés à partir des résultats du plan d'expériences. Le plan d'expériences définit les combinaisons de facteurs pour lesquels la ou les réponse(s) doivent être observée(s). Le plan d'expériences se présente sous la forme d'une matrice.

Le modèle algébrique, de type linéaire, ainsi estimé permettra :

- De quantifier les effets des facteurs et de leurs interactions ;
- De prévoir les valeurs prises par les réponses pour des combinaisons non observées expérimentalement ;
- D'identifier la combinaison optimale répondant (au mieux) aux objectifs.

La part aléatoire du modèle sera prise en compte dans le cadre d'une démarche statistique. Elle conduira à :

- Caractériser l'importance de la variabilité naturelle,
- Déterminer comment et combien de fois répéter les combinaisons lorsque la variabilité naturelle n'est pas négligeable,
- Tester la significativité des facteurs et des interactions pour savoir si les effets estimés mis en évidence proviennent d'une influence réelle et non nulle des facteurs étudiés.

La mise en œuvre de l'ensemble de ces techniques se fait selon une procédure méthodologique rigoureuse.

- **Codification / Randomisation** : nous ne travaillons pas directement avec les variables indépendantes «naturelles», température, temps, concentration, etc., mais avec les variables centrées réduites X_1, X_2, \dots, X_k dont l'origine est le centre du domaine expérimental.

Dans le but de s'affranchir de biais possibles dus à des facteurs non contrôlés, nous sommes astreints à des *répétitions* et à la «*randomisation*», appelée encore «*aléarisation*».

Randomiser une expérience c'est lui apporter un élément de hasard, par exemple effectuer les observations non pas dans un ordre régulier, prévu par un plan d'expérience, mais dans un ordre anarchique (stochastique), en choisissant au hasard l'observation qu'il faut effectuer après chaque observation déjà faite.

Cette astuce représente un moyen efficace contre les erreurs systématiques [non aléatoires: causées par les conditions extérieures (variation de la température, d'une matière première, du type d'appareil, changement de laborantin (manipulateur), etc.)].

VI.5. LES LIMITES DE L'APPLICATION DES PLANS D'EXPERIENCES

Plusieurs contraintes peuvent restreindre l'application des plans d'expériences.

- **Les résultats d'essais doivent pouvoir être quantifiés :**

L'exploitation des résultats d'un plan d'expériences relève de la méthode des moindres carrés utilisés en régression multiple. Cette méthode exige que les résultats soit exprimés ou traduits par des valeurs quantitatives.

- **Les facteurs doivent pouvoir être maîtrisés lors de l'expérimentation :**

Les plans d'expériences imposent que les facteurs à tester soient a priori maîtrisables, c'est-à-dire que l'on puisse imposer simultanément à chacun des facteurs un niveau prédéfini dans le plan. C'est une condition nécessaire pour construire un plan d'expériences orthogonal. Dans la pratique, il n'est pas rare de se trouver dans une configuration où un ou plusieurs facteurs ne sont pas maîtrisables au cours des essais.

- **Le système étudié doit être stable :**

La non-stabilité du système provient de facteurs cachés, non maîtrisés et non pris en compte dans l'analyse, qui ont évolué pendant les essais, au-delà des fluctuations naturelles.

Le système étudié doit être statistiquement stable. Un système statistiquement stable a une variabilité naturelle constante dans le temps. Il s'agit d'une condition nécessaire. Le non-respect de cette condition conduit fatalement à des résultats erronés. En effet, l'analyse des résultats est fondée sur les différences de résultats, entre essais, dues aux changements de niveaux des facteurs testés. Si d'un essai à un autre, le niveau d'un facteur se modifie, l'effet de ce changement biaise l'effet des facteurs étudiés.

Si la stabilité du système ne peut pas être assurée, il est alors nécessaire d'identifier le ou les facteurs cachés avant d'engager les essais, de les intégrer dans le modèle, d'en mesurer les valeurs prises au cours des essais, pour estimer leur influence et celle des autres facteurs.

La construction d'un plan d'expérience peut se décomposer en plusieurs étapes (Figure VI.2) :

Il faut, tout d'abord, envisager une stratégie permettant de répondre aux questions successives jusqu'à réalisation de l'objectif. Ceci inclut le choix éventuel de plusieurs stratégies de rechange suivant les informations qui seront obtenues en cours d'expérimentation.

Il s'agit, ensuite, de chercher parmi les "outils" disponibles (matrices d'expériences) celui ou ceux qui pourront être utilisés le plus efficacement.

Il faut, enfin, évaluer le plan, étudier si les différentes possibilités envisagées sont réalisables (contraintes budgétaires, temporelles, techniques ...) et décider de la meilleure stratégie.

Un plan d'expérience peut être constitué de plusieurs matrices d'expériences différentes, formant autant d'étapes, dont certaines peuvent s'exclure.

Ainsi le plan d'expérience est souple puisqu'il prévoit souvent plusieurs démarches possibles.

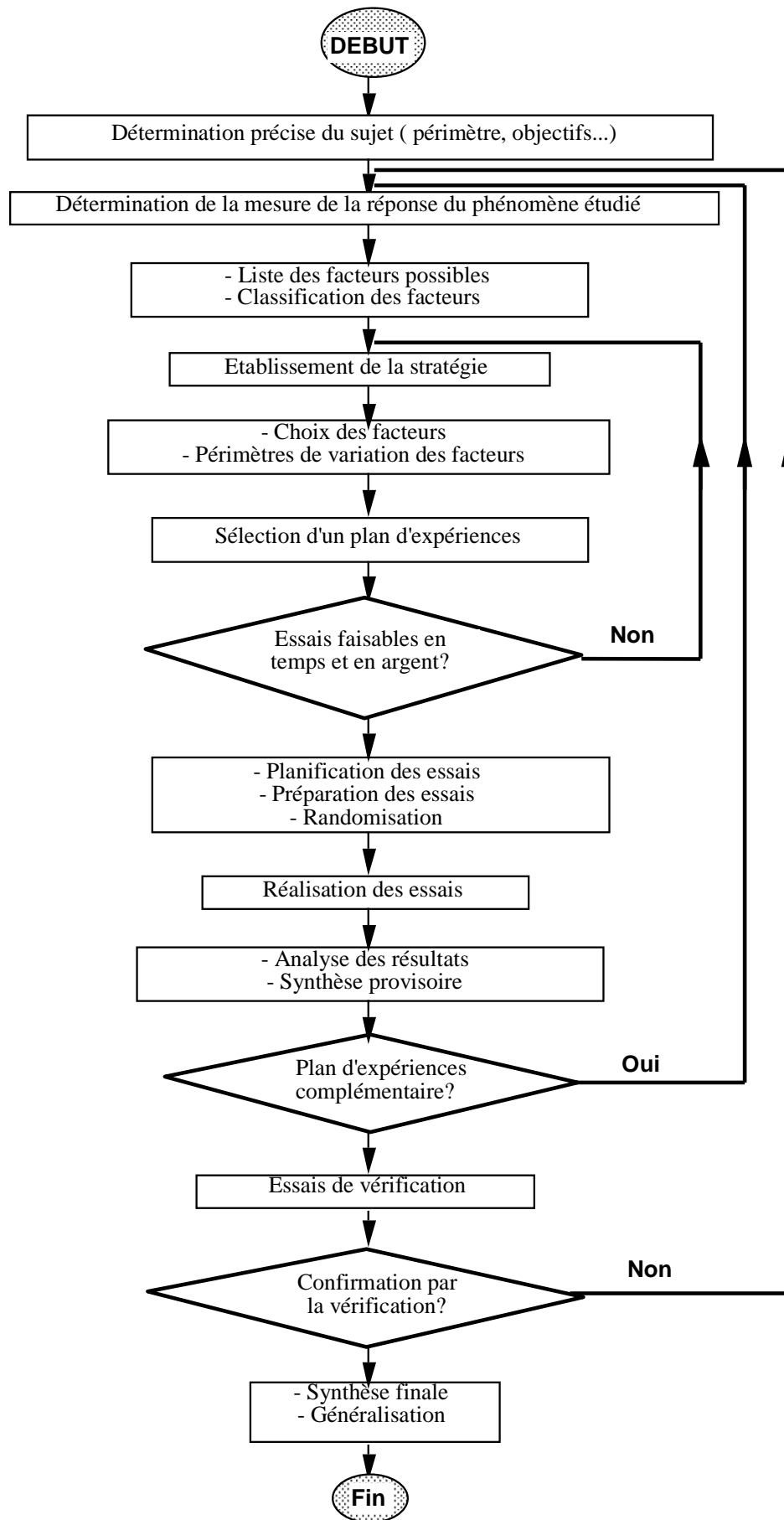


Figure VI.2 ■ Construction d'un plan d'expérience

VI.6. PLAN D'EXPERIENCE TYPE 2^k

C'est un plan à k facteurs et deux modalités, les facteurs pouvant être qualitatifs ou quantitatifs, ce qui importe est que l'on ait deux niveaux.

Ce plan a pour but de :

- ✓ Minimiser le nombre d'essais ;
- ✓ Quantifier l'influence de chaque facteur ;
- ✓ Quantifier la dispersion des facteurs non pris en compte (variance résiduelle) ;
- ✓ Faire apparaître les interactions.

- Notation :

Chaque facteur a deux modalités représentées par deux niveaux, niveau supérieur (+) et niveau inférieur (-).

- Codification :

$$x_{sk} = +1 = \frac{X_{sk} - X_{ok}}{I_k} \quad (5)$$

$$x_{ik} = -1 = \frac{X_{ik} - X_{ok}}{I_k} \quad (6)$$

Où :

- X_{ok} : valeur naturelle du niveau principal du $k^{\text{ème}}$ facteur
- I_k : Intervalle de variation du $k^{\text{ème}}$ facteur.

Lorsque l'on attribue la valeur -1 au niveau bas et la valeur $+1$ au niveau haut, on effectue deux modifications importantes.

- ✓ On change l'unité de mesure
- ✓ On déplace l'origine des mesures

Ces deux modifications entraînent l'introduction de nouvelles variables que l'on appelle variables centrées réduites (v.c.r.) (centrées pour indiquer le changement d'origine et réduites pour signaler la nouvelle unité).

Le passage des variables d'origine X aux variables centrées réduites X , et inversement, est donné par la formule ci-dessus.

L'intérêt des v.c.r. est de pouvoir présenter les plans d'expériences de la même manière quels que soient les domaines expérimentaux retenus et quels que soient les facteurs.

❖ Détermination des coefficients de régression :

Le but est de déterminer l'équation d'un modèle à k variables explicatives et comportant toutes les interactions.

$$Y = b_0 + \sum b_k x_k + \sum b_{kj} x_k x_j + \sum b_{kjl} x_k x_j x_l + \varepsilon \quad (7)$$

L'ensemble de ces résultats peut être mis sous la forme matricielle suivante :

$$Y = XB + \varepsilon \quad (8)$$

On montre qu'on peut estimer les coefficients par la méthode des moindres carrés :

$$B = (X^T X)^{-1} X^T Y \quad (9)$$

Avec :

Y vecteur des valeurs mesurées de la réponse ;

B vecteur des estimateurs b_i des effets β_i ;

X matrice du modèle ;

X^T matrice transposée de X ;

$X^T X$ matrice d'information ;

$(X^T X)^{-1}$ inverse de $X^T X$, matrice de dispersion.

➤ Pour un plan 2^2 (Deux facteurs) le plan d'expériences aura la forme suivante :

x_1	x_2	Y_i
-	-	Y_1
+	-	Y_2
-	+	Y_3
+	+	Y_4

On appelle D la matrice d'expériences :

$$D = \begin{bmatrix} - & - \\ + & - \\ - & + \\ + & + \end{bmatrix}$$

Si le modèle considéré est le modèle factoriel complet (ou saturé).

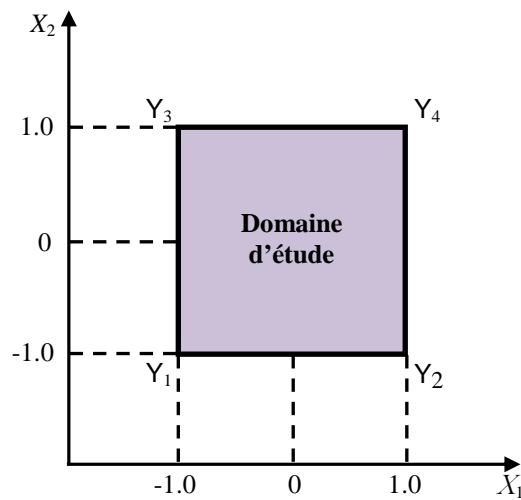
$$Y = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_{12} x_1 x_2 + \varepsilon$$

- Notation :

La matrice du modèle (2^2) est donc $X = \begin{pmatrix} + & - & - & + \\ + & + & - & - \\ + & - & + & - \\ + & + & + & + \end{pmatrix}$ obtenue suite au tableau

suivant :

x_0	x_1	x_2	$x_1 x_2$	Y_i
+	-	-	+	Y_1
+	+	-	-	Y_2
+	-	+	-	Y_3
+	+	+	+	Y_4



➤ Pour un plan 2^3 (trois facteurs) le plan d'expériences aura la forme suivante :

x_1	x_2	x_3	Y_i
-	-	-	Y_1
+	-	-	Y_2
-	+	-	Y_3
+	+	-	Y_4
-	-	+	Y_5
+	-	+	Y_6
-	+	+	Y_7
+	+	+	Y_8

La matrice d'expériences s'écrit : $D = \begin{pmatrix} - & - & - \\ + & - & - \\ - & + & - \\ + & + & - \\ - & - & + \\ + & - & + \\ - & + & + \\ + & + & + \end{pmatrix}$

Correspondant au modèle factoriel complet (ou saturé) :

$$Y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3 + \varepsilon$$

D'où la structure des colonnes :

x_1	x_2	x_3	$x_1 x_2$	$x_1 x_3$	$x_2 x_3$	$x_1 x_2 x_3$
-	-	-	+	+	+	-
+	-	-	-	-	+	+
-	+	-	-	+	-	+
+	+	-	+	-	-	-
-	-	+	+	-	-	+
+	-	+	-	+	-	-
-	+	+	-	-	+	-
+	+	+	+	+	+	+

La matrice du modèle s'écrit donc : $X =$

+	-	-	-	+	+	+	-
+	+	-	-	-	-	+	+
+	-	+	-	-	+	-	+
+	+	+	-	+	-	-	-
+	-	-	+	+	-	-	+
+	+	-	+	-	+	-	-
+	-	+	+	-	-	+	-
+	+	+	+	+	+	+	+

Matrice de planification pour différents plans :

	Nombre Expériences	x_1	x_2	x_3	x_4
2^2	1	-	-	-	-
	2	+	-	-	-
	3	-	+	-	-
	4	+	+	-	-
2^3	5	-	-	+	-
	6	+	-	+	-
	7	-	+	+	-
	8	+	+	+	-
2^4	9	-	-	-	+
	10	+	-	-	+
	11	-	+	-	+
	12	+	+	-	+
	13	-	-	+	+
	14	+	-	+	+
	15	-	+	+	+
	16	+	+	+	+

- Coefficients de régression :

$$b_0 = \frac{1}{N} \sum_{u=1}^N Y_u$$

$$b_k = \frac{1}{N} \sum_{u=1}^N x_{ku} Y_u \quad (k = 0, 1, \dots, M)$$

$$b_{kj} = \frac{1}{N} \sum_{u=1}^N x_{ku} x_{ju} Y_u \quad (k \neq j)$$

$$b_{kjl} = \frac{1}{N} \sum_{u=1}^N x_{ku} x_{ju} x_{lu} Y_u \quad (k \neq j \neq l)$$

❖ Vérification de la signification des coefficients :

Pour cela on utilise le coefficient de Student, pour lequel la valeur calculée est comparée à celle tabulaire. Si $t_c > t_t$, alors le coefficient est significatif sinon il est rejeté du modèle.

La valeur calculée du coefficient de Student est égale à :

$$t_c\{b_k\} = \frac{|b_k|}{S\{b_k\}} \quad (10)$$

Où : $S\{b_k\}$ - écart type du coefficient considéré.

La valeur tabulaire du coefficient de Student est extraite du tableau avec les conditions suivantes :

P = 0.90 - 0.95 - 0.99 etc.

d.d.l. = N (m - 1) où N = 2³ = 8 et m = Nombre de répétitions de chaque expérience.

- Equation du modèle mathématique :

$$Y = b_0 + b_{1k}x_k + b_{1kj}x_kx_j + b_{1kjl}x_kx_jx_l + \varepsilon$$

- Vérification de l'adéquation du modèle mathématique :

Le but de cette opération est de vérifier si le modèle représente fidèlement le procédé à étudier, sinon il s'agira de rechercher un modèle plus complexe (Second degré par exemple).

Pour cette vérification nous utiliserons le critère de FISHER, dont la valeur calculée est déterminée de la manière suivante :

$$F_c = \frac{S^2\{\bar{Y}\}}{S_1^2\{Y\}} \quad (11)$$

La valeur extraite du tableau du coefficient de Fisher est déterminée de la manière suivante :

F_t {P = 0.90 - 0.95 - 0.99 etc.

d.d.l. (1) = f_1 = N - C où C nombre de coefficients significatifs

d.d.l. (2) = f_2 = N (m - 1) où m = Nombre de répétitions de chaque expérience}

Si $F_c < F_t$ alors le modèle est adéquat.

VII.1. CONCEPTION ET MISE AU POINT DU BIOREACTEUR

VII.1.1. Conception du bioréacteur

La figure VII.1.1.a montre le schéma général du bioréacteur classique de forme cylindrique, dont la hauteur est $H=50\text{cm}$ et d'un diamètre intérieur $d=3,95\text{cm}$. C'est une colonne en verre munie en haut d'une calotte sphérique permettant l'alimentation ou le soutirage de l'eau à traiter ainsi que l'évacuation des gaz dégagés lors du processus aérobie. Pour améliorer le transfert d'oxygène, nous avons modifié la conception du bioréacteur par rapport à celui utilisé précédemment (figure VII.1.1.b) [34]. En effet, nous avons cherché à améliorer la circulation à l'intérieur de la colonne, en l'organisant. Dans ce cas, le dispositif d'introduction de gaz d'aération est placé à la base de la colonne, il s'agit d'une plaque poreuse filtrante généralement désignée sous le nom de plaque frittée faite uniquement en poudre de verre agglomérée. Elle ne contient aucun liant et les poudres utilisées ont été au préalable complètement expurgées des produits étrangers qu'elles auraient pu contenir. Elle peut être soudée directement sur des parois de formes diverses. La plaque présente les mêmes qualités que le verre lui-même qui est leur unique constituant : extrême résistance à tous les réactifs, excepté l'acide fluorhydrique et les alcalis concentrés et chauds. La plaque frittée est fabriquée à partir de poudre de granulométrie choisie, de manière à conserver, entre les grains, des interstices appelés pores. En raison de la forme très irrégulière de ces pores, la porosité de la plaque est caractérisée par le diamètre d'un canal de section circulaire équivalent au pore le plus gros, c'est-à-dire le plus perméable de la plaque.

L'avantage de la plaque frittée est qu'elle résiste aux gaz humides et corrosifs et permet une dispersion fine et uniforme des bulles de gaz dans les liquides assurant un contact intime et régulier entre les phases liquides et gazeuses, procure une visibilité du flux gazeux, une grande vitesse de gaz est possible avec une pression relativement faible.

Après plusieurs essais, la plaque de porosité : 2 (diamètre équivalent au pore le plus gros en microns : 41 à 100) donne la meilleure dispersion des bulles de gaz d'oxygène et perturbe le moins le lit.

La géométrie du bioréacteur est conçue avec soin de façon à ce que la capacité de transfert du dioxygène soit aussi efficace que possible [65]. Enfin, les problèmes de colmatage de la plaque doivent être pris en considération.

Le milieu est entraîné de bas en haut dans cette partie de la colonne. La masse de fluide en mouvement entraîne les bulles de gaz. Cela permet d'augmenter leur temps de séjour dans la phase liquide et donc d'améliorer le transfert d'oxygène.

La régulation de température est faite par la mise en place d'une double enveloppe préférée au dispositif de serpentin disposé au sein du liquide. Cela libère l'intérieur de la colonne et facilite les opérations de nettoyage.

VII.1.2. Rôle de l'aération dans le colmatage

L'aération est un paramètre clé dans la prévention du colmatage. Il limite l'apport de matière [70] au niveau de la plaque poreuse et favorise son évacuation en engendrant une agitation au niveau de la surface de soutirage.

L'injection de bulles induit deux effets majeurs [70] :

- Le premier est un effet curatif et mécanique. Les bulles génèrent un mouvement qui permet de décoller un éventuel dépôt.
- Le second est un effet préventif et hydrodynamique. Les bulles génèrent au sein du liquide de la turbulence, ce qui empêche le dépôt de particules à la surface de la plaque poreuse.

Ce mouvement dépend du débit d'aération et du mode d'injection des bulles.

Toutefois il est également reconnu qu'une augmentation trop forte de l'aération n'engendre aucune amélioration dans le décolmatage et peut parfois avoir des effets négatifs [70].

VII.1.3. Matériel annexe

A côté du bioréacteur, l'installation comprend un certain nombre de périphériques et tout d'abord d'autres cuves. En effet, la mise en œuvre du processus biologique implique la préparation du milieu de culture, obtenu par mélange aqueux des différents ingrédients nécessaires à la croissance du micro-organisme.

Divers matériels annexes tels que vannes et pompes sont mis en œuvre pour le bon fonctionnement de l'installation de traitement. Ils assurent les transferts d'une cuve dans une autre, les additions de réactifs et de milieu, lorsqu'elles sont nécessaires.

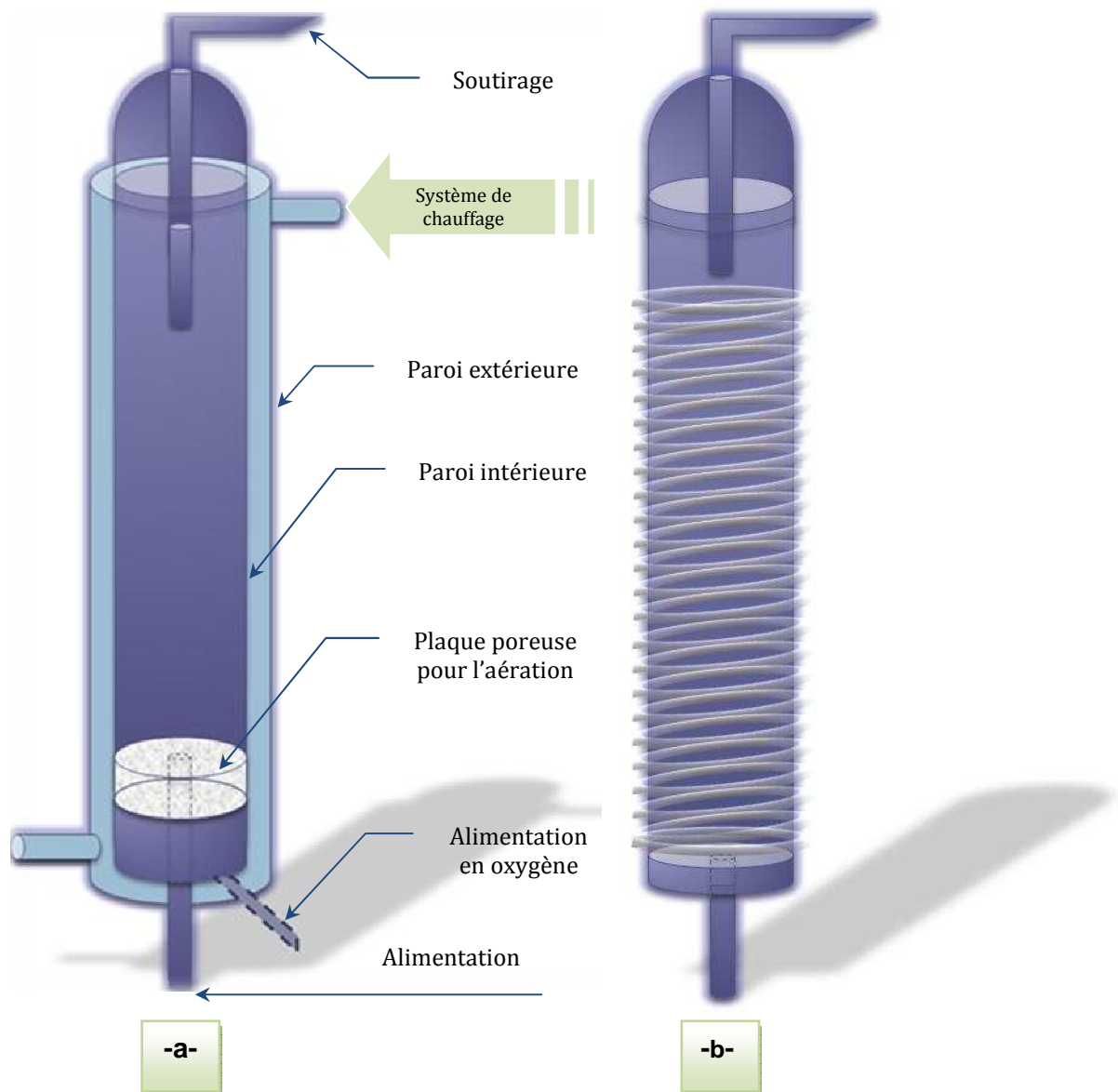


Figure VII.1.1 ■ -a- Schéma général du bioréacteur à double paroi

-b- Schéma général du bioréacteur avec système de chauffage en serpentin(34)

VII.1.4. Mise au point du bioréacteur

Les premières expériences effectuées consistaient en la vérification de certains paramètres d'évaluation, à savoir les temps de percée et de saturation (t_p , t_s) en fonction des conditions opératoires qui sont : le débit, la concentration en phénol de l'alimentation et la hauteur du lit de CAG. La détermination de la concentration en phénol, le réglage des débits d'alimentation ainsi que la préparation des colonnes sera explicitée ultérieurement.

En premier lieu, nous avons étudié l'influence du sens de l'écoulement « gravitaire et ascendant » (figure VII.1.2), pour cela nous avons suivi l'évolution de la concentration de sortie en fonction du temps (courbe de percée) pour deux débits d'alimentation (figure VII.1.3 ; VII.1.4).

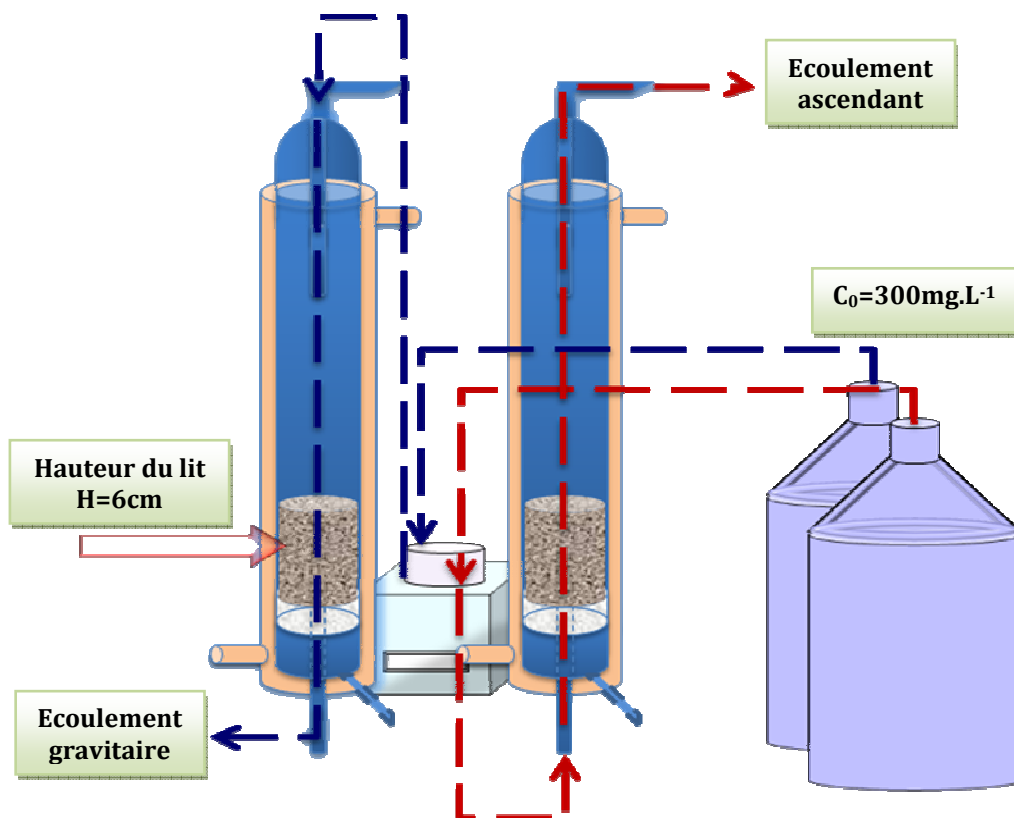


Figure VII.1.2 ■ Etude de l'influence du sens de l'écoulement

Nous vérifions que le temps de percée pour l'alimentation ascendante est plus grand que pour l'alimentation descendante. Le temps de séjour en alimentation ascendante étant plus grand, le temps de contact le sera. Les quantités éliminées seront-elles plus grandes ? C'est la question à laquelle nous tacherons de répondre.

A partir des courbes de percée, calculons graphiquement, les quantités éliminées au point de percée, considéré comme étant le point pour lequel la concentration de sortie de l'alimentation est approximativement égale à 1 mg.L^{-1} :

$$A_P = \int_0^{V_P} (C_0 - C) dv$$

$$\frac{A_P}{m} = \frac{\int_0^{V_P} (C_0 - C) dv}{m}$$

Les différents résultats obtenus sont consignés dans le tableau ci-dessous :

Tableau VII.1.1 : Valeurs des paramètres relatifs à l'adsorption pour différents débits volumiques.

	<i>Alimentation ascendante</i>		<i>Alimentation descendante</i>	
<i>Q (mL.mn⁻¹)</i>	5	10	5	10
<i>t_P (h)</i>	74	31	45	29
<i>A_P (mg)</i>	5994	5580	3645	4698
<i>A_P/m (mg.g⁻¹)</i>	200	186	122	157

Comme on le constate, la quantité éliminée en alimentation ascendante est nettement supérieure à celle éliminée par alimentation gravitaire. Et cette quantité est d'autant plus importante que le débit est faible. Le temps de contact entre les phases mobile et fixe fait que l'ascendante donne de meilleurs résultats.

En accord avec ce résultat, les colonnes seront alimentées de façon ascendante dans les expériences ultérieures.

Par ailleurs, nous avons suivi l'influence des débits d'alimentation sur les courbes de percée (figure VII.1.4 ; VII.1.5) ; pour les deux cas, nous constatons que le temps de percée (t_P) diminue lorsque le débit d'alimentation (Q) augmente.

Tout ce travail est nécessaire pour la mise au point du bioréacteur. Le phénomène d'adsorption étant qualifié et quantifié, nous passons à la second étape : la biosorption du phénol.

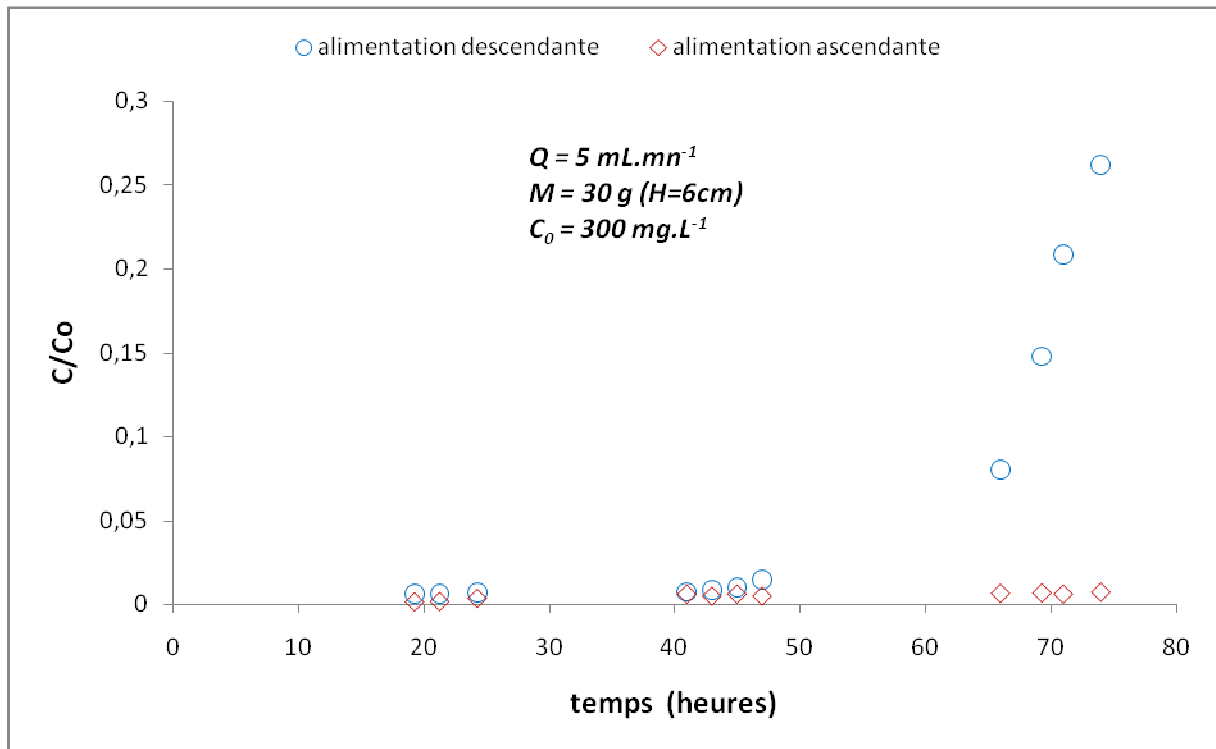


Figure VII.1.3. Influence du sens de l'alimentation sur les temps de percée pour $Q=5\text{mL.mn}^{-1}$.

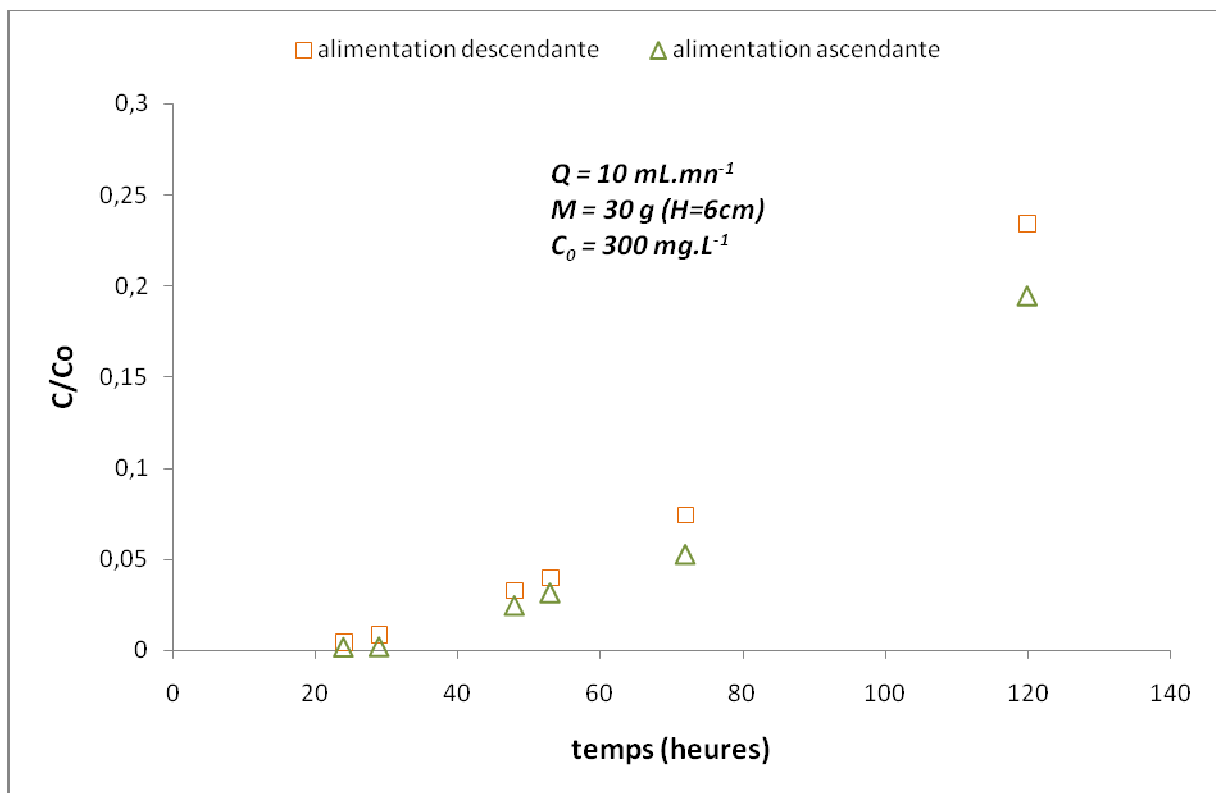


Figure VII.1.4. Influence du sens de l'alimentation sur les temps de percée pour $Q=10\text{mL.mn}^{-1}$.

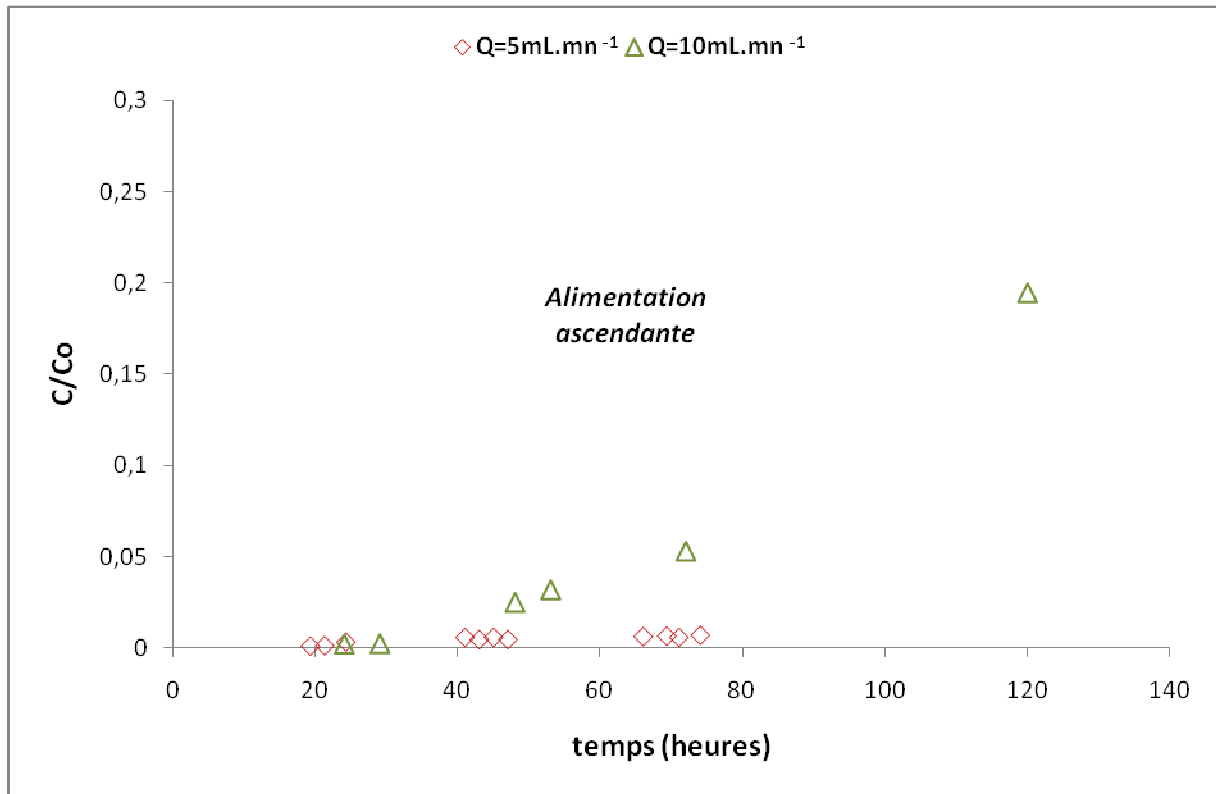


Figure VII.1.5. Evolution des courbes de percée en alimentation ascendante.

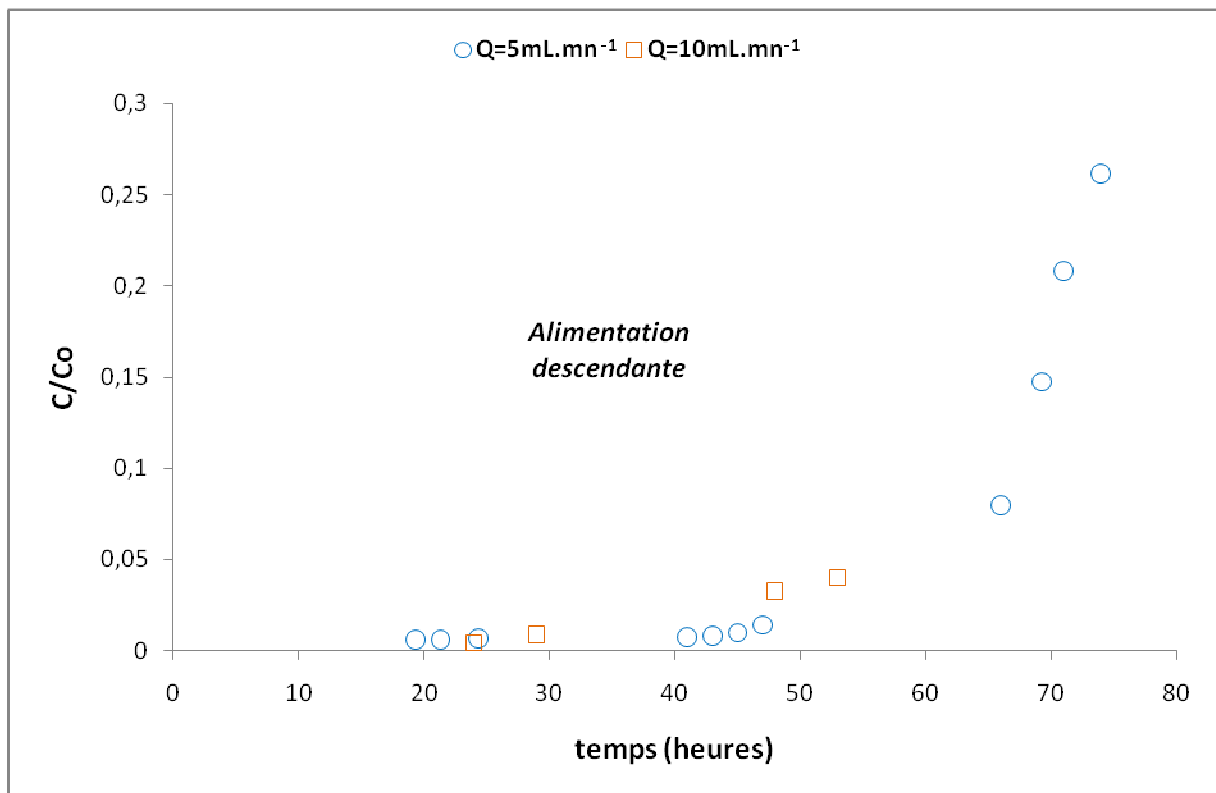


Figure VII.1.6. Evolution des courbes de percée en alimentation descendante.

VII.2. MATERIELS ET METHODOLOGIE EXPERIMENTALE

Ce travail fait suite à celui déjà réalisé sur des colonnes simples [35], mais à une échelle plus grande avec complexité du mécanisme ; auparavant adsorption, maintenant avec une adsorption couplée à la biodégradation, plus connue sous le nom de biosorption avec une échelle semi pilote.

Cette étude est dirigée vers la mise en œuvre, dans le même bioréacteur, de la réaction biologique de dégradation du phénol par la biomasse épuratrice (*Pseudomonas aeruginosa*) et la filtration par adsorption sur charbon actif en grain.

Le CAG proposé est choisi de telle façon à obtenir une granulométrie relativement faible pour avoir une bonne surface d'accrochage pour le biofilm, tout en étant suffisamment importante pour éviter des colmatages trop fréquents.

VII.2.1. Dispositif expérimental

La figure VII.2.1 présente l'ensemble de l'appareillage utilisé pour l'étude expérimentale de la biosorption :

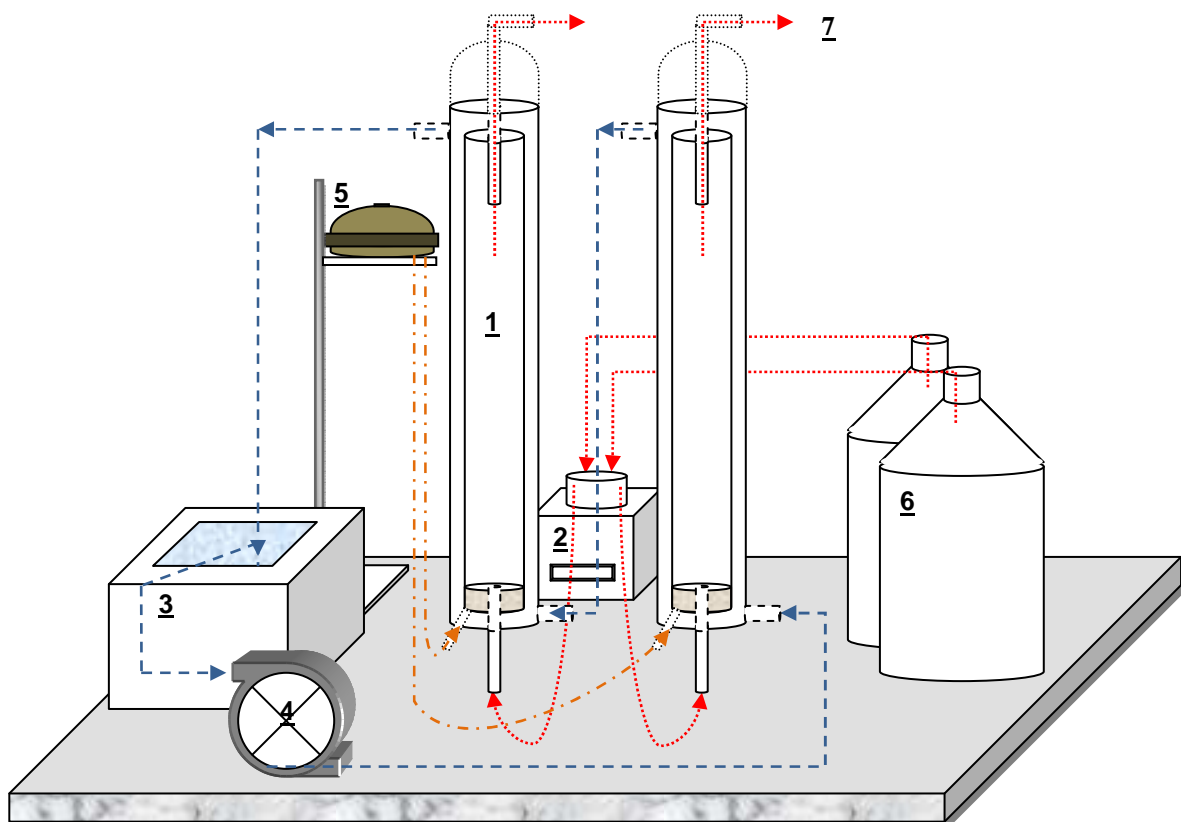


Figure VII.2.1 ■ Dispositif expérimental

Légende :

- 1) *Colonne en verre à double paroi remplie de CAGensemencé par la bactérie ;*
- 2) *Pompe péristaltique type « mini-pulse de Gilson » pour alimenter les colonnes ;*
- 3) *Bain thermostaté à 37°C ;*
- 4) *Pompe centrifuge pour l'alimentation en eau thermostatée à 37°C ;*
- 5) *Pompe d'aération pour l'apport en oxygène nécessaire pour la bactérie ;*
- 6) *Bacs pour les solutions phénolés ;*
- 7) *Soutirage et prise de prélèvement pour analyse ;*

..... Système d'alimentation des colonnes ;

----- Système de chauffage ;

----- Système d'aération ;

Pour la fixation des bactéries (figure VII.2.2) :

- 8) *Plaque d'agitation chauffante ;*
- 9) *Milieu de culture enrichi en bactérie *Pseudomonas aeruginosa*.*

VII.2.2. Méthodologie de travail

Pour chaque essai, nous avons suivi les étapes ci-dessous :

- 1) Peser la quantité voulue de CAG (en gramme), la hauteur du lit sera lue directement sur la colonne. La préparation du CAG se trouve en annexe -1- ;
Afin de minimiser tous les risques de colmatage qui peuvent être trop fréquents à l'intérieur de la colonne, un tamisage du CAG est effectué en utilisant des tamis allant de 0,6 à 3 mm ; la fraction est récupérée puis utilisée comme garnissage et support bactérien ;
- 2) La masse de CAG pesée est trempée dans l'eau distillée pendant 24 heures afin d'expulser l'air interparticulaire et améliorer la mouillabilité ;
- 3) Remplir doucement l'intérieur des colonnes avec la solution eau distillée-CAG palier par palier pour un remplissage le plus uniforme possible ;
- 4) Régler le débit d'air de telle façon à maintenir une bonne aération nécessaire à la respiration des bactéries sans toutefois perturber le lit bactérien ;
- 5) Le débit d'alimentation désiré (en mL.mn⁻¹) est obtenu par le réglage de la pompe péristaltique ;

6) Une fois le débit d'alimentation réglé, les deux colonnes sont alimentées avec de l'eau distillée afin de pouvoir régler le débit de soutirage pour obtenir un régime permanent tout en maintenant le CAG immergé dans la solution avec un niveau d'immersion de 1cm environ ;

7) Alimentation des colonnes : l'eau à traiter est chargée en phénol à des concentrations connues qu'on fait ruisseler à travers le lit.

❖ **Pour l'adsorption**

Après réglage et stabilisation du débit d'alimentation et de soutirage, le traitement de l'eau chargée en phénol débute au temps t_0 en mettant les tuyaux d'alimentation dans les bacs contenant l'eau à traiter.

❖ **Pour la biosorption**

Avant le traitement, on procède d'abord par la préparation de notre biofiltre pour la mise en place de notre bioréacteur :

a. Préparation du milieu de cultureensemencé

A partir d'un tube de conservation de « *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 27853 », nous prélevons en zone stérile quelques colonies à l'aide d'une pipette pasteur, celles-ci sontensemencées dans un tube de bouillon nutritif.

Après incubation dans une étuve à 37°C pendant 24 heures, au cours du temps le milieu devient trouble indiquant le stade de croissance bactérienne.

Le milieu de culture étant préparé (voir annexe -4-), celui-ci estensemencé en zone stérile avec la préculture à raison de 1% puis incubé toujours à 37°C pendant 48 heures.

b. Préparation du milieu réceptif de la bactérie

Un environnement favorable est mis en place pour préparer la réception des bactéries dans de bonnes conditions et pour une bonne activité bactérienne. Outre le remplissage par du CAG, on fait circuler à l'aide de la pompe centrifuge de l'eau distillée thermostatée à 37°C entre les deux parois de la colonne conçues pour le chauffage de l'intérieur de la colonne.

De plus, le milieu récepteur de la bactérie est délicatement aéré pour ne pas trop perturber l'uniformité du lit et pour un apport minimum en oxygène.

c. Fixation des bactéries sur le CAG

Les colonnes étant remplies de CAG, celles-ci sont reliées à notre petit réacteur biologique faiblement agité en circuit fermé (figure VII.2.2) pour faire passer le milieu de culture riche en *Pseudomonas aeruginosa* en continu à l'aide de la pompe péristaltique pendant 48 heures, temps jugé suffisant pour ensemercer notre filtre.

Alimentation et soutirage aux mêmes débits commencent quand une certaine concentration cellulaire est atteinte dans la colonne. Cela est vérifié par la mesure de la densité optique au spectrophotomètre visible à 600nm : après 48 heures d'incubation, la densité optique de la bactérie est $DO_{600nm}=1,108$; une deuxième mesure prise 24 heures après le lancement du processus de fixation des bactéries donne une densité optique $DO_{600nm}=0,155$; ce qui signifie que pratiquement la totalité des bactéries est passée dans les colonnes.

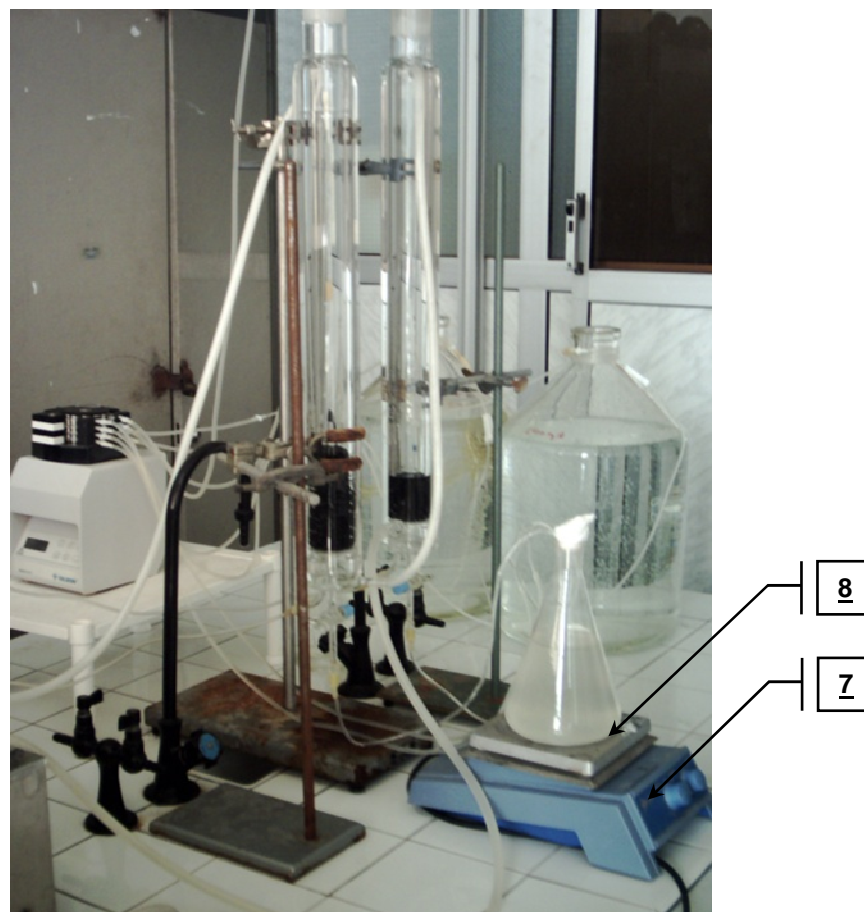


Figure VII.2.2 ■ Procédé de fixation des bactéries sur le CAG

Après 48 heures, les tuyaux d'alimentation sont plongés dans les bacs d'alimentation contenant en plus de la concentration du phénol désirée, les quantités de nutriments nécessaires ; une fois que la première goutte de l'effluent à traiter atteint notre biofiltre, c'est le début de l'expérience.

8) Prendre périodiquement des échantillons d'eau recueillie en aval du lit pour analyse (voir annexe 2 et 3).

En adsorption, la solution ne contient que du phénol, et la concentration résiduaire est directement analysée par spectrophotomètre UV à 270nm.

Par contre, en biosorption, le mécanisme de biodégradation engendre des métabolites qui absorbent dans la même longueur d'onde que le phénol, dans ce cas nous avons procédé au dosage du phénol par méthode colorimétrique en complexant celui-ci par l' amino-4-antipyrine à 510nm.

VII.3. ETUDE DE LA BIOSORPTION DYNAMIQUE DU PHENOL

Un travail antérieur a consisté à éliminer le phénol par biosorption, les résultats ont montré que cette technique est plus performante que l'adsorption simple [34]. Seulement, cette technique a montré ses limites par le manque surtout d'oxygène nécessaire aux micro-organismes du milieu. S'appuyant sur les insuffisances auxquelles nous avons essayé d'y remédier, nous nous proposons d'améliorer le système par l'introduction de l'aération.

La présente étude vise donc à établir la performance d'un système de biofiltration aérobie à garnissage de CAGensemencé par une culture bactérienne (*Pseudomonas aeruginosa*) pour le traitement d'effluents présentant des concentrations élevées en phénol (300 à 1400mg.L⁻¹). Les deux colonnes de biofiltration ont opéré en mode dynamique dans des conditions similaires et ont été soumises à diverses conditions opératoires (charge hydraulique, hauteur du lit, concentrations en phénol).

Le suivi de l'évolution de la concentration du phénol dans notre biofiltre au cours du temps nous a permis de déterminer certaines caractéristiques du lit :

- Les temps de percée t_p et de saturation t_s correspondant respectivement à des concentrations de percée C_p et de saturation C_s .
- Les volumes de percée V_p et de saturation V_s .

Ainsi que de calculer :

- La quantité éliminée par le lit au point de percée A_p ;
- La quantité éliminée par 1g de CAG au point de percée A_p/m ;
- La quantité totale éliminée par le lit A_T ;
- La quantité totale éliminée par 1g de CAG A_T/m ;

Enfin, des essais en bioréacteurs sont également réalisés pour identifier des conditions d'opération plus efficaces, c'est-à-dire d'identifier les conditions optimales de la biosorption du phénol, à partir de l'application du plan factoriel complet.

VII.3.1. Influence du débit volumique

Pour une hauteur du biofiltre de 6cm correspondant à une masse de CAG de 30g et une concentration initiale de phénol de 300mg.L^{-1} maintenues constantes, la biosorption dynamique du phénol a été étudiée pour différents débits volumiques, à savoir : $Q=5,5\text{mL.mn}^{-1}$; 8mL.mn^{-1} ; 12mL.mn^{-1} et 15mL.mn^{-1} . Les résultats expérimentaux sont représentés par la figure VII.3.1.

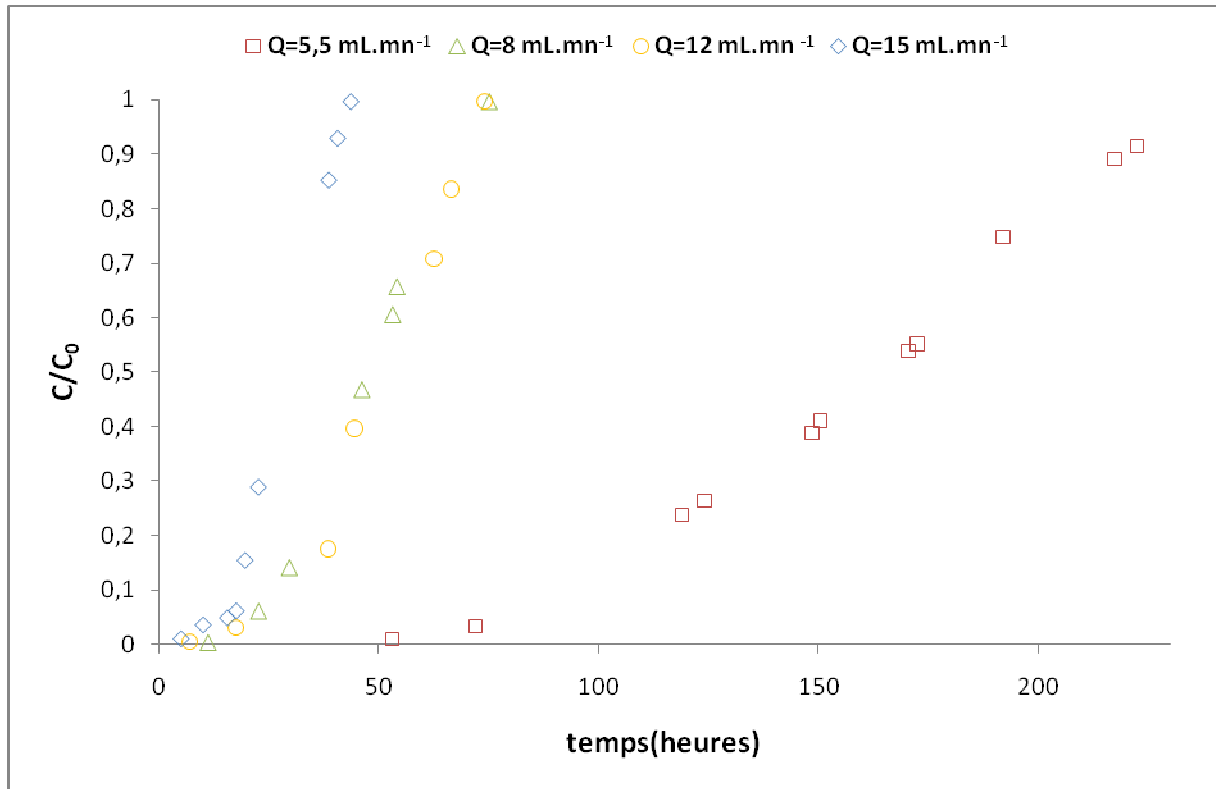


Figure VII.3.1. Evolution des courbes de percée en fonction du débit volumique.

L'analyse de cette figure permet de constater que les courbes ont une allure en forme de S, caractéristique de l'adsorption classique en colonne. Le temps de percée diminue d'autant plus que le débit volumique augmente. Les différents paramètres relatifs à la biosorption calculés à partir de ces courbes (tableau VII.3.1) ont été représentés graphiquement.

Tableau VII.3.1 : Valeurs des paramètres relatifs à la biosorption pour différents débits volumiques.

Q (mL.mn ⁻¹)	5,5	8	12	15
A _P (mg)	4722	1426	1361	1215
A _P /m (mg.g ⁻¹)	157	48	45	41
A _T (mg)	12632	6025	5594	5448
A _T /m (mg.g ⁻¹)	421	201	186	182

a) Volumes d'eau traités aux points de percée et de saturation

Une lecture est faite directement sur les courbes de percée pour donner les temps de percée (t_P) et de saturation (t_S) au bout desquels la concentration de sortie atteint respectivement : $C_P/C_0=0,01$ et $C_S/C_0=0,9$.

C_P étant la plus faible concentration détectable à la sortie de la colonne qui correspond à la concentration de rejet des eaux usées, c.-à-d. 1mg.L^{-1} .

Les valeurs de t_P et t_S permettent de calculer les volumes de percée V_P et de saturation V_S à partir des relations suivantes : $V_P=Q.t_P$; $V_S=Q.t_S$.

Les différentes évolutions sont représentées sur les figures VII.3. (2 ; 3).

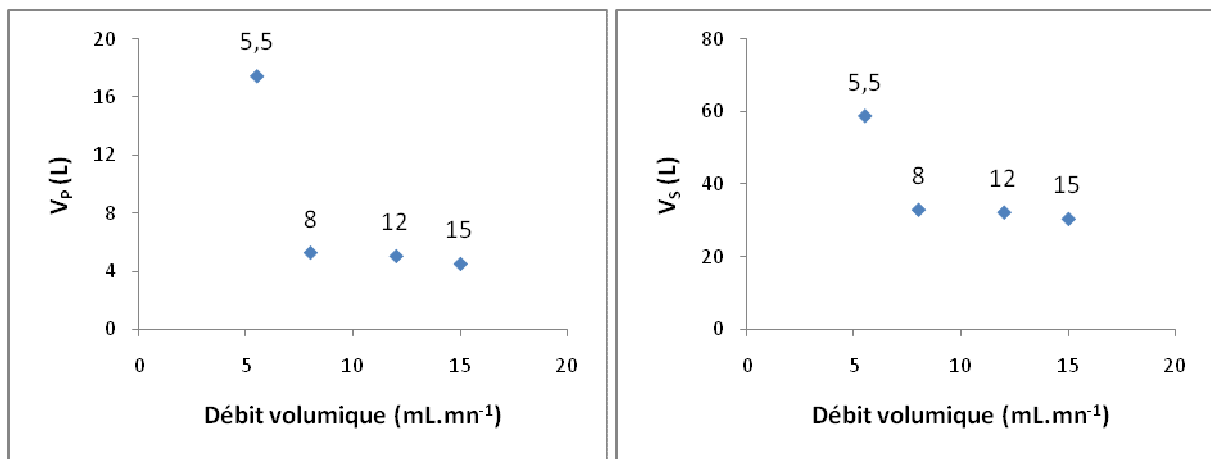


Figure VII.3. (2 ; 3). Variation des volumes de percée et de saturation en fonction du débit volumique ; $H=6\text{cm}$, $C_0=300\text{mg.L}^{-1}$.

La représentation graphique de l'évolution des volumes de percée et de saturation en fonction du débit volumique a permis de constater que ces deux grandeurs diminuent lorsque le débit volumique augmente.

b) Les quantités éliminées par le lit A_P et par le CAG A_P/m au point de percée

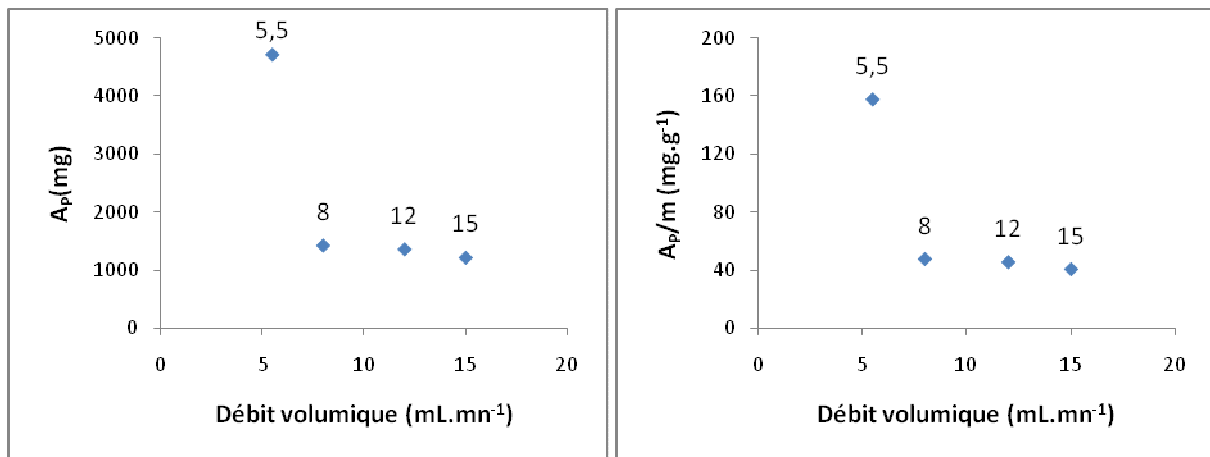


Figure VII.3. (4 ; 5). Variation de A_P et A_P/m en fonction du débit volumique ; $H=6\text{cm}$, $C_0=300\text{mg.L}^{-1}$.

La représentation graphique de l'évolution des quantités éliminées A_P et A_P/m au point de percée a permis de constater que ces deux grandeurs diminuent lorsque le débit volumique augmente.

Les quantités éliminées A_P et A_P/m au point de percée sont toujours plus importantes pour de faibles débits volumiques.

c) La quantité totale éliminée par le biofiltre A_T et par le CAG A_T/m

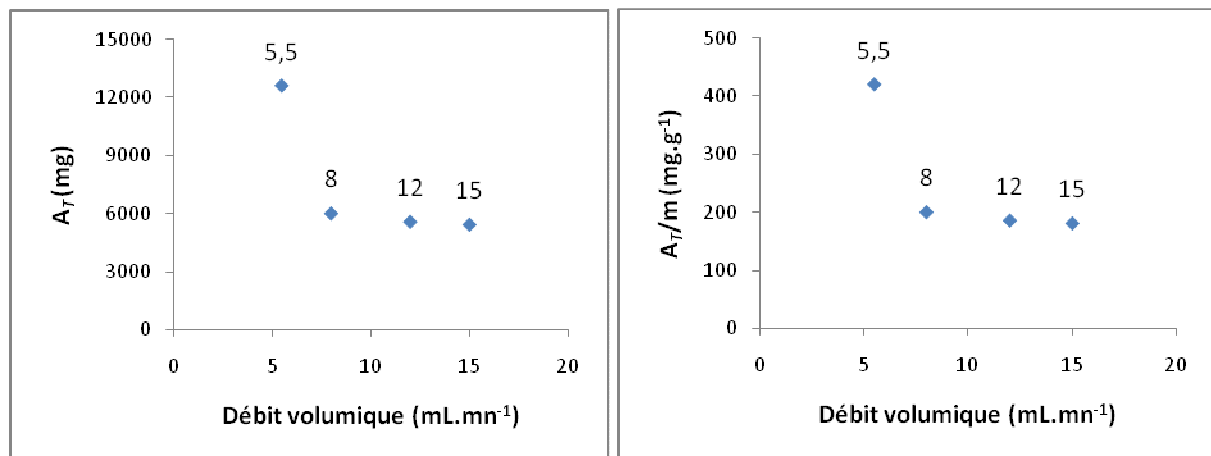


Figure VII.3. (6 ; 7). Variation de A_T et A_T/m en fonction du débit volumique ; $H=6\text{cm}$, $C_0=300\text{mg.L}^{-1}$.

De même, la représentation graphique de l'évolution des quantités totales éliminées A_T et A_T/m a permis de constater que ces deux grandeurs diminuent lorsque le débit volumique augmente.

Discussion

➤ **Volume de percée V_P et de saturation V_S**

A faibles débits volumiques, on observe un épaissement important de la masse bactérienne (prolifération importante des bactéries), cela s'explique par la présence d'une biomasse active (activité bactérienne importante) qui assimile de manière importante le polluant organique.

Lorsque le débit volumique est plus important, on observe un épaissement du biofilm moins important. L'augmentation du débit volumique entraîne la diminution de la capacité de fonctionnement du biofiltre, cela s'explique par le fait que les sites d'adsorption disponibles se saturent rapidement et que la masse bactérienne active est perturbée par les conditions hydrodynamiques.

➤ **Les quantités éliminées par le lit A_P et par le CAG A_P/m au temps de percée**

La quantité éliminée par le lit A_P évolue de la même manière que V_P , elle correspond au volume d'eau traitée au point de percée.

De même, la quantité éliminée par le CAG A_P/m évolue dans le même sens que A_P , et donc l'augmentation du débit volumique ne favorise pas l'amélioration de l'élimination du phénol par la biosorption de façon générale et par les bactéries en particulier.

➤ **Les quantités éliminées par le lit A_T et par le CAG A_T/m**

A_T étant la quantité éliminée par le lit au point de saturation, cette grandeur diminue et évolue de la même manière que V_S .

Même constatation, l'augmentation du débit volumique ne favorise pas l'amélioration de l'élimination du phénol par la biosorption de façon générale et par les bactéries en particulier, celles-ci étant sensibles aux variations des conditions hydrodynamiques.

Pour des débits importants, les bactéries se sont mal adaptées au bioréacteur causant ainsi un faible rendement du système.

VII.3.2. Influence de la hauteur du lit bactérien

Pour un débit volumique de 5,5cm et une concentration initiale de phénol de 300mg.L⁻¹, la biosorption dynamique du phénol a été étudiée pour quatre hauteurs différentes, à savoir : H=6cm ; 8cm ; 10cm et 11,5cm correspondants respectivement à des masses de CAG : m=30g ; 40g ; 50g et 60g. Les résultats expérimentaux sont illustrés dans la figure VII.3.8.

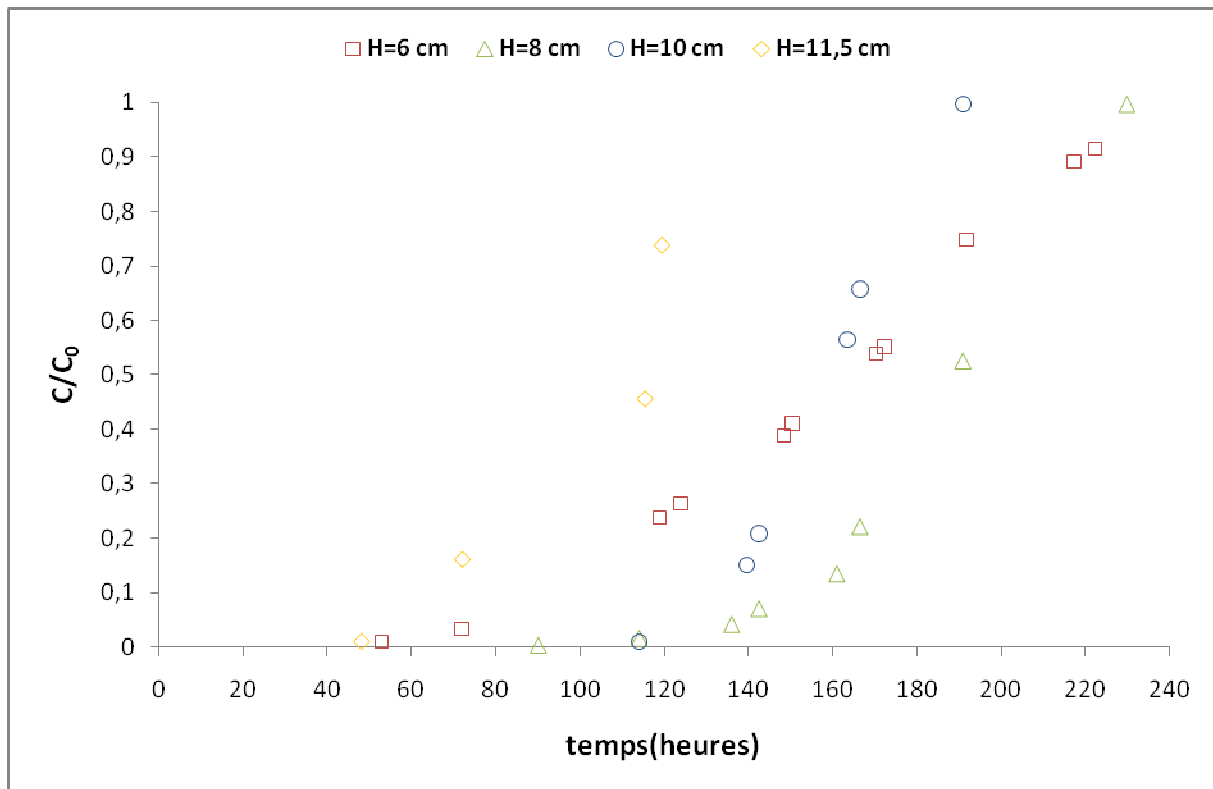


Figure VII.3.8. Evolution des courbes de percée en fonction de la hauteur du biofiltre.

Même constatation que pour la figure VII.3.1, les courbes ont une allure en forme de S, caractéristique de l'adsorption classique en colonne et le temps de percée augmente avec la hauteur du lit jusqu'à une hauteur de 10cm environ, pour diminuer ensuite au-delà de celle-ci. Les différents paramètres relatifs à la biosorption calculés à partir de ces courbes (tableau VII.3.2) ont été représentés graphiquement.

Tableau VII.3.2 : Valeurs des paramètres relatifs à la biosorption pour différentes hauteurs du biofiltre.

Hauteur du lit (cm)	6	8	10	11.5
A_p (mg)	4722	8019	10157	4277
A_p/m (mg.g ⁻¹)	157	200	203	71

A_T (mg)	12632	15780	17918	9059
A_T/m (mg.g ⁻¹)	525	459	320	174

a) Volumes d'eau traités aux points de percée et de saturation

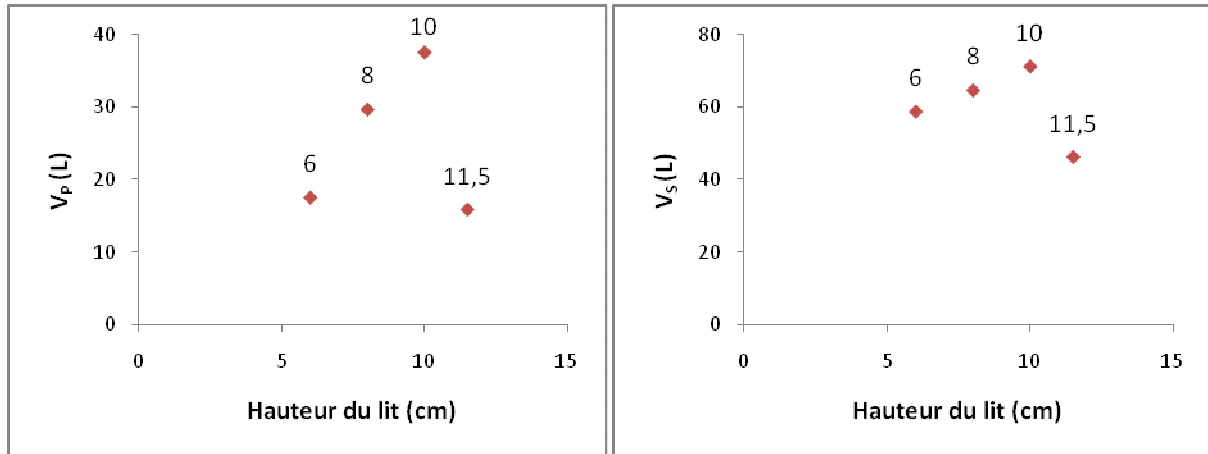


Figure VII.3. (9 ; 10). Variation des volumes de percée et de saturation en fonction de la hauteur du biofiltre ; $Q=5,5\text{mL.mn}^{-1}$, $C_0=300\text{mg.L}^{-1}$.

D'après la représentation graphique de l'évolution des volumes de percée et de saturation en fonction de la hauteur du biofiltre, on peut noter que :

- ✓ Le volume de percée évolue en croissance avec la hauteur du lit pour un optimum de 10cm.
- ✓ Le volume de saturation diminue à partir d'une hauteur du lit de 10cm.

b) La quantité éliminée par le biofiltre A_P et par le CAG A_P/m au point de percée

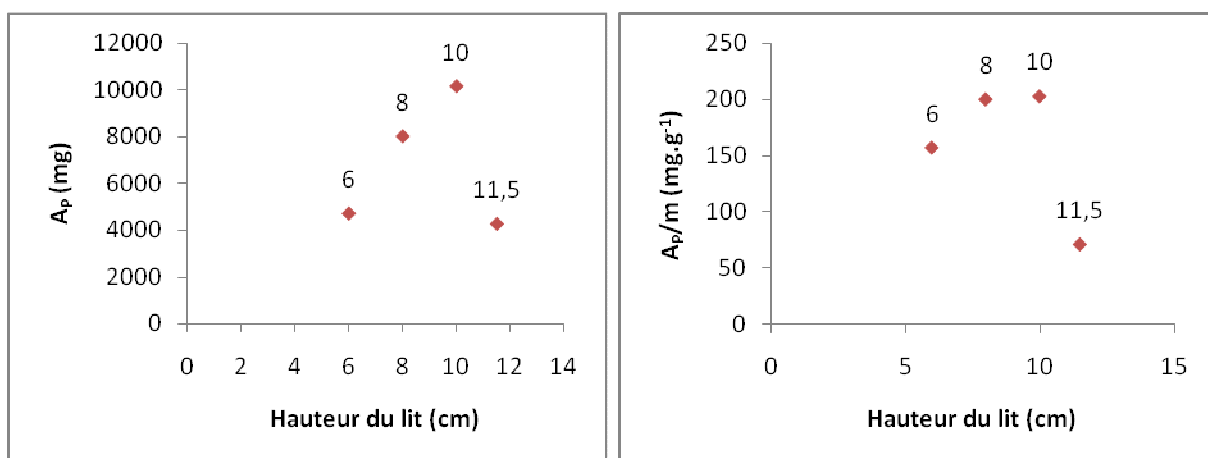


Figure VII.3. (11 ; 12). Variation de A_P et A_P/m en fonction de la hauteur du biofiltre ; $Q=5,5\text{mL.mn}^{-1}$, $C_0=300\text{mg.L}^{-1}$.

De même, la représentation graphique de l'évolution des quantités éliminées par le biofiltre et par le CAG en fonction de la hauteur du biofiltre a montré que :

- ✓ A_P évolue en croissance avec la hauteur du lit pour un optimum de 10cm.
- ✓ A_P/m augmente avec la hauteur du lit jusqu'à un optimum de 10cm, puis au-delà de cette valeur elle diminue.

c) La quantité totale éliminée par le lit A_T et par le CAG A_T/m

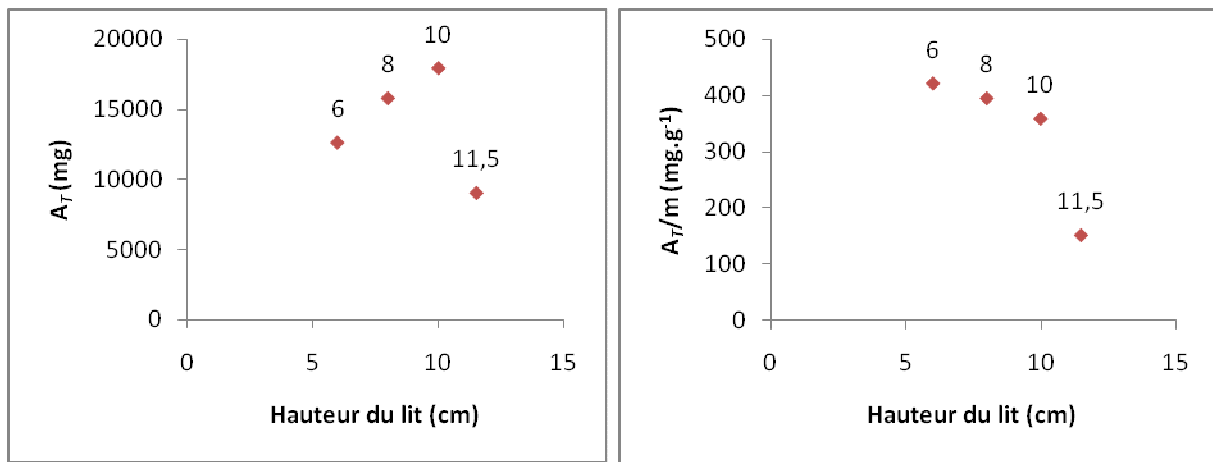


Figure VII.3. (13 ; 14). Variation de A_T et A_T/m en fonction de la hauteur du biofiltre ; $Q=5,5\text{mL.mn}^{-1}$, $C_0=300\text{mg.L}^{-1}$.

La représentation graphique de l'évolution des quantités totales éliminées par le biofiltre et par le CAG en fonction de la hauteur du biofiltre a permis de constater que :

- ✓ A_T augmente avec la hauteur du lit pour un optimum de 10cm.
- ✓ A_T/m diminue lorsque la hauteur augmente.

Discussion

➤ **Volume de percée V_P et de saturation V_S**

La représentation graphique de l'évolution des volumes de percée et de saturation en fonction de la hauteur du biofiltre montre bien que ces deux grandeurs augmentent lorsque la hauteur du lit augmente. Cela s'explique par le fait qu'une augmentation de la hauteur du lit offre un nombre de sites plus important pour l'adsorption du phénol et favorise l'augmentation de la masse bactérienne, ceci implique que la capacité de fonctionnement du biofiltre sera plus importante et l'épuration sera meilleure ; au delà d'une hauteur critique qui est de 10cm environ, la diminution de ces deux grandeurs est due à un engorgement important du lit et une accumulation de déchets, ce qui provoque une mauvaise circulation du fluide au sein du biofiltre et un apport d'air irrégulier à la biomasse.

➤ **Les quantités éliminées par le lit A_P et par le CAG A_P/m au temps de percée**

La quantité éliminée par le lit A_P augmente avec la hauteur jusqu'à une valeur critique et évolue de la même manière que V_P , elle correspond au volume d'eau traitée au point de percée pour les différentes hauteurs.

De même, la quantité éliminée par le CAG A_P/m évolue dans le même sens que A_P , et donc l'augmentation de la hauteur du lit favorise nettement l'épuration mais jusqu'à une hauteur critique de fonctionnement d'environ 10cm.

➤ **Les quantités éliminées par le lit A_T et par le CAG A_T/m**

A_T étant la quantité éliminée par le lit au point de saturation, cette grandeur augmente et évolue de la même manière que V_S .

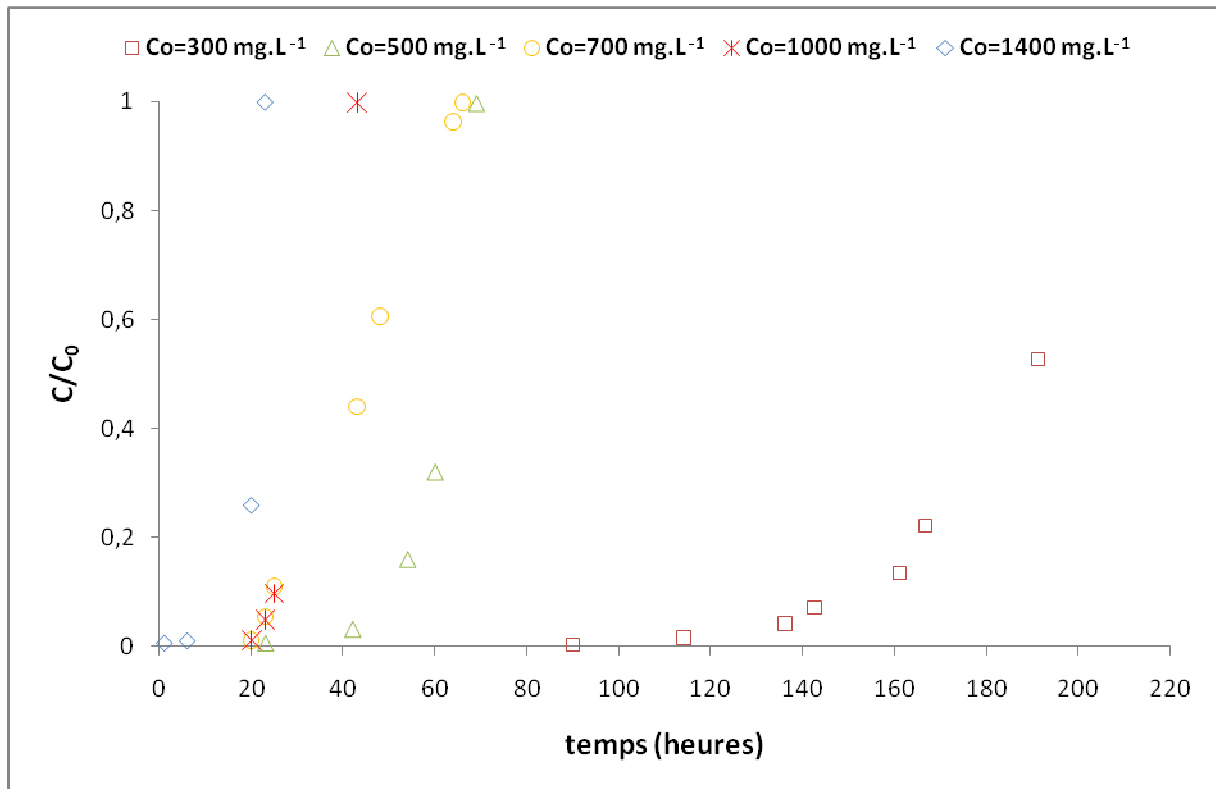
A_T/m évolue dans le sens inverse que V_S pour des hauteurs entre 6 et 10cm, ensuite elle diminue.

En plus de l'alimentation ascendante, l'apport de l'oxygène nécessaire aux bactéries favorise l'épuration biologique. A titre comparatif, on note que pour une hauteur de 6cm, les quantités éliminées par le lit (A_P , A_T) et par le CAG (A_P/m , A_T/m) en aérobie sont nettement supérieures à celles trouvées en anaérobie [34].

Hauteur du lit (cm)	6	
	Aérobie	Anaérobie [34]
A_P (mg)	4722	4350
A_P/m (mg.g ⁻¹)	157	108,75
A_T (mg)	12632	5981,6
A_T/m (mg.g ⁻¹)	525	149,54

VII.3.3. Influence de la concentration initiale du phénol

Pour un débit volumique de 5,5cm et une hauteur de 8cm maintenues constantes, nous avons étudié la biosorption dynamique du phénol pour cinq concentrations initiales, à savoir : $C_0=300\text{mg.L}^{-1}$; 500mg.L^{-1} ; 700mg.L^{-1} ; 1000mg.L^{-1} ; 1400mg.L^{-1} .



Les résultats expérimentaux sont illustrés dans la figure VII.3.15.

Figure VII.3.15. Evolution des courbes de percée en fonction de la concentration initiale du phénol.

L'analyse de cette figure permet de constater que les courbes ont une allure en S, caractéristique de l'adsorption classique en colonne et que le temps de percée diminue lorsque la concentration initiale du phénol augmente. Les différents paramètres relatifs à la biosorption calculés à partir de ces courbes sont regroupés dans le tableau VII.3.3.

Tableau VII.3.3 : Valeurs des paramètres relatifs à la biosorption pour différentes concentrations du phénol.

C_0 (mg.L ⁻¹)	300	500	700	1000	1400
A_P (mg)	8019	3564	3326	2970	2495
A_P/m (mg.g ⁻¹)	200	89	83	74	62
A_T (mg)	15780	7722	7207	6851	6376

A_T/m ($\text{mg}\cdot\text{g}^{-1}$)	395	193	180	171	159
---	-----	-----	-----	-----	-----

a) Volumes d'eau traités V_P aux temps de percée et V_S aux temps de saturation

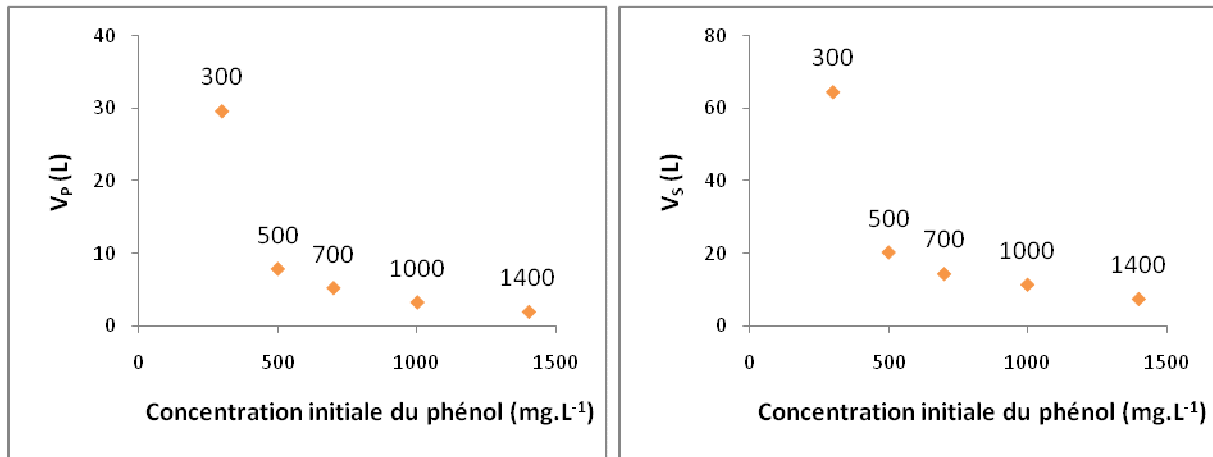


Figure VII.3. (16 ; 17). Variation des volumes de percée et de saturation en fonction de la concentration initiale du phénol.

La représentation graphique de l'évolution des volumes de percée et de saturation en fonction de la concentration initiale du phénol montre que ces deux grandeurs diminuent lorsque la concentration augmente.

b) La quantité éliminée par le lit A_P et par le CAG A_P/m au point de percée

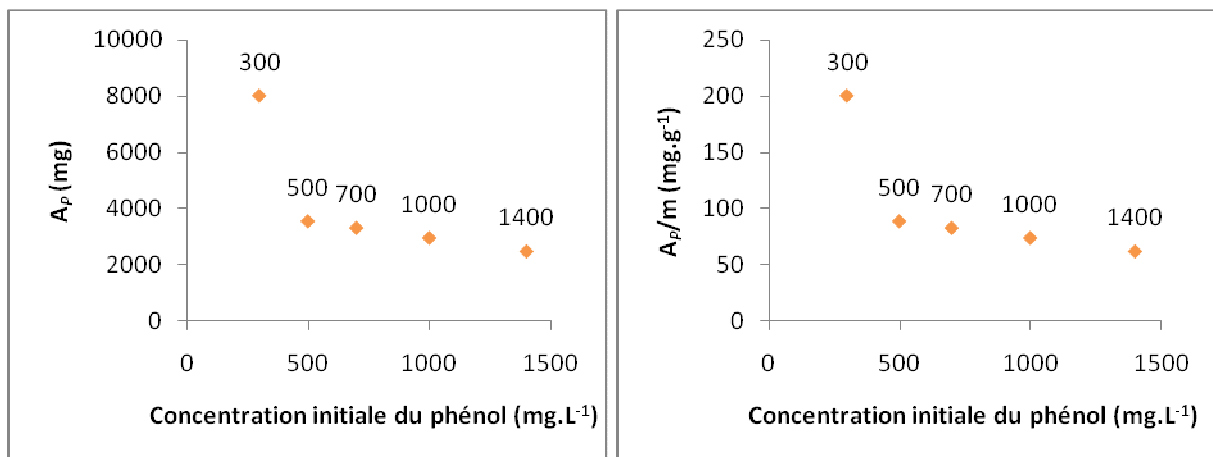


Figure VII.3. (18 ; 19). Variation de A_P et A_P/m en fonction de la concentration initiale du phénol.

La représentation graphique de l'évolution des quantités éliminées par le biofiltre et par le CAG en fonction de la concentration initiale du phénol a permis de constater que :

✓ A_P et A_P/m diminuent lorsque la concentration initiale du phénol augmente de 300 à 500mg.L^{-1} , puis ces deux grandeurs se stabilisent de façon progressive entre 500 et 1400mg.L^{-1} .

c) La quantité totale éliminée par le lit A_T et par le CAG A_T/m

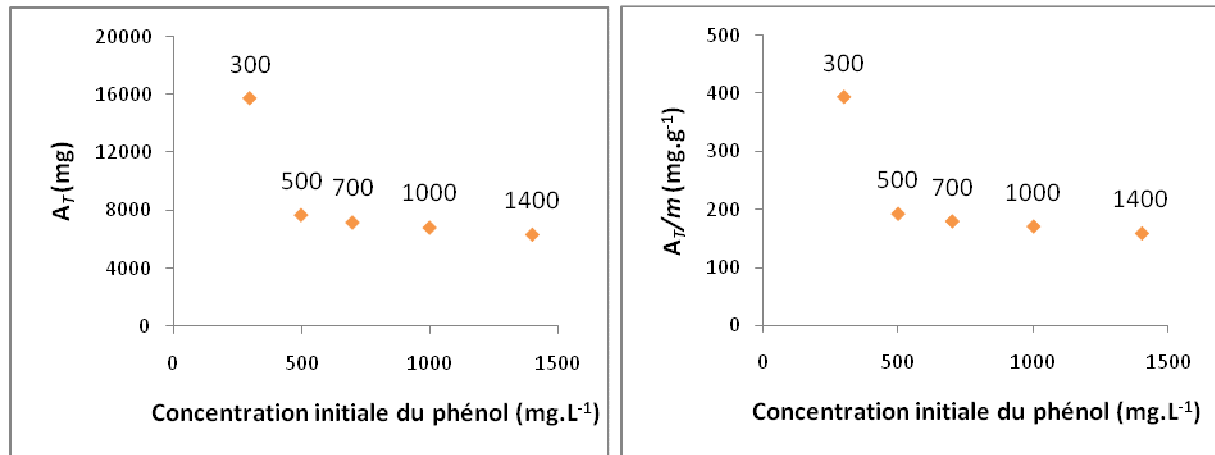


Figure VII.3. (20 ; 21). Variation de A_T et A_T/m en fonction de la concentration initiale du phénol.

La représentation graphique de l'évolution des quantités éliminées par le biofiltre et par le CAG en fonction de la concentration initiale du phénol a permis de constater que :

✓ A_T et A_T/m diminuent lorsque la concentration initiale du phénol augmente de 300 à 500mg.L^{-1} , puis ces deux grandeurs diminuent et tendent vers un palier entre 500 et 1400mg.L^{-1} .

Discussion

➤ **Volume de percée V_P et de saturation V_S**

La représentation graphique de l'évolution des volumes de percée et de saturation en fonction de la hauteur du biofiltre montre que ces deux grandeurs diminuent lorsque la concentration initiale du phénol augmente. Cela s'explique par le fait qu'une augmentation de la concentration initiale du phénol engendre une saturation rapide du filtre pour l'adsorption et défavorise l'amélioration de la biodégradation du phénol par la masse bactérienne.

Ceci implique que la capacité de fonctionnement du biofiltre diminue d'où une diminution du volume d'eau épuré, donc au delà d'une certaine concentration initiale critique le phénol devient inhibiteur.

➤ **Les quantités éliminées par le lit A_P et par le CAG A_P/m au temps de percée**

La quantité éliminée par le lit A_P diminue d'autant plus que la concentration initiale du phénol augmente et évolue de la même manière que V_P .

La quantité éliminée par le CAG A_P/m évolue dans le même sens que A_P .

Par contre, on remarque que cette diminution tend vers un palier au-delà d'une concentration de 500mg.L^{-1} .

➤ **Les quantités éliminées par le lit A_T et par le CAG A_T/m**

A_T et A_T/m étant les quantités éliminées par le lit et par le CAG au point de saturation, ces grandeurs diminuent lorsque la concentration initiale du phénol augmente et évolue de la même manière que V_S .

De même, on remarque que cette diminution tend vers un palier au-delà d'une concentration de 500mg.L^{-1} .

VII.3.4. Constante de vitesse de la biosorption « k_{Th} »

❖ La constante de vitesse « k_{Th} » peut être déduite à partir du modèle de Thomas régité par la formule suivante [63] :

$$\ln \left(\frac{C_0}{C} - 1 \right) = \frac{k_{Th} \cdot A_0 \cdot X}{Q} - k_{Th} \cdot C_0 \cdot t$$

k_{Th} : constante de la cinétique de la biosorption ($\text{mL} \cdot \text{mn}^{-1} \cdot \text{mg}^{-1}$) ;

A_0 : quantité éliminée, selon le modèle de Thomas ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$) ;

X : quantité d'adsorbant dans le lit (g) ;

Q : débit volumique ($\text{mL} \cdot \text{mn}^{-1}$) ;

C_0 : concentration initiale du phénol ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$).

Les graphes $\ln [(C_0/C)-1]$ en fonction du temps pour les différents paramètres à savoir le débit volumique, la hauteur du lit et la concentration initiale du phénol sont représentés par les figures VII.3.22 ; VII.3.23 ; VII.3.24.

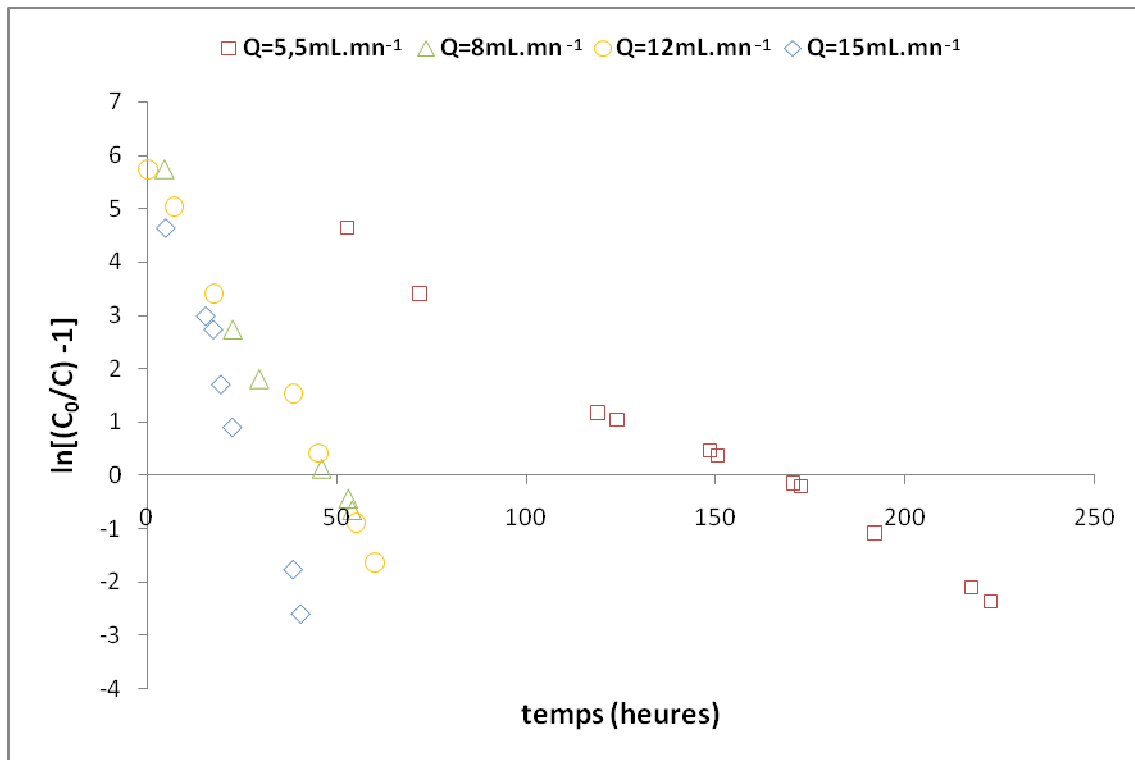
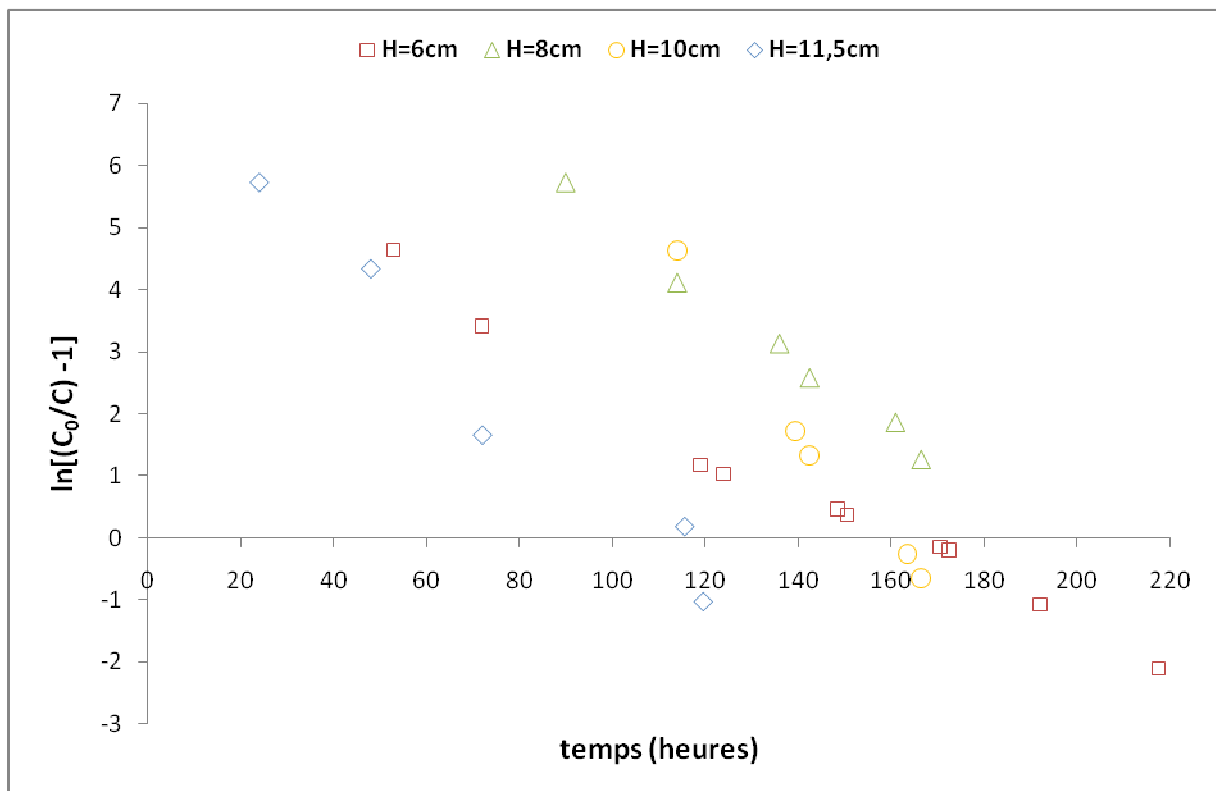


Figure VII.3.22. Evolution de $\ln [(C_0/C)-1]$ en fonction du temps



pour différents débits volumiques ; H=6cm, Co=300mg.L⁻¹.

Figure VII.3.23. Evolution de $\ln [(C_0/C)-1]$ en fonction du temps pour différentes hauteurs du biofiltre ; Q=5,5mL.mn⁻¹, Co=300mg.L⁻¹.

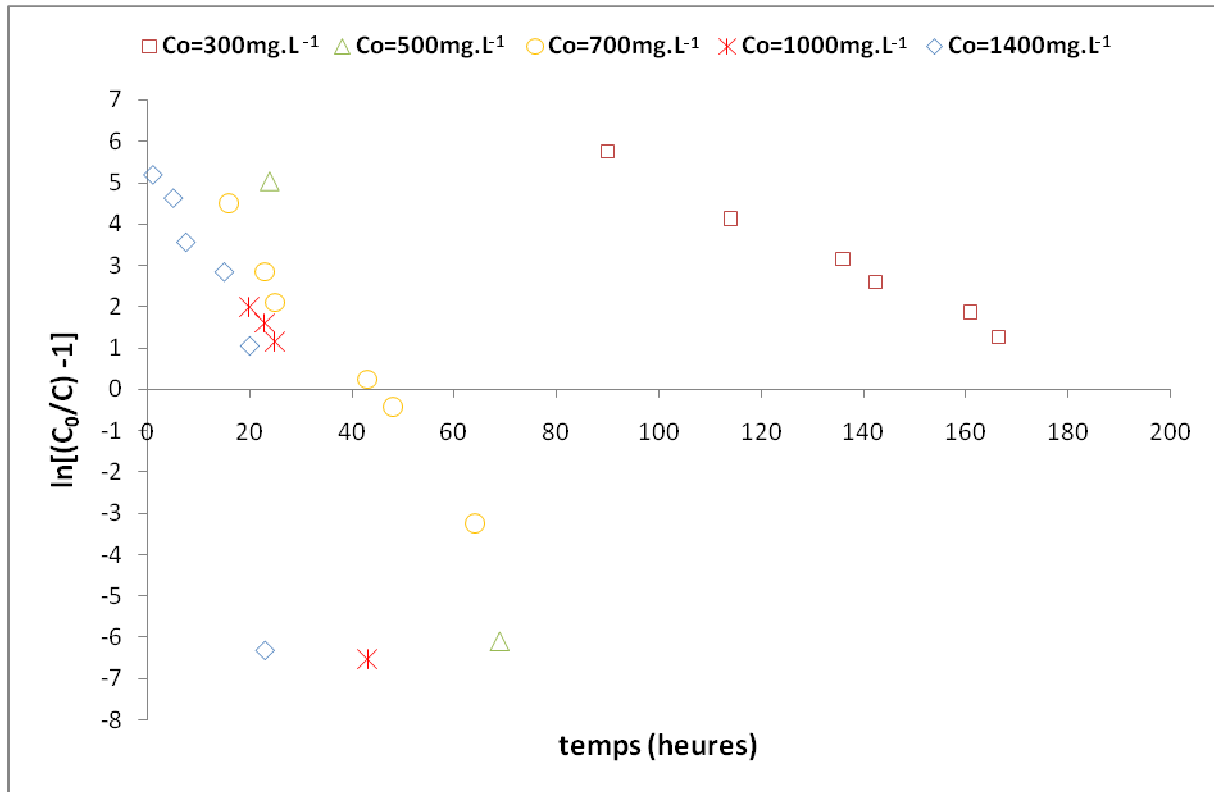


Figure VII.3.24. Evolution de $\ln [(C_0/C)-1]$ en fonction du temps pour différentes concentrations initiales du phénol ; $Q=5,5\text{mL.mn}^{-1}$, $H=8\text{cm}$.

Connaissant la concentration initiale du phénol C_0 , la pente des droites conduit à la valeur de la constante de la cinétique de la biosorption.

Tableau VII.3.4 : Valeurs de k_{Th} pour les différents facteurs.

	Q (mL.mn ⁻¹)				H (cm)				C ₀ (mg.L ⁻¹)				
	5,5	8	12	15	6	8	10	11,5	300	500	700	1000	1400
$k_{Th}.10^5$ (L.h ⁻¹ .mg ⁻¹)	13	41	40	67	13	27	33	22	27	48	54	48	29

Afin de percevoir l'influence du débit, de la hauteur du biofiltre et de la concentration initiale du phénol sur ce paramètre, l'évolution de k_{Th} en fonction de ces facteurs est représentée graphiquement dans les figures VII.3.25 ; VII.3.26 ; VII.3.27.

a) Influence du débit volumique

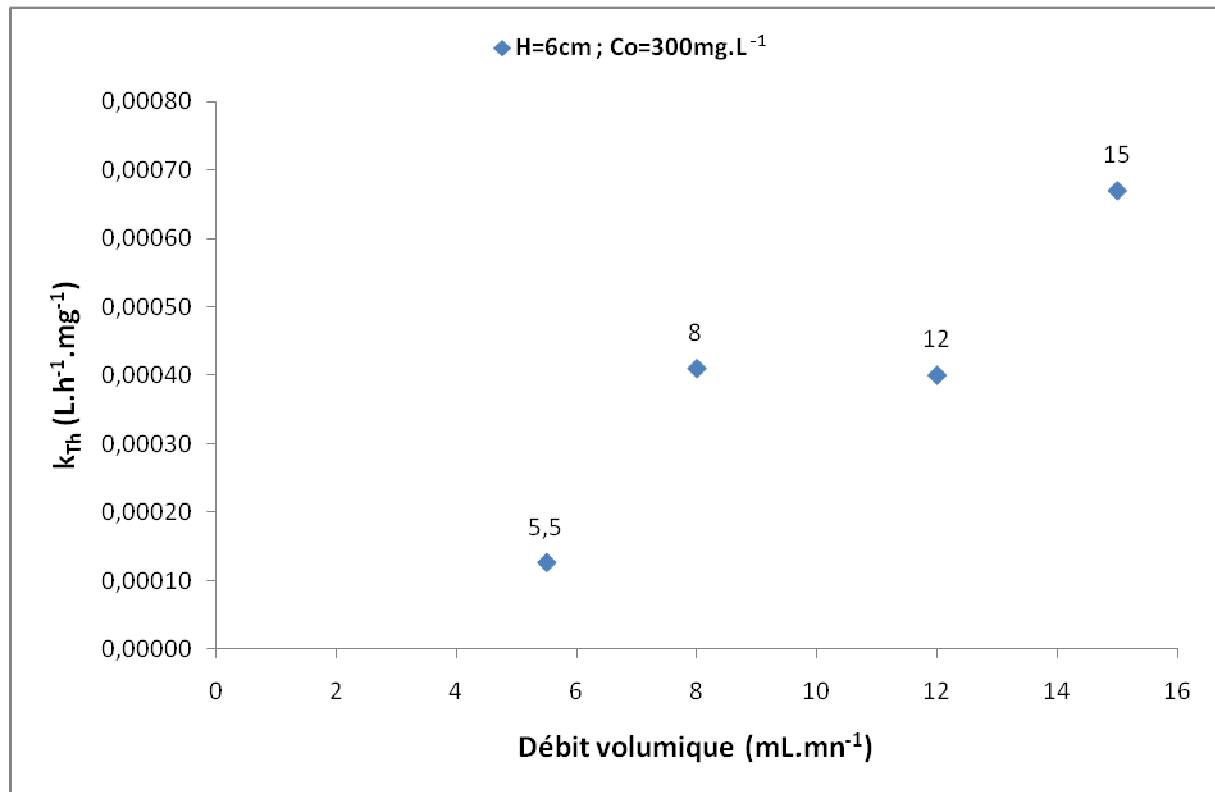


Figure VII.3.25. Evolution de k_{Th} en fonction du débit volumique.

Une élévation du débit volumique provoque moyennement une élévation de la constante k_{Th} .

Cela s'explique par le fait qu'une augmentation du débit entraîne un apport croissant de substrat qui améliore sa dégradation.

b) Influence de la hauteur du biofiltre

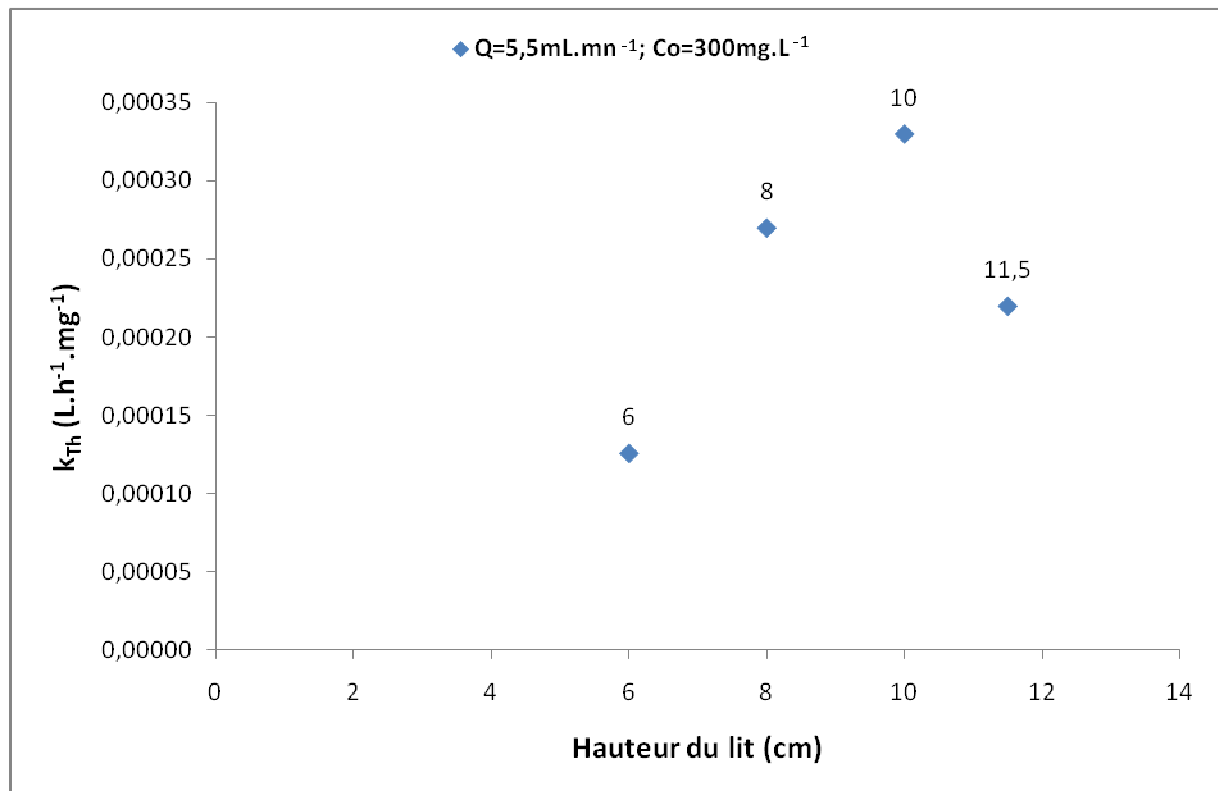


Figure VII.3.26. Evolution de k_{Th} en fonction de la hauteur du biofiltre.

Les valeurs obtenues montrent bien que k_{Th} augmente avec la hauteur du lit jusqu'à un maximum pour une hauteur d'environ $H=10$ cm puis diminue.

Il existe une hauteur efficace de fonctionnement du biofiltre, et au-delà de celle-ci il est probable qu'il y ait un volume mort dans le réacteur auquel il faudrait remédier.

c) Influence de la concentration initiale du phénol

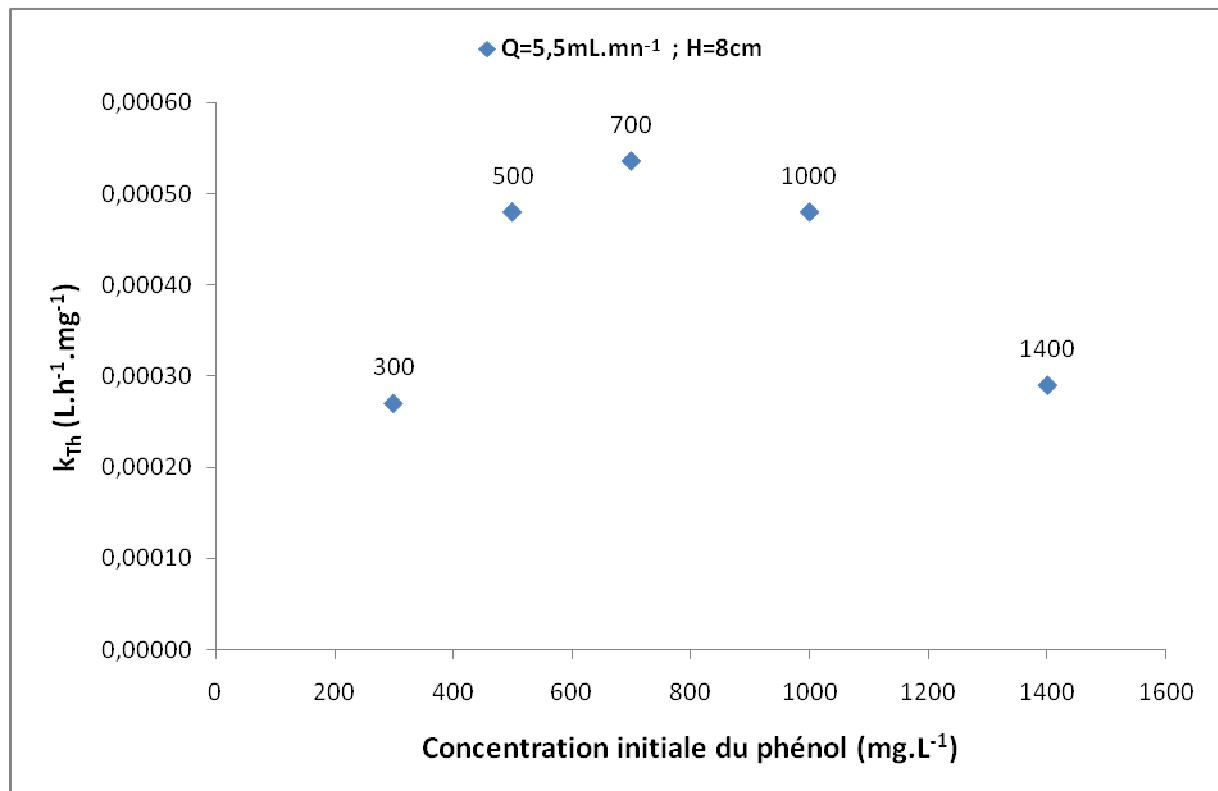


Figure VII.3.27. Evolution de k_{Th} en fonction de la concentration initiale du phénol.

k_{Th} augmente avec C_0 pour des concentrations inférieures à 700mg.L^{-1} .

L'apport important de molécules entraîne une amélioration de la biosorption jusqu'à apparition d'une inhibition pour une concentration initiale en phénol supérieure à $C_0=700\text{mg.L}^{-1}$.

❖ D'autre part, en appliquant le modèle de Thomas à l'origine, on peut déduire la quantité éliminée A_0 (en mg.g^{-1}) pour les différents débits volumiques, hauteurs du lit et concentrations initiales du phénol.

$$\ln\left(\frac{C_0}{C} - 1\right) = \frac{k_{TR} \cdot A_0 \cdot X}{Q}$$

Tableau VII.3.5 : Valeurs de A_0 pour les différents facteurs.

	Q (mL.mn ⁻¹)				H (cm)				C ₀ (mg.L ⁻¹)				
	5.5	8	12	15	6	8	10	11.5	300	500	700	1000	1400
A₀ (mg.g⁻¹)	480	229	347	262	480	382	320	180	351	189	169	165	171

Les graphes (A_0 ; A_T/m) en fonction des différents paramètres à savoir le débit volumique, la hauteur du lit et la concentration initiale du phénol sont représentés par les figures VII.3.28 ; VII.3.29 ; VII.3.30.

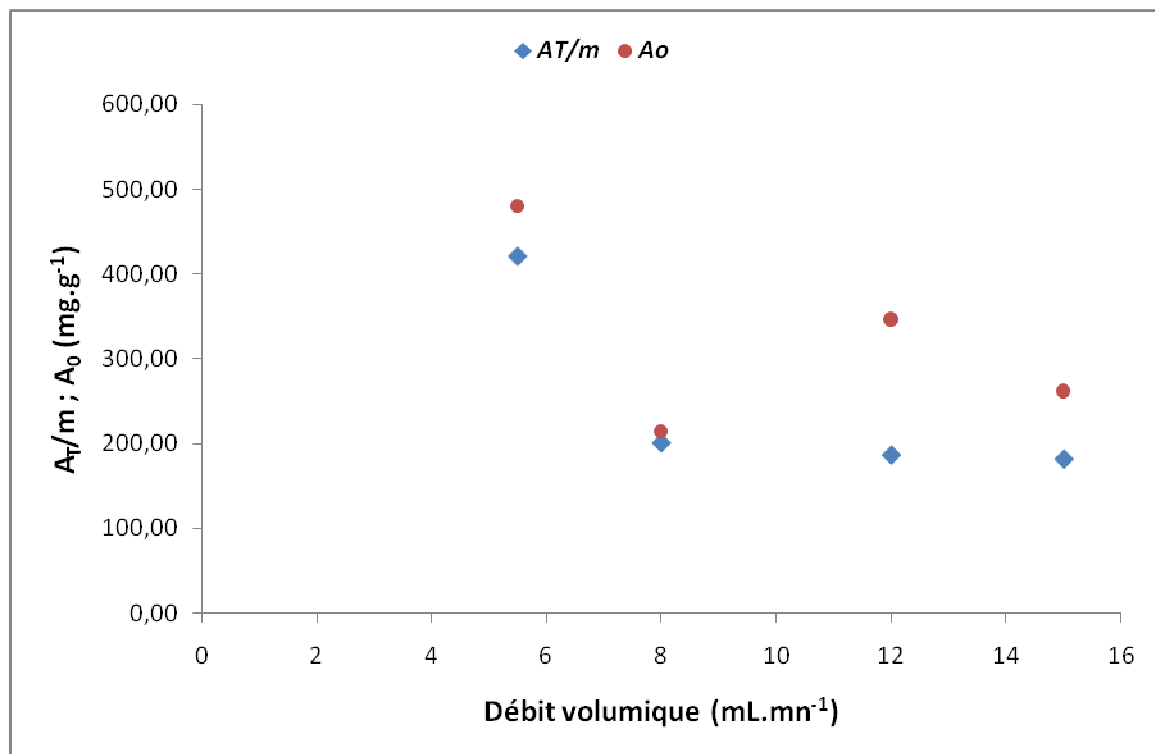


Figure VII.3.28. Variation de (A_T/m ; A_0) en fonction du débit volumique ; $H=6\text{cm}$, $C_0=300\text{mg.L}^{-1}$.

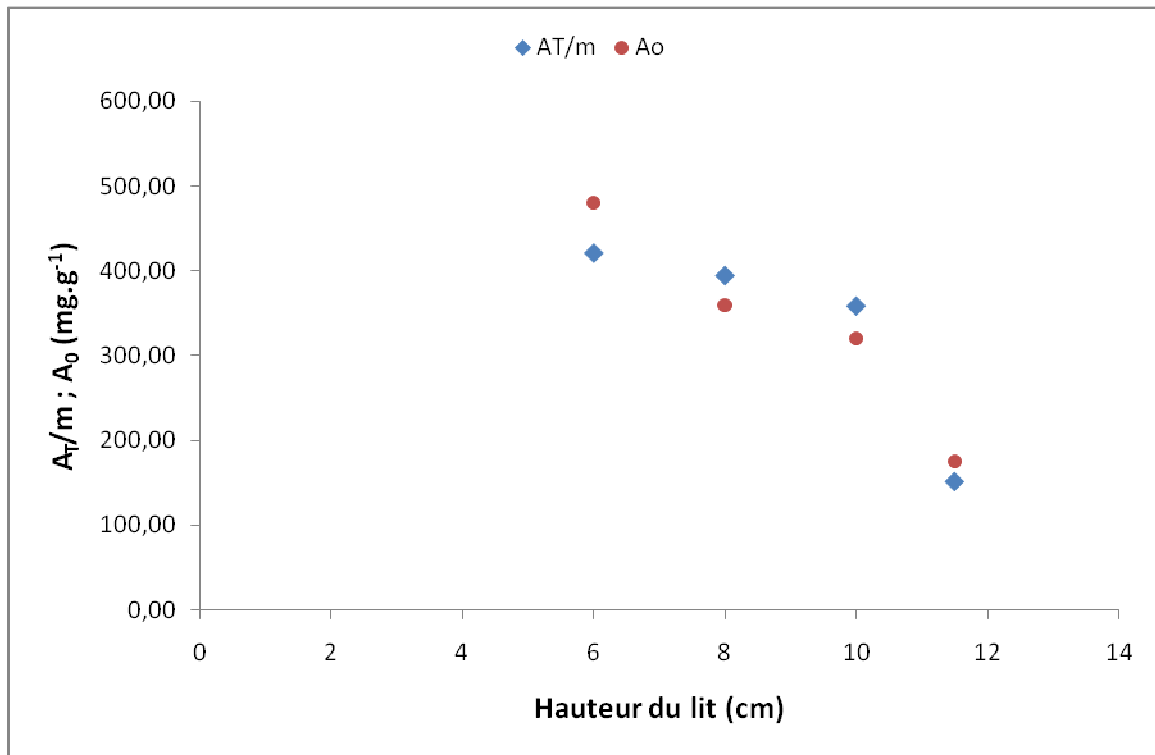


Figure VII.3.29. Variation de ($A_T/m ; A_0$) en fonction de la hauteur du biofiltre ; $Q=5,5\text{mL}\cdot\text{mn}^{-1}$, $C_0=300\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$.

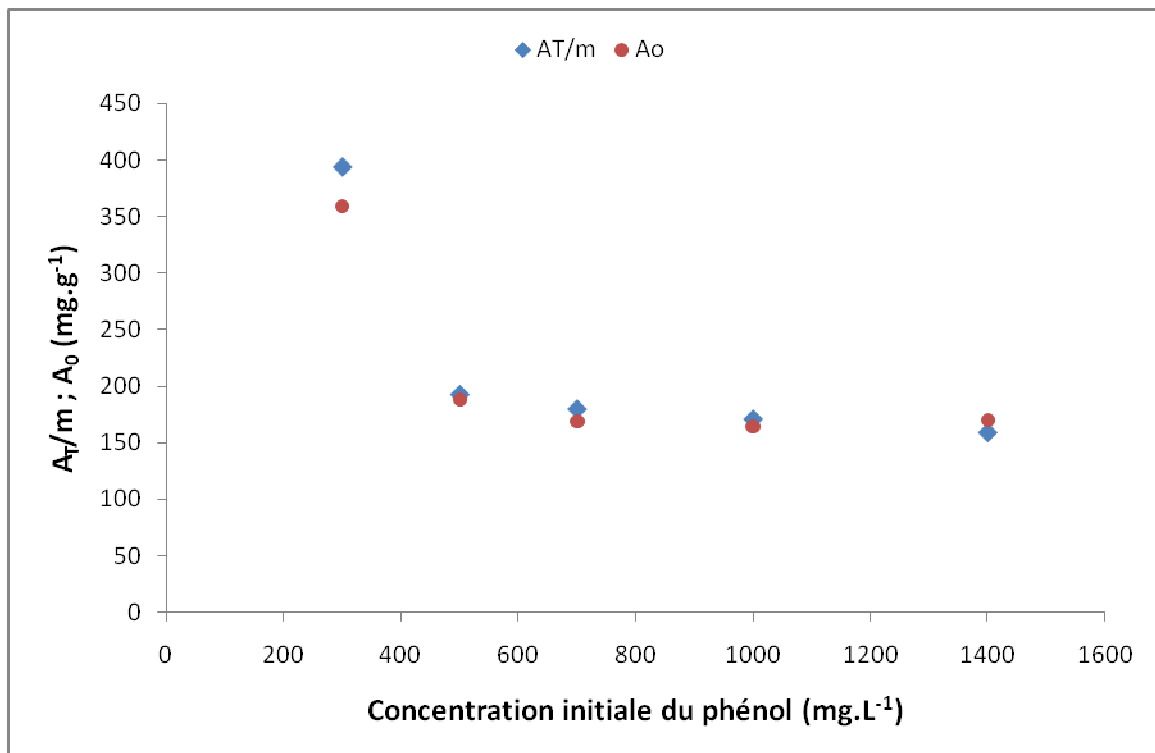


Figure VII.3.30. Variation de ($A_T/m ; A_0$) en fonction de la concentration initiale du phénol ; $Q=5,5\text{mL}\cdot\text{mn}^{-1}$, $H=8\text{cm}$.

Les figures montrent bien que l'évolution de $(A_T/m ; A_0)$ en fonction des paramètres opératoires est pratiquement semblable.

De plus, les valeurs théoriques déduites à partir du modèle de Thomas se rapprochent de celles des valeurs expérimentales, par conséquent on peut dire que le modèle de Thomas décrit bien les courbes de percée.

VII.4. MODELISATION MATHÉMATIQUE

Pour les arguments présentés au chapitre VI relatifs à la présentation de la méthodologie des plans d'expériences, et tenant compte des conditions expérimentales relatives à l'analyse de l'élimination du phénol dans une colonne garnie de charbon actif en grainsensemencé par *Pseudomonas aeruginosa* en continu, nous avons opté pour l'utilisation du Plan factoriel complet du type 2^3 .

Les facteurs maîtrisables et indépendants qui seront les variables explicatives du modèle linéaire à vérifier sont :

- le facteur débit d'alimentation désigné par Q ;
- le facteur hauteur du lit désigné par H ;
- le facteur concentration initiale du phénol désigné par C_0 .

Les limites de variation des facteurs sont les suivantes :

Tableau VII.4.1 : Limites de variation des facteurs.

	Domaine d'étude (Niveaux de variation des facteurs)		
	Supérieur	Principal	Inférieur
Q (mL.mn⁻¹)	15	10,25	5,5
H (cm)	11,5	8,75	6
Co (mg.L⁻¹)	1400	850	300
Valeur codifiée x_k	+1	0	-1

Les paramètres de sortie sont :

- la quantité éliminée au point de percée (A_P) désigné par Y_1 ;
- la quantité totale éliminée au point de saturation (A_T) désigné par Y_2 ;
- la constante de vitesse de la biosorption (K_{Th}) désigné par Y_3 ;

Construction de la matrice de planification :**Tableau VII.4.2 : Résultats expérimentaux.**

Résultats expérimentaux						
Expérience N°	Q (mL.mn⁻¹)	H (cm)	C₀ (mg.L⁻¹)	A_P	A_T	K_{Th}
1	5,5	6	300	4722,30	7910,00	0,00013
2	15	6	300	1215,00	4233,00	0,00067
3	5,5	11,5	300	4276,80	4781,70	0,00022
4	15	11,5	300	4131,00	4749,30	0,00071
5	5,5	6	1400	2494,50	5142,06	0,00032
6	15	6	1400	283,50	5726,70	0,00079
7	5,5	11,5	1400	9563,40	20623,68	0,00007
8	15	11,5	1400	3402,00	16191,00	0,00024

Tableau VII.4.3 : Matrice de planification d'expériences.

Matrice de planification d'expériences							
Expérience N°	x_1	x_2	x_3	Randomisation des expériences	Y_1	Y_2	Y_3
1	-1	-1	-1	4	4722,30	7910,00	0,00013
2	+1	-1	-1	6	1215,00	4233,00	0,00067
3	-1	+1	-1	2	4276,80	4781,70	0,00022
4	+1	+1	-1	8	4131,00	4749,30	0,00071
5	-1	-1	+1	3	2494,50	5142,06	0,00032
6	+1	-1	+1	1	283,50	5726,70	0,00079
7	-1	+1	+1	7	9563,40	20623,68	0,00007
8	+1	+1	+1	5	3402,00	16191,00	0,00024

Conditions de déroulement des expériences :

Expérience N°	t_p (heures)	t_s (heures)
1	53	173
2	5	34
3	48	140
4	17	53
5	6	25,5
6	0,25	10
7	23	90
8	3	26

Tableau VII.4.4 : Matrice de calcul des effets.

Matrice de calcul des effets											
Expérience N°	x_0	x_1	x_2	x_3	$x_1 x_2$	$x_1 x_3$	$x_2 x_3$	$x_1 x_2 x_3$	Réponses		
									Y_1	Y_2	Y_3
1	+	-	-	-	+	+	+	-	4722,30	7910,00	0,00013
2	+	+	-	-	-	-	+	+	1215,00	4233,00	0,00067
3	+	-	+	-	-	+	-	+	4276,80	4781,70	0,00022
4	+	+	+	-	+	-	-	-	4131,00	4749,30	0,00071
5	+	-	-	+	+	-	-	+	2494,50	5142,06	0,00032
6	+	+	-	+	-	+	-	-	283,50	5726,70	0,00079
7	+	-	+	+	-	-	+	-	9563,40	20623,68	0,00007
8	+	+	+	+	+	+	+	+	3402,00	16191,00	0,00024

Calcul des effets (Y_1)	
b_0	3760,96
b_1	-1503,15
b_2	1582,14
b_3	174,79
b_{12}	-76,11
b_{13}	-589,91
b_{23}	964,6
b_{123}	-913,9

Calcul des effets (Y_2)	
b_0	31108,43
b_1	-944,68
b_2	2916,74
b_3	3251,18
b_{12}	-171,84
b_{13}	-17,33
b_{23}	3569,74
b_{123}	104,585

Calcul des effets (Y_3)	
b_0	0 ,000 385875
b_1	0 ,000 216625
b_2	-0 ,000 733
b_3	-0 ,0000 46625
b_{12}	-0 ,0000 35875
b_{13}	-0 ,000 040875
b_{23}	-0 ,000 1242
b_{123}	-0 ,0000 234

La vérification de la signification des coefficients se fait après utilisation de la variance d'un seul traitement du fait de notre impossibilité de répliquer le plan (coût exorbitant).

L'expérience répétée 3 fois s'est déroulée au niveau principal des facteurs (point 0) comme représenté dans le tableau suivant :

Valeurs des coordonnées au point 0			
N° d'expérience	Q (mL.mn ⁻¹)	H (cm)	Co (mg.L ⁻¹)
point 0	10,25	8,75	850

Valeurs expérimentales obtenues							
Paramètres		Y ₀₁	Y ₀₂	Y ₀₃	\bar{Y}_0	Σ	S ² _u (Y ₀)
A _P	Y ₁	4234	4705	3293	4077	1033684	516842
A _T	Y ₂	9566	9085	10476	9709	998114	499057
K _{Th}	Y ₃	0,00029	0,00015	0,00011	0,00018	0,0000000179	0,00000000895

Pour cela on utilise le coefficient de Student, pour lequel la valeur calculée est comparée à celle tabulaire.

Si $t_c > t_t$, alors le coefficient est significatif sinon il est rejeté du modèle.

La valeur calculée du coefficient de Student est égale à :

$$t_c \{b_k\} = \frac{|b_k|}{S\{b_k\}}$$

où $S\{b_k\}$ - écart type du coefficient considéré

La valeur tabulaire du coefficient de Student t_t est extraite du tableau avec les conditions suivantes :

Si P = 0.95 d'où $\alpha/2 = 0,025$:

$v = d.d.l. = N(m - 1)$ où $N = 2^3 = 8$ et $m =$ Nombre de répétitions de l'expérience ;

$t_t [0,975 ; f = 8(3-1) = 16] = 2.12$

La valeur calculée du coefficient de Student (t_c) de chaque coefficient sera comparée à ce coefficient ($t_t = 2.12$) pour en déterminer la signification.

$$t_c \{b_k\} = \frac{|b_k|}{S\{b_k\}}$$

où $S\{b_k\}$ - écart type du coefficient considéré

$$S\{b_k\} = S\{b_{kj}\} = S\{b_{kjl}\}$$

Tableau VII.4.5 : Estimations des coefficients.

Estimations des coefficients						
Coefficient	Y ₁		Y ₂		Y ₃	
	Valeur	Signification (1)	Valeur	Signification (1)	Valeur	Signification (1)
b ₀	3760,96	**	31108,43	**	0,000 385875	**
b ₁	-1503,15	**	-944,68	*	0,000 216625	**
b ₂	1582,14	**	2916,74	**	-0,000 733	**
b ₃	174,79	NS	3251,18	**	-0,0000 46625	*
b ₁₂	-76,11	NS	-171,84	NS	-0,0000 35875	NS
b ₁₃	-589,91	**	-17,33	NS	-0,0000 40875	NS
b ₂₃	964,6	**	3569,74	**	-0,000 1242	*
b ₁₂₃	-913,9	**	104,585	*	-0,0000 234	NS
(1) Seuils de confiance : * probabilité 95 % ** probabilité 99 % NS : Non Significatif						

Modèle final pour chaque paramètre étudié :

$$Y_1 = 3760,96 - 1503,15x_1 + 1582,14x_2 - 589,91x_1x_3 + 964,6x_2x_3 - 913,9x_1x_2x_3;$$

$$Y_2 = 31108,4 - 944,68x_1 + 2916,7x_2 + 3251,18x_3 + 3569,7x_2x_3 + 104,58x_1x_2x_3;$$

$$Y_3 = 0,000385875 + 0,000216625 x_1 - 0,000733 x_2 - 0,000046625x_3 - 0,0001242x_2x_3;$$

Les relations trouvées pour les paramètres d'évaluation en fonction des conditions opératoires sont :

$$A_P = 3760,96 - 1503,15Q + 1582,14H - 589,91Q.C_0 + 964,6H.C_0 - 913,9Q.H.C_0;$$

$$A_T = 31108,4 - 944,68Q + 2916,7H + 3251,18C_0 + 3569,7H.C_0 + 104,58Q.H.C_0;$$

$$K_{Th} = 0,000385875 + 0,000216625Q - 0,000733H - 0,000046625C_0 - 0,0001242H.C_0 ;$$

Conclusion générale

L'opération qui consiste à éliminer les polluants organiques par voie biologique impose en premier lieu la préservation des bactéries épuratrices et donc exige des conditions opératoires de fonctionnement optimales. Les avantages de ce procédé résident dans la simplification technologique et la compacité de l'installation.

La première étape de ce travail a consisté à l'usinage de la colonne et à la mise au point du fonctionnement du biofiltre utilisé par le choix des conditions opératoires et des essais préliminaires. Il s'avère que l'alimentation ascendante améliore de façon notable le processus de biodégradation. Cette amélioration l'est davantage par l'adjonction de l'aération.

L'étape suivante a consisté en la caractérisation du biofiltre par des essais de biodégradation. Les résultats expérimentaux montrent que :

- ✓ Un débit d'alimentation important risque d'entraîner le décollement du biofilm. Par conséquent, il est important de travailler dans des conditions hydrodynamiques douces et non perturbatrices.
- ✓ A des hauteurs trop importantes, la hauteur du lit influence négativement sur le processus de dégradation. L'alimentation en substrat et nutriments est déficitaire pour les couches supérieures du biofiltre.
- ✓ L'augmentation de la concentration de l'alimentation entraîne une amélioration du processus par un apport plus conséquent de substrat et nutriments, jusqu'à une concentration létale (inhibitrice) qui est ici de l'ordre de 700mg.L^{-1} .
- ✓ L'application du modèle de Thomas a permis de vérifier la fiabilité de nos essais et de déterminer la cinétique de biodégradation ainsi que la quantité maximale éliminée.

Il est à noter que le choix des conditions opératoires ne s'est pas fait de manière aléatoire mais basé sur un plan d'expériences. Ce dernier nous a permis enfin de déterminer mathématiquement et de façon rigoureuse, des relations entre les paramètres d'évaluation et les conditions de fonctionnement.

Comme perspective nous préconisons de régénérer in-situ le biofiltre en l'alimentant en nutriments seulement (sans substrat) et en réitérant diverses expériences pour juger de la récupération des capacités d'élimination et du nombre de cycles possibles.

Préparation du charbon actif en grains

Le CAG est de type industriel dont l'origine et les propriétés physico-chimiques ci-dessous.

Avant son utilisation, le CAG passe par différents traitements :

- Tamiser le CAG pour obtenir une fraction aussi homogène que possible ;
- Le faire bouillir dans de l'eau distillée pendant 2 heures ;
- Le faire sécher à 105°C dans l'étuve pendant 24 heures ;
- Le mettre dans un dessiccateur.

Dosage du phénol à 270nm

Pour des concentrations connues, une lecture est faite sous le spectrophotomètre de la D.O à 270nm. A partir du tracé du graphe D.O en fonction de la concentration, connaissant la concentration initiale : $C_0 = 300$ mg/l, et le volume initial $V_0 = 50$ ml, les différents volumes sont obtenus par la relation : $C_0 V_0 = C_n V_n$,

C (mg/l)	V (l)	DO
100	16,00	1,39
80	12,80	1,12
50	8,00	0,71
30	4,80	0,42
10	1,60	0,15
5	0,80	0,08
2	0,32	0,04
1	0,16	0,01
0,5	0,08	0,01

$\ln(I/I_0) = D.O = K \times C$, le graphe $D.O_{270nm}$ en fonction de la concentration initiale du phénol est une droite qui passe par l'origine, la pente $K = 0,014$

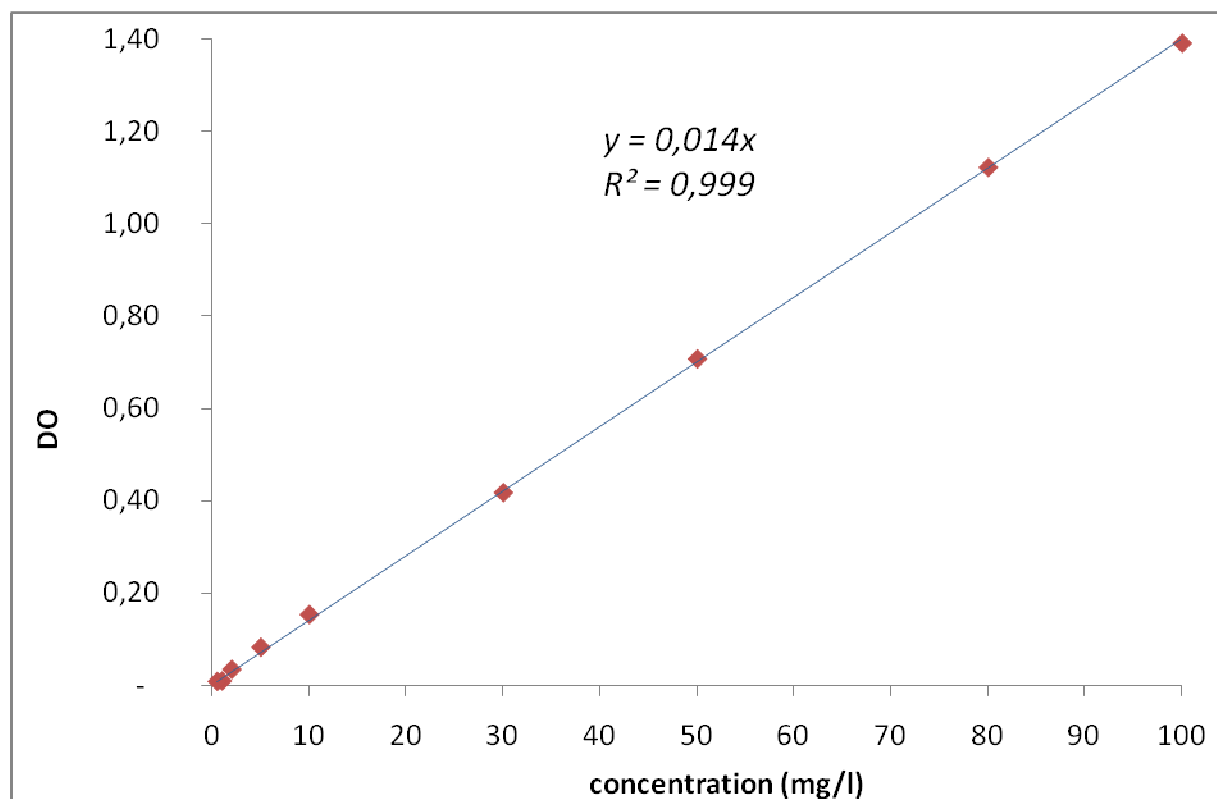


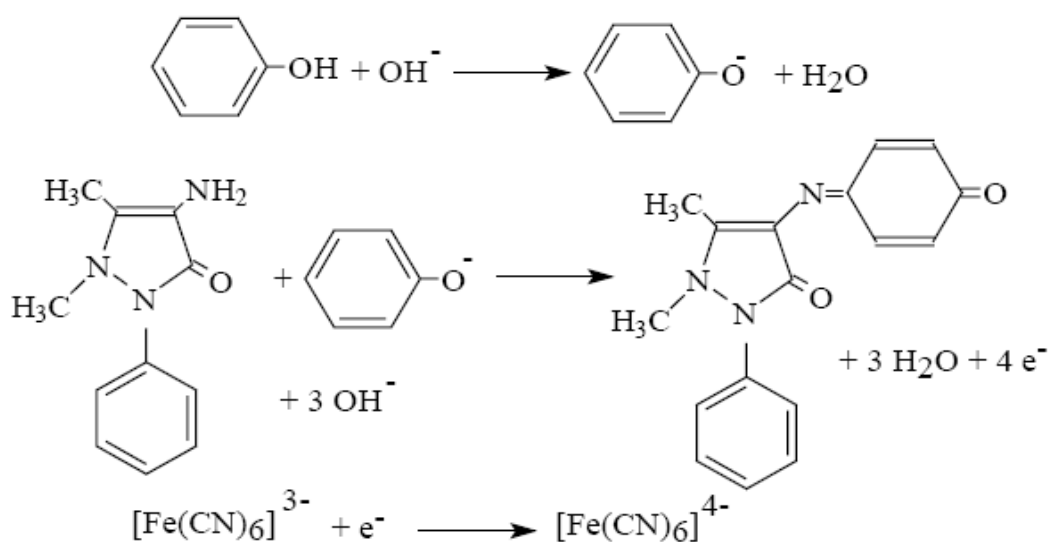
Figure a.1. Courbe d'étalonnage pour l'adsorption du phénol à 270nm.

Dosage du phénol à 510nm

Le phénol donne avec l'4-amino-antipyrine en milieu alcalin et en présence de ferricyanure de potassium un complexe de coloration rouge, qui est dosé par photométrie [16].

Principe

Il s'agit de la condensation en milieu basique de l'ion phénate sur la 4-amino antipyrine en présence d'un oxydant, l'hexacyanoferrate(III) de potassium (ferricyanure de potassium) [71 ; 72].



Réactifs

- Solution de 4-amino-antipyrine à 2% ;
- Solution de ferricyanure de potassium à 2% ;
- Solution tampon à pH=9,5 (dissoudre 6,8g de NH₄Cl avec 40g de tartrate double de Na et K dans une fiole de 200ml, puis complété jusqu'au trait de jauge avec de l'eau distillée).

Méthode de dosage

- Prendre un échantillonnage à analyser au temps voulu ;
- Faire une dilution pour 100ml en respectant la gamme de concentration appropriée à cette méthode d'analyse (0,1 à 5mg/l);
- Placer en bécher de 125ml ;
- Ajouter 5ml de solution tampon (pH=9,5) ;

- Ajouter 1ml de solution de 4-amino-antypirine à 2% puis agité immédiatement ;
- Ajouter 2ml de solution de ferricyanure de potassium à 2% puis agité ;
- Laisser la coloration se développer pendant 5mn ;
- Faire la lecture de la DO à 510nm au spectrophotomètre visible.

Coubre d'étalonnage

On dispose d'une solution étalon de phénol à 1g/l. Diluer 200 fois, soit 5ml dans une fiole jaugée de 1000ml.

C (mg/l)	V (l)	DO
5	100	0,52
4	80	0,40
3	60	0,31
2	40	0,23
1	20	0,12
0,5	10	0,06
0	0	0

Le tracé du graphe $D.O_{510nm}$ en fonction de la concentration initiale du phénol est une droite qui passe par l'origine.

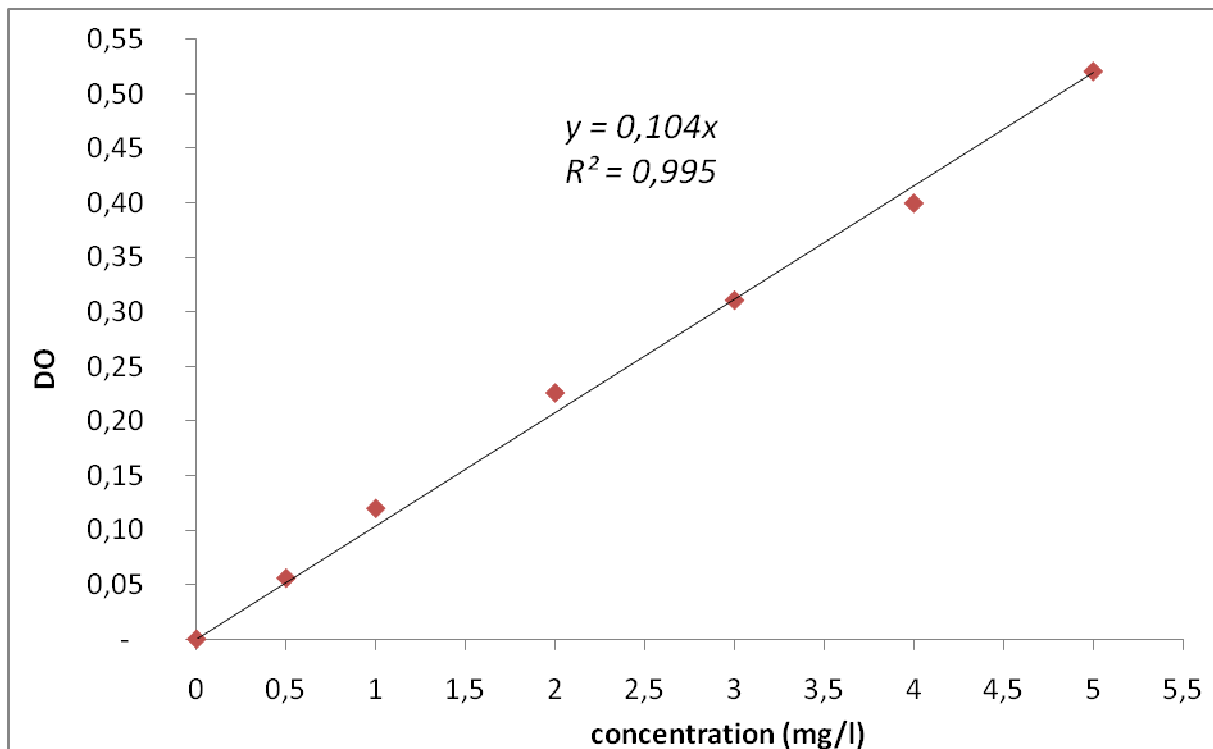


Figure a.2. Courbe d'étalonnage pour la biosorption du phénol à 510nm.

Pour 1 litre d'eau distillée, la composition du milieu de culture est la suivante :

Produit	g
KH_2PO_4	1,5
K_2HPO_4	0,5
NaCl	0,5
MgSO_4	0,5
NH_4NO_3	3
Extrait de levure	0,5

Le pH est ajusté à 7 avec une solution de NaOH 0,1N.

Après stérilisation à l'autoclave pendant 2 heures, les produits suivants sont ajoutés dans la zone stérile par filtration stérilisante :

Produit	g
CaCl_2	0,02
Fe_2SO_4	0,02
Phénol	0,1

Dans le milieu de culture, la présence du phénol en petite quantité est nécessaire pour une pré-adaptation et utilisation comme source de carbone.

Tableau VII.4.6 : Valeurs tabulées du critère de STUDENT $t_T[P, \nu]$.

$\alpha=1-P$	0.50	0.40	0.30	0.20	0.10	0.05	0.025	0.010	0.005	0.001
P	0.5	0.60	0.70	0.80	0.90	0.95	0.975	0.990	0.995	0.999
ν										
1	0.000	0.325	0.727	1.376	3.078	6.314	12.706	31.82	63.657	318.3
2	0.000	0.289	0.617	1.061	1.886	2.920	4.303	6.965	9.925	22.33
3	0.000	0.277	0.584	0.978	1.638	2.353	3.182	4.541	5.841	10.22
4	0.000	0.271	0.560	0.941	1.533	2.132	2.776	3.747	4.604	7.173
5	0.000	0.267	0.559	0.920	1.476	2.015	2.571	3.305	4.032	5.893
6	0.000	0.265	0.553	0.900	1.440	1.943	2.447	3.143	3.707	5.208
7	0.000	0.263	0.549	0.896	1.415	1.895	2.365	2.998	3.499	4.785
8	0.000	0.262	0.546	0.889	1.397	1.860	2.306	2.896	3.355	4.501
9	0.000	0.261	0.543	0.883	1.383	1.833	2.262	2.821	3.250	4.297
10	0.000	0.260	0.542	0.879	1.372	1.812	2.228	2.764	3.169	4.144
11	0.000	0.260	0.540	0.876	1.363	1.796	2.201	2.718	3.106	4.025
12	0.000	0.259	0.539	0.873	1.365	1.782	2.179	2.681	3.055	3.930
13	0.000	0.259	0.538	0.870	1.350	1.771	2.160	2.650	3.013	3.852
14	0.000	0.258	0.537	0.868	1.345	1.761	2.145	2.624	2.977	3.787
15	0.000	0.258	0.536	0.866	1.341	1.753	2.131	2.602	2.947	3.733
16	0.000	0.258	0.535	0.865	1.337	1.746	2.120	2.583	2.921	3.686
17	0.000	0.257	0.534	0.863	1.333	1.740	2.110	2.567	2.898	3.646
18	0.000	0.257	0.534	0.862	1.330	1.734	2.101	2.552	2.878	3.611
19	0.000	0.257	0.533	0.861	1.328	1.729	2.093	2.539	2.861	3.579
20	0.000	0.257	0.533	0.860	1.325	1.725	2.086	2.528	2.845	3.552
21	0.000	0.257	0.532	0.859	1.323	1.721	2.080	2.518	2.831	3.527
22	0.000	0.256	0.532	0.858	1.321	1.717	2.074	2.508	2.819	3.505
23	0.000	0.256	0.532	0.858	1.319	1.714	2.069	2.500	2.807	3.485
24	0.000	0.256	0.531	0.857	1.318	1.711	2.064	2.492	2.797	3.467
25	0.000	0.256	0.531	0.856	1.316	1.708	2.060	2.485	2.787	3.450
26	0.000	0.256	0.531	0.856	1.315	1.706	2.056	2.479	2.779	3.435
27	0.000	0.256	0.531	0.855	1.314	1.703	2.052	2.473	2.771	3.421
28	0.000	0.256	0.530	0.855	1.313	1.701	2.048	2.467	2.763	3.408
29	0.000	0.256	0.530	0.854	1.311	1.699	2.045	2.462	2.756	3.396
30	0.000	0.256	0.530	0.854	1.310	1.697	2.042	2.457	2.750	3.385
40	0.000	0.255	0.529	0.851	1.303	1.684	2.021	2.423	2.704	3.307
60	0.000	0.254	0.527	0.848	1.296	1.671	2.000	2.390	2.660	2.232
80	0.000	0.254	0.527	0.846	1.292	1.664	1.990	2.374	2.639	3.195
100	0.000	0.254	0.526	0.845	1.290	1.660	1.984	2.365	2.626	3.174
200	0.000	0.254	0.525	0.843	1.286	1.653	1.972	2.345	2.601	3.131
∞	0.000	0.253	0.524	0.842	1.282	1.645	1.960	2.326	2.576	3.090

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] : J. COMBRISSE, « **La biodépollution** », Encyclopædia Universalis version 10 (2004).
- [2] : J.C. BOEGLIN, « **Pollution industrielle de l'eau : caractérisation, classification, mesure** », Technique de l'ingénieur, G 1 210, pp.1-12 (1999).
- [3] : C. OUAHES, « **Chimie organique : sciences biomédicales et sciences de la nature** », office des publications universitaires – Alger, pp.293-304 (2003).
- [4] : J. METZGER, « **Phénols** », DVD Encyclopédie Universalis version 10 (2004).
- [5] : A. PICHARD, « **Phénol** », INERIS, Fiche de données toxicologiques et environnementales des substances chimiques, version N°2-1, INERIS-DRC-01-25590-ETSC-API/SD N°01dr021.doc. pp.1-40 (mai 2005).
- [6] : Ministère Fédéral Allemand de la Coopération économique et du Développement, « **Catalogue des normes antipollution : volume III** », Substances chimiques et groupes de substances/registre des substances, ISBN 3-528-02312-0
<http://www2.gtz.de/uvp/publika/french/vol>.
- [7] : H. HART, J.M. CONIA, « **Introduction à la chimie organique** », Dunod Paris, pp.217-218 (2002).
- [8] : K. WERISERMEL, H.J. ARPE, « **Chimie organique industrielle : principaux produits de base et intermédiaire : produits d'oxydation du benzène et leurs dérivés** », Masson, pp.320-321 (1981).
- [9] : Société Française de Chimie,
<http://www.Sfc.fr/donnees/orga/cumenetexcum.htm>
- [10] : J. RODIER et COLL., « **L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer : chimie, physico-chimie - microbiologie, biologie - interprétation des résultats** », 8^e édition, Dunod, Paris, pp421-426 ; pp1125-1165 (2005).
- [11] : Santé Canada, « **Phénol** », Santé de l'environnement et du milieu de travail : Liste des substances d'intérêt prioritaire – Rapport d'évaluation pour le phénol, (2004).
http://www.hc-sc.gc.ca/ewh-semt/pubs/contaminants/psl2-lsp2/phenol/index_f.html
- [12] : Institut Scientifique de la Santé Publique, (2001).
<http://www.cdc.gov/niosh/images/issplogo.gif>

- [13] : W.J. MASSCHELEIN, « **Processus unitaires du traitement de l'eau potable** », Cebedoc Editeur, pp.9-15 (1997).
- [14] : E. KOLLER, « **Traitement des pollutions industrielles : Eau, Air, Déchets, Sols, Boues** », l'usine nouvelle, Dunod, Paris, pp37-75 (2004).
- [15]: A. VIALA, « **Eléments de toxicologie** », édition Médicales Internationales, TEC & DOC, page135 (1998).
- [16] : M.D. GUROL et R. VARTISTAS, « **Photolytic ozonation of phénol** », Wat. Sci. Tech., Vol. 19, pp.1177-1180 (1987).
- [17] : K.E. BAL, Y. BAL, A. LALLAM, « **Etude de la biosorption du Zinc (II) par biomasse mycélienne de type Streptomyces Remosus Filamenteuse : application au traitement des effluents industriels** », 2ND Mediterranean Colloquim on Water and Environment, ENSH, pp252-253 (2002).
- [18] : O. Ali, « **Etude de l'influence des paramètres opératoires sur la dégradation du phénol par Pseudomonas aéruginosa en fermenteur** », mémoire de magistère, ENP-Alger, pp.24-25 (2005).
- [19] : M. ABOUSEOUD, R. MAACHI, « **Biodégradation du phénol par cellules de Pseudomonas SP libres et immobilisées dans l'alginate de calcium** », 3^{ème} congrès algérien de génie des procédés, pp.324-334 (2001).
- [20] : J. RADNOTI DE LIPTHAY et all, « **Utilization of phenoxyacetic acid, by strains using either the ortho or meta cleavage of catechol during phenol degradation, after conjugal transfer of tfdA, the gene encoding a 2,4-dichlorophenoxyacetic acid/2-oxoglutarate dioxygenase** », Appl Microbiol. Biotechnol, vol.51, pp.207-214 (1999).
- [21] : K.F. REARDON et all, « **Biodegradation Kinetics of Benzen, Toluene, and Phenol as Single and Mixed Substrates for Pseudomonase putida F1** », Biotechnologie and Bioengineering, vol.69, n°4, pp .386-400 (2000).
- [22] : A. BENAHMED DJILALI, « **Biodégradation du phénol par Pseudomonas aéruginosa immobilisé dans l'alginate de calcium** », mémoire de magistère, ENP-Alger, pp.8-11 (2005).
- [23] : « **Microbiologie de l'environnement** », Université du québec, INRS - institut Armand-Frappier ; www.iaf.inrs.ca/gmre/.

- [24] : P. JUTEAU et all, « **Cryptanaerobacter phenolicus gen. nov., sp. nov., an anaerobic bacterium transforming phenol to benzoate via 4-hydroxybenzoate** », Int. J. Syst. Evol. Microbiol. 55(1), pp.245-250 (2005).
- [25] : J. LETOWSKI et all, « **Separation of a phenol carboxylating organism from a two member, strict anaerobic co-culture** », Can. J. Microbiol. 47, pp.373-381 (2001).
- [26] : M.A. OUESLATI, M. HADDAD & G. BLAKE, « **Elimination du phénol par deux plantes aquatiques : Juncus fontanesii (Gay) et Lemna minor** », L. Rev. Sci. Eau 11 (4) : pp.555-568 (1998)
- [27] : J. BOEGLIN, «**Traitements physico-chimiques de la pollution soluble** », Technique de l'ingénieur, G 1 271, pp.8-10, (2002).
- [28] : W.L. MACABE, J.C. SMITH, P. HARRIOT, « **Unit Operation of Chemical Engineering** », Fifth Edition, Mc Graw-Hill ; Inc. International Edition ; pp.814-815 (1993).
- [29] : X. DUVAL, « **Adsorption** », DVD Encyclopedia Universalis version 10 (2004).
- [30] : F.EDELINE, « **L'épuration physico-chimique des eaux : Théorie et Technologie** », 3^{ème} édition, Cebedoc Editeur, pp.251-271 (1996).
- [31] : M.S. OUALI, « **Cours de procédés unitaires biologiques et traitement des eaux** », Collection cours universitaires, pp.120-121 (2001).
- [32] : K. BENRACHEDI, A. MEKARZIA, N. BELHANECH-BENSEMRA, A. NAMANE, « **Fabrication du charbon actif à partir du marc de café et de son utilisation dans le traitement des eaux** », 2ND Mediterranean Colloquim on Water and Environment, ENSH, pp.61-62 (2002).
- [33] : C. CARDOT, « **Les traitements de l'eau : procédés physico-chimiques et biologiques** », édition ellipses, pp.89-95 (1999).
- [34] : D. HANK, « **Etude de la biosorption du phénol dans un lit de charbon actifensemencé par Pseudomonas aeruginosa en système continu** », mémoire de magistère, ENP-Alger, pp.15-19 (2005).
- [35] : A.S. MIKAELS, « **Simplified Method of Interpreting Kinetic Data in Fixed-Bed Ion Exchange**», Industrial Engineering Chemical, 44 (1952), pp.1922-1952.
- [36] : G. M. Lukchis, « **Adsorption system-Design by mass transfer concept** ». Chemical Engineering, 80 (1973), pp.111-116.

- [37] : J.F. BLAIS, S. DUFRESNE & G. MERCIER, « **Etat du développement technologique en matière d'enlèvement des métaux des effluents industriels** », Rev. Sci. Eau 12 (4) : 687-711 (2000).
- [38] : J.C. BOEGLIN, « **Traitement biologique des eaux résiduaires** », Techniques de l'ingénieur, J 3 942 ; pp.1-18 (1998).
- [39] : J. BEBIN, « **L'épuration biologique de l'eau** », La Recherche : revue mensuelle, société d'éditions scientifiques, n°195, pp.22-26 (1988).
- [40] : C. CARDOT, « **Génie de l'environnement : techniques appliquées au traitement de l'eau** », Editions ellipses, pp171-173 (2001).
- [41] : F. EDELINE, « **L'épuration biologique des eaux résiduaires : théorie et technologie** », éditions CEBEDOC, pp.89-95 (1980).
- [42] : F. EDELINE, « **L'épuration biologique des eaux : théorie et technologie des réacteurs**», éditions CEBEDOC, TEC & Doc, pp.27-81 (1997).
- [43] : A. FILLOUX, « **Biofilm : mise en place et organisation d'une communauté bactérienne** », éditeurs : Société de la revue médecine/sciences et Éditions EDK.
<http://www.erudit.org> ; <http://medecine-sciences.com>
- [44] : <http://www.univ-rouen.fr/M2C/bactéries/>
- [45] : Laboratoire de Biotechnologie de l'Environnement (Lbe), INRA, Narbonne, « **Biofilms et flocs en réacteur : Les biofilms dans les réacteurs** », <http://www.monpellier.inra.fr/narbonne/fraicais/objetsthématique>
- [46] : L.M. PRESCOTT, J.P. HARLEY, D.A. KLEIN, « **Microbiologie** », 2^e édition française, éditions De Boeck Université, pp.112-135 (2003).
- [47] : R. RUIMY, A. ANDREMONT, « **Quorum sensing in Pseudomonas aeruginosa : molecular mechanism, clinical impact, and inhibition** », Laboratoire de bactériologie, groupe hospitalier Bichat – Claude-Bernard, pp.176-184 (2004).
- [48] : M. CHEVROU, A. ROUDIERE, « **Les biofilms** », ENSC de Rennes, Projet binomé, option méthodologies d'analyses EI3, pp.4-5 (2004).
- [49] : J.M. GHIGO, « **Etude de la formation de biofilms chez les bactéries**», Rapport d'activité de l'unité Génétique des biofilms pour l'année 2002- Institut Pasteur pp.1-3 (2004).
<http://www.pasteur.fr/recherche/RAR/RAR2002/Ggb.html>

- [50] : L. LARDON, « **Modélisation des biofilms de digestion anaérobie par système multi-agents** », Mémoire de DAA, ENSA, Montpellier – Agro TIC, pp.11-12 (2001).
- [51] : E. PAUL, C. COUFORT, « **Traitement des eaux en bioréacteur à biofilm** », laboratoire d'ingénierie des procédés de l'environnement, INSA-toulouse, pp.1-65.
- [52] : Quach Thi Thu Thuy, « **Treatment of inhibitory phenolic compounds by membrane bioreactor** », these de magistère, Asian Institute of Technology, School of Environment, pp.16-19 (2003).
- [53] : G. BOURAT, « **Fermenteurs : Propriétés des micro-organismes** », Techniques de l'ingénieur, J 6 002 ; pp 1-10 (1992).
- [54] : C. BLIEFERT, R. PERRAUD, « **Chimie de l'environnement : air, eau, sols, déchets** », Editions De Boeck Université, 1^{ère} édition, 3^e tirage, pp.299-300 (2004).
- [55] : F. RECHENMANN, H. de JONG, « **Le vivant en équations** », La Recherche : revue mensuelle, société d'éditions scientifiques, mensuel n°383, pp.32-37 (2005).
- [56] : R. PERRIN et J.P. SCHARFF, « **Chimie industrielle** », édition Masson, Paris, 2^{ème} tirage, pp.1022-1033 (1995).
- [57] : G. SOBERON-CHAVEZ, F. LEPINE, E.DEZIEL, « **Production of rhamnolipids by Pseudomonas aeruginosa** », Appl Microbiol. Biotechnol. 68(6):718-25 (2005).
- [58] : F. BORDAS, P. LAFRANCE, R. VILLEMUR, « **Conditions for effective removal of pyrene from an artificially contaminated soil using Pseudomonas aeruginosa 57SJ rhamnolipids** », Environmental Pollution 138:69-76 (2005).
- [59] : Encyclopédie vulgaris- médical (2006).
<http://www.vulgaris-medical.com/encyclopedie/pseudomonas-aeruginosa-3873.html>
- [60] : J.P. EUZEBY, « **Dictionnaire de Bactériologie Vétérinaire** », (2005).
http://www.bacterio.cict.fr/bacdico/pp/pseudomonase_aeruginosa.html
- [61] : W. YING, « **Bio-physiochemical : adsorption model systems wastewater treatment** », J.WPCF.51(11) (1979), 1661-1677.
- [62] : KINDZIERSKI et Coll, « **Activated carbon and synthetic resins as support material for methanogenic phenol-degrading consortia** », Water and Environmental Research, (1992), 64(6), 766-777.

- [63] : Z. AKSU, F. GÖNEN, « **Biosorption of phenol by immobilized activated sludge in a continuous packed bed: prediction of breakthrough curves** », Proc. Bioch. Vol.39, pp.599-613 (2004).
- [64] : P. BADUEL, « **Fermentations : principales applications industrielles** », Technique de l'ingénieur, J 6 003, pp.1-5, (2002).
- [65] : R.SCRIBAN, « **Biotechnologie** », édition TEC & DOC, 5e édition, Paris, pp.229-297 (1999).
- [66] : C. LIORET, « **Fermentations : les fermentations industrielles** », Encyclopædia Universalis version 10 (2004).
- [67] : J. BEBIN, « **L'épuration biologique de l'eau** », la recherche : revue mensuelle, société d'éditions scientifiques, mensuel n°195, pp .22-26 (1988).
- [68] : N. COCHET et M. NONUS, « **Bioréacteurs : en piste** », Biofutur, le mensuel européen de biotechnologie, Editions scientifiques Elsevier, n°73, pp.69-74 (1988).
- [69] : M. NONUS, P. COGNART, F. KERGOAT, J.M. LEBEAULT, « **Fermenteurs industriels : Conception et réalisation** », Technique de l'ingénieur, J 6 006, pp.1-18 (2000).
- [70] : R. VAN KAAM, « **Bioréacteur a membranes immergées pour le traitement d'eau usées domestiques. Influence des conditions de filtration et de l'hydrodynamique sur les performances du procédé** » ; Thèse doctoral : INPT, France. (2005).
- [71] : Merck KGaA, "test phenol".
<http://photometry.merck.de>
- [72] : CENTRE D'EXPERTISE EN ANALYSE ENVIRONNEMENTALE DU QUÉBEC, « **Détermination des phénols (indice phénol) dans les eaux souterraines, les eaux de surface, l'eau potable et les eaux usées : méthode colorimétrique automatisée avec l' amino-4-antipyrine. MA. 400 – Phé 1.0** », Ministère de l'Environnement du Québec, pp.7-15 (2003).

ملخص

يتألف هذا العمل من تطوير "مفاعل حيوي" مصمم لمعالجة النفايات الصناعية السائلة, بشكل خاص الماء الملوث بالهيدروكربونات. التقنية المستعملة هي "البيوامتزاز" داخل مفاعل حيوي مملوء بحبات الفحم المنشط مزروع ببكتيريا بسودوموناس أيروجينوزا. دراسة تقنية الاهتزاز الديناميكي للفينول سمحت بتقييم بعض العوامل التجريبية للمفاعل الحيوي فيما بين ذلك اتجاه التغذية. لقد تمت دراسة تأثير التدفق, ارتفاع الوسط التفاعلي و التركيز الأولي للفينول على البيوامتزاز. أخيرا, نتائجا الخبرية حققت و ذلك باستعمال النموذج الحركي لتوماس.

كلمات مفاتيح : البيوامتزاز, الفحم المنشط, ببكتيريا بسودوموناس أيروجينوزا, فينول, مفاعل حيوي

Résumé

Le présent travail consiste en la mise au point d'un bioréacteur conçu pour le traitement des effluents industriels, particulièrement les eaux polluées par les hydrocarbures. La technique utilisée est une biosorption dans une colonne remplie de charbon actif en grainsensemencé par des bactéries : *Pseudomonas aeruginosa*.

L'étude de l'adsorption dynamique du phénol a permis d'évaluer certains paramètres opératoires de la colonne, entre autres le sens de l'alimentation. L'influence du débit d'alimentation, de la hauteur du lit et de la concentration initiale en phénol de l'alimentation ont été étudiés. Enfin, une vérification de nos résultats expérimentaux a été effectuée en appliquant le modèle cinétique de Thomas.

Mots clés : bioréacteur, biosorption, adsorption, phénol, *Pseudomonas aeruginosa*, charbon actif en grains,

Abstract

This work consists of the development of a bioreactor designed for the treatment of industrial effluents, especially wastewater polluted by hydrocarbons. The technique used is a biosorption in a column filled by granular activated carbon seeded by bacteria: *Pseudomonas aeruginosa*

The study of the adsorption in dynamic of phenol permits to evaluate certain operating parameters of the column, among other things, the direction of flow. The influence of flow, the height of the bed and the initial concentration in phenol of effluent were studied. Finally an audit of our experimental results has been tested by applying the kinetic model of Thomas.

Keywords: bioreactor, biosorption, adsorption, phenol, *Pseudomonas aeruginosa*, granular active carbon.