

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université DJILALI BOUNAAMA de KHEMIS MILIANA

Faculté des Sciences et de la Technologie

Département de Technologie



Mémoire de Fin d'Étude

En vue de l'obtention d'un diplôme de

MASTER EN GÉNIE DES PROCÉDÉS

Spécialité : GÉNIE DE L'ENVIRONNEMENT

***APPLICATION DES SELS DE FERRATES
(VI) SYNTHÉTISES, POUR
L'ÉLIMINATION DE POLLUANTS
D'ORIGINE HOSPITALIÈRES***

Réalisé par :

BOUNEDJAR Ben youcef

MERKATI Chafika

Encadré par :

M^{me}. MESLI.C

Membres de jury

M^r. BOUDECHICHE.N

M^{me}. REZALA.H

Président

Examinatrice

Année Universitaire 2017/2018

Remerciements

Au terme de ce mémoire je tiens à remercier, en premier lieu "ALLAH" le tout puissant qui nous a donné la force, le courage et la patience pour terminer ce modeste travail.

On tient à remercier vivement notre promotrice Mme MESLI, pour ses encouragements, sa disponibilité et ses précieux conseils, durant le déroulement de ce travail.

Nos, remerciements s'adressent au président ainsi que les membres du jury pour avoir accepté de juger ce travail.

Notre profonde gratitude à tous les enseignants qui ont contribué à notre formation.

Sans oublier de remercier tout le personnel du laboratoire de génie des procédés, du laboratoire d'analyse de l'ADE de Arib, du laboratoire d'analyse d'eau à Khemis Miliana et du laboratoire des analyses médicales El Razi Miliana.

Nous tenons à exprimer toute notre reconnaissance à tous nos amis et collègues de la promotion génie de l'environnement, de l'année 2018.

Enfin, nous remercions, toutes les personnes, qui ont contribué de près ou de loin, à la réalisation de ce modeste travail.

Dédicaces

J'ai le grand honneur de dédier ce modeste travail à :

A celle qui a inséré le gout de la vie et le sens de la responsabilité, à celle qui a tant souffert, sans me faire souffrir. Qu'elle trouve dans ce mémoire le témoignage de ma reconnaissance et de mon affection pour tous ses sacrifices, son extrême amour et sa bonté

..... ma très chère mère

A celui qui a toujours été la source d'inspiration et de courage ,à l'homme a qui je dois ma réussite, mon bonheur, qu'il trouve ici l'expression de mon affection et de mon respect

..... mon très cher père

A mes frères : Mohamed Amine et Balkacem

A ma sœur : Hamida Dhikra

A toute ma famille

A ma binôme : Chafika avec qui j'ai partagé une excellente ambiance de travail.

A tous mes amis : Bilal ,Oussama ,Abboubaker ,Charwki ,Charafeddine , Abdelmadjid ,Abdellah,Yazid,Fathi,Hani,Mohamed l'aid ,Abdelhamid karim et Sohaib , Meriem ,Sara,Zahra,Samia,Lamya..

Et Toute la promotion de Génie des Procédés, surtout celle de Génie de l'enivrement de l'année 2018.

Ben youcef

Dédicaces

Après de longues années ce modeste manuscrit voit enfin le jour.

C'est avec un très grand honneur que je dédie ce présent mémoire à :

L'homme de ma vie, mon exemple éternel ce qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, à toi mon père.

La lumière de mes jours, la source de mes efforts, ma vie et mon bonheur ma mère que j'adore.

Mes grands parents qu'ALLAH me les garde.

Tous les membres de ma grande famille pour leur encouragement durant toute ma scolarité.

J'adresse aussi mes remerciements à mon oncle Mr MERKATI Mhamed

A mon binôme BOUNEDJAR Ben youcef

Tout mes amies

Toute la promotion 2018 de Génie des Procédés et à tous ceux qui me sont chers.

MERKATI Chafika.

ملخص

الهدف من هذا العمل هو تنفيذ التحليل الكهروكيميائي لملاح الحامض الحديدي وذلك باستخدام محلول هيدروكسيد الصوديوم NaOH، وذلك لتقييم قدرتها على التخثير والتطهير في علاج مياه المستشفى.

في هذا الصدد يتم دراسة معايير معينة لتحديد الظروف المثلى لتركيب الحديديات، وهي كثافة التيار الكهربائي، تركيز المحلول، الوقت ودرجة الحرارة. أظهرت النتائج أنه يتم الحصول على أفضل عائد إنتاج الحديديات عند كثافة التيار قدرها 1.86 م أ / سم² الموافقة لشدة التيار الكهربائي 0.06 أ، تركيز المحلول 16 مول/ل، لمدة تصل إلى 5 دقائق ودرجة حرارة 40 درجة مئوية.

بالإضافة إلى ذلك، لإجراء اختبارات على عينة من المياه المستعملة لمؤسسة استشفائية بمليانة، والتي اتخذت عند مخرج المياه المستعملة أظهرت أن استخدام الحديديات تصنيعه بعد 120 دقيقة الموافقة لتركيز الحديديات 0.46 غ / ل تسبب في خفض نحو 88% من تعكر المياه الخام، نقصان في طلب الأوكسجين الكيميائي الحيوي ب96%، في طلب الأوكسجين الكيميائي ب96% والنترات والنترينات ب93% و42% على التوالي. وتطهير الكلي للعينات الماء من بكتريا القولون البرازية، مجموعه والقولوني، الكلبسيلة والعنقوديات.

كلمات مفتاحية:

التحليل الكهربائي، الحديدات (VI)، NaOH، المياه المستعملة، التخثير، التطهير.

RESUMÉ

L'objectif de ce travail, est la mise en œuvre de la synthèse électrochimique des ferrates (VI), en utilisant le NaOH comme électrolyte, afin d'évaluer son potentiel sur la coagulation et la désinfection dans le traitement de l'eau usée d'un rejet hospitaliers.

A ce propos, certains paramètres sont étudiés pour définir les conditions optimales de la synthèse des ferrates, à savoir, la concentration de l'électrolyte, la densité de courant, la nature de l'électrode, le temps de l'électrolyse et la température l'électrolyte. Les résultats obtenus ont montré que le meilleur rendement de production de ferrates est obtenu pour une densité de courant $i=1.86 \text{ mA/cm}^2$ correspondant à une densité de courant de 0,06 A, pour une durée d'électrolyse ne dépassant pas 5 minutes à une température de 40°C.

Par ailleurs, pour les essais effectués sur un échantillon de rejets hospitaliers , prélevés à la sortie de l'hôpital de MILIANA, ils ont montré que l'utilisation des ferrates synthétisés au bout de 120 minutes, correspondant à une concentration en ferrates de 0.46 g/l, provoquait un abattement d'environ 88% de la turbidité, environ 79% des MES, Une diminution de la DBO₅ de 96 %, celle de la DCO est de 64 %, Les nitrates et nitrites sont de 93% et 42% respectivement.et une désinfection totale des échantillons prélevés en coliformes totaux, streptocoques totaux, les klebsielles, staphylocoques et les entérobactères.

Mots clés :

Electrolyse, Ferrates(VI), NaOH, eau usée de l'hôpital , coagulation, désinfection.

ABSTRACT

The objective of this work is the implementation of the electrochemical synthesis of ferrates (VI), using NaOH as an electrolyte, in order to evaluate its potential on coagulation and disinfection in the treatment of hospital waste water.

In this connection, certain parameters are studied in order to define the optimum conditions for the synthesis of the ferrates, the concentration of the electrolyte, naming the current density, the electrolysis time and the electrolyte temperature. The results obtained show that the best ferrous production efficiency is obtained for a current density $i = 1.86 \text{ mA /cm}^2$ corresponding to a current density of 0.06 A, for an electrolysis time not exceeding 5 minutes at a temperature of 40 ° C.

Furthermore, for tests carried out on a sample of hospital waste water taken at the exit of the hospital of MILIANA, they showed that the use of ferrates synthesized after 120 minutes corresponding to a concentration of Ferrates of 0.46 g / l resulted in an abatement of approximately 88% of the turbidity, about 79% of SM, a decrease of the BOD₅ of 96 %, that of the COD is 94% and the nitrates and nitrites are of 93% and 42% respectively. and complete disinfection of the samples collected from bacrterias.

Keywords:

Electrolysis, Ferrates (VI), NaOH, hospital waste water, coagulation, disinfection.

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I.1: Principaux germes susceptibles d'être présents dans les eaux usées boues et principales maladies dont ils sont responsable.....	05
Tableau I.2 : Classement de l'eau selon la turbidité.....	11
Tableau I.3: valeurs limites de certains paramètres des rejets industriels.....	13
Tableau II.1. Potentiel redox des oxydants/désinfectants utilisés pour traiter et dépolluer les eaux.....	24
Tableau III.1 : La composition chimique des électrodes en acier (A1, C1, C2).....	30
Tableau III.2 : La composition chimique en acier de l'anode (A2).....	31
Tableau III.3: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A1 à T=30°C.....	36
Tableau III.4: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A2 à T=30°C.....	36
Tableau III.5 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A1 à T=30°C.....	39
Tableau III.6 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A2 à T=30°C.....	39
Tableau III.7: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A1 à T=40°C.....	42
Tableau III.8: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A2 à T=40°C.....	42
Tableau III.9: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A1 à T=40°C.....	45
Tableau III.10: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A2 à T=40°C.....	45

Tableau III.11 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A1 à T=50°C.....	48
Tableau III.12 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A2 à T=50°C.....	48
Tableau III.13 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A1 à T=50°C.....	51
Tableau III.14 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A2 à T=50°C.....	51
Tableau III.15 : Comparaison du rendement et l'énergie électrique consommée par A2 de NaOH et (NaOH+KOH) (16M) à 5 minutes.....	56
Tableau III.16: Variation du rendement de production des ferrates et l'énergie électrique consommée en fonction de temps A1 (16M).....	58
Tableau III.17 : Variation du rendement de production des ferrates et l'énergie électrique consommée en fonction de temps A2 (16M).....	58
Tableau III.18 : Variation du rendement de production des ferrates et l'énergie électrique consommée en fonction de temps par le mélange (NaOH+KOH) A2 (16M).....	59
Tableau IV.1 : Les résultats des analyses physicochimique avant et après l'injection des ferrates.....	65

Listes des figures

Figure II.1. Présentation de la molécule de ferrate.....	14
Figure II.2. Les trois structures hybrides de résonance d'ion de Fe(VI) dans une solution aqueuse.....	15
Figure II.3. Photo représentant la couleur violette des ferrates	16
Figure II.4. Diagramme approximatif d'ordre technique de E° - pH des composés les plus abondants de fer.....	17
Figure II.5. Montage d'une cellule électrochimique de production des ferrates.....	19
Figure II.6. La couche intermédiaire Fe (III) qui se forme à travers le processus de formation des ferrates.....	20
Figure II.7. Diagramme de FeVI avec ses principales applications.....	25
Figure III.1. Photo représentant dispositif expérimental pour la synthèse des ferrates	32
Figure III.2. Photo représentant variation de la coloration de la solution des ferrates au cours de l'électrolyse.....	35
Figure III.3. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (14M).....	37
Figure III.4. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (14M).....	37
Figure III.5.:Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (14M).....	38
Figure III.6. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (14M).....	38
Figure III.7. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (16M).....	40

Figure III.8. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (16M).....	40
Figure III.9. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (16M).....	41
Figure III.10. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (16M).....	41
Figure III.11. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (14M).....	43
Figure III.12. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (14M).....	43
Figure III.13. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (14M).....	44
Figure III.14. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (14M).....	44
Figure III.15. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (16M).....	46
Figure III.16. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (16M).....	46
Figure III.17. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (16M).....	47
Figure III.18. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (16M).....	47

Figure II.19. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (14M).....	49
Figure III.20. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (14M).....	49
Figure III.21. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (14M).....	50
Figure III.22. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (14M).....	50
Figure III.23. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (16M).....	52
Figure III.24. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.06 A (16M).....	52
Figure III.25. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (16M).....	53
Figure III.26. Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0.125 A (16M).....	53
Figure III.27. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction de la température (, T=30°C, 40°C et 50°C) par A2 (16M).....	54
Figure III.28. Variation du rendement de formation des ferrates en fonction de la température (, T=30°C, 40°C et 50°C) pour A1 et A2 (16M) à 0.06A.....	55
Figure III.29. la variation du rendement de production des ferrates en fonction du temps pour NaOH et (NaOH+KOH) A2 (16M).....	56
Figure III.30. Variation de la concentration au cours de la formation des ferrates en fonction du temps pour NaOH et (NaOH+KOH) A2 (16M).....	57

Figure III.31. Variation du rendement et l'énergie électrique consommée par A1 en fonction de temps d'électrolyse (16M).....	59
Figure III.32. Variation du rendement et l'énergie électrique consommée par A2 en fonction de temps d'électrolyse (16M).....	60
Figure III.33. Variation du rendement de production des ferrates et l'énergie électrique consommée en fonction de temps par le mélange (NaOH+KOH) A2 (16M).....	60
Figure IV.1. Photo représentant l'eau usée avant et après l'ajout des sels de ferrates	64
Figures IV.2. Photo représentant culture positive des streptocoques totaux après 24h d'incubation.....	66
Figures IV.3. Photo représentant culture négative des coliformes totaux et streptocoque totaux après l'utilisation des ferrates comme désinfectant	66
Figures IV.4. Photo représentant culture positive des staphylocoques, enterobactérs et une présence légère des klebsielle après 24h d'incubation.....	67
Figures IV.5. Photo représentant culture négative après l'utilisation des ferrates comme désinfectant.....	68

LISTE DES ABRÉVIATIONS

A : l'absorbance de la solution de ferrates.

A1 : Anode 1

A2 : Anode 2

Abs : Absorbance

ADE : Algérienne des eaux

BCPL : Bromocresol pourpre liquide.

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

DBO₅ : Demande Biochimique en Oxygène (5 jours) (mg/l).

DCO : Demande Chimique en Oxygène (mg/l).

EDTA : Éthylènediaminetétraacétique.

EC : L'énergie de consommation en (kWh/kg).

E° : Potentiel standard (V).

F : La constante de Faraday (F=96500 C mol⁻¹).

f : Le facteur de dilution.

I : L'intensité de courant (A).

i : La densité de courant (mA /cm²).

L : la distance entre les électrodes (cm).

MES : Les matières en suspension (mg/l).

MEST : Matière En Suspension totale (mg/l).

M : La masse molaire des ferrates (g/mol) ;(120 g/mol).

m exp : La masse expérimentale de ferrate produite (kg).

m the : La masse théorique des ferrates synthétisés (kg).

NPP : Le Nombre le Plus Probable.

NTK : azote kjeldahl.

NTU : Nephelometric Turbidity Unit

n : Le nombre d'électron (n=6).

OMS : Organisation mondiale de la santé .

pH : Potentiel d'hydrogène.

R% : Le rendement de la formation des ferrates %.

S : La surface immergée de l'anode (cm²).

STEP : Station d'épuration des eaux usées.

T : La température (°C).

t : La durée de l'électrolyse (h).

U : Potentiel (V).

V : Le volume (ml)

ϵ : le coefficient d'extinction molaire (l/mol.cm).

Δm_c : La différence de la masse de cathode (g).

Δm_a : La différence de la masse d'anode (g).

TABLE DES MATIERES

Introduction générale	1
CHAPITRE I	Généralités sur les eaux usées
I.1. Etat de l'art sur les eaux usées.....	3
I.1.1 Catégories d'eaux usées.....	3
I.1.1.1 Les rejets domestiques.....	3
I.1.1.2 Les rejets industriels.....	4
I.1.1.3 Eaux de ruissellement.....	4
I.2 Principales substances polluantes présentes dans les eaux usées.....	4
I.2.1 les micro-organismes.....	4
I.2.2 Les matières en suspension (MES).....	6
I.2.2.1. Les matières flottantes.....	6
I.2.2.2. Les matières lourdes.....	6
I.2.2.3. Les matières non décantables et dissoutes.....	6
I.2.3. Les micropolluants organiques et non organiques.....	6
I.2.2.4. Les substances nutritives.....	7
I.3. Caractéristiques de la pollution des eaux usées.....	7
I.3.1. paramètres organoleptiques.....	7
I.3.1.1. Couleur.....	7
I.3.1.2. Odeur.....	8
I.3.2. Paramètres chimiques.....	8
I.3.2.1. pH (Potentiel d'hydrogène).....	8
I.3.2.2. La D.B.O (Demande Biochimique en Oxygène).....	8

I.3.2.3. La D.C.O (Demande Chimique en Oxygène).....	8
I.3.2.4. Rapport de la biodégradabilité.....	9
1.3.2.5. L'Oxygène Dissous.....	9
I.3.2.6. Chlorures (Cl-).....	9
1.3.2.7. L'azote (N).....	9
1.3.2.8. Les nitrate (NO ₃ ⁻).....	9
1.3.2.9. L'azote ammoniacal.....	10
1.3.2.10. Le Phosphore.....	10
I.3.3. Paramètres Physiques.....	10
I.3.3.1.La Turbidité.....	10
I.3.3.2.Température.....	11
I.3.3.3. La Conductivité.....	11
I.3.3.4. M.E.S (Matières En Suspension).....	11
I.3.4. Paramètres biologiques.....	12
I.4.généralités sur les effluents hospitaliers.....	12
I.4.1. Effluents hospitaliers.....	12
I.4.2. Origines des effluents hospitaliers.....	12
a- Rejets de nature domestique.....	12
b-.Rejets de nature spécifique à l'hôpital.....	13
I.4.3.L'hôpital FARES Yahiya Miliana.....	13
1.5. Impact environnemental des eaux usées hospitalières.....	13
I.6.Les normes algériennes.....	13

CHAPITRE II

Les sels de ferrates

II.1.Définition.....	14
II.2.Historique.....	14
II.3.Propriétés des sels de ferrates.....	15
II.3.1 Propriétés physique.....	15
II.3.1.1 Structure.....	15
II.3.2.Propriétés optiques.....	16
II.3.2.1.Couleur.....	16
II.3.2.2.Spectre d'absorption dans le visible.....	16
II.3.3.Propriétés chimiques.....	17
II.3.3.1. Stabilité.....	17
II.4.Production des sels de ferrates.....	17
II.4.1. Par voie sèche.....	18
II.4.2. Préparation par voie humide.....	18
II.4.3. Par voie électrochimique.....	18
II.4.3.1. Principe.....	18
II.4.3.2. Paramètres de synthèse.....	21
a-Electrolyte.....	21
b-Electrodes.....	21
Anode.....	21
Cathode.....	22
c. La température.....	22
d- Intensité.....	23

e-Durée.....	23
II.5. Méthodes d'analyses des ferrates.....	23
II.5.1. Méthode par spectrophotomètre visible.....	23
II.5.2. Méthode de titrage.....	23
II.6. Les applications des sels de ferrates.....	24
II.6.1. Traitement et épuration des eaux	25
II.6.1.1.Coagulation-floculation.....	26
II.6.1.2. Oxydation des polluants organique et inorganique.....	26
II.6.1.3. Désinfection.....	27
II.6.1.4. Elimination de l'arsenic dans l'eau potable.....	28
II.6.2. Autres applications des ferrates.....	28
II.6.2.1. Oxydant dans la destruction des algues.....	28
II.6.2.2. Oxydant dans l'élimination du sulfure d'hydrogène.....	28
II.6.2.3. Oxydant dans les traitements des boues.....	29
II.6.2.4. Oxydant dans la dégradation des tensioactifs.....	29

CHAPITRE III

Synthèse des sels de ferrates et Optimisation

III.1.Matériels et méthodes.....	30
III.1.1.Réactifs.....	30
III.1.2. Les électrodes.....	30
III.1.3 Nettoyage des électrodes en acier.....	31
III.1.4.Mode opératoire.....	32
III.1.5.Technique d'analyse.....	33

IV.2.1.1.Couleur.....	64
IV.2.1.2.Odeur.....	65
IV.2.2.Analyses physicochimiques avant et après l’ajout des sels de ferrates.....	65
IV.2.3 Analyses bactériologique avant et après l’ajout des sels de ferrates.....	66
IV.2.3.1. Recherche et dénombrement des coliformes totaux et streptocoques totaux.....	66
IV.2.3.2.Recherche des autres micro-organismes.....	67
Conclusion générale.....	71
Références bibliographique	
Annexes	

**INTRODUCTION
GÉNÉRALE**

Introduction générale

Depuis longtemps, les scientifiques se sont intéressés aux problèmes liés à l'environnement. Parmi les options techniques considérées, le traitement des eaux usées est en perpétuelle recherche. Dans cette perspective la problématique des effluents hospitaliers devient de plus en plus importante, puisqu'elle se place dans le contexte de la faible potentialité du traitement par les stations d'épuration STEP. Par ailleurs, dans de nombreux pays en voie de développement, les effluents liquides hospitaliers générés par les hôpitaux sont rejetés directement dans le milieu récepteur (les cours d'eau ou les sols) le plus souvent sans aucun traitement au préalable.

Les hôpitaux pourraient être à l'origine d'une pollution, dont il faut tenir compte dans une démarche générale d'évaluation du risque sanitaire et environnemental. L'importance des volumes d'eau consommés, aboutit à des flux de pollution ramenés à un lit d'hôpital sont supérieurs, à ceux définis pour un équivalent habitant. De plus il semble que les rejets de certains services (radiothérapie, service de contagieux, ...) puissent être considérés à risques. La gestion des déchets hospitaliers s'est bien généralisée et il est nécessaire de considérer le cas des rejets liquides [1].

Au cours des vingt dernières années, une attention considérable a porté sur l'élimination de polluants, par des réactions activées par des méthodes non traditionnelles. Les méthodes électrochimiques telles que l'oxydation directe, l'oxydation indirecte et les oxydants produits électrochimiquement, ont été démontrées comme étant efficaces sur un certain nombre de polluants organiques dissous dans l'eau [2].

Les ferrates ont fait l'objet de nombreuses études, et leurs applications sont de plus en plus variées et innovantes [3].

Leur importance s'avère progressive dans le traitement des eaux et des effluent industriels du fait de la nature multifonctionnelle du Fe(VI) (oxydant, floculant, désinfectant, décolorant) [4]. De plus ils sont respectueux de l'environnement, souvent appelés "green oxydant"

Des études à l'échelle du laboratoire montrent que le ferrate est le plus puissant de tous les oxydants/désinfectants et coagulant pratiquement utilisés pour le traitement des eaux.

INTRODUCTION GENERALE

La préparation des ferrates à grande échelle suivant les procédés connus, est toujours entachée d'un ou plusieurs désavantages. Les ferrates ne sont pas encore disponibles dans le commerce du fait des problèmes liés à leur stabilité.

Actuellement, il existe un grand besoin de recherche et d'innovation afin d'améliorer les méthodes existantes, de préparation des ferrates et développer ainsi de nouvelles méthodes [5] qui auraient pour but, l'augmentation de la stabilité et du rendement des ferrates(VI), la réduction du cout de production, ainsi que de la réactivité de ferrates avec les contaminants.

Dans cet esprit, ce travail est orienté vers l'étude de la synthèse de ferrates par une méthode électrochimique et une application de ces ferrates sur l'eau usée de l'hôpital de Miliana. Ce mémoire comporte quatre chapitres,

Le premier chapitre, comporte des généralités sur les eaux usées et les rejets hospitaliers,

Le deuxième, fournit une revue bibliographique sur les ferrates, leur historique de préparation et leurs propriétés.

Le troisième chapitre, concerne, d'une part , les appareillages et les méthodes opératoires et analytiques, mis en œuvre dans la synthèse électrochimique des ferrates. D'autre part les paramètres influents sur ce processus de synthèse, y sont présentés et discutés.

Le quatrième chapitre, présente les méthodes d'analyse des eaux usées ainsi que les résultats de l'application des ferrates synthétisés, aux conditions opératoires optimales, sur ces eaux usées.

En fin ce travail de recherche s'achèvera par une conclusion général résumant les principaux résultats obtenus.

CHAPITRE I

Généralités sur les eaux usées

I.1. Etat de l'art sur les eaux usées

Le rejet d'eaux polluées ne peut être évité, la seule issue possible est de les assainir avant de les restituer au milieu naturel. Cela concerne essentiellement les eaux usées urbaines et industrielles. La gestion intégrée de l'eau a été et restera constamment au centre des préoccupations des responsables de l'aménagement du territoire de l'hydraulique et de développement agricole [6].

I.1.1 Catégories d'eaux usées**I.1.1.1 Les rejets domestiques**

Les eaux usées d'origine domestique sont issues de l'utilisation de l'eau (potable dans la majorité des cas) par les particuliers pour satisfaire tous les usages ménagers. Lorsque les habitations sont en zone d'assainissement collectif, les eaux domestiques se retrouvent dans les égouts. On distingue généralement deux types des eaux domestiques qui arrivent toutes deux dans le réseau d'assainissement [6] :

- Les eaux vannes, qui correspondent aux eaux des toilettes;
- Les eaux grises, qui correspondent à tous les autres usages: lave-linge, lave- vaisselle, douche/ bain , ...)

La composition des eaux usées d'origine domestique peut être extrêmement variable, et dépend de trois facteurs:

- La composition originelle de l'eau potable, qui elle- même dépend de la composition de l'eau utilisés pour produire l'eau potable, de la qualité du traitement de cette eau, des normes sanitaires du pays concernés, de la nature des canalisations, etc.
- Les diverses utilisations par les particuliers qui peuvent apporter un nombre quasi infini de polluants: tous les produits d'entretien, lessives mais aussi solvants, peintures mercure de thermomètre, colle, etc.
- Les utilisateurs eux-mêmes qui vont rejeter de la matière organique dans les égouts (urines et fèces); la matière organique est le polluant majoritaire des eaux domestiques. Ce type de rejets apporte également des micro-organismes et des contaminants divers (médicaments)

I.1.1.2 Les rejets industriels

Tous les rejets résultant d'une utilisation de l'eau autre que domestique sont qualifiés de rejets industriels. Cette définition concerne les rejets des usines, mais aussi les rejets d'activités artisanales ou commerciales: blanchisserie, restaurant, laboratoire d'analyses médicales, etc. Les rejets industriels peuvent donc suivre trois voies d'assainissement [6] :

- ✓ Soit ils sont directement rejetés dans le réseau domestique;
- ✓ Soit ils sont pré- traités puis rejetés dans le réseau domestique;
- ✓ Soit ils sont entièrement traités sur place et rejetés dans le milieu naturel.

Dans le cas d'un rejet dans le réseau domestique, avec ou sans prétraitement, les effluents industriels peuvent fortement modifier la composition des eaux usées et peuvent perturber fortement le fonctionnement des égouts. Cette modification est très étroitement liée à l'activité industrielle concernée et peut prendre des formes innombrables.

I.1.1.3 Eaux de ruissellement

Les eaux de pluie qui ruissellent sur les surfaces imperméabilisées, en général en zone urbaine, sont collectées par un réseau qui peut-être le même que celui qui collecte les eaux usées, ou non [7].

I.2 Principales substances polluantes présentes dans les eaux usées

Ces substances peuvent être classées en quatre groupes : les micro-organismes, les matières en suspension, les éléments traces minéraux ou organiques, et les substances nutritives.

I.2.1 les micro-organismes

Ils constituent le principal danger sanitaire pour la réutilisation des eaux usées épurées.

Les micro-organismes comprennent, par ordre croissant de taille : les virus, les bactéries, les protozoaires et les helminthes.

Tableau I.1: Principaux germes susceptibles d'être présents dans les eaux usées boues et principales maladies dont ils sont responsable [8].

Groupe	genre	Maladie causée
Bactérie	Salmonella Shigella Escherichia Vibrio Clostridium Leptospéra Mycobacterum	Typhoïde – paratyphoïde – entérite Dysenterie Entérite (souche pathogène) Choléra Gangrène –tétanos – botulisme Leptospirose Tuberculose – tuberculose atypique – granuline de la peau
Virus	Polio virus Coxsackie virus A Coxsackie virus B Echovirus Rotavirus Reovirus Hepatitis virus A	Polymélite – entérite Maux tête – douleurs musculaires Nausées – méningites Fièvre – infections respiratoires Entérites conjonctivites Affections nerveuses Gastroentérite infantile – grippe – diarrhées Hépatites – hépatites aiguës
Trématodes	Schistosma	Schistosmaise (bilharziose)
Cestodes	Taeni	Taenia – infection de l'homme et des animaux . Cysticerus bovis
Nématodes	Ascaris	Anchylostomum Ascaridose Anchylostomise

I.2.2 Les matières en suspension (MES)

Ce sont des matières biodégradables pour la plupart. Les micro-organismes sont le plus souvent adsorbés à leur surface et sont ainsi transportés par les MES. Elles donnent également à l'eau une apparence trouble, un mauvais goût et une mauvaise odeur [6].

I.2.2.1. Les matières flottantes

Il s'agit d'objets de toute nature, plus ou moins volumineux, matières plastiques, chiffons, feuilles mortes, débris végétaux, bidon, mais aussi des huiles, graisses ou hydrocarbures divers. ce sont donc des produits grossiers qui ne sont pas pris en compte dans les analyses d'eau, faute de pouvoir réaliser un échantillon représentatif [6].

I.2.2.2. Les matières lourdes

Dans cette catégorie, nous trouvons en premier lieu les matières grossières pondérales essentiellement les sables arrachés des revêtements routiers. Ceux-ci, du fait de leur taille et de leur forte densité, sont difficilement pris en compte à l'analyse. A ces sables s'ajoutent les matières minérales et organiques véhiculées en suspension dans l'eau, mais suffisamment lourdes pour être décantables, si les conditions hydrauliques le permettent [6].

I.2.2.3. Les matières non décantables et dissoutes

Il s'agit là de matières organiques très fines, dites colloïdales et de matières dissoutes, composées de carbone, azote, phosphore pour l'essentiel [6].

I.2.3. Les micropolluants organiques et non organiques

Les micropolluants sont des éléments présents en quantité infinitésimale dans les eaux usées. La voie de contamination principale, dans le cas d'une réutilisation des eaux usées épurées, est l'ingestion. C'est la contamination par voie indirecte qui est préoccupante. Ainsi, certains micropolluants, comme les métaux lourds ou les pesticides, peuvent s'accumuler dans les tissus des êtres vivants, et notamment dans les plantes cultivées.

Il peut donc y avoir une contamination de la chaîne alimentaire et une concentration de ces polluants dans les organismes.

I.2.2.4. Les substances nutritives

Leur présence dans les eaux usées peut avoir un impact négatif sur la santé humaine et la qualité des eaux superficielles et dans une moindre mesure un impact bénéfique sur les cultures dans le cas d'une réutilisation agricole. Le potassium est présent dans les effluents secondaires à hauteur de 10 à 30 mg/l.

Il peut donc couvrir une partie des besoins des plantes. Les phosphates sont présents dans les effluents secondaires à hauteur de 6 à 15 mg/l. Les nitrates, qui permettent de fournir de l'azote à la plante, sont les plus problématiques. En effet, apportés en excès, ils peuvent avoir plusieurs impacts négatifs [9]:

- ✓ sur les cultures : ils entraînent des retards de maturation, ne altération de la qualité, etc.
- ✓ sur le milieu naturel : les nitrates sont les principaux responsables de l'eutrophisation des milieux aquatiques.
- ✓ sur la santé humaine : les nitrates peuvent être à l'origine de la formation de nitrites et de nitrosamines, responsables de deux phénomènes potentiellement pathologiques la méthémoglobinémie et un risque de cancer.

I.3. Caractéristiques de la pollution des eaux usées**I.3.1. Paramètres organoleptiques**

Les facteurs organoleptiques (couleur, saveur, turbidité et odeur) constituent souvent les facteurs d'alerte pour une pollution sans présenter à coup sûr un risque pour la santé.

I.3.1.1. Couleur

La coloration d'une eau est dite vraie ou réelle lorsqu'elle est due aux seules substances en solution. Elle est dite apparente quand les substances en suspension y ajoutent leur propre coloration. Les couleurs réelles et apparentes sont approximativement identiques dans l'eau claire et les eaux de faible turbidité [10].

I.3.1.2.Odeur

Toute odeur est un signe de pollution ou de présence de matières organiques en décomposition. L'odeur peut être définie comme [10] :

- L'ensemble des sensations perçues par l'organe olfactif en flairant certaines substances volatiles.
- La qualité de cette sensation particulière est provoquée par chacune de ces substances.

I.3.2.Paramètres chimiques**I.3.2.1. pH (Potentiel d'hydrogène)**

Il indique la concentration en ions H^+ présente dans l'eau, le pH joue le rôle primordial à la fois :

- Dans les propriétés physico-chimiques (acidité, agressivité).
- Dans les processus biologiques dont certains exigent des limites très étroites de pH.
- Dans l'efficacité de certains procédés des traitements tels que la précipitation.

I.3.2.2. La D.B.O (Demande Biochimique en Oxygène)

Elle représente la quantité d'oxygène total consommée par l'eau usée pendant un certain délai, et d'une manière générale on utilise la DBO_5 . Elle correspond à la quantité d'oxygène nécessaire pour dégrader par oxydation et par intervention des bactéries des matières organiques de l'eau usée.

La DBO_5 est un paramètre évolutif dont la mesure permet d'étudier le comportement d'une charge organique et plus généralement celui d'un échantillon. Si la DBO_5 est élevée, il y a un appauvrissement en oxygène de l'eau ce qui fait disparaître toute vie aquatique.[11,12]

I.3.2.3. La D.C.O (Demande Chimique en Oxygène)

La demande chimique en oxygène (DCO) est la quantité d'oxygène consommée par les matières existant dans l'eau et oxydables dans des conditions opératoires définies. En fait la mesure correspond à une estimation des matières oxydables présente dans l'eau quelque soit leur origine organique ou minérale. La DCO étant fonction des caractéristiques des matières présentes, de leurs proportions respectives, des possibilités de l'oxydation [10].

1.3.2.4. Rapport de la biodégradabilité

Le rapport DCO/DBO₅ donne une estimation de la biodégradabilité des eaux usées. La notion de la biodégradabilité représente la capacité d'une substance ou son aptitude à être décomposée par les micro-organismes (bactéries, champignons,...) [13].

1.3.2.5. L'Oxygène Dissous

L'oxygène dissous est un composé essentiel de l'eau car il permet la vie de la faune et il conditionne les réactions biologiques qui ont lieu dans les écosystèmes aquatiques. La solubilité de l'oxygène dans l'eau dépend de différents facteurs, dont la température, la pression et la force ionique du milieu. La concentration en oxygène dissous est exprimée en mg O₂/l [14].

1.3.2.6. Chlorures (Cl⁻)

Les chlorures sont des anions inorganiques importants contenus en concentrations variables dans les eaux naturelles, généralement sous forme de sels de sodium (NaCl) et de potassium (KCl). Ils sont souvent utilisés comme un indice de pollution. Ils ont une influence sur la faune et la flore aquatique ainsi que sur la croissance des végétaux [5].

1.3.2.7. L'azote (N)

L'azote présent dans l'eau peut avoir un caractère organique ou minéral. L'azote organique est principalement constitué par des composés tels que des protéines, des polypeptides, des acides aminés, de l'urée. Le plus souvent ces produits ne se trouvent qu'à de très faibles concentrations. Quant à l'azote minéral (ammoniacque, nitrate, nitrite), il constitue la majeure partie de l'azote total [10].

1.3.2.8. Les nitrate (NO₃⁻)

Les nitrates se trouvant naturellement dans les eaux provenant en grande partie de l'action de l'écoulement des eaux sur le sol constituant le bassin versant. Leurs concentrations naturelles ne dépassent pas 3 mg /L dans les eaux superficielles et quelques mg/L dans les eaux souterraines. La nature des zones de drainage joue donc un rôle essentiel dans leur présence et l'activité humaine accélère le processus d'enrichissement des eaux en nitrates. La teneur en nitrates est en augmentation ces dernières années, de l'ordre de 0,5 à 1 mg/L/an, voire 2 mg/L/an dans certaines régions [14].

1.3.2.9. L'azote ammoniacal

Pour désigner l'azote ammoniacal, on utilise souvent le terme d'ammoniaque qui correspond aux formes ionisées (NH_4^+) et non ionisées (NH_3) de cette forme d'azote. L'ammoniaque constitue un des maillons du cycle de l'azote. Dans son état primitif, l'ammoniac (NH_3) est un gaz soluble dans l'eau, mais, suivant les conditions de pH, il se transforme soit en un composé non combiné, soit sous forme ionisée (NH_4^+). Les réactions réversibles avec l'eau sont fonction également de la température et sont les suivantes :

**1.3.2.10. Le Phosphore**

Le phosphore peut exister dans les eaux en solution ou en suspension, à l'état minéral ou organique. Les composés phosphorés qui, sans hydrolyse ou minéralisation, répondent au test spectrophotométrique sont considérés comme étant des orthophosphates. L'hydrolyse en milieu acide fait apparaître le phosphore hydrolysable et minéralisation, le phosphore organique. Chaque fraction (phosphore en solution ou en suspension) peut être séparée analytiquement en orthophosphates, phosphore hydrolysable et phosphore organique. Suivant les cas, la teneur en phosphates peut être exprimée en mg/L de PO_4 ou de P_2O_5 $1\text{mg/L PO}_4 = 0,747\text{ mg/L P}_2\text{O}_5 = 0,326\text{ mg/L}$ [10].

I.3.3. Paramètres Physiques

Les principaux paramètres qui peuvent altérer le milieu récepteur.

I.3.3.1. La Turbidité

Elle mesure l'intensité lumineuse à travers un liquide est censée de mesurer la quantité des matières en suspensions contenues dans un fluide. La turbidité traduit la propriété optique responsable de la dispersion et de l'absorption de la lumière. La turbidité est donc fonction de la concentration, de la taille, de la forme et des coefficients de réfraction des particules en suspension.

Tableau I.2 : Classement de l'eau selon la turbidité [16].

Eau claire	NTU<5
Eau légèrement trouble	5<NTU<30
Eau trouble	NTU>50

I.3.3.2. Température

C'est un facteur important pour l'activité biologique, il influence la solubilité de l'oxygène du milieu récepteur, donc son pouvoir auto épurateur [17].

La température de l'eau dépend d'une série de facteurs

- Situation géographique, la saison
- La profondeur (la température des profondeurs est généralement plus faible qu'en surface)
- La couleur de l'eau (une eau sombre absorbe plus fortement la chaleur)
- Le volume de l'eau (plus le volume est élevé moins importantes sont les fluctuations de température) [18].

I.3.3.3. La Conductivité

La présence des ions confère à l'eau une certaine conductivité électrique due aux déplacements de ces charges dans l'eau. Sa mesure donne une idée sur la salinité d'une eau usées le degré d'impureté de cette eau, ainsi plus la concentration ionique des sels dissous est grande et plus la conductivité est grande [19].

I.3.3.4. M.E.S (Matières En Suspension)

Ce sont les matières qui ne sont ni solubles dans l'eau ni à l'état colloïdal, les matières en suspension comporte des matières organiques et des matières minérales. Elles sont recueillies

soit par filtration soit par centrifugation, séchés à 105 °C, puis pesées, ce qui fournit la teneur en MES (mg/l).

I.3.4. Paramètres biologiques

Les eaux usées contiennent tous les germes des matières fécales y compris des germes pathogènes, qui disparaissent plus au moins vite, les virus et les champignons encore assez mal connus.

I.4. Généralités sur les effluents hospitaliers :

I.4.1. Effluents hospitaliers

Des polluants tels que les métaux, les radio-isotopes et autre substances chimiques sont introduits dans le réseau d'assainissement des hôpitaux. Etant donné que les hôpitaux utilisent et rejettent un volume important d'eau, les polluants identifiés se diluent et se retrouvent à des concentrations souvent voisines de celles des effluents domestiques. Plusieurs auteurs notent que les effluents hospitaliers présentent pour les paramètres globaux (MEST, DCO, DBO₅, NTK, Phosphore total) des caractéristiques tout à fait semblables à la moyenne de celles d'eaux résiduaires urbaines à l'exception des détergents qui présentent une concentration significativement plus élevée. Une très forte fluctuation des paramètres physicochimiques en fonction des hôpitaux qui ont des pratiques et usage différents selon leur spécialité médicales et leurs contextes (géographiques, socioéconomiques) [19,20].

I.4.2. Origines des effluents hospitaliers

L'hôpital est un grand consommateur de l'eau issue du réseau de distribution publique ajoutée à celle utilisée spécialement par l'établissement (eau stérile par exemple). Outre les volumes d'eau entrant dans l'hôpital qui sont importants, les rejets d'effluents sont également considérables. Les usages de l'eau à l'hôpital sont très variés : usage alimentaire, sanitaire, technique, et thérapeutique..., et génèrent donc différents types d'effluents [21].

a- Rejets de nature domestique

Les eaux provenant des cuisines, les rejets des produits détergents, les rejets des garages et ateliers, ceux de la blanchisserie, de la chaufferie et de la climatisation [22].

b-Rejets de nature spécifique à l'hôpital

Ces rejets sont spécifiques d'une part de l'activité de soins concernant de nombreux services et d'autre part de l'activité de certain service. Ils peuvent contenir des produits chimiques et radioactifs, des liquides biologiques, des déjection/excrétions contagieuses et également des résidus de médicaments éliminés dans les excréta des patients [19].

I.4.3.L'hôpital FARES Yahiya Miliana

L'hôpital FARES Yahiya de la daïra de Miliana est située au sud west de la ville. L'établissement a une capacité de 284 lits pour 12 services (Réf : arrêté ministériel n° 2631 du 24 décembre 2007). Des prélèvements sur les eaux usées ont été prélevés le 29 mai 2018 et 9 juin 2018.

1.5. Impact environnemental des eaux usées hospitalières

- ✓ Les matières en suspensions résiduelles, même en concentrations faible sont susceptibles de réduire la transparence du milieu récepteur.
- ✓ La dégradation de la qualité des eaux
- ✓ Nuisance : odeurs.
- ✓ Charge de la matière organique importante.
- ✓ Effets néfastes sur la santé humaine et animale.
- ✓ Pollution nitrique.

I.6.Les normes Algériennes

Le décret exécutif n° 93-160 du juillet 1993 réglemente les procédures de rejets des effluents liquides dans le milieu naturelle et rappelle que tout rejet d'industriel est soumis a une autorisation préalable, délivrée par le ministère charger de l'environnement, qui déterminé les conditions techniques aux quelle sont subordonnés les rejets. Ce décret précise également les valeurs limites maximale des paramètres de rejets des installations de déversement d'effluents liquides industriels [23].

Tableau I.3: valeurs limites de certains paramètres des rejets industriels [24].

PARAMETRES	VALEURS MAXIMALES	PARAMETRES	VALEURS MAXIMALES
Températures	30C°	Azote Kjeldahl	40 mg/l
PH	6,5 à 8,5	Phosphates	02 mg/l
MES	30 mg/l	Détergents	2 mg/l
DBO ₅	40 mg/l	Chlore actif	1 mg/l
DCO	120 mg/l	Huiles et Graisses	20 mg/l

CHAPITRE II

Les sels de ferrates

II.1.Définition

Les ferrates sont des composés qui contiennent du fer sous son état d'oxydation +6 (Figure I.1) [24].

Le Fe(VI) en tant qu'oxydant possède en effet un potentiel d'oxydation ($E^\circ \text{FeO}_4^{2-} / \text{Fe}^{3+} = 2,2\text{V}$) plus élevé que celui de l'ozone ($E^\circ \text{O}_3 / \text{O}_2 = 2,07 \text{ V}$), du peroxyde d'hydrogène ($E^\circ \text{H}_2\text{O}_2 / \text{H}_2\text{O} = 1,7 \text{ V}$), du permanganate ($E^\circ \text{MnO}_4^- / \text{Mn}^{2+} = 1,50 \text{ V}$), et du chlore ($E^\circ \text{Cl}_2 / \text{Cl}^- = 1,36 \text{ V}$) ou encore du chlore.

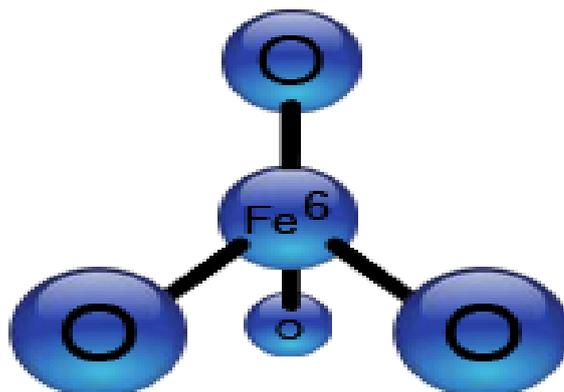


Figure II.1 : Présentation de la molécule de ferrate [24].

II.2.Historique

Un produit de couleur rouge-pourpre a été observé pour la première fois par Stahl [25].

En 1702, lorsqu'il mena une expérimentation en réalisant un mélange de KNO_3 et de fer puis en dissolvant dans l'eau des résidus en fusion. La solution colorée a été identifiée par la suite comme le ferrate de potassium (K_2FeO_4). En 1834, Eckenberg et Becquerel, ont détecté la même couleur lorsqu'ils ont chauffé des minéraux du fer mélangés avec la potasse [26].

En 1841, Poggendorff a noté l'apparition de la couleur pourpre avec l'oxydation anodique d'une électrode de fer dans une solution alcaline forte [27].

La présence de l'état d'oxydation (six) dans les ferrates a été démontrée par diverses méthodes. Il ya eu un accroissement d'intérêt pour les ferrates à partir des années 1950, principalement en raison de son potentiel pour oxyder les composés organiques.

Haber et Pick ont suivis l'influence des différents paramètres sur la formation électrochimique du ferrate (VI). Plusieurs chercheurs ont étudié la production chimique de

ferrate (VI) avec accompagnement des procédures de purification, les techniques électrochimiques ont été examinées par Tousek, Helferich et Sharma [26,28].

Les travaux des trois derniers groupes se sont basés sur l'optimisation des conditions qui donnent un rendement plus élevé pour la synthèse électrochimique des ferrates.

II.3. Propriétés des sels de ferrates

II.3.1 Propriétés physique :

II.3.1.1 Structure

Les cristaux des ferrates ont la structure tétraédrique, tels que les quatre atomes d'oxygène sont collés en covalence sur l'atome central de fer dans l'état de l'oxydation +6 [29].

Les ions de Fe(VI) peuvent avoir trois structures hybrides de résonance dans une solution aqueuse comme le montre la figure I.2.

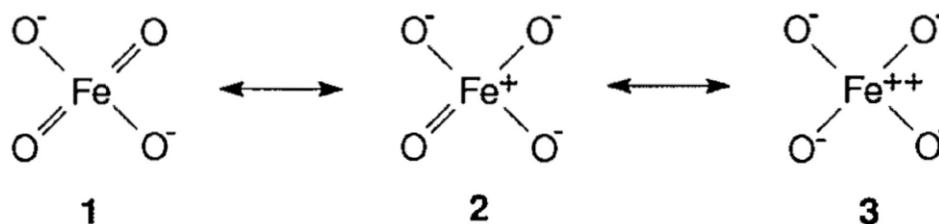


Figure II.2 : Les trois structures hybrides de résonance d'ion de Fe(VI) dans une solution aqueuse [29].

II.3.2. Propriétés optiques :**II.3.2.1. Couleur**

L'ion FeO_4^{2-} a la même couleur que l'ion MnO_4^{2-} . Une couleur violette profonde fut observée dans les solutions fortement alcalines [25].



Figure II.3 : La couleur violette des ferrates.

II.3.2.2. Spectre d'absorption dans le visible

La couleur violette caractérisant les solutions fortement alcalines contenant du fer est due à la présence de ferrates (VI) tétraédrique FeO_4^{2-} , avec son pic d'absorption à une longueur d'onde comprise entre 505 et 510 nm et une extinction molaire de 1100 et 1300 $\text{l}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$ pour ces longueurs d'onde. Ce spectre d'absorption est un outil approprié pour l'identification des ferrates, lorsque les échantillons se dissolvent [30].

II.3.3. Propriétés chimiques

II.3.3.1. Stabilité

Selon Tsapin [30], les ferrates sont stable dans des solutions fortement alcalines $\text{pH} > 10$. Dans le diagramme du E° -pH, où E° est le potentiel d'oxydation du système, sont représentées les zones de stabilité de différentes phases ferrifères.

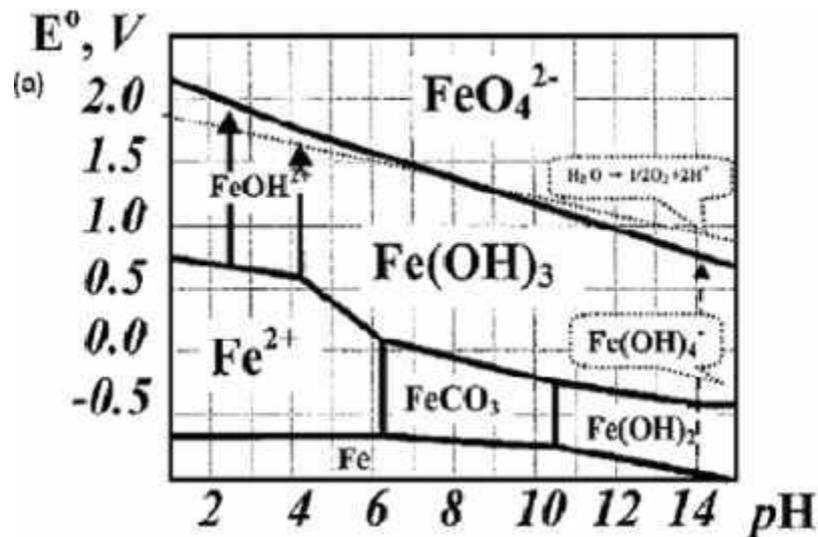


Figure II.4 : Diagramme approximatif d'ordre technique de E° -pH des composés les plus abondants de fer [30].

II.4. Production des sels de ferrates :

Pour la synthèse des ferrates, trois méthodes sont utilisées [31]:

- 1-L'oxydation par voie sèche en chauffant/fondant différents minéraux oxydés du fer sous conditions fortement alcalines et sous courant d'oxygène.
- 2-L'oxydation par voie humide, en utilisant le sel de Fe(III) en milieu fortement alcalin et en utilisant l'hypochlorite ou le chlore comme oxydant.
- 3-La méthode électrochimique, par oxydation anodique, en utilisant le fer ou l'alliage de fer comme anode et NaOH ou KOH comme électrolyte.

II.4.1. Par voie sèche

L'intérêt croissant de cette voie est qu'elle permet d'éviter la réaction des ferrates avec l'eau. Ce procédé de préparation des ferrates a surtout attiré l'attention comme technologie verte dans le but de recycler divers composés résiduels du fer [32].

L'importance des réactions pour la préparation des ferrates par voie sèche réside principalement dans leur capacité à produire des ferrates alcalins (IV) ou (VI) directement à partir de produits de départ peu coûteux et facilement disponibles (par exemple, l'oxyde de fer ou le fer), sans procédures électrochimiques compliquées ni préparation préliminaire des réactifs [33].

En outre, chacune de ces réactions peut être utilisées pour obtenir des rendements considérables de ferrates (VI) sans utiliser de longues procédures de production des ferrates par voie humide. Malgré les avantages, il faut mentionner que la synthèse par voie sèche à une température supérieure ou égale à 500 °C semble peu convaincante du fait de la faible stabilité thermique des ferrates alcalins. De plus, l'explosivité du milieu réactionnel rend le procédé de synthèse à haute température dangereux [34].

II.4.2. Préparation par voie humide

L'oxydation par voie humide procède par oxydation d'une solution ferrique pour former la solution de ferrates(VI) en milieu fortement alcalin. Comme la solution de ferrate peut se décomposer rapidement. Les protocoles de précipitation. Ceux de lavage et de séchage sont nécessaires pour obtenir un produit stable et solide.

La méthode par voie humide, considérée comme la plus pratique, reste cependant très coûteuse [32].

II.4.3. Par voie électrochimique:**II.4.3.1. Principe**

La première synthèse électrochimique des ferrates (VI), due à Poggendorff reste l'une des plus anciennes et la méthode la plus prometteuse parce qu'elle utilise un processus très simple, qui ne nécessite pas de coûteux réactifs chimiques coûteux. La préparation électrochimique des ferrates consiste à placer une anode sacrificielle dans une cellule d'électrolyse, contenant une solution fortement alcaline, telle que NaOH ou KOH, ou les deux ensembles, et en faisant passer un courant électrique servant à oxyder le fer en Fe (VI), Le schéma (Figure II.5) présente le dispositif expérimental pour réaliser la synthèse [26].

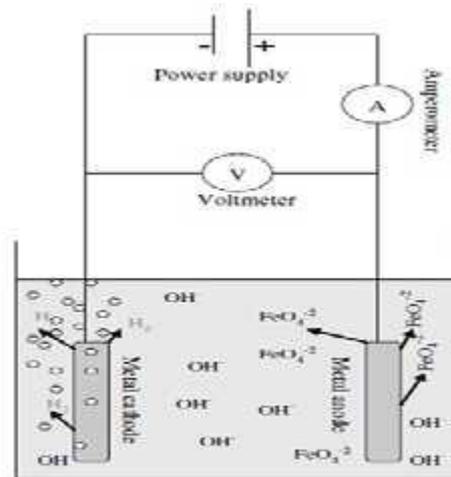
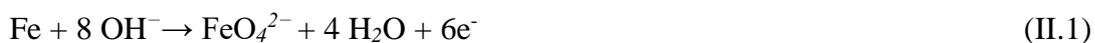


Figure II.5 : Montage d'une cellule électrochimique de production des ferrates [26].

Le principe de base de la production des ferrates est représenté dans les équations suivantes [34,35] :

La réaction d'oxydation au niveau de l'anode :



La réaction de la réduction au niveau de la cathode



Réaction globale:



Plusieurs étapes sont nécessaires pour assurer la formation des ferrates. Elles peuvent être décrites de la manière suivante :

1-La formation des espèces intermédiaires.

2-La formation de ferrate.

3-La formation d'une couche de passivation qui empêche la production des ferrates.

Shao et al. [36] suggèrent que les réactions intermédiaires qui se déroulent avant la production des ferrates, sont décrites par les réactions (II.4) et (II.5). A ce stade, une couche d'oxyde de Fe(III) se forme à la surface de l'anode, correspondant au (point A) figure II.6, c'est le résultat des deux réactions suivantes :



Les charges pourraient migrer de cette couche de passivation, mais peuvent rencontrer une résistance. La dissolution électrochimique peut avoir tendance à se produire sur certains sites actifs, au niveau où la couche d'oxyde est plus mince, puis les sites actifs, se développent en micro trous (point B), comme nous pouvons voir dans la figure II.6.

Au niveau de point B, les réactions pouvant avoir lieu sont données par les équations (II.6) et (II.7).

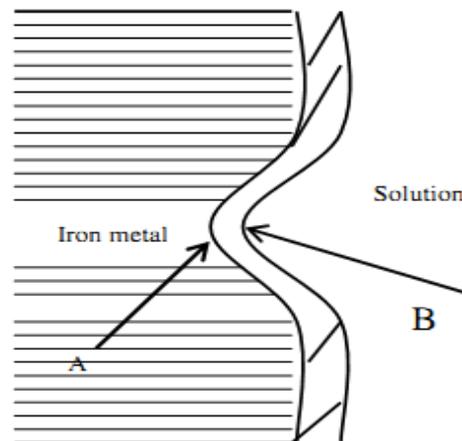


Figure II.6 : La couche intermédiaire Fe (III) qui se forme à travers le processus de formation des ferrates [36].

II.4.3.2. Paramètres de synthèse :

a-Electrolyte

En raison de la stabilité des ions FeO_4^{2-} et de la baisse du potentiel normal apparent du couple d'oxydoréduction Fe(VI)/Fe(III) aux pH basiques, la synthèse requiert des solutions d'hydroxyde alcalin très concentrées [37].

De nombreuses études ont montré que les rendements d'électrolyse sont meilleurs en utilisant une solution de soude NaOH qu'avec une solution de potasse KOH. D'autres, par contre, ont montré que le KOH donnait des meilleurs résultats que le NaOH [38].

En effet, la nature de l'hydroxyde est considérée comme facteur très important sur le rendement de la synthèse électrochimique des ferrates. La raison principale est la différence de solubilité des sels sodique ou potassique, à alcalinité constante. L'autre raison concerne l'influence de la nature de l'hydroxyde sur la couche d'oxyde formée en surface de l'électrode.

b-Electrodes

- Anode

Quelle que soit la nature de l'anode (fer, fonte, acier...) la synthèse électrochimique est possible. Cependant, de nombreuses études cherchant à déterminer quelle anode offrait le meilleur rendement ont montré que le rendement d'oxydation du fer en ferrate (VI) est très sensible à la composition de l'anode et particulièrement à sa teneur en carbone.

Ainsi, Denvir et Pletcher [37] remarquent que la coloration violette caractéristique de l'anion FeO_4^{2-} , est beaucoup plus intense avec des alliages riches en carbone. Les autres éléments tels que le manganèse et le silicium ne semblent pas influencer les rendements de synthèse. Bouzek *et al.* [39] étudiant plus précisément l'influence de la spéciation du carbone dans l'électrode en fer (graphite ou carbure), ont observé qu'elle influence la nature des couches d'oxyde-hydroxyde. Ils montrent que les propriétés de la couche d'oxyde (porosité, compacité) diffèrent selon que le carbone est sous forme graphitique ou sous forme de carbure. Le carbure de fer supprime les propriétés passives de la couche par des désintégrations locales, ce qui permet à l'anode d'être continuellement dissoute et oxydée. La couche d'oxyde, plus poreuse, plus désordonnée est donc plus active.

Bouzek et al [40], ont prouvé que la cémentite Fe_3C réagissant sous polarisation anodique avec les ions OH^- , provoque une rupture locale de la couche passive protectrice et la formation d'une couche mince et poreuse qui facilite la synthèse des ferrates.

Dans le cas du fer pur, la couche d'oxyde est compacte, donc moins solubilisable, elle protège plus l'anode contre la dissolution.

Si le carbone est sous forme de graphite, la réaction compétitive (oxydation du solvant en oxygène) est privilégiée. De plus, les auteurs pensent que le graphite peut catalyser la décomposition du ferrate(VI) en Fe III [39,40].

- **Cathode**

Elle peut être en acier, en nickel, en fer ou en [40].

c. La température

La température est un paramètre opérationnel important, dont l'effet sur l'efficacité de la synthèse des ferrates (VI) a été remarqué dans les premières phases de la recherche.

Il existe deux impacts de la température sur la production de ferrate (VI).

Premièrement, une augmentation de la température génère une dépassivation de la surface de l'électrode au cours de la polarisation anodique. Ceci est causé par une amélioration de l'interaction chimique de la couche d'oxo-hydroxyde avec l'anion hydroxyle pendant la formation de produits solubles. La surface fraîche du matériau d'anode en vrac est donc continuellement exposée à l'électrolyte et à la dissolution anodique, et le rendement intégral actuel de l'électrolyse s'augmente. Cette influence positive de la température a déjà été observée par Pick et d'autres auteurs [41,42,43]. Bouzek et al. [44] ont étudié différentes compositions de fer et en concluent que le fer pur a la plus forte tendance à former de couche de surface compacte et stable. Une température plus élevée, variant entre 30-50°C selon les conditions d'électrolyse, est nécessaire pour résoudre ce problème. En revanche, en utilisant un matériau d'anode à haute teneur en carbure de fer (Fe_3C) (généralement appelé fonte blanche) d'un rendement relativement élevé, lors de l'électrolyse prolongée, peut être réalisée à une température aussi basse que 20°C.

d- Intensité

Optimisation de la production des sels de ferrates en varions l'intensité du courant électrique passant entre l'anode et la cathode afin de maximiser la production des sels de ferrates en minimisant la consommation d'énergie électrique.

e-Durée

La concentration en Fe(VI) augmente avec le temps, mais elle suit une évolution non linéaire, parce que la couche d'oxyde à l'origine de la passivation, s'épaissit dans le temps et protège l'électrode de la dissolution.

De ce fait, la durée de l'électrolyse ne doit pas être trop longue. Il est important de considérer aussi la stabilité des solutions des ferrates (VI) dans ces milieux [32].

II.5. Méthodes d'analyses des ferrates**II.5.1. Méthode par spectrophotomètre visible**

La solution aqueuse d'ion ferrate a une couleur caractéristique rouge-violet, ce qui correspond au spectre d'absorption visible, à environ 500 et 800 nm [45,46]. Le spectre d'absorption de ferrate de potassium à 505 nm a été confirmé par plusieurs chercheurs dans leurs études [47,48].

II.5.2. Méthode de titrage

L'analyse de titrage volumétrique peut déterminer le ferrate avec précision. Considérant que le taux de décomposition de la solution acide ferrate est rapide, une solution tampon est nécessaire pour maintenir le pH de l'échantillon ferrate à 8, ce qui donnera plus de résultats analytiques fiables. Toutefois, les déchets de l'échantillon doivent être stockés et traités spécifiquement en raison de l'existence de chromite résiduelle dans les déchets, si la méthode de titrage de chromite-ferreux a été utilisée.

L'élimination de ces déchets devrait suivre la sécurité en laboratoire et des procédures standard de la santé [34].

II.6. Les applications des sels de ferrates

Les ferrates ont un rôle principal dans l'assainissement des polluants dans les eaux usées et des effluents industriels, grâce à son utilisation proposée comme un solide, non toxique. Le Fe(VI) est un oxydant très puissant [36]. Les ferrates peuvent oxyder divers polluants synthétiques et organiques, désactiver des micro-organismes nuisibles, coaguler les particules colloïdales et abattre plusieurs métaux (Fe^{2+} , Fe^{3+} , Mn^{2+} et Cu^{2+}) et des métaux lourds et toxiques (Pb^{2+} , Cd^{2+} , Cr^{3+} et Hg^{2+}). Selon les résultats préliminaires, les déchets liquides radioactifs pourrait être décontaminés par le ferrate de sodium [49]. En outre, les ferrates permettent de décolorer les eaux contaminées. Les potentiels de réduction pour les couples $\text{Cr}^{\text{VI}}/\text{Cr}^{\text{III}}$ et $\text{Mn}^{\text{VII}}/\text{Mn}^{\text{IV}}$ sont significativement faibles par rapport à celui du couple $\text{Fe}^{\text{VI}}/\text{Fe}^{\text{III}}$ [50]. La réduction de $\text{Fe}^{\text{VI}}/\text{Fe}^{\text{III}}$ résultant en un produit non toxique suggère que le ferrate est un « friendly oxydant » pour l'environnement [51].

En milieu acide, le potentiel redox du ferrate (VI) dépasse celui de l'ozone, le plus puissant de tous les oxydants/désinfectants pratiquement utilisés pour traiter et dépolluer les eaux [26] (Tableau II.1).

Tableau II.1. Potentiel redox des oxydants/désinfectants utilisés pour traiter et dépolluer les eaux [26].

Désinfectant/Oxydant	Réaction	E°, (V)
Ferrate (VI)	$\text{FeO}_4^{2-} + 8\text{H}^+ + 3\text{e}^- \rightarrow \text{Fe}^{3+} + 4\text{H}_2\text{O}$	2,20
Ozone	$\text{O}_3 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{O}_2 + \text{H}_2\text{O}$	2,076
Peroxyde d'hydrogène	$\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$	1,776
Permanganate	$\text{MnO}_4^- + 4\text{H}^+ + 3\text{e}^- \rightarrow \text{MnO}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$	1,679
Acide hypochloreux	$\text{HClO} + \text{H}^+ + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Cl}^- + \text{H}_2\text{O}$	1,482
Perchlorate	$\text{ClO}_4^- + 8\text{H}^+ + 8\text{e}^- \rightarrow \text{Cl}^- + 4\text{H}_2\text{O}$	1,398
Chlore	$\text{Cl}_2(\text{g}) + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{Cl}^-$	1,358
Oxygène dissous	$\text{O}_2 + 4\text{H}^+ + 4\text{e}^- \rightarrow 2\text{H}_2\text{O}$	1,229
Dioxyde de chlore	$\text{ClO}_2 + \text{e}^- \rightarrow \text{ClO}_2^-$	0,954

Grace à son pouvoir d'oxydation, le ferrate (VI) est devenu une espèce chimique multifonctionnelle utilisée dans plusieurs applications. La gamme d'utilisation des ferrates

comprend non seulement le traitement des eaux et des effluents industriels, mais aussi la dégradation des tensioactifs et beaucoup d'autres applications qui restent à découvrir (Figure II.7).

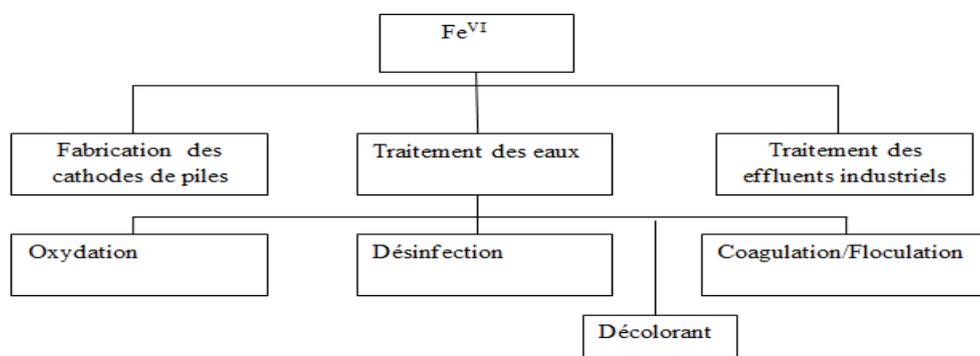


Figure II.7. Diagramme de Fe^{VI} avec ses principales applications.

II.6.1. Traitement et épuration des eaux :

Un nombre important de coagulants et oxydant/désinfectant sont utilisées pour traiter les eaux. Les coagulants les plus connus et utilisés sont le sulfate ferrique, le sulfate d'aluminium, ainsi que le chlore ferrique. Les oxydant/désinfectant les plus utilisés sont le chlore, l'hypochlorite de sodium, le dioxyde de chlore et l'ozone.

A une époque où la pollution des eaux croît et où les standards de potabilité se durcissent, il faut disposer de réactifs chimiques qui permettent d'atteindre une qualité d'eau maximale. De tels réactifs doivent détruire les microorganismes, oxyder et dégrader partiellement les impuretés organiques et permettre d'extraire les colloïdes en suspension et les métaux lourds [52]. Un réactif chimique potentiel, remplissant ces critères, pourrait être le ferrate (VI) dont l'utilisation comme réactif multifonctionnel offrirait d'importants avantages en termes de simplicité et de moindre coût (usage d'un seul composé chimique, d'un seul système de dosage et de mélange, bas coût d'équivalent chimique et production minimale de boues). En outre, l'utilisation des ferrates dans le traitement des eaux pourrait éviter la formation de réaction produisant des éléments toxiques [26].

La réaction du ferrate (VI) en solution aqueuse montre que:

- La formation d'hydroxyde ferrique engendre un épisode de piégeage et de coagulation-floculation
- La réaction engendre un dégagement d'oxygène qui confère des propriétés oxydantes

- La décomposition de l'ion ferrate produit un milieu basique favorable à la précipitation des métaux lourds.

Le ferrate (VI) présente des propriétés de désinfectant, désodorisant, décolorant, désulfurant, déphosphorant [53].

II.6.1.1. Coagulation-floculation :

La coagulation consiste à introduire dans l'effluent à traiter un produit capable de décharger les colloïdes généralement électronégatifs et de déstabiliser l'équilibre électrocinétique des particules en suspension. Pour cela, il faut neutraliser ou même inverser les charges des matières en suspension.

La floculation est l'agglomération de colloïdes déchargés. Elle résulte de collisions successives favorisées par une agitation mécanique. Un floculant est donc surtout un réactif de pontage inter-particulaire qui accroît la vitesse de formation, la cohésion et la densité des floes.

Compte tenu de la charge négative des particules colloïdales contenues dans les eaux, les principaux coagulants sont des cations ajoutés généralement sous forme de produits minéraux comme le sulfate et le chlorure d'aluminium, le sulfate et le chlorure ferrique, le sulfate ferreux ou la chaux combinée au sulfate d'aluminium [54].

Certaines études ont montré que la turbidité résiduelle dans l'eau traitée aux ferrates était plus faible que celle de l'eau traitée par du sulfate ferreux et de nitrate ferrique [26].

L'avantage des ferrates est de déstabiliser les particules colloïdales en une minute, alors que les sels ferreux et ferriques ne l'achèvent qu'au bout de 30 minutes d'agitation. Cela ouvrirait la possibilité d'utiliser les ferrates comme coagulant de grande efficacité [55].

II.6.1.2. Oxydation des polluants organique et inorganique :

La nécessité d'éliminer les polluants organiques repose sur des critères de priorité selon leur toxicité, mutagénicité ou possible effet cancérigène. Ainsi pour développer le traitement d'eaux industrielles résiduaires, portant ces types de polluants, par le ferrate (VI), divers auteurs ont considéré leur oxydabilité et donc leur élimination potentielle.

De nombreuses études ont montré que diverses variétés d'impuretés organiques peuvent effectivement être oxydées par des ferrates (VI).

Les composés organiques étudiées étaient : l'alcool, les composés carboxyliques, les amino-acides, le phénol, les composés inorganiques de l'azote, les mercaptans, la nitrosamine, la thio-urée, les thiosulfates, les oxoanions du chlore et les composés d'hydrazine. Le pourcentage d'oxydation de ces composés dépend de la dose de ferrate (VI). Ainsi, un excès de ferrate accroît l'efficacité de l'abattement des concentrations organiques. Dans l'étude de Waite et Gilbert [56], les pourcentages maximaux d'oxydation par des ferrates ont été atteints lorsque les rapports molaires de ferrates sur les impuretés organiques étaient de 3 à 5

L'oxydation de plusieurs polluants inorganiques tels que le cyanure, l'ammoniac et le sulfure d'hydrogène a aussi été étudiée [26]. Le ferrate est un oxydant fiable pour la dégradation de cyanure à pH de 8 à 12 et aux températures de 15 à 30°C. Plus de 22% d'ammoniac peut être éliminé, lorsque le rapport molaire de ferrate dans l'ammoniac est supérieur à 1 et 99,9% du sulfure d'hydrogène a été éliminé par le ferrate dans les eaux.

II.6.1.3. Désinfection :

La désinfection est le processus servant à tuer les organismes néfastes (bactéries et virus) et à contrôler/ôter les précurseurs d'odeur.

Après la découverte des effets négatifs sur la santé de produits résultants de la chloration, plusieurs efforts ont cherché à minimiser leur concentration lors de la désinfection de l'eau potable par le chlore. En considérant cette technologie coûteuse, d'autres désinfectants (comme le brome, l'iode, le dioxyde du chlore et l'ozone) ont été proposés comme alternative au chlore. Cependant, ces alternatives ont également été considérées comme toxiques pour la population. Pour ces raisons, le ferrate du potassium a été étudié comme une meilleure alternative de désinfection des eaux. Murmann et Robinson (1974) [57] furent les premiers à observer les propriétés désinfectantes du ferrate lors d'étude d'efficacité du ferrate comme désinfectant à l'anéantissement de deux cultures pures de bactéries de laboratoire. Les critères comme la dose de ferrate, le temps de contact et le pH de l'eau influencent la désinfection par les ferrates. Ainsi, les bactéries ont été complètement détruites à une dose de 0-50 ppm de FeO_4^{2-} , 99,9% des *Escherichias coli* ont été tués, lorsque la dose de fer était de 6 mg.l^{-1} , le pH de l'eau à 8,2 et le temps de contact de sept minutes [57,58].

II.6.1.4. Elimination de l'arsenic dans l'eau potable :

La contamination des ressources en eau potable est un fléau dans plusieurs régions du monde, où la population court le danger de développer des cancers dus à l'empoisonnement chronique. L'arsenic (III) est plus toxique et mobile que l'arsenic(V). Donc, il est fortement souhaitable d'oxyder l'espèce As^{III} afin d'immobiliser l'arsenic. En s'appuyant sur ses propriétés oxydantes et coagulantes, le Fe(VI) peut être utilisé comme nouveau agent d'élimination de l'arsenic. Pour diminuer la teneur en arsenic de l'eau potable on utilise le ferrate de potassium [57].

II.6.2. Autres applications des ferrates :**II.6.2.1. Oxydant dans la destruction des algues :**

L'eutrophisation des eaux de surface résulte d'un apport excessif en nutriments, particulièrement le phosphate qui stimule la croissance des algues, posant un grave problème écologique. Un prétraitement au ferrate de potassium accélère l'élimination des algues par un processus de sédimentation /coagulation. L'efficacité de l'élimination des algues a remarquablement augmenté lors d'un contact prolongé. L'hydroxyde ferrique dérivant de la décomposition du ferrate a amélioré la coagulation en augmentant la concentration des particules dans l'eau [59].

II.6.2.2. Oxydant dans l'élimination du sulfure d'hydrogène :

Le ferrate pourrait aussi être utilisé pour éliminer efficacement le sulfure d'hydrogène dans les solutions aqueuses. Le sulfure d'hydrogène se forme dans de nombreux secteurs de l'activité humaine comme les eaux urbaines et industrielles, l'industrie chimique, l'industrie papetière, les tanneries, les industries, les industries textiles. La production de sulfure d'hydrogène dans les systèmes de collecte des eaux usées pose de sérieux problèmes de maintenance dans les égouts non seulement à cause de la toxicité et l'odeur du gaz, mais aussi à cause de la corrosion produite par les produits d'oxydation du sulfure d'hydrogène sur le béton des égouts [60,61]. Le ferrate peut oxyder le sulfure d'hydrogène en moins d'une seconde, à la différence d'autres oxydants, tels que l'hypochlorite, le permanganate de potassium et le chlore dont la réaction avec le sulfure d'hydrogène ne se produit qu'au bout de cinq minutes [62].

II.6.2.3. Oxydant dans les traitements des boues :

Le traitement au ferrate permet de réduire le dégagement d'odeurs désagréables des boues. Celui-ci peut, en effet, oxyder les composés soufrés et ammoniacaux. La qualité des boues traitées par du ferrate est aussi améliorée par l'inactivation des microbes pathogènes, la réduction de leur volume et leur plus facile déshydratation. Avec sa puissance d'oxydation, le ferrate peut réduire les composés organiques dangereux dernièrement identifiés comme disrupteurs d'endocrine [63].

II.6.2.4. Oxydant dans la dégradation des tensioactifs :

Les agents tensioactifs, appelés aussi surfactants sont des composés organiques dotés d'un groupe hydrophobe et d'un groupe hydrophile. Les tensioactifs sont contenus dans les produits pharmaceutiques, la nourriture, les textiles, les cosmétiques et les détergents.

Les tensioactifs ne sont pas directement toxiques, mais ils altèrent l'arrangement des particules en suspension et la dissolution de l'oxygène atmosphérique dans les eaux naturelles. Le ferrate peut être utilisé pour oxyder les tensioactifs cationiques en produits non toxiques [64].

CHAPITRE III

Synthèse des sels de ferrates et optimisation

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

III.1. Matériels et méthodes

III.1.1. Réactifs

L'électrolyte utilisé est de l'hydroxyde de sodium NaOH. Des solutions concentrées à 14M et 16M. Et de l'hydroxyde de potassium KOH à 16M [65].

III.1.2. Les électrodes

D'après la littérature [65], le choix des électrodes est en fonction de la teneur en carbone et la teneur en fer. La teneur en fer varie de 90% à 100% à l'anode, il est souhaitable qu'elle avoisine les 99%.

La composition chimique des électrodes en acier est obtenue en utilisant un spectrophotomètre optique au laboratoire de la base logistique de BENI MARED à BLIDA .

Les deux électrodes, anode (A1) et cathode (C1) utilisées ont une teneur en carbone de 0,061%, et une teneur en fer de 99,3%.

Les deuxièmes électrodes, l'anode (A2) a une teneur en carbone de 0,112 % et une teneur en fer de 99,2% .et la cathode (C2) a une teneur en carbone de 0,061% et une teneur en fer de 99,3%.

Tableau III.1 : La composition chimique des électrodes en acier (A1, C1, C2)

C%	Si%	Mn%	P%	S%	Cr%	Ni%	Mo%
0,061	0,019	0,300	0,011	0,012	0,0044	0,050	0,0032
Al%	Cu%	Co%	Ti%	Nb%	V%	W%	Pb%
0,061	0,023	0,022	<0,0005	<0,0040	<0,0010	0,0081	<0,0020
Mg%	B%	Sb%	Sn%	Zn%	As%	Bi%	Ta%
<0,0005	0,0026	0,030	0,010	0,0038	0,025	<0,0015	<0,010
Ca%	Ce%	Zr%	La%	Se%	N%	Fe%	
0,0020	<0,0020	<0,0015	0,0005	<0,0020	0,029	99,3	

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

Tableau III.2 : La composition chimique en acier de l'anode (A2)

C%	Si%	Mn%	P%	S%	Cr%	Ni%	Mo%
0,112	0,027	0,330	0,0072	0,0072	0,0023	0,013	0,0023
Al%	Cu%	Co%	Ti%	Nb%	V%	W%	Pb%
0,176	0,012	0,010	0,0005	0,0040	0,0010	0,0097	0,0020
Mg%	B%	Sb%	Sn%	Zn%	As%	Bi%	Ta%
0,0047	0,0011	0,013	0,0057	0,0010	0,021	0,0015	0,010
Ca%	Ce%	Zr%	La%	Se%	N%	Fe%	
0,0020	0,0020	0,0015	0,0006	0,0049	0,015	99,2	

III.1.3 Nettoyage des électrodes en acier

Le nettoyage mécanique et chimique des électrodes est nécessaire avant chaque expérience

Les différentes étapes du nettoyage sont comme suit :

-Polissage à l'aide d'un papier abrasif (pour l'élimination de la couche de passivation après chaque essai).

-Rinçage avec de l'eau.

-Décapage dans une solution d'acide chlorique (Hcl à 10%) pendant (30 S).

- Rinçage avec de l'eau distillée.

-Séchage dans l'étuve ou a l'aide d'un papier

Les électrodes sont pesées avant et après chaque opération d'électrocoagulation pour déterminer la dose de fer libérée.

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

III.1.4. Mode opératoire

L'unité d'électrolyse, comporte un réacteur d'électrolyse en verre placé dans un bain marie, sous agitation magnétique pendant toute la durée d'électrolyse (120 min). Deux électrodes en acier sont plongées dans un bécher de 250 ml de volume et de 6 cm. Pour chaque électrode, la surface immergée est de $32,18 \text{ cm}^2$ ($L= 3,8\text{cm}$, $l=3,65\text{cm}$ et $e= 0,4\text{cm}$) et la distance les séparant est de 1cm.

Les électrodes sont branchées à une alimentation en courant continu. On fixe l'intensité du courant et on suit l'évolution de la différence de potentiel en utilisant un générateur avec un multimètre [3].

L'opération d'électrolyse se fait dans différentes températures (30°C , 40°C et 50°C), dans un bain-marie thermostatique à agitation



Figure III.1 : Photo représentant dispositif expérimental pour la synthèse des ferrates

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

III.1.5. Technique d'analyse

L'absorbance UV à une longueur d'onde 505 nm caractéristique des ions ferrates est mesurée en utilisant un spectrophotomètre, avec une cellule en quartz de 1 cm.

Vu la non disponibilité des ferrates purs, pour le tracé d'une courbe d'étalonnage, de l'absorbance mesurée en fonction de la concentration des solutions de ferrate obtenues, une première approximation de cette dernière a été effectuée en utilisant la loi de Beer-Lambert, tout en respectant les faibles concentrations. Un facteur de dilution de 10 à 20 est préconisé.

Toutes les 5, 15, 30, 60, 90 et 120 minutes, un échantillon de 5 ml de la solution de ferrates est prélevé de la solution colorée par pipetage dans des tubes en absence de lumière. Une mesure de l'absorbance de cet échantillon est effectuée. Une dilution dans NaOH des échantillons est effectuée pour les fortes absorbances

$$A = \epsilon LC$$

(III.1)

Où :

A : l'absorbance de la solution de ferrates.

ϵ : le coefficient d'extinction molaire (l/mol.cm).

L : la distance entre les électrodes (cm).

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

Pour les ferrates, le coefficient d'extinction est de $1100 \text{ cm}^{-1} \text{ M}^{-1}$ à une longueur d'onde de 505nm.

Le rendement de l'électrolyse (rendement faradique) est représenté comme étant le rapport de la masse expérimentale sur la masse théorique, calculé selon la loi de Faraday :

$$R\% = m_{\text{exp}} / m_{\text{th}}$$

$$m_{\text{exp}} = A f M V / \epsilon L$$

$$m_{\text{th}} = I t M / n F$$

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

Donc :

$$\boxed{R\% = \frac{(A.f.n.F)}{(I.t.\epsilon.L)}} \quad (III.2)$$

D'où :

A : L'absorbance à une longueur d'onde de 505 nm.

f : Le facteur de dilution.

n : Le nombre d'électron (n=6).

F : La constante de Faraday (F=96500 C mol⁻¹).

I : L'intensité de courant (A)

ε : Le coefficient d'extinction molaire (cm⁻¹ M⁻¹).

L : La distance entre électrodes (cm).

M : La masse molaire des ferrates (g/mol) ;(120 g/mol).

V : Le volume des ferrates (l) ; (150 ml).

De plus :

L'énergie de consommation électrique est calculée selon cette loi (kwh/kg) [47].

$$\boxed{EC = \frac{U.I.t}{m_{exp}}} \quad (III.3)$$

U : Potentiel (V).

I : L'intensité de courant (A).

t : Temps (h).

m_{exp} : masse expérimentale produite (kg).

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

III.2. Résultats et discussions

III.2.1. Observation pour la synthèse

Lors des différentes expériences quelques observations ont été notées. On remarque la formation d'une mousse, tout au début de l'expérience, qui disparaît avec le temps. On note aussi l'apparition d'une coloration violette au le début de l'opération d'électrolyse, qui devient de plus en plus foncée au cours de la durée de l'opération, comme l'indique la figure III.2.

D'autre part on observe un dégagement d'hydrogène sur niveau de la cathode pour que la production des ferrates se déroule dans de bonnes conditions, plusieurs paramètres sont assurés. Parmi les facteurs les plus influents, nous citerons la durée d'électrolyse, l'intensité de courant et la température de la solution de l'électrolyte.

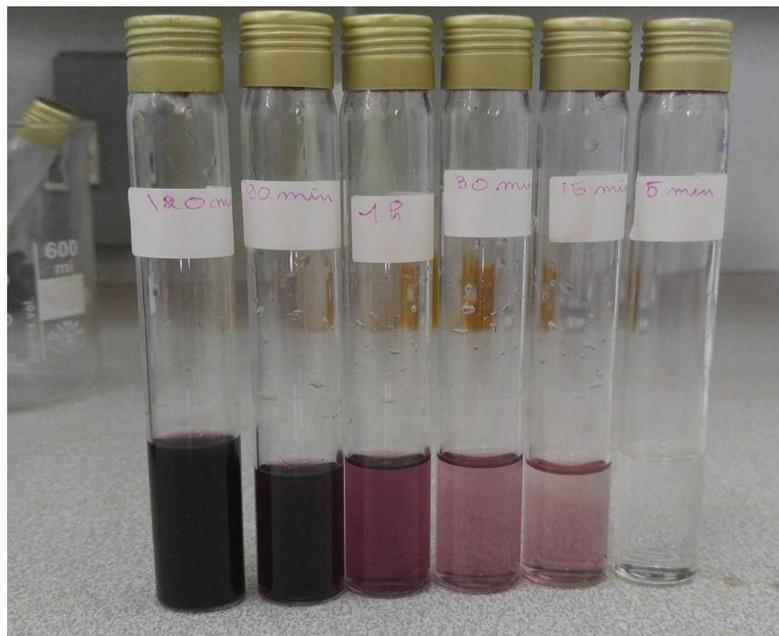


Figure III.2 : Photo représentant variation de la coloration de la solution des ferrates au cours de l'électrolyse

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

III.2.2. Etude de l'influence de la densité de courant, la durée d'électrolyse et la concentration de l'électrolyte

Pour ce faire, l'étude de l'influence de l'intensité de courant pour trois températures différentes sur la production de ferrate en solution a été effectuée. Le temps d'électrolyse retenu arbitrairement est de 120 minutes.

Le calcul du rendement qui est représenté comme étant le rapport de la masse expérimentale produite en ferrates sur la masse théorique de ces derniers au bout de 5 minutes de synthèse, à permis d'établir le choix de la température qui correspond au rendement maximal. A cet effet, pour les températures : 30°C, 40°C et 50°C, l'influence des densités de courant sur le rendement d'électrolyse a été étudiée. Deux intensités de courant ont été utilisées à savoir 0,06A et 0,125A, correspondant respectivement à des densités de courant de 1,86mA/cm² et 3,88mA/cm². Il a été ainsi permis de déterminer la densité de courant optimale pour laquelle le rendement en production de ferrates est optimisé.

❖ T=30°C

• Pour NaOH 14M :

Les rendements calculés de l'électrolyse, dans les conditions opératoires pour la production des ferrates sont présentés dans les tableaux III.3, tableau III.4 et annexe C

Anode 1

Tableau III.3: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A1 à T=30°C

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0008	0,0750	3,73	1,98	1,86	53,08
0,125	0,0001	0,0630	7,77	2,05	3,88	26,41

Anode 2

Tableau III.4: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A2 à T=30°C

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0650	0,0820	3,73	2,412	1,86	64,66
0,125	0,0551	0,0777	7,77	4,43	3,88	55,60

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

Avec :

m_{th} : masse théorique des ferrates.

m_{exp} : masse expérimentale des ferrates.

Δm_c : différence de masse de la cathode avant et après électrolyse

Δm_a : différence de masse de l'anode avant et après électrolyse

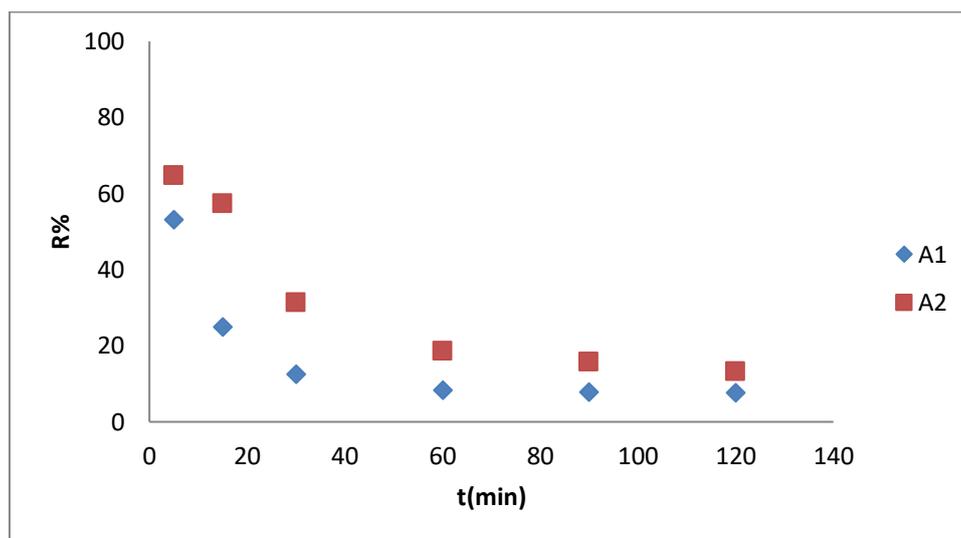


Figure III.3 : Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (14M) à 30°C

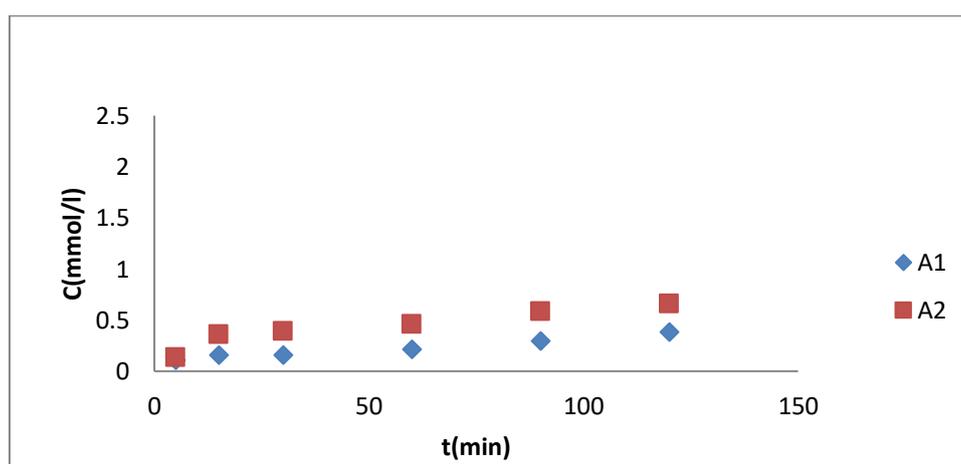


Figure III.4 : Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (14M) à 30°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

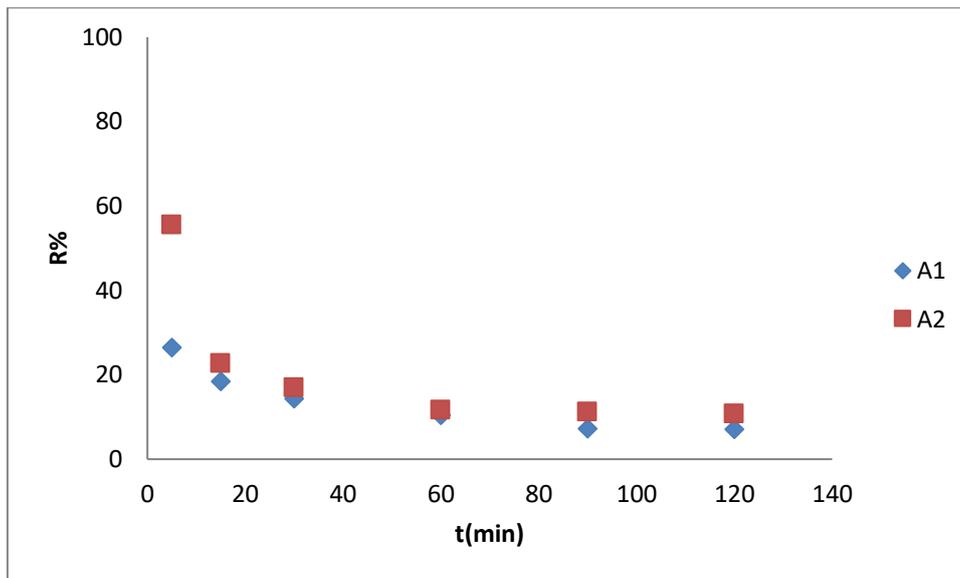


Figure III.5: Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (14M) à 30°C

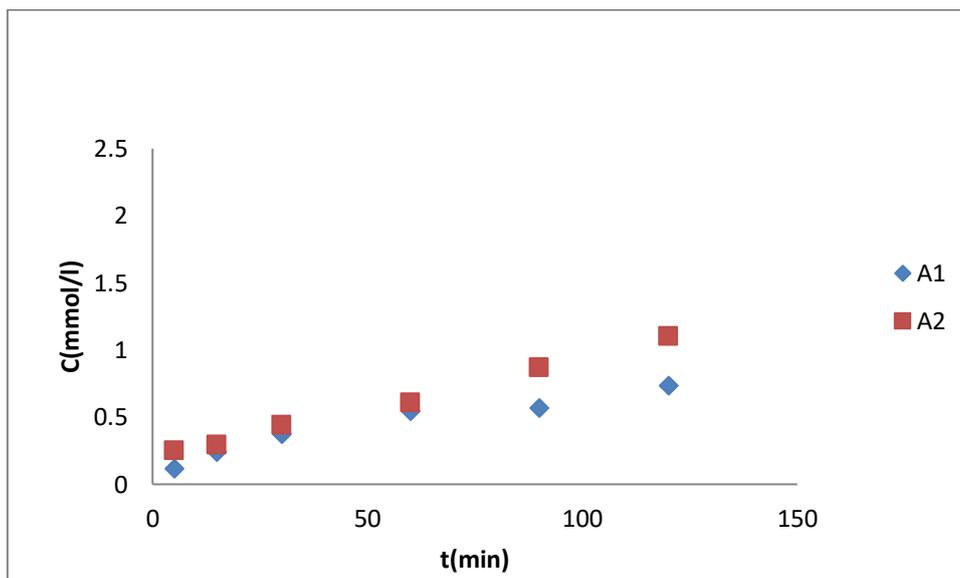


Figure III.6 : Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (14M) à 30°C

Les résultats obtenus en utilisant les deux électrodes en acier, une solution de NaOH à 14M pour une durée d'électrolyse de 5 minutes, montre que le meilleur rendement de production

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

des ferrates est de 64,66% obtenu par les l'électrode A2 a une densité de courant de 1,86 mA/cm², correspondant à une concentration d'environ 0,134 mmol/l en ferrates.

- **Pour NaOH 16M**

Les rendements calculés de l'électrolyse dans les conditions opératoires déjà prédéfinies pour la production des ferrates, sont présentés dans les tableaux III.5, III.6 et annexe C.

Anode 1

Tableau III.5 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A1 à T=30°C.

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0006	0,0840	3,73	1,62	1,86	66,71
0,125	0,0003	0,0710	7,77	5,184	3,88	43,42

Anode 2

Tableau III.6 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A2 à T=30°C.

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0900	0,0663	3,73	2,07	1,86	68,57
0,125	0,0740	0,0720	7,77	5,328	3,88	55,50

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

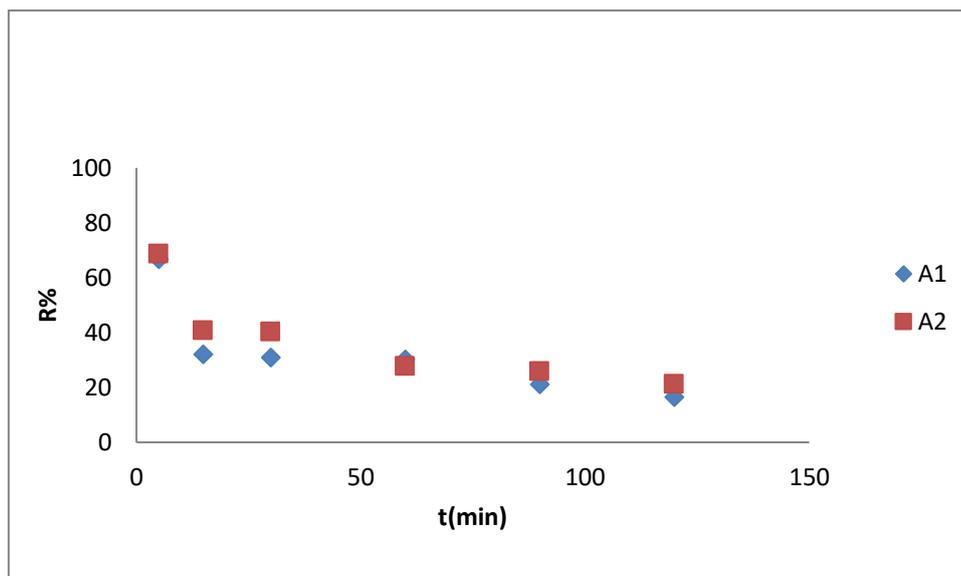


Figure III.7 : Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (16M) à 30°C

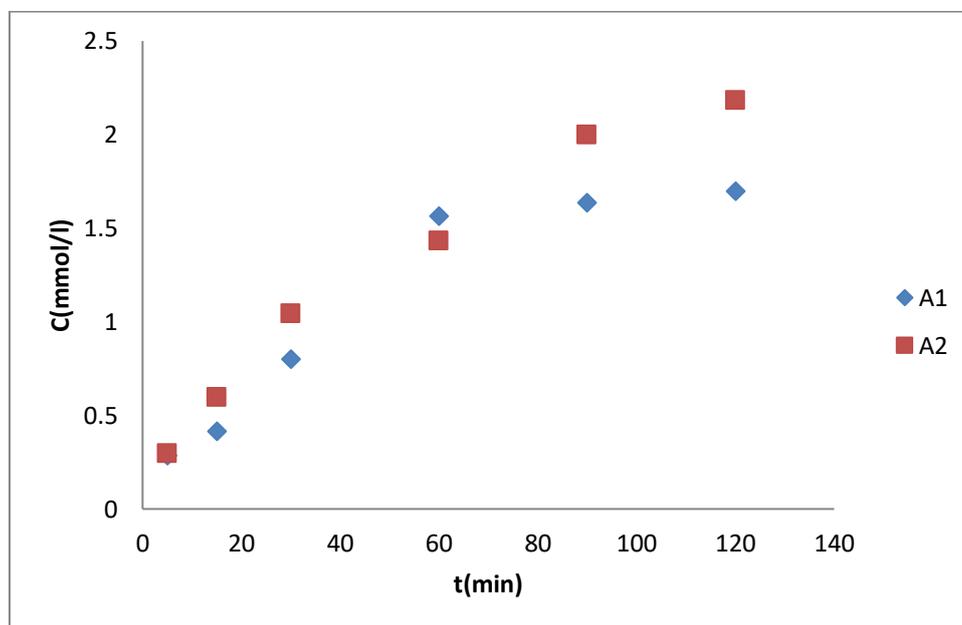


Figure III.8 : Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (16M) à 30°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

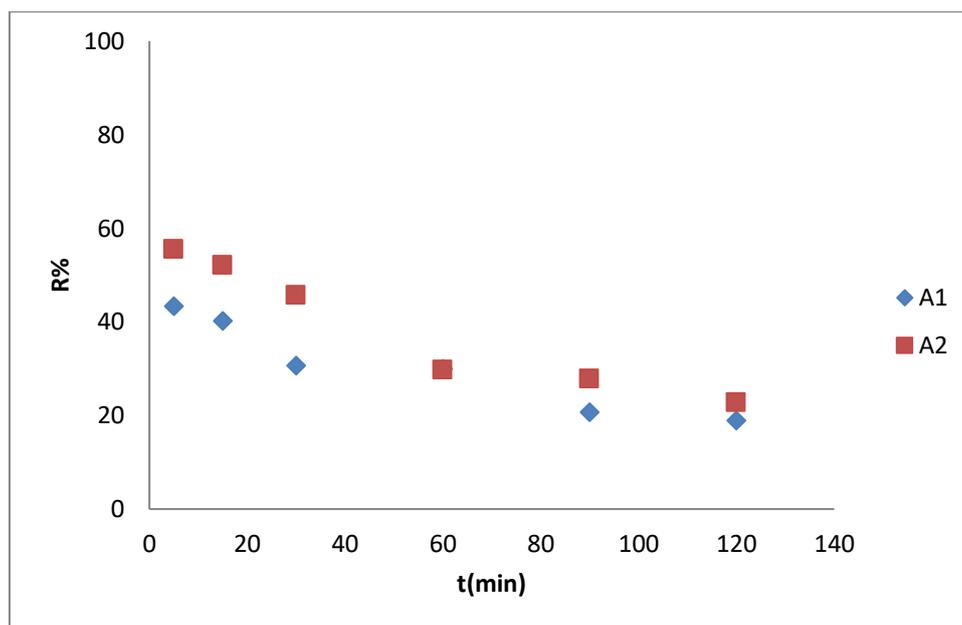


Figure III.9 : Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (16M) à 30°C

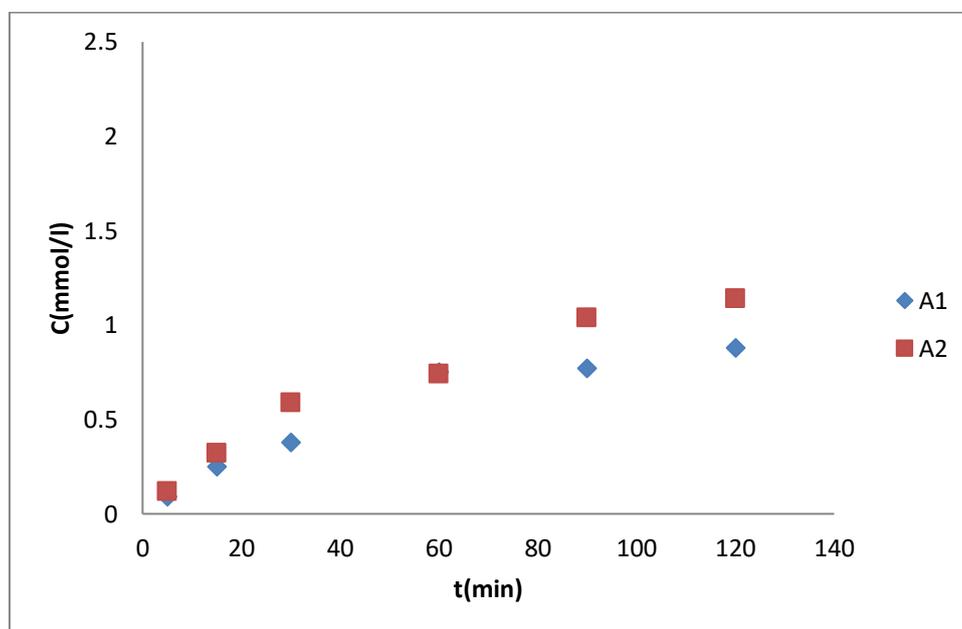


Figure III.10 : Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (16M) à 30°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

Pour un temps d'électrolyse variant de 5 minutes à 120 minutes et pour les densités retenues de 1,86 mA/cm² et 3,88 mA/cm², il apparaît que la concentration des ferrates produite augmente en fonction de la durée d'électrolyse dans les conditions opératoires citées ultérieurement (figure III.7 et III.9).

Les résultats obtenus en utilisant le même montage, une solution de NaOH de 16M, pour une durée de l'électrolyse de 5 minutes, montrent que le meilleur rendement de production des ferrates est de 68,57% est obtenu par l'électrode A2 à une densité de courant de 1.86 mA/cm², correspondant à une concentration d'environ 0,288 mmol/l.

❖ T=40°C

• Pour NaOH 14M

En élevant la température de la solution de l'électrolyte à une température de 40°C, on obtient un meilleur rendement de production des ferrates 82,04% de par l'électrode A2 à une densité de courant de 1,86 mA/cm², correspondant à une concentration d'environ 0,17 mmol/l.

Anode 1

Tableau III.7: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A1 à T=40°C

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0008	0,0496	3,73	2,88	1,86	77,21
0,125	0,0003	0,0437	7,77	5,94	3,88	76,45

Anode2

Tableau III.8: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A2 à T=40°C.

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0004	0,0713	3,73	3,06	1,86	82,04
0,125	0,0002	0,0902	7,77	6,30	3,88	81,08

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

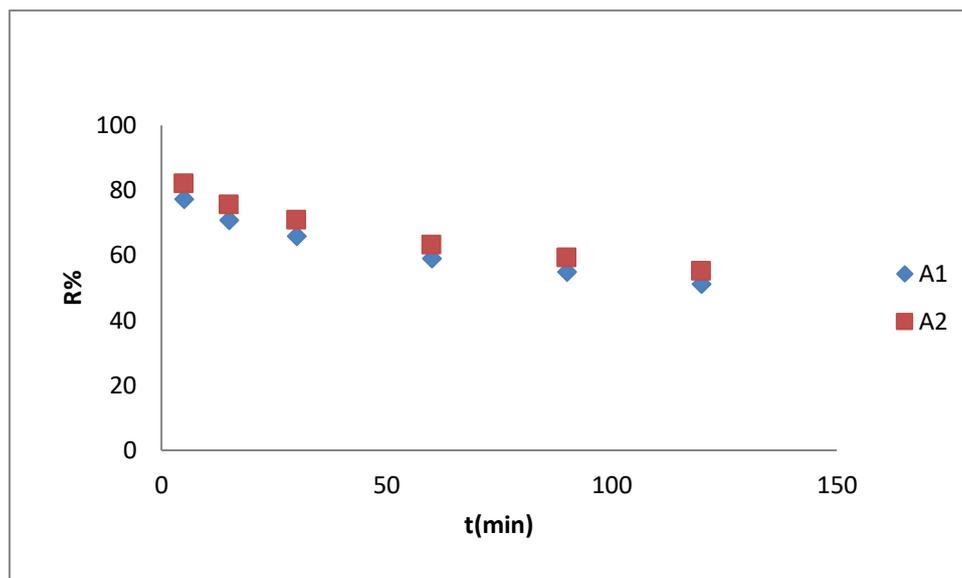


Figure III.11 : Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (14M) à 40°C

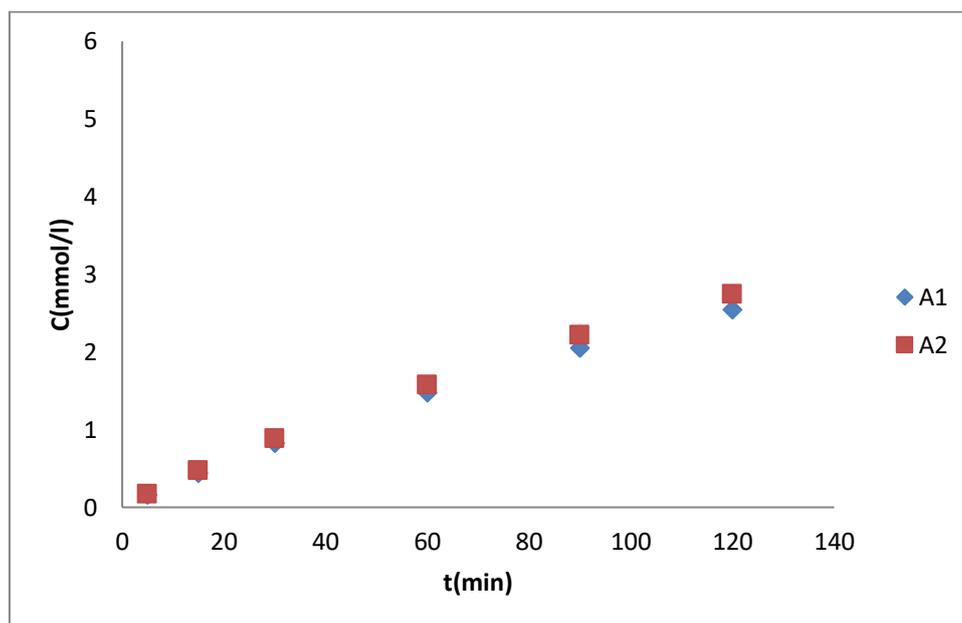


Figure III.12 : Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (14M) à 40°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

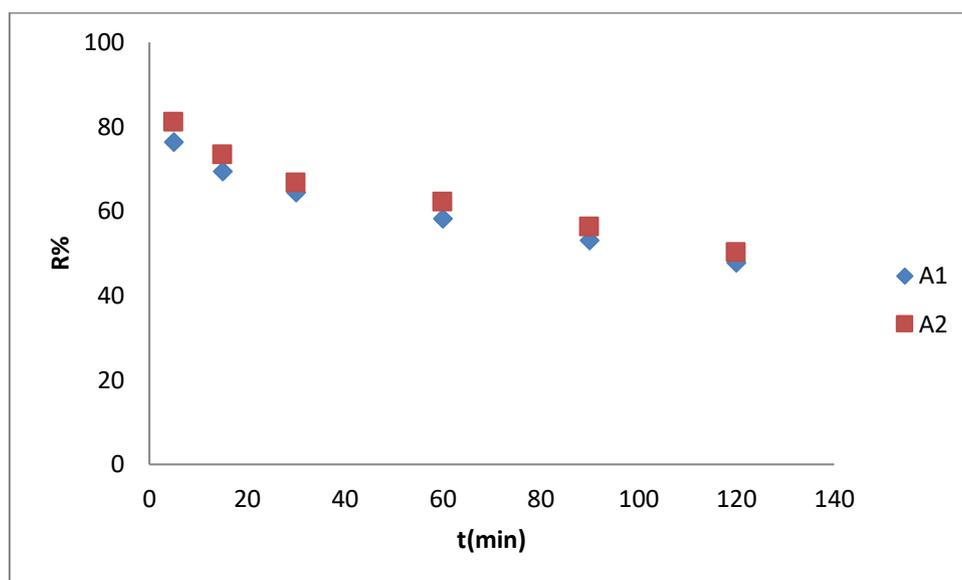


Figure III.13: Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (14M) à 40°C

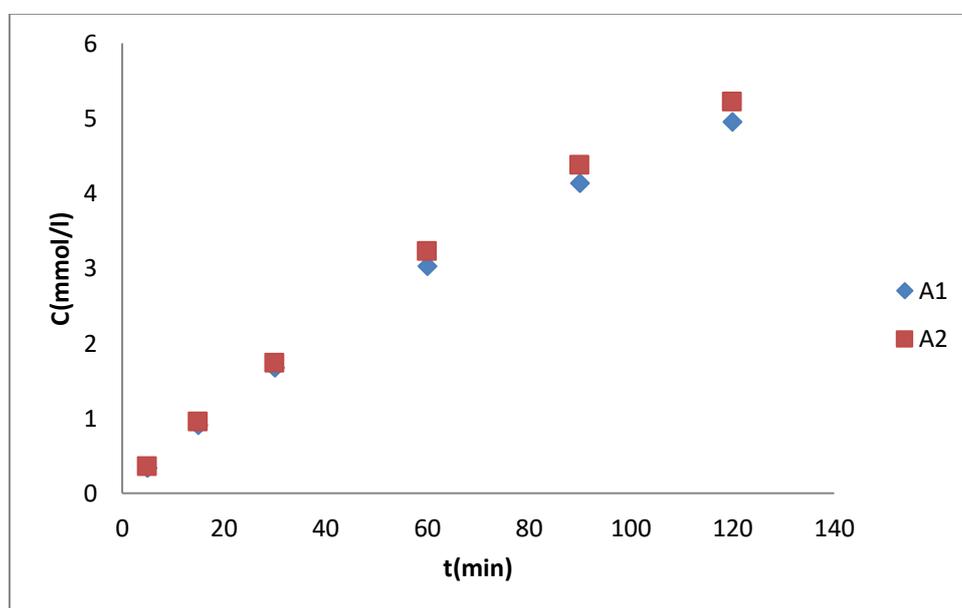


Figure III.14: Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (14M) à 40°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

Nous constatons pour les deux électrodes une diminution du rendement en fonction du temps ceci veut dire que la production des ferrates diminue au file du temps dans le cas des deux intensités du courant électrique.

- Pour NaOH 16M

De la même manière à Température de 40°C, le meilleur rendement de production des ferrates est de 96,51% par les électrodes a une densité de courant de 1,86 mA/cm², correspondant à une concentration d'environ 0,2 mmol/l, les résultats sont présentés dans les tableaux III.4 et III.5 et figures III.1, III.2

Anode 1

Tableau III.9: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A1 à T=40°C

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0008	0,0982	3,73	3,42	1,86	91,68
0,125	0,0003	0,0865	7,77	6,66	3,88	85,71

Anode 2

Tableau III.10: Rendements de l'électrolyse de différentes densités de courant par A2 à T=40°C

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0007	0,1096	3,73	3,60	1,86	96,51
0,125	0,0006	0,0966	7,77	6,84	3,88	88,03

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

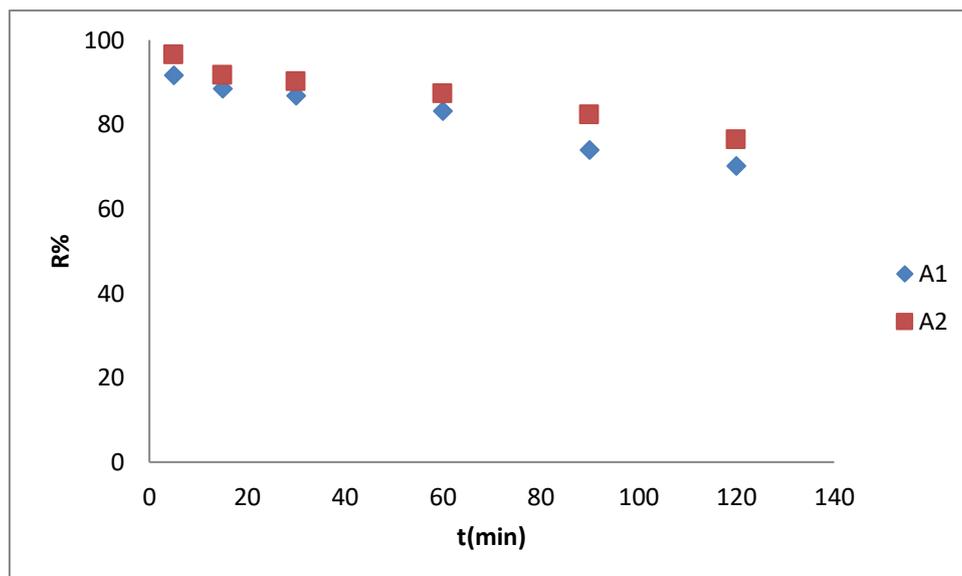


Figure III.15: Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (16M) à 40°C

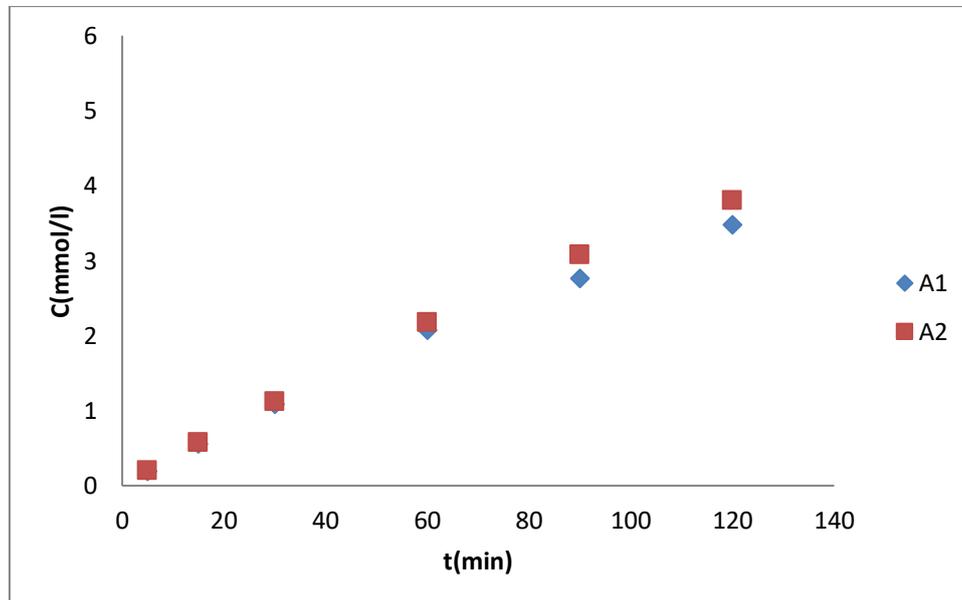


Figure III.16 : Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (16M) à 40°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

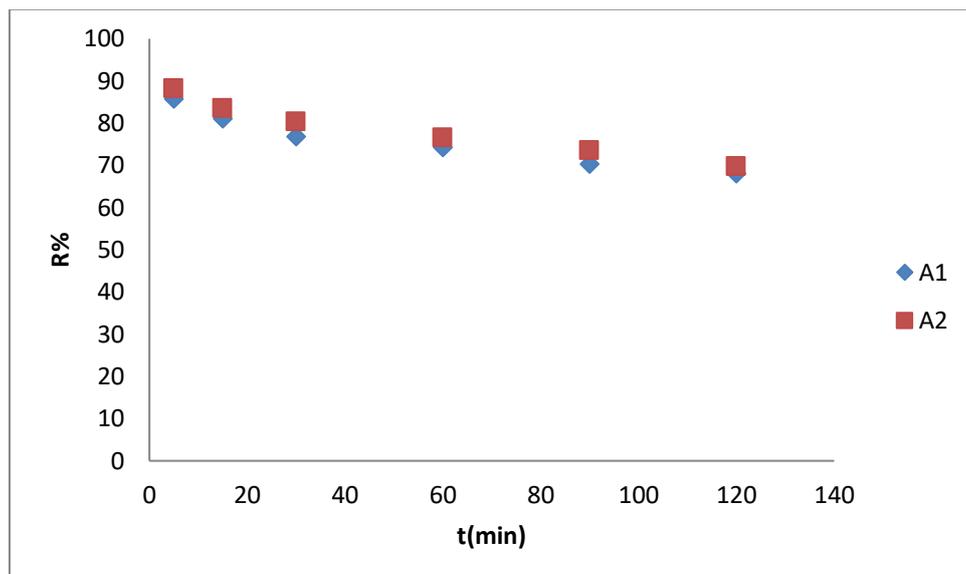


Figure III.17 : Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (16M) à 40°C

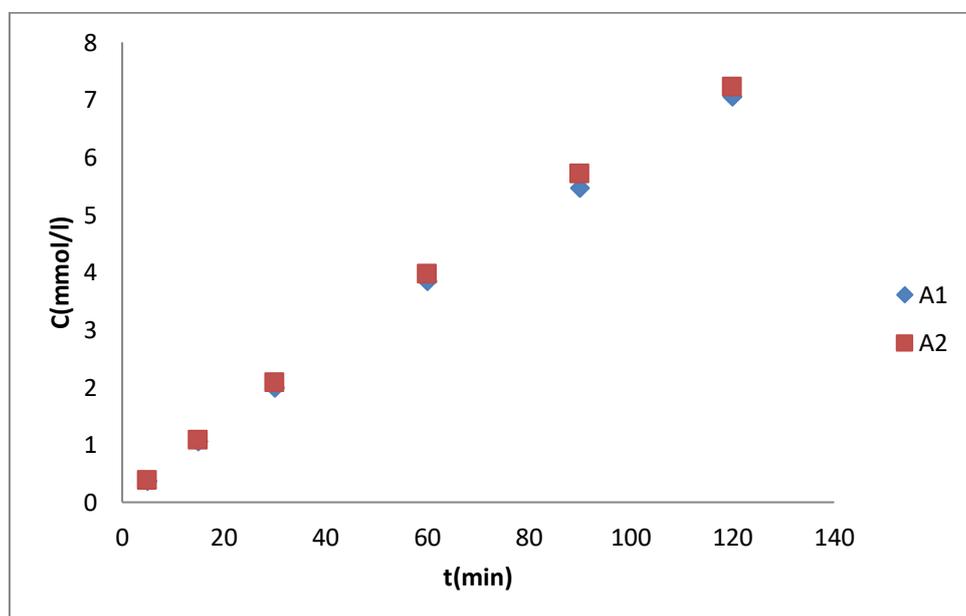


Figure III.18 : Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (16M) à 40°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

On constate une décroissance légère du rendement en fonction du temps pour les deux électrodes A1 et A1, pour atteindre au bout de 60 minutes. Un état quasi-stationnaire.

Par contre la concentration des ferrates produits, augmente très rapidement en fonction du temps.

En basant sur les méthodes de calculs du rendement de production des ferrates (annexe B), la variation du rendement en fonction de la durée d'électrolyse, pour les différentes intensités du courant électrique, révèle une diminution rapide pour atteindre au bout de 60 minutes, un état quasi-stationnaire.

❖ T=50°C

• Pour NaOH 14M

A une température de 50°C, le meilleur rendement en ferrates est de 67.64% par l'électrode A2 à une densité de courant de 1.86mA/cm². Les résultats sont présentés dans les tableaux III.11, III.12 et annexe C.

Anode 1

Tableau III.11 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A1 à T=50°C.

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0004	0,0800	3,73	2,034	1,86	54,53
0,125	0,0001	0,0700	7,77	3,420	3,88	44,02

Anode 2

Tableau III.12 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A2 à T=50°C.

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0003	0,0695	3,73	2,430	1,86	67,64
0,125	0,0001	0,0758	7,77	5,256	3,88	65,15

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

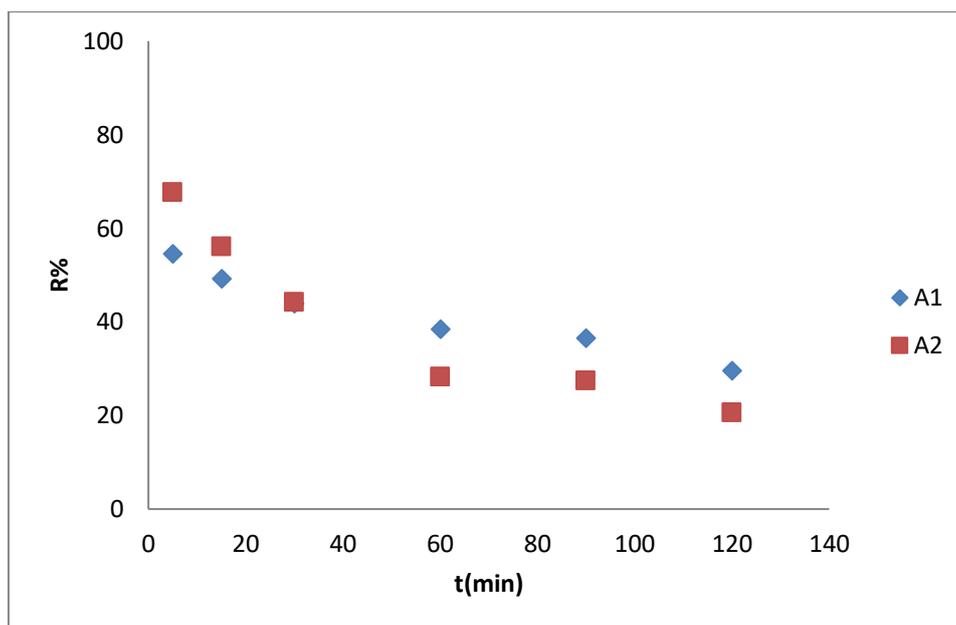


Figure II.19 : Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (14M) à 50°C

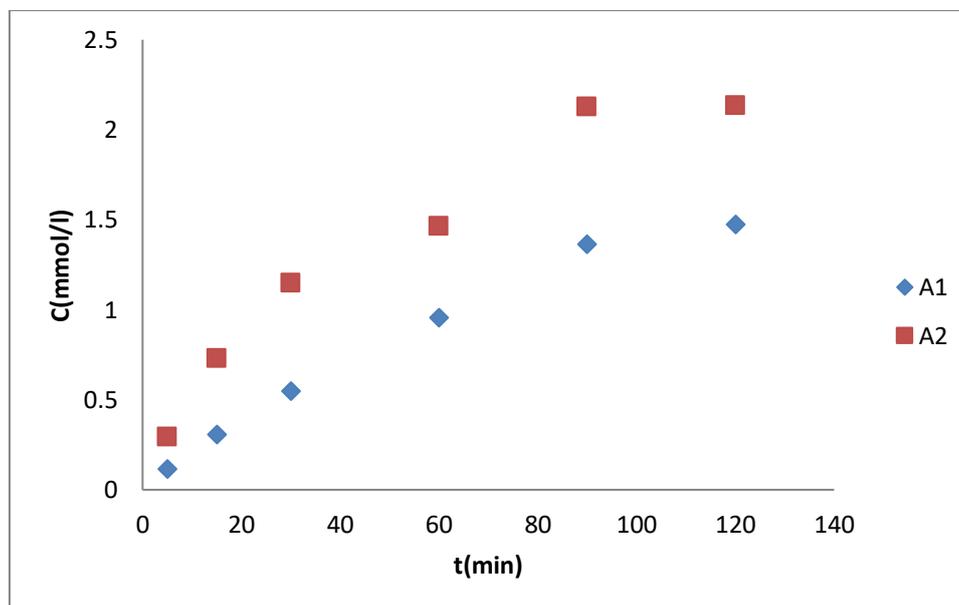


Figure III.20: Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (14M) à 50°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

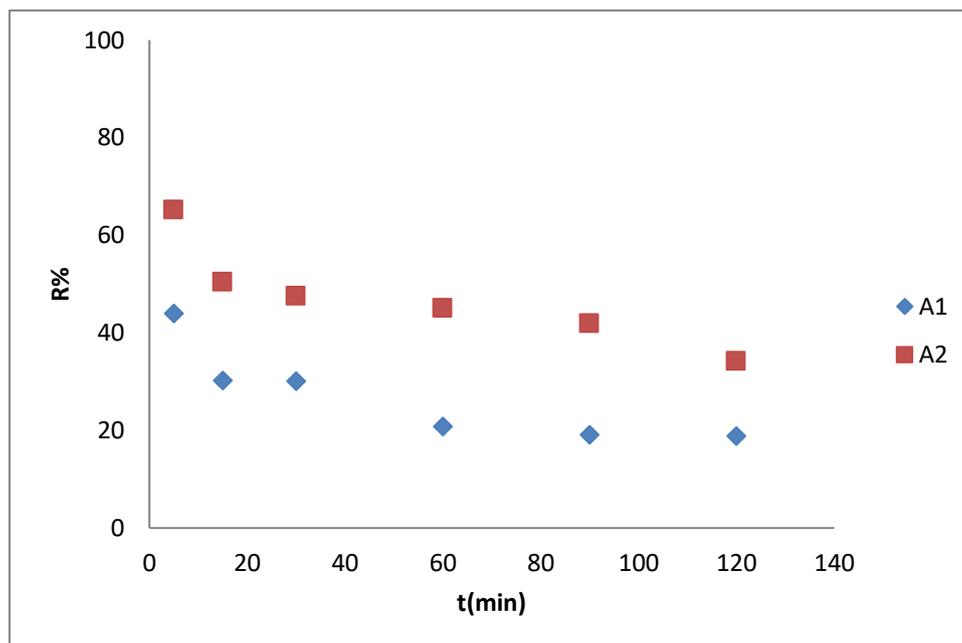


Figure III.21: Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (14M) à 50°C

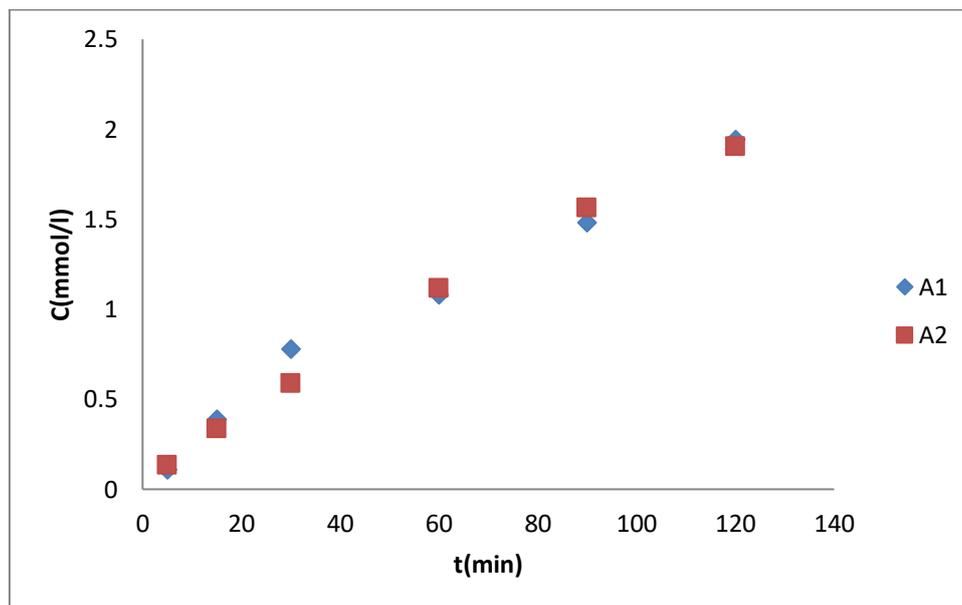


Figure III.22 : Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (14M) à 50°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

On remarque que pour une intensité de 0,125A que les concentrations en ferrates pour les deux électrodes sont relativement très proches.

Il a été constaté que pour les deux intensités du courant le rendement de production est de l'ordre de 65% pendant les 5 premières minutes, pour l'électrode A2. Cependant il chute d'environ 15% au bout des 2 heures d'électrolyse (34,18% pour $I=0,125A$ et 20,61% pour $I=0,06A$)

- **Pour NaOH 16M**
- A Température de 50°C, le meilleur rendement de production des ferrates est de 88,31% par les électrodes A2 à 1,86 mA/cm² pour une concentration de 0,38 mmol/l, les résultats sont présentés dans le tableau III.14.

Anode 1

Tableau III.13 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A1 à T=50°C

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0002	0,0840	3,73	3,204	1,86	85,90
0,125	0,0001	0,0710	7,77	5,616	3,88	72,28

Anode 2

Tableau III.14 : Rendements de l'électrolyse pour les différentes densités de courant pour A2 à T=50°C

I (A)	Δm_c (g)	Δm_a (g)	m_{th} (mg)	m_{exp} (mg)	i (mA/cm ²)	R (%)
0,06	0,0003	0,5008	3,73	3,294	1,86	88,31
0,125	0,0002	0,5006	7,77	5,828	3,88	75,01

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

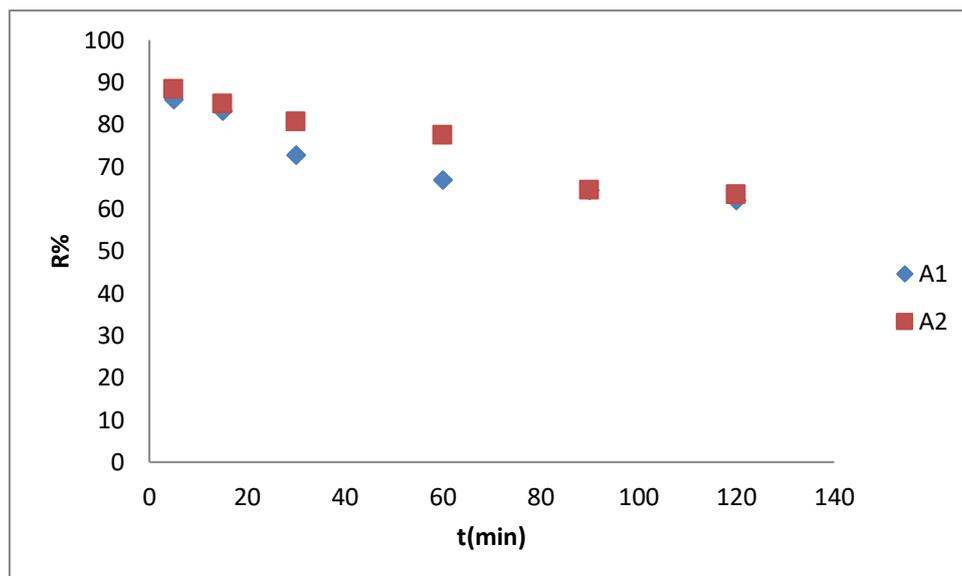


Figure III.23 : Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (16M) à 50°C

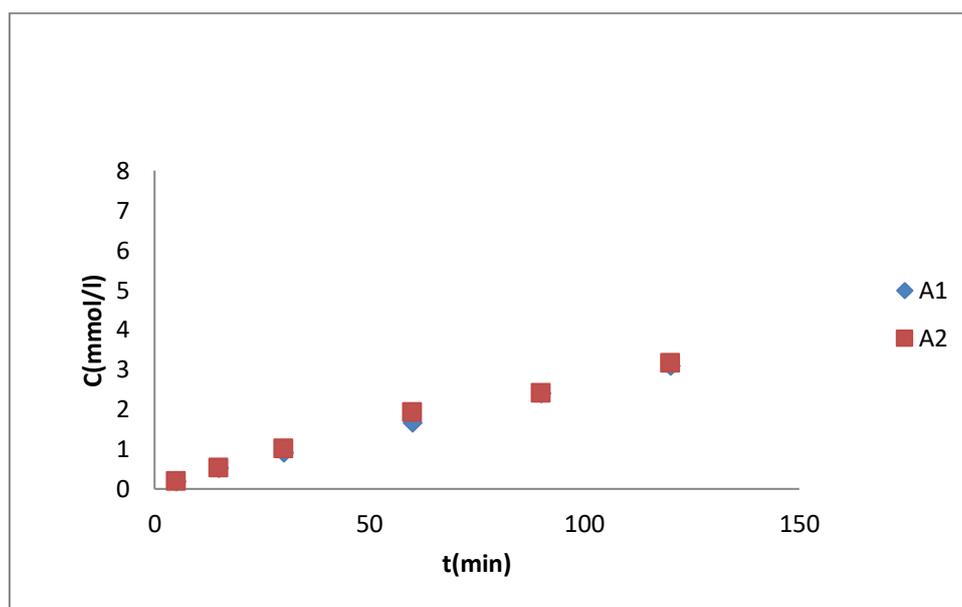


Figure III.24: Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,06A (16M) à 50°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

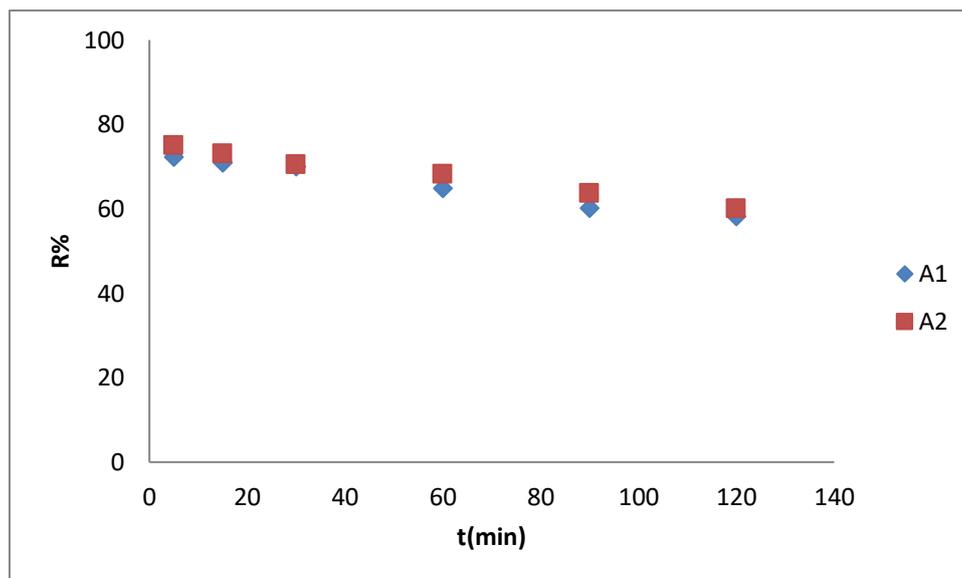


Figure III.25: Variation du rendement de formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (16M) à 50°C

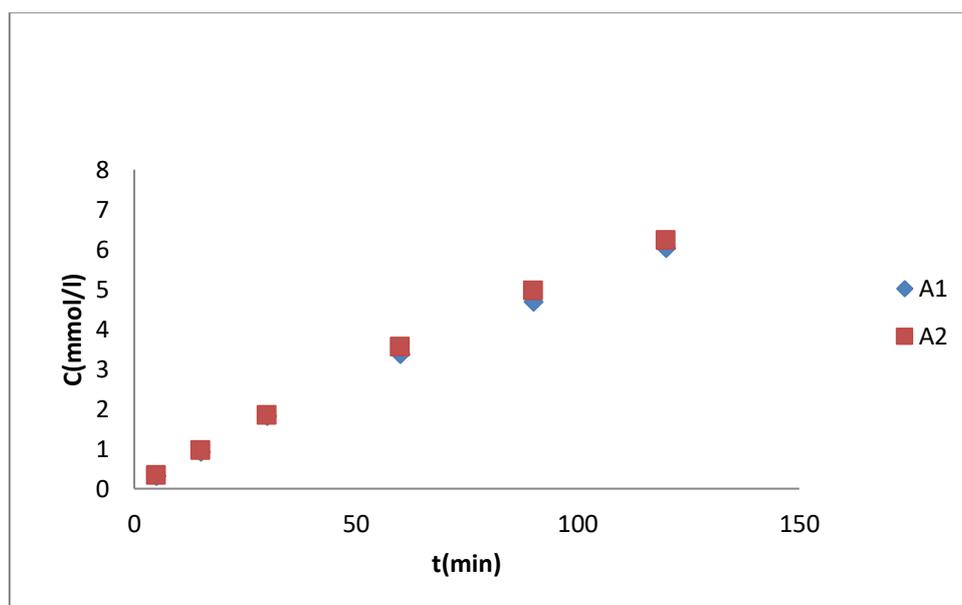


Figure III.26 : Variation de la concentration de la formation des ferrates en fonction du temps des 2 électrodes A1 et A2 à une intensité de courant électrique de 0,125A (16M) à 50°C

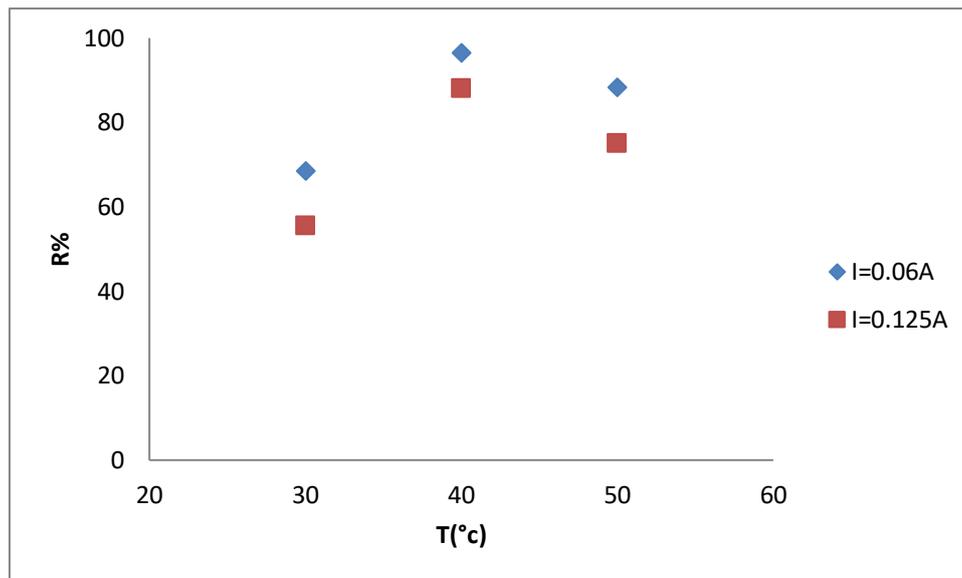


Figure III.27 : Variation du rendement de formation des ferrates en fonction de la température (T=30°C, 40°C et 50°C) par A2 (16M)

On remarque que pour l'électrode A2 le meilleur rendement est de 96% et de 88.03% obtenu, à une température de 40°C pour les intensités du courant étudiées.

Conclusion

On remarque que pour une même durée d'électrolyse (5 minutes), à trois températures différentes (30°C, 40°C et 50°C), avec les deux électrodes utilisées et aux deux concentrations d'électrolytes préparées, le rendement en production de ferrates est maximal pour la densité de courant 1,86 mA/cm², correspondant à une intensité appliquée de 0,06 A. L'électrolyte préparé à 16M présente le taux de production le plus élevé en ferrates.

Il a été constaté qu'en travaillant à une température de 40°C, et en utilisant l'électrode A2 à 0,112% en Carbone, les rendements en production de ferrates, étaient les meilleurs

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

III.2.3.L'influence de la teneur en carbone de l'anode

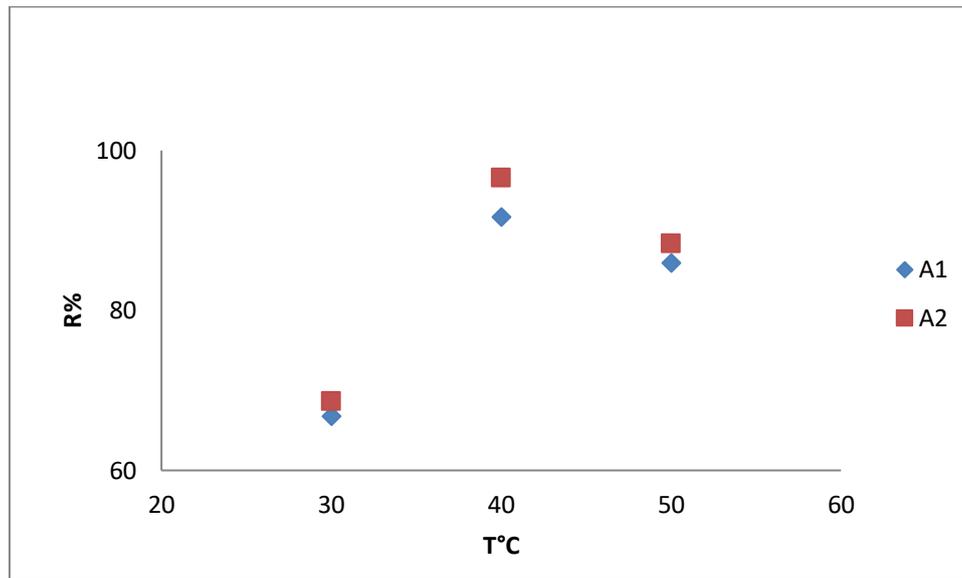


Figure III.28 : Variation du rendement de formation des ferrates en fonction de la température (, T=30°C, 40°C et 50°C) pour A1 et A2 (16M) à 0,06A

Selon les résultats obtenus pour les électrodes A1 et A2, il est clair que l'anode A2 de teneur en carbone égale à 0,112 % est plus favorable pour une meilleure production des ferrates dans les conditions déjà précitées.

Pour une durée d'électrolyse de 5 minutes, le meilleur rendement de production des ferrates est de 96,51%, correspondant à une concentration de 0.2mmol, est obtenu pour une densité de courant de 1,86mA/cm²avec du NaOH préparé à 16M

III.2.4.L'influence du choix de l'électrolyte sur le rendement de production des ferrates

Certains chercheurs [57,38] ont signalé que le NaOH est plus efficace que KOH en tant qu'électrolyte pour la production des ferrates.

Pour étudier l'influence du choix de l'électrolyte sur le rendement de la production des ferrates, on a utilisée une solution mélangée à 50% de KOH et à 50% NaOH. Nous avons comparés les résultats expérimentaux obtenus, en utilisant une solution de NaOH, aux mêmes conditions opératoires.

Nous avons travaillé à une intensité de courant de 0,06 A, équivalente à une densité de courant de 1,86 mA/cm² pour un temps de 120 minutes d'électrolyse, la solution a été

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

préparée à 16M à une température de 40°C. Les rendements au bout de 5 premières minutes d'électrolyse ont été pris pour la comparaison.

Anode 2

Tableau III.15 : Comparaison du rendement et l'énergie électrique consommée par A2 de NaOH et (NaOH+KOH) (16M) à 5 minutes

Concentration 16 (mol/l)	R% NaOH	R% (NaOH+KOH)	EC de NaOH (Kwh/Kg)	EC (NaOH+KOH) (Kwh/Kg)
$i = 1,86 \text{ mA/cm}^2$	96,51	30,03	2,50	8,04

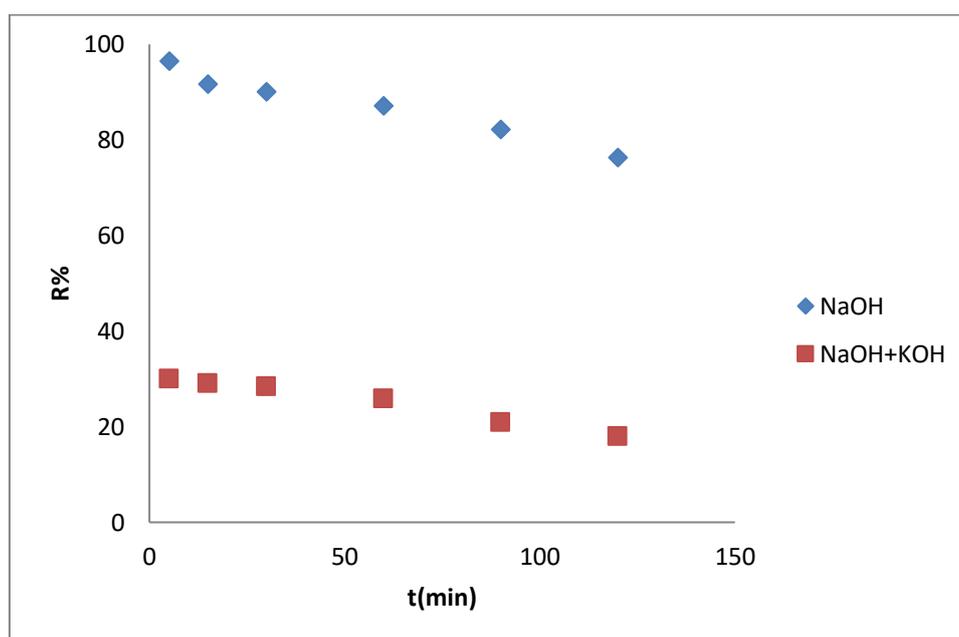


Figure III.29 : la variation du rendement de production des ferrates en fonction du temps pour NaOH et (NaOH+KOH) A2 0,06A (16M) à 40°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

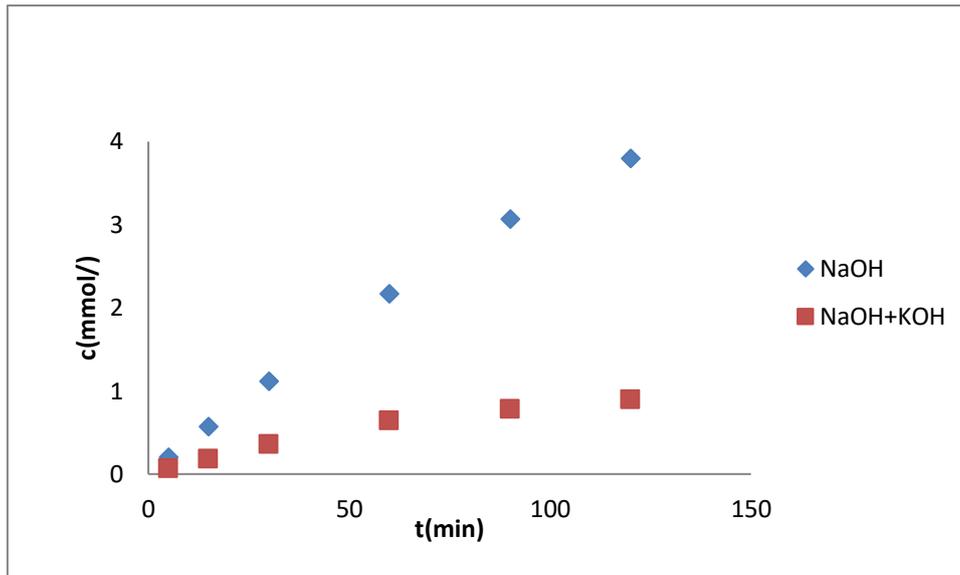


Figure III.30 : Variation de la concentration au cours de la formation des ferrates en fonction du temps pour NaOH et (NaOH+KOH) A2 0,06A (16M) à 40°C

Les essais d'électrolyse ont montré que le NaOH donne des meilleurs rendements de production des ferrates, qui est de l'ordre de 85%, comparativement à celui du mélange qui avoisine les 25%.

III.2.5. Influence du rendement de production des ferrates sur l'énergie électrique consommée

Les résultats ont montré que les rendements les plus élevés, correspondaient aux plus faibles consommations d'énergie.

Pour la solution à 16M, le meilleur rendement de 96,51% correspond à une énergie de 2,50 Kwh/Kg, pour une intensité de courant égale à 1,86 mA/cm², par A2 à T=40°C et un temps d'électrolyse de 5 minutes tableau III.16.

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

Anode 1

Tableau III.16: Variation du rendement de production des ferrates et l'énergie électrique consommée en fonction de temps A1 (16M).

t (min)	R%	E (Kwh/Kg)
5	91,68	2,63
15	88,47	2,73
30	86,86	2,78
60	83,23	2,90
90	73,98	3,26
120	70,17	3,44

Anode 2

Tableau III.17 : Variation du rendement de production des ferrates et l'énergie électrique consommée en fonction de temps A2 (16M).

t (min)	R%	E (Kwh/Kg)
5	96,51	2,50
15	91,69	2,63
30	90,08	2,68
60	87,25	2,76
90	82,30	2,93
120	76,40	3,16

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

Tableau III.18 : Variation du rendement de production des ferrates et l'énergie électrique consommée en fonction de temps par le mélange (NaOH+KOH) A2 (16M).

t (min)	R%	E (Kwh/Kg)
5	30,03	8,04
15	29,13	8,28
30	28,46	8,48
60	25,84	9,33
90	20,88	11,55
120	18,02	13,39

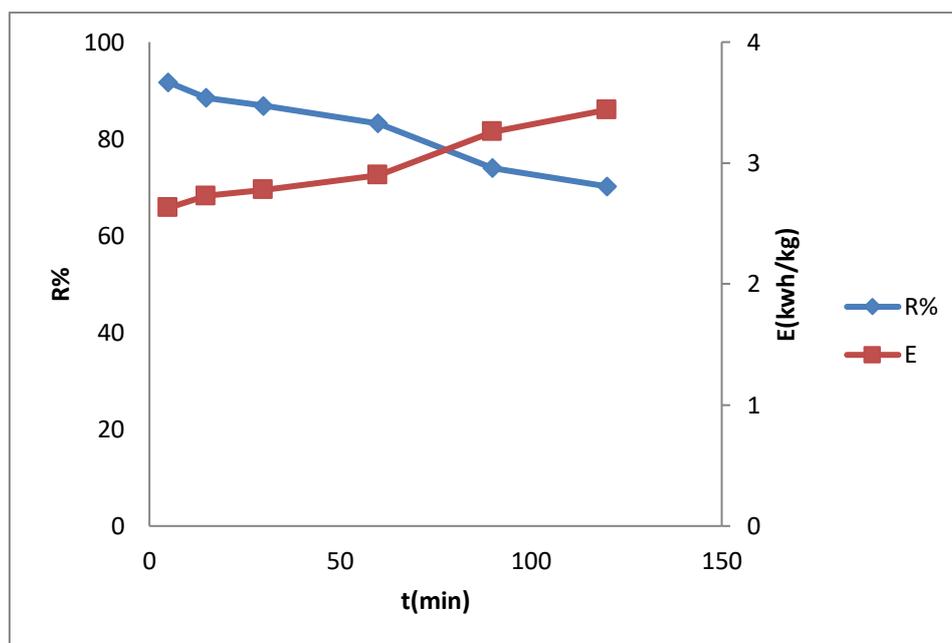


Figure III.31 : Variation du rendement et l'énergie électrique consommée par A1 en fonction de temps d'électrolyse 0,06A (16M) à 40°C

La figure (III.30), montre que pour les premières 5 minutes, le rendement de ferrates est le plus élevé, par contre l'énergie électrique consommée est la plus basse. On remarque aussi une croissance de l'énergie de consommation jusqu'à 3,44 Kwh/Kg, avec une décroissance du rendement à 70,17%, après 120 minutes d'électrolyse.

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

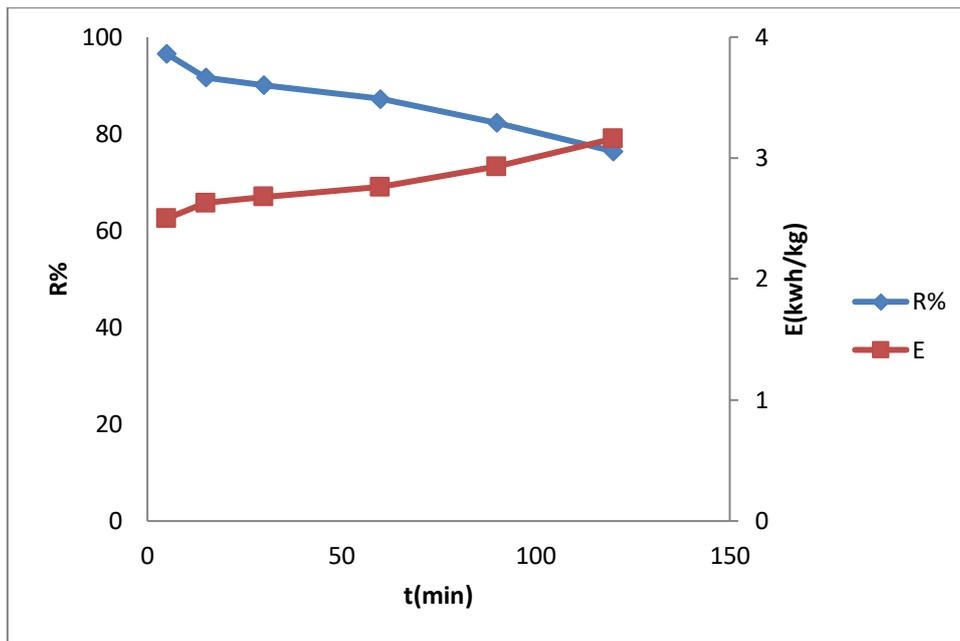


Figure III.32 : Variation du rendement et l'énergie électrique consommée par A2 en fonction de temps d'électrolyse 0,06A (16M) à 40°C

De même la figure (III.31), montre une diminution du rendement de production des ferrates, qui s'accompagne d'une augmentation de l'énergie électrique.

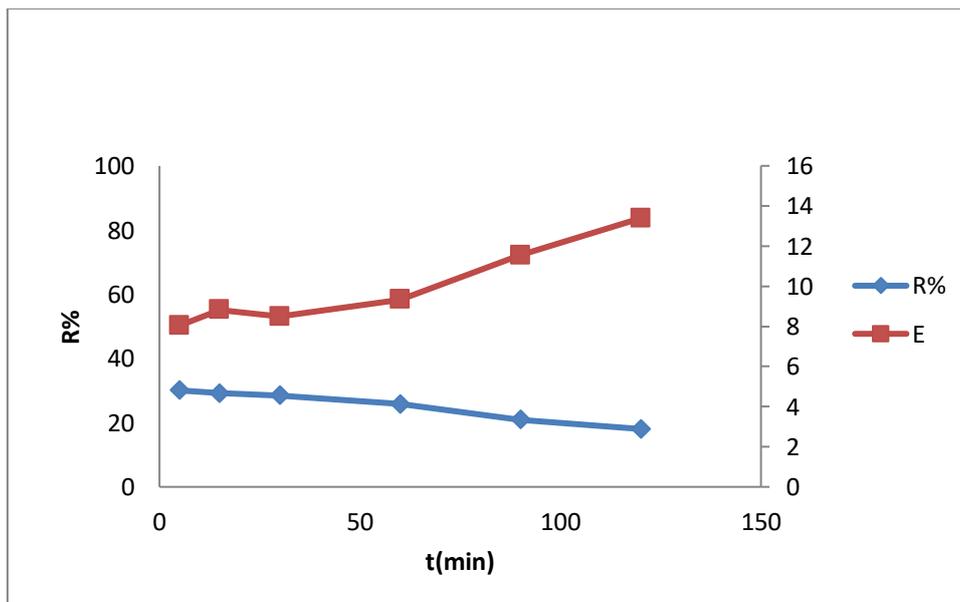


Figure III.33 : Variation du rendement de production des ferrates et l'énergie électrique consommée en fonction de temps par le mélange (NaOH+KOH) A2 0,06A (16M) à 40°C

CHAPITRE III : Synthèse des sels de ferrates et optimisation

Nous avons constaté une chute très importante du rendement de production des ferrates de 96% à environ 30% les 5 premières minutes d'électrolyse en utilisant le mélange NaOH+KOH comme électrolyte.

Par contre l'énergie électrique consommée fait un bond de 2,5Kwh/Kg à 8 Kwh/Kg, pour dépassé les 13 Kwh/Kg a la fin de l'électrolyse.

CHAPITRE IV

Application des sels de ferrates sur le rejet hospitalier

CHAPITRE IV: Application des sels de ferrates sur le rejet hospitalier

Nous a utilisé des ferrates de sodium (Na_2FeO_4) fraîchement synthétiser au conditions optimales trouvées précédement, à savoir ($I=0,06\text{A}$ $C=16\text{M mol/l}$).

Le prélèvement des sels fe ferrates a été effectué après 2 heurs d'électrolyse ($C=3,8$ mmol/l correspondant ($C_m=0,46$ g/l)

IV.1.Matériel et méthodes :

IV.1.1. Mode de prélèvement

Les échantillons d'eau sont recueillis dans des flacons en verre bien lavés. Le transport des échantillons depuis le point de prélèvement jusqu'au laboratoire a été effectué dans une glacière à 4 °C. Avant de procéder aux opérations analytiques, il est essentiel que toutes les dispositions soient prises, telles que l'homogénéisation au moment du dosage.

IV.1.2. Analyses physico-chimique

A. Détermination des matières en suspension

✚ Mode opératoire

- Laver le disque de filtration à l'eau distillée, le sécher (105C°) jusqu'à masse constante, puis le peser à 0,1 mg près passage au dessiccateur.
- Le mettre en place sur l'équipement de filtration, mettre en service le dispositif d'aspiration ou de pression, verser l'échantillon (V) sur le filtre.
- Rincer la fiole ayant contenu l'eau à analyser avec 10 ml d'eau distillée.
- Laisser essore le filtre, sécher à 105 C° , laisser refroidir du dessiccateur et peser à 0,1 mg après, jusqu'à masse constante.

B. Détermination des Nitrites et Nitrates

Les nitrates nitrites sont effectués par le laboratoire d'analyse de l'ADE de la wilaya d'Ain Defla.

C. Détermination de la DBO_5 , la DCO , la salinité et l'oxygène dissous :

La DBO_5 , la DCO et l'oxygène dissout sont effectués par le laboratoire d'analyse des eaux privé à Khemis Miliana.

IV.1.3. Analyses bactériologique

IV.1.3.1. Recherche des coliforme totaux

A partir de l'eau à analyser, porter aseptiquement :

- 5 fois 10 ml dans 5 tubes contenant 10 ml de milieu BCPL D/C muni d'une cloche de Durham.
 - 1 ml dans un tube contenant 10 ml de milieu BCPL S/C muni d'une cloche de Durham.
 - 50 ml dans un flacon contenant 50 ml de milieu BCPL D/C muni d'une cloche de Durham
- Chassez le gaz présent éventuellement dans les cloche et bien mélanger le milieu, l'incubation se fait à 37 °C pendant 24 à 48 heure

🚦 Lecture

Seront considérés comme positif + ; les tubes présentant à la fois :

- Un dégagement du gaz (supérieur au 1/10 de la hauteur de la cloche).
- Un trouble microbien accompagné d'un virage du milieu au jaune (ce qui constitue le témoin de la fermentation du lactose présent dans le milieu).
 - La lecture finale se fait selon les prescriptions de la table de Mac Grady NPP

IV.1.3.2. Recherche des Streptocoques totaux

A partir de l'eau a analysée, porter aseptiquement :

- 5 fois 10 ml dans 5 tubes contenant 10 ml de milieu ROTHE D/C
- 1 ml dans un tube contenant 10 ml de milieu ROTHE S/C
- 50 ml dans un flacon contenant 50 ml de milieu ROTHE D/C
- Bien mélanger le milieu et l'inoculum.
 - L'incubation se fait à 37 °C pendant 24 à 48 heures

🚦 Lecture

Seront considérés comme positif, les tubes présentant à la fois :

- Un trouble microbien accompagné d'un virage du milieu pendant cette période est présumé contenir un streptocoque fécal.
 - La lecture finale se fait selon les prescriptions de la table du NPP.

CHAPITRE IV: Application des sels de ferrates sur le rejet hospitalier

IV.1.3.3. Recherche des autres micro-organismes :

Plusieurs cultures ont été effectuées pour le but de déterminer la présence des autres bactéries, champignons et moisissures tel que la salmonelle, staphylococcus et entérocoque en utilisant les milieux suivants :

- ✓ Gélose nutritif
- ✓ Milieu Chapman
- ✓ Milieu Hektoen
- ✓ Gélose au sang
- ✓ Gélose au sang cuit
- ✓ Milieu incliné Sabouraud

IV.2. Résultats et discussions :

IV.2.1. Caractéristiques organoleptiques

IV.2.1.1. Couleur

D'après une simple observation d'œil, il est remarqué que l'eau après l'ajout des sels de ferrates est plus claire ce qui confirme l'efficacité du traitement dans l'élimination de la pollution particulaire.

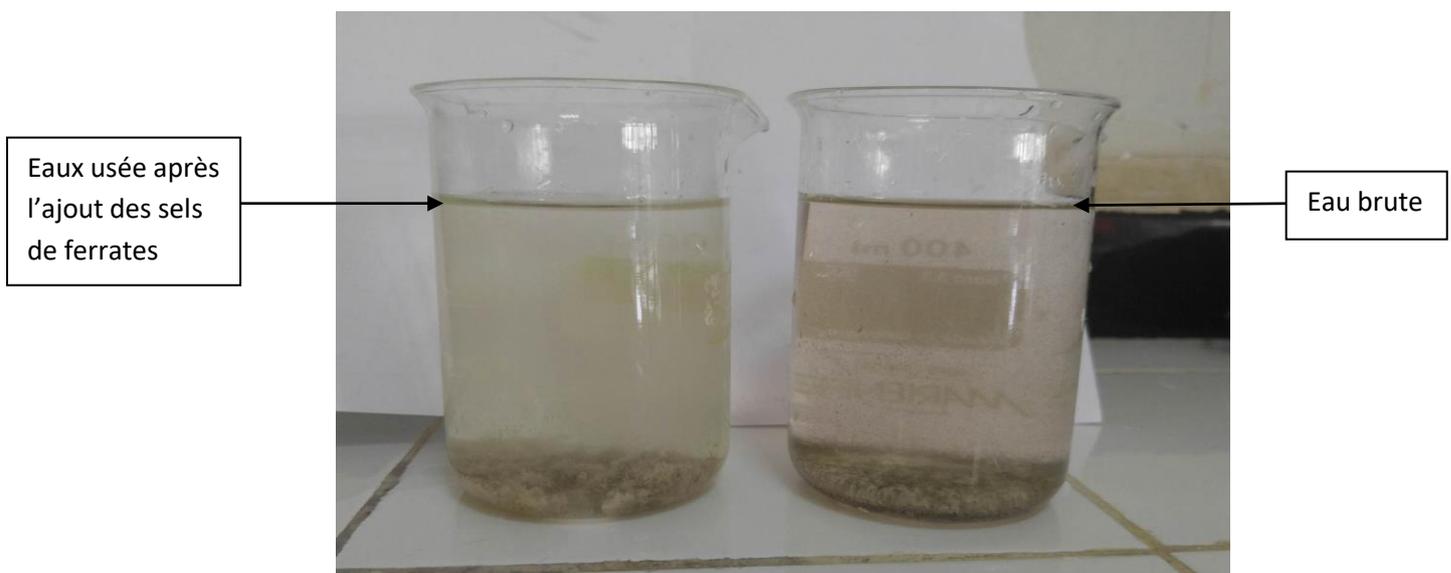


Figure IV.2: photo représentant l'eau usée avant et après l'ajout des sels de ferrates

CHAPITRE IV: Application des sels de ferrates sur le rejet hospitalier

IV.2.1.2.Odeur

L'odeur était désagréable mais à différents degrés. Ainsi l'odeur la plus désagréable était au niveau de point de rejet, cette mauvaise odeur est due à l'existence soit de produits chimiques, de bactéries ou de matières organiques en décomposition [66]. Mais après l'ingestion des ferrates on remarque une diminution de cette mauvaise odeur.

IV.2.2.Analyses physicochimiques avant et après l'ajout des sels de ferrates

Tableau IV.1 : Les résultats des analyses physicochimique avant et après l'injection des ferrates

Paramètres	Sans ferrates	Avec ferrates	Normes Algeriennes	Normes OMS	% de diminution
Température (°C)	21	22	30°C	/	/
pH	7,56	11,41	5,5<PH<8,5	/	/
Conductivité (mS·cm ⁻¹)	0,843	2,90	/	2	/
Turbidité (NTU)	23,65	2,67	/	5	88%
TA (méq)	0	22,2	/	/	/
TAC (méq)	47	25	/	/	46%
TH° (F°)	83	100	/	/	/
Ca ²⁺ (mg/l)	28	11,7	/	/	58%
Mg ²⁺ (mg/l)	55	88,7	/	/	/
Salinité %	0,2	1,4	/	/	/
MES (mg/l)	26,31	5,47	30	/	79%
Nitrates (mg/l)	1,25	0,08	/	50	93%
Nitrites (mg/l)	1,31	0,75	<0,1	0,1	42%
DBO ₅ (mg/l)	250	10	<40	/	96%
DCO (mg/l)	8640	512	<120	/	94%
O ₂ (mg/l)	2,96	8,46	/	9,1	/
Saturation en O ₂ %	13,4	104,8	/	/	/

D'après ces résultats, on remarque une diminution de la turbidité, des MES, la DBO₅ la DCO, nitrates, nitrites et de la dureté totale .ce ci montre que les ferrates sont un très bon oxydants et un bon coagulant. Ainsi qu'une augmentation du pH, l'oxygène dissout, la salinité

CHAPITRE IV: Application des sels de ferrates sur le rejet hospitalier

et de la conductivité. Cette augmentation est due à la forte alcalinité de la solution des ferrates qui sont fabriqués à partir de l'électrolyte NaOH à une concentration de 16M et aux complexes formés tels que $\text{FeOH}(3)$ et les ions Fe^{3+} .

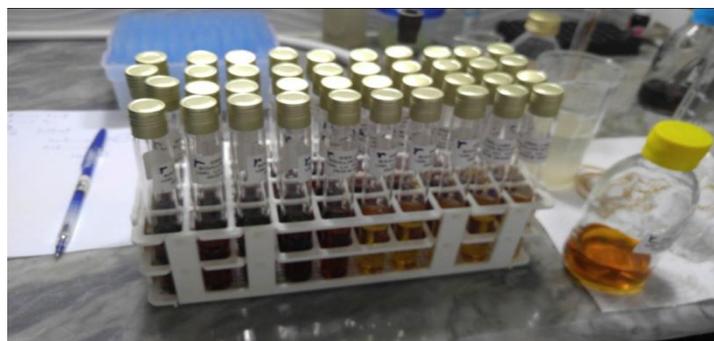
IV.2.3 Analyses bactériologique avant et après l'ajout des sels de ferrates

IV.2.3.1. Recherche et dénombrement des coliformes totaux et streptocoques totaux :

Après avoir terminé l'incubation à 37°C des milieux BCPL et ROTH on a remarqué une forte présence des coliformes totaux et des streptocoques totaux ce qui indique la mauvaise qualité microbienne de l'eau. Par contre après l'injection des ferrates on remarque l'absence totale de ces germes. Donc le résultat final est conforme aux normes OMS. (Voir annexe E)



Figures IV.3 : photo représentant culture positive des streptocoques totaux après 24h d'incubation.



Figures IV.4 : photo représentant culture négative des coliformes totaux et streptocoque totaux après l'utilisation des ferrates comme désinfectant

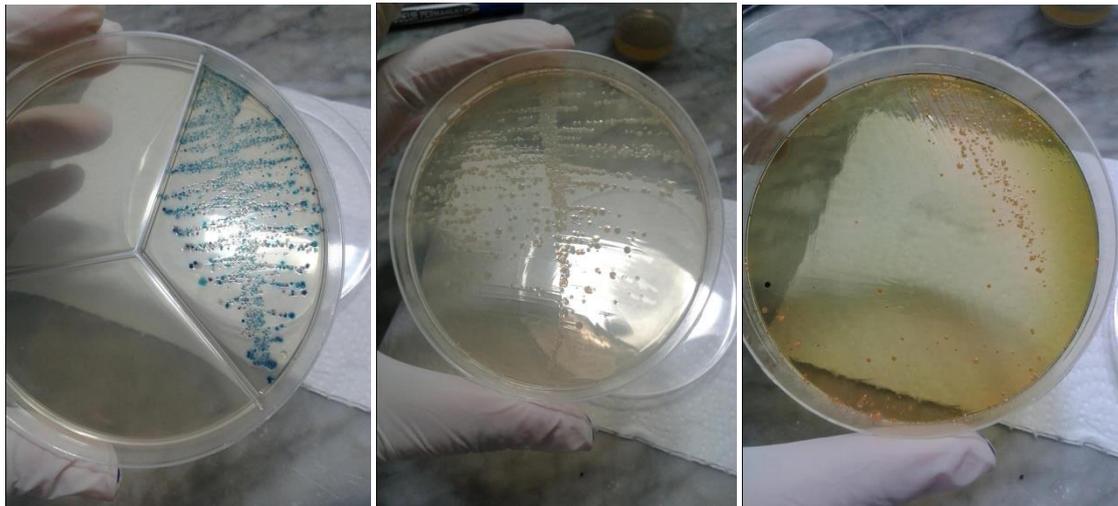
CHAPITRE IV: Application des sels de ferrates sur le rejet hospitalier

IV.2.3.2. Recherche des autres micro-organismes

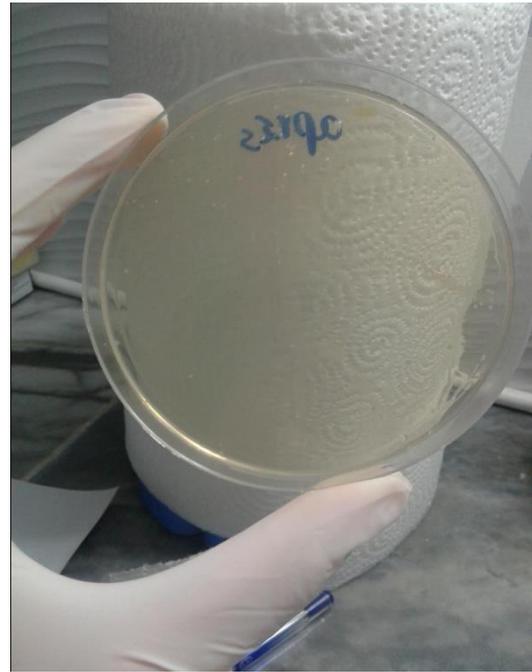
Cet examen vise à faire la recherche non spécifique de plus grand nombre de micro organismes. à pour objectif d'apprécier qualitativement la charge microbienne existant dans l'eau. On a constaté que les ferrates peuvent éliminer les kelbsielles, les entérobactères et les staphylocoques. Donc les sels de ferrates sont un très bon désinfectant.

Remarque :

- pour la culture dans les milieux gélose au sang cuit, gélose au sang et Chapman est positive, mais il est difficile d'identifier les colonies sans faire l'isolement de ces derniers.
- Pour la culture au milieu incliné Sabouraud pour la recherche des moisissures, champignon et levure, est négative.



Figures IV.5 : photo représentant Culture positive des staphylocoques, enterobactérs et une présence légère des klebsielle après 24h d'incubation.



Figures IV.6 : photo représentant culture négative après l'utilisation des ferrates comme désinfectant.

**CONCLUSION
GÉNÉRALE**

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Les ferrates (VI) sont les composés les plus puissants de tous les oxydants, désinfectants, décolorant et désodorisant pratiquement utilisé pour le traitement des eaux.

Dans une première étape une synthèse électrochimique des ferrates est effectuée en utilisant le NaOH comme électrolyte. Certains paramètres sont étudiés pour définir les conditions optimales de la synthèse des ferrates à savoir, la densité de courant, la durée de l'électrolyse, la concentration de l'électrolyte, la teneur en carbone des électrodes et la température du milieu.

En effet, comparativement entre les résultats obtenus pour les températures : 30°C, 40°C et 50°C, il apparaît qu'une température de 40°C est favorable à la production des ferrates, permettant au bout de 5 minutes d'électrolyse, d'obtenir un rendement de 96,85% en utilisant l'électrode A2 pour une densité de courant i de 1,86 mA/cm², correspondant à une intensité de courant de 0,06 A et une concentration d'électrolyte 16 M.

Pour l'application sur les eaux usées de l'hôpital de Miliana, une concentration de 46 mg/l de ferrates injecté, a révélé une désinfection totale des échantillons prélevés, à savoir l'élimination total des coliformes totaux, streptocoque totaux, klebsielle, staphylocoque et entérobactérs.

Un rendement d'élimination des paramètres physicochimiques de ce rejet sont comme suit :

- La turbidité est de l'ordre de 88%.
- Une diminution de la DBO₅ est de 96 %, celle de la DCO est de 94%.
- Les MES environ 79%.
- Les nitrates et nitrites sont de 93% et 42% respectivement.

L'utilisation des sels de ferrates dans le processus de traitement des eaux usées des rejets hospitaliers a permis une épuration conforme aux valeurs limites, préconisées les normes Algériennes.

Les résultats des analyses physicochimiques et bactériologiques obtenus après l'ajout des sels ferrates de sodium, sont très satisfaisants.

CONCLUSION GENERALE

On peut conclure que, les sels de ferrates de sodium, sont de bons coagulants, désinfectants, oxydants, décolorants, désodorisants, pour les eaux usées des rejets hospitaliers.

Il serait bon de les appliquer à grande échelle, dans le traitement des eaux usées, et d'évaluer l'aspect énergétique et économique de l'utilisation des ferrates (VI).

Références bibliographiques

- [1]. Selman.B, Contribution à l'analyse environnemental de l'hôpital MAKOUR HAMMOUD' Ain Defla, thèse de magister de Université de HASSIBA BEN BOUALI CHLEF,p1-2, 2013.
- [2]. M. De Francesco and P. Costamagna, *J. Clean. Prod* p 12.159, 2004.
- [3]. HADJ-ALIM Chafika : « Effets des sels de ferrates de sodium sur le traitement de l'eau du barrage Sidi M'hamed Ben Taiba » Thèse de master _ université de Djillali BOUNAMA Khemis Miliana, 15 juin 2017.
- [4]. Schreyer « Le brevet US n° 2536 703», 2 janvier 1951.
- [5]. Etleva Ostrosi : « Synthèse des ferrates en utilisant le chlore comme oxydant »Thèse de doctorat _ université de Nancy, 15 octobre 2007.
- [6]. M.YOUB Okkacha : « épuration des eaux usées par lagunage naturel »Thèse de magister _ université d'Oran, 2008.
- [7]. Les procédés physicochimiques d'épuration des eaux usées urbaine. Serie documents techniques A.F.E.E France. BRAM V, 1986.
- [8]. DEGAGEMENT–Memento technique de l'eau, 8ème Edition,technique et documentation, tome II, 1459p.
- [9]. L'eau. Revu. Se Et vie n° 1020, revue Suisse CHAUVEAU L, 2002.
- [10]. RODIER .J, (l'Analyse d'eau). 5ème édition, 2005.
- [11]. Mansotte F, Les rejets des établissements de santé. DAS Seine-Maritime-Synthèseréalisé et complété sur la base du travail de F. Lebrun - Chargé d'études Environnement – Centre hospitalier du havre - CLIN - Club Environnement: 68p, 2000.
- [12]. Leppart P. Caractéristiques et impacts des rejets liquides hospitaliers. Techniqueshospitalières. 56 ; 57 p, 1999.

- [13]. Usepa Preliminary data summary for the hospitals point source category. Office of waterregulations and standards, Office of water, United States Environmental Protection Agency, Washington, D.C. EPA 440/1-89/060-n, 76 p., 1989.
- [14]. REJSEK, F: Analyse des eaux aspects réglementaires et techniques.Ed CRDP, Aquitaine. France, 2002
- [15].MAKHOUKH .M : Contribution à l'étude physico-chimique des eaux superficielles de l'oued Moulouya. Maroc (2011).
- [16]. JOEL. G : La qualité de l'eau potable, technique et responsabilités, Paris, Novembre 2003.
- [17].BENALLOU . A, (Analyse physico-chimique des effluents provenant de la laiterie d'Arib.Centre université de Khemis Miliana (2004)
- [18].MAHAMAT . B, BESKRI. A : Caractéristique physico-chimique des eaux souterraines dans la plaine de Khemis Miliana, Mémoire fin d'étude. Centre université de Khemis Miliana (2010)
- [19]. Mansotte F et Jestinne E. Les rejets liquides des établissements de santé : caractérisationà la source et impact sur l'environnement marin côtier. Direction Départementale des Affaires Sanitaires et Sociales de la Seine Maritime, Agence de l'eau de seine Normandie, Nanterre, 7 p, 2000.
- [20]. Dermont.C, Hadjali.R. La Gestion des Effluents Liquides en Milieu Hospitalier,Compiègne , 30 p, 1997.
- [21]. Office International De l'Eau (O.I.D.E). Effluents des établissements hospitaliers : teneuren microorganismes pathogènes, risques sanitaires, procédures particuliers d'épuration et de gestion des boues), 2002.
- [22]. (C.L.I.N). Elimination des Effluents Liquides des Etablissements Hospitaliers, Paris, 71 p, 1999
- [23]. BOUZIANI M. l'eau dans tous ces états : source de vie, ressources épuisable, maladie hydriques, pollution chimiques.ED. Dar El-Gharb, p225, 2002

- [24]. Graham Hill; John Holman Chemistry in context (5th Ed.). Nelson Thornes p.202. ISBN 0-17-448276-0, 2000.
- [25]. Stahl G.E: «Opusculum Chimico-Physico-Medium», Hlae Magdeburgiae, p.742, 1715.
- [26]. Tousek J: «Electrochemical production of sodium ferrate» Coll.Czech Chem.Commun.27.pp.914-919, 1962.
- [27]. Poggendorf J.C: «Pogg. Ann; 54», p.161, 1841.
- [28]. Helfrich B.Lang K: «Uber salze der eisensaure» Z.Anorg.allg. Chem.263, pp.169-174, 1950.
- [29]. B.E. Norcross, W.C. Lewis, H. Gai, N.A. Noureldin and D.G. Lee« The oxidation Of secondary alcohols by potassium tetraoxoferrate(VI) », Canad.J. Chem., 75 129-139, 1997.
- [30]. Tsapin A.I., Goldfeld M.G., McDonald G.D., Neelson K.H., Moskovitz B., Solheid P., Kemner K.M., Kelly S.D., Orlandini K.A., "Iron (VI): Hypothetical candidate for the Martian oxidant", Icarus 147, pp. 68–78, 2000.
- [31]. Weast R.C., " In Handbook of Chemistry and Physics "(51 ed.), CRC Press, Cleveland, OH (1970–1971), p. 111, 1971.
- [32]. Lee Y.H., M. Cho., Kim J.Y., Yoon J.,«Chemistry of ferrate (Fe(VI)) in aqueous solution and its application as a green chemical», J.Ind.Eng.Chem.,10,pp.161-171,2004.
- [33]. Thompson, J. A., «Process for preparing alkali metal ferrates», Brevet américain, No. 4551326, No. Application: 468487, Date de dépôt: 22 février 1983, Date de publication : 5 novembre 1985.
- [34]. Jiang J.Q., Lloyd B., «Progress in the development and use of ferrate (VI) salt as an oxidant and coagulant for water and wastewater treatment», Water Research, 36, pp. 1397 1408, 2002.
- [31]. Sharma V.K: «Potassium ferrate VI An environmentally friendly oxidant» Advan. Environ. Res; 6, pp.143-156, 2002.
- [32]. Lee Y.H., M. Cho., Kim J.Y., Yoon J.,«Chemistry of ferrate (Fe(VI)) in aqueous solution and its application as a green chemical», J.Ind.Eng.Chem.,10,pp.161-171, 2004.
- [33]. Denvir A., Petcher D: « Electrochemical generation of ferrate. Part I: Dissolution of an iron wool anode, j. Appl. Electrochem»,., 26 pp. 815-822, 1996.
- [34]. Bouzek, K., Rousar, I., "The study of electrochemical preparation of ferrate (VI) using alternating current superimposed on the direct current. Frequency dependence of current yields". Electrochem. Acta 38 (13), 1717–1720-1993.

- [35]. Licht, S., Tel-Vered, R., Halperin, L., « Direct electrochemical of solid ferrate and super-iron battery». *Electrochem. Commun.* 4 (11), 933–937-2002.
- [36]. Shao, H.B., Wang, J.M., He, W.C., Zhang, J.Q., Cao, C.N., « EIS analysis on the anodic dissolution kinetics of pure iron in a highly alkaline solution». *Electrochem. Commun.* 7, 1429–1433.2005.
- [37]. Denvir A., Pletcher D., "Electrochemical generation of ferrate. Part II: Influence of anode composition", *J. Appl. Electrochem.*, 26, pp. 823-827, 1996.
- [38]. Kulikov LA, Perfilev YD, Kopelev NS. « The iron charge state in solid cesium ferrate(VI) deduced from mossbauer absorption and emission-spectroscopy. » *J Phys Chem Solids* 56:1089–94. 1995.
- [39]. Bouzek K., Rousar I., "Influence of anode material on current yield during ferrate (VI) production by anodic iron dissolution Part I: Current efficiency during anodic dissolution of grey cast iron to ferrate (VI) in concentrated alkali hydroxide solutions", *J. Appl. Electrochem.*, 26, pp. 919-923, 1996.
- [40]. Bouzak K., Schmidit M.J., Wragg A.A.: «Influence of electrolyte composition on current yield during ferrate production by anodic iron dissolution.» *Electrochem. Commun*, 1, pp.370-374, 1999.
- [41]. Bouzek K., Schmidit M.J., Wragg A.A.: «Influence of the stability of electrochemically prepared ferrate solution.» *J. Chem. Tech. Biotech.*, 74, pp.1188-1194, 1999.
- [42]. Bouzek K., Schmidit M.J., «Electrochemical ferrate production-anode material aspects» *Institution of Chemical Engineers Symposium Series*, 145, pp.153-160, 1999.
- [43]. Kulikov LA, Perfilev YD, Kopelev NS. « The iron charge state in solid cesium ferrate(VI) deduced from mossbauer absorption and emission-spectroscopy. » *J Phys Chem Solids* 56:1089–94. 1995.
- [44]. G.A. Bailie, K. Bouzek, P. Lukařsek, I. Rouřsar, A.A. Wragg, *J. Chem. Technol. Biotechnol.* 66, 35; 1996.
- [45]. Wood RH. "The heat, free energy and entropy of the ferrate (VI) ion". *J Am Chem Soc* 80:2038–41; 1958.
- [46]. Carr JD, Kelter PB, Ericson AT. "Ferrate (VI) oxidation of nitrilotriacetic acid". *Environ Sci Technol* 15: 184–7; 1981.
- [47]. Jia HD, Yang XL, Yang Y, Gao Y. "Direct spectrophotometric determination of ferrate (VI)". *Chin J Anal Chem* 27:617; 1999.

- [48]. Kamnev AA, Ezhov BB. "Electron spectroscopy of soluble anodic oxidation products of iron in alkaline solutions". *SovElectrochem(English Translation of Elektro-Khimiia)* 24:1027–9; 1989.
- [49]. Sharma V.K., "Potassium ferrate VI: an environmentally friendly oxidant", *Advan. Environ. Res.*, 6, pp. 143-156, 2002.
- [50]. Gray K.A., Waite T.D., "Coagulation and precipitation studies of the ferrate (VI) ion", National meeting of the Am. Chem. Soc., Env. Chem. Div., Washington D.C., 23, pp. 135-138, 1983.
- [51]. Johnson M.D., Hornstein B.J., "Unexpected selectivity in the oxidation of arylamines with ferrate-preliminary mechanistic consideration", *Chem. Commun.*, 8, pp. 965-966, 1996.
- [52]. Weast R.C., "In Handbook of Chemistry and Physics "(51 ed.), CRC Press, Cleveland, OH (1970–1971), p. 111, 1971.
- [53]. Griffith WP. "Infrared spectra of the tetrahedral oxyanions of the transition metals". *J Chem Soc (A)*:1;467–68 ; 1966.
- [54]. Johnson M.D., Hornstein B.J., "Unexpected selectivity in the oxidation of arylamines with ferrate-preliminary mechanistic consideration", *Chem. Commun.*, 8, pp. 965-966, 1996.
- [55]. Gray K.A., Waite T.D., "Coagulation and precipitation studies of the ferrate (VI) ion", National meeting of the Am. Chem. Soc., Env. Chem. Div., Washington D.C., 23, pp. 135-138, 1983.
- [56]. Waite T.D., Gilbert M., "Oxidative destruction of phenol and other organic water residuals by iron (VI) ferrate", *J. Water Pollut. Control Fed.*, 50, pp. 543-551, 1978.
- [57]. Murmann R.K., Robinson P.R., "Experiments utilizing FeO₂-4 for purifying water", *Water Research*, 8, pp. 543-547, 1974.
- [58]. Vogels C.M., Johnson M.D., "Arsenic remediation in drinking waters using ferrate and ferrous ions", Technical completion report, Account number 01423922, New Mexico Wat.Res.Inst., New Mexico State University, 19 pages, 1998.
- [51]. Ma J., Liu W., «Effectiveness of ferrate (VI) preoxidation in enhancing the coagulation of surface waters», *Water Research*, 36, pp. 4959-4962, 2002.
- [60]. Hoffmann M.R., «Kinetics and mechanism of oxidation of hydrogen sulphide by hydrogen sulphide in acidic solution», *J. Env. Sci. Tech.*, 11, pp. 61-66, 1977.
- [61]. Kotronarou A., Hoffman M.R., "Catalytic autoxidation of Hydrogensulphide in wastewater", *J. Env. Sci. Tech.*, 25, pp. 1153-1160, 1991.
- [62]. Cadena F., Peters R.W., "Evaluation of chemical oxidizers for hydrogen sulphide control", *J. Water Pollut. Control Fed.*, 60, pp. 1259-1263, 1988.

- [63]. Kim H., Sharma V.K., « Innovative [Iron(VI)] technology in sludge treatment», Proceed.Int.Symp.,Prague,pp.83-92,2004.
- [64]. Eng Y.Y., Sharma V.K., Ray A.K., “Ferrate (VI): Green chemistry oxidant for degradation of cationic surfactant”, Chemosphere, 63, pp. 1785-1790, 2005.
- [65]. HAMLAOUI Abd El Madjid, TAIEB ERRAHMANI Charaf Eddine : «Application des sels de ferrates de sodium synthetises sur le traitement de l'eau de mer» Thèse de master université de Djillali BOUNAMA Khemis Miliana, juin 2017.
- [66]. RODIER J. L'analyse de l'eau: eauw naturelles, eaux résiduaires, eaux de mere. Paris: Dunod; 8e edition, 1996.

LISTE DES ANNEXES

ANNEXE A

Calcul de la masse d'hydrogène:

Pour calculer la masse d'hydrogène dégagé par la cathode on utilise la loi de Faraday comme suit :

$$m_h = ItM/nF$$

m_h : la masse d'hydrogène dégagé (g).

I : intensité de courant (A).

t : temps d'électrolyse (s).

M : la masse molaire d'hydrogène (g /mol) ; $M=1$ g /mol.

N : nombre d'électron de ferrate ($n=6$).

F : constante de Faraday ($F= 96500$ C mol⁻¹).

➤ Pour une intensité de courant $I=0,06$ A

$$m_h = 0.06 \times 120 \times 60 \times 120 / 96500 \times 6$$

$$m_h = 0,089\text{g}$$

➤ Pour une intensité de courant $I=0.125$ A

$$m_h = 0,186\text{g}$$

ANNEXE B

Différence de masse des électrodes avant et après l'électrolyse :

➤ Pour $I=0,06$ C=16M T=40°C.

$$\Delta m_a = m_{ai} - m_{af} = 0,5029\text{g.}$$

$$\Delta m_c = m_{ci} - m_{cf} = 0,0007\text{g.}$$

Selon la loi de Faraday :

La masse théorique des ferrates :

$$M_{th} = ItM/nF$$

Où :

M_{th} : la masse théorique (g).

I : intensité de courant (A).

M : la masse molaire du ferrate ($M=120 \text{ g mol}^{-1}$).

n : nombre d'électron ($n=6$).

F : constante de faraday (96500 C mol^{-1}).

t : le temps d'électrolyse (s).

➤ Pour $I=0,06\text{A}$ et $t=5 \text{ min}$

$$M_{th} = (0,06 \times 5 \times 60 \times 120) / 6 \times 96500$$

$$M_{th} = 3,73 \times 10^{-3} \text{ g.}$$

Par la loi de Beer Lambert:

$$A = \epsilon LC \rightarrow C = A / \epsilon L$$

$$C = Af / \epsilon L$$

f : facteur de dilution.

$$\epsilon = 1100 \text{ cm}^{-1} \text{ M}^{-1}, L = 1 \text{ cm.}$$

$$C = 0,2200 / 1100 \times 1 = 0,2 \times 10^{-3} \text{ M.}$$

La masse expérimentale des ferrates :

$$C = m_{exp} / MV.$$

C : la concentration (mol).

M_{exp} : la masse expérimentale des ferrates (g).

M : la masse molaire de l'ion ferrate (VI) (g/mol); $M=120 \text{ g/mol}$.

V : volume de l'électrolyte (l) égal à 150 ml.

$$M_{exp} = C \times V \times M = 0,13 \times 10^{-3} \times 150 \times 10^{-3} \times 120.$$

$$M_{exp} = 3,6 \times 10^{-3} \text{ g.}$$

Le rendement en ferrates :

$$R\% = (m_{exp} / m_{th}) \times 100.$$

R% : le rendement de la formation des ferrates.

M_{exp} : la masse expérimentale des ferrates.

M_{th} : la masse théorique des ferrates.

$$R\% = (2,34 / 7,75) \times 100 = 96,51\%.$$

La densité de courant:

$i = I/S.$

i: densité de courant.

I : l'intensité de courant.

S : la surface immergée de l'électrode.

$i = 0,06 \times 10^3 / 32,18.$

$i = 1,86 \text{ mA/cm}^2.$

ANNEXE C

Les tableaux de la variation du rendement en fonction des certains facteurs à température :

- L'anode (A1) a une teneur en carbone de 0,061%, et une teneur en fer de 99,3%.
- L'anode (A2) a une teneur en carbone de 0,112 % et une teneur en fer de 99,2%.

❖ **T=30°C****14M****I=0,06 A****U=2,2V****i=1,86 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	$m_{\text{exp}} \cdot 10^{-3} \text{ (g)}$	$m_{\text{th}} \cdot 10^{-3} \text{ (g)}$	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,147	0,134	2,412	3,73	64,66	4,56
15	0,392	0,360	6,410	11,19	57,32	5,15
30	0,425	0,390	7,020	22,38	31,37	9,40
60	0,505	0,460	8,280	44,77	18,49	15,94
90	0,642	0,584	10,512	67,15	15,65	18,84
120	0,725	0,659	11,862	89,53	13,25	22,26

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	$m_{\text{exp}} \cdot 10^{-3} \text{ (g)}$	$m_{\text{th}} \cdot 10^{-3} \text{ (g)}$	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,120	0,11	1,98	3,73	53,08	5,56
15	0,1701	0,155	2,790	11,19	24,93	11,83
30	0,1715	0,156	2,808	22,38	12,55	23,50
60	0,236	0,215	3,87	44,77	8,36	35,26
90	0,325	0,295	5,31	67,15	7,91	37,29
120	0,421	0,383	6,894	89,53	7,70	38,29

14M**I=0,125 A****U=2,4V****i=3,88 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,271	0,250	4,43	7,77	55,60	2,71
15	0,323	0,294	5,292	23,32	22,70	6,79
30	0,484	0,440	7,920	46,63	16,98	9,09
60	0,060	0,544	9,792	93,26	10,50	14,71
90	0,063	0,568	10,224	139,90	7,31	21,13
120	0,080	0,735	13,23	186,53	7,09	21,77

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,125	0,114	2,05	7,77	26,41	5,85
15	0,2670	0,240	4,32	23,32	18,52	8,33
30	0,4107	0,373	6,74	46,63	14,40	10,68
60	0,6651	0,605	10,89	93,26	11,68	13,22
90	0,0954	0,867	15,60	139,90	11,16	13,84
120	0,0612	1,11	19,98	186,53	10,71	14,41

16M**I=0,06 A****U=2,2V****i=1,86 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,126	0,12	2,07	3,73	55,50	5,31
15	0,356	0,32	5,832	11,19	52,12	5,66
30	0,625	0,59	10,224	22,38	45,68	6,46
60	0,814	0,74	13,32	44,77	29,75	9,91
90	0,114	1,04	18,72	67,15	27,88	10,56
120	0,125	1,14	20,448	89,53	22,84	12,91

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,095	0,09	1,62	3,73	43,43	6,79
15	0,275	0,25	4,5	11,19	40,21	7,33
30	0,420	0,38	6,876	22,38	30,72	9,60
60	0,821	0,75	13,428	44,77	29,99	9,83
90	0,085	0,77	13,914	67,15	20,72	14,23
120	0,097	0,88	15,786	89,53	18,90	16,72

16M**I=0,125 A****U=2,4V****i=3,88 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,326	0,296	5,328	7,77	68,57	4,69
15	0,580	0,527	9,486	23,32	40,68	7,91
30	0,115	1,044	18,792	46,63	40,30	7,98
60	0,157	1,431	25,758	93,26	27,62	11,65
90	0,220	2,000	36,000	139,90	25,73	12,50
120	0,240	2,182	39,276	186,53	21,06	15,28

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,3167	0,288	5,184	7,77	66,71	4,82
15	0,4570	0,415	7,47	23,32	32,03	10,04
30	0,880	0,800	14,4	46,63	30,88	10,42
60	0,172	1,564	28,152	93,26	30,19	10,66
90	0,180	1,636	29,448	139,90	21,05	15,28
120	0,187	1,700	30,600	186,53	16,40	19,61

❖ T=40°C

14M**I=0,06 A****U=1,8V****i=1,86 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,187	0,17	3,06	3,73	82,04	2,94
15	0,517	0,47	8,46	11,19	75,60	3,19
30	0,968	0,88	15,84	22,38	70,78	3,41
60	0,173	1,57	28,26	44,77	63,12	3,82
90	0,243	2,21	39,78	67,15	59,24	4,07
120	0,301	2,74	49,32	89,53	55,09	4,38

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,176	0,16	2,88	3,73	77,21	3,13
15	0,484	0,44	7,92	11,19	70,78	3,41
30	0,902	0,82	14,76	22,38	65,95	3,66
60	0,162	1,47	26,46	44,77	59,10	4,08
90	0,226	2,05	36,90	67,15	54,95	4,39
120	0,280	2,54	45,72	89,53	51,06	4,72

14M**I=0,125 A****U=2,0V****i=3,88 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,385	0,35	6,30	7,77	81,08	3,31
15	0,105	0,95	17,10	23,32	73,32	3,65
30	0,190	1,73	31,14	46,63	66,78	4,01
60	0,354	3,22	57,96	93,26	62,15	4,31
90	0,481	4,37	78,66	139,90	56,23	4,77
120	0,573	5,21	93,78	186,53	50,28	5,33

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,365	0,33	5,94	7,77	76,45	3,51
15	0,995	0,90	16,20	23,32	69,47	3,86
30	0,184	1,67	30,06	46,63	64,46	4,16
60	0,333	3,02	54,36	93,26	58,29	4,60
90	0,454	4,13	74,34	139,90	53,14	5,04
120	0,545	4,95	89,10	186,53	47,77	5,61

16M**I=0,06 A****U=1,8V****i=1,86 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,220	0,20	3,60	3,73	96,51	2,50
15	0,627	0,57	10,26	11,19	91,69	2,63
30	0,123	1,12	20,16	22,38	90,08	2,68
60	0,239	2,17	39,06	44,77	87,25	2,76
90	0,338	3,07	55,26	67,15	82,30	2,93
120	0,418	3,80	68,40	89,53	76,40	3,16

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,209	0,19	3,42	3,73	91,68	2,63
15	0,605	0,55	9,90	11,19	88,47	2,73
30	0,119	1,08	19,44	22,38	86,86	2,78
60	0,228	2,07	37,26	44,77	83,23	2,90
90	0,251	2,76	49,68	67,15	73,98	3,26
120	0,384	3,49	62,82	89,53	70,17	3,44

16M**I=0,125 A****U=2V****i=3,88 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,418	0,38	6,84	7,77	88,03	3,05
15	0,119	1,08	19,44	23,32	83,36	3,22
30	0,229	2,08	37,44	46,63	80,29	3,34
60	0,436	3,96	71,28	93,26	76,43	3,51
90	0,628	5,71	102,78	139,90	73,47	3,65
120	0,794	7,22	129,96	186,53	69,67	3,85

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,402	0,37	6,66	7,77	85,71	3,13
15	0,116	1,05	18,90	23,32	81,05	3,31
30	0,219	1,99	35,82	46,63	76,82	3,49
60	0,422	3,84	69,12	93,26	74,12	3,62
90	0,601	5,46	98,28	139,90	70,25	3,82
120	0,775	7,05	126,90	186,53	68,03	3,94

❖ T=50°C

14M**I=0,06 A****U=2,2V****i=1,86 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,148	0,135	2,430	3,73	65,15	4,53
15	0,344	0,313	5,634	11,19	50,35	5,86
30	0,649	0,590	10,62	22,38	47,45	6,21
60	0,123	1,118	20,124	44,77	44,95	6,56
90	0,172	1,564	28,152	67,15	41,92	7,03
120	0,187	1,700	30,600	89,53	34,18	8,63

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,1245	0,113	2,034	3,73	54,53	5,41
15	0,3363	0,306	5,508	11,19	49,22	5,99
30	0,6019	0,547	9,846	22,38	43,99	6,70
60	0,105	0,955	17,19	44,77	38,40	7,68
90	0,150	1,364	24,552	67,15	36,56	8,06
120	0,162	1,473	26,514	89,53	29,61	9,96

14M**I=0,125 A****U=2,4V****i=3,88 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,3214	0,292	5,256	7,77	67,64	4,76
15	0,8000	0,727	13,086	23,32	56,11	5,73
30	0,126	1,145	20,610	46,63	44,19	7,28
60	0,161	1,464	26,352	93,26	28,26	11,38
90	0,234	2,127	38,286	139,90	27,37	11,75
120	0,235	2,136	38,448	186,53	20,61	15,61

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,2087	0,190	03,420	7,77	44,02	7,31
15	0,4306	0,391	07,038	23,32	30,18	10,66
30	0,8569	0,779	14,022	46,63	30,07	10,70
60	0,119	1,082	19,476	93,26	20,8	15,40
90	0,163	1,482	26,676	139,90	19,07	16,87
120	0,214	1,945	35,01	186,53	18,77	17,14

16M**I=0,06 A****U=1,9V****i=1,86 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,1984	0,183	3,294	3,73	88,31	2,88
15	0,5802	0,527	9,486	11,19	84,77	3,00
30	0,1103	1,003	18,054	22,38	80,67	3,16
60	0,2191	1,926	34,675	44,77	77,45	3,29
90	0,2642	2,402	43,236	67,15	64,39	3,02
120	0,3463	3,148	56,664	89,53	63,29	4,02

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,1957	0,178	03,204	3,73	85,90	2,97
15	0,5689	0,517	09,306	11,19	83,16	3,06
30	0,9951	0,905	16,290	22,38	72,79	3,50
60	0,1828	1,662	29,916	44,77	66,82	3,81
90	0,2642	2,402	43,236	67,15	64,39	3,96
120	0,3393	3,085	55,530	89,53	62,02	4,11

16M**I=0,125 A****U=2V****i=3,88 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,3564	0,324	5,828	7,77	75,01	3,57
15	0,1041	0,946	17,028	23,32	73,02	3,67
30	0,2010	1,827	32,886	46,63	70,53	3,80
60	0,3890	3,536	63,648	93,26	68,25	3,93
90	0,5422	4,947	89,046	139,90	63,65	4,21
120	0,6841	6,219	111,942	186,53	60,01	4,47

A1

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,3432	0,312	5,616	7,77	72,28	3,71
15	0,1010	0,918	16,524	23,32	70,86	3,78
30	0,1995	1,814	32,652	46,63	70,02	3,83
60	0,3698	3,362	60,516	93,26	64,89	4,13
90	0,5147	4,679	84,222	139,90	60,20	4,45
120	0,6628	6,025	108,450	186,53	58,14	4,61

❖ **T=40°C****(NaOH+KOH) 16M****16M****I=0,06 A****U=1,8V****i=1,86 mA/cm².**

A2

t (min)	Abs	C (mmol/l)	m _{exp} *10 ⁻³ (g)	m _{th} *10 ⁻³ (g)	R%	E (Kwh/Kg)
5	0,068	0,062	1,12	3,73	30,03	8,04
15	0,199	0,181	3,26	11,19	29,13	8,28
30	0,389	0,354	6,37	22,38	28,46	8,48
60	0,707	0,643	11,57	44,77	25,84	9,33
90	0,857	0,779	14,02	67,15	20,88	11,55
120	0,986	0,896	16,13	89,53	18,02	13,39

ANNEXE D**Les concentrations massiques des sels de ferrates :**

Avec:

$$C_M = C \cdot M$$

C_M: Concentration massique des ferrates (g/l)

C : Concentration molaire des ferrates (mol/l)

M : La masse molaire des ferrates (g/mol) ; 120 g/mol.

AN :

$$C_M = 3,84 \cdot 10^{-3} \cdot 120$$

$$C_{M(0)} = 0,46 \text{ g/l.}$$

Pour un volume de 1ml en ferrates :

$$0,46 \text{ g/l} \longrightarrow 1000 \text{ ml}$$

$$C_M \longrightarrow 1 \text{ ml}$$

$$C_M = 0,46 \text{ mg/l.}$$

ANNEXE E

1. Analyse chimique :

1.1 Dureté Totale (TH)

Mode opératoire

- Placer 50 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer
- Ajouter 4 ml de solution Tampon et 3 goutte de solution de noir ériochrome
- Titrer la solution de l'EDTA rapidement en début puis goutte à goutte jusqu'à virage bleu
- Noter $V_{\text{éq}}$ de Solution l'EDTA

1.2 Dosage de Calcium (Ca^{2+})

Mode opératoire

- Placer 10 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer
- Verser 4 ml de NaOH et pincée Muruxide à 0,5%
- Titrer avec de solution EDTA à jusqu'à virage violet

1.3. Détermination de Magnésium (Mg^{2+})

La différence entre la dureté totale et la dureté calcique donne directement la dureté Magnésienne de l'eau analysée

1.4 Détermination de Titre Alcalimétrique (TA)

Mode opératoire

- Placer 100 ml l'eau à analyser dans un erlenmeyer
- Ajouter 3 gouttes de phénolphaléine à 0,5% qui donne une coloration rose
- Titrer avec de solution l'HCl jusqu'à disparition de couleur

1.5 Détermination de Titre Alcalimétrique Complet (TAC)

Mode opératoire

- Placer 100 ml d'eau à analyser dans un erlenmeyer
- Ajouter 3 gouttes de méthyle d'orange à 1%
- Titrer avec de solution l'HCl jusqu'au virage de jaune orange

1.6 Mesure de la DBO_5

La demande biologique en oxygène (DBO_5) est mesurée à l'aide d'un DBO mètre model OXI TOP SI 12 WTW.

1.7 Mesure de la DCO

La demande chimique en oxygène (DCO) est mesurée à l'aide d'un Thermo-Réacteur

1.8 Mesure de l'oxygène dissous et salinité

Ces paramètres sont mesurés à l'aide d'un multi paramètre modèle WTW 340i

2. Analyses microbiologiques

Tableau 1 : Nombre le plus probable (NPP)

1*50 ml	5*10 ml	5*1 ml	Nombre caractéristique	Limites de confiance	
				Limites de confiance	Inferieure supérieure
0	0	0	<1		
0	0	1	1	<0,5	4
0	0	2	2	<0,5	6
0	1	0	1	<0,5	4
0	1	1	2	<0,5	6
0	1	2	3	<0,5	8
0	2	0	2	<0,5	6
0	2	1	3	<0,5	8
0	2	2	4	<0,5	11
0	3	0	3	<0,5	8
0	3	1	5	<0,5	13
0	4	0	5	<0,5	13
0	0	0	1	<0,5	4
1	0	1	3	<0,5	8
1	0	2	4	<0,5	11
1	0	3	6	<0,5	15
1	1	0	3	<0,5	8
1	1	1	5	<0,5	13
1	1	2	7	1	17
1	1	3	9	2	21
1	2	0	5	<0,5	13
1	2	1	7	1	17
1	2	2	10	3	23
1	2	3	12	3	28
1	3	0	8	2	19
1	3	1	11	3	26
1	3	2	14	4	34
1	3	3	18	5	53
1	3	4	21	6	66
1	4	0	13	4	31
1	4	1	17	5	47
1	4	2	22	7	59
1	4	3	28	9	85
1	4	4	35	12	10
1	4	5	43	15	120
1	5	0	24	8	75
1	5	1	35	12	1
1	5	2	54	18	140
1	5	3	92	27	220
1	5	4	160	39	450
1	5	5	>240		

Tableau 2 : Utilisation de la Table de NPP pour dénombrement des coliformes

Milieu de culture utilisé	Test	Nombre caractéristique
Flacon 50 ml BCPL D/C	+	1
5 *10ml BCPL D/C	+	5
	+	
	+	
	+	
5*1ml BCPL S/C	+	5
	+	
	+	
	+	
	+	

Le nombre caractéristique relatif au dénombrement des coliformes totaux est donc 155 ce qui correspond sur la table NPP à **> 2400** coliformes totaux.

Tableau 3 : Utilisation de la Table de NPP pour dénombrement des Streptocoques

Milieu de culture utilisé	Test	Nombre caractéristique
Flacon 50 ml Roth D/C	+	1
5 *10ml Flacon 50 ml Roth D/C	+	5
	+	
	+	
	+	
5*1ml Roth S/C	+	5
	+	
	+	
	+	
	+	

Le nombre caractéristique relatif au dénombrement des Streptocoques totaux est donc 134 ce qui correspond sur la table NPP à **> 2400** Streptocoques totaux.