e-ISSN 2352 - 9717

Université Badji Mokhtar Annaba . Algérie

Direction des Publications

Synthèse

Revue des Sciences et de la Technologie

ISSN 1111 - 4924

Numéro 27

Octobre 2013

Université Badji Mokhtar, Annaba
Direction des Publications

جامعة باجي مختار – عنابة –
مديرية النشر

Revue des Sciences et de la Technologie
Synthèse

مجلة العلوم و التكنولوجيا

Section A (Maths, Chimie, Physique, Informatique)
Section B (Sciences de la Nature, de la Vie et Médecine)
Section C (Sciences de la terre, Mines et Architecture)
Section D (Sciences de l'Ingénieur)

Directeur de la Revue
Pr. Abdelkrim Kadi
Recteur de l'Université Badji Mokhtar - Annaba

Directrice des Publications
Pr. Zahia Hadjoub

Directrice de la Rédaction
Pr. Nadia Aribi

Comité de Rédaction
Pr. Tahar Bahi , Pr. Arifa Beddiar,
Pr. Kamel Djeghaba, Pr. Ilhem Djellit,
Dr. Mohamed Fouzi Ghorab, Pr. Rabah Laouar

Secrétariat
M^me^ Nadjet Djotni
Melle Zaid Yasmine

Rédaction et Administration
Direction des Publications,
Université Badji Mokhtar,
BP 12, Annaba 23000, Algérie.
Tel/Fax : 213 (0) 38 87 11 12
E-mail : revue.synthese@univ-annaba.dz

ISSN 1111-4924

*C*omité *S*cientifique de la *R*evue des *S*ciences et de la *T*echnologie de l'*U*niversité d'*A*nnaba

Aouf Noureddine	Professeur Chimie Organique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Barakat Georges	Professeur, Diagnostic et Conception des Machines GRAEH, Université du Havre. France.
Baudin Bruno	Professeur, Pharmacie, Université Paris-Sud 11, Hôpital Saint-Antoine, Paris, (France).
Benmaiza Leila	Professeur, Médecine, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Bensaker Bachir	Professeur, Electronique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Benzeggagh Malek	Professeur, Mécanique Matériaux Structure, U.T. Compiègne (France)
Bouazziz Mourad	Professeur Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Bouhelel Salah	Professeur, Géologie Minière, Université de Tunis (Tunisie)
Boukhemis Kaddour	Professeur, Aménagement, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Bouzar Chikh	Professeur, Mathématiques, Université Es-Senia, Oran (Algérie)
Chaoui Kamel	Professeur, Mécanique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Chibani Allaoua	Professeur, Physique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Debbache Nasr Eddine	Professeur, Automatique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Djabri Larbi	Professeur, Hydrogéologie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Djebbar Mohamed R.	Professeur, Biologie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Giraudoux Patrick	Professeur, Ecologie et Environnement, Université de Besançon (France)
Graffeuil Jacques	Professeur, Microélectronique, Université Paul Sabatier, Toulouse (France)
Hadef Redjem	Professeur, Université Larbi Ben-M'hidi, Oum El Bouaghi (Algérie)
Hadjoub Zahia	Professeur, S/C et microacoustique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Hamieh Tayssir	Professeur, Matériaux, Université Libanaise, Beyrouth (Liban)
Hacène Hocine	Professeur, Microbiologie, U.ST.H.B., Alger (Algérie)
Kara Hichem	Professeur, Biologie Marine, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Kharoubi Smail	Professeur, Médecine, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Kherici Nacer	Professeur, Hydrogéologie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Labaiz Mohamed	Professeur, Métallurgie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Ladjama Ali	Professeur, Biotechnologie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Laskri Mohamed T.	Professeur, Informatique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Makhlouf Amar	Professeur, Mathématiques, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Masmoudi Ahmed	Professeur, Energies renouvelables, E.N.S. Tunis (Tunisie)
Mazari Benyounes	Professeur, Electrotechnique, U.S.T.O, Oran (Algérie)
Merzoug Bachir	Professeur, Mécanique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Monteil André	Professeur, Physique, Université Angers (France)
Ouabadi Azziouz	Professeur, Géochimie, U.S.T.H.B. Alger
Quignard Jean-Pierre	Professeur, Biologie Marine, U.S.T.L. Montpellier (France)
Redjel Bachir	Professeur, Génie Civil, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Rostain Jean-Claude	Directeur de Recherches, Faculté de Médecine Nord, Marseille (France)
Sahnoune Zaidi	Professeur, Informatique, Université Mentouri Constantine (Algérie)
Sehili Tahar	Professeur, Chimie de l'Environnement, Université Mentouri, Constantine (Algérie)
Sissaoui Hocine	Professeur, Mathématiques, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Smagghe Guy	Professeur, Protection des Végétaux, Animale et environnement Université Gand (Belgique)
Soltani Noureddine	Professeur, Département de Biologie, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Taabni Mohamed	Professeur, Géomorphologie, Poitiers (France)
Tifouti Lakhdar	Professeur, Génie des Procédés, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)
Zouioueche Louisa	Professeur, Chimie Organique, Université Badji Mokhtar, Annaba (Algérie)

Instructions aux auteurs revue Synthèse

Nom(s) auteur(s)
Affiliation(s) auteur(s)
Email

Résumé

La page des résumés (une seule page, Police 10 TNR – Times New Roman- non gras, justifié ; en arabe police 11) doit rappeler le titre de l'article et comporter un résumé en anglais, en arabe et en français, chacun contenant environ 200 mots et suivi de cinq mots clés (écrits en minuscules TNR 10, italiques (police 11 en arabe et séparés par des tirets).

1. Introduction

L'article rédigé en arabe, français ou anglais. Il ne doit avoir fait l'objet d'aucune publication antérieure ni être simultanément soumis à d'autres revues ou journaux.

2. Format de l'article

Le manuscrit, ne devant pas excéder 20 pages est saisi en double interligne avec une police Times New Roman (taille 11 ; 14 en arabe) et un mode justifié. Le manuscrit, écrit en recto seulement, avec des marges de 3 cm, doit comprendre, dans l'ordre : une page de titre, une page de résumés, le texte, les références, une nomenclature et, éventuellement, des annexes. Toutes les pages doivent être numérotées. Les titres de chapitres sont numérotés selon la numérotation décimale (1. INTRODUCTION 2. MATERIEL ET METHODES 2.1 Matériel biologique ; 2.1.1 Position systématique ; 3. RESULTATS etc.). Les tableaux, avec leurs titres et les figures, avec leurs légendes, doivent être intégrés dans le corps du texte. Les abréviations, développées lors de la première citation, sont suivies d'un point abréviatif. Les parenthèses et les crochets ouvrants et fermants sont collés aux mots qui les suivent ou les précèdent.

Quand un auteur reprend une figure, une photographie ou un tableau provenant d'une autre publication, il doit indiquer l'origine du document, après avoir obtenu le droit de reproduction auprès de l'éditeur concerné. Tous les articles sont soumis à un comité de lecture. Seuls les articles ayant reçu un avis favorable des experts seront acceptés pour publication. Outre les articles relatant des contributions originales, la Revue des Sciences et de la Technologie publie aussi des contributions synthétisant un problème technique spécifique, l'état de l'art d'un thème ou une lettre à l'éditeur.

3. Titre principal

La page de titre contient :

Le titre de l'article doit être en minuscule (exemple : Etude de l'activité antibactérienne…), lequel doit être concis tout en étant explicite (police 14 TNR, gras et centré ; en arabe : police 16).

4. Nom(s) auteur(s) et affiliation(s)

Le nom et les prénoms (en entier) de chaque auteur (police 12 TNR non gras et centré; 14 en arabe)

Les coordonnées complètes (adresse et e-mail), ainsi que le nom de l'auteur correspondant (police 10 TNR non gras, italique et centré ; en arabe : police 12).

5. Police

Si la police Times New Roman n'existe pas sur votre éditeur de texte, utiliser la police la plus proche de celle-ci.

6. Equations et figures

Les équations doivent être soigneusement saisies dans l'éditeur d'équations Microsoft Equation 3.0. Quand il est fait référence aux équations dans le texte sous la forme : équation (1), elles doivent être numérotées en chiffres arabes entre parenthèses au bord de la marge droite. Les vecteurs et matrices doivent apparaître en caractères gras. Le logarithme décimal s'écrit log et le logarithme népérien ln. L'abréviation de exp (exponentielle) est le «e». Dans les expressions du type dx/dt le terme d (différentiel) est toujours en romain, tandis que la grandeur physique (x ou t) est toujours en italique. La virgule

décimale est à remplacer par le point décimal dans les textes en français, anglais ou arabe.

Figures et Tableaux

Toutes les figures, tableaux (lignes et colonnes) et iconographies (photos) doivent être cités dans le texte par leur numéro (chiffres arabe). On écrira figure 1 ou tableau 1 en toutes lettres dans le texte lorsque cela fait partie de la phrase, mais on écrira (Fig. 1) ou (Tab. 1) quand il s'agit d'un renvoi. Les figures (éléments d'une même figure doivent être regroupés) et tableaux seront numérotés en chiffres arabes croissant au fur et à mesure de leur apparition dans le texte (Police TNR 10 ; 12 en arabe justifié et non gras). Les tableaux ne doivent pas faire double emploi avec les figures.

7. Entête du premier niveau

Par exemple : "1. INTRODUCTION", doit être Times 11-points gras (en arabe : police 14 gras), tout en majuscule. Utiliser le point pour séparer le numéro de paragraphe du titre.

7.1. Entête de second niveau

Dans ce cas utiliser Times 11-points gras. En arabe, police 14 non gras

En tête de troisième niveau. Elle doit être sans numérotation ; nous n'encourageons pas l'utilisation d'un troisième niveau mais si c'est indispensable, utiliser une police en italique Times 10-points gras en italique (en arabe : police 14 non gras et italique).

8. Références

Les références sont numérotées par ordre croissant au fur et à mesure de leur apparition dans le texte, en chiffres arabes entre crochets, police Times New Roman taille 9. Toutes les références de la liste doivent correspondre à des références citées dans le texte dans l'ordre chronologique. Les titres des périodiques doivent être abrégés selon les normes officielles (cf. ISI, Current Contents, Physical Abstracts, etc.), éviter le plus possible les thèses locales et les colloques locaux et nationaux. Ecrire en toutes lettres les mots pour lesquels aucune abréviation n'est répertoriée. Le style et la ponctuation des références doivent être conformes aux modèles illustrés ci-dessous en indiquant tous les auteurs:

Références

Article de revue/journal

[1] Guo G., Park C.B., Lee Y.H., Kim Y.S. & Sain M., 2007. Flame retarding effects of nanoclay o, wood-fiber composites, *Polymer Engineering & Science*, Vol. 47 (3), 330-336.
Remarque: les noms des revues et/ou journaux doivent être écrits en entier

Chapitre d'ouvrage
[2] Dhadialla T.S., Retnakaran A. & Smagghe, G., 2005. Insect growth- and development- disturbing insecticides. In: *Comprehensive Molecular Insect Science* L.I. Gilbert, K. Iatrou, S.K. Gill (Eds), Elsevier- Pergamon, Oxford, UK, vol. 6, 55-116.

Ouvrage
[3] Montambeaux G. & Akkermans E., 2009. Physique mésoscopique des electrons. Ed. EDP Sciences. 189p.

Thèse de Doctorat
[4] Moreau J., 2009. Problèmes unilatéraux……. Thèse de Doctorat en …..Université de…., Pays. 160p.

Actes colloque ou congrès
[5] Kanninen M.F., Peggs I.D. & Popelar C.H., 1993. A methodology for forecasting the lifetimes of geomembranes that fail by slow crack growth, Proceedings of Geosynthetics'93, Vancouver, Canada, 831-844.

Sommaire

La bio-indication de la pollution aquatique par les microalgues (Cas de l'Oued "Bounamoussa" et du Lac des" Oiseaux")
Asma Necib, Houda Rezig & Larbi Boughediri 6

Etude de l'équation de Navier-Stokes stochastique non homogène
Mohamed Lakhdar Hadji 15

Contribution à l'étude de la flore lichénique dans la zéenaie de Bougous (forêt de Ramel Toual) au niveau du Parc National d'El Kala Nord Est Algérien.
Abderachid Slimani, Ali Ahmed Monia Serradj, Tarek Hamel & Clother Coste.....22

Valorisation du laitier granulé et de la poudre de verre dans les bétons autoplaçants (BAP)
Tahar Ali-Boucetta, Mourad Behim & Walid Laifa 30

Etude de la faisabilité d'un composite à matrice cimentaire renforcé de fibres de jute
Souad Menadi, Amar Benazzouk, Omar Douzane, Mouloud Merzoud, Mohamed Fouzi Habita & Thierry Langlet.....40

Impact du déversement direct des eaux usées et de drainage dans la nappe libre de l'Oued Souf et son influence sur la qualité des eaux souterraines
Abdelmalek Drouiche, Salah Chaab & Salim Khechana 50

Formulation des bétons autoplaçants : Optimisation du squelette granulaire par la méthode graphique de Dreux – Gorisse
Fatiha Boumaza - Zeraoulia & Mourad Behim.....63

Modélisation mathématique et numérique d'un capteur stockeur d'énergie solaire
Ammar Abdelli, Hocine Sissaoui, Tidjani Bouchami & Mahièddine Berkani.....73

Administering ketoconazole (25mg/Kg) for 14 days in male wistar rat provokes testicular damage accompanied by changes in testosterone levels and immune function
Kamilia Guedri, Hacène Frih**,** Aziez Chettoum, Asma Latreche, Leila Sahraoui, Nadia…… Boukhris & Abdelkrim Tahraoui.....82

Interpolation par fonctions B – splines pour le calcul des indices de rétention en programmation de température : application à un mélange de phénols tests séparés sur des colonnes garnies de Tenax – GC modifié
Djelloul Messadi, Mohamed Lotfi Souici & Leila Lourici 89

Caractérisation des émulsions doubles (huile dans eau dans huile) stabilisées avec du caseinate de sodium
Faiza Benaissa & Nadji Moulai Mostefa.....99

©UBMA - 2013

La bio-indication de la pollution aquatique par les microalgues (Cas de l'Oued "Bounamoussa" et du Lac des" Oiseaux")

Asma Necib*, Houda Rezig & Larbi Boughediri

Laboratoire de Recherche en Biologie Végétale et Environnement, Faculté des Sciences, Département de Biologie. Université Badji Mokhtar, BP 12,23000 Annaba, Algérie

Révisé le 08/11/2012
Accepté le 30/01/2013

ملخص

البيئات المائية معقدة، هشة، متنوعة وتحكمها القوانين الفيزيائية الدقيقة. الطحالب التي تعيش بها في توازن غير مستقر ومرتبطة بها ارتباطا كليا. الأنواع الأكثر تسامحا تتكيف مع ولوج مادة خارجية أو تغيرات فيزيوكميائية. استخدمنا الطحالب المجهرية كمؤشرات بيولوجية لتلوث المياه في محطتين: واد بوناموسة وبحيرة الطيور التي تترجم مستوى التلوث في عينات المياه طبقا لطريقة مؤشر التلوث العضوي في البيئات المائية المقترح من طرف Palmer (1969). الملاحظة المورفولوجية المتحصل عليها سمحت لنا بإحصاء 20 جنسا. تم تسجيل 10 أجناس في واد بوناموسة: *Navicula, Melosira Closterium Chlorella, Synedra, Gomphonema, Lepocinclis, Euglena, Microcystis* و . *Scenedesmus* أما على مستوى بحيرة الطيور فقد تم تسجيل 17 جنسا: *Phormidium, Microcystis, Aphanizomenon, Ankistrodesmus Merismopedia, Cylindrospermum, Anabaena, Gomphonema, Cyclotella, Phacus, Synechocystis, Pediastrum, Closterium, Chlorella, Synedra, Navicula,* و*Scenedesmus*. كما أظهرت النتائج التي سجلت أعلى نسبة في بحيرة الطيور(مؤشر12) يليها واد بوناموسة (مؤشر9) وفقا لمؤشرPalmer (1969) أن هناك انخفاض في التلوث العضوي في واد بوناموسة ومع ذلك يعتبر التلوث في بحيرة الطيور بواسطة المواد العضوية قريب من المتوسط.

الكلمات المفتاحية: *التلوث العضوي - الطحالب المجهرية - المؤشرات البيولوجية - أصناف الطحالب المقاومة للتلوث – مؤشر Palmer (1969)*

Résumé

Les milieux aquatiques continentaux sont des écosystèmes complexes, fragiles et régis par des lois physico-chimiques précises. Les microalgues qui les colonisent vivent en équilibre instable et en dépendent totalement. Les genres les plus tolérants s'adaptent à l'entrée d'une substance exogène ou à une modification des paramètres physico-chimiques. Nous avons utilisé des microalgues comme indicatrices biologiques de la pollution aquatique dans deux hydrosystèmes : L'oued "Bounamoussa" et le Lac des "Oiseaux" (W. El-Tarf). La méthode appliquée est celle de l'indice de pollution organique préconisée par Palmer (1969) qui consiste à traduire le niveau de la contamination dans les échantillons de l'eau. L'observation des caractères morphologiques des microalgues récoltées nous a permis de recenser 20 genres. Nous avons enregistré 10 genres dans l'Oued "Bounamoussa": *Microcystis, Euglena, Lepocinclis, Gomphonema, Melosira, Navicula, Synedra, Chlorella, Closterium* et *Scenedesmus.* Au niveau du Lac des "Oiseaux", nous avons noté l'existence de 17 genres: *Aphanizomenon, Anabaena, Cylindrospermum, Merismopedia, Microcystis, Phormidium, Synechocystis, Phacus, Cyclotella, Gomphonema, Navicula, Synedra, Ankistrodesmus, Chlorella, Closterium, Pediastrum* et *Scenedesmus*. Les résultats montrent que les densités algales les plus élevées sont enregistrées dans le Lac des "Oiseaux", suivi de l'Oued "Bounamoussa". Selon l'indice de pollution de Palmer (1969), nous avons constaté qu'il existe une faible pollution organique (indice = 9) au niveau de l'Oued "Bounamoussa". En revanche, la contamination dans le site du Lac des "Oiseaux" par la matière organique est considérée comme moyenne (indice = 12).

Mots clés: *Pollution organique - Microalgues - Bioindication - Genres tolérants d'algues - Indice de Palmer (1969).*

Abstract

Continental aquatic environments are complex, fragile and governed by specific physico- chemical ecosystems laws. Microalgae that colonize living precariously and totally dependent. The most tolerant genera adapt to the input of an exogenous substance or a change in physico-chemical parameters. We used microalgae as biological indicators of water pollution in two sites: Bounamoussa's River and Lake of the Birds (W.Tarf). The method applied is the index of organic pollution recommended by Palmer (1969), which is to translate the level of contamination in water samples. The observation of morphological characteristics of collected microalgae allowed us to identify 20 genera. We recorded 10 genera in Bounamoussa's River: *Microcystis, Euglena, Lepocinclis, Gomphonema, Melosira, Navicula, Synedra, Chlorella, Closterium* and *Scenedesmus.* At the Lake of the Birds, we noted the existence of 17 genera: *Aphanizomenon, Anabaena, Cylindrospermum, Merismopedia, Microcystis, Phormidium, Synechocystis, Phacus, Cyclotella, Gomphonema, Navicula, Synedra, Ankistrodesmus, Chlorella, Closterium, Pediastrum* and *Scenedesmus*. The results show that the highest algal densities are recorded in the Lake of the Birds, followed by the Bounamoussa's River. According to the pollution index Palmer (1969), we found that there is little organic pollution (index = 9) at Bounamoussa's River. However, the contamination at the site of the Lake of the Birds by organic matter is considered average (index = 12).

Keywords: *Organic pollution - Microalgae - Bioindication – Pollution tolerant genera of algae - Palmer index (1969).*

**Auteur correspondant : sama.nb@hotmail.fr*

©UBMA - 2013

1. INTRODUCTION

La qualité des eaux dans le monde a connu, ces dernières années, une grande détérioration, et ce, à cause des rejets industriels non contrôlés, l'utilisation intensive des engrais chimiques dans l'agriculture et l'exploitation abusive et irrationnelle des ressources aquatiques.
D'une manière générale, la pollution de l'eau est devenue un problème d'actualité qui touche tous les pays. Ses conséquences sont traduites, d'une part, par la dégradation souvent irréversible de l'écosystème, d'autre part, par une raréfaction de cette ressource précieuse et vitale.

La première source de pollution des hydrosystèmes provient des matières organiques, notamment les excréments humains. Ces polluants saturent l'eau, empêchent le fonctionnement naturel des écosystèmes et introduisent des micro-organismes pathogènes qui transmettent des maladies à l'homme si l'eau n'a pas été épurée au préalable avant toute consommation**.**

Il est parfois utile et judicieux d'utiliser des organismes vivants dont on connaît la sensibilité et les exigences écologiques pour juger de l'état d'un environnement et de ses perturbations. C'est surtout pour la pollution atmosphérique et aquatique que la méthode des indicateurs biologiques peut s'avérer précieuse [1].

A cet égard, de nombreuses microalgues possèdent la capacité de survivre dans des eaux polluées, ce qui les rend des indicatrices de pollution.
Parmi les travaux réalisés dans ce sens, on note ceux de Hamada et *al*. au niveau de l'Oued Boufakrane au Maroc [2] et Saikia et *al*. dans un plan d'eau d'Elenga en Inde [3].

L'objectif de ce travail est d'estimer le degré de pollution organique par le biais des microalgues dans deux sites ; le premier un cours d'eau « l'Oued "Bounamoussa" » et le deuxième, un milieu stagnant « le Lac des Oiseaux », en se basant sur la méthode de Palmer [4].

2. MATERIEL ET METHODES

2.1 Présentation de la zone d'étude

L'Oued "Bounamoussa"

L**'**oued "Bounamoussa" coule dans la partie Sud-est d'Annaba en formant des méandres avec un lit assez encaissé dans les alluvions quaternaires.
Avant de sortir des monts de la Cheffia (W. El-Tarf), l'Oued draine la petite plaine de"Asfour" (W. El-Tarf) qui vient se rattacher à la plaine d'Annaba à l'Est de Zerizer (W. El-Tarf), avant d'atteindre la zone dunaire. Il présente une jonction avec l'Oued "Mafregh" qui traverse les dunes pour se jeter dans la mer méditerranée. Cependant, l'embouchure reste relativement à faible débit, fermée par une barrière sablonneuse.
D'après les services de l'hydraulique de la Wilaya d'El-Tarf (W. El-Tarf), la superficie du milieu lotique est estimée à 16, 324 ha.

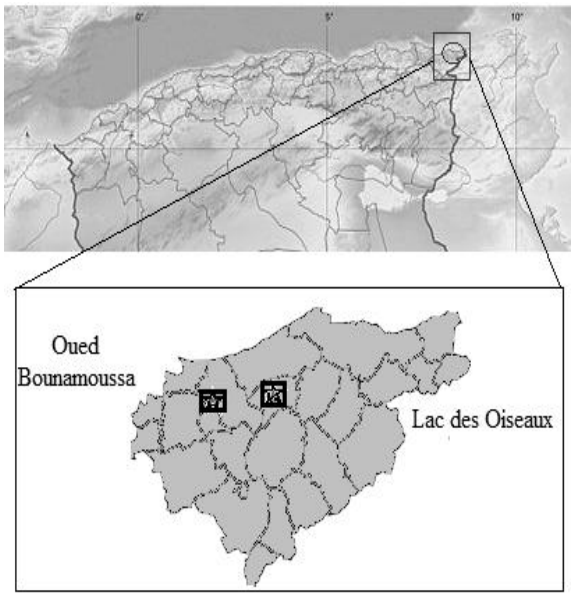


Figure 1. Localisation géographique des deux sites d'étude (Carte topographique de l'Algérie, modifiée)

Trois stations de prélèvement des échantillons d'eau ont été retenues (Photo 1):

- Station de Pont "Ben M'hidi" (W. El-Tarf) (B_1)**,** située à 1 km à l'Est de Ben M'hidi. Elle est choisie dans la partie saumâtre de l'Oued dont les berges sont très élevées.

- Station de "Asfour" (B_2)**,** situé à 3 km au Sud du village de "Asfour" au lieu dit « El Herbah ». Les berges sont sableuses avec une couverture végétale dense.

- Station de Bouhadjar (B_3)**,** situé 100 m avant le Barrage Cheffia.

©UBMA - 2013

-B_1- **- B_2-** **-B_3-**

Photo 1. Vue des 3 stations de prélèvement dans l'Oued "Bounamoussa"

Le Lac des "Oiseaux"

Le Lac des Oiseaux est situé à 45 Km de part et d'autre des villes d'El Kala et d'Annaba. Ses coordonnées géographiques à une longitude de 36°42' N et une latitude de 08°07' E, et fait partie de la commune du Lac des "Oiseaux", Daïra de "Boutheldja" et Wilaya d'El Tarf [5].

Les trois stations de prélèvement des échantillons d'eau sont situées au bord du lac près de la zone d'agglomération d'"El-Meknana", et espacées entre elles de 200 m (Photo 2).

-Os_1- **-Os_2-** **-Os_3-**

Photo 2. Vue des 3 stations de prélèvement du Lac des "Oiseaux"

2.2 Prélèvement des échantillons

La récolte des échantillons d'eau dans les stations retenues a été réalisée durant les mois d'avril et mai 2011 à raison d'une sortie par mois entre 9 h et 13 h.
Cette opération consiste à prélever dans une bouteille 0,5 litre de l'eau de surface, à laquelle on ajoute 2.5 ml de lugol basique concentré et ce, pour une meilleure conservation des cellules phytoplanctoniques [6]. On laisse le tout décanter pendant 24h, puis on procède à l'identification systémique et au comptage [7].

2.3 Analyse des paramètres physico-chimiques de l'eau

Les paramètres physico-chimiques mesurés sont la température de l'eau, le pH et la conductivité électrique.
La température de l'eau a été mesurée à l'aide d'un thermomètre *in situ*, le pH à l'aide de micro-computer pH-mètre (HI 8424) et la conductivité électrique à l'aide d'un Conductimètre (HI 8733) ont été mesurés au niveau du laboratoire.

2.4 Identification et dénombrement des microalgues récoltées

À l'aide d'une pipette, un volume de 0,1ml d'échantillon d'eau mis à sédimenter est prélevé, puis placé entre lame et lamelle. Le comptage des cellules d'algues réalisé sur les parcours horizontaux est effectué sur toute la longueur et la largeur de la lamelle (50 mm x 24 mm). Le dénombrement est réalisé selon la méthode décrite par Palmer [4] au microscope photonique (Zeiss) au grossissement (X10) puis (X40). Afin de minimiser l'erreur, 3 lames sont dénombrées pour chaque échantillon et seules les valeurs moyennes sont prises en considération.

Détermination de la densité algale.

Selon Palmer [4], une microalgue est appelée "présente" si sa densité est ≥ à 50 cellules ml^{-1}.

©UBMA - 2013

Les indices de pollution de la présence de microalgue sont ensuite additionnés. Un score de 20 ou plus pour un échantillon est considéré comme une preuve de la pollution organique élevée. Tandis qu'un score compris entre 15-19 est considéré comme une preuve probable de la pollution organique. Les chiffres plus faibles indiquent que la pollution organique de l'échantillon n'est pas élevée. Toutes les microalgues non listées ont un indice zéro.

La formule appliquée pour calculer la densité algale d'un genre est la suivante :

$$\begin{array}{l} n \longrightarrow v \\ x \longrightarrow 1\ ml \end{array} \Longrightarrow x = \frac{1 \times n}{v}$$

n : nombre d'individus d'un même genre ;
v : volume d'échantillon de l'eau (0,1 ml) ;
x : densité algale (ind/ml).

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Les paramètres physico-chimiques

Le tableau 1 regroupe les résultats des paramètres physico-chimiques étudiés au niveau des sites.

Tableau 1. Paramètres physico-chimiques mesurés au niveau des deux sites d'étude.

Paramètres / Sites		**Température (°C)**		**pH**		**Conductivité électrique (µS)**	
		Prélèvement	**m ± sd**	**Prélèvement**	**m ± sd**	**Prélèvement**	**m ± sd**
Oued Bounamoussa	B_1	23.0	22.0 ± 2.0	7.48	7.84 ± 0.83	200	366 ± 300
	B_2	21.0		8.30		500	
	B_3	22.0		7.73		400	
Lac des Oiseaux	Os_1	27.0	28.5 ± 2.5	8.13	7.87 ± 0.45	300	467 ± 500
	Os_2	29.0		7.68		800	
	Os_3	29.5		7.85		300	

La température

Le tableau 1 montre que la température moyenne varie entre 22.0 ± 2.0 °C au niveau de l'Oued Bounamoussa et 28.5 ± 2.5 °C au niveau du Lac des Oiseaux.

La différence de température entre les stations de chaque milieu est très faible dans l'ensemble des sites et l'écart ne dépasse pas 2,50°C. Cette situation témoigne, donc, d'une homogénéité de température au niveau des stations.
La comparaison entre les deux milieux permet de constater que les eaux du lac sont légèrement plus chaudes que celle de l'Oued.

Le pH

La valeur du pH donne des indications sur l'acidité ou l'alcalinité de l'eau. C'est l'un des facteurs les plus importants de la qualité de l'eau et, aussi, un élément déterminant pour définir le caractère agressif d'une eau.

À la lumière des résultats obtenus, il en ressort que les eaux ont un pH qui varie entre 7.84 ± 0.83 à Oued Bounamoussa et 7.87 ± 0.45 au Lac des Oiseaux. Ce qui montre le caractère alcalin de ces eaux.

La conductivité électrique

Ce paramètre lié à la présence d'ions dans l'eau, augmente avec la concentration en sels ioniques dissous.

Les valeurs obtenues varient entre 366 ± 300 µS à Oued Bounamoussa et 467 ± 500 µS au Lac des Oiseaux. Ce qui prouve que leurs eaux sont moyennement chargées en sels.

©UBMA - 2013

3.2 Identification et dénombrement des microalgues

L'observation des caractères morphologiques des microalgues récoltées dans les différentes stations nous a permis d'identifier 20 genres selon Bourrelly [8], certains d'entre eux se présentent sous forme cellulaire: *Merismopedia, Microcystis, Synechocystis, Euglena, Lepocinclis, Phacus, Cyclotella, Gomphonema, Navicula, Synedra, Chlorella, Closterium, Pediastrum* et *Scenedesmus.* Les autres ont une forme filamenteuse: *Aphanizomenon, Anabaena, Cylindrospermum, Phormidium*, *Melosira* et *Ankistrodesmus.*

Le tableau 2 présente la densité des genres recensés et leur répartition dans les différentes stations étudiées.

Tableau 2. Densité des genres recensés (en individu.ml^{-1}) dans les deux sites étudiés.

		Sites					
Classes	Genres	Oued Bounamoussa			Lac des Oiseaux		
		B_1	B_2	B_3	Os_1	Os_2	Os_3
Cyanophyceae	*Aphanizomenon*	-	-	-	-	-	120
	Anabeana	-	-	-	10	120	-
	Cylindrospermum	-	-	-	-	-	100
	Merismopedia	-	-	-	-	-	290
	Microcystis	2020	240	470	860	320	1060
	Phormidium	-	-	-	-	-	50
	Synechocystis	-	-	-	-	-	60
Euglenophyceae	*Euglena*	120	-	-	-	-	-
	Lepocinclis	2460	-	-	-	-	-
	Phacus	-	-	-	120	50	-
Diatomophyceae	*Cyclotella*	-	-	-	-	30	-
	Gomphonema	100	20	80	90	110	90
	Melosira	30	-	-	-	-	-
	Navicula	60	-	-	60	270	460
	Synedra	140	90	160	160	480	150
Chlorophyceae	*Ankistrodesmus*	-	-	-	-	80	-
	Chlorella	60	-	-	-	1140	-
	Closterium	10	-	40	130	260	400
	Pediastrum	-	-	-	-	20	-
	Scenedesmus	10	-	90	100	670	270
Total des stations		5010	350	840	1530	3550	3050
Moyenne des stations		2067			2710		

©UBMA - 2013

Au total des genres identifiés, on note que les peuplements sont distribués entre quatre classes: *Cyanophyceae, Euglenophyceae, Diatomophyceae et Chlorophyceae*.

La figure 2 montre que la classe des *Cyanophyceae* a la contribution la plus élevée avec des pourcentages de 44.03 et 36% respectivement au niveau de l'"Oued Bounamoussa" et du Lac des "Oiseaux".

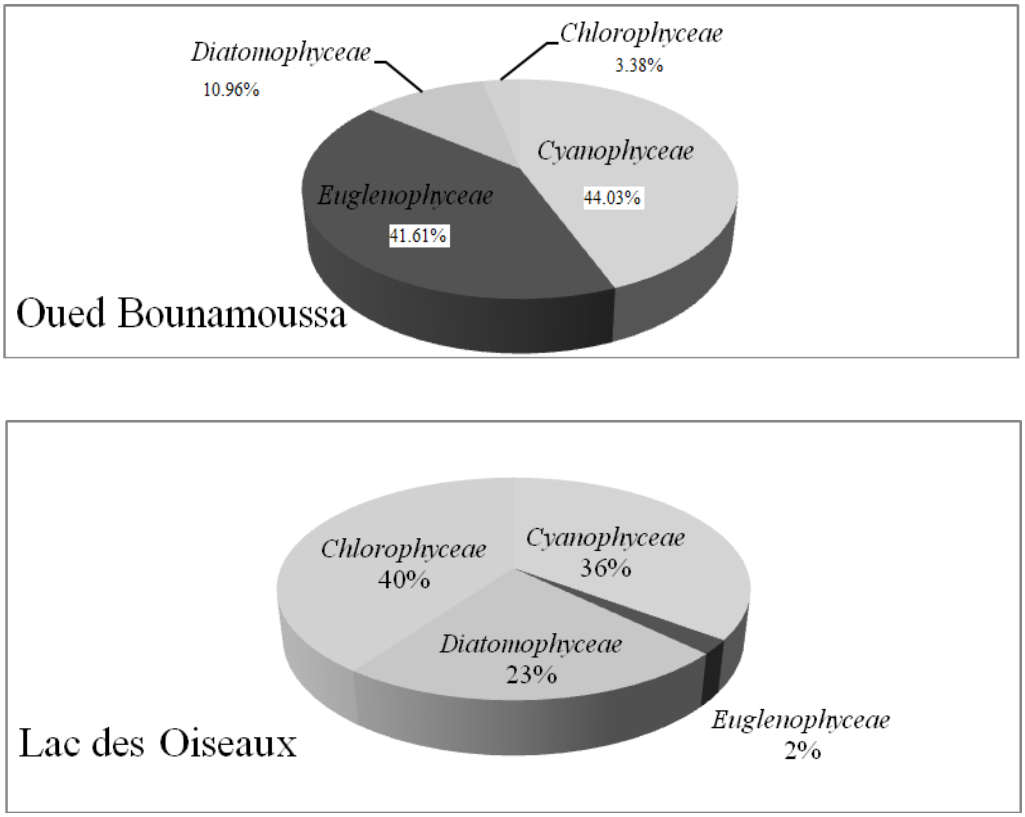


Figure 2. Composition des peuplements des microalgues au niveau des deux sites.

Les *Cyanophyceae* sont présentes dans tous les milieux terrestres et aquatiques salés ou non, grâce à leur grande tolérance vis à vis les conditions de vie et les caractéristiques de ces milieux [9]**.**

Les genres *Aphanizomenon, Anabeana, Cylindrospermum, Merismopedia, Phormidium et Synechocystis*, sont spécifiques du Lac des "Oiseaux"; ils sont totalement absents dans l'Oued.

Une étude réalisée dans le bassin Artois-Picardie (France) [10]**,** estime que certains genres de *Cyanophyceae* tels *Aphanizomenon, Cylindrospermum* ont tendance à apparaître préférentiellement dans des masses d'eau plus ou moins stagnantes comme les lacs.

Pour la classe des *Diatomophyceae*, leurs pourcentages de contribution sont respectivement de 23% pour le Lac des "Oiseaux" et de 10% pour l'Oued "Bounamoussa".
Certains auteurs [11, 12] signalent que les diatomées préfèrent les cours d'eau minéralisés, et sont moins sensibles aux proportions ioniques qu'à la quantité absolue d'ions dans leur milieu**.** De plus, ils ont remarqué, que les *Diatomophyceae* colonisent les eaux douces, les eaux saumâtres et même les eaux salées.

Le pourcentage des *Euglenophyceae* est élevé dans l'Oued "Bounamoussa" (41%), par contre il est faible et ne dépasse pas 2% dans le Lac des "Oiseaux". Cette classe est connue par certains genres fréquents dans les eaux polluées comme *Euglena, Phacus* et *Lepocinclis* au niveau de station B_1 de l'Oued Bounamoussa.

Les *Chlorophyceae* ont enregistré aussi une abondance relativement élevée (40%) dans le Lac des "Oiseaux", mais leur contribution est faible dans l'Oued "Bounamoussa" (4%).

©UBMA - 2013

Toutefois, l'apparition de la classe *Chlorophyceae* avec un pourcentage faible, pourrait être due à la forte présence de la classe des *Cyanophyceae* au niveau de l'Oued Bounamoussa. D'après Collectif [13], la présence de *Cyanophyceae* perturbe la croissance des autres groupes d'algues, principalement les *Chlorophyceae*, par compétition vis-à-vis de deux éléments vitaux, la lumière et les sels minéraux, principalement le phosphore et l'azote.

3.3 Effet des paramètres physico-chimiques sur la densité des microalgues

Effet de la température

La confrontation des tableaux 2 et 3 révèle des relations entre la température et la densité microalgale. C'est ainsi que la station du Lac des "Oiseaux" où la température est la plus élevée, présente une densité plus importante.
Selon Gayral [14], la température est un des facteurs les plus importants qui permettent à une espèce donnée d'apparaître, d'atteindre un développement maximal et enfin de disparaître à des périodes de l'année déterminées.

Effet du pH

D'après les tableaux 2 et 3, il est noté une absence de relation entre le pH et la densité des microalgues. Ce résultat pourrait être lié à l'éthologie de chaque genre. En effet, certains genres prolifèrent dans des milieux acides, alors que d'autres préfèrent des milieux alcalins. Par ailleurs, dans les milieux à fortes teneurs en éléments acides tel que le phosphate, certains genres sont absents. En effet, selon Carlsson et Granéli [15] les *Diatomophyceae* telles que *Navicula, Cyclotella, Synedra, Melosira* dominent dans les eaux à pH basiques. En revanche, l'abondance de la classe des *Chlorophyceae* est due au pH acide qui favorise leur croissance [16]. Par exemple, le taxon *Scenedesmus* se développe en milieu légèrement acide. Ce genre reflète la capacité d'adaption dans des milieux alcalins.
Nos résultats confirment cette constatation surtout dans la station Os_1 (pH = 8.13) où un nombre considérable de ce genre a été retrouvé (100 ind/ml). Cependant, l'hypothèse posée, quant à l'influence du pH sur l'abondance des microalgues, reste à vérifier sur des échantillons de grandes tailles [7].

3.4 Evaluation de la pollution organique selon l'indice de Palmer

Le tableau 3 montre les valeurs de l'indice de pollution de Palmer. Parmi les 20 genres qui ont été présentés par Palmer [4] comme bioindicateurs de la pollution organique, nous en avons recensé 15 dans les deux milieux étudiés.

Le tableau 3 montre aussi, que les résultats ne sont pas identiques dans les différents sites de prélèvement de l'Oued "Bounamoussa", indiquant différents niveaux de pollution organique. La station de Ben M'Hidi (B_1) montre un score supérieur à 15 d'où une pollution moyenne. Par contre, les deux stations d'Asfour (B_2) et Bouhadjar (B_3) sont caractérisées par une faible pollution avec des indices de 3 et 8 respectivement.

Les indices de pollution de l'Oued "Bounamoussa" peuvent être concluants, du fait que l'eau de "Asfour" subit une pré-décantation due à son faible écoulement avant d'être polluée dans la région de Ben M'Hidi.

Quant au Lac, nous avons enregistré au niveau des stations Os_1 et Os_3 des indices de 14 et 15, ce qui signifie qu'ils sont proches d'une pollution moyenne. Dans la station Os_2, la pollution est moyenne (17) mais se rapproche du seuil d'une forte pollution organique. Les indices sont élevés, parce que l'eau est stagnante et reçoit tous les déchets y compris les eaux usées de la commune. En plus, ces eaux sont peu profondes.

La figure 3 présente les valeurs de l'indice de pollution organique des stations prospectées au niveau des deux sites étudiés.
Selon l'échelle de Palmer [4], on note que les indices de pollussion l'Oued "Bounamoussa" ne dépassent pas le score 15, ce qui indique que ce site est en dessous du niveau de la pollution organique.

Pour le Lac des "Oiseaux", on note une pollution moyenne due essentiellement à sa localisation près d'une agglomération, caractérisée par une grande activité humaine, une grande circulation routière et un milieu favorable aux oiseaux migrateurs qui rendent le milieu pollué.

©UBMA - 2013

Tableau 3. Genres de microalgues tolérants à la pollution (Indice de pollution de Palmer dans l'ordre décroissant) trouvés dans les échantillons des eaux de l'Oued "Bounamoussa" et du Lac des "Oiseaux".

Genre	Indice de pollution (Palmer, 1969)	Oued Bounamoussa			Lac des Oiseaux		
		B_1	B_2	B_3	Os_1	Os_2	Os_3
Euglena	5	+ (5)	-	-	-	-	-
Oscillatoria	5	-	-	-	-	-	-
Chlamydomonas	4	-	-	-	-	-	-
Scenedesmus	4	-	-	+ (4)	+ (4)	+ (4)	+ (4)
Chlorella	3	+ (3)	-	-	-	+ (3)	-
Navicula	3	+ (3)	-	-	+ (3)	+ (3)	+ (3)
Nitzschia	3	-	-	-	-	-	-
Ankistrodesmus	2	-	-	-	-	-	+ (2)
Phacus	2	-	-	-	+ (2)	+ (2)	-
Stigeoclonium	2	-	-	-	-	-	-
Synedra	2	+ (2)	+ (2)	+ (2)	+ (2)	+ (2)	+ (2)
Anacystis	1	+ (1)	+ (1)	+ (1)	+ (1)	+ (1)	+ (1)
Closterium	1	-	-	-	+ (1)	+ (1)	+ (1)
Cyclotella	1	-	-	-	-	-	-
Gomphonema	1	+ (1)	-	+ (1)	+ (1)	+ (1)	+ (1)
Lepocinclis	1	+ (1)	-	-	-	-	-
Melosira	1	-	-	-	-	-	-
Micractinium	1	-	-	-	-	-	-
Pandorina	1	-	-	-	-	-	-
Phormidium	1	-	-	-	-	-	+ (1)
Total		**16**	**3**	**8**	**14**	**17**	**15**

(+) : Présence et (-) : Absence

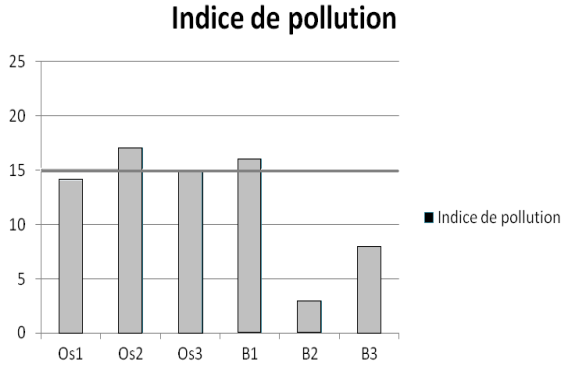


Figure 3. Indice de pollution organique calculé au niveau des stations étudiées.

La distribution des classes des microalgues au niveau du Lac des "Oiseaux" montre la dominance des *Chlorophyceae* (40 %) et des *Cyanophyceae* (36 %) malgré sa pollution organique (Indice = 15). Nos résultats ne confirment pas ceux de Saikia *et al.* [3] qui ont remarqué que les stations polluées sont dominées par les *Euglenophyceae* et les *Cyanophyceae*, les *Chlorophyceae* sont par contre fréquentes dans les milieux peu pollués.

5. CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Pour évaluer l'état de salubrité des cours d'eau, le suivi environnemental des eaux consiste à utiliser différents outils basés sur des mesures physiques, chimiques ou biologiques, permettant de déterminer la nature des perturbations qu'un cours d'eau peut subir. L'approche physico-chimique est largement utilisée depuis que l'on s'intéresse au suivi environnemental des cours d'eau et des lacs.

©UBMA - 2013

Dans ce travail préliminaire, nous avons essayé d'utiliser les microalgues comme des bioindicatrices du degré de salubrité selon l'indice de pollution organique de Palmer [4] dans deux sites d'échantillonnage concernant une eau courante (Oued "Bounamoussa") et une eau stagnante (Lac des Oiseaux).

Selon les résultats obtenus, les taxons pouvant être utilisés comme indicateurs de la qualité de l'eau selon l'indice de pollution organique de Palmer [4] sont: *Scenedesmus, Chlorella, Closterium, Navicula, Synedra, Melosira, Gomphonema, Cyclotella, Euglena, Phacus, Lepocinclis, Microcystis, Phormidium* et *Ankistrodesmus.*

Il en découle que l'Oued "Bounamoussa" possède une faible contamination organique, alors que le Lac des "Oiseaux" présente une contamination organique proche du seuil d'une forte pollution.

L'usage des bioindicateurs constitue un instrument d'investigation irremplaçable dans le domaine de la recherche sur la pollution en général et en particulier dans la conservation des écosystèmes aquatiques. La bio-indication par les microalgues est donc, un complément indispensable aux analyses physico-chimiques.

En perspective, une étude approfondie couvrant toutes les saisons de l'année reste indispensable pour déterminer les effets des paramètres liés aux conditions climatiques des saisons sur la densité microalgale.

REFERENCES

[1] Garrec J.P. & Van Haluwyn C., 2002. Biosurveillance végétale de la qualité de l'air. Ed. Tec et Doc. 117p.

[2] Hamada S., Dakki M., Fakhaoui M. & Elgbani M.A., 1996. Typologie spatio-temporelle et valeurs indicatrices des algues benthiques de l'Oued Boufakrane (Maroc). *Bulletin* de l'*Institut Scientifique* (Rabat), (20), 155-162.

[3] Saikia M.K., Kalita S. & Sarma G.C., 2010. Indices algaux pour évaluer la pollution causée par l'usine de papiers d'Elenga Beel (Wetland) Assam (Inde). *Asian Journal of Experimental Biological Sciences*, Vol. 1(4), 815-821.

[4] Palmer C. M., 1969. A composite rating of algae tolerating organic pollution. *Journal of Phycology*, Vol. 5 (1), 78-82.

[5] M.A.D.R., Ministère de l'Agriculture et du Développement Rural - Direction Générale des Forêts, 2003. Fiche descriptive sur les zones humides Ramsar « La Réserve Naturelle du Lac des Oiseaux, Wilaya d'El Tarf ». 5p.

[6] Druart J.C., Robert M. & Tadonleke R., 2005. *In* : Amri S., Branes Z. & Oudra B., 2010. Inventaire des cyanobactéries potentiellement toxiques dans la tourbière du Lac noir « Parc National d'El-Kala » (Algérie). *Revue Microbiologie Industrielle Santé et Environnement,* Vol. 4(1), 49-68.

[7] Amri S., Branes Z. & Oudra B., 2010. Inventaire des cyanobactéries potentiellement toxiques dans la tourbière du Lac noir « Parc National d'El-Kala » (Algérie). *Revue Microbiologie Industrielle Santé et Environnement,* Vol. 4(1), 49-68.

[8] Bourrelly P., 1985. Les algues d'eau douce, les algues bleues et rouges. Vol lll Boubée. Eds, Paris. 606p.

[9] Brientl L., Legeas M., Leitat O. & Peiger P., 2004. Etude interrégionnale grand Ouest sur les cyanobactéries en eau douce. Rapport Université de Rennes ; Bi- Eau, ENSP, 49p.

[10] Anonyme, 2004. Jeu de fiches descriptives des espèces végétales exotiques et indigènes susceptibles de proliférer dans le bassin Artois-Picardie (France): Les espèces animales et végétales susceptibles de proliférer dans les milieux aquatiques et subaquatiques. Diplôme d'Etudes Supérieures Spécialisées, Gestion des Ressources Naturelles Renouvelables Tiphaine Saint-Maxent (France) (2001-2002). 22p.

[11] Roux M., Servant-Vildary S. & Servant M., 1991. Inferred ionic composition and salinity of a Bolivian Quaternary Lake as estimated from fossil diatoms in the sediments. *Hydrobiologia*, Vol. 210 (1-2), 3-18.

[12] Sylvester F., Servant-Vildary S. & Roux M., 2001. Diatom based ionic concentration and salinity models from the South Bolivian Altiplano. *Journal of Paleolimnology*, Vol. 25, 279-295.

[13] Collectif, 1997. Biologie et écologie des espèces végétales proliférant en France. Synthèse bibliographique, *In* : Les études de l'Agence de l'eau (France), n°68. 199p.

[14] Gayral P., 1975. Les algues : Morphologie, Cytologie, Reproduction et Ecologie. Ed. Doin. 166p.

[15] Carlsson P. & Granéli E., 1999. Effects of N: P: Si ratios and zooplankton grazing on phytoplankton communities in the northern Adriatic Sea II: Phytoplankton species composition. *Aquatic Microbial Ecology*, Vol. (18), 55-65.

[16] Reyssac O., 1970. Phytoplancton et production primaire au large de la Côte-d'Ivoire, *Bulletin de l'Institut Fondamental d'Afrique Noire, Série A,* Vol. 32 (4), 869-981.

©UBMA - 2013

Etude de l'équation de Navier-Stokes stochastique non homogène

Mohamed Lakhdar Hadji

Laboratoire de Probabilité et Statistique, Département de Mathématiques,
Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba, Algérie.

Révisé le 28/06/2013
Accepté le 10/04/2013

ملخص
الهدف من هذا البحث هو دراسة إيجادية ووحدانية حل معادلات نيفي ستوكس غير المتجانسة حسب الطريقة المباشرة لفايدو قيليركنغ[1]في البحث نعتبر مشكل سائ، التركيز يتغير حسب الوقت اوخليط من عدة سوائل. في هذه الدراسة، نقدم نتائج تحليلية و عددية في حالة مإذا القوة الخارجية لها تذبذب عشوائي.

الكلمات المفتاحية : *ميكانيك السوائل - معادلات عشوائية - الطريقة لي فايدو قيليركنغو.*

Résumé
Le travail de cet article consiste à étudier l'existence et l'unicité de la solution des équations de Navier-Stokes stochastiques et non homogènes selon une méthode directe due à Faedo-Galerkin [1]. Cette méthode consiste à approcher les solutions de ces équations dans un espace de dimension finie. Dans ce présent travail, nous considérons un problème d'un fluide où la concentration change avec la variable temporelle ou bien le mélange de deux fluides de différentes concentrations. Dans notre étude, nous présentons des résultats analytiques et numériques pour le cas où la force extérieure est soumise à une perturbation aléatoire.

Mots clés : *Mécanique des fluides - Equations Stochastiques - Méthode de Faedo - Galerkin.*

Abstract
The work of this paper consists in studying the existence and the uniqueness of the solution of the non-homogenous stochastic equation of Navier-Stokes, according to a direct method, namely the Faedo-Galerkin Method [1]. This method is based on seeking approximated solutions in a finite dimensional space. In this present work we consider a problem for a fluid with time-dependant concentrations or a mixture of two fluids with different concentrations. In our study, we present analytical and numerical results for the case where the external force is subjected to a random perturbation.

Keywords: *Fluid Mechanic - Stochastic Equation - Faedo - Galerkin Method.*

Auteur correspondant : ml_hadji@yahoo.fr

©UBMA – 2013

1. INTRODUCTION

Les équations aux dérivées partielles ont été introduites pour modéliser l'évolution de nombreux phénomènes physiques tels que le comportement des fluides. Il n'est néanmoins pas toujours possible d'avoir une approche déterministe de tous les facteurs influents sur le phénomène physique considéré. On est donc amené à bruiter les équations qui deviennent de fait des équations aux dérivées partielles stochastiques (EDPS).

Un exemple de phénomène physique grandement étudié est le comportement des fluides incompressibles. Leur évolution est décrite par les équations de Navier Stokes (Voir Temam [2]), dans le cas bruité, on obtient ainsi les équations de Navier Stokes Stochastiques (NSS). Du fait de la différence profonde des propriétés connues des équations de NSS bidimensionnelles et tridimensionnelles, nous les traitons comme des systèmes d'équations fondamentalement différentes, vu qu'elles représentent des EDPS fortement dissipatives.

Les équations de Navier-Stokes stochastiques non homogènes, modélisent le mouvement d'un fluide visqueux, incompressible non homogène, soumis à une perturbation aléatoire décrite par un mouvement Brownien standard. Ce phénomène apparaît, à la rencontre de fluides de différentes concentrations ou bien quand la concentration change en fonction du temps. Ces équations ont été étudiées, entre autres, par Bensoussan et Temam [3], Yashima [4]. Viot [5 - 6] a étudié le problème des martingales correspondant aux équations stochastiques de type Navier Stokes. Cet auteur a démontré le théorème d'existence d'une solution avec une formulation qui lui a permis d'affaiblir la condition sur la régularité spatiale de la perturbation donnée. A travers cette approche Viot [6] a démontré l'existence d'une solution, par contre l'unicité n'a pas été prouvée. Afin de remédier à ce problème d'unicité de la solution, nous procédons par une autre approche, en nous basant sur la méthode de Faedo-Galerkin [1]. Des solutions approchées pour certaines équations de Navier-Stokes stochastiques non homogènes [7] sont construites quand la force extérieure est soumise à une perturbation aléatoire.

Le mouvement d'un fluide visqueux incompressible est régi par les équations de Navier-Stokes [8 - 10] :

$$\rho\partial_t u + \rho(u\cdot\nabla)u - \nu\Delta u + \nabla p = \rho f \qquad (1)$$

$$\nabla\cdot u = 0 \qquad (2)$$

Tel que $(u\cdot\nabla) = \sum_{i=1}^{i=3} u_i\partial_{x_i}$ (2)

$$\nabla u = \sum_{i=1}^{i=3}\partial_{x_i}u_i$$

On désigne par : u = u(t ; x), p = p(t ; x), f = f(t ; x) la vitesse, la pression hydrodynamique et la force extérieure respectivement au point (t ; x), et par ρ et ν la densité du fluide et le coefficient de viscosité respectivement. La plupart des études faites antérieurement portent sur le cas où ρ et ν sont deux constantes positives et le fluide est homogène, c'est-à-dire toutes ces parties ont les mêmes propriétés matérielles. Dans ce travail, on s'intéresse au mouvement d'un fluide visqueux incompressible non homogène. Par exemples, mélange de deux matières fluides ou d'une solution dont la concentration varie d'une partie à une autre de l'ensemble de la solution. Dans ce cas les paramètres ρ et ν sont pris en fonctions du temps t et de l'espace x. La viscosité (ν) a partout la même valeur pour qu'il n'y ait pas de diffusion de concentration. Sous ces hypothèses ρ n'est plus une constante c'est-à-dire ρ = ρ(t ; x) et doit satisfaire l'équation :

$$\partial_t\rho + \nabla\cdot(\rho u) = 0 \qquad (3)$$

L'équation (3) représente la loi de conservation de la matière sous l'hypothèse de l'absence de diffusion de la densité.

Soit O un ouvert borné de $\mathbb{R}^3$, on définit les espaces :

$$V^\infty = \left\{u \in \left(C_0^\infty(O)\right)^3 / \nabla\cdot u = 0 \; dans \; O\right\}$$

$$V^0 = adherence\, de V^\infty \; dans \left(L^2(O)\right)^3$$

$$V^1 = adherence\, de V^\infty \; dans \left(H^1(O)\right)^3$$

Un fluide est composé en général de molécules sans lien rigide entre elles. Inévitablement, il est soumis à des fluctuations. Il est donc évident que le problème des équations du mouvement du fluide doit tenir compte de la variation due à ces fluctuations, dont leur description, de part leur propre nature, ne peut être qu'aléatoire. Les équations envisagent la contribution des fluctuations sous forme d'une perturbation stochastique. Dans notre étude, le fluide est incompressible et il convient de considérer le champ de vitesse u comme fonction de t à valeurs dans l'espace V^0, introduisons la projection orthogonale Pr :

©UBMA – 2013

Pr = projection orthogonale de $\left(L^2(O)\right)^3$ sur V^0

On a : $\forall p \in H^1(O)$ $\Pr\nabla p=0$

Si on applique l'opérateur Pr à l'équation (1) elle se réduit à :

$$\Pr\rho\partial_t u + \Pr\rho(u\nabla)u - \Pr\nu\Delta u = \Pr\rho f \quad (4)$$

Cette équation jointe à la condition (5) peut se substituer au système d'équations ((1)-(2)).

$$u(t,\cdot) \in V^1 \quad (5)$$

Si la force extérieure est soumise à une perturbation stochastique, alors on considère l'équation stochastique suivante:

$$\Pr\rho du + \left(\Pr\rho(u\nabla)u - \Pr\nu\Delta u\right)dt = \Pr\rho f dt + \Pr\rho dG$$

Dans notre étude, cette dernière équation est limitée au cas où G est un processus à valeurs dans V^0, tel que la différence $G(t+\Delta t)-G(t)$ est la variation du champ de vitesse u par rapport à la solution des équations ((1)-(3)) pendant la période $[t, t+\Delta t]$. Quand le fluide est non homogène, le système d'équations ((1)-(3)) est complété par (6) qui est exactement (3).

$$\partial_t \rho + u\cdot\nabla\rho = 0 \quad (6)$$

((1)-(3)) avec la condition (5) est appelé le système des équations de Navier Stokes stochastiques non homogènes. Quand le fluide est homogène ρ est une constante positive et l'équation (6) est superflue. Pour compléter ce système on ajoute les conditions initiales :

$$u_{t=0} = u_0$$

$$\rho_{t=0} = \rho_0$$

mais aussi des conditions aux limites, qui consistent à l'adhérence du fluide à la frontière.

2. EQUATIONS APPROCHEES

Cette section est consacrée à la formulation approchée des équations dont les solutions constituent l'approximation de ((1)-(3)) par la méthode de Faedo-Galerkin.

Soit l'opérateur $-\Pr\Delta$, qui est auto-adjoint, défini positif et que ses valeurs propres normalisés e_j forment une base orthonormale dans l'espace V^0, qui est un Hilbertien. Les valeurs propres λ_j correspondantes à e_j, vérifient la relation $\lambda_j \le \lambda_{j+1}$.

Pour s∈ $\mathbb{R}_+$, on considère l'espace

$$V^s = \left\{ u = \sum_{j=1}^{\infty} a_j \lambda_j, \;\; a_j \in R, \;\; \sum_{j=1}^{\infty} \lambda_j^s a_j^2 < \infty \right\}$$

Muni de la norme

$$\|u\|_{V^s} = \left(\sum_{j=1}^{\infty} \lambda_j^s a_j^2 \right)^{\frac{1}{2}}$$

Soit V_m le sous-espace de V_0 engendré par $\{e_1, e_2, ..., e_m\}$, tel que :

$$V_m \subset V^s \subset \left(H^s(O)\right)^3$$

avec l'analogue $\Pr_m$ dans (4) :

$\Pr_m$ = projection orthogonale de $\left(L^2(O)\right)^3$ sur V_m

on considère les équations

$$\begin{aligned} &\left(\rho du \middle| e_j\right) = -\left(\rho(u\cdot\nabla)u \middle| e_j\right)dt - \left(\nabla u \middle| \nabla e_j\right)dt \\ &+\left(\rho f^m \middle| e_j\right)dt\left(\rho dG^m \middle| e_j\right) \;\; j = 1,2,.....,m \end{aligned} \quad (7)$$

$$\partial_t \rho + u\cdot\nabla\rho = 0 \text{ dans } [0,T]\times O \quad (8)$$

$$u(\omega,t) \in V_m \;\; \forall t \in [0,T] \quad (9)$$

$$u(0) = u_0^m \quad (10)$$

$$\rho(0) = \rho_0^m \quad (11)$$

où $u_0^m, \rho_0^m \in C^1(O)$

$u_0^m \prec \underline{c}_p \le \rho_0^m(x) \le \bar{c}_p \prec \infty$

$\forall x \in O \;\; f^m \in L^2\left(0,T,\left(L^2(O)\right)^3\right)$

G^m est un processus stochastique continu à valeurs dans V_m et est défini sur un espace de probabilité (Ω, F, P). La solution du système d'équations ((7)-(11)) sera obtenue en résolvant les équations pour chaque $\omega \in \Omega$ fixé. Pour cela, on considère les équations déterministes suivantes :

$$\begin{aligned} &\left(\rho du \middle| e_j\right) = -\left(\rho(u\cdot\nabla)u \middle| e_j\right)dt - \left(\nabla u \middle| \nabla e_j\right)dt \\ &+\left(\rho f^m \middle| e_j\right)dt\left(\rho dG^m \middle| e_j\right) \;\; j = 1,2,.....,m \end{aligned} \quad (12)$$

$$\partial_t \rho + u\cdot\nabla\rho = 0 \;\; \text{dans } [0,T]\times O \quad (13)$$

$$u(t) \in V_m \;\; \forall t \in [0,T] \quad (14)$$

$$u(0) = u_0^m \quad (15)$$

$$\rho(0) = \rho_0^m \quad (16)$$

©UBMA – 2013

où u_0^m, ρ_0^m *et* f^m sont définis comme précédemment, tandis G^m est une fonction continue et définie sur $[0,T]$ à valeurs dans V_m.

Si on pose

$$y_j(t) = \left(u(t)\middle|e_j\right), y_t^0\left(u(t)\middle|e_j\right),$$

$$\Gamma(t) = \left(G^m(t)\middle|e_j\right)$$

on a

$$u(t,x) = \sum_{j=0}^{m} y_j(t) e_j(x)$$

$$u_0^m(x) = \sum_{j=0}^{m} y^0(t) e_j(x)$$

$$G^m(t,x) = \sum_{j=0}^{m} \Gamma_j(t) e_j(x)$$

de même on pose

$$\alpha_{jk}(t) = \int_O \rho(t,x) e_k(x) \cdot e_j(x) dx$$

$$b_{jkl}(t) = \int_O \rho(t,x)\left(e_k(x)\cdot\nabla\right) e_l(x) \cdot e_j(x) dx$$

$$c_j(t) = \int_O \rho(t,x) f^m(t,x) \cdot e_j(x) dx$$

pour trouver

$$\sum_{k=1}^{m} \alpha_{jk}(t) dy_k(t) = \sum_{k,l=1}^{m} b_{jkl}(t) y_k(t) y_i(t) dt$$

$$-\lambda_j y_j(t) dt + c_j(t) + \sum_{k=1}^{m} \alpha_{jk}(t) d\Gamma_k(t)$$

$$j = 1, 2..., m \qquad (17)$$

en multipliant (17) par $\left(\alpha^{-1}\right)(t)$

on obtient :

$$dy_j(t) = -\left(\sum_{k,l=1}^{m} \beta_{jkl}(t) y_k(t) y_i(t)\right) dt -$$

$$\left(\sum_{k=1}^{m} \gamma_{jk}(t) y_k(t)\right) dt + \varphi_j(t) dt + d\Gamma_j(t)$$

$$j = 1, 2, ..., m \qquad (18)$$

La condition (10) devient

$$y_j(0) = y_j^0 \qquad (19)$$

Pour résoudre le système ((12)-(16)). On a besoin de résoudre le problème suivant :

Problème $(N)_m$

Trouver un processus stochastique y à valeurs dans V_m tel que y satisfait les équations ((18)-(19)). Si on pose :

$u(t,x) = \sum_{j=1}^{m} y_j e_j(x)$, avec $\rho(t,x)$ donnée par l'équation (8) et la condition initiale (11). Pour pouvoir résoudre ce problème, on procède par une linéarisation comme suit :

Problème linéarisé $(L)_m$

Etant donnée une fonction continue $\bar{y}$ définie sur $[0,T]$ à valeurs dans V_m qui satisfait les équations suivantes

$$dy_j(t) = -\left(\sum_{k,l=1}^{m} \bar{\beta}_{jkl}(t) \bar{y}_k(t) y_l(t)\right) dt$$

$$-\left(\sum_{k=1}^{m} \bar{\gamma}_{jk}(t) y_k(t)\right) dt + \bar{\varphi}_j(t) dt + d\Gamma_j(t)$$

$$j = 1, 2..., m \quad y_j(0) = y_j^0$$

on a le résultat suivant :

Théorème 1

Le problème ((18)-(19)) admet une solution unique $(u, p) \in C(0,T,V_m) \times C^1([0,T], O)$.

Preuve

Pour démontrer ce théorème, on définit l'opérateur γ de $C(0,T,V_m)$ dans $C(0,T,V_m)$ par z = γz avec z(x) est la solution du problème $(L)_m$ et $\underline{y(x)} = \underline{z(x)} + \underline{\gamma(x)}$. On démontre que γ est compacte pour pouvoir utiliser le théorème du point fixe et résoudre $(N)_m$.

Pour plus de détails voir [11].

Théorème 2

Il existe une paire de variables aléatoires (u, p) (par rapport au même espace de probabilité), à valeurs dans $C(0,T,V_m)$ et $C^1([0,T] \times O)$ respectivement, et une seule qui satisfait le système d'équations ((7)-(11)).

©UBMA – 2013

Démonstration

D'après le théorème 1, pour presque tout ω, le problème ((12)-(16)) avec $G^m = G^m(\omega)$ admet une et une seule solution :

$(u,p) = (u(\omega), p(\omega)) \in C(0,T,V_m) \times C^1([0,T] \times O)$

Il suffit de démontrer que l'application $G^m \in C(0,T,V_m) \to (u,p)$ définie par la solution unique obtenue dans le théorème 1 est mesurable.

Soient G^m *et* $\overline{G}^m$ deux éléments de $C(0,T,V_m)$ et $(u,p),(\overline{u},\overline{p})$ les solutions des équations ((12)-(16)) correspondant à G^m *et* $\overline{G}^m$ respectivement.

soit : $y_j(t) = (u(t,.)|e_j)$, on considère la différence :

$$Y(t) = y(t) - \overline{y}(t) = z(t) - \overline{z}(t) + (\Gamma(t) - \overline{\Gamma}(t))$$

où y *et* $\overline{y}$ sont les solutions du problème $(N)_m$ avec

$$\Gamma(t) = (G^m(t)|e_j) \text{ et } \overline{\Gamma}(t) = (\overline{G}^m(t)|e_j)$$

En utilisant la même démarche que la démonstration de l'unicité du Théorème 1, voir [11] et [12], on écrit :

$$\frac{d}{dt}|Y(t)|^2 \le c\|\sigma(t)\|_{L^2(O)}|Y(t)| + c'|Y(t)|^2$$
$$+c''|\Gamma(t) - \overline{\Gamma}(t)|$$
$$\frac{d}{dt}\|\sigma(t)\|_{L^2(O)} \le c_1|Y(t)|\|\sigma(t)\|_{L^2(O)}$$

Où $\sigma(t) = \rho(t) - \overline{\rho}(t)$. De plus on a la Convergence $(\Gamma - \bar{\Gamma}) \longrightarrow 0\ dans\ C(O,T;V^m)$
Ce ci implique que $Y \longrightarrow 0\ dans\ C(O,T;V^m)$
c'est-à-dire $(u - \bar{u}) \longrightarrow 0\ dans\ C(O,T;V^m)$
De ce résultat de convergence, on a $(\rho - \overline{\rho}) \to 0\ dans\ C^1([0,T];O)$, ce qui démontre que l'application $G^m \to (u,p)$ est continue et donc mesurable dans la topologie, $C(0,T,V_m)$ ce qui démontre le théorème 2.

3. RESULTATS NUMERIQUES

3.1 Mise on œuvre

On considère le problème de Navier-Stokes suivant :

$$\rho\partial_t u + \rho(u\cdot\nabla)u - \nu\Delta u + \nabla p = 0 \ dans\ ]0,T[\times\Omega$$
$$\nabla\cdot u = 0 \qquad dans\ ]0,T[\times\Omega$$
$$u = 0 \qquad sur\ ]0,T[\times\partial\Omega$$
$$u(t=0) = u_0$$

La formulation variationnelle de ce problème nous conduit à écrire

$$\rho\int_\Omega \frac{\partial u}{\partial t} v dx = \nu\int_\Omega \nabla u\cdot\nabla v dx - \nu\int_{\partial\Omega} \nabla u\cdot v d\sigma$$
$$-\rho\int_\Omega (u\cdot\nabla u) v dx + \int_\Omega \nabla p\cdot v dx$$

On considère un schéma numérique d'éléments finis en espace et différences finies implicites en temps comme suit :

$$\frac{u^{n+1} - U^n}{\Delta t} + \nabla p^{n+1} - \nu\Delta u^{n+1} = 0 \ dans\ ]0,T[\times\Omega$$
$$\nabla\cdot u^{n+1} = 0 \qquad dans\ ]0,T[\times\Omega$$
$$u^{n+1} = 0 \qquad sur\ ]0,T[\times\partial\Omega$$
$$u^0 = u_0$$

où U^n est calculé en fonction de u^n à un pas de temps Δt. On approxime par les éléments P2/P1 pour la vitesse et la pression, respectivement.

Les résultats numériques sont résumés dans les figures ci-dessous pour différentes valeurs de ρ.

3.2 Résultats

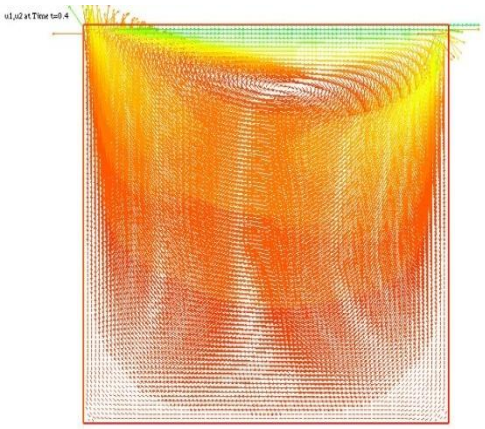


Figure 1. Vitesse U1, U2 pour t = 0,4
Nombre d'itérations n = 40

©UBMA – 2013

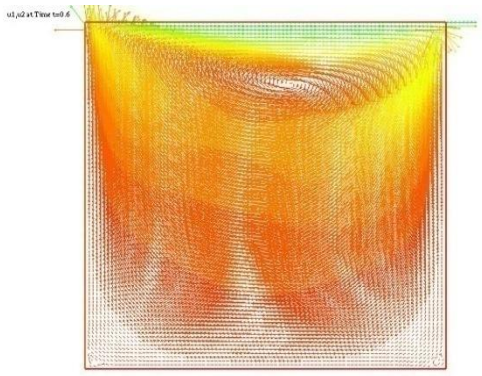


Figure 2. Vitesse U1, U2 pour t = 0,6
Nombre d'itérations n = 60

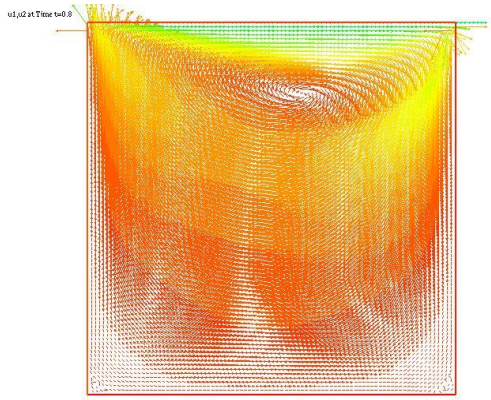


Figure 3. Vitesse U1, U2 pour t = 0.08
Nombre d'itérations n = 80

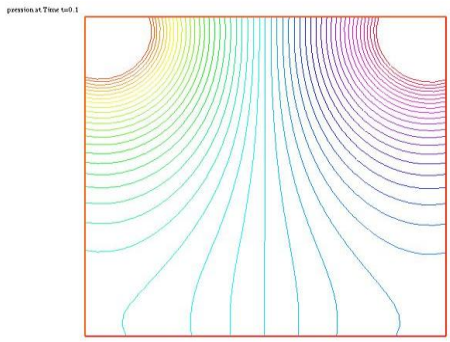


Figure 4. Pression pour t = 0,1
Nombre d'itérations n = 10

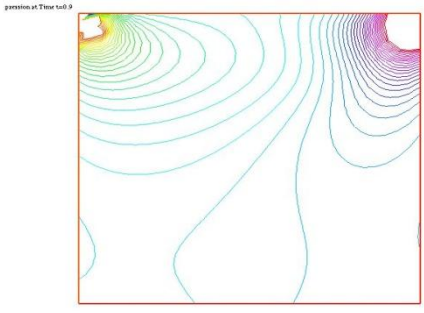


Figure 5. Pression pour t = 0,9
Nombre d'itérations n = 90

On remarque d'après les résultats graphiques (Fig. 1-5) que le schéma numérique choisi s'adapte bien avec les données du problème, c'est à dire aucun phénomène d'instabilité numérique n'est apparu même dans le calcul pour un nombre d'itération assez grand. Le pas de temps choisi pour ces calculs est 0.01 car aucune restriction sur les conditions de stabilité n'est imposée vu que le schéma en différences finies pour l'approximation temporelle utilisée est implicite. La valeur de la densité ρ est choisie $0 < \rho < 1$. Ces résultats sont obtenus par le logiciel FreeFEM++, dû à Hecht et Pirronneau [12]

4. CONCLUSION

Tout le long du présent travail, notre objectif a été l'étude de l'existence et de l'unicité de la solution des équations Navier-Stokes stochastiques non homogènes, décrivant le mouvement d'un fluide visqueux incompressible, quand la force extérieure est soumise à une perturbation aléatoire, le fluide subit, alors une fluctuation d'aspect probabiliste, ce qui augmente les difficultés de résolution de ce type d'équations (1)-(3), déjà assez compliqué. Nous avons traité, les équations Navier-Stokes stochastiques non homogènes, selon l'approche qui consiste à trouver des solutions approchées au problème, en utilisant la méthode Faedo-Galerkin, et le théorème du point fixe de Schauder [4].

Les équations de Navier Stokes stochastiques ont été dans la forme indiquée dans notre travail, étudiées par Bensoussan et Temam [3] qui, considérant une classe d'équations un peu plus large, dite équations stochastiques du type Navier Stokes, ont démontré l'existence d'une solution faible. Dans nos travaux, on a supposé une régularité majeure (par rapport aux coordonnées spatiales) de la perturbation G, de sorte que la résolution de l'équation stochastique se réduit, pour chaque élément ω de l'espace de probabilité Ω, à celle d'une équation déterministe. L'unicité de la solution a été prouvée (théorème 2), de plus, les résultats numériques montrent que notre approche est validée (Fig. 1-5).

Références

[1] Lions J. L., 1969. Quelques méthodes de résolution des problèmes aux limites non-linéaires, *Journal Académie des Sciences Paris*, 25, 319-322.

©UBMA – 2013

[2] Temam R., 1977. Navier-Stokes equations, theory and numerical analysis, *North-Holland Journal,* 9, 452-463.

[3] Bensoussan A., Temam R., 1973. Equations stochastiques du type Navier-Stokes, *Journal Function Analysis,* 13, 195-222.

[4] Yashima H. F., 1992. Equations de Navier-Stokes stochastiques non homogènes et applications. *Journal Pisa*(Italie), 15, 412_421.

[5] Viot M., 1974. Solution en loi d'une équation aux dérivées partielles stochastique non linéaire: Méthode de monotonie. *Journal Académie des Sciences. Paris* 278. A-1405-1408.

[6] Viot M., 1976. Solutions faibles d'équations aux dérivées partielles stochastiques non linéaires. Thèse de doctorat. Paris VI.

[7] Vishik M. I & Fursikov A. V., 1980. Problèmes mathématiques d'hydrodynamique statistique. *Doklady Akademii Nauk* SSSR(Russie), 321, 602-607.

[8] Leray J., 1934. Sur le mouvement d'un liquide visqueux emplissant l'espace. *Journal Mathématiques pures et Appliquées.*, 3, 193-248.

[9] Leray J., 1934. Essai sur le mouvement plan d'un liquide visqueux que limitent des parois. *Journal Mathématiques pures et Appliquées*, 13, 331-418.

[10] Leray J., 1934. Etude de divers équations intégrales non linéaires et de quelques problèmes que pose l'hydrodynamique. *Journal Mathématiques pures et Appliquées,* 13, 331-418.

[11] Hadji M. L. & Aissaoui M. Z., 2009. Equations de Navier-Stokes Stochastiques homogènes, Colloque International sur les systèmes dynamiques distribués et contrôle, 08-10 Novembre 2009, Oum Elbaoughi (Algérie), 129-135.

[12] Pironneau O. & Hecht F., 2000. Mesch adaption for the Black and Scholes equations, East-*West Journal of Numerica. Mathématiques*. 8(1) 25-35.

[13] Kazhikhov A. V., 1974. Solubilité de problème de Cauchy aux limites pour l'équation de mouvement pour les fluides visqueux incompressibles non-homogènes, *Doklady Akademii Nauk SSSR*(Russie), 216, 1008-1010.

[14] Cattabriga L., 1961. Su un problema al contorno relativo al sistema di equazio di Stokes. Mathématiques Université Padova(Italie), 31, 308-355.

[15] Yosida K., 1986. Problèmes mathématiques d'hydrodynamique statistique. *Journal Mathematique,* Leipzig, Germany, 17, 213-224.

[16] Lions J. L. & Prodi G., 1959. Un théorème d'existence et d'unicité dans les équations de Navier-Stokes stochastiques en dimensions deux. *Journal Académie des Sciences Paris*, 248, 3519-3521.

.

©UBMA – 2013

Contribution à l'étude de la flore lichénique dans la zéenaie de Bougous (forêt de Ramel Toual) au niveau du Parc National d'El Kala Nord Est Algérien.

Abderachid Slimani *[1], Ali Ahmed Monia Serradj [1], Tarek Hamel [1] & Clother Coste[2]

[1]*Laboratoire de Biologie Végétale et Environnement, Département de Biologie, Faculté des Sciences, Université Badji Mokhtar, Annaba, BP 12, 23000, Algérie.*

[2]*Université Paul Sabatier, Toulouse III, France.*

Révisé le 05/03/2013
Accepté le 08/05/2013

ملخص

تتميز الحضيرة الوطنية للقالة بتنوع بيولوجي في ما يخص اللأشنيات.وللحفاظ على هذه الكائنات ارتأينا القيام بهذه الدراسة و التي من خلالها استطعنا تشخيص بعض الكائنات الاشنية في غابة بوقوس ، الواقعة في الجزء الجنوبي من الحضيرة. لقد تم تحديد الأنواع الأشنية من خلال الاختبارات الكيميائية و استنادا الى فلورة Ozenda و Van Haluwyn, Clausade ,Asta و Diederich و Lambion في المختبر قمنا بمقاطع نسيجية لتأكيد النوع. لقد تمكنا من تحديد و التعرف على 47 نوع ينقسم الى 18عائلة ، وتحتوي العائلتين Physciaceae و Parmeliaceae علي عدد كبير من الأصناف الأشنية في منطقة الرمل طوال (غابة البلوط الزان). الانواع المسجلة تنقسم حسب نوع الثالوس الى : 20 قشرية , 15 ورقية , 3 مركبة , 5 شجيرية , 3 جيلاتينية ونوع 1 هش.

الكلمات المفتاحية : *أشنة- مشرة- غابة بوقوس – نباتات أشنية - الحضيرة الوطنية للقالة.*

.

Résumé

Le Parc National d'El Kala (P.N.E.K.) est caractérisé par une biodiversité lichénique riche. Dans le but de valoriser la flore lichénique au niveau du parc national d'El Kala, nous avons entamé une étude dans laquelle on a recensé quelques espèces lichéniques de la zéenaie de Bougous (forêt de Ramel Toual) située dans le sud du parc. L'identification taxonomique des lichens s'est faite par le biais de tests chimiques et sur la base de quelques flores telles que la flore de Ozenda et Clauzade, la flore de Van Haluwyn et Asta et la flore de Diederich et Lambion. Au laboratoire nous avons réalisé des coupes histologiques pour confirmer l'identité du taxon.

Ainsi, nous avons pu inventorier et identifier 47 espèces différentes, qui se distribuent en 18 familles, les familles des Physciaceae et des Parmeliaceae présentent un nombre très important de taxons dans la forêt de Ramel Toual.

Les taxons recensés se repartissent en espèces à différents types de thalles : 20 crustacés, 15 foliacés, 3 composites, 5 fruticuleux, 3 gélatineux et 1 lépreux.

Mots clés *: Lichens - Thalle - Zéenaie de bougous - Flore lichénique - Parc National d'El Kala.*

Abstract

The National Park El Kala is characterized by a rich lichen biodiversity. In order to enhance lichen flora, in the national park of El Kala, we initiated a study there were some species in the forest of Bougous, located in the south of the park. Lichens taxonomic identification was made through chemical testing and based on the flora of Ozenda & Clauzade, flora of Van Haluwyn and Asta, flora of Diederich and Lambion.

Thus, we were able to identify and identified 47 different species which are distributed in 18 families, the family of Physciaceae and Parmeliaceae represents the large number of lichen taxa in the region of Ramel Toual.

The species recorded are divided into different thallus type: 20 crustaceans, 15 foliose, 3 composite, 5 fruticose, three gelatinous and 1 species with leprous thallus.

Keywords *: Lichen - Thallus - Oak forest of Bougous - Lichen flora - National Park of El Kala.*

**Auteur correspondant : slim23000@hotmail.fr*

©UBMA – 2013

1. INTRODUCTION

A la différence des plantes supérieures, les lichens ne possèdent ni tige ni racines ni feuilles mais un appareil végétatif rudimentaire : le thalle. Il est caractérisé par une diversité remarquable de forme et de couleur [1].
Le Suisse Schwendener (1867 à 1869) émit pour la première fois l'hypothèse qu'un lichen est une association entre une algue et un champignon [2].
L'étude des lichens est parfois délicate, mais elle est toujours très intéressante car non seulement, elle peut être réalisée toute l'année, mais également, les lichens sont des espèces dotées d'un intérêt biologique exceptionnel [3].
En Algérie, la lichénologie n'est qu'à un stade embryonnaire. Les plus importants travaux du 19ème siècle sur la flore lichénique ont été réalisés par le lichénologue français Falgey qui s'est installé à Azzaba près de Skikda vers 1880 et a condensé ses publications dans un ouvrage intitulé « Catalogue des Lichens de l'Algérie - 1896 ». Par la suite, ces études se sont ralenties pendant un demi siècle puis, repris vers les années cinquante par les travaux de Faurel [4, 5]. Les travaux les plus remarquables sur les lichens dans l'Est Algérien (Annaba) ont ensuite été réalisés par Semadi [6,7].
En effet, dans le même contexte notre étude va nous donner un aperçu sur les lichens de la zéenaie de Bougous (la forêt de Ramel Toual) située au niveau du Parc National d'El Kala (P.N.E.K.)**,** abritant une mosaïque d'écosystème avec une diversité lichénique remarquable.

2. MATERIEL ET METHODES

2.1 Présentation de la zone d'étude

Le parc national d`El Kala (P.N.E.K.) a été créé en 1983 (décret 83 462 du 13 juillet 1983). Il a été classé réserve de Biosphère dans le cadre du programme de «l'homme et la biosphère» (MAB) par UNESCO en 1990. Le parc est réputé par ses sites RAMSAR. Il est constitué d'une mosaïque de milieux naturels, marins, dunaires, et lacustres.
Le P.N.E.K se trouve à l'extrême nord-est du pays, à 80 Km à l'Est de Annaba, limité au Nord par la mer Méditerranée, à l'Est par la frontière algéro-tunisienne, à l'Ouest par les plaines de Annaba, et au Sud par les monts de la Medjerda ; il s'étend sur une superficie de 76 438 ha, soit 26% de l'espace de la wilaya d'El Tarf.
Le parc représente un réservoir de la biodiversité méditerranéenne [8]. Il renferme de nombreuses espèces rares ou menacées selon les listes IUCN (Union Internationale pour la Conservation de la Nature) et CITES (Convention sur le commerce international des espèces sauvages de faune et de flore) [9].

Selon la classification d'Emberger, la zone se situe dans l'étage bioclimatique subhumide caractérisé par un hiver doux et humide et un été chaud et sec. Le régime pluviométrique est de type méditerranéen.

Les précipitations varient de 700 mm à 1000 mm par an, janvier étant le mois le plus pluvieux. La région est caractérisée par une période sèche de quatre mois [10].

Notre étude a été réalisée dans le massif de Bougous qui s'assoie sur une superficie de 9000 hectares au sud-ouest du Parc (forêt de chêne zéen de Ramel Toual). Cette région abrite une diversité lichénique exceptionnelle.

2.2 Description du site d'étude

- **Localisation générale**

Notre étude a été menée au niveau de la commune de Bougous qui représente le troisième secteur de gestion du Parc National d'El Kala (Fig. 1). La commune de Bougous s'étend sur une superficie de 22 000 ha, elle est constituée de 22 Mechtas ou douars éparpillés dans la forêt. C'est une zone montagneuse située à la frontière Algéro-Tunisienne.
Administrativement, elle dépend de la daïra d'El Tarf, elle est limitée au Nord par la commune de Ain El Assel, au Sud la commune de Zitouna, à l'Ouest la commune d'El Tarf et à l'Est par la frontière Algéro-Tunisienne [11].

Bougous est une région montagneuse caractérisée par un relief à forte pente**.** Notons que les couches intercalées de grés et d'argile de Numidie sont favorables au développement de chênaie. Le point culminant des montagnes de Bougous est à 1202 m au lieu dit Oum Gcheche « Djebel Elghorra) [12]**.**

©UBMA – 2013

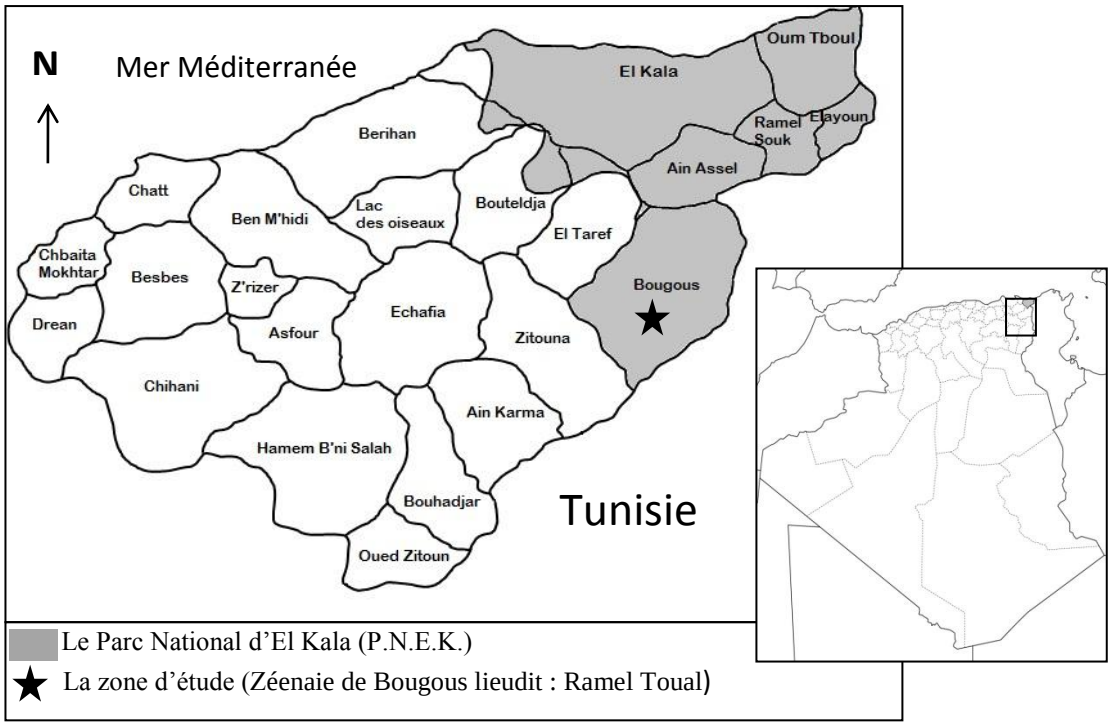


Figure 1. Localisation de la zone d'étude

2.3 Méthodes d'études

Nous avons orienté nos recherches dans la zéenaie de Bougous, le but de cette étude est d'inventorier les espèces lichéniques au niveau de la station « Raml Toual » sur 10 arbres de chêne zéen (*Quercus canariensis = Quercus faginea subsp boetica* L..). Notre échantillonnage a été effectué d'une façon aléatoire.

La récolte des lichens ne présente aucune difficulté particulière, elle est réalisable en toute saison mais les espèces sont bien visibles en hiver (il existe des lichens que l'on ne peut voir que si le substrat est humide ou même imprégnés d'eau). La plupart des lichens foliacés et presque tous les lichens fruticuleux, les lichens terricoles et muscicoles sont généralement récoltés aisément à l'aide d'un bon couteau ou simplement à la main, il vaut mieux prélever les thalles entiers ou, à défaut, un fragment représentatif avec la partie périphérique et la partie centrale.

L'identification des espèces se fait au laboratoire, en se basant d'une part sur les réactions thallines [13] et d''autre part sur différentes flores lichéniques : Ozenda et Clauzade [13], Emmanuel, Diederich et Lambion [14], Van Haluwyn et Asta [1].

Les réactifs utilisés dans ces réactions sont :
***K** : solution concentrée de potasse (KOH) à 10% ;*
***C** : solution saturée d'hypochlorite de calcium dans l'eau distillée ;*
***P** : solution de paraphénylènediamine à 5%.*

Il est indispensable d'effectuer des coupes histologiques afin d'identifier les espèces crustacées ainsi que certaines espèces foliacées du genre *Collema* [13].

L'identification des lichens nécessite aussi des observations sous la loupe binoculaire ce qui permet de reconnaître facilement les caractères morphologiques du thalle par exemple : la forme du thalle, présence ou absence d'organes de reproduction végétatifs ou sexués comme les isidies, les soralies et les apothécies ainsi que la présence ou l'absence de rhizines, cils, pseudo-cyphelles.

La détermination des espèces demande le recours à un examen microscopique, pour cela nous avons utilisé un microscope et une lame micrométrique pour mesurer les spores.

Nous pouvons à cet effet, effectuer une coupe mince sur le thalle dans le but de connaître la structure histologique.

La même technique de coupe peut être appliquée sur les organes fertiles (lobe du thalle fertile ou apothécie), soit plus simplement prélever un fragment d'apothécie que l'on écrase, en exerçant une pression modérée sur la lamelle après montage: on obtient ainsi une préparation dans laquelle des parties

©UBMA – 2013

d'hyménium amincies montrent les asques et les spores.

3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

La station « Ramel Toual » abrite une diversité lichénique exceptionnelle. Cette étude a permis de révéler la présence de 18 familles qui renferment 47 espèces.

Nous avons constaté la dominance des espèces crustacées (20 espèces recensées), la présence de 15 espèces foliacées appartenant principalement au genre de *Parmelia et Physcia*. (Tab.1).

La famille dominante est la famille des Physciaceae avec 8 espèces du genre *Amandinea, Anaptychia, Physcia, Buellia et Diploica* (Tab.1).

En général, les espèces inventoriées sont des lichens corticoles, terricoles et lignicoles.

Cette étude a permis de contribuer à la réalisation d'un herbier lichénique au niveau de l'université de Annaba.

3.1 Spectre systématique

Les 47 espèces lichéniques recensées au niveau de la station de Ramel Toual, appartiennent à 18 familles réparties comme présenté dans le tableau 3.

D'après le spectre taxonomique (Fig. 2), la famille des Physciaceae est la plus abondante avec 8 espèces et un pourcentage relatif à 17%, suivi par *Ramalinaceae et Parmeliaceae* avec 11%. Les *Lecanoraceae* viennent en troisième lieu avec 5 espèces et 9%. Les familles restantes se répartissent en trois groupes : groupe 1 (Cladoniaceae, Collemataceae, Pertusariaceae, Graphidaceae), groupe 2 (Teloschistaceae, Nephromataceae, Lobariaceae), groupe 3 (Ochrolechaiceae, Roccellaceae, Peltigeraceae, Phlyctidaceae, Stereocaulaceae, Lecidiaceae, Pannariaceae), représentées respectivement par des pourcentages de 6 %, 4 % et 2 %.

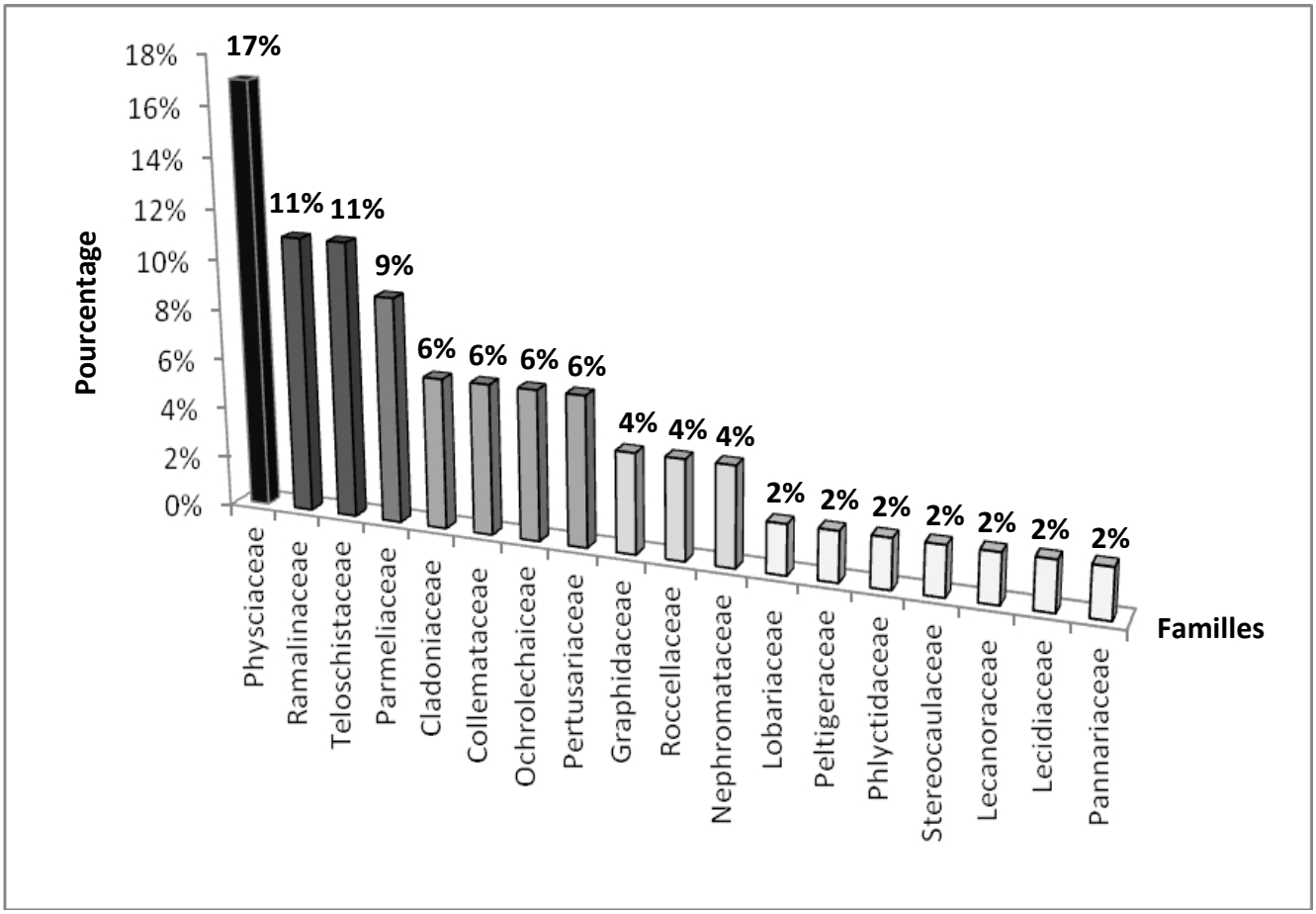


Figure 2. Spectre taxonomique des différents taxa lichéniques présents dans la station de Ramel Toual.

©UBMA – 2013

Tableau1. Espèces répertoriées dans la station d'étude classées par famille.

famille	Espèces	Nombre d'Espèce	Pourcentage
Physciaceae	*Anaptychia ciliaris* (L.) Körber . ex A. Massal. *Amandinea punctata* (Hoffm.) Coppins & Scheidegger *Physcia adscendens* (Fr.) H. Olivier *Physcia aipolia* (Ehrh. ex Humb.) Fürnr. *Physcia leptalea* (Ach.) DC. *Physcia tenella* (Scop.) DC *Buellia disciformis* (Fr.) Mudd *Diploicia canescens* (Dicks.) Massai	8	17%
Ramalinaceae	*Ramalina canariensis* J. Steiner *Ramalina farinacea* (L.) Ach. *Ramalina fastigiata* (Pers.) Ach. *Bacidia rosella* (Pers.) De Not *Bacidia rubella* (Hoffm.) Massal.	5	11%
Teloschistaceae	*Xanthoria parietina* Th. Fr. *Caloplaca cerina* (Ehmt. Ex. Hedw.) Th. Fr.	5	11%
Parmeliaceae	*Flavoparmelia caperata* (L.) Hale. *Parmelia sulcata* Taylor *Parmelina carporrhizans* (Taylor) Poelt & Vězda *Parmotrema perlatum* (Huds.) M.Choisy *Usnea rubicunda* Stirt.	4	9%
Cladoniaceae	*Cladonia foliacea* (Huds.) Willd. *Cladonia chlorophaea* (Flörke ex Sommerf.) *Cladonia verticillata* (Hoffm.) Schaer	3	6%
Collemataceae	*Collema auriforme* (With.) *Collema nigrescens* (Huds.) *Leptogium lichenoides* (L.) Zahlbr.	3	6%
Ochrolechaiceae	*Ochrolechia alboflavescens* Zahlbr., 1927	3	6%
Pertusariaceae	*Pertusaria amara* (Ach.) Nyl *Pertusaria pertusa* Auct *Pertusaria albescens* (Huds.) Coisy et Wer.	3	6%
Graphidaceae	*Graphis elegans* (Borr.) Ach. *Graphis scripta* (L.) Ach. *Diploschistes muscorum* (Ehrh. ex Ach.) Zahlbr.	2	4%
Roccellaceae	*Opegrapha atra* Pers.	2	4%
Nephromataceae	*Nephroma bellum* (Spreng.) Tuck *Nephroma laevigatum* Ach	2	4%
Lobariaceae	*Lobaria amplissima* (Scop.) Forss. *Lobaria pulmonaria.var.pulmonaria* (L.)Hoffm	1	2%
Peltigeraceae	*Petigera collina* (Ach.) Schrader	1	2%
Phlyctidaceae	*Phlyctis argena* (Spreng.) Flot	1	2%
Stereocaulaceae	*Lepraria incana* (L.) Ach	1	2%
Lecanoraceae	*Lecanora argentata* (Ach.) Malme *Lecanora campestris var. dolomitica.* M Sutcliffe. *Lecanora carpinea* (L.) Vainio *Lecanora chlarotera* Nyl.	1	2%
Lecidiaceae	*Lecidella elaeochroma* (Ach.) M. Choisy	1	2%
Pannariaceae	*Fuscopannaria mediterannea* (C. Tav.) P.M. Jørg.	1	2%
Total		47	100

©UBMA – 2013

3.2 Spectre physionomique

La répartition des espèces lichéniques par catégorie est consignée dans le tableau 2. Le spectre physionomique indique une nette dominance des thalles Crustacés et Foliacés qui constituent presque 75 % de la flore lichénique de la station (Tableau 1 et Fig.3). Par ailleurs les espèces à thalle fruticuleux sont faiblement représentées, et encore moins les espèces à thalle composite, gélatineux et lépreux.

Tableau 2. Importance des taxa lichéniques (Classés par catégorie) dans la station de Ramel Toual

Nature du thalle	*Nombre d'espèces*
Thalle crustacé	*20*
Thalle foliacé	*15*
Thalle fruticuleux	*5*
Thalle composite	*3*
Thalle gélatineux	*3*
Thalle lépreux	*1*

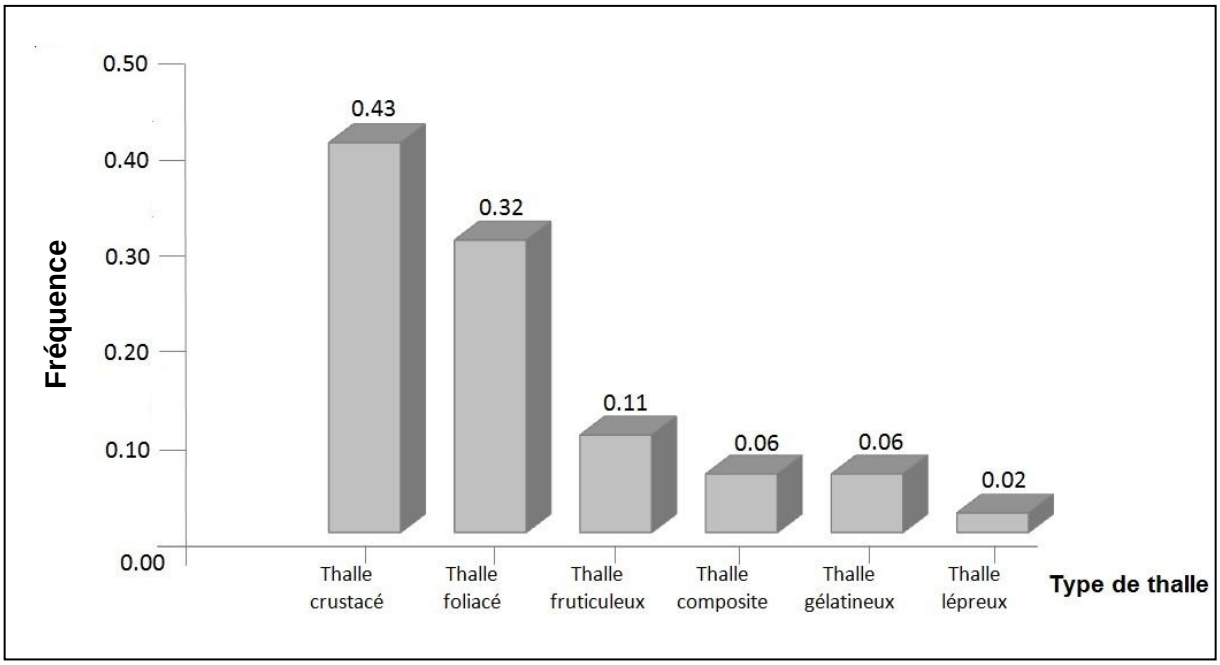


Figure 3. Fréquences des espèces lichéniques recensées selon le type de thalle dans la forêt de Ramel Toual- Bougous.

3.3 Espèces observées dans un peuplement à *Lobaria pulmonaria dans la station de* Ramel Toual- Bougous.

Les lichens offrent un champ d'étude très vaste, de 1983 jusqu'à 1989, la flore lichénique de la région de Annaba a été étudiée par Semadi [6,7] dans un but bien déterminé : estimation de la qualité de l'air de la région. En 2007, une espèce foliacée *Xanthoria parietina* a été utilisée par Serradj comme bioindicatrice de pollution atmosphérique au niveau de la même région [15].

Côté inventaire, au cours de l'année 2000 Boutabia a pu identifier 117 lichens dans la région d'ElKala. En 2005, le Parc National d'El Kala a publié dans un rapport, une liste de 52 espèces protégées parmi ces espèces : *Phlyctis argena*, *Lobaria pulmonaria*, *Lobaria amplissima*, *Ramalina farinacea*, *Nephroma bellum* et *Cladonia verticillata* [16].

Aujourd'hui viennent se rajouter nos résultats qui ont permis d'illustrer un spectre physionomique de quelques espèces lichéniques occupant la zéenaie de Bougous.

La forêt de chêne zéen du secteur de Bougous peut être considérée comme une source de

©UBMA – 2013

diversité lichénique par la présence de certaines espèces souvent très abondantes comme *Parmelia sulcata , Ramalina farinacea* et par la rareté et l'importance d'autres espèces comme *Lobaria pulmonaria* associée avec d'autres espèces des genres *Nephroma* et *Parmelia* formant des groupements qui occupent et caractérisent les milieux naturels surtout humides.

Nous avons aussi décelé la présence d'une association aérohygrophile et photophile sensible à la moindre modification du milieu l'association du *Lobarietum pulmonariae* [17]**.**

Les études précédentes de Lacoux et Engler [18] et Signoret [19] sur *Lobaria pulmonaria* ont montré que cette espèce ne se développe que dans les zones non polluées, donc c'est un excellent indicateur de la qualité de l'air. C'est une espèce très sensible à la pollution et disparaît à une concentration de dioxyde de soufre SO2 supérieure à 30 µ / m³ d'air [18]**.** Le lichen pulmonaire est un excellent indicateur d'une forte continuité écologique des forêts (souvent utilisé pour le calcul d'un indice de continuité écologique forestière) [1,19].

Tableau 3. Pourcentage des espèces observées dans un relevé d'un peuplement à *Lobaria pulmonaria*

Espèces	*Pourcentages*
Lobaria pulmonaria.var.pulmonaria (L.)Hoffm	*22%*
Nephroma laevigatum Ach	*17%*
Nephroma bellum (Spreng.) Tuck	*13%*
Flavoparmelia caperata (L.) Hale.	*11%*
Anaptychia ciliaris (L.) Körber . ex A. Massal.	*10,20%*
Parmelia sulcata Taylor	*6%*
Lecanora argentata (Ach.) Malme	*5,30%*
Fuscopannaria mediterannea (C. Tav.) P.M. Jørg.	*3,00%*
Amandinea punctata (Hoffm.) Coppins & Scheidegger	*2,00%*
Ramalina farinacea (L.) Ach.	*1,10%*
Pertusaria amara (Ach.) Nyl	*0,30%*
Usnea rubicunda Stirt.	*0,10%*
Lecidella elaeochroma (Ach.) M. Choisy	*0,10%*
Pertusaria albescens (Huds.) Coisy et Wer.	*7,50%*
Collema nigrescens (Huds.)	*2,40%*

4. CONCLUSION

A l'issu de ce travail, nous avons pu constater la diversité lichénique importante au niveau de la forêt de chêne zéen de Bougous (*Quercus canariensis = Quercus faginea subsp boetica* L.).

L'écorce de *Quercus canariensis* est caractérisée par une richesse en espèces lichéniques remarquables.

Le spectre physionomique a montré la dominance des espèces crustacées qui sont marquées par les genres *Lecanora* et *Pertusaria*, les foliacées par le genre *Parmelia* et les fruticuleuses par *Ramalina*.

Cette étude nous a amené à découvrir l'existence de *Lobaria pulmonaria* considérée comme étant préférentiellement forestière et fortement indicatrice de la continuité écologique : Les espèces du genre *Nephroma* (*N. bellum, N. Lavigeatum*) et *Peltigera* (*P. collina*) forment avec *Lobaria pulmonaria* l'association du *Lobarietum pulmonariae.*

Les lichens d'Algérie restent encore méconnus. Les recherches approfondies engagées aussi bien dans les domaines écologiques que biotechnologiques et pharmacologiques contribueront assurément à enrichir le champ de leur étude.

REMERCIEMENTS

Nous adressons tout d'abord, nos vifs remerciements au Professeur Clother Coste qui nous a permis de mieux comprendre les méthodes appropriées pour l'étude des lichens

©UBMA – 2013

sur terrain et que sans son appui cette étude n'aurait pas eu lieu, nous tenons également à remercier Professeur Christoph Scheidegger de l'institut fédéral de recherche WSL en Suisse pour la détermination de quelques spécimens.

REFERENCES

[1] Van Haluwyn C., Asta J. & Gaveriaux J. P., 2009. Guide des lichens de France, lichens des arbres. Ed. BELIN. 9 p.

[2] Honegger R., 2000. Great discovery in Bryology and Lichenology, Simon Schwendener (1829–1919) and the Dual Hypothesis of Lichens. *The Bryologist 103(2)*, 307–313.

[3] Clother C., 1989. Initiation à l'étude des lichens. *Bulletin de la Coordination Mycologique du Midi Toulousain et Pyrénéen (6),* 47p.

[4] Faurel L., Ozenda P. & Shcotter G., 1951. Matériaux pour la flore lichénologique d'Algérie et de la Tunisie. I – Caliciaceae, Cyphelaiceae, Peltigeraceae et Pertusariaceae. *Bulletin de la Société d'histoire naturelle d'Afrique du Nord*, (42), 62-112.

[5] Faurel L., Ozenda P. & Shcotter G., 1954. Matériaux pour la flore lichénologique d'Algérie et de la Tunisie. III- Arthiniaceae, Dirinaceae, Roccellaceae. *Bulletin de la Société d'histoire naturelle d'Afrique du Nord*, 45.

[6] Semadi A., 1983. Incidence de la pollution atmosphérique fluorée d'origine industrielle sur la végétation de la région d'Annaba Algérie. Thèse de doctorat. Université P. et M. Curie (Paris VI), 72 p.

[7] Semadi A. 1989. Effet de la pollution atmosphérique (pollution globale, fluorée et plombique) sur la végétation de la région de Annaba. Algérie. Thèse de doctorat d'état és-Sciences Naturelles. Université P. et M. Curie (Paris VI) ,339 p.

[8] Stevenson A. C., Skinner J., Hollis G. E., & Smart M., 1988. The El Kala National Park and Environs, Algeria: An Ecological Evaluation. *Environnemental Conservation*, (15), 335-348.

[9] Boughrara A., 2010. Identification et suivi des paysages et de leur biodiversité dans la wilaya d'el Tarf (Algérie) à partir des images Landsat, Spot et Aster. *Revue Télédétection*, Vol. 9, (3-4), 225-243.

[10] Selzer P. 1946, Le climat de l'Algérie, Ed. Carbonnel, Alger, 219 p.

[11] Ghodbane L. ,2007. Impact des activités de la population riveraine sur les subéraies du PNEK (cas des subéraies de Bougous).Mémoire d'Ingéniorat. Centre Universitaire d'El Tarf, Algérie.65p.

[12] Sarri D., 2002. Etude de la végétation du Parc National d'El Kala : Forêt Domaniale du Djebel El-Ghorra (Algérie) : Phytosociologie et proposition d'aménagement. Mémoire de Magister en Biologie Végétale. Université Ferhat Abbas, Sétif. Algérie. 158 p.

[13] Ozenda P. & Clauzade G., 1970. Les lichens étude biologique et flore illustrée. Ed. MASSON et Cie.127-129.

[14] Emmanuel S., Diederich P. & Lambion J., 2004. Les macrolichens de Belgique, du Luxembourg et du nord de la France. Clés de détermination. Ed musée national d'histoire naturelle Luxembourg. 192p.

[15] Ali Ahlmed M., 2007. Evaluation de la pollution acide à l'aide de deux bioindiacteurs : écorce de *Fraxinus angustifolia* et lichen *Xanthoria parietina*. Impact sur la végétation. Thèse de Doctorat d'état en science. Université de Badji Mokhtar, Algérie.

[16] Direction du Parc National d'El Kala, 2005. Rapport : Plan de gestion du P.N.E.K.

[17] Bricaud O., 2010. Les lichens des forêts de la région méditerranéenne française et leur relation avec la continuité écologique des boisements. Rapport WWF, Marseille, France. 30p.

[18] Lacoux, D. & Engler R., 2004. *Lobaria pulmonaria* (L.) Hoffm., un lichen à protéger. Fiche des lichens de l'Association Mycologique et Botanique de l'Hérault et des Hauts Cantons (AMBHHC).

[19] Signoret J., 2001. Le lichen pulmonaire en Lorraine et des régions voisines. Université de Metz. France. 16 p

©UBMA – 2013

Valorisation du laitier granulé et de la poudre de verre dans les bétons autoplaçants (BAP)

Tahar Ali-Boucetta*, Mourad Behim & Walid Laifa

Laboratoire Matériaux, Géo – Matériaux et Environnement, Laboratoire de Génie Civil, Département de Génie Civil – Université Badji Mokhtar – BP 12 - Annaba

Révisé le 24/03/2013
Accepté le 08/05/2013

ملخص
الخرسانات ذاتية القولبة (BAP) تتميز بشدة الميوعة، تأخذ مكانها بدون اهتزاز. يمكن الحصول على هذه الخاصية باستعمال الملدنات (superplastifiant) و زيادة حجم العجينة (الخليط الإسمنتي) لضمان توزيع جيد للحصى الخشن.
لكن لضمان حجم كاف للخليط الإسمنتي، إمكانيتين مهداتين، الأولى تتمثل في زيادة كمية الاسمنت، الذي ينتج عنه مبلغ عالي على المستوى الاقتصادي و خطر التشققات بطرد حراري كبير، على المستوى التقني.الطريقة الثانية، تتمثل في استعمال مختلف الإضافات المعدنية، المتمثلة في أغلب الأوقات في منتجات ثانوية (sous produits) أو النفايات. إشكالية هذا العمل هو إبراز مزايا النفايات الصناعية (الخبث المحبب) و النفايات المنزلية (زجاج القارورات) كبديل لحشو الحجر الجيري المألوف استعماله في الخرسانات ذاتية القولبة. أقترحت صيغ مختلفة من أجل دراسة تأثير الاضافات المختلفة مثل حشو الحجر الجيري، الخبث المحبب و مسحوق الزجاج الناتج عن سحق القارورات، على خصائص الخرسانة ذاتية القولبة. أبدت النتائج أثر ايجابي بالنسبة لكل من الخبث المحبب و مسحوق الزجاج فيما يخص الخصائص الريولوجية و الميكانيكية للخرسانات المصنوعة من نسب متراوحة بين 30 و 60 % من كتلة الاسمنت. الكمية المثلى تختلف من مادة إضافة إلى أخرى.

الكلمات المفتاحية : *إضافات – حبيبات خبث الأفران العالية – مسحوق الزجاج - حشو الحجر الجيري - الريولوجيا.*

Résumé
Les bétons autoplaçants (BAP) se caractérisent par une grande fluidité, se mettant en place sans vibration. Cette propriété peut être obtenue par l'emploi de superplastifiant et l'augmentation du volume de pâte pour assurer une bonne dispersion des gros granulats. Cependant, pour assurer un volume de pâte suffisant deux possibilités sont offertes : la première consiste en l'augmentation du dosage en ciment, ce qui induit un surcoût sur le plan économique et des risques de fissuration, dus à des réactions exothermiques importantes lors de l'hydratation du ciment, sur le plan technique. La deuxième voie consiste en l'emploi de diverses additions minérales qui sont le plus souvent des sous produits ou des déchets. La problématique de ce travail est donc la valorisation de déchets industriels (laitier granulé) et des déchets ménagers (verre à bouteille) en substitution du filler calcaire traditionnellement utilisé dans les BAP. Différentes formulations sont proposées dans le but d'étudier l'influence des différents ajouts notamment le filler calcaire, le laitier granulé et la poudre de verre sur les propriétés des BAP à l'état frais et à l'état durci. Les résultats montrent un effet favorable aussi bien du laitier granulé que de la poudre de verre sur les caractéristiques rhéologiques et mécaniques des bétons formulés à des taux variant entre 30 et 60 % par rapport à la masse du ciment. L'optimum du dosage est différent d'une addition à une autre.

Mots clés*: Additions - Laitier granulé de haut fourneau - Poudre de verre - Filler calcaire - BAP*

Abstract
Self-compacting concretes (SCC) are characterized by high fluidity, their set up is done without vibration. This property can be obtained by the use of superplasticizer and the increased volume of paste to ensure good dispersion of coarse aggregate. However, to ensure a sufficient volume of paste, there are two possibilities: either an increase of cement dosage,which causes additional cost and risk of cracking through exothermy, or the use of various mineral additions such as waste and by products. The problematic of this work is the enhancement of industrial waste (slag) and household waste (glass bottle) a substitute to limestone filler traditionally used in the SCC. Different formulations are proposed to study the influence of various additions especially, limestone filler, granulated slag and glass powder on the properties of SCC, to fresh and hardened state. The results show a positive effect, of granulated slag and glass powder on rheological and mechanical properties of concretes at rates ranging between 30 and 60% compared to the mass of cement. The optimum dosage is different from an addition to another.

Key words*: Additions - Granulated blast furnace slag - Glass powder - Limestone filler – SCC*

**Auteur Correspondant : thr_aboucetta@ymail.com*

©UBMA - 2013

1. INTRODUCTION

Les bétons autoplaçants (BAP) se caractérisent par une grande fluidité. Cette propriété peut être obtenue par l'emploi de superplastifiant et par l'augmentation du volume de pâte pour assurer une bonne dispersion des gros granulats sans aucune tendance à la ségrégation. Pour garantir un volume de pâte suffisant deux possibilités sont offertes. La première consiste en l'augmentation du dosage en ciment, ce qui induit manifestement un surcoût sur le plan économique et des dégradations, telles que les fissures de retrait thermique dues à des réactions exothermiques importantes lors de l'hydratation du ciment, sur le plan technique. La deuxième possibilité consiste en l'emploi de diverses additions minérales qui sont le plus souvent des sous produits ou des déchets. Le laitier granulé du complexe sidérurgique d'El Hadjar (Annaba, Algérie) est utilisé par la cimenterie de Hadjar-Soud pour la production du CPJ-CEM II/A 42.5 à un faible taux de l'ordre de 20 % en moyenne à cause de son faible pouvoir hydraulique [1]. La production du laitier au complexe sidérurgique d'Annaba est de l'ordre d'un million de tonne par an. Le verre à bouteille coloré n'est pas recyclé, il n'existe aucun circuit de collecte, il est jeté dans les bennes à ordures où en décharges sauvages. Il est connu que le laitier granulé contribue à l'amélioration de la durabilité des ciments et des bétons [2], alors que la poudre de verre est un matériau, nouvellement introduit dans les matériaux cimentaires. Les verres contiennent des quantités importantes d'alcalins pouvant entraîner des effets préjudiciables sur le béton en relation avec les réactions alcali-silice ou alcali-granulat. Plusieurs auteurs [3 - 5] conviennent que le verre entraîne un comportement bénéfique associé à la réaction pouzzolanique s'il est utilisé sous forme de poudre.

La valorisation de ces déchets dans les bétons autoplaçants (BAP) comme addition pourrait constituer une alternative écologique et économique intéressante, permettant d'élargir le champ d'emploi du laitier et l'élimination de décharges encombrantes et polluantes de verre. Le but de ce travail est la substitution des fillers calcaires par le laitier granulé de haut fourneau ou la poudre de verre dans les BAP avec optimisation des dosages. Cette substitution doit communiquer au mélange les caractéristiques rhéologiques d'un BAP et les résistances mécaniques d'un béton usuel. A cet effet, une étude comparative a été menée sur un BAP de référence (BAPR) sans aucune addition et des BAP avec additions de filler calcaire (BAPFC), de laitier granulé de haut fourneau (BAPLG) et de poudre de verre (BAPPV) à différents dosages.

2. MATÉRIAUX

2.1 Le ciment

Le ciment utilisé est un CPJ-CEM II/A 42.5, de masse volumique apparente et absolue respectivement (1020 et 3000 kg/m^3), de finesse Blaine 3480 cm²/g et de composition minéralogique : C_3S = 58.2%, C_2S = 18.5%, C_3A = 9.3% et C_4AF = 8.2%.

2.2 Les additions

L'analyse par diffraction aux rayons X des additions a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre Siemens D 5000, utilisant une anticathode de cobalt (Co Kα, λ = 1.789 Å), sur une plage de 10 à 70° (2θ) avec un pas d'avancement de 0.02° et un temps de comptage de 12s. Un broyeur à boulet d'une capacité de 10 kg et une vitesse de rotation de 53 tr/min a servi au broyage du laitier granulé et des bouteilles de verre. Les paramètres de broyage ont été maintenus constants pour toutes les additions.

2.2.1 Filler calcaire (FC)

Les FC sont des déchets de concassage de roches provenant des carrières de production de granulats pour béton. Le diagramme aux rayons X présenté par la figure 1 montre que le filler calcaire est essentiellement composé de minéral cristallisé sous la forme de calcite ($CaCO_3$).

2.2.2 Le laitier granulé (LG)

Le LG est un sous produit de l'élaboration de la fonte au complexe sidérurgique d'El-Hadjar (Annaba), de structure vitreuse, avec un taux de vitrification de 97 %, mais de faible hydraulicité [1]. La figure 2 illustre le diagramme du laitier, typique d'un matériau essentiellement vitreux; outre la fraction vitreuse, le laitier granulé présente de faibles quantités de fer métallique.

©UBMA - 2013

2.2.3 La poudre de verre (PV)

La PV est obtenue par récupération de bouteilles de verre de même nature et de même couleur, dispersées dans les décharges sauvages dans la nature (montagne, bord de mer etc.….). Elles sont nettoyées puis finement broyées. L'analyse aux rayons X (Fig. 3) montre un matériau essentiellement vitreux. Outre la fraction vitreuse, le verre présente de faibles quantités de fer. Le tableau 1 regroupe les compositions chimiques qui ont été réalisées par spectrométrie de fluorescence X et les caractéristiques physiques des trois additions

2.3 Le superplastifiant

L'adjuvant employé est un plastifiant- réducteur d'eau à base de polycarboxylates modifiés, de masse volumique de 1110 kg/m^3, de pH = 5 ± 1, des teneurs en ions chlore ≤ 0.1 %, en Na_2O Eq. ≤ 2.5 % et l'extrait sec = 36.4 ± 1.8 %. La plage d'utilisation recommandée varie de 0.25 à 2.5 % du poids du ciment.

2.4 Les granulats

Les sables utilisés dans cette étude sont de deux natures différentes : le premier est un sable roulé de dune, siliceux et fin et le deuxième est un sable concassé, de roche naturelle calcaire. Les principales caractéristiques des granulats sont données dans le tableau 2. Le gravillon et le gravier sont des granulats concassés, de même nature minéralogique que le sable concassé. L'analyse granulométrique des granulats est présentée sur la figure 4.

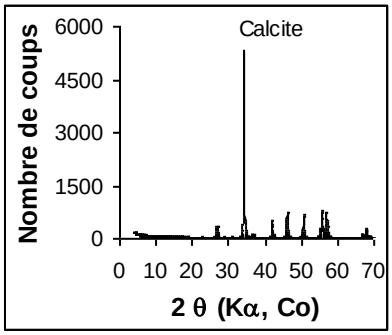


Figure 1. Diffractogramme des Filler calcaire

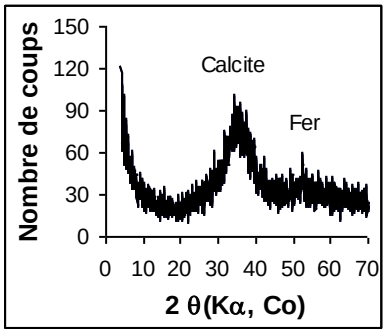


Figure 2. Diffractogramme du laitier granulé.

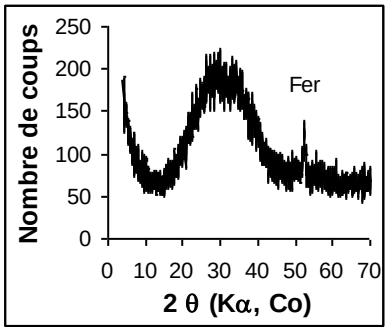


Figure 3. Diffractogramme de la poudre de verre

Tableau 1. Compositions chimiques et caractéristiques physiques des additions.

Analyse chimique				**Analyse physique**				
Oxydes	**% Massique**			**Désignation**	**Unité**	**Valeurs**		
	FC	**LG**	**PV**			**FC**	**LG**	**PV**
CaO	55.91	40.69	9.29	Densité absolue	(kg/m^3)	2450	2910	2550
Al_2O_3	0.11	8.17	1.34					
Fe_2O_3	0.06	4.15	1.15	Densité apparente	(kg/m^3)	857	1215	795
SiO_2	0.40	34.41	69.20					
MgO	0.18	4.56	1.81	S.S.B	(cm^2/g)	7581	5539	5661
Na_2O	0.05	0.10	15.60					
K_2O	0	0.89	0.26	I_{28}	-	0.74	0.88	0.85
Cl^-	0.009	0.01	0.016					
SO_3	0.04	0.36	0.01	I_{90}	-	0.76	1.13	1
P-A-F à 1000°C	42.68	-	0.30					

I_{28} et I_{90} – Indices d'activités à 28 et 90 jours

©UBMA - 2013

Tableau 2. Caractéristiques des granulats.

Caractéristiques	Unité	Sable roulé	Concassé		
			Sable	Gravillon	Gravier
Masse volumique apparente	kg /m^3	1440	1375	1450	1500
Masse volumique absolue	kg /m^3	2500	2500	2590	2590
d/D	-	0/2	0/3	3/8	6.3/15
Module de finesse	-	2.03	3.02	-	-
Equivalent de sable	%	86	89	-	-
Coefficient d'absorption	%	1.5	2.7	1.4	1.4
Los Angeles	%	-	-	-	28
Coefficient d'aplatissement	%	-	-	-	14.59
Micro Deval	%	-	-	-	12

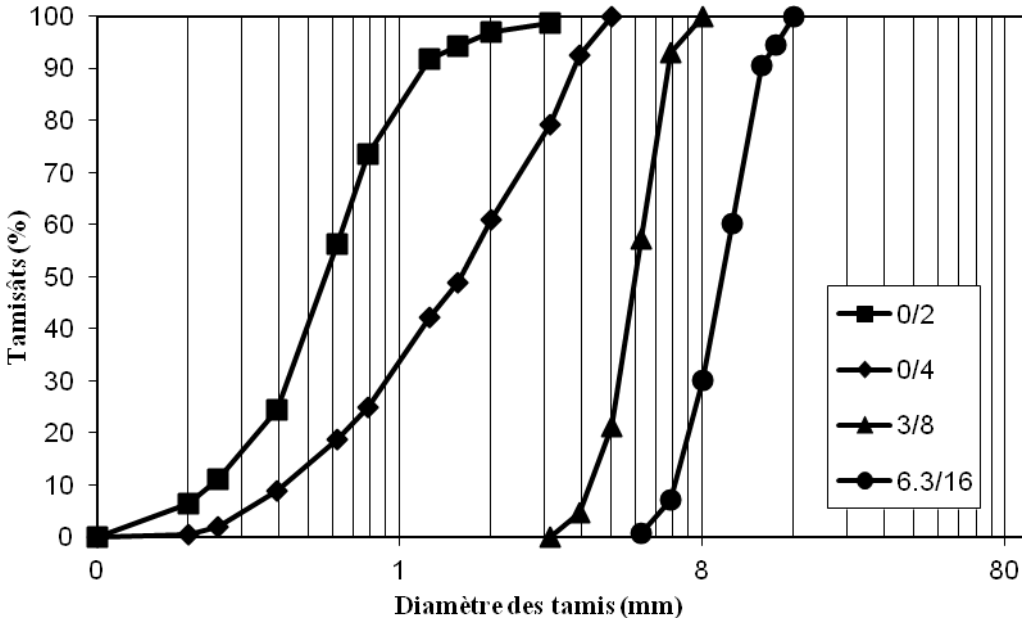


Figure 4. Courbes granulométriques.

3. METHODES EXPERIMENTALES

3.1 Formulation des BAP

L'approche de formulation qui a été utilisée est empirique, basée sur une méthodologie expérimentale s'appuyant uniquement sur des critères recommandés par l'AFGC [6]. Ces critères se résument au rapport gravier/sable (G/S) qui doit être proche de 1, au volume de la pâte qui doit être de 330 à 400 litre/m^3, au dosage en ciment qui se situe entre 300 et 350 kg/m^3 et au dosage en superplastifiant qui doit garantir la fluidité du mélange. L'optimisation du squelette granulaire a été réalisée à l'aide d'un logiciel [7] donné en annexe 4, basé sur la méthode de Dreux - Gorisse modifiée et appliquée au BAP avec la prise d'un rapport G/S (proche de 1) afin d'assurer la stabilité et garantir l'écoulement.

Dans le but de mener une étude comparative de l'effet du dosage et de la nature des additions minérales sur les propriétés des bétons à l'état frais et à l'état durci, un BAPR a été formulé. Les compositions des BAP d'étude sont obtenues par ajout au BAPR d'additions (FC, LG et PV) à des dosages de 30, 45 et 60 % par rapport à la masse du ciment. Bien que certains dosages ne sont pas en accord avec les textes normatifs, leurs utilisations sont importantes pour le déroulement de cette étude. Les différentes compositions des BAP sont données dans le tableau 3.

©UBMA - 2013

Tableau 3. Compositions des BAP d'étude.

	Unités	Ref	BAPFC			BAPLG			BAPPV		
Ciment	kg/m^3	350	350	350	350	350	350	350	350	350	350
Addition	kg/m^3	-	100	150	200	100	150	200	100	150	200
Eau	kg/m^3	190	190	190	190	190	190	190	190	190	190
SP	kg/m^3	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3	6.3
S 0/2	kg/m^3	590	555	538	520	560	545	530	555	538	520
S 0/3	kg/m^3	315	298	288	278	300	290	282	295	288	278
G 4/8	kg/m^3	231	218	212	205	220	215	207	218	212	205
G 6.3/16	kg/m^3	575	541	523	508	546	531	518	539	523	508
E/C	-	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54	0.54
E/L	-	0.54	0.42	0.38	0.35	0.42	0.38	0.35	0.42	0.38	0.35
G/S	-	0.89	0.89	0.89	0.89	0.89	0.89	0.89	0.89	0.89	0.89
V/pâte	l/m^3	312	353	374	394	347	364	381	352	371	391
Air occlus	%	6.4	6.3	6.4	6.5	5.2	4.3	4.0	5.1	5.0	4.2

3.2 Caractérisation des BAP à l'état frais

Les bétons autoplaçants formulés doivent satisfaire plusieurs tests normalisés [8-10] qui permettent de caractériser leurs principales propriétés. Les valeurs préconisées par la norme EN 206 – 9 [11] sont données dans le tableau en annexe 1.

- La mobilité du béton autoplaçant en milieu non confiné, est un essai réalisé pour la mesure de l'étalement au cône d'Abrams (Slump flow, SF). Cet essai est complété par la mesure du temps d'étalement pour un diamètre défini de 500 mm (T_{500}) selon la norme EN 12350 – 8 [8].
- La résistance à la ségrégation du béton autoplaçant est exprimée par l'essai de stabilité au tamis selon la norme EN 12350 – 11 [9].
- La mobilité du béton autoplaçant en milieu confiné, est réalisé par l'essai du taux de remplissage dans la boîte en L (PL), selon la norme EN 12350 – 10 [10].

Deux autres essais non normalisés, comme paramètres rhéologiques ont été choisis: la viscosité (μ) selon le modèle de Sedran [12] et le seuil de cisaillement (τ) selon la méthode de la boîte LCPC [13] décrites successivement en annexes 2 et 3. Chaque essai est reproduit trois fois sur trois gachées différentes de mêmes compositions.

3.3 Caractérisation des bétons durcis

Les essais à la compression on été effectués sur des éprouvettes cubiques (10x10x10) cm^3 démoulées 24 heures après le coulage et conservées sous l'eau à la température ambiante. L'essai de compression simple est réalisé selon la norme EN 12390-3 [14] à l'aide d'une presse d'une capacité de 200 tonnes à 2, 7, 28 et 90 jours. Le nombre d'éprouvettes pour chaque résultat est de trois.

4. DISCUSSIONS DES RÉSULTATS OBTENUS SUR BÉTON FRAIS

4.1 Etalement au cône d'Abrams (Slump flow)

Les résultats obtenus et présentés sur la figure 5 montrent que tous les bétons ont des valeurs d'étalement qui s'inscrivent dans le domaine des BAP, y compris le BAPR.

Toutes les additions améliorent de façon remarquable l'étalement. L'augmentation du volume de pâte par l'introduction des additions a entraîné la réduction des frottements des granulats par leur dispersion en améliorant l'écoulement des BAP [15] (Fig. 6). Cependant au-delà d'un dosage critique de 45 % d'addition, l'étalement diminue par effet de l'augmentation de la concentration volumique en solides, mais reste largement supérieur à celui donné par le BAPR. L'influence des additions minérales sur l'écoulement des bétons est fonction de leur dosage et de leur nature chimique (inerte ou active). Les particules fines de l'addition remplissent les vides disponibles entre les particules du mortier, augmentant ainsi la compacité du mélange en améliorant l'arrangement total des particules dans la matrice. Par conséquent, la quantité d'eau qui occupait ces vides est libérée dans la solution interstitielle, ce qui se traduit par une meilleure fluidité. Cependant, au delà d'un dosage critique, la viscosité du mortier augmente avec l'ajout de l'addition. Le FC garantit les valeurs maximales de l'étalement par rapport au LG et la PV. En effet, certaines additions à caractère

©UBMA - 2013

pouzzolanique comme la poudre de verre et le laitier granulé, leur écoulement dépend de deux composantes: une composante physico-chimique et une composante granulaire liée aux frottements des particules [16]. Shi *et al*. [17] montrent que les laitiers de hauts fourneaux adsorbent le superplastifiant. Il est donc possible, à dosage constant en SP, qu'une diminution de la fluidité soit observée. Au contraire, sa demande en superplastifiant est moindre pour une même fluidité [18], si l'addition est à caractère inerte.

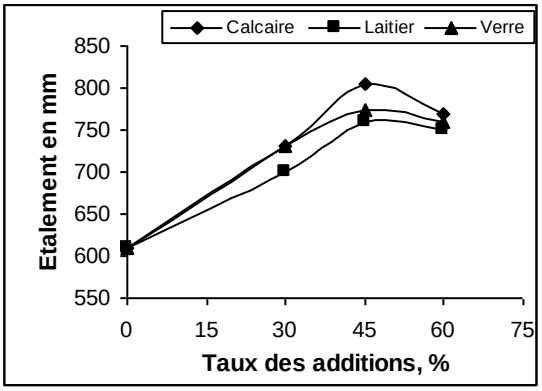


Figure 5. Influence du dosage en addition sur l'étalement (Slump flow).

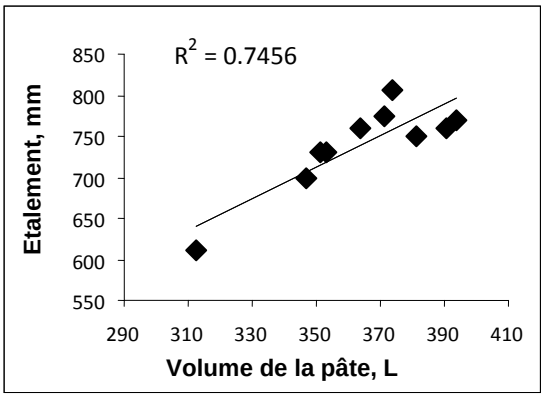


Figure 6. Relation entre l'étalement et le volume de pâte (addition de laitier granulé).

4.2 Stabilité au tamis

Les résultats présentés sur la figure 7 montrent que le BAPR révèle la plus faible stabilité par manque de pâte. Le volume de mortier est insuffisant pour s'écouler à travers le tamis, ce qui peut conduire à une qualité de parement assez mauvaise [19].

En effet, lors de la mise au repos des 10 litres de BAP au moment de la réalisation de l'essai de stabilité au tamis [9], après 15 minutes d'attente, une pellicule d'eau est apparue à la surface du béton, signe révélateur de ressuage.

L'emploi des additions a permis d'absorber l'eau de ressuage en augmentant le volume de pâte et a permis aussi l'amélioration de la stabilité des BAP. On note toutefois un dosage optimal d'addition de l'ordre de 45 %, au-delà duquel la stabilité diminue par augmentation de concentration volumique en solides de la pâte, le mortier devient trop visqueux pour s'écouler à travers le tamis.

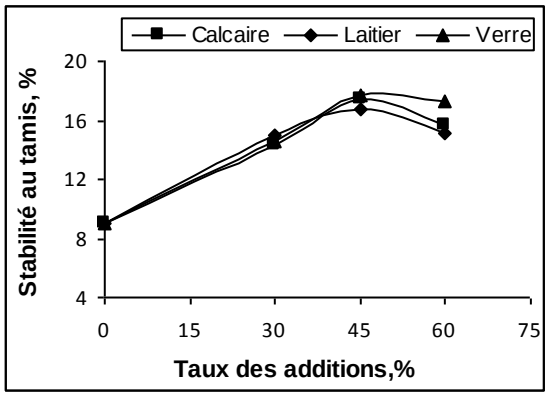


Figure 7. Influence du dosage en addition sur la stabilité au tamis.

4.3 L – box

La valeur du taux de remplissage (PL = H_2 / H_1) doit être supérieure ou égale à 0.8 [10]. Les résultats obtenus par l'essai L – Box, sont présentés sur la figure 8.

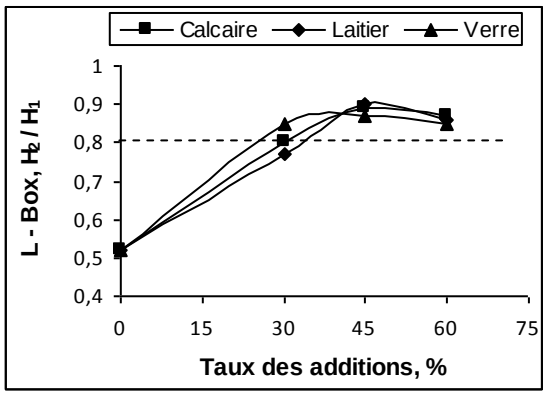


Figure 8. Influence du dosage des additions sur l'écoulement (L – BOX).

Tous les BAP donnent des taux de remplissage qui s'inscrivent dans le domaine des BAP ($H_2/H_1 > 0.8$), excepté le BAPR dont le volume de pâte (312 l/m^3 de béton, voir tableau 3) est insuffisant pour entraîner les gros granulats, donne une valeur du taux de remplissage (H_2/H_1) de 0.52 (Fig. 8). Les BAP LG avec un dosage de 30 % d'addition, donnent une valeur critique du taux de remplissage de 0.77 traduisant un volume de pâte encore

©UBMA - 2013

insuffisant ; la densité du LG est supérieure à celles du FC et de la PV. Ces résultats confirment le taux optimal d'addition de 45%. Au delà de ce dosage on constate une légère diminution du taux de remplissage (PL) quelle que soit l'addition.

4.4 Le temps T_{500}

Le temps de passage de la galette de béton à un diamètre de 500 mm donne une idée sur la vitesse de déformation du béton. En général, pour un béton autoplaçant, la littérature mentionne des valeurs allant jusqu'à 7 secondes [20, 21]. Au-delà de 45 % d'addition, (Fig. 9) le temps T_{500} réaugmente.

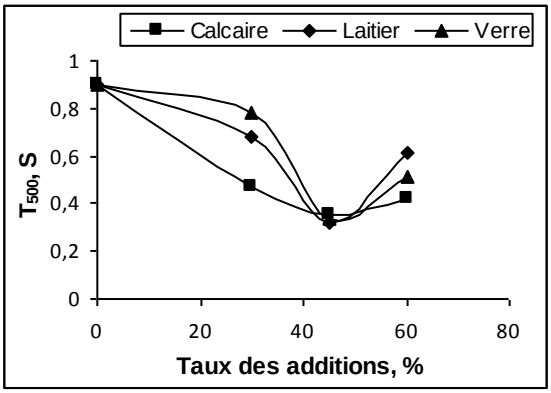


Figure 9. Effet des additions sur le temps T_{500}.

4.5 Viscosité plastique

La viscosité, estimée par application de la relation (1) donnée en annexe 3 et présentée sur la figure 10, montre qu'avec l'augmentation du volume de la pâte, on constate une diminution de la viscosité, ce qui explique une plus grande fluidité et un Temps T_{500} plus faible des BAP avec addition. Cependant, au-delà de 45 % d'addition, la viscosité augmente par effet de l'augmentation de la concentration du volume en solides.

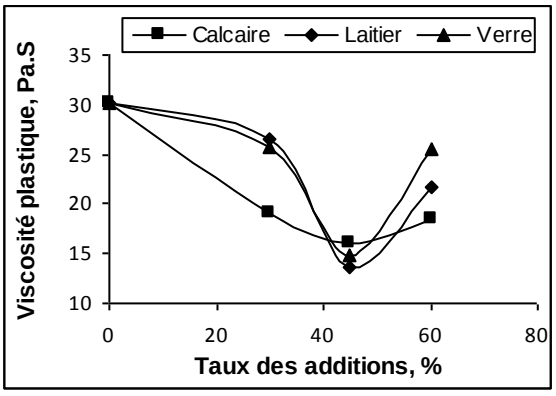


Figure 10. Effet des additions sur la viscosité.

4.6 Seuil d'écoulement

Les résultats obtenus présentés sur la figure 11, montrent l'effet fluidifiant de toutes les additions se traduisant par une diminution importante du seuil de cisaillement.
Ici aussi le dosage optimal est de l'ordre de 45%. Tous les résultats obtenus par l'essai à la boite LCPC corroborent les résultats obtenus par l'essai d'étalement.

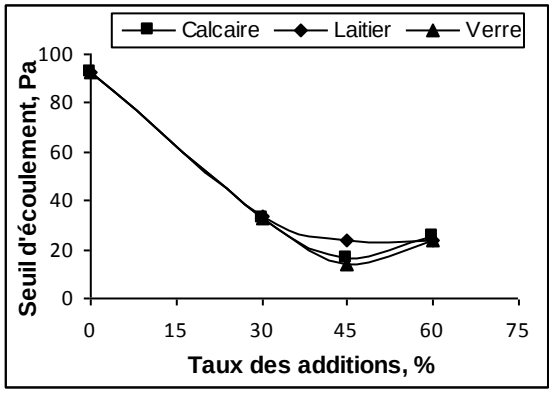


Figure 11. Effet des additions sur le seuil de cisaillement.

5. DISCUSSIONS DES RESULTATS OBTENUS SUR BÉTON DURCI

Les bétons autoplaçants présentent souvent une résistance mécanique légèrement plus élevée qu'un béton ordinaire à rapport E/L équivalent [22]. Dans l'étude présente c'est l'incorporation d'additions minérales qui est étudiée à partir d'une référence autoplaçante sans addition. L'introduction d'additions minérales entraîne une modification de la porosité de la matrice cimentaire. Les additions améliorent les résistances mécaniques au jeune âge par effet physique (remplissage). Lorsqu'elles sont réactives, elles améliorent les résistances à plus longues échéances par effet chimique (hydraulique ou pouzzolanique) [2]. Cette amélioration des résistances dépend de la nature, de la finesse et du dosage de l'addition. En effet, l'augmentation du dosage en addition entraîne une amélioration des résistances mécaniques à tous les âges, ce phénomène est dû à l'effet du remplissage qui améliore la compacité et à l'effet de surface qui entraîne une meilleure hydratation du ciment au jeune âge. Les résultats obtenus et présentés sur la figure 12 a, b, c et d sont conformes aux références bibliographiques citées dans ce paragraphe.

©UBMA - 2013

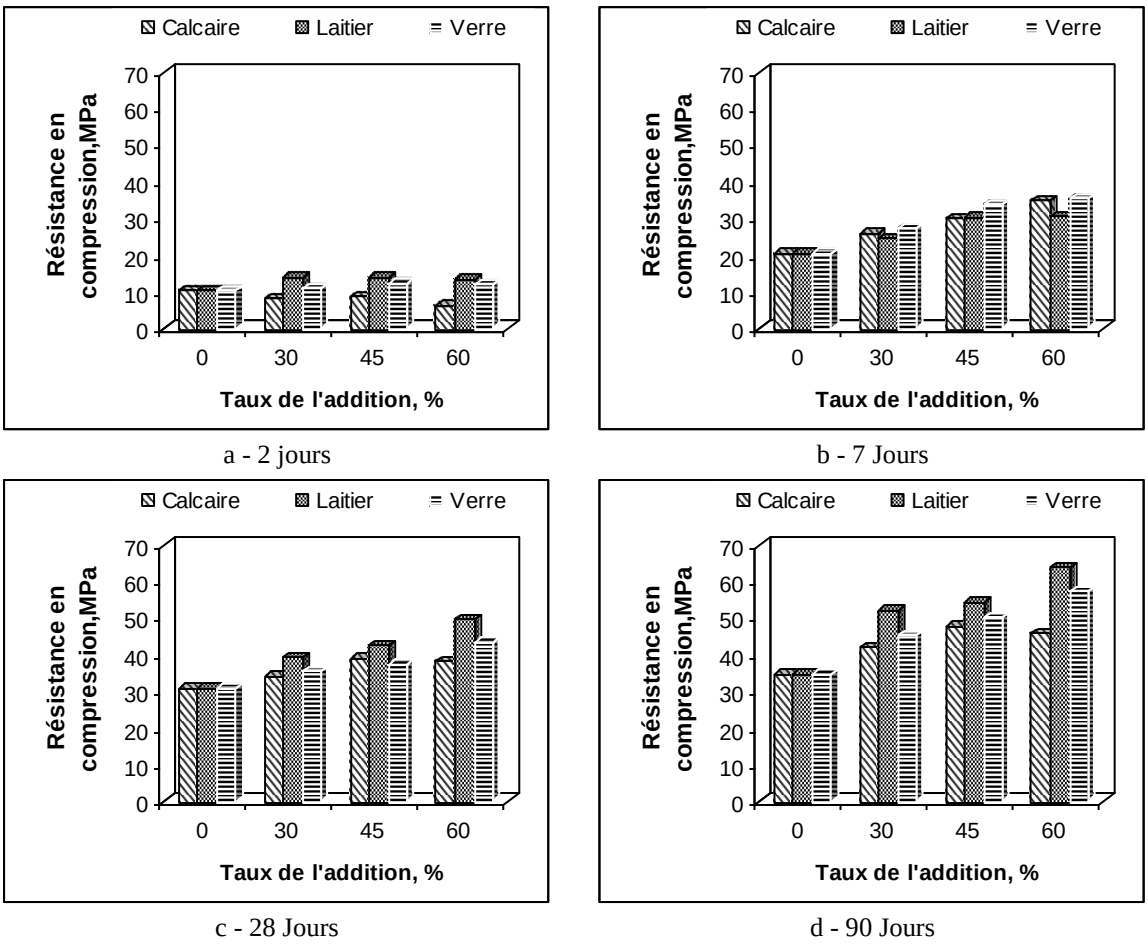


Figure 12. Effet des additions sur la résistance en compression (a, b, c, d,).

Il est également noté un gain de résistance remarquable des BAP avec addition de poudre de verre et de laitier granulé, notamment à partir de 28 jours de durcissement ce qui correspond au développement des résistances par effet pouzzolanique. En effet, les analyses aux rayons X du laitier granulé de haut fourneau et de la poudre de verre ont montré des matériaux essentiellement vitreux, caractérisés vraisemblablement par un pouvoir pouzzolanique. Par ailleurs, les résistances en compression des BAP avec addition sont supérieures à celle du BAP de référence (sans aucune addition). De plus, le laitier utilisé est réactif mais sa cinétique est très lente à 7 jours [2], les résistances obtenues sont moins importantes que celles développées par les BAP FC et PV. Par contre, l'accroissement des résistances des BAP LG par effet pouzzolanique prend toute son ampleur à 28 jours [2]. Il est toutefois important de signaler que nous avons posé comme résistance caractéristique en compression à 28 jours pour un béton d'ouvrage $\sigma_{C\ 28}$ = 30 MPa. Tous les mélanges satisfont à cette condition et les résistances à 28 jours de tous les BAP sont largement supérieures à la résistance projetée, en particulier le BAP LG dont la résistance en compression à 28 jours est égale à 50 MPa.

CONCLUSION

L'écoulement des BAP peut être obtenu par l'emploi de superplastifiant comme nous l'avons vu avec le BAPR. Pour rétablir un niveau de viscosité convenable permettant de diminuer les risques de ségrégation et de ressuage et améliorer l'étalement, l'emploi d'additions fines est parfaitement justifié, voir même recommandé.

Le caractère inerte ou réactif de l'addition peut avoir des effets aussi bien sur le béton frais par l'amélioration de la fluidité et l'élimination des risques de ségrégation en relation avec le dosage, que sur le béton durcit par l'augmentation des résistances mécaniques. Si le filler calcaire est traditionnellement utilisé dans les BAP, le laitier granulé et la poudre de verre le sont moins. Les résultats obtenus permettent d'envisager leur emploi comme addition fine au BAP avec des dosages de 30 à 60 % selon le type d'addition avec un dosage

©UBMA - 2013

optimal de 45 % pour toutes les additions. Il serait certainement utile de conduire une étude sur l'optimisation du dosage en superplastifiant d'une part et la limitation de D_{max} à 10 ou 12 mm au lieu de 15mm comme nous l'avons pratiqué dans cette étude. Finalement il est connu que le laitier granulé contribue à l'amélioration de la durabilité des ciments et des bétons, alors que la poudre de verre est un matériau nouvellement introduit dans les matériaux cimentaires et nécessite donc d'autres études notamment de durabilité pour valider son emploi dans les bétons. C'est dans cette optique qu'une étude de durabilité des BAP incorporant des ajouts cimentaires normalisés tels que le filler calcaire, laitier granulé ou la fumée de silice conjointement à la poudre de verre est en cours de réalisation.

REMERCIEMENTS

Ce travail entre dans le cadre de l'accord programme Tassili N° 12 MDU 874.

RÉFÉRENCES

[1] Behim M., Cyr M. & Clastres P., 2011. Effets physiques et chimiques du laitier d'El Hadjar utilisé comme addition minérale dans les matériaux cimentaires, European Journal of Environmental and Civil Engineering., Vol. 15 (10), 1413-1432.

[2] Behim M., 2005. Sous produits industriels et développement durable : Réactivité, rôle et durabilité des laitiers d'EL HADJAR dans les matériaux à matrice cimentaire, Thèse de doctorat d'état en cotutelle Université d'Annaba – INSA de Toulouse. 187p.

[3] Shao Y., Lefort T., Moras. & Rodriguez D., 2000. Studies on concrete containing ground waste glass, Cement and Concrete Research, Vol. 30 (1), 91-100.

[4] Chen C.H., Huang R., Wu J.K. & Yang C.C., 2006. Waste E-glass particles used in cementitious mixtures, Cement and Concrete Research. Vol. 36 (3), 449-456.

[5] Shi C., Wu Y., Rieflerb C. & Wang H., 2005. Characteristics and pozzolanic reactivity of glass powders, Cement and Concrete Research. Vol. 35 (5), 987- 993.

[6] Association Française du Génie Civil., 2008. Les BAP : recommandations provisoires, 63p.

[7] CBAO SARL., 2011. Logiciel de formulation pour béton, BCN Bureau d'étude. Site web: http://www.cbao.fr/logiciel-formulation-beton bureau-etude-dosage.html.

[8] NF EN 12350 – 8., Novmbre 2010. Partie 8 : Béton autoplaçant – essai d'étalement au cône d'Abrams.

[9] NF EN 12350 – 11., Novembre 2010. Partie 11 : Béton autoplaçant – essai de stabilité au tamis.

[10] NF EN 12350 – 10., Novembre 2010. Partie 10 : Béton autoplaçant – essai à la boite en L.

[11] NF EN 206 – 9., Juin 2010. Béton: partie 9 : Règles complémentaires pour le béton autoplaçant.

[12] Sedran T., 1999. Rhéologie et Rhéométrie des bétons : application aux bétons autonivelants, Thèse de Doctorat de l'ENPC. 220p.

[13] Roussel N., 2007. The LCPC Box cheap and simple technique for yield stress measurement of SSC, Materials and structures. Vol. 40 (9), 889-896.

[14] NF EN 12390-3., Avril 2012. Essai pour béton durci: Partie 3 : Résistance à la compression des éprouvettes.

[15] Kennedy C.T., 1940. The Design of Concrete Mixes, Proceedings of the American Concrete Institute, 36, 373-400.

[16] Toutou Z., 2002. Rhéologie et formulation des géo-suspensions concentrées : évaluation des conditions d'extrudabilité, Thèse de doctorat de INSA- Rennes, p 221.

[17] Shi and al., 1998. A study of effect of superfine powders on fluidity of cement paste, Transactions of the Japan Concrete Institute, Vol. 20, 9-14.

[18] Zhu and Gibbs., 2005. Use of different limestone and chalk powders in self-compacting concrete, Cement and concrete research, vol 35, 1457-1462.

[19] Cussigh S. & De S., 2003. Project testing SCC-segregation test method, Proceedings of 3rd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, Reykjavik, Island, 311-322.

[20] Grünewald S. & Walraven J.C., 2003. Rheological measurements on self-compacting fibre reinforced concrete, Proceedings of 3rd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, Reykjavik, Island, 49-58.

[21] Nielsson I. & Wallevick O.H., 2003. Rheological evaluation of some empirical test methods – preliminary results, Proceedings of 3rd International RILEM Symposium on Self-Compacting Concrete, Reykjavik, Island, 59-68.

[22] Assié S 2004, Durabilité des bétons autoplaçants, Thèse de doctorat, INSA-Toulouse, p 249.

©UBMA - 2013

ANNEXES

Annexe 1

Tableau 1. Valeurs préconisées par les normes [7]

Essais	**Etalement (SF), cm**		**Stabilité au tamis (SR), %**		**Boite en L PL = (H_1 / H_2)**		**T_{500}, Secondes**	
Classes	SF 1	550 - 650	SR 1	≤ 20	PL 1	≥ 0.8[a]	VS 1	< 2
	SF 2	650 - 750	SR 2	≤ 15	PL 2	≥ 0.8[b]	VS 2	≥ 2
	SF 3	750 - 850	-		-		-	

a - Deux armatures
b - Trois armatures

Annexe 2 : Détermination du seuil de cisaillement par la méthode LCPC – Box

Le seuil de cisaillement selon la méthode de la boîte LCPC [9] : L'essai de la boîte LCPC permet d'évaluer le seuil de cisaillement (τ). Cette méthode s'appuie sur la mesure de la longueur d'étalement L du BAP dans une boîte de longueur 120 cm (Fig.1). Après l'arrêt de l'écoulement, la longueur d'étalement mesurée dans la boîte permet de calculer le seuil de cisaillement du béton à partir de l'abaque (Fig 2).

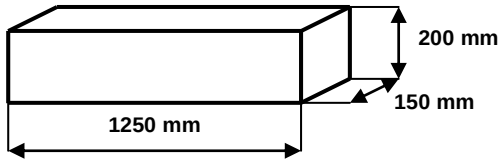


Figure 1. Représentation schématique de la boîte LCPC [13]

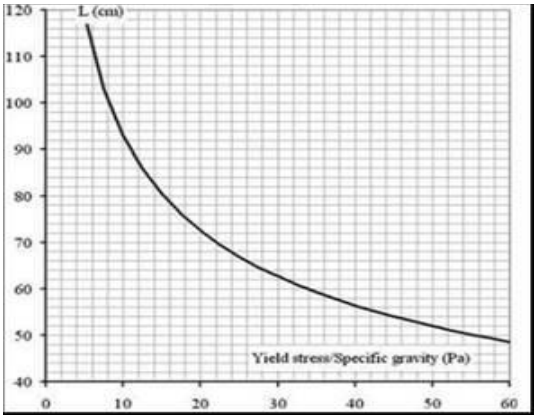


Figure 2. Relation entre longueur d'étalement et seuil de cisaillement [13]

Annexe 3 : Détermination de la viscosité plastique par la relation de Sedran

La relation (1) [8] a été utilisée pour le calcul de la viscosité plastique du matériaux en Pa.S :

$$\mu = \frac{\rho}{1000}(0.0268Sf - 2.39)T_{500} \qquad (1)$$

ρ : la masse volumique du béton (kg/m^3),
SF : l'étalement en (mm),
T_{500} : le temps que met la galette à atteindre un diamètre de 500 mm (S).

Annexe 4 : Paramètre de formulation du logiciel BCN

Les données à introduire au logiciel sont les suivant :
- caractéristiques des granulats (densité absolue, absorption d'eau et les courbes granulométrique), du ciment (densité absolue, clase de resistance et les courbes granulomètriques), des additions (densités absolues, l'indice d'activité à 28 et 90 jours et les courbes granulométriques) et enfin de l'adjuvant (extrait sec, teneurs en Cl^- et Na^+ et le dosage à saturation).
- type de béton (BO, BAP etc...)
- choix du rapport G/S .

Comme données de sortie on obtient ainsi la composition du squelette granulaire optimisée.

©UBMA - 2013

Etude de la faisabilité d'un composite à matrice cimentaire renforcé de fibres de jute

Souad Menadi*[1], Amar Benazzouk[2], Omar Douzane[2], Mouloud Merzoud[1], Mohamed Fouzi Habita[1] &Thierry Langlet[2]

[1] *Laboratoire de Génie Civil (LGC), Université Badji Mokhtar Annaba, BP.12, Annaba, 23000, Algérie*

[2] *Laboratoire des Technologies Innovantes (LTI, EA 3899) Université Jules Verne de Picardie, Avenue des Facultés, le Bailly 80025 Amiens Cedex, France*

Révisé le 08/04/2013
Accepté le 15/05/2013

ملخص

يتعين على مجال البناء أن يؤدي دورا هاما في حل المشاكل البيئية المتصلة بإعادة تصنيع واستغلال الكتلة الحيوية. ضمن فئة المواد الإسمنتية، أنواع مختلفة من النفايات ومخلفات منتجات الزراعة قد استخدمت بالفعل، إما في شكل جزيئات، كاستبدال كلي أو جزئي للمكونات المعدنية، أو في شكل ألياف للتدعيم. في هذه الدراسة تطرّقنا لإمكانية استخدام ألياف الجوت كعنصر تدعيم البغلي. تم استخدام ألياف الجوت في استبدال جزء من الرمل في كميات مختلفة. المركب الأسمنتي المرجعي لا يحتوي على الألياف. أجريت مذكرة من الاختبارات التجريبية لدراسة حالة المركبات قبل جفافها (عجينة) وبعد جفافها (صلبة). كما تم تقييم مدى التوافق الكيميائي لألياف الجوت مع الاسمنت باستخدام اختبارات التوافق التي ترتكز على تسجيل ارتفاع درجة الحرارة في قلب المركب خلال التفاعلات المنتجة للحرارة بين مكونات الأسمنت و ماء المزج. نتائج هذه الاختبارات تؤكد التوافق الكيميائي لألياف الجوت مع الأسمنت. الاختبارات الميكانيكية تظهر انخفاضا في الأداء الميكانيكي مع زيادة كمية الألياف، ولكن مكسب كبير في الوزن.

الكلمات المفتاحية *: مركب إسمنتي - بغلي بالألياف - ألياف الجوت - التوافق الكيميائي.*

Résumé

Le domaine de la construction doit jouer un rôle important dans la résolution des problèmes environnementaux liés au recyclage et l'exploitation de la biomasse. Dans la catégorie des matériaux cimentaires, différents types de déchets et coproduits issus de l'agriculture ont déjà été utilisés, soit sous forme de particules, en remplacement total ou partiel des granulats minéraux, soit sous forme de fibres pour renforcement. Dans cette, étude nous nous sommes intéressés au potentiel d'utilisation des fibres de jute comme éléments de renfort pour mortiers. La fibre de jute a été utilisée en substitution partielle du sable à différents taux, le mortier de référence étant sans fibres. Un protocole d'essais expérimentaux a été mené pour étudier les composites à l'état frais et à l'état durci. La compatibilité chimique des fibres de jute avec le ciment a été évaluée à l'aide des tests d'hydratation qui consistent à enregistrer l'élévation de température au cœur du composite lors des réactions exothermiques des composants du ciment avec l'eau de gâchage. Les résultats révèlent un faible indice d'inhibition confirmant la compatibilité de la fibre avec le ciment. Les essais mécaniques montrent une baisse des performances avec l'augmentation du taux de fibres, mais un gain substantiel en poids.

Mots clés: *Composite cimentaire - Mortier de fibres - Fibres de jute - Compatibilité chimique.*

Abstract

Construction field has to play an important role in resolving environmental problems related to recycling and exploitation of the biomass. In the category of cementitious materials, various types of wastes and by-products derived from agriculture have already been used, either as particles, in total or partial replacement of mineral aggregates, or as fibers for reinforcement. In this study we were interested at the potential use of jute fibers as reinforcing elements for mortars. The jute fiber was used in partial replacement of sand at different rates; the control mortar was without fibers. A Memorandum of experimental tests was conducted in order to study the composite in fresh and hardened state. The chemical compatibility of jute fibers with cement was evaluated using tests of hydration which consist in recording the temperature rise in the heart of the composite during the exothermic reactions between the components of the cement and the mix water. The results of these tests revealed very low index of inhibition confirming the compatibility of the jute fiber with cement. The mechanical tests showed a decrease in performances according to the increase of fiber and a substantial gain weight.

Key words: *Cementitious composite - Fiber mortars - Jute fibers - Chemical compatibility.*

**Auteur correspondant : souad.menadi@lgc-univ-annaba.dz*

©UBMA - 2013

1. INTRODUCTION

Les déchets de différentes sources sont à l'origine de divers problèmes environnementaux liés à leur stockage et leurs quantités croissantes. Par ailleurs, les matériaux de construction traditionnels d'origine naturelle sont confrontés, à terme, à l'épuisement. Il est donc important de penser à l'élaboration de matériaux composites à agrégats artificiels ou recyclés provenant de déchets industriels et agricoles. Ce type de matériaux répond aux exigences économiques et environnementales. Dans le secteur du bâtiment, l'exploitation et la valorisation des déchets industriels ainsi que des coproduits agricoles ont donné lieu à un certain nombre de travaux de recherche sur de nouveaux matériaux composites [1-3]. La caractérisation mécanique de composites incorporant des matières renouvelables tels que les coproduits issus de l'exploitation agricole (lin, chanvre, coco, jute, palmier...) en qualité d'agrégats, sous forme de particules, ou de fibres, dans une matrice cimentaire de mortier ou de béton a fait l'objet de nombreuses publications [4-6]. Cette valorisation des agro-ressources constitue une solution d'un grand intérêt par rapport à leur élimination par brûlage sur place. De plus, ces composites sont caractérisés par une densité relativement faible par rapport aux matériaux traditionnels et présentent plusieurs intérêts d'applications potentielles, telles que l'isolation thermique ou l'isolation acoustique. En revanche, ils peuvent présenter une certaine sensibilité à l'eau et une instabilité dimensionnelle tels que le retrait et le gonflement en service ou en présence d'un environnement humide [7]. Ainsi, pour améliorer les performances des composites renforcés par des fibres végétales, plusieurs approches ont été étudiées y compris l'imprégnation des fibres ou particules avec un agent hydrofuge [8].

Néanmoins, l'incorporation de résidus issus du végétal dans une matrice cimentaire nécessite dans certains cas un traitement chimique ou physique et parfois les deux. L'incompatibilité entre les deux matériaux se manifeste par un ralentissement de la réaction d'hydratation dû à la composition de la fraction végétale. La partie lignocellulosique présente, en effet, un pouvoir inhibiteur vis à vis des réactions d'hydratation du ciment, par réduction de la cinétique et de la température d'hydratation, ce qui engendre un retard de prise. Ce phénomène freine le développement des propriétés mécaniques du composite. C'est pourquoi, l'incorporation de particules issues du végétal dans des bétons ou des mortiers de ciment est limitée [9,10]. Cette incompatibilité chimique est en général attribuée à la quantité de matières lignocellulosiques contenues dans la partie végétale, tels que les terpènes, les acides gras, la lignine et les sucres. L'inhibition se produit essentiellement lorsque le silicate de calcium hydraté, site des nucléations sur les surfaces à l'origine chargées positivement, se retrouve en présence d'anions d'acide gras et la lignine [11]. Plusieurs études [1, 5, 7, 12], ont été menées dans le but de minimiser les effets néfastes de cette fraction lignocellulosique sur l'hydratation des ciments. Les résultats de ces études ont montré qu'il est possible de contrôler ces effets négatifs et d'améliorer ainsi certaines propriétés mécaniques des composites à matrice cimentaire, moyennant un traitement approprié de la partie végétale.

L'objectif principal de ce travail est d'étudier l'utilisation potentielle de fibres de jute comme additif de renfort à un mortier de ciment afin de proposer une solution alternative au renforcement par fibres synthétique ou fibres d'acier. Les fibres de jute ont été utilisées par substitution massique partielle du sable dans la composition du mortier, à des taux de 0.5%, 1%, 1.5% et 2% par rapport à un mortier de référence à 0% de fibres. L'effet inhibiteur qui correspond à l'incompatibilité chimique entre les fibres de jute et le ciment Portland a été évalué en examinant la cinétique d'hydratation et de durcissement du matériau [1]. Complémentairement, un programme d'essais expérimental, a été réalisé pour étudier les propriétés des composites à l'état frais et à l'état durci dont, la maniabilité, la teneur en air occlus, la masse volumique et les résistances mécaniques à la compression et à la flexion.

2. MATÉRIAUX UTILISÉS ET TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

2.1 Matériaux utilisés

Le jute est une plante tropicale qui produit la fibre végétale la moins chère, extraite par rouissage. Selon l'estimation de l'organisation des nations unies pour l'alimentation et l'agriculture (FAO: Food and Agriculture Organization), l'Inde est le premier pays producteur de cette fibre (60% de la production mondiale).

©UBMA - 2013

La fibre de jute rouie et adoucie est utilisée comme matière première pour la production de textile (tissu de toile de jute, sacs de transport et d'emballage...etc.). La fibre utilisée dans cette étude provient de la toile de jute usée ayant servi comme sacs d'emballage de produits alimentaires et agricoles. D'une longueur d'environ 15 mm, elle a une masse volumique de l'ordre de 35 kg/m^3, déterminée par pesées d'un volume unitaire de fibres tapoté non tassé obtenue par la moyenne de 6 essais. La figure 1 montre la forme et la dimension de la fibre. Les caractéristiques physiques et chimiques de la fibre végétale de jute à l'état naturel sont données respectivement dans les tableaux 1 et 2 [9]. La fibre utilisée dans ce travail provient du déchet de toile de jute dont la fibre a subi des traitements chimiques et physiques qui ont contribué à la dissolution des matières lignocellulosiques, en vue de son utilisation en industrie textile [13]. Le module spécifique est le rapport du module d'élasticité longitudinale ou module de Young sur la masse volumique. Il exprime la tenue à l'allongement à masse identique. Le ciment utilisé est du type CEM II/B-M 32.5R conforme à la norme NF EN 197-1 [14] additionné d'une chaux hydraulique NHL5 conforme à la norme EN 459 [15] et un sable naturel de granularité 0/5. Afin d'améliorer la maniabilité et la viscosité des composites, 30% du ciment a été substitué par la chaux [16].

2.2 Techniques expérimentales

Pour la confection des composites, la fibre de jute a été ajoutée en remplacement partiel du sable à des taux massiques de 0% (mortier de référence), 0.5% ; 1% ; 1.5% et 2%. Les composites fibrés sont notés respectivement CF0, CF0.5, CF1, CF1.5 et CF2 (le chiffre indique le taux de fibres). Le ciment et la chaux sont mélangés à sec dans un malaxeur à mortier. Pour toutes les compositions, un taux de fluidifiant de 1.5% de la masse totale du liant a été retenu dans le but de réduire la quantité d'eau nécessaire pour avoir la maniabilité d'un mortier normal mesuré à l'aide du maniabilimètre du LCPC [17]. Pour le mortier de référence, les proportions des constituants sont de 0.7 (ciment), 0.3 (chaux), 3 (sable) et 0.5 (eau) par rapport à la masse du liant (ciment + chaux). Afin d'éviter leur agglomération pendant le malaxage, les fibres ont été d'abord mélangées à sec avec le sable. Pour chaque composition la quantité d'eau de gâchage a été ajustée pour conférer au matériau frais une maniabilité de l'ordre de celle du mortier de référence qui correspond à un écoulement de 10s.

Les cinq composites ont été confectionnés avec les mêmes proportions de ciment et de chaux avec un rapport massique (sable + fibres de jute)/ (liant : 0.7ciment + 0.3 chaux) égale à 3. Les variables sont le rapport eau / liant et le taux de fibres. Les différentes formulations ainsi que les propriétés des matériaux élaborés sont données dans le tableau 3. Pour les composites, la mesure du temps de prise à l'état frais a été réalisée en utilisant l'appareil de Vicat selon la norme NF-P 15-431 [18]. Le pourcentage d'air occlus à l'état frais a été estimé selon la méthode des pressions suivant la norme NF-P 18-353 [19].

Des tests d'hydratation ont été conduits selon la méthodologie décrite par Hofstrand *et al*. [20]. Ces tests ont été réalisés dans le but de déterminer la compatibilité ciment-fibres de jute. Le terme compatibilité désigne le degré de prise du ciment lorsqu'il est en présence d'eau et de fibres. Généralement, si le processus de durcissement du ciment n'est pas perturbé par la présence des fibres, il est considéré que le ciment et la fibre sont chimiquement compatibles. Les tests sont réalisés sur des mélanges contenant uniquement le liant et les fibres à des taux en masse de 0% (mélange de référence), 1%, 2% et 3% de fibres pour 400 g de liant (70% de ciment + 30% de chaux)

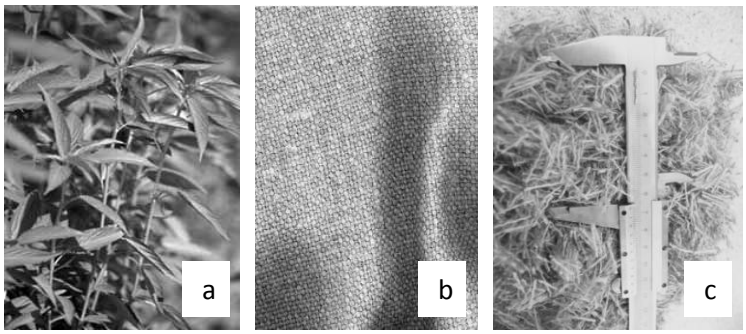


Figure 1. Aspects du jute, a: Plante, b: Tissu, c: Fibres utilisée .

©UBMA - 2013

Tableau 1 : Caractéristiques physiques de la fibre de jute à l'état naturel [9]

Masse volumique (g/cm^3)	Longueur (mm)	Diamètre (µm)	Résistance à la traction (MPa)	Module de traction (GPa)	Module spécifique (N.m/kg)	Elongation (%)	Angle micro-fibrilaire (degrés)
1.3 - 1.49	1.5 - 120	20 - 200	320 - 800	8 - 78	30	1 - 1.5	8

Tableau 2. Composition chimiques de la fibre de jute à l'état naturel [9], pourcentage en poids.

Cellulose	Hemicellulose	Lignine	Pectine	Cires	Eau
59 - 71.5	13.6 - 20.4	11.8 - 13	0.2 - 0.4	0.5	12.5- 13.7

.

Tableau 3. Composition et propriétés composites fibrés étudiés.

Composite	CF0	CF0.5	CF1	CF1.5	CF2
Ciment (kg/m^3)	344.3	315.0	300.0	280.2	258.2
Chaux (kg/m^3)	147.6	135.0	128.6	120.0	110.7
Sable (kg/m^3)	1475.4	1343.2	1272.8	1182.0	1084.4
Fibres (kg/m^3)	0	6.7	12.9	18,0	22.1
Eau (kg/m^3)	245.9	315.0	321.4	360.0	424.2
Fluidifiant (%)	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5
Air occlus (%)	3.5	3.5	3.6	3.7	3.8
Porosité (%)	71.4	72.0	74.0	77.0	84.0
Masse volumique à l'état frais (kg/m^3)	2221	2122	2043	1966	1905
Masse volumique à l'état sec (kg/m^3)	2000	1860	1820	1770	1630

©UBMA - 2013

La quantité d'eau ajoutée est de 0.3 ml/g de liant. Immédiatement après le malaxage des constituants, le mélange est placé dans un récipient cylindrique muni de son couvercle. Afin d'éviter les échanges avec le milieu ambiant, celui-ci est mis dans une autre enceinte remplie de vermiculite et pour assurer l'isolation totale du système, l'ensemble est placé dans un vase de Dewar. Le suivi de l'évolution des températures est réalisé grâce à des thermocouples de type T reliés à une centrale d'acquisition. Le thermocouple est noyé dans la masse au centre de l'échantillon. Pour s'assurer de l'absence de déperdition de chaleur, un second thermocouple est placé dans le vase de Dewar et un troisième dans le local d'essai.

Le dispositif expérimental, mis au point au laboratoire, est représenté schématiquement par la figure 2a. Un exemple type de courbe d'hydratation (température-temps) est donné par la figure 2b. L'effet inhibiteur a été quantifié par le calcul de l'indice d'inhibition I (%) en utilisant l'équation (1).

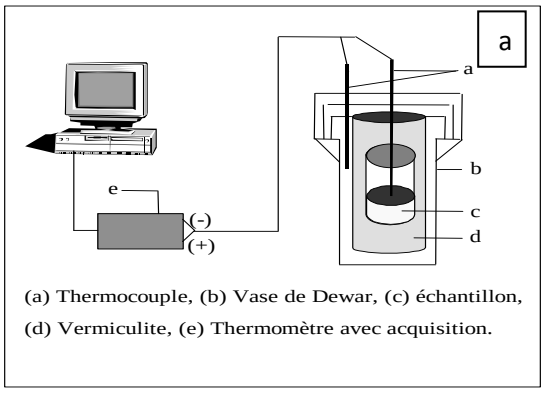


Figure 2a. Dispositif expérimental du test d'hydratation.

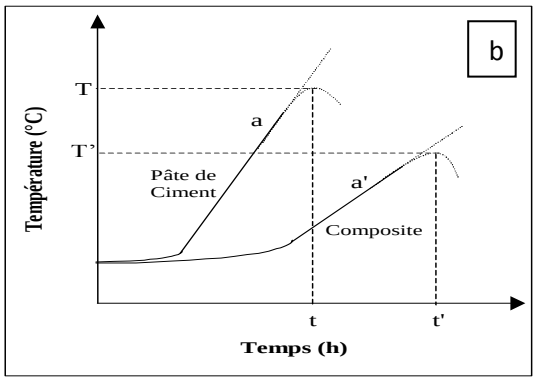


Figure 2b. Exemple type de courbe température - temps lors de l'hydratation

$$I = 100.\left(\frac{t'-t}{t}\right)\left(\frac{T-T'}{T}\right)\left(\frac{a-a'}{a}\right) \qquad (1)$$

Où T et T' (°C) sont les températures maximales à l'hydratation, t et t'(h) les temps correspondants, a et a' les pentes maximales des courbes (température - temps), respectivement du liant et du mélange liant-fibres [21]. L'effet inhibiteur sur la réaction d'hydratation du ciment est caractérisé par l'indice *I*, suivant la classification donnée dans le tableau 4.

Tableau 4. Classification de l'effet inhibiteur des ajouts sur la réaction d'hydratation du ciment [21]

Indice d'inhibition I (%)	Effet inhibiteur
I < 10	Inhibition faible
I = 10 - 50	Inhibition modérée
I = 50 - 100	Grande inhibition
I > 100	Inhibition extrême

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Test d'hydratation

La variation de la température en fonction du temps pour les différentes compositions est montrée dans la figure 3 et les valeurs correspondant aux paramètres d'hydratation sont notées dans le tableau 5.

Tous les mélanges contenant la fibre issue de toile de jute font apparaître une température d'hydratation maximale du même ordre de grandeur et proche de celle du mélange de référence (non fibré) (Fig.3).

La cinétique d'hydratation varie de 1.18°C/h pour le mélange de référence, à 0.64°C/h pour celui à 3% de fibres, et un retard de début de prise de 4 heures (tableau 4). Ce retard est compensé par la température maximale et le temps d'atteinte de cette température, ce qui conduit à un indice d'inhibition faible [21]. Les tests d'hydratation menés sur le mélange à 3% de fibres dont la toile de jute n'a pas été lavée conduisent à un taux d'inhibition de 32.57%. Cette valeur le classe dans un niveau d'inhibition modérée. Le retard au début de prise de 19 heures peut être attribué aux sucres, aux hémicelluloses, aux tanins et autres constituants phénoliques contenus dans les composés hydrosolubles [9,11]. Toutefois, les principaux inhibiteurs de l'hydratation du ciment dans cette étude ne semblent pas suffisants pour justifier un traitement particulier des fibres autre que le lavage à l'eau chaude.

©UBMA - 2013

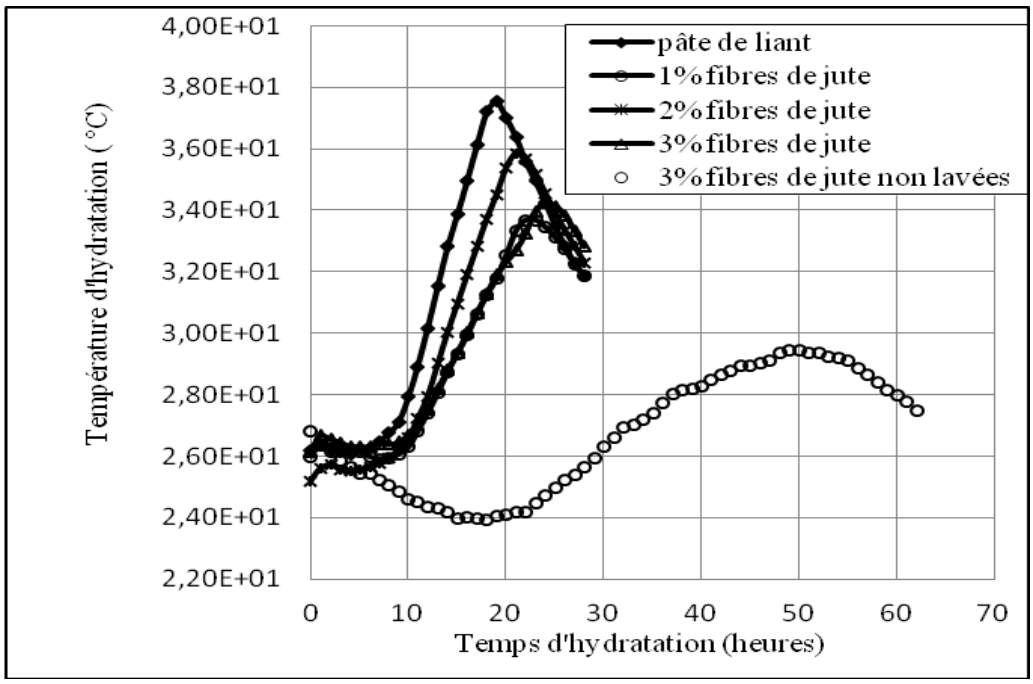


Figure 3. Température d'hydratation des mélanges (liant+fibres) en fonction du temps.

Tableau 5. Résultats des tests d'hydratation

Taux de jute (%)	Pente maximale (°C/h)	Temps de début de prise (heures)	Température maximale (°C)	Temps de fin de prise (heures)	Indice d'inhibition (%)
0[a]	1.18	5	37.6	18.66	-
1	1.03	5	35.8	21.0	0.15
2	0.72	7	33.7	21.7	0.68
3	0.64	9	34.3	24.0	1.59
3[b]	0.26	19	29.4	53	32.57

[a]: échantillon de référence, [b]: fibres de toile des sacs de Jute non lavés

3.2 Propriétés physico-mécaniques des composites

Des éprouvettes 40 x 40 x 160 mm ont été préparées et conservées pendant 28 jours à température et hygrométrie contrôlées (20°C, HR = 98%). Les propriétés mécaniques des composites ont été déterminées conformément à la norme EN 196-1 [22].

3.2.1 Masse volumique à l'état sec

La masse volumique apparente a été déterminée par le rapport de la masse des éprouvettes 40 x 40 x 160 mm au volume apparent après la cure de 28 jours (20°C, HR = 98%) et le séchage en étuve à 50°C jusqu'à masse constante. L'effet de la variation du pourcentage de fibres sur la masse volumique à l'état sec des composites est montré sur la figure 4.

La masse volumique diminue de 2000 kg/m^3 pour le mortier de référence à 1630 kg/m^3 pour le composite à 2% de fibres, soit une réduction de 18.5%.Cette diminution est attribuée d'une part, à la faible densité de la fibre comparée à celle du sable et d'autre part aux vides d'air piégés dans la matrice par l'introduction des fibres lors du malaxage.

©UBMA - 2013

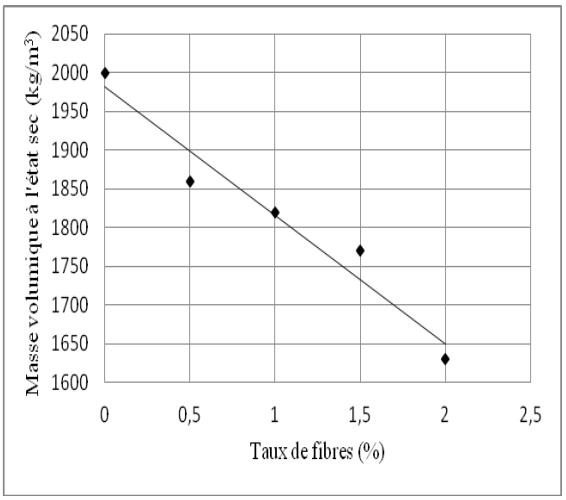


Figure 4. Variation de la masse volumique des composites avec le taux de fibres

3.2.2 Résistance à la compression

La figure 5 montre l'effet de l'ajout de fibres sur la résistance à la compression du composite. L'augmentation du taux de fibres diminue la résistance à la compression. Par rapport au mortier de référence, le composite à 2% de fibres montre une perte de résistance de l'ordre de 64% à l'âge de 3 jours et une perte de 61% à l'âge de 28 jours.

La diminution de cette résistance est attribuée aux propriétés physiques et géométriques des fibres qui engendrent des fragilités locales dans la matrice cimentaire. La figure 6 indique la correspondance entre la masse volumique et la résistance à la compression. La tendance exponentielle de la courbe confirme les résultats de travaux antérieurs menés sur le béton léger de bois [23]

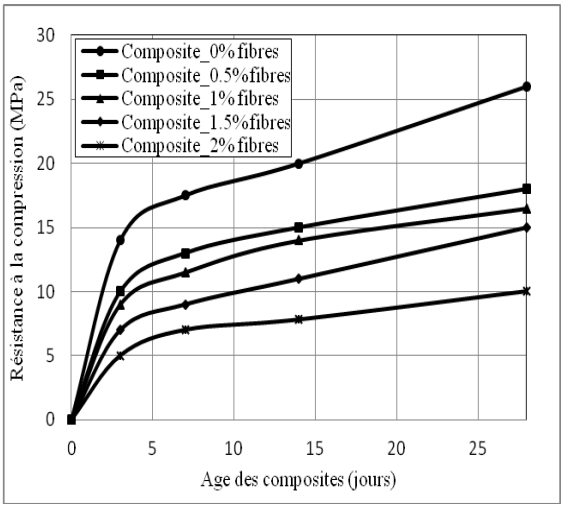


Figure 5. Evolution de la résistance à la compression En fonction de l'âge des composites.

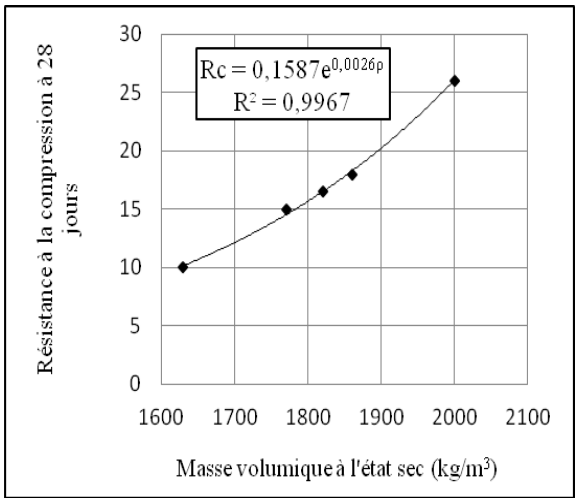


Figure 6. Evolution de la résistance à la compression à 28 jours en fonction de la masse volumique sèche.

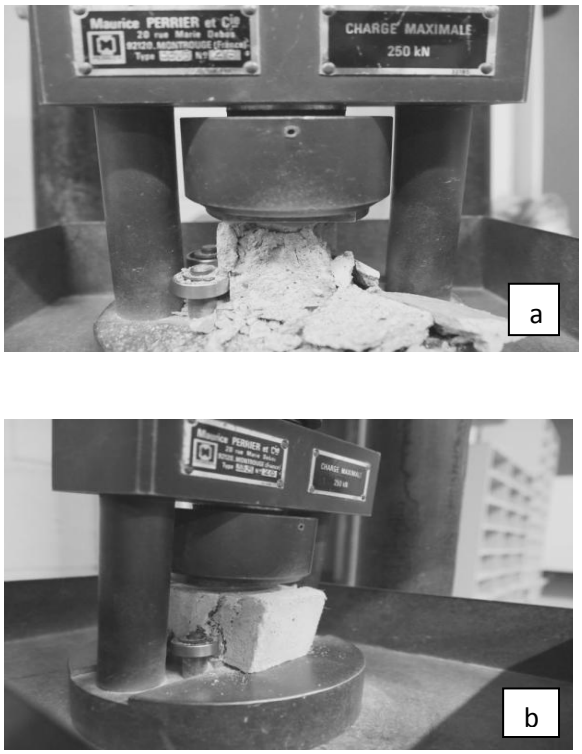


Figure 7. Rupture en compression, a: Composite de référence, b: Composite fibré.

La variation de la résistance à la compression en fonction de la masse volumique sèche est montrée par la figure 6. la relation proposée $Rc = 0.1587\ e^{0,0026\rho}$ (où Rc est la résistance à la compression et ρ est la masse volumique) avec un coefficient de corrélation de 0.99. Cette variation est similaire à celle rapportée par des travaux antérieurs effectués sur les bétons légers de bois [1]. L'ajout de fibres favorise l'entrainement d'air dans le matériau à l'état

©UBMA - 2013

frais tout en augmentant sa porosité et réduisant la densité du matériau durci. Néanmoins, une porosité élevée et une densité réduite sont deux paramètres inversement proportionnels aux performances mécaniques. La figure 7b montre l'effet des fibres sur le mode de rupture du matériau. L'éprouvette en composite sans fibre est fragile par contre le matériau renforcé de fibre ne l'est pas. Le gain en poids et l'amélioration de la fragilité peuvent, cependant être très attractifs en particulier dans les travaux de rénovation des bâtiments et la conception des éléments structuraux légers.

3.2.3 Résistance à la flexion

La figure 8 représente l'évolution de la résistance à la flexion à 28 jours en fonction du pourcentage de fibres. L'augmentation du taux de fibres provoque une diminution de la résistance à la flexion. Par rapport au mortier de référence CF0 (5 MPa), on constate une chute de résistance de 48% pour le composite CF2 (2.6 MPa).

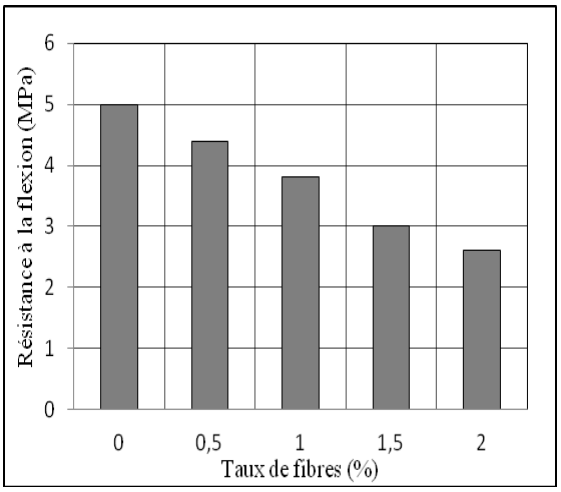


Figure 8: Influence du taux de fibres sur la résistance à la flexion à 28 jours

Comparativement à la compression, on remarque que les baisses de résistance à la flexion sont moins importantes. A titre d'exemple, pour le même âge du composite CF0.5 contenant 0.5% de fibres, les baisses de résistances sont de 30% dans le cas de la compression et seulement de 12% en flexion.

La figure 9 illustre le mode de rupture du CF1.5 en flexion trois points. L'éprouvette ne se rompe pas en deux parties comme dans le cas du composite de référence et la propagation de la fissure n'atteint pas la fibre comprimée. Les fibres de jute ont donc atténué la fragilité de la matrice en flexion et le composite paraît plus "ductile".

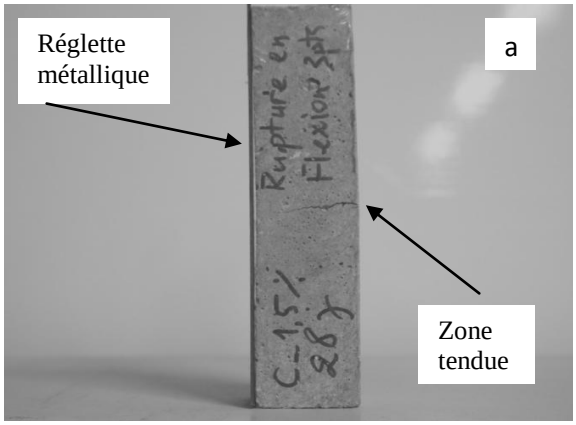


Figure 9a. Rupture en flexion 3 points du CF1.5

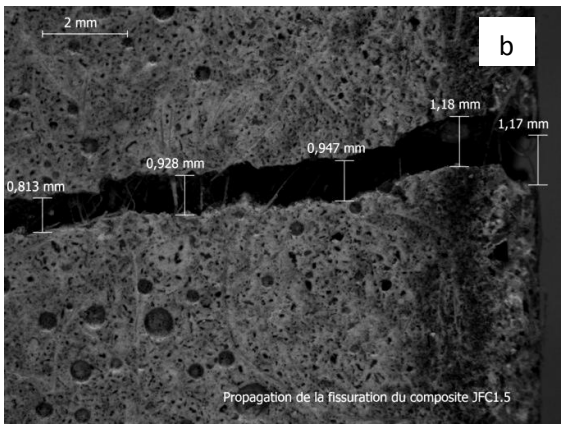


Figure 9b. Détail de l'ouverture de fissure dans la fibre extrême tendue

3.2.4 Module d'élasticité dynamique

La détermination du module d'élasticité dynamique des composites a été effectuée par auscultation ultrasonore. Le principe est basé sur la détermination de la célérité ou la vitesse de propagation des ondes ultrasonores dans le matériau. Les ultrasons sont des vibrations mécaniques qui se propagent sous forme d'ondes produisant un champ sinusoïdal de contraintes mécaniques. Pour un coefficient de Poisson compris entre 0.2 et 0.3, le module d'élasticité dynamique majoré est obtenu à partir de l'expression (2).

$$E_d^* = \rho . C_L^2 \qquad (2)$$

E_d : Module d'élasticité dynamique (MPa).

©UBMA - 2013

ρ : Masse volumique apparente (kg/m^3).

C_L : Célérité de l'onde (m/s).

La déformation de la matière se produit dans le sens de la propagation [24]. Les résultats représentés dans le tableau 6 montrent que la célérité décroit avec l'augmentation du taux de fibres d'où on constate une diminution de l'ordre de 56% pour le composite le plus fibré (CF2) où la célérité passe de 3374 m/s pour le composite de référence à 1486 m/s pour le composite CF2.

Il est possible d'attribuer le retard de propagation des ondes ultrasonores à la texture de la fibre et à la porosité de la matrice cimentaire. Les ondes doivent donc contourner les pores pour se propager dans la matrice.

L'évolution du module d'élasticité dynamique est donnée par la figure 10. Il diminue de 22.8 GPa pour le composite de référence à 3.6 GPa pour le composite CF2.

Nous pouvons remarquer que l'augmentation du taux de fibres met en évidence leur capacité à atténuer les ondes ultrasonores ainsi que l'amortissement des vibrations.

Tableau 6. Valeurs des résultats des tests de détermination des modules d'élasticité dynamique

Composites	Temps de propagation des ondes (µs)	Célérité (m/s)	Perte de célérité (%)	Module dynamique majoré (GPa)
CF0	74	3374	0	22.8
CF0.5	85	2851	15	15
CF1	91	2740	19	13.7
CF1.5	109	2290	32	9
CF2	142	1486	56	3.6

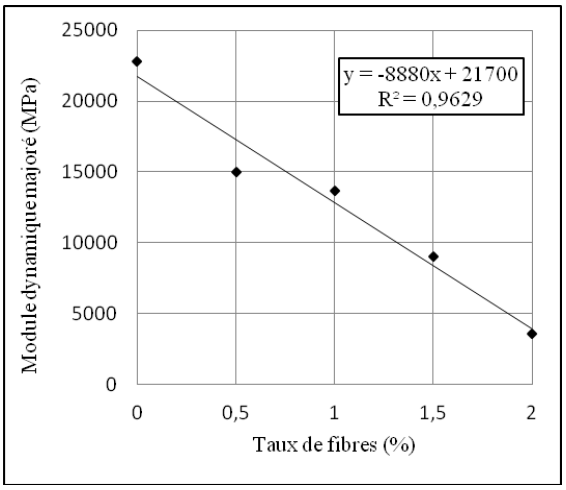


Figure 10. Evolution du module d'élasticité dynamique majoré en fonction du taux de fibres

4. CONCLUSION

Le travail présenté dans cet article concerne l'étude de la faisabilité d'un composite cimentaire renforcé de fibres de jute issue des sacs récupérés en toile de jute. Une étude de la compatibilité entre le ciment et cette fibre a montré que l'ajout de fibres de jute ne retarde que faiblement la prise du ciment pour des taux de substitution au sable ne dépassant pas 2% massique. Le matériau de référence pris en compte étant un mortier classique à maçonner dont le liant est composé de ciment et de chaux, destiné généralement à être utilisé comme enduit des murs en maçonnerie. L'examen des propriétés des composites à l'état frais a montré un besoin plus important en eau de gâchage, pour avoir une maniabilité comparable à celle du mortier témoin. Cette eau excédentaire est souvent préjudiciable au comportement mécanique des matériaux cimentaires. Les caractéristiques mécaniques obtenues en compression et en flexion ainsi que le module d'élasticité dynamique montrent que la mise en œuvre de ces composites dans le domaine de la construction est tout à fait envisageable pour la réalisation d'éléments secondaires tels que des panneaux d'isolation phonique et thermique, chape flottante ou enduit des murs en maçonnerie. Cette étude contribue ainsi au programme de recyclage des résidus végétaux

©UBMA - 2013

issus des déchets de tissus de jute tout en réduisant la part vouée à l'incinération.
Des études complémentaires sur l'évaluation de la ductilité, les propriétés thermiques, hydriques et de durabilité sont en cours de réalisation sur ces mêmes composites.

REFERENCES

[1] Aamr-daya E.& Langlet T.& Benazzouk A. & Quéneudec M., 2008. Feasibility study of lightweight cement composite containing flax by-product particles: Physico-mechanical properties, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 30, 957–963.

[2] Merzoud M. & Habita M. F., 2008. Elaboration de composite cimentaire à base de Diss Ampelodesma Mauritanica, *Afrique Science*, Vol. 4, (2), 236-242.

[3] Mir A., Zitouni R., Colombet F. & Bezzazi B., 2010. Studie of Mechanical and thermomechanical properties of jute/epoxy Composite Laminate, *Journal of reinforced plastics and composites*, 29 (11), 1669-.1680

[4] Boghossian E., Leon D. & Wegner R., 2008. Use of flax fibres to reduce plastic shrinkage cracking in concrete, *Cement and Concrete Composites*, Vol. 30, 929-937.

[5] Kriker A., Debicki G., Bali A., Khenfer M.M. & Chabannet M., 2005. Mechanical properties of date palm fibres and concrete reinforced with date palm fibres in hot-dry climate. *Cement & Concrete Composites*, Vol. 27, 554-564.

[6] Elsaid A., Dawood M., Seracino R. & Bobko C., 2011. Mechanical properties of kenaf fiber reinforced concrete, *Construction and Building Materials*, 25, 1991-2001.

[7] Romildo D., Toledo Filho., Khosrow Ghavami., Miguel A., & Sanjuan George L. England., 2005. Free restrained and drying shrinkage of cement mortar composites reinforced with vegetable fibres. *Cement & Concrete Composites*, 27, 537-546.

[8] Moslemi A. A. & Lim Y.T., 1984. Compatibility of southern hardwoods with Portland cement, *Forest Products Journal*, 34, Vol 4/7, 22-26.

[9] David B. Dittenber & Hota V.S. Ganga Rao, 2012. Critical Review of Recent Publications on Use of Natural Composites in Infrastructure, *Composites, Applied Science and Manufacturing*, Vol. 43 (8), 1419-1429.

[10] Karade S.R. 2010. Cement bended composites from lignocellulosique wastes. *Construction and Building Materials*, 24, 1323-1330.

[11] Marius E. & Ovidiu M., 2002. Influence of the wood waste characteristics and its chemical treatment on the composites, *Proceedings NCMA/3 Vietnam International Conference*, 245-249.

[12] Okino E. & DE Souza M.R. & Santana MAE., Alves MV.& DE Souza M.E., Teixeira D.E., 2004. Cement bonded wood particle board with a mixtureof eucalypt and rubberwood, *Cement concrete Composite*, 26, 729-34.

[13] Ramakrishna G. & Sundararajan T., 2005. Studies on the durability of natural fibres and the effect of corroded fibres on the strength of mortar, *Cement & Concrete Composites*, 27, 575-582.

[14] NF EN 197-1, Norme AFNOR, Decembre 2004. Liants hydrauliques, ciments courants – Composition - Spécifications - Critères de conformité. Indice de classement P 15-101-1.

[15] EN 459-1, Norme Européenne, Mai 1988. Partie 1: Composition - Spécifications - Critères de conformité. Indice de classement P 15-104-1.

[16] Sebaïbi Y., Dheilly R.M. & Quéneudec M., 2004. A study of the viscosity of lime-cement past: influence of the physico-chemical characteristics of lime, *Construction and Building Materials*, Vol. 18, Issue 9, November, 653-660.

[17] NF P 18-452, Norme AFNOR, Mai 1988. Bétons. Mesure du temps d'écoulement des bétons et des mortiers aux maniabilimètres.

[18] NF P 15-431, Norme AFNOR, Février 1994. Liants hydrauliques. Technique des essais - Détermination du temps de prise sur mortier normal.

[19] NF P 18-353, Norme AFNOR, Juin 1985. Adjuvants pour bétons, mortiers et coulis. Mesure du pourcentage d'air occlus dans un béton frais à l'aéromètre à béton.

[20] Hofstrand A.D. & Garcia J.F., Moslemi A.A., 1983. Effect of various treatments and additives on wood-portland cement water-systems. *Wood Fibers Sciences*, 15, Vol. 2, 163-175.

[21] Hachemi M., Moslemi A.A. & Campbel A.G.A., 1990. A new technical to classify the compatibility of wood with cement. *Wood Science and Technology*, Vol. 24 (4), 345-354.

[22] EN 196-1, Norme Européenne, Avril 2006 Méthodes d'essai des ciments, Partie 1 : Détermination des résistances mécaniques, Indice de classement P 15-471-1.

[23] Pimienta P., Chandellier J., Rubaud M., Dutruel F. & Nicole H., 1994. Etude de faisabilité des procédés de construction à base de béton de bois. *Cahier du CSTB*, Janvier-Février, N° 2703, p.45.

[24] Benazzouk A., Mezreb K., Doyen G., Goullieux A. & Quéneudec M., 2003. Effect of rubber aggregates on the physico-mechanical behaviour of cement–rubber composites-influence of the alveolar texture of rubber aggregates. *Cement & Concrete Composites*, 25, 711–720.

©UBMA - 2013

Impact du déversement direct des eaux usées et de drainage dans la nappe libre de l'Oued Souf et son influence sur la qualité des eaux souterraines.

Abdelmalek Drouiche*, Salah Chaab & Salim Khechana

Laboratoire de Géologie Université Badji Mokhtar Annaba BP. 12, Annaba 23000 Algerie

Révisé le 07/03/2013
Accepté le 07/06/2013

ملخص

تعاني منطقة سوف من ظاهرة صعود المياه الجوفية التي تسببت في مشاكل عويصة .شبكة الصرف الصحي لا تغطي إلا جزء من مدينة الوادي تجعل الوضعية أكثر مأساوية .حاليا تقوم مصالح الولاية بإنجاز شبكة صرف صحي تغطي المدينة ومختلف البلديات التي ستصبح عملياتية في السنوات القادمة. في الوقت الحالي توجد منطقة تقع شمال شرق الوادي هيئت حتى يتم صرف مياه التجفيف (نظام لخفض مستوى الماء) والمياه القذرة في هذه الأخيرة دون أي معالجة مسبقة. في هذا المنحى، تعالج الدراسة المقدمة المظهر الهيدروجيولوجي للجيب المائي السطحي بوادي سوف وبالأخص خطر التلوث بهذه المنطقة وتأثيرها على المياه الجوفية. ستة خرجات ميدانية ثم القيام بها ثلاثة خلال سنة 2007 م (أفريل، جوان و سبتمبر) إثنان خلال سنة 2010 م (جانفي و أفريل) م واحدة خلال ماي 2012 م وذلك للقيام بتحاليل كيمائية لمياه المنطقة بهدف معرفة تأثير تلوث منطقة التفريغ على الجيب المائي السطحي وذلك من خلال إنجاز خريطة لمؤشرات التلوث العضوي,هذه الأخيرة بينت بأن الطبقة الرملية ذات قوة تصفية ذاتية عالية مما يقلل نوعا ما من تأطير الملوث العضوي. إن قياس معاملات التصفية الذاتية للرمل في المنطقة أعطت قيمة منخفضة لمعامل التصفية الأفقي مما يؤكد هذا المسعى .نعتبر أن تراكيز بعض العناصر الطبيعية (Na^+, Ca^{++}, SO_4^{--}, Cl^-…)عالية مما يطرح مشكل حقيقي حول صلاحية هذه المياه خاصة للسقي.

الكلمات المفتاحة : *جيب مائي - صعود المياه - مياه قذرة- تلوث عضوي - وادي سوف*

Résumé

Ces vingt dernières années la région de l'Oued Souf souffre du phénomène de la remontée des eaux de la nappe libre, qui inonde les « ghouts » et les maisons, entrainant de graves problèmes sociaux, agriculturaux et environnementaux. Le réseau d'assainissement qui ne couvre qu'une partie de la ville d'El-Oued rend la situation plus dramatique. Jusqu'à la fin de l'année 2010 une zone, située au Nord-Est de la ville d'El-Oued, a été aménagée pour que les eaux de drainage (système pour rabattre la nappe) et les eaux usées soient déversées directement sans aucun traitement préalable. L'objectif de cette étude est de déterminer l'extension du déversement dans la nappe libre de l'Oued Souf, surtout des eaux usées, et d'évaluer les risques de pollution des eaux souterraines de la nappe libre, plus particulièrement dans la zone de rejet. Six campagnes de mesures hydrochimiques ont été faites : trois durant l'année 2007 (avril, juin et septembre), deux durant l'année 2010 (janvier et avril) et une en mai 2012 après l'arrêt de rejet. L'analyse des échantillons et leur interprétation ont permis l'établissement d'une carte de l'indice de pollution organique. Cette dernière a montré que le terrain a un pouvoir autoépuratoir élevé ce qui réduit considérablement les effets de la pollution d'origine organique. Cette tendance est confirmée par les valeurs de la dispersivité longitudinale α_L faibles, déterminées au niveau de la zone de rejet. Pour ce qui est des teneurs de certains éléments majeurs naturels (Na^+, Ca^{++}, SO_4^{--}, Cl^-…), celles-ci restent élevées et posent un sérieux problème d'aptitude de ces eaux à l'Irrigation.

Mots clés : *Nappe libre - Remonté des eaux - Eaux usées - Pollution organique - Oued Souf*

Abstract

More than twenty years the region of Oued Souf is suffering from the rising of the water table in the unconfined aquifer, causing flooding of "ghouts" and damaging houses, which induces serious social, agricultural and environmental problems. The sewerage system that covers only a part of the city of El-Oued makes the situation more dramatic. Until the end of 2010, the drainage water and wastewater are discharged directly without any preliminary treatment in an area located north-eastern of El-Oued city. Nowadays a wastewater treatment plant was constructed and this area is not more used. The purpose of this study is to determine the extension of the contaminated area by discharged wastewater in the unconfined aquifer and to assess the risk of pollution of groundwater, particularly in the discharging zone. Three hydrochemical surveys were conducted in the discharging area and in its vicinity during 2007 (april, june and september), two during 2010 (january and april) and one in may 2012. The interpretation of analysed samples shows that the pollution has a very short extension and the soil has an important self purifying role that reduces the effects of organic pollution that is shown in the established map of index of organic pollution. The low value of longitudinal dispersivity α_L of the soil, evaluated in the discharging area, confirms this trend. We note that the content of some major natural elements such as (Na^+, Ca^{++}, SO_4^-, Cl^- ...) is high and the use of the groundwater is not advised for irrigation.

Keywords: *Unconfined aquifer- Rising water level - Wastewater- Organic pollution - Oued Souf.*

**Auteur correspondant : drouiche_malek@yahoo.fr*

©UBMA – 2013

1. INTRODUCTION

Les eaux souterraines sont pratiquement la principale ressource, sinon la seule, en eau potable, agricole et industrielle dans la région de l'Oued Souf, comme c'est le cas pour d'autres régions dans le monde [1]. L'évacuation des eaux usées, sans aucun traitement préalable, dans la zone de rejet, située à l'Ouest de la ville d'El-Oued (région du Chott) et leur infiltration, favorisée par une lithologie sableuse, peut détériorer la qualité des eaux souterraines. Comme le réseau d'assainissement est partiel et ne couvre pas toute la ville et ses communes, la pollution pourrait se produire en zone urbaine [2-4]. Il est important de noter que l'évaluation correcte de la pertinence d'une zone d'évacuation des eaux usées doit tenir compte non seulement de la surface, des propriétés des sédiments, des conditions hydrogéologiques des nappes souterraines, mais également de l'utilisation actuelle des terres [5].

L'impact de la pollution dans les zones urbaines sur les eaux souterraines a été traité dans de nombreuses études dans le monde entier [6-14]. Cette pollution, qui est également observée dans les zones arides et semi-arides [15], est accentuée par la remontée des eaux souterraines. Cette dernière est due au retour des eaux d'irrigation, extraites des nappes profondes du Complexe Terminal et du Continental Intercalaire, d'une part et au réseau d'assainissement déficient d'autres part [16]. Son impact est considéré comme un risque environnemental dont l'enjeu est crucial pour les autorités en charge de la région [5].

Dans les agglomérations, les sources de contamination peuvent être situées à proximité des puits et deviennent une menace permanente pour la qualité des ressources en eau [17].

Les eaux usées véhiculent plusieurs types de polluants : Les menaces les plus courantes sont liées aux effets nocifs de métaux lourds, des nitrates, des sels, des agents pathogènes et des matériaux organiques et inorganiques toxiques [18].

Le but du travail est d'évaluer l'impact de ces rejets sur la nappe aquifère libre, et ce à travers la détermination des caractéristiques hydrodispersives du sable formant le lit de la zone de rejet, et la réalisation des analyses hydrochimiques dans les eaux de rejet ainsi que les eaux souterraines. L'interprétation des résultats des analyses chimiques des eaux dans la zone de rejet et des puits implantés tout autour, durant les années 2007 (avril, juin et septembre), 2010 (janvier et avril) et en mai 2012, après l'arrêt de ce rejet, est basée sur l'évaluation de l'indice de pollution organique (IPO).

2. CONTEXTE GEOGRAPHIQUE

La région du Souf, située au sud-est de l'Algérie, fait partie du bassin du Sahara Septentrional (région de l'Erg Oriental), incluant le Chott Melghir et les dépressions associées. La zone concernée par le phénomène de la remontée de la nappe libre a une superficie d'environ 3000 km^2 [19].

Le Souf est limité au nord par les chotts Melghir, Merouane et Seane, au sud par le Grand Erg Oriental, à l'Ouest par l'Oued Rhir et à l'est par la frontière tunisienne (Fig. 1).

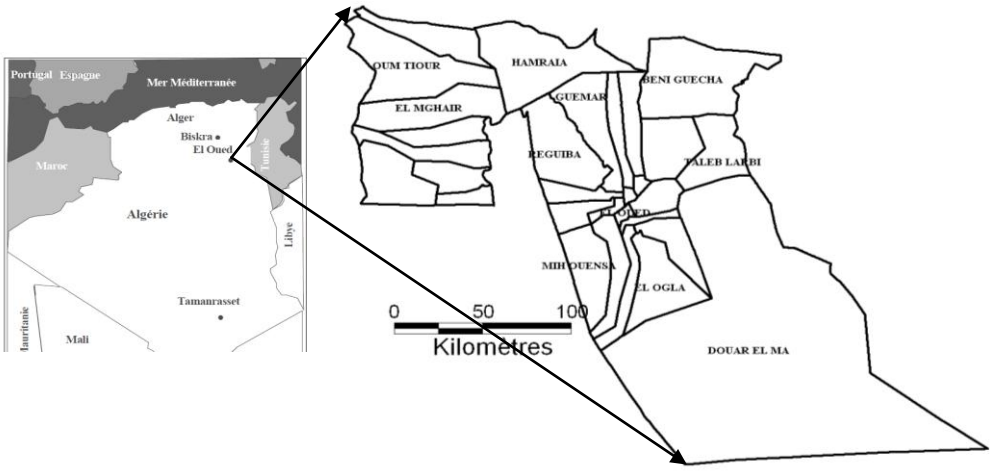


Figure 1. Carte de situation de la région de l'Oued Souf

©UBMA – 2013

3. CONTEXTE GEOLOGIQUE

A la base de l'édifice sédimentaire nous avons des terrains paléozoïques marins contenant des niveaux aquifères salés, au-dessus et en discordance, nous rencontrons des formations du Secondaire et du Tertiaire [20], dont l'épaisseur peut dépasser les 3000 m au centre du bassin (régions d'Ouargla, Touggourt, El Oued), ainsi que sur la bordure des Aurès (Ziban). Le Quaternaire, représenté essentiellement par des sables dunaires, atteint parfois plusieurs dizaines de mètres d'épaisseur (Fig. 2).

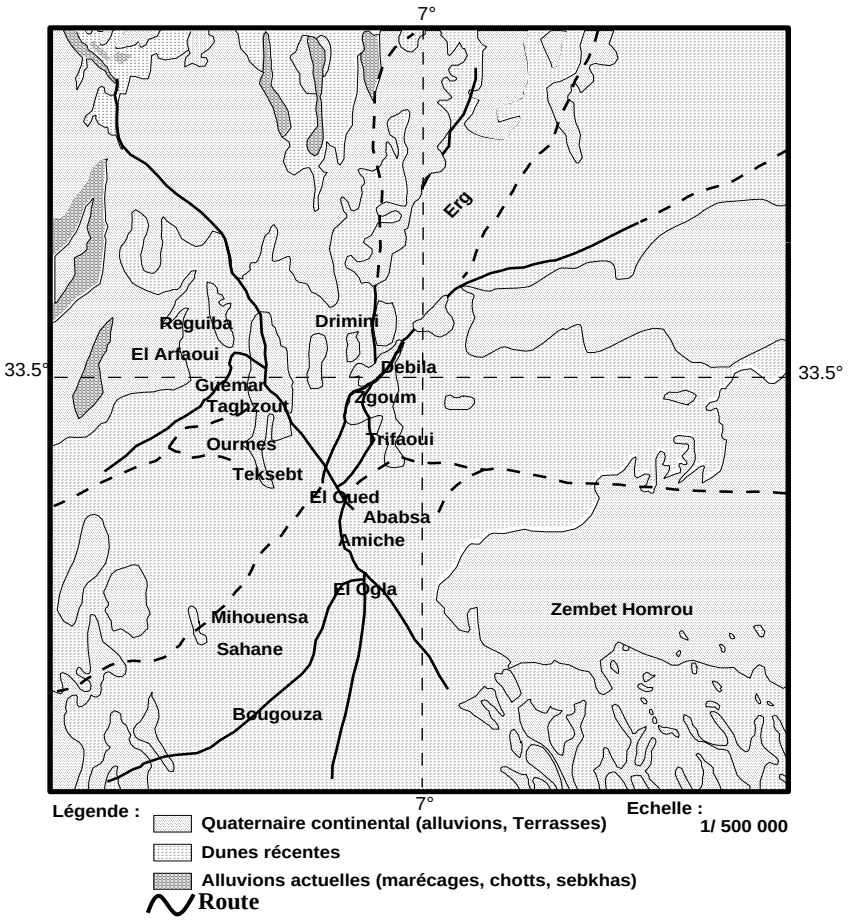


Figure 2. Carte géologique de la région du Souf (d'après la carte dressée par Gouskov1952.)

4. CONTEXTE HYDROGEOLOGIQUE

Les formations allant du Crétacé au Quaternaire, sont représentées par une alternance de grès, sables, sables argileux et d'argiles, de calcaires, dolomies et de marnes, ainsi que d'évaporites. Cette série comporte trois grands ensembles perméables auxquels correspondent trois grands systèmes aquifères: la nappe du Continental Intercalaire (CI), qualifiée dès 1945 de « plus grand système hydraulique du Sahara » [21] et est contenue dans les sables et les grès rouges de l'Albien et du Barrémien, la nappe du Complexe Terminal (CT), dont le meilleur niveau aquifère est contenu dans les sables du Pontien inférieur [22] et la nappe libre (Fig. 3). La Nappe libre est contenue dans des sables fins, intercalés par des tufs ou des lentilles d'argiles sableuses et gypseuses. Ce type de lithologie favorise le phénomène d'infiltration et le processus de la remontée capillaire. Cette nappe repose sur une bonne assise argileuse compacte et plastique imperméable d'une épaisseur de 20 m. La profondeur de l'aquifère varie entre 10 et 40 m, et son épaisseur peut atteindre localement 100 m [16]. Elle est exploitée par 1040 puits équipés de groupes motopompes [23]. La perméabilité moyenne de la nappe libre est de 10^{-4} m/s [24]. Sa transmissivité horizontale et son coefficient d'emmagasinement ont été estimés respectivement à 10^{-2} m^2 /s et 0.2 [25].

©UBMA – 2013

Ère	Étage		Nature Lithologique	Nature hydrogéologique	Coupe
Quaternaire			Sables	Nappe phréatique	
			Argile	Imperméable	
Tertiaire	Mio-Pliocène		Sables	1ere nappe des sables perméables	
			Argiles gypseuses	Semi-perméable	
		Pontien	Sables, graviers et grès	2eme nappe des sables	
	Éocène	Moyen	Argile	Imperméable	
		Inférieur	Dolomies calcaires	Nappe des calcaires perméable	
Secondaire	Crétacé	Sénonien calcaire			
		Sénonien lagunaire	Évaporite, argiles	Imperméable Semi-perméable	
		Cénomanien	Argiles, marnes	Imperméable	
		Albien	Sable et grès	Nappe Albienne perméable	

Figure 3. Coupe synthétique lithostratigraphique des différents étages géologiques et leur lithologie [26].

5. MOYENS ET METHODES

Les eaux usées du réseau d'assainissement d'une partie de la ville d'El-Oued et les eaux de drainage des 58 puits, réalisés pour rabattre la nappe dans la ville d'El-Oued, sont déversées directement dans la zone de rejet, située au Nord de la ville d'El-Oued [27].

Trois (3) campagnes de mesures et d'échantillonnage ont été effectuées en avril, juin et septembre de l'année 2007. Les prélèvements ont concerné la zone de rejet et les puits avoisinants (Fig. 4).

Les eaux de rejet sont prélevées tout le long de la zone sur 4 points, alors que les échantillons d'eau souterraine proviennent des neuf puits exploitant la nappe libre (2 puits au Sud, 1 à l'Est et 6 au Nord). L'eau de drainage est prélevée à sa sortie du réseau avant qu'elle ne soit mélangée aux eaux usées.

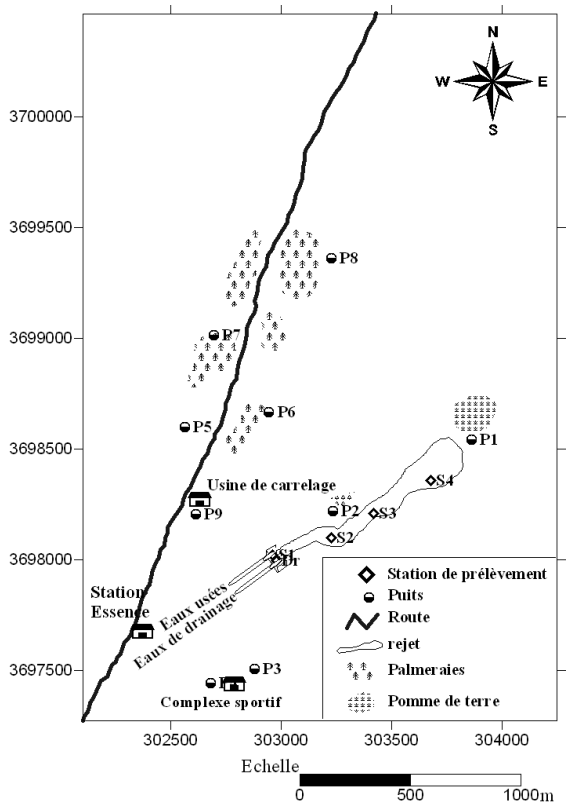


Figure 4. Carte d'inventaire des points de prélèvements en 2007.

©UBMA – 2013

Un réseau d'échantillonnage dense est nécessaire pour déterminer avec précision le contaminant et sa distribution [17]. De ce fait pendant l'année 2010, deux campagnes de mesures ont été réalisées en janvier et avril, selon le mode d'échantillonnage de l'année 2007, avec une augmentation du nombre de puits échantillonnés, qui passe de neuf à douze puits, ainsi que le remplacement des puits 1 et 2 par deux autres après leur arrêt (Fig. 5).

Après l'arrêt du rejet vers la fin de l'année 2010, nous avons effectué une autre campagne en mai 2012 avec le même réseau d'échantillonnage de l'année 2010 en prélevant des échantillons dans les mêmes puits que ceux utilisés lors des campagnes de 2010 avec l'ajout de deux puits, situés au Nord (P14) et au Sud (P13), pour avoir une idée sur la pollution résiduelle des eaux de la nappe.

La détermination des paramètres hydrodispersifs a concerné deux échantillons de sable, l'un prélevé à l'amont du rejet, et l'autre complètement à l'aval, et a été effectuée au Laboratoire de Génie Civil de l'Université Badji Mokhtar d'Annaba en utilisant la méthode de traçage à l'aide d'une solution préparée (Fluorescéine 0.1mg/l) [28, 29]. Les essais de traçage ont été réalisés sur un perméamètre à charge constante en régime permanent (Fig. 6).

Au début, le dispositif est complètement saturé avec de l'eau claire, c'est-à-dire, sans fluorescéine. Au moment où la fluorescéine est versée et qui correspond au temps t = 0, nous prélevons des échantillons à différents pas de temps et ceci jusqu'à ce qu'il y ait disparition de la coloration de la fluorescéine dans l'eau.

La concentration du traceur de chaque échantillon est mesurée au fluorimètre.

Pour l'interprétation des résultats des tests de traçage à la fluorescéine nous avons utilisé la relation (1) [28].

$$\overline{C} = \frac{C - C_0}{C^0 - C_0} = 0.5(1 - erf(\xi)) \qquad (1)$$

Avec : $\xi = \dfrac{n_e.l - v.t}{2\sqrt{n_e.D.t}}$ (2)

La relation (2) représente la solution approchée de l'équation différentielle de la dispersion et

$$n_e \frac{\delta c}{\delta t} + v\frac{\delta c}{\delta x} = \frac{\delta}{\delta}\left(D\frac{\delta c}{\delta x}\right) \qquad (3)$$

En posant $N_p = \dfrac{t}{\Delta t}$ où N_p correspond au numéro de l'intervalle du temps.

L'équation (3) devient :

$$\xi = \frac{n_e.l - \dfrac{4V}{\pi d^2}.N_p}{2\sqrt{n_e.D.\Delta t.N_p}} \qquad (4)$$

ξ représente un paramètre réduit sans dimension car la vitesse $v = \dfrac{4V_e}{\pi d^2 \Delta t}$ (5)

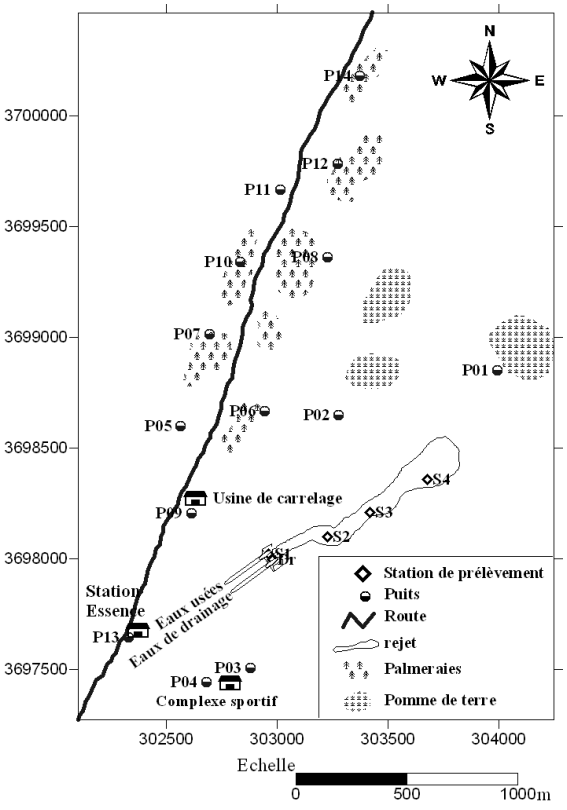


Figure 5. Carte d'inventaire des points de prélèvements (janvier et avril 2010 et mai 2012)

©UBMA – 2013

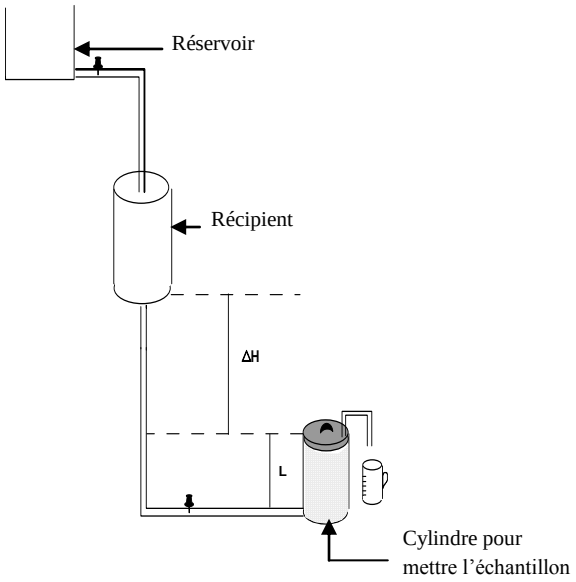


Figure 6. Dispositif de réalisation du traçage.

6. RESULTATS

Les mesures du pH et de la conductivité électrique ont été effectuées in situ à l'aide d'une valise multi paramètre.

L'analyse des sels nutritifs (NO_3^-, NO_2^-, NH_4^+, et PO_4^-) [30] a été effectuée au Laboratoire de Biologie Marine (Université Badji Mokhtar Annaba) ainsi que la demande biologique en oxygène (DBO_5) et la concentration des matières en suspension (MES) pour l'année 2007, au laboratoire du département de Géologie de l'Université de Constantine pour l'année 2010 et au laboratoire central du Centre de Recherche Scientifique et Technique sur les Région Arides (CRSTRA) pour l'année 2012.

Nous remarquons une grande variabilité des valeurs du pH 5.27 au puits 9 (avril 2007) à 8.88 au puits 4 (septembre 2007), et des valeurs de la conductivité électrique 3900 µS/cm au puits 1 (mai 2012) à 13300 µS/cm dans les eaux de drainage (avril 2010) (Tab. 1).

L'azote est présent au niveau de la zone de rejet sous trois formes chimiques (nitrates, nitrites et ammonium). Les principales sources de l'azote dans l'aquifère dans les zones urbaines sont liées aux eaux usées et à l'élimination des déchets solides [31].

Les valeurs de l'ammonium sont élevées et peuvent atteindre 16.9 mg/l à la station 1 (juin 2007). Le puits P2 présente des concentrations supérieures aux normes (0.5 mg/l) soit 7 mg/l (juin 2007) à cause de sa position proche du rejet. Les puits P3 et P4, localisés au Sud du rejet, présentent des concentrations parfois supérieures aux normes 0.714 mg/l (juin 2007). Ceci s'explique soit par la réduction des formes azotées (nitrates et nitrites) ou par contamination par les eaux du rejet. Ce phénomène de réduction est observé au niveau du puits P8 avec une concentration de 0.5 mg/l (septembre 2007). Les eaux de drainage présentent des concentrations inférieures aux normes et oscillent entre 0.006 mg/l (janvier 2010) et 0.485 mg/l (septembre 2007) car ces eaux proviennent d'un réseau de puits, destiné uniquement à rabattre la nappe, et sont canalisées séparément du réseau des eaux usées. Les nitrites ont des concentrations élevées qui dépassent largement les normes (0.1 mg/l) au niveau de la station 4 de rejet et atteignent 1.167 mg/l (avril 2007). Cet excès peut être expliqué par la transformation biologique de l'ammonium en nitrates. Cependant elles sont liées à la réduction des nitrates pour les eaux de drainage et dans le puits P4 (Tab. 2).

Les concentrations en nitrates dans les eaux souterraines et l'eau de surface sont généralement faibles, mais peuvent atteindre de fortes valeurs suite au lessivage ou au ruissellement sur des terres agricoles. Elles peuvent également être dues à la contamination de l'homme par les rejets urbains ou aux déchets d'animaux, suite à l'oxydation de l'ammoniac [32]. Les nitrates représentent la forme le plus oxygénée de l'azote, c'est une forme très soluble. Dans le cas où l'oxygène vient à manquer, les nitrates agissent néanmoins comme des accepteurs d'électrons (oxydants) et forment des composés réduits de l'azote tels que nitrites et ammonium.

Généralement, les teneurs en nitrates des eaux de rejet sont faibles et restent toujours inférieures aux normes (50 mg/l) durant toutes les campagnes. Elles oscillent entre 0 et 3.3 mg/l, et sont due à la transformation de l'ammonium en nitrates en présence de l'oxygène. En revanche dans les eaux souterraines leur concentration dépasse parfois les normes, et peut atteindre 95 mg/l au P3 (avril 2010). Les valeurs élevées des nitrates

©UBMA – 2013

Tableau 1. Valeurs de CE et de pH pour les six campagnes de mesure

	Conductivité électrique (CE) ms/cm						**Potentiel d'hydrogène (pH)**					
	Avr-07	**Juin-07**	**Sept-07**	**Janv-10**	**Avr-10**	**Mai-12**	**Avr-07**	**Juin-07**	**Sept-07**	**Janv-10**	**Avr-10**	**Mai-12**
St 01	6.58	4	4.51	6.33	7.2	-	6.5	7.58	8.11	7.27	6.99	-
St 02	6.17	4.09	7.75	7.22	8.1	-	5.99	7.71	7.99	7.82	6.97	-
St 03	6.04	7.8	8.06	6.8	8.7	-	6.7	7.37	8.13	8.34	6.97	-
St 04	6.78	9.21	8.43	6.78	10.4	-	6.33	7.9	8.12	8.11	6.97	-
P 01	4.23	5.54	8.12	9.09	9.1	3.9	5.69	7.2	8.05	6.77	6.45	7.3
P 02	7.75	6.2	8.11	8	9.2	9.4	5.46	7.08	7.54	6.83	6.44	7.6
P 03	8.06	6.5	6.29	9.59	9.8	10.01	5.34	7.12	7.71	7.28	6.67	7.71
P 04	5.88	5.25	6.74	7.13	7.3	7.07	5.58	7.09	8.88	7.03	6.74	7.26
P 05	7.74	6.75	7.64	8.15	8.6	8.14	5.86	7.14	7.78	7.35	6.68	7.3
P 06	4.22	8	6.83	9.14	7.5	6.33	5.61	7.29	7.93	7.53	6.85	7.4
P 07	7.79	5.33	6.06	6.78	6.9	4.26	6.04	7.32	7.9	7.24	6.74	7.28
P 08	4.8	5.4	9.58	6.28	7.2	5.55	5.78	7.33	7.96	6.98	6.63	7.41
P 09	7.73	7.92	8.27	5.21	4.9	5	5.27	7.01	7.8	7.25	6.75	7.28
Dr	10.21	10.21	10.53	7.49	13.3	-	5.95	5.95	7.9	7.49	6.99	-
P 10	-	-	-	5.78	6.3	7.34	-	-	-	8.18	6.73	7.51
P 11	-	-	-	7.55	7.7	4.6	-	-	-	8.2	6.61	7.47
P 12	-	-	-	6.33	8.6	6.8	-	-	-	7.35	6.61	7.33
P 13	-	-	-	-	-	9.24	-	-	-	-	-	7.39
P 14	-	-	-	-	-	5.2	-	-	-	-	-	7.34

Tableau 2. Résultats des analyses chimiques pour sels nutritifs

	Ammonium (mg/l)			**Nitrite (mg/l)**			**Phosphates (mg/l)**			**DBO5 (mg/l)**		
	Avr-07	**Juin-07**	**Sept-07**	**Avr-07**	**Juin-07**	**Sept-07**	**Avr-07**	**Juin-07**	**Sept-07**	**Avr-07**	**Juin-07**	**Sept-07**
St 01	0.650	16.897	1.852	0.000	0.000	0.000	4.224	1.631	2.959	170	300	180
St 02	0.951	12.983	3.435	0.000	0.070	0.936	4.370	1.515	1.898	-	-	-
St 03	0.905	3.922	0.559	0.000	0.000	0.836	2.809	1.762	0.773	120	270	160
St 04	1.019	2.955	0.557	1.167	0.770	0.406	3.400	0.070	0.589	120	270	130
P 01	0.000	0.058	0.000	0.000	0.035	0.040	0.000	0.000	0.000	30	110	45
P 02	0.600	7.066	0.781	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-	-	-
P 03	0.442	0.714	0.000	0.000	0.017	0.000	0.000	0.000	0.000	-	-	-
P 04	0.128	0.524	0.000	0.004	0.059	0.409	0.027	0.000	0.000	40	115	55
P 05	0.028	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-	-	-
P 06	0.000	0.000	0.000	0.072	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-	-	-
P 07	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-	-	-
P 08	0.000	0.000	0.503	0.000	0.000	0.074	0.000	0.022	0.000	-	-	-
P 09	0.023	0.021	0.070	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	0.000	-	-	-
Dr	0.209	0.209	0.485	0.989	0.986	0.702	0.022	0.012	0.414	130	300	70

©UBMA – 2013

Dans les puits sont dues aux nouvelles méthodes de culture dans la région, surtout celle de l'introduction de la pomme de terre, qui nécessite l'utilisation d'engrais chimiques.

Les phosphates ne sont présents que dans les eaux de rejet, ils varient entre 0.07 mg/l (juin 2007) et 4.37 mg/l (janvier 2010). Leur origine est due aux rejets urbains et à l'effet de la stagnation des eaux.

Les quatre points de mesure dans la zone de rejet présentent des valeurs importantes en matières en suspensions (MES) dues à la présence de la matière organique des rejets urbains. Par contre les puits ont de valeurs faibles (< 100 mg/l), sauf les puits P1, P2, P3 et P5 qui restent relativement élevées durant la compagne de septembre 2007.

La demande biochimique en oxygène (DBO_5) mesure la consommation en oxygène par les phénomènes de dégradation biologique durant une période donnée, 5 jours (DBO_5). Les substances consommant de l'oxygène comprennent en particulier : carbone organique, ammoniaque, nitrites, hydrogène sulfuré et d'autres composés réduits, soit avant tout des substances facilement dégradables. De ce fait La transformation des aliments est responsable de plus de 50% de la charge en DBO [33].

Les fortes valeurs de la demande biologique en oxygène (DBO_5) sont enregistrées dans les eaux usées avec des valeurs qui atteignent les 300 mg/l (station 1). La DBO dans les eaux souterraines présente de faibles valeurs, excepté pour les puits 1 et 4 dont les valeurs sont successivement de 110 et de 115 mg/l (juin 2007) qui traduisent la localisation proche de la zone de rejet, accentuée par une proportion plus importante des eaux usées durant la période estivale. Les indicateurs de la pollution organique regroupent les phosphates et les ions dérivés de l'azote. Un indice de pollution organique IPO, calculé à partir des concentrations de ces ions, permet de classer l'eau analysée sur une échelle à 5 niveaux de pollution [34]. L'indice le plus élevé (5), représenté par un cercle plein, correspond à une pollution nulle ou très faible, alors que l'indice (1), forme hexagone, indique une pollution importante.

Nous incluons habituellement dans le calcul de l'IPO, la demande biologique en oxygène durant 5 jours (DBO_5).

La mesure de ce paramètre n'a concerné que six échantillons pour chaque période. Le tableau 3 ci-dessous récapitule les paramètres et les classes pour la détermination de l'IPO.

Les cartes (Fig. 7 a, b et c) montrent clairement que la pollution organique est forte à très forte dans la zone de rejet. Ce sont des eaux usées chargées en matière organique.

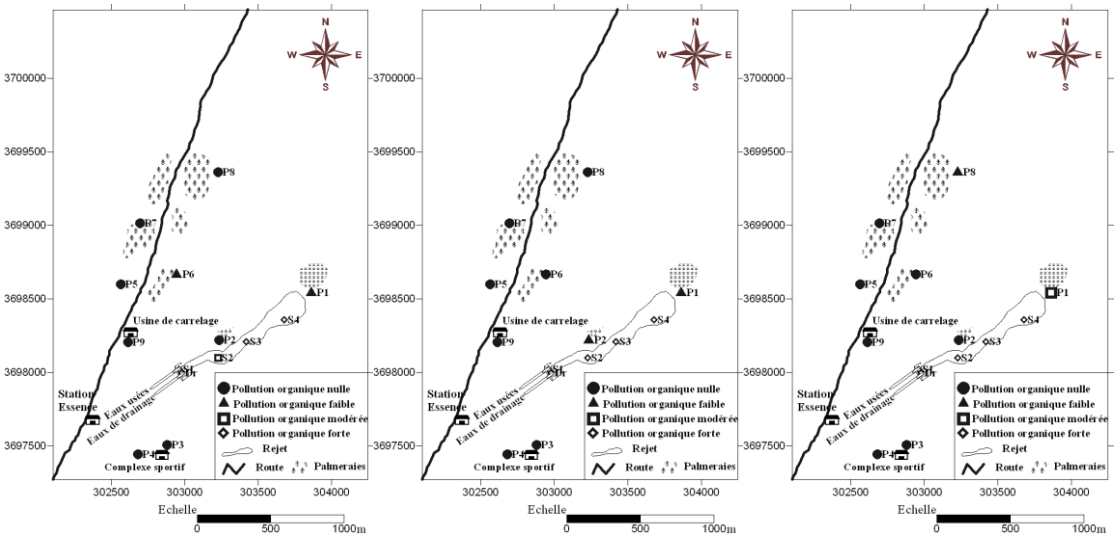
L'évaluation de la pollution des eaux souterraines par l'IPO montre une contamination par les eaux de rejet, et ceci est noté aux puits P1, P2 et P6. Cependant, le degré de pollution reste moindre par rapport aux eaux de rejet à cause du pouvoir autoépurateur des sables.

Les cartes (Fig. 8 a et b) montrent que la pollution organique est importante dans le rejet, ce qui est logique. Cependant, elle est faible à nulle dans les eaux de la nappe, ce qui reflète le pouvoir épurateur des sables d'une part, et d'autre part, la présence des roseaux en densité importante jouant un rôle dans l'épuration biologique, parce que les concentrations élevées de contaminants ne sont pas nécessairement en corrélation avec des flux élevés et vice-versa [17]. Toutefois, il faut noter que le nombre de puits ayant un IPO faible est plus important qu'en 2007, ce qui explique que la capacité autoépuratrice des sables s'affaiblit et que le panache de la pollution s'est agrandit avec le temps. La carte du moi de mai 2012 (Fig. 9), après l'arrêt de rejet, montre que tous les puits ont un IPO nulle ce qui confirme l'influence de la zone de rejet sur la nappe

Tableau 3. Paramètres et classes de l'IPO.

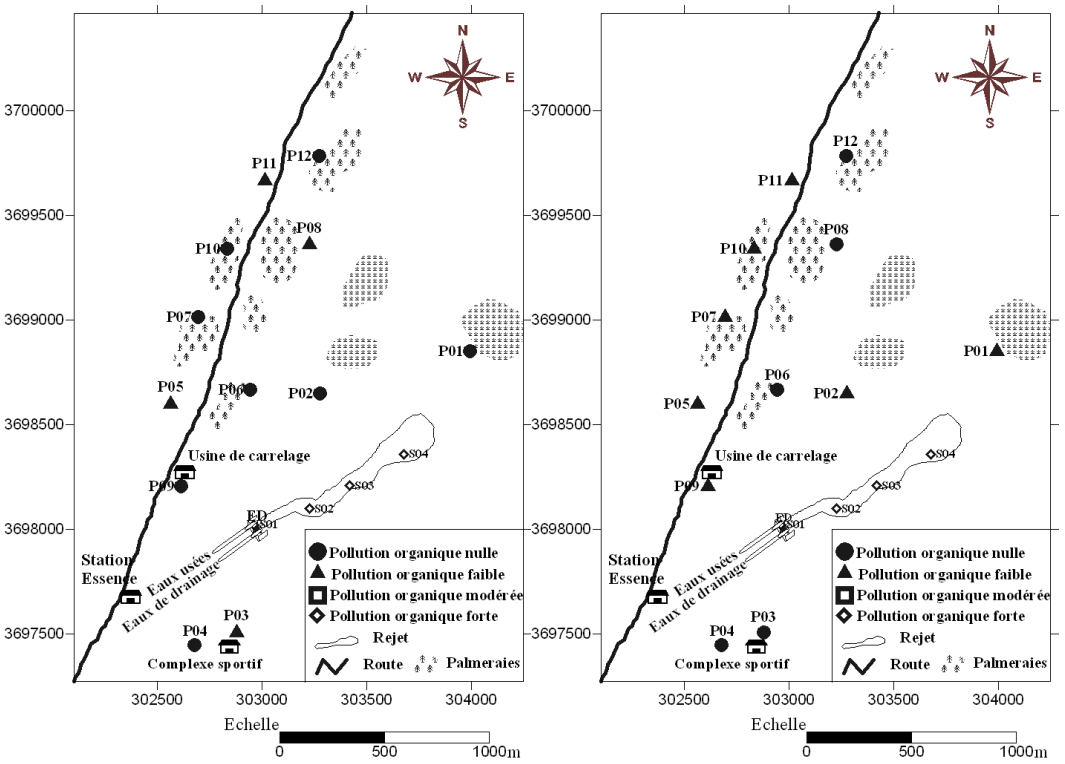
Classe	NH_4^+ (mg N/l)	NO_2^- (µg N/l)	PO_4^{3-} (µg P/l)	DBO_5 (mg O_2/l)	Forme	IPO	Pollution organique
Classe 5	< 0.1	< 6	< 16	< 2	●	5 – 4.6	Nulle
Classe 4	0.1 – 0.9	6 – 10	16 – 75	2 – 5	▲	4.5 – 4.0	Faible
Classe 3	1.0 – 2.4	11 – 50	76 –	5.1 – 10	□	3.9 – 3.0	Modérée
Classe 2	2.5 – 6.0	51 – 150	251–	10.1 – 15	◇	2.9 – 2.0	Forte
Classe 1	> 6	> 150	> 900	> 15	⬢	1.9 – 1.0	Très forte

©UBMA – 2013



a) Campagne du 03/04/2007 b) Campagne du 07/06/2007 c) Campagne du 09/09/2007

Figure 7. Cartes de l'indice de pollution organique (IPO) année 2007.



a) Campagne du 02/01/2010 b) Campagne du 03/04/2010

Figure 8. Cartes de l'indice de pollution organique (IPO) année 2010.

©UBMA – 2013

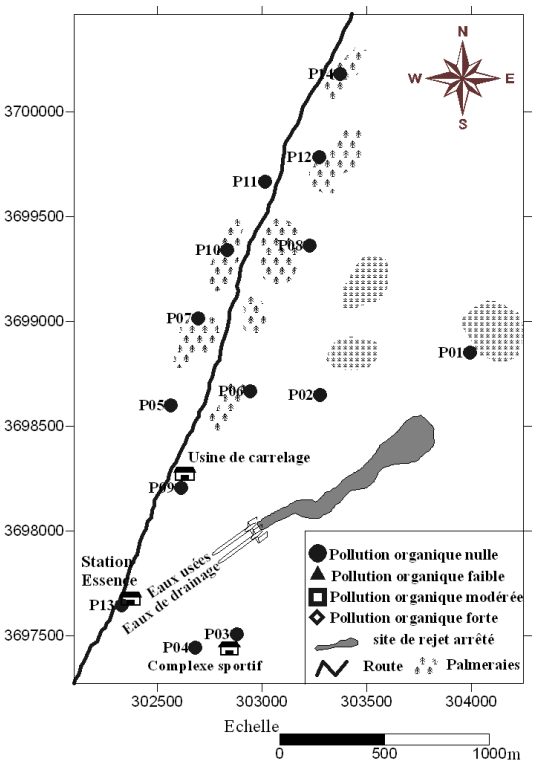


Figure 9. Carte de l'indice de pollution organique (IPO) mai 2012.

La détermination des paramètres hydrodispersifs d'échantillons de sables, prélevés à l'amont (échantillon I) et à l'aval (échantillon II) de la zone de rejet, afin de confirmer cette capacité autoépuratrice des sables s'est réalisée grâce au traitement des données d'analyse au fluorimètre, qui s'est traduit par l'établissement de deux graphes pour chacun des échantillons (Fig. 10, 11, 12 et 13) :

Le premier représente la concentration cumulée en fonction du temps C (g/l) = f (t) et le deuxième $\zeta = \xi\sqrt{N_p}$ (paramètre sans dimension représentant la fonction du temps) avec $\xi = \dfrac{n_e l - vt}{2\sqrt{n_e.D.t}}$ (paramètre réduit sans dimension regroupant les éléments de l'équation approchée de l'équation différentielle de la dispersivité) et Np = t/Δt (numéro indiquant la position de l'échantillon dans le temps) [28]. En simplifiant, elle prend la forme suivante :

$$\xi = \frac{n_e l - \dfrac{4V}{\pi d^2} N_p}{2\sqrt{n_e.D.\Delta t.N_p}}$$

Ainsi :

$$\zeta = \xi\sqrt{N_p} = inverf(1-2\overline{C}).\sqrt{N_p} = \zeta^0\left(1-\frac{N_p}{N_p^0}\right) \qquad (4)$$

Avec $\zeta^0 = \dfrac{l}{2}\sqrt{\dfrac{n_e}{D.\Delta t}}$ et $N_p^0 = \dfrac{\pi.d^2.l.n_e}{4.V_e}$

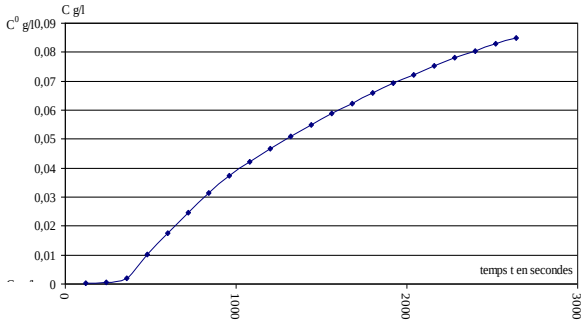


Figure 10. Graphe de la concentration cumulée en fonction du temps de l'échantillon I.

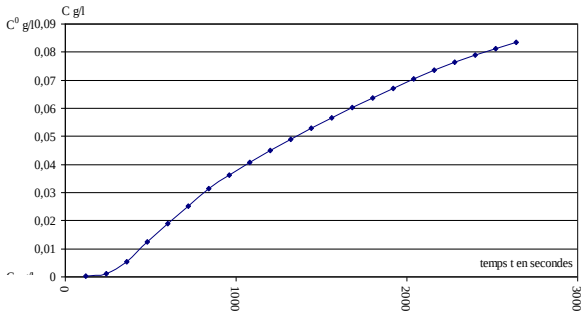


Figure 12. Graphe de la concentration cumulée en fonction du temps de l'échantillon II.

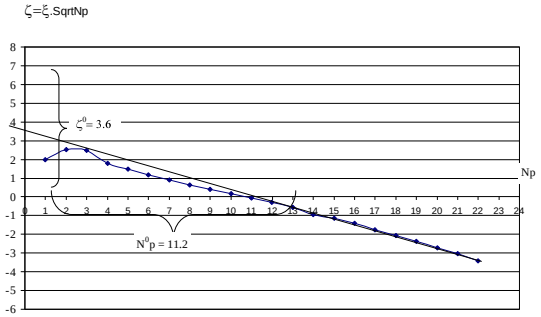


Figure 11. Graphe de $\xi\sqrt{N_p}$ en fonction de Np de l'échantillon I

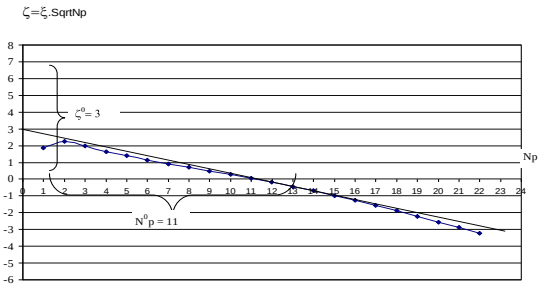


Figure. 13. Graphe de $\xi\sqrt{N_p}$ en fonction de Np de l'échantillon II

©UBMA – 2013

Donc

$$D = \frac{V_e}{\pi.d^2.l.\Delta t} \times \frac{N_p^0}{\left(\zeta^0\right)^2} \quad \text{et} \quad n_e = \frac{4.V_e}{\pi.d^2.l.} \times N_p^0$$

L'application numérique donne :

Pour l'échantillon I

$n_e = 0.35$ ou 35 %

$v = 2.89 \times 10^{-5}$ m/s

$D = 5.67 \times 10^{-5}$ m^2 / *s*

Sachant que le paramètre de la dispersion est égale au produit de la vitesse de Darcy *v* et de la dispersivité longitudinale α_l:

D = $v.\alpha_l$ donc $\alpha_l = \frac{D}{v} = 1.96$ m

Pour l'échantillon II.

$n_e = 0.29$ ou 29 %

$v = 2.41 \times 10^{-5}$ m/s

$D = 6.69 \times 10^{-5}$ m^2 / *s*

$\alpha_l = 2.78$ m

Les résultats obtenus montrent que le traceur utilisé (la Fluorescéine) se disperse avec une vitesse faible. Ce qui dénote de la faible dispersivité des sables dans la zone du rejet.

7. CONCLUSION

Dans cette étude, l'impact du rejet des eaux usées et de drainage est significatif et se traduit par la pollution des eaux souterraines surtout dans les endroits limitrophes de la zone de rejet, de forme allongée. En effet l'interprétation et le traitement des résultats des analyses chimiques et des sels nutritifs, d'échantillons, prélevés durant les six campagnes effectuées dans la zone de rejet, dans neufs puits (avril, juin et septembre 2007), douze (janvier et avril 2010), quatorze points (mai 2012) pour les eaux souterraines, quatre points pour les eaux usées et un pour les eaux de drainage, montre que le degré de pollution des eaux souterraines varie d'un puits à l'autre avec des teneurs qui dépassent parfois les normes fixées par l'OMS.
Les concentrations élevées des nitrites, d'ammonium, de phosphates et de la DBO_5 dans les eaux de rejet sont la cause principale de la pollution, durant les campagnes des années 2007 et 2010. La détermination de l'indice de pollution (IPO), montre que la pollution organique est très forte à forte dans la zone de rejet et faible à nulle pour les eaux souterraines, expliquée par la valeur faible de la dispersivité des sables de la région qui constituent un excellent filtre avec un pouvoir épurateur élevé, leur permettant de réduire la propagation d'éléments polluants vers les eaux de la nappe phréatique.
Il est à noter que l'arrêt du rejet direct des eaux usées à la fin de l'année 2010 et l'assèchement progressif de la zone de rejet, n'a pas empêché le panache de la pollution, qui certes reste faible, de s'étendre progressivement, véhiculé par les eaux souterraines de la nappe aquifère.

REFERENCES

[1] Löhnert E.P., 2002. Major Aspects of Urban Hydrogeology in Central Europe – Examples from Germany. In: Howard KWF, Israfilov RG (eds), Current Problems of Hydrogeology in Urban Areas, Urban Agglomerates and Industrial Centers. NATO Science Series IV. *Earth Environmental Science* 8 243–261.

[2] Bilgehan Nas & Ali Berktay, 2010. Groundwater quality mapping in urban groundwater using GIS; *Environmental Monitoring and Assessment* 160:215–227.

[3] Noël. M. & Cheikh .B, 2001. Problème de Contamination des nappes phréatiques par les rejets domestiques d'Afrique Noire cas de la nappe de Brazzaville au Congo. *Sécheresse*; 12 (3) 175-82.

[4] Ouadi.T. et al., 2001. Imapct de la pollution sur l'unique réseau hydrographique de Casablanca, Maroc. *Sècheresse*; 12(2) : 129-3.

[5] Ahmed M. Youssef & al., 2011. Geotechnical investigation of sewage wastewater disposal sites and use of GIS land use maps to assess environmental hazards: Sohag, Upper Egypt; *Arabian Journal of Geosciences* 4:719–733.

[6] Appleyard S., 1995. The impact of urban development on recharge and groundwater quality in a coastal aquifer near Perth, Western Australia. *Hydrogeology* J 3 (2) 65–75.

[7] Eiswirth M & Hötzl H., 1997. The impact of leaking sewers on urban groundwater. In: Chilton J et al. (eds), *Groundwater in the Urban Environment*. Volume 1: Problems, Processes and Management. Proceedings of the XXVII IAH Congress on Groundwater in the Urban Environment, pp 399–404.

[8] Ford M, Tellam JH., 1994. Source, type and extent of inorganic contamination within the Birmingham urban aquifer system, UK. *Jornal of*

©UBMA – 2013

Hydrology 156, 101–135.

[9] Taylor RG, Cronin AA, Lerner DN, Tellam JH, Bottrell SH, Rueedi J, Barrett MH., 2006. Hydrochemical evidence of the depth of penetration of anthropogenic recharge in sandstone aquifers underlying two mature cities in the UK. *Applied Geochemistry* 21, 1570–1592.

[10] Trojan MD, Maloney JS, Stockinger JM, Eid EP, Lahtinen, MJ., 2003. Effects of land use on groundwater quality in the anoka sand plain aquifer of Minnesota. *Groundwater* 41 (4) 482–492.

[11] Turkman, A, Aslan, S & Yilmaz, Z., 2002. Groundwater Quality and Pollution Problems in the Izmir Region of Turkey. In: Howard KWF, Israfilov RG (ed), Current Problems of Hydrogeology in Urban Areas, Urban Agglomerates and Industrial Centers. NATO Science Series IV. *Earth and Environmental Sciences* 8, 479–489.

[12] Voronov A.N., Shvarts A.A. & Kuzmitskaya OV., 1999. Hydrogeological problems in the St. Petersburg region. In: Chilton J (ed), Groundwater in the Urban Environment, Selected City Profiles. International Contributions to Hydrogeology 21, 69–74.

[13] Zilberbrand M., Rosenthal E. & Shachnai E., 2001. Impact of urbanization on hydrochemical evolution of groundwater and on unsaturated- zone gas composition in the coastal city of Tel Aviv, *Israel. J Contam Hydrol* 50, 175–208.

[14] Kabour A., Hani A. & Chebah l., 2011. Impact des eaux usées domestiques sur l'environnement, et évaluation de l'indice de risque sur la santé publique : Cas de la ville de Béchar, SW Algérien. European Journal of Scientific Research, ISSN 1450-216X Vol. 53 No.4, PP.582-589.

[15] Jalali M., 2005. Nitrates leaching from agricultural land in Hamadan, western Iran. *Agricultural Ecosystem Environmental* 110:210–218

[16] Saibi. H., Semmar A., Mesbah A., Ehara S., 2009. Variographic analysis of water table data from the Oued-Souf phreatic aquifer. Northeastern part of the Algerian Sahara. *Arabian Journal of Geosciences*, 2, 83-93. Edition SPRINGER, ISSN: 1866-7538.

[17] Schiedek T., Beier M. & Ebhardt G., 2007. An Integrative Method to Quantify Contaminant Fluxes in the Groundwater of Urban Areas. *Journal Soils Sediments* 7 (4) 261–269.

[18] Blumenthal UJ, Cifuentes E, Bennet S, Quigley M, Ruiz-Palacios G., 2001. The risk of enteric infections associated with wastewater reuse: the effect of season and degree of storage of wastewater. Trans R Soc Trop Med and Hyg 96:131–137.

[19] ANRH., 2001. Etude d'assainissement des eaux résiduaires, pluvials et d'irrigation de la vallée du Souf (Wilaya d'El Oued). Direction régionale d'Ouargla.

[20] Busson G., 1967. Carte géologique du bassin mésozoïque du Sahara algéro-tunisien et de ses abords. Planche 2.

[21] Savornin J., 1945. Le plus grand appareil hydraulique du Sahara (nappe artésienne dite de l'Albien). *Travaux Institue de Recherche Saharien*., IV, 26-66.

[22] Dubost. D., 2002. Ecologie, Aménagement et Développement Agricole des Oasis Algériennes. N° Dépôt légal : 1092-2002. Edition du Centre de Recherche Scientifique et Technique sur les Régions Arides.

[23] Hydro Projet Oran – Bonnard et Gardell., 2004. Mission II. Rapport final, Document inédit 111 p.

[24] Kherici N, Zouini D, Kherici H., 1996. Origine de la remontée des eaux de la nappe superficielle de Souf (Nord-Est du Sahara Septentrional Algérien). Association Espanola de Hidrologia Subterranea. Hidrogeologia 12:49‑59.

[25] - Levassor A., 1978. Simulation et gestion des systèmes aquifères. Application aux nappes du 'Complexe Terminal' du bas Sahara, Algérie. Thesis, Paris-VI University, Paris, France.

[26] Oeltzschner. H., 2003. Quelques remarques sur le phénomène de la remontée des eaux dans le Souf. Recueil des communications des journées téchniques et scientifiques sur la qualité des eaux du Sud.

[27] Hydro Projet Oran – Bonnard et Gardell., 2002. Compagne de mesure hydrogéologique, Document inédit 306 p.

[28] Chestakov V. M., 1975. "Hydrodynamique souterraine en pratique (en Russe)", Nedra, 179p.

[29] Sauty J.P., 1977. Contribution à l'identification des paramètres de dispersion dans les aquifères par interprétation des expériences de traçage. Thèse de Doctorat de l'université de Grenoble, 157p.

[30] Aminot & Chausse-Pied., 1983. Analyse d'eau de mer.

[31] Mohsen Jalali., 2010. Nitrate pollution of groundwater in Toyserkan, western Iran; *Environmental Earth Science* 62:907–913.

[32] WHO (World Health Organization), 2004. *Guidelines for drinking water quality*, third edition. Geneva: WHO.

[33] Hussein I., Abdel-Shafy and Raouf O. Aly., 2007. Wastewater management in Egypt; M.K. Zaidi (ed.),Wastewater Reuse –Risk Assessment, *Decision-Making and Environmental Security*, 375–382. Springer.

[34] Leclercq L, Vandevenne L., 1987. Impact d'un rejet d'eau chargée en sel et d'une pollution organique sur les peuplements de diatomées de la Gander (Grand-Duché de Luxembourg). *Cahiers de Biologie. Marine., 28(2)*, 311-318.

©UBMA – 2013

NOMENCLATURE

$\overline{C}$	: concentration relative sans dimension ;
C	: concentration au temps t > 0 g/l ;
C^0	: concentration initiale d'injection t = 0 g/l ;
C_0	: concentration de l'échantillon sans le traceur : g/l ;
Erf	: fonction erreur de Gauss ;
n_e	: porosité effective ;
l	: longueur du cylindre : m ;
v	: vitesse effective de Darcy : m/s ;
t	: temps : s ;
D	: paramètre de la dispersion D = α_L.v ; m^2/s;
Ve	: volume recueilli en cm^3 ;
d	: diamètre du cylindre : m ;
Δt	: pas de temps ; s
Np	: t/Δt, numéro indiquant la position de l'échantillon dans le temps.
ζ	: paramètre réduit sans dimension définissant la fonction du temps.
ξ	: paramètre réduit sans dimension regroupant les éléments de l'équation approchée de l'équation différentielle de la dispersivité.

©UBMA – 2013

Formulation des bétons autoplaçants : Optimisation du squelette granulaire par la méthode graphique de Dreux - Gorisse

Fatiha Boumaza - Zeraoulia & Mourad Behim*

Laboratoire Matériaux, Géo – Matériaux et Environnement - Département de Génie Civil
Université Badji Mokhtar Annaba - BP 12, 23000 Annaba – Algérie

Révisé le 07/03/2013
Accepté le 19/06/2013

ملخص
تشكيل خرسانة ذاتية الرص هي عملية معقدة تتطلب إيجاد تركيبة جيدة من المواد الملائمة والكميات المناسبة لكل مادة للحصول على تشكيلة تلبي خصائص هذه الخرسانة (سيولة وتجانس)' وقد وضعت مناهج متعددة في جميع أنحاء العالم لتشكيل خرسانة ذاتية الرص. تم تصميم معظم الطرق اتجريبيا , ترتكز أساسا على مناهج ثنائية الطور للخرسانة الذاتية الرص. و هذه الطرق تنقسم إلى صنفان : صنف يرتكز على تحسين حجم العجينة (العجينة الإسمنتية أو الملاط) , و الآخر يرتكز على تحسين الهيكل الحبيبي . مساهمتنا تمكن في فهم مشكلة خليط الخرسانة الذاتية الرص بصورة إجمالية لإدماج في آن واحد تحسين حجم العجينة بإضافات حشو الحجر الجيري بثلاثة نسب و تحسين الهيكل الحبيبي بطريقة الرسم البياني لـ Dreux Gorisse' النتائج المتحصل عليها تبين بأن هناك حجم أمثل للعجينة وأن تركيبة الهيكل الحبيبي بطريقة الرسم البياني لـ Dreux Gorisse تطبق باختيار أنواع الحصى و تحليلهم الحبيبي الذي يسمح بإبراز الفئات الناقصة.

الكلمات المفتاحية : *خرسانة ذاتية القولبة - التحسين - الحصى - الإضافات – توصيف*

Résumé
La formulation d'un béton autoplaçant (BAP) est une opération complexe qui nécessite de trouver une bonne combinaison de matériaux compatibles et le dosage convenable de chacun de ses constituants afin d'obtenir une formulation répondant aux propriétés des BAP (fluidité et homogénéité). De multiples approches se sont développées à travers le monde pour la formulation d'un béton autoplaçant. La plupart des méthodes de formulation sont conçues actuellement de manière empirique. Ces méthodes se basent essentiellement sur des approches diphasiques du béton autoplaçant. Elles sont divisées en deux catégories : celles qui sont axées sur l'optimisation du volume de pâte (sous forme de pâte pure ou de mortier) et celles qui sont focalisées sur l'optimisation du squelette granulaire. Notre contribution est d'appréhender la problématique de la formulation des BAP de façon globale en intégrant à la fois l'optimisation du volume de pâte par l'ajout de filler calcaire avec trois dosages et l'optimisation du squelette granulaire par la méthode graphique de Dreux – Gorisse. Les résultats obtenus montrent qu'il existe un volume de pâte optimum et que la composition du squelette granulaire par la méthode graphique de Dreux – Gorisse est applicable par le choix des fractions granulaires et leurs analyses granulométriques qui permet de mettre en évidence les classes manquantes

Mots Clés *: BAP – Optimisation – Granulats – Additions - Caractérisation*

Abstract
The mix design of a self-compacting concrete (SCC) is a complex operation that requires finding a good combination of compatible materials, and the proper dosage of each of these components in order to obtain a formulation that meets the properties of SCC(fluidity and homogeneity). Multiple approaches have been developed in the world wide for the formulation of a self-compacting concrete. Most methods of formulation are currently designed empirically. These methods are mainly based on the fact that the BAP is a two-phase material. These methods are divided into two categories: those that focus on optimizing the volume of paste (paste form pure or mortar) and those that focus on optimizing the granular skeleton. Our contribution is to apprehend the problem formulation SCC in a comprehensive manner, integrating both the optimization of the paste volume by adding the limestone filler with three dosages and optimizing the skeleton by the graphical method Dreux - Gorisse. The results obtained show that to formulate a self-compacting concrete, there is an optimum paste volume. Whereas the composition of the granular skeleton by the graphical method of Dreux - Gorisse is applicable by the choice of granular fractions and particle size analysis which allows highlighting the missing classes

Keywords *: SCC – Formulation – Optimization – Aggregate – Additions - Characterization*

**Auteur correspondant :* fatiha.boumaza@lgc-univ-annaba.dz

©UBMA – 2013

1. INTRODUCTION

Réaliser un béton autoplaçant (BAP) est une opération complexe qui nécessite de trouver une bonne combinaison de matériaux compatibles et le dosage convenable de chacun de ses constituants afin d'obtenir une formulation répondant aux propriétés des BAP. Plusieurs approches ont été élaborées à travers le monde, approche japonaise [1], approche suédoise [2], approche LCPC [3] pour répondre aux exigences d'ouvrabilité de ce type de béton. Néanmoins, ces approches restent empiriques et sont basées sur l'optimisation soit de la fraction fine de la pâte de ciment ou de mortier [1, 2, 4], soit du squelette granulaire [3, 5, 6].

L'objectif de cette étude est de formuler un béton autoplaçant en optimisant le volume de pâte (par l'ajout de filler calcaire avec trois dosages) et le squelette granulaire.

A cet effet notre travail est structuré en trois parties :

- Optimisation du squelette granulaire

Le squelette granulaire est optimisé par le choix des fractions granulaires et leurs analyses granulométriques permettant de détecter les classes manquantes. L'application de la méthode graphique de Dreux – Gorisse [7] permet de déterminer la composition du squelette granulaire qui est appliquée pour formuler un béton ordinaire (BO) sans addition et sans superplastifiant.

- Optimisation du dosage en superplastifiant

Un béton à caractère autoplaçant (BAP0) est formulé en s'appuyant sur la composition granulaire validée sur le béton ordinaire (BO), en visant l'ouvrabilité d'un béton autoplaçant à l'aide de superplastifiant.

- Optimisation du volume de pâte

Trois bétons autoplaçant (BAP 1, 2 et 3) sont formulés en se basant sur la composition du béton à caractère autoplaçant (BAP0) en introduisant le filler calcaire avec différents dosages pour assurer la stabilité du mélange et éliminer les risques de ressuage et de ségrégation.

2. CARACTERISTIQUES DES MATERIAUX UTILISES

2.1 Ciment

Dans cette étude, un CPJ - CEM II/A 42.5 a été utilisé qui répond à la norme Algérienne NA 442 [8]. Les analyses chimiques ont été réalisées au laboratoire de la cimenterie de Hadjar-soud la composition minéralogique est calculée par les formules de Bogue corrigées, les résultats sont représentés dans le tableau 1.

2.2 Le filler calcaire

Le filler calcaire est composé essentiellement de calcite (> 80 %), produit d'un broyage à boulets d'une finesse de l'ordre de 6000 cm²/g. Les caractéristiques chimiques et physiques du filler calcaire sont regroupées dans le tableau 2.

Tableau 1. Caractéristiques Chimiques et physiques du Ciment

Composition chimique et minéralogique du ciment, %		Caractéristiques physiques et mécaniques du ciment	Unité	Valeurs		
CaO	60.41	Densité apparente	kg/m^3	1020		
SiO_2	21.91	Densité absolue	kg/m^3	3000		
Al_2O_3	5.19	Consistance normale	%	27		
Fe_2O_3	2.94	Surface Spécifique Blaine	cm^2/g	3480		
SO_3	1.60	Début de prise	h et mn	1 h 40		
MgO	2.19	Fin de prise	h et mn	4 h 50		
CaO_{libre}	1.01					
C_3S	58.2	Résistance mécanique		2 j	7 j	28 j
C_2S	18.5	Compression	MPa	7.0	24.17	30.25
C_3A	9.3	Flexion	MPa	2.97	5.3	8.12
C_4AF	8.2					

©UBMA – 2013

Tableau 2. Caractéristiques Chimique et physiques du filler calcaire.

Composition chimique		Caractéristiques physiques	Unité	Valeurs
CaO	55.58	Densité apparente	kg/m^3	960
SiO_2	0.15			
Al_2O_3	0.05	Densité absolue	kg/m^3	2620
Fe_2O_3	0.10			
SO_3	0.13	Surface Spécifique Blaine	cm^2/g	6285
MgO	0.05			
Na_2O	0.11	Fines < 63 µm	%	75
K_2O	0.04			
PAF	43.60			

2.3 Eau de gâchage

Pour la confection des différents bétons, l'eau potable a été utilisée. L'analyse chimique de cette eau a été réalisée au laboratoire de l'Algérienne des eaux. Les résultats sont présentés dans le tableau 3. Ils répondent aux prescriptions de la norme XP P 18-303 [9].

Tableau 3. Composition de l'Eau de Gâchage (mg/l)

Ca	Mg	Na	K
200	150	200	20
Fe	Al	Cl	SO_4
0.3	0.2	500	400

2.4 Adjuvant

L'adjuvant utilisé est un superplastifiant à base de polycarboxylases modifiés, de masse volumique 1110 kg / m^3, de pH = 5 ± 1, de teneur en ions chlore ≤ 0.1 %, de teneur en Na_2O Eq. ≤ 2.5 % et l'extrait sec = 36.4 ± 1.8 (%.). La plage d'utilisation recommandée varie de 0.25 à 2.5 % du poids du liant.

2.5 Les granulats

Les courbes granulométriques des granulats sont présentées sur la figure 1.

- **Le sable** : le sable utilisé est un sable roulé, siliceux de dune de la sablière de Coudiet Oued Ali de Tébessa, de module de finesse de 2.51 et de grosseur (0/2).
- **Les graviers :** les graviers utilisés sont des graviers concassés, de roche naturelle calcaire de fractions (2/8 et 6.3/15), les caractéristiques physiques et chimiques sont représentées dans le tableau 4.

3. METHODES EXPERIMENTALES

3.1 Formulation des bétons par la méthode de Dreux – Gorisse

- **Données :**

- D_{max}= 15 mm
- Ouvrabilité exprimée par l'affaissement au cône d'Abrams : AC = 6cm
- La résistance nominale visée (béton d'ouvrage) : σ'n = 20 MPa.

- **Analyses granulométriques et composition du squelette granulaire**

Dans le but de composer le squelette granulaire des bétons par la méthode graphique de Dreux-Gorisse, une analyse granulométrique est réalisée sur les granulats et présentée sur la figure 1.

Tableau 4. Caractéristiques Physico – Mécaniques des granulats

Caractéristiques	**Unité**	**Sable**	**Gravillon**	**Gravier**
Masse volumique apparente	kg/m^3	1410	1333	1238
Masse volumique absolue	kg/m^3	2570	2650	2730
d/D	-	0/2	2/8	6.3/15
Module de finesse	-	2.51	-	-
Essai Los-Angeles	%	-	-	$\frac{10/14}{33}$
Essai Micro Deval	%	-	-	$\frac{10/14}{28}$
Coefficient d'Aplatissement	%	-	-	7.40

©UBMA – 2013

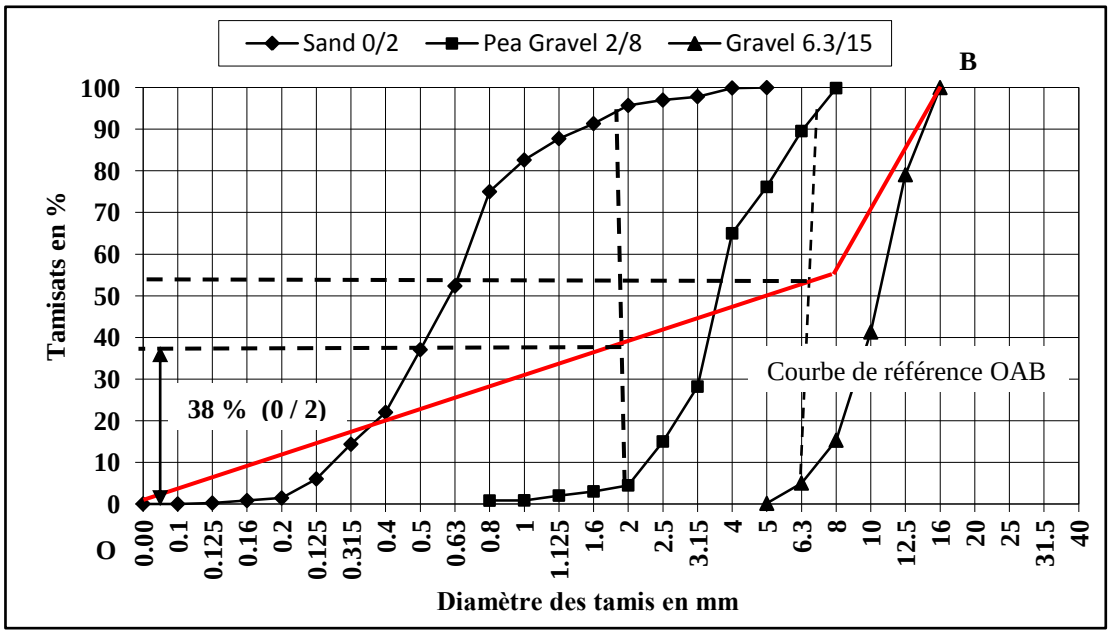


Figure 1**.** Courbes granulométriques et répartition graphique des granulats

3.2 Compositions des bétons

Les compositions des bétons formulés sont données dans le tableau 5.

Tableau 5. Compositions de BO et des BAP

Composants	**Unité**	**BO**	**BAP0**	**BAP1**	**BAP2**	**BAP3**
Ciment	kg/m^3	400	400	400	400	400
Sable	kg /m^3	660	660	660	660	660
Gravillon	kg /m^3	255	255	255	255	255
Gravier	kg /m^3	868	868	868	868	868
G/S	-	1.1	1.1	1.1	1.1	1.1
FC	kg /m^3	0	0	100	140	180
FC/ Leq	-	0	0	0.2	0.259	0.31
Léq	kg /m^3	400	400	425	435	445
E/C	-	0.50	0.50	0.53	0.54	0.56
E/Léq	-	0.50	0.50	0.50	0.50	0.50
E	l/m^3	200	200	212	217	222
SP	kg /m^3	0	8	8	8	8
	% de ciment	0	2	2	2	2

3.3 Fabrication des bétons

Le malaxeur utilisé pour la fabrication des bétons est une bétonnière à axe incliné d'une capacité de 30 litres. La séquence de malaxage retenue a été la suivante [10].

a - Introduction des granulats dans la bétonnière et pré-humidification pendant 10 minutes avec une partie de la quantité d'eau de gâchage égale à 3% de la masse totale des granulats

b - Introduction du liant équivalent (ciment + addition) et malaxage pendant 30 secondes avec les granulats.

c - Introduction de l'eau de gâchage restante avec une partie de l'adjuvant puis malaxage pendant 90 secondes,

d - Introduction de la partie restante de l'adjuvants et malaxage pendant 2 minutes.

©UBMA – 2013

3.4 Caractérisation des bétons.

3.4.1 Caractérisation des BAP à l'état frais

Les bétons autoplaçants formulés doivent satisfaire plusieurs tests normalisés [11] dont les valeurs données dans le tableau 6, qui permettent de caractériser les principales propriétés des BAP à l'état frais.

Les essais de caractérisation ont été effectués selon les procédures décrites par les normes [12 – 14].

- la mobilité en milieu non confiné, caractérisée par la mesure de l'étalement au cône d'Abrams (SF) et le temps d'étalement pour un diamètre de 500mm (T_{500}),
- mobilité en milieu confiné, caractérisée par l'essai du taux de remplissage dans la boite en L (PL)

- la résistance à la ségrégation exprimée par l'essai de stabilité au tamis (SR).

Nous avons aussi choisi deux autres essais comme paramètres rhéologiques : la viscosité (μ) selon le modèle de Sedran [5] et le seuil de cisaillement (τ) selon la méthode de la boite LCPC [15].

3.4.2 Caractérisation des bétons à l'état durci

A l'état durci, une caractérisation classique des différents BAP (résistances mécaniques à la compression et à la traction par flexion) a été réalisée sur des éprouvettes cubiques de 10 x 10 x 10cm [16], qui ont été conservées sous l'eau à la température ambiante jusqu'à l'âge d'écrasement de 2, 7, 28 et 365 jours

4. RESULTATS ET DISCUSSION

4.1 Sur béton frais

- **Essai d'étalement au cône d'Abrams (Slump flow)**

Les résultats présentés sur la figure 2, montrent que l'étalement des quatre bétons se situe entre 63 et 73 cm, ce qui les qualifie d'autoplaçant selon la Norme Européenne [11].

On peut cependant noter deux situations :

- En l'absence d'addition (béton sans addition) l'essai montre un ressuage très significatif et un léger amoncellement des granulats au centre de galette, signe d'un début de ségrégation (Fig. 3a). Après ajout de 25 % de filler calcaire, les signes de ressuage et de ségrégation observés ont pratiquement disparues, alors que le diamètre d'étalement est resté quasiment le même, (Fig. 3b), d'où le rôle et l'utilité de l'addition.

- A 45 % d'ajout de filler on note plutôt une perte d'ouvrabilité se traduisant par une diminution importante de l'étalement de l'ordre de 5cm.

Tableau 6. Valeurs préconisées par les normes [11]

Essais	Etalement (SF), cm		Stabilité au tamis (SR), %		Boite en L PL = (H_1 / H_2)		T_{500}, Secondes	
Classes	SF 1	550 - 650	SR 1	≤ 20	PL 1	$\geq 0.8^a$	VS 1	< 2
	SF 2	650 - 750	SR 2	≤ 15	PL 2	$\geq 0.8^b$	VS 2	≥ 2
	SF 3	750 - 850	-		-		-	

a - Deux armatures (l'essai est réalisé avec deux armatures)
b - Trois armatures (l'essai est réalisé avec trois armatures) (Fig.5)

©UBMA – 2013

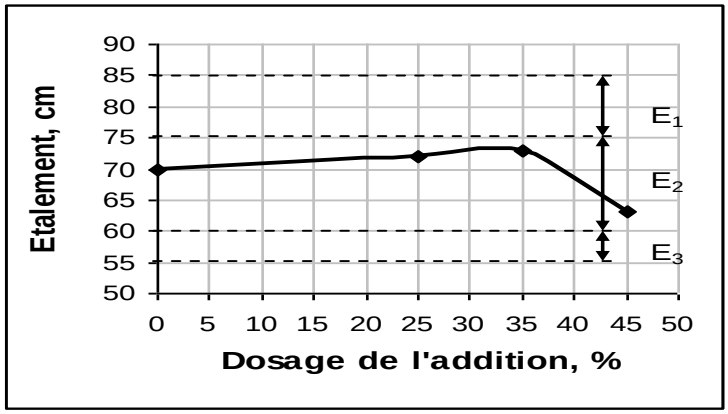


Figure 2. Etalement (Slump flow)

a. D = 73cm sans addition de FC (Ressuage et début de ségrégation)

b. D = 73cm avec 35% d'addition de FC

Figure 3. Essai d'étalement

- **Essai à la boite en L (L-BOX)**

Les résultats présentés sur la figure 4, montrent que le BAP0 (0% d'addition) donne un taux de remplissage de 0.5. L'ajout de 25 % de filler n'est pas suffisant pour ramener le taux de remplissage à 0.8, valeur recommandée par la norme [11]. L'ajout de 45 % de filler donne un taux de remplissage à la limite admissible. Le taux de filler calcaire ajouté qui donne un taux de remplissage supérieur à 0.8 est de 35 % par rapport à la masse de ciment.

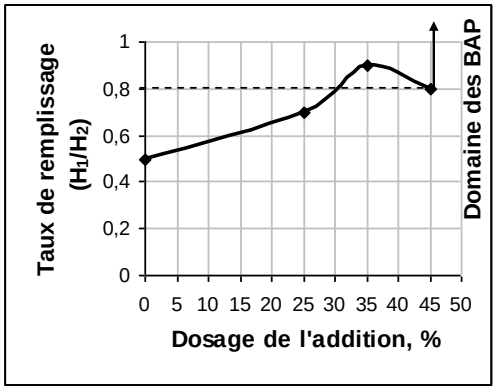


Figure 4. Essai L – BOX

(H_2/H_1> 0.8) [11]

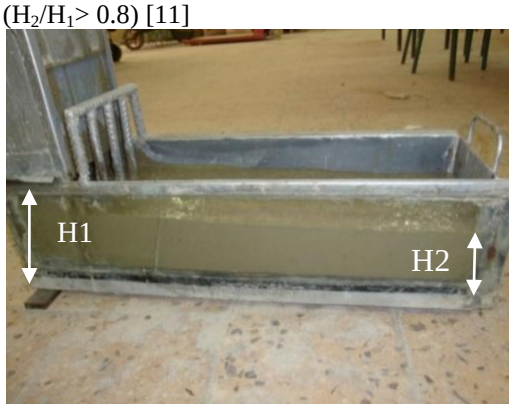


Figure 5. Mesure du taux de remplissage

- **Essai de stabilité au tamis**

Les résultats des essais de stabilité au tamis présentés sur la figure 6, montrent que les compositions testées ont une stabilité satisfaisante $\eta < 20\%$ [11] à l'exception du BAP0 sans addition qui présente un risque d'instabilité évaluée à 22%. Le BAP3 donne une valeur inférieure à 8 %, se traduisant par un risque de blocage et une perte d'ouvrabilité

©UBMA – 2013

corroborés par l'essai de la boite en L et l'essai d'étalement.

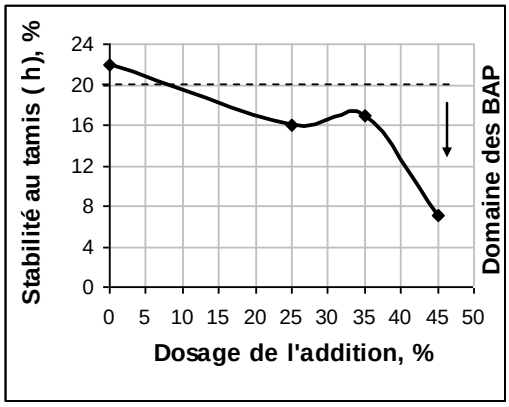


Figure 6. Stabilité au tamis

- **Le temps d'étalement T_{500}**

Le temps de passage de la galette de béton à un diamètre de 50 cm donne une idée sur la vitesse de déformation du béton. En général, pour un béton autoplaçant la littérature mentionne des valeurs moyennes de l'ordre de 2 secondes [11], mais peuvent aller jusqu'à 7 secondes [17].

Les résultats obtenus présentés sur la figure 7, montrent en effet une légère augmentation du T_{500} avec l'accroissement du taux de l'addition résultant de l'épaississement de la pâte et traduisant l'augmentation de la viscosité.

- **Estimation de la viscosité plastique**

Les corrélations rhéologie - ouvrabilité les plus pertinentes sont celles reliant la viscosité au T_{500}. En effet la relation (1) [5] qui souligne la corrélation entre la viscosité et la mesure du temps d'étalement T_{500} confirmée par ailleurs par Emborg [18] a été utilisée pour le calcul de la viscosité

$$\mu = \frac{\rho}{1000}(0.0268Sf - 2.39)T_{500} \qquad (1)$$

μ : viscosité plastique du matériau (Pa.S),
ρ : masse volumique du béton (kg/m^3),
SF : étalement (mm),
T_{500} : temps que met la galette à atteindre un diamètre de 500 mm (S).

Les résultats présentés sur la figure 8 et obtenus par application de la relation (1) montrent qu'avec l'augmentation du volume de la pâte on note une augmentation de la viscosité, ce qui d'une part, corrobore les résultats obtenus par les mesures du T_{500} et d'autre part validerait la relation (1).

L'augmentation du dosage de filler calcaire entraine une augmentation de la viscosité de la pâte, qui lui confère d'ailleurs un pouvoir d'entraînement des granulats et une meilleure stabilité ce qui corrobore parfaitement les résultats obtenus à la boite en L et la stabilité au tamis.

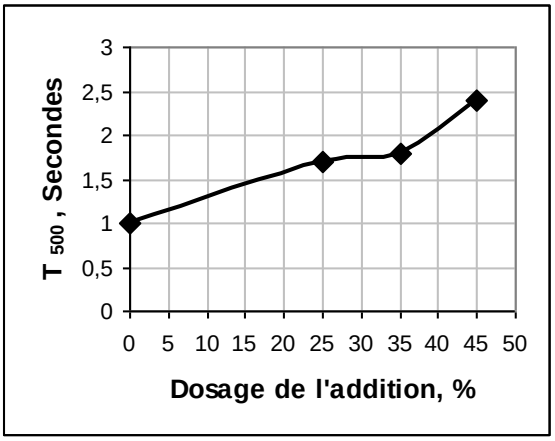


Figure 7 Evolution du temps d'écoulement (T_{500}) en fonction du taux de l'addition

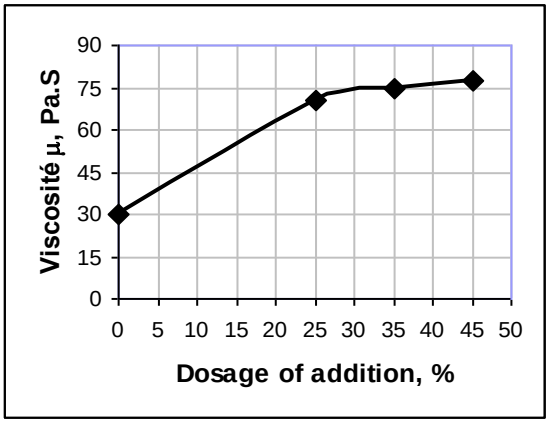


Figure 8. Evolution de la viscosité en fonction du taux de l'addition

- **Essai d'étalement à la boite LCPC (Détermination du seuil de cisaillement τ)**

La méthode LCPC [15] s'appuie sur la mesure de la longueur d'étalement (L) du BAP dans une boite de longueur 120cm A l'aide de l'abaque présentée sur la figure 9 en fonction de (L). On peut lire le rapport (seuil de cisaillement / Densité) (τ / ρ) et déduire analytiquement la valeur numérique du seuil d'écoulement (τ).
Les résultats obtenus présentés sur la figure 10 corroborent ceux obtenus par les essais du T_{500} et de viscosité.

©UBMA – 2013

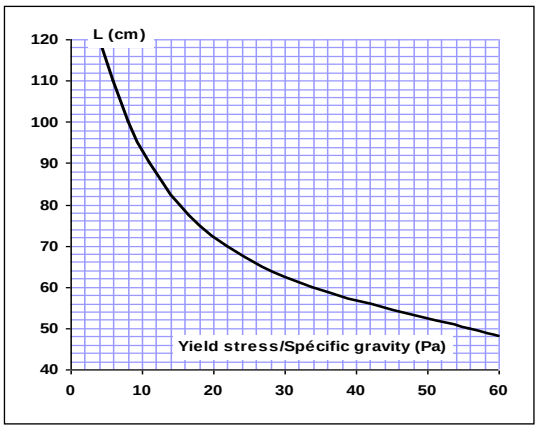


Figure 9. Relation entre longueur d'étalement et seuil de cisaillement.

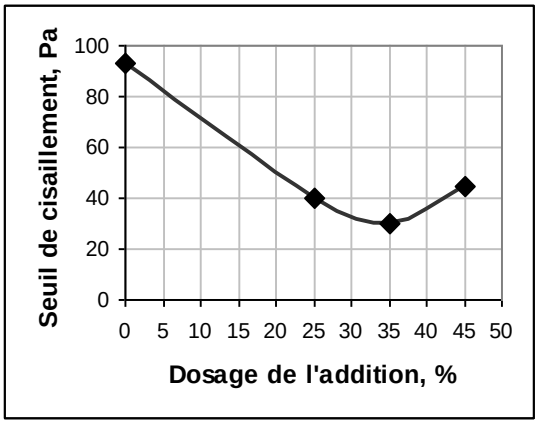


Figure 10. Evolution seuil de cisaillement en fonction du taux de l'addition

DISCUSSION

Après avoir réalisé les trois essais préconisés par les normes [12 - 14] et complétés par des essais de T_{500}, l'estimation de la viscosité [5] et du seuil de cisaillement [15] sur les bétons formulés, à l'état frais, on peut tirer les enseignements suivants :

- Les résultats ont montrés que l'applicabilité de la méthode graphique de Dreux-Gorisse pour la formulation des bétons autoplaçants est vraisemblable. A cet effet le choix des constituants granulaires est primordial, finesse des sables, grosseur des gravillons et graviers et continuité des courbes granulométriques.

- L'emploi d'une addition fine est tout à fait justifié, améliorant l'épaississement du mélange cimentaire, lui conférant ainsi un pouvoir d'entraînement des granulats et par conséquent un meilleur taux de remplissage et une meilleure stabilité notamment vis-à-vis de la ségrégation et du ressuage.

- Il a été noté que le dosage de l'addition de 35 % était optimal, satisfaisant les paramètres préconisés par la norme [11]. Alors que l'ajout de 25% de filler calcaire reste insuffisant pour garantir un taux de remplissage correct. Au contraire, l'ajout de 45% d'addition semble un peu excessif car il diminue l'étalement, donne un taux de remplissage limite de 0.8 et une stabilité critique $\eta < 8$ %.

- Il semble établit qu'il existerait une quantité d'addition optimale de l'ordre de 35 % permettant d'assurer un remplissage correct des coffrages sans risque de ségrégation ni ressuage. Cette quantité d'addition s'inscrit justement dans les limites recommandées par l'AFGC [19] (100 à 200 kg/m^3).

4.2 Sur béton durci

- **Contrôle de la ségrégation.**

L'état de ségrégation est contrôlé visuellement par une méthode simple et efficace consistant à scier dans l'axe des éprouvettes en béton durci (Fig.11).

Les observations permettent de mettre en évidence une bonne répartition des gros granulats dans la masse du BAP, ce qui confirme l'absence de ségrégation observée lors de l'essai d'étalement sur bétons frais.

Figure 11. Eprouvettes sciées (absence de ségrégation)

- **Résistance en compression et traction par fendage**

Généralement les BAP ont des résistances légèrement supérieures à celles des bétons ordinaires. Il est utile de rappeler qu'on a opté

©UBMA – 2013

pour un rapport E/ Léq constant ce qui a entraîné un dosage en eau croissant parallèlement au dosage en addition, induisant ainsi une légère perte de résistance qui a été vraisemblablement rattrapée par un gain de résistance dû à l'effet de remplissage induit par l'addition. Les résultats présentés sur la figure 12 montrent qu'au jeune âge le BO et les trois BAP donnent presque les mêmes valeurs avec une légère baisse pour le BAP4. Une augmentation des résistances est cependant notée à long terme ce qui peut s'expliquer par l'effet de remplissage joué par l'addition. Les résultats présentés sur la figure14 montrent une légère baisse de résistance au jeune âge pour les trois dosages d'addition résultant, probablement de l'augmentation du rapport E/Léq en fonction du dosage en addition et par l'effet retardateur de l'adjuvant. A long terme on note plutôt une légère amélioration des résistances

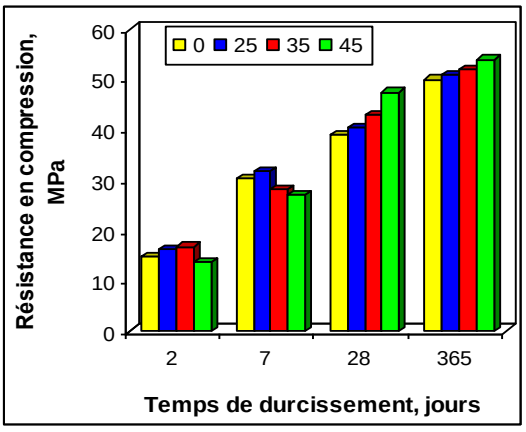


Figure 13. Résistance à la compression

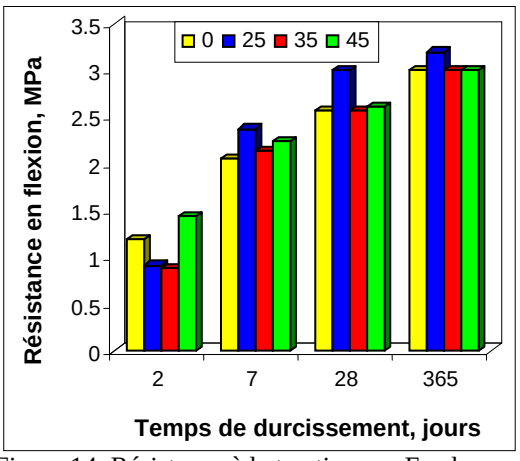


Figure 14. Résistance à la traction par Fendage

5. CONCLUSION

Les méthodes de formulation des BAP sont nombreuses et diverses, mais peuvent s'accorder en trois critères essentiels que sont : l'addition d'une poudre fine pour réduire les risques de ressuage et de ségrégation par suite d'une grande fluidité et une stabilité que nécessitent les BAP, un squelette granulaire optimisé garantit par une continuité des courbes granulométriques des différents granulats (sables et gros granulats) et enfin l'emploi de superplastifiant afin d'assurer une fluidité suffisante tout en gardant le rapport E/C raisonnable pour sauvegarder la résistance mécanique.

L'optimisation du squelette granulaire par la méthode graphique de Dreux-Gorisse a donnée des résultats encourageants. Il est vrai aussi que le choix des granulats notamment la finesse des sables et la grosseur maximale des graviers est un paramètre non négligeable, mais plus encore se rapprocher d'un rapport G/S proche de 1 semble être un paramètre déterminant dans l'obtention d'un béton à caractère autoplaçant. L'introduction d'une addition fine tel que le filler calcaire est tout à fait justifié à un dosage optimum qui se situerait vraisemblablement entre 30 et 40 % pour produire des BAP avec des caractéristiques qui s'inscrivent dans les valeurs préconisées par les normes [11] et permet même une certaine amélioration des résistances mécaniques par effet de remplissage résultant de l'emploi de filler calcaire.

REFERENCES

[1] Okamura H. & Ouchi M. 2003, Self-compacting concrete, Journal of advanced Concrete Technology. Vol 1, n°1, pp 5-15.

[2] Billberg P. 1999, Self-compacting concrete for civil engineering structures – the Swedish experience, Report 2:99, Swedish Cement and Concrete Research Institute, Stockholm, 80p.

[3] de Larrard F. 2000, Structures granulaires et formulations des bétons, Etudes et recherches des Laboratoires des Ponts et Chaussées, Ouvrages d'Arts 34, 414p.

[4] Saak AW., Jennings HM., Shah SP. 2001, New methodology for designing self-compacting concrete, ACI Material Journal, 98, 6, pp 429-439.

[5] Sedran T., 1999, Rhéologie et Rhéométrie des bétons : application aux bétons autonivelants, Thèse de l'ENPC, 220p.

[6] Su N., Hsu KC. Chai HW. 2001, A simple mix design method for self-compacting concrete, Cement and concrete Research, 31, 12, pp 1799-1807.

©UBMA – 2013

[7] Dreux G. et Festa J. 1998, Nouveau guide du Béton et de ses constituants. Eyrolles, 416p

[8] NA 442, 2005. Ciment, Composition, Spécification et Critère de Conformité. Ianor, 21 p.

[9] Norme Française XP P 18-303, 1999. Normalisation française: Eau de gâchage pour béton, 16p.

[10] Assié S., 2004. Durabilité des bétons autoplaçants, chapitre 2.Thèse INSA Toulouse, LMDC, 248p.

[11] NF EN 206 – 9, Juin 2010. Béton-partie 9, règles complémentaires pour le béton autoplaçant, Afnor, 26 p

[12] NF EN 12350 – 8, Novembre 2010. Essai pour béton frais - Partie 10 Partie 8, béton autoplaçant – Essai d'étalement au cône d'Abrams. Afnor, 8 p

[13] NF EN 12350 – 10, Novembre 2010. Essai pour béton frais - Partie 10, béton autoplaçant – Essai à la boite en L. Afnor, 9 p.

[14] NF EN 12350 – 11 Novembre 2010. Partie 11, Béton autoplaçant – Essai de stabilité au tamis. Afnor, 7 p.

[15] Roussel N. 2007, The LCPC Box cheap and simple technique for yield stress measurement of SSC, Materials and structures, 40/9, pp 889-896.

[16] Neville A.M, 2000. Propriétés des bétons. Eyrolles, 806 p.

[17] Grunewald S. & Walraven J.C., 2003, Rheological measurements on self-compacting fibre reinforced concrete. Proceedings of the Third International Symposium on SCC, Reykjavik, Island, 49-58.

[18] Emborg, 1999, Rheology tests for self-compacting concrete-How useful are they for the design of concrete mix for full-scale production, Proceedings of the 1st international RILEM Symposium, Stockholm, 95-105.

[19] Association Française de Génie civil (AFGC), 2008, Les Bétons Autoplaçants : recommandations provisoires pour l'emploi des Bétons autoplaçants, 63 p.

©UBMA – 2013

Modélisation mathématique et numérique d'un capteur stockeur d'énergie solaire

Ammar Abdelli*[1], Hocine Sissaoui[2], Tidjani Bouchami[3] & Mahièddine Berkani[4]

[1]*Département de Mathématiques, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000.*
[2]*Laboratoire de recherche LANOS,Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000.*
[3]*Département de Génie de Procédés, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000.*
[4]*Département d'électromécanique, Université Badji Mokhtar, BP 12, Annaba 23000.*

Révisé le 14/04/2013
Accepté le 20/06/2013

ملخص

إن الحوض الشمسي عبارة عن حوض مصطنع يقوم بجمع و تخزين الطاقة الشمسية الحرارية بواسطة تدرج الملوحة (ملح ذائب في الماء بتراكيز تتزايد مع عمق الحوض).فهو يتكون من ثلاثة مناطق الهدف من هذا البحث هو إيجاد التوزيع الأفقي لدرجة الحرارة في طبقة معينة و التوزيع العمودي لمختلف الطبقات الثانوية للحوض *الشمسي*. بدلالة زمن تسخين الحوض. النموذج الرياضي المتبع في هذا البحث مرتكز على المعادلة التفاضلية للنقل الحراري مع وجود مصدر حراري خارجي للنظام المدروس. كما تم التقدير الاحصاءي لشدة الإضاءة الشمسية (المشكلة للمصدر الحراري) باستخدام معطيات الأرصاد الجوية الكائنة بمدينة عنابة خلال الخمس سنوات الأخيرة. الحل العددي للمعادلة التفاضلية للحرارة يعتمد على طريقة التقطيع لكرانك نيكولسون Crank-Nicholson مع استخدام القيم الابتدائية و الحدية المناسبة. التقارب, الاستقرار و التماسك العدديين للطريقة المستعملة قد تم اخذهم بعين الاعتبار.

الكلمات المفتاحية : *الحوض الشمسي - التوزيع الحراري - زمن التعبئة - التقطيع - كرانك نيكولسون- التقارب - الاستقرار - التماسك.*

Résumé

L'étang solaire est un dispositif qui consiste à collecter et stocker l'énergie solaire à l'aide d'un gradient de salinité (sel dissout dans l'eau à concentration imposée). Cet étang est formé de trois zones stratifiées.
Le but du présent travail est de déterminer le profil horizontal de la température dans une couche donnée et le profil vertical le long des différentes couches de l'étang en fonction du temps d'échauffement de celui-ci. Le modèle mathématique adopté dans ce travail est basé sur l'équation de la conduction de la chaleur avec une source d'énergie extérieure au système. L'intensité de la source a été évaluée statistiquement sur une période des cinq dernières années à partir des données météorologiques de la station des salines de la ville d'Annaba. L'approche de résolution numérique du modèle mathématique adopté repose sur la discrétisation de l'équation de la chaleur en utilisant la méthode des différences finies conjointement au schéma de Crank-Nicholson avec des conditions initiales et aux limites appropriées. La convergence, la stabilité et la consistance du schéma numérique utilisé sont aussi prises en considération.

Mots clés : *Etang solaire - Distribution de la température - Temps de remplissage - Discrétisation Crank - Nicholson - Convergence – Stabilité - Consistance.*

Abstract

The solar pond is a system which collects and stores solar energy by means of salinity gradient (dissolved salt in water at a set concentration). This solar pond is composed of three different stratified zones. The aim of the present work is to determine the temperature horizontal profile within a given layer and the temperature vertical profile through the different layers of the solar pond as a function of the solar pond heating up time. The mathematical model used in this work is based on the heat conduction equation with external heat source. The source strength has been evaluated (assessed) statistically over the period of the last five years according to the meteorological station data of Annaba "Les salines." Conductive heat transfer equation with suitable initial and boundary conditions is solved numerically using finite difference method with Crank-Nicholson scheme. The convergence, the stability and the consistency criteria of the used numerical scheme is also focused in this work.

Key words: *Solar pond - Temperature distribution - Time of filling – Discretization – Crank-Nicholson - Convergence – Stability - Consistency.*

**Auteur correspondant : abdelli_ammar@yahoo.fr*

©UBMA – 2013

INTRODUCTION

En 1902, le scientifique russe Von-Kalecsinskin a observé dans la mer morte des lacs où une couche d'eau douce est superposée à une autre plus dense et plus chaude [1]. La découverte de ce phénomène associée aux problèmes de pollution causés par l'utilisation des sources d'énergie primaire a poussé beaucoup de chercheurs à travailler sur les énergies renouvelables (bioénergie, éolienne, hydroélectrique, solaire, thermique). La plupart des systèmes d'énergie solaire rassemblent cette énergie pour l'usage immédiat mais n'ont pas la capacité de l'emmagasiner dans de différentes conditions de météorologie et dans la durée [2].

La technologie des étangs solaires à gradient de salinité est basée sur la collecte et le stockage de l'énergie solaire à l'aide de la réalisation d'un gradient de sel constitué de couches stratifiées [3]. L'absorption du rayonnement solaire par les différentes couches du bassin provoque un gradient de température à l'intérieur de l'étang solaire.

Cette étude de la performance thermique entre dans le cadre de la réalisation et la conception d'un étang solaire, premier bassin en Algérie en cours de construction ; tout en exploitant les données météorologiques fournies par la station des salines d'Annaba. Certes, beaucoup d'études ont été faites dans le domaine du photovoltaïque, de l'énergie éolienne, etc... et la littérature scientifique spécialisée est très riche et abondante dans cette thématique [4]. Cependant, dans le domaine de la captation et du stockage de l'énergie solaire, simultanément à l'aide de bassins solaires rien n'a été fait jusqu'à présent dans notre pays ; néanmoins et, heureusement, ce travail vient initier et combler un vide concernant la technologie des étangs solaires à gradient de salinité (SGSP) en Algérie. C'est pourquoi notre choix, d'intérêt nationa,l vu le gisement solaire considérable du pays, s'est porté sur ce dernier thème de recherche afin d'apporter notre modeste contribution dans ce domaine.

A travers cette réalisation, doit-on dire que l'Algérie s'est dotée de son premier bassin solaire à l'instar des autres pays (environ une quarantaine de contrées) ?

Les retombées de cette analyse permettront sans doute une bonne compréhension du comportement des étangs (SGSP). Concernant la modélisation mathématique des phénomènes de transfert de masse et de chaleur, la thermodifusion [5] et surtout la maitrise scientifique du problème de stabilité physique, à savoir le maintien des stratifications des couches pour une exploitation sûre et durable. Ces derniers constituent des thèmes d'actualité et de recherche accrue au sein des laboratoires à travers le monde. Les résultats obtenus constitueront une banque de données relative à la localisation géographique de l'étang solaire (Annaba), les propriétés du sol ainsi que le paramètre d'ensoleillement.

A cet effet, on doit noter que l'étang solaire expérimental installé au sein de l'université d'Annaba de coordonnées, 36° 54′ 15″ Nord 7° 45′ 07″ Est, et ayant les dimensions suivantes :

Une surface d'environ 45 m^2 avec une profondeur de 2 m, creusée à même le sol. Les parois sont recouvertes avec une bâche en PVC afin de minimiser les pertes de chaleur vers l'extérieur. Ce dernier paramètre a été pris en considération comme hypothèse dans cette présente étude. Les thermocouples en chrome-alumel (type K) sont confectionnés et étalonnés au laboratoire, et sont espacés dans la paroi de l'étang dans un intervalle de 10 cm chacun.

Ici, nous donnons chronologiquement un état de l'art relatif à la modélisation des étangs solaires.

Le premier modèle d'atténuation de l'énergie lumineuse au sein d'un étang solaire a été proposé par Rabl et Nilsen [6]. En effet, ce modèle a été conçu d'après les données météorologiques aux USA.

Bryant et Colbeck [7] ont proposé un modèle logarithmique, plus simple qui prend en considération la profondeur de l'étang.

Hawlader et Brinkworth [8] développent un modèle plus rigoureux en tenant compte de la surface de l'eau de l'étang.

Et enfin Giestas et al [9] proposent un modèle dont la radiation est une fonction exponentielle décroissante avec la profondeur. Ce modèle a été adopté dans ce présent travail.

Ce travail a pour objectif essentiel la simulation numérique de la performance thermique d'un étang solaire en régime transitoire, en cours de réalisation à l'université d'Annaba (Algérie).

©UBMA – 2013

1. DESCRIPTION ET FORMULATION MATHEMATIQUE DU PROBLEME

L'étang solaire se compose de trois zones (voir figure 1) :

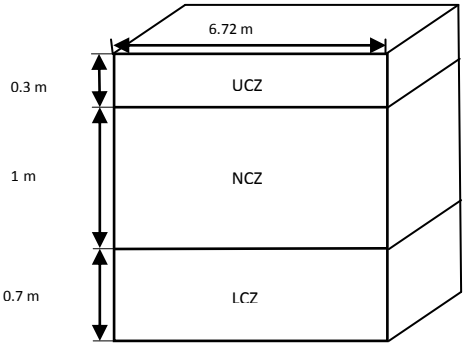


Figure 1. Schéma représentant les trois zones composant l'étang solaire

a) une zone supérieure où la salinité et la température sont relativement basses et uniformes.

b) une zone de gradient de température et de salinité située au milieu de l'étang appelée NCZ. Cette dernière a pour rôle d'isoler thermiquement la zone chaude LCZ de la zone froide UCZ.

c) la zone inférieure (LCZ) où la zone de stockage de chaleur dont la salinité et la température sont élevées.

C'est à partir de cette zone qu'on extrait la chaleur par l'intermédiaire de l'eau chaude tout en l'envoyant dans des échangeurs pour différentes applications telles que l'air conditionné, la production d'électricité, dessalement, etc…

Pour l'étude et l'analyse des performances thermiques des étangs solaires, la majorité des auteurs adoptent un modèle de calcul unidimensionnel avec des faibles mouvements convectifs au fond de la couche inférieure LCZ (couche de stockage).

Dans cette étude, on utilise un modèle mathématique et numérique reposant sur une condition initiale et des conditions aux limites. En outre, on fait appel à un schéma numérique implicite reposant sur la discrétisation de l'équation de la chaleur par la méthode de Crank-Nicholson laquelle possède des propriétés qualitatives importantes telle que la stabilité [10].

Les pas de discrétisation du temps et de l'espace sont pris successivement comme le quart, le huitième et le seizième de la durée totale 92 jours et de l'épaisseur de la NCZ de 1m, respectivement. Ainsi :

$$\Delta x = \Delta t = \frac{1}{4}\,,\ \Delta x = \Delta t = \frac{1}{8}\,,\ \Delta x = \Delta t = \frac{1}{16}$$

On considère les pourcentages massiques en salinités suivants :

s = 6% ; s = 12% ; s = 18% ; s = 24%.

Un maillage de plus en plus fin est considéré en tenant compte de la variation des propriétés physique et thermodynamique. La motivation principale de la réalisation de ce travail est l'étude de la convergence, la stabilité et la consistance du schéma numérique utilisé.
La contribution essentielle de ce travail réside dans l'utilisation pour la première fois des données météorologiques de la ville d'Annaba. Cette étude concerne les températures ambiantes et locales de la ville d'Annaba pour les cinq dernières années après un traitement statistique.
Les prédictions sont obtenues pour des conditions opératoires réelles relatives à deux saisons différentes opposées thermiquement (l'été et l'hiver) soit 92 jours pour chaque saison.
A la base de cette étude les hypothèses sont :

- Les températures des deux cotés de l'interface NCZ-LCZ sont les mêmes.

- La couche NCZ joue le rôle d'un isolant thermique entre la couche LCZ et UCZ.

- La température dans la frontière en $x = \ell$ est donnée.

A notre connaissance les critères de convergence, de stabilité et de consistance trouvent leur première application dans un cas réel : l'étang solaire. La détermination des dits paramètres sera d'une grande importance dans le contrôle de la stabilité physique des couches de NCZ.

La distribution de la chaleur dans NCZ est régie par l'équation suivante [1]:

©UBMA – 2013

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{k\partial^2 T}{\rho C_p \partial x^2} - \frac{1}{\rho C_p}\frac{dE}{dx}, \qquad 0 \le x \le \ell \qquad (1)$$

Il faut savoir que les propriétés physiques et thermodynamiques telles que la conductivité thermique k, la masse volumique ρ, la chaleur spécifique C_p et le rayonnement solaire E changent d'une couche à une autre suivant les formules suivantes :

-La conductivité thermique k [2] est donnée par la formule suivante :

$$\mathrm{k} = exp[ln\mathrm{A} + \mathrm{B}.\mathrm{C}] \qquad (2)$$

Où :

$$A = (0.24 + 0.2\mathrm{s})$$

$$\mathrm{B} = 2.3 - \frac{343.5 + 370s}{T}$$

$$\mathrm{C} = \left(1 - \frac{T}{647 + 30s}\right)^{1/3}$$

- La masse volumique ρ est donnée par Jaefarzadeh [3] :

$$\rho = 998 - 0.4(T - 293.15) + 650.s \qquad (3)$$

L'absorption du rayonnement solaire E par l'étang est donnée par [11] :

$$\mathrm{E} = \mathrm{E}_a e^{-\mu x} \qquad (4)$$

Ici, on considère que l'eau est moyennement turbide correspondant à un coefficient d'extinction μ de $0.6m^{-1}$pour une profondeur *x*. La chaleur spécifique C_p exprimée en fonction de la température est déterminée par interpolation linéaire des données fournies par Haynes [12] (voir tableau 1).

Tableau 1. Chaleur spécifique en fonction de la température

T(K)	C_P (J. kg^{-1}. $°c^{-1}$)
288.15	4187
293.15	4137
298.15	4033
303.15	3936
308.15	3776
313.15	3641
318.15	3529
323.15	3486
328.15	3455
333.15	3430
338.15	3414
373.15	3414

Conditions, initiale et aux limites

La condition initiale est donnée par:

$$\mathrm{T}(x, 0) = T_a \quad \text{pour } 0 \le x \le \ell \qquad (5)$$

Cette condition signifie que la température initiale sur toute la profondeur du bassin est la même et égale à la température à l'instant *t* = 0.

Les conditions aux limites peuvent s'écrire :

$$\mathrm{T}(0, t) = \mathrm{T}_a \qquad (6)$$

A la frontière $x = \ell$ du bassin solaire, on installe des thermocouples dans la paroi pour mesurer les températures dans chaque couche de NCZ de telle sorte que :

$$\mathrm{T}(\ell, t_j) = \begin{cases} T_a & \text{Pour } j = 1 \text{ c-à-d à la surface} \\ T_{mj} & \text{Pour } j > 1 \text{ c-à-d à la frontière} \end{cases} \qquad (7)$$

Il faut noter que la condition initiale et les conditions aux limites sont les mêmes que celles considérées par Saxena [1].

Enfin, le problème (1), (6) et (7) admet une solution unique [13] qui est infiniment dérivable par rapport à *x* et *t* [14].

2. DISCRETISATION DU PROBLEME

Appliquons la méthode des différences finies et le schéma de Crank-Nicholson pour discrétiser l'équation régissant le comportement thermique transitoire de l'étang solaire (1) [10].

Divisons le domaine spatial [0, ℓ] = [0, 1] en M sections chacune de longueur $\Delta x = \ell/\mathrm{M}$ et le domaine temporel [*0, T*] = [0, 1] en N segments où 1 représente 92 jours dans notre cas, chacun possédant une durée $\Delta t = \mathrm{T}/\mathrm{N}$.
En Posant $x = i\Delta x$ pour i =1, 2,…., M ,M+1, et $t = j\Delta t$ pour j=1,2,….., N ,N+1, l'équation(1) s'écrit :

©UBMA – 2013

$$\frac{T_{i,j+1}-T_{i,j}}{\Delta t}=\frac{k}{\rho C_p}\frac{\left[T_{i+1,j+1}-2T_{i,j+1}+T_{i-1,j+1}+T_{i+1,j}-2T_{i,j}+T_{i-1,j}\right]}{2(\Delta x)^2}-\frac{[E_{i+1}-E_{i-1}]}{2\Delta x\rho C_p} \quad (8)$$

En posant $r=\frac{k\Delta t}{\rho C_p(\Delta x)^2}$, on obtient :

$$\frac{r}{2}T_{(i-1,j)}+\frac{r}{2}T_{i-1,j+1}+(1-\mathrm{r})T_{i,j}-(1+\mathrm{r})T_{i,j+1}+\frac{r}{2}T_{i+1,j}+\frac{r}{2}T_{i+1,j+1}=\frac{\mathrm{r}\Delta x[\mathrm{E_{i+1}}-\mathrm{E_{i-1}}]}{2\mathrm{k}} \quad (9)$$

r étant le paramètre de stabilité du schéma de discrétisation. Pour déterminer les inconnues, on fixe j et on fait varier i de 1 à M, on obtient alors l'écriture matricielle suivante :

$$\begin{bmatrix} \frac{r}{2} & 1-r & \frac{r}{2} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{r}{2} & 1-r & \frac{r}{2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{r}{2} & 1-r & \frac{r}{2} \end{bmatrix}\begin{bmatrix} T_{0,j} \\ T_{1,j} \\ T_{2,j} \\ T_{3,j} \\ T_{4,j} \end{bmatrix}+\begin{bmatrix} \frac{r}{2} & -(1+r) & \frac{r}{2} & 0 & 0 \\ 0 & \frac{r}{2} & -(1+r) & \frac{r}{2} & 0 \\ 0 & 0 & \frac{r}{2} & -(1+r) & \frac{r}{2} \end{bmatrix}\begin{bmatrix} T_{0,j+1} \\ T_{1,j+1} \\ T_{2,j+1} \\ T_{3,j+1} \\ T_{4,j+1} \end{bmatrix}=\frac{\mathrm{r}\Delta x}{2\mathrm{k}}\begin{bmatrix} -1 & 0 & 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 & 0 & 1 \end{bmatrix}\begin{bmatrix} E_0 \\ E_1 \\ E_2 \\ E_4 \\ E_5 \end{bmatrix} \quad (10)$$

L'utilisation de la condition initiale et des conditions aux limites donne le tableau 2.

Tableau 2 . Condition initiale et conditions aux limites

t \ x (Δx)	0	0.25	0 .50	0.75	1 .00
0	T_a	T_a	T_a	T_a	T_a
0 .25	T_{a1}	T_{11}	T_{21}	T_{31}	T_{m1}
0 .50	T_{a2}	T_{12}	T_{22}	T_{32}	T_{m2}
0.75	T_{a3}	T_{13}	T_{23}	T_{33}	T_{m3}
1 .00	T_{a4}	T_{14}	T_{24}	T_{34}	T_{m4}

NCZ (non convective zone)

On fait remarquer que T_{m1}, T_{m2}, T_{m3}, T_{m4} sont des températures mesurées par les thermocouples dans chaque couche de NCZ.
Les températures avoisinantes dans NCZ sont données par [15] :

$$T_{a_{p+1}}=\frac{T_{a_p}+T_{m_p}+\sum_{k=1}^{n-1}T_{k_p}}{n+1} \quad (11)$$

où p =1 ,2….. n
n : nombre de couches ;
T_m : température à la frontière $x=\ell$;
T_a : température ambiante.

Finalement, en adoptant le même raisonnement pour le deuxième et le troisième maillage, on obtient un système linéaire de la forme **AX = B** où **A** est une matrice creuse i.e. contenant de nombreux zéros.

X : représente le champ de température à déterminer.

B : représente le vecteur des constantes du membre droit de l'équation discrétisée.

Pour le pas h = Δx = 1/16 la dimension de la matrice **A** augmente considérablement : pour h = 1/4, nous obtenons 3×4 inconnues, pour h = 1/8, 7×4 inconnues alors que pour h = 1 /16, ce nombre atteint 16×4 inconnues.
On fait appel alors aux méthodes itératives et particulièrement à la méthode de Gauss-Seidel pour sa grande stabilité relativement aux erreurs d'arrondi [10]. Ceci justifie l'utilisation du logiciel MATLAB comme outil de résolution numérique.
Il est à noter qu'on a utilisé, dans le présent travail, la version [R2006a] du logiciel MATLAB, acquis par le laboratoire LANOS, Université de Annaba.

3. RESULTATS ET DISCUSSION

3.1 Choix des maillages

Le présent travail consiste à calculer la température en fonction du temps à travers les trois maillages :

©UBMA – 2013

Premier maillage

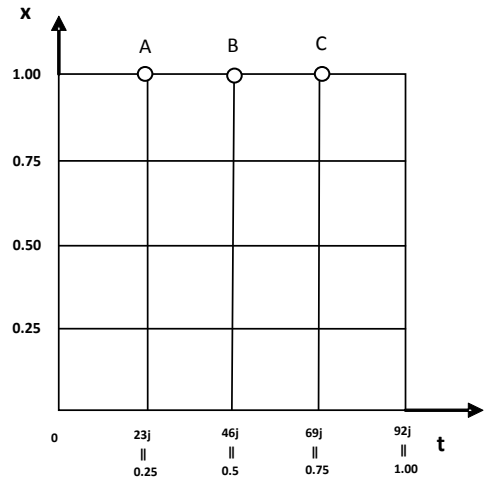


Figure 2. Représentation de 1er maillage pour le pas de discrétisation $\Delta x = \Delta t = 1/4$

Deuxième maillage :

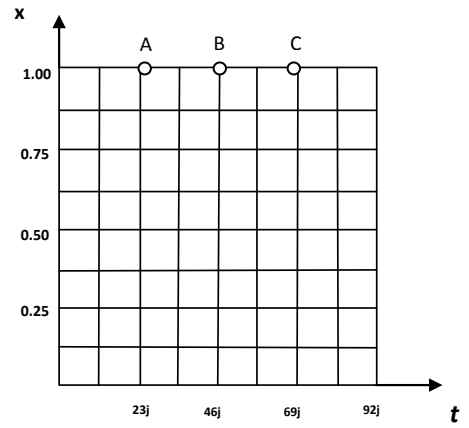


Figure 3. Représentation de 2ème maillage pour le pas de discrétisation $\Delta x = \Delta t = 1/8$

Troisième maillage

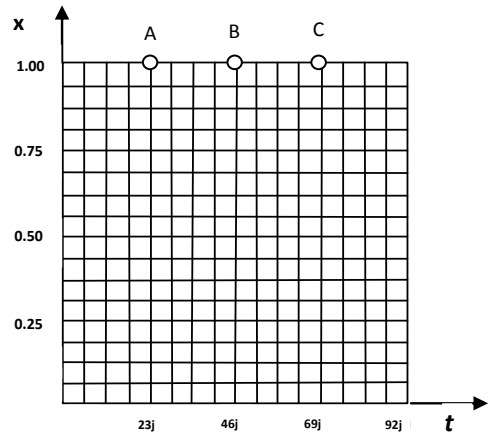


Figure 4. Représentation de 3ème maillage pour le pas de discrétisation $\Delta x = \Delta t = 1/16$

3.2 Le profil de température

Le profil de températures suivant la salinité est donné par rapport aux points A, B, C (Tab. 3 et 4 ; Figs. 5 et 6) qui sont situés respectivement à gauche, au milieu et à droite de la zone NCZ. Les points A et C (Figs. 7 et 8) représentent les points où les pertes de la chaleur sont nulles selon l'hypothèse donnés ci-dessus.

Tableau 3. L'évolution de la température en fonction de la salinité aux points A, B, C pendant la saison d'hiver.

h \ s	6%	12%	18%	24%
1/4	289.9697	294.5883	299.1228	303.5801
1/8	290.0594	294.8952	299.4777	303.6176
Erreur relative (%)	0.0241	0.0998	0.1146	0.0071
1/16	290.0396	294.8827	299.4661	303.6019
Erreur relative (**%**)	0.0068	0.0042	0.0038	0.0052

Le point A

h \ s	6%	12%	18%	24%
1/4	289.4888	293.7843	298.0622	302.3223
1/8	289.3717	293.7654	298.0515	301.9602
Erreur relative (%)	0.0423	0.0071	0.0029	0.1179
1/16	289.3663	293.7634	298.0535	301.9661
Erreur relative (**%**)	0.0019	0.0007	0.0007	0.0019

Le point B

h \ s	6%	12%	18%	24%
1/4	289.7534	294.4922	299.0431	303.4224
1/8	289.9721	294.8165	299.3998	303.4628
Erreur relative (%)	0.0689	0.1046	0.1132	0.0124
1/16	289.9533	294.8008	299.3822	303.4602
Erreur relative (**%**)	0.0065	0.0053	0.0059	0.0008

Le point C

©UBMA – 2013

Tableau 4**.** L'évolution de la température en fonction de la salinité aux points A, B, C pendant la saison d'été

h \ s	6%	12%	18%	24%
1/4	308.4914	317.7634	327.0387	336.0521
1/8	308.5678	318.4444	328.1066	337.6431
Erreur relative (%)	0.0178	0.2062	0.3135	0.4652
1/16	308.5465	318.4200	328.0671	337.6229
Erreur relative (%)	0.0069	0.0077	0.0120	0.0059

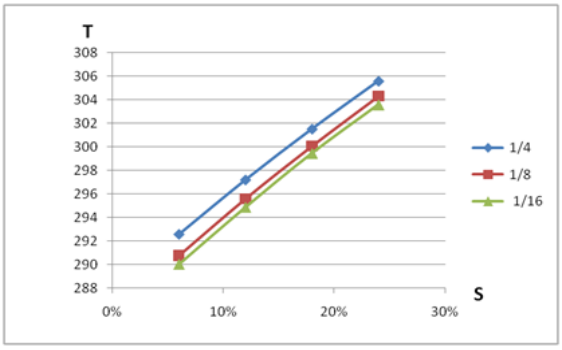
Le point A

h \ s	6%	12%	18%	24%
1/4	307.6100	316.3620	325.1847	333.7368
1/8	307.3024	316.3385	325.4888	334.6621
Erreur relative (%)	0.1042	0.0159	0.0840	0.2717
1/16	307.2896	316.3114	325.4583	334.6463
Erreur relative (%)	0.0042	0.0086	0.0094	0.0066

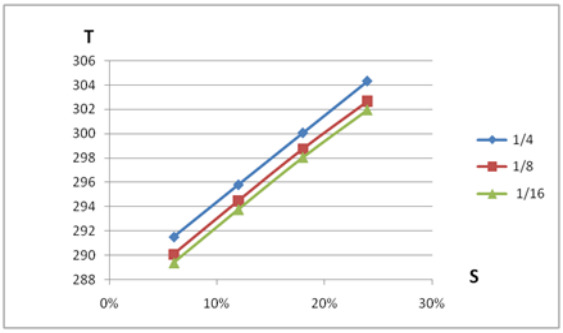
Le point B

h \ s	6%	12%	18%	24%
1/4	308.3524	317.5226	327.2613	335.8900
1/8	308.4002	317.9341	327.5824	336.2913
Erreur relative (%)	0.0152	0.1288	0.0945	0.1165
1/16	308.3995	317.9323	327.5711	336.2821
Erreur relative (%)	0.0002	0.0006	0.0034	0.0027

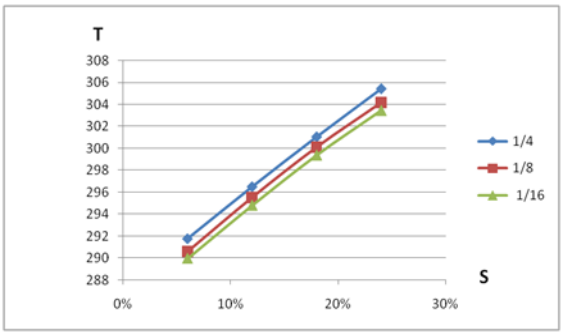
Le point C



Le point A

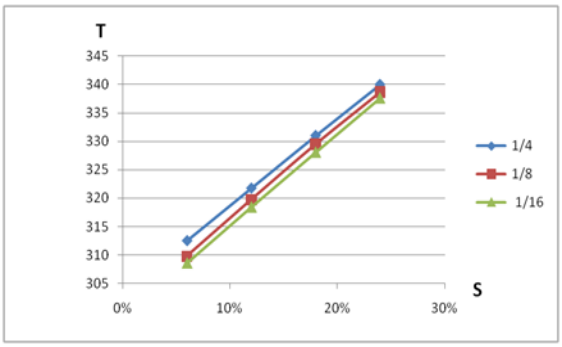


Le point B

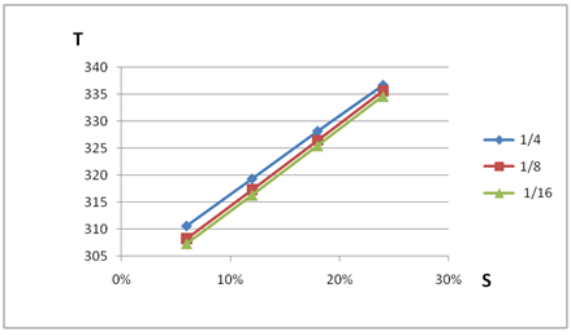


Le point C

Figure 5**.** Profil vertical de températures en fonction de la salinité le long des différentes couches de NCZ aux points A, B, C pour les pas de discrétisation h = 1/4, 1/8 et 1/16 pendant la saison d'hiver.

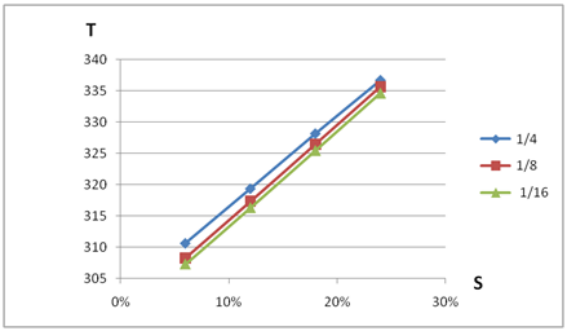


Le point A



Le point B

©UBMA – 2013



Le point C

Figure 6**.** Profil vertical de températures en fonction de la salinité le long des différentes couches de NCZ aux points A, B, C pour les pas de discrétisation h = 1/4, 1/8 et 1/16 pendant la saison d'été.

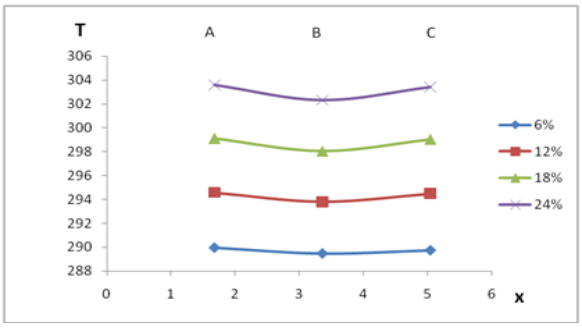


Figure 7**.** Profil de températures horizontales en fonction de la salinité pendant la saison d'hiver**.**

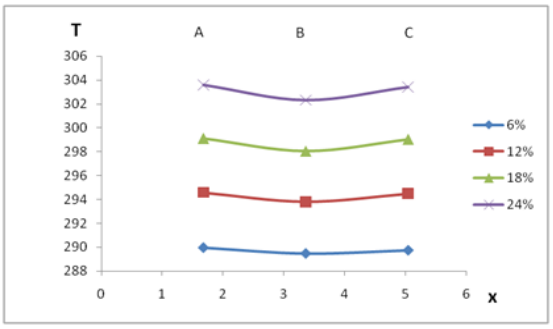


Figure 8**.** Profil de températures horizontales en fonction de la salinité pendant la saison d'été.

3.3 Discussion

Pour le calcul de l'erreur on a pris comme solution de référence u_{ref} , la plus fine parmi les solutions envisagées i.e. h=1/16.

L'erreur relative en pourcentage est définie, par $\left|\frac{u_{ref}-u_h}{u_{ref}}\right| \times 100$.

u_h étant la solution pour un h donné.

Les tableaux 3 et 4 et figures 5 et 6 montrent que cette erreur décroit au fur et à mesure que h tend vers zéro. Ceci montre une tendance de convergence de la solution approchée vers la solution exacte corroborant ainsi le résultat théorique de convergence donné par la proposition 11.6 de la référence [13]. L'ordre de convergence est même quadratique par rapport à Δx et Δt c.-à-d $O(\Delta x^2+\Delta t^2)$. En outre, pour un pas donné, une linéarité de la température en fonction de la salinité est confirmée corroborant ainsi les résultats obtenus par Ben Mansour [2].

Les pentes aux points A et C sont très proches l'une de l'autre et sont données respectivement par 83.74% et 82.63%. Le gradient de la température selon la salinité qui n'est pas très discuté dans la littérature pourrait être un paramètre de l'équilibre physique de l'étang solaire i.e. conservation du gradient de salinité. Il est connu que dans un étang solaire, il y a une dynamique qui se crée entre le transfert de chaleur diminuant la masse volumique et la concentration de sel augmentant celle-ci.

Tant que la masse volumique de la couche inférieure et adjacente est supérieure à celle de la couche immédiatement au dessus, l'étang maintient son équilibre physique et ainsi la stratification sera maintenue.

Il est intéressant de noter que la température au point B est plus basse qu'aux points A et C. Ceci s'explique par l'absorption du rayonnement solaire par les parois de l'étang et sa transformation en chaleur (Fig. 5 à 8).

La température atteint un maximum de 64 °C en été et 30 °C en hiver dans la zone de stockage LCZ, selon les conditions de notre étang. Ceci indique le moment approprié de remplissage de l'étang.

Pendant la période estivale, on remarque que les différentes courbes, concernant les points A, B, C, convergent et deviennent confondues pour les concentrations de sel élevées (24%) quelque soit le pas choisi. Ce qui n'est pas le cas pour la période hivernale. Ceci s'explique par l'influence dominante de la température par rapport à la salinité pendant la période estivale.

3.2.1 Validation des résultats

Les travaux de Benmansour [2] ainsi que ceux d'Alimi cités dans [11] traitent de problèmes similaires des étangs solaires dans des régions à conditions climatiques comparables à celles d'Annaba qui est environ à 200 km à vol d'oiseau de leur étang solaire situé en Tunisie.

La figure 9 montre bien une concordance entre leurs travaux (μ = 0.8) et les nôtres (μ = 0.6) malgré la différence dans le coefficient d'extinction (turbidité) μ.

©UBMA – 2013

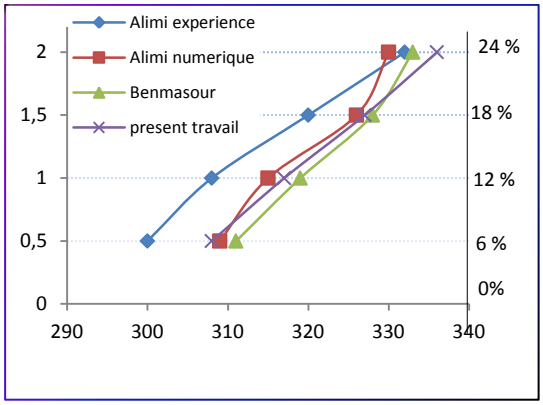


Figure 9. Comparaison du présent travail avec les travaux précédents.

CONCLUSION

Le comportement de l'étang solaire a été simulé mathématiquement à partir d'un modèle unidimensionnel transitoire par l'utilisation d'un schéma numérique reposant sur la méthode de Crank-Nicholson tout en tenant compte de l'influence des propriétés physiques et thermodynamiques telles que la conductivité thermique k, la masse volumique ρ, la chaleur spécifique C_p et le rayonnement solaire E. Ceci a permis de tirer les conclusions suivantes :

- Confirmation de la linéarité de l'évolution du champ de température au sein de l'étang qui a été prouvée expérimentalement.
- Les valeurs de température pour une concentration donnée se rapprochent au fur et à mesure que le pas de discrétisation devient de plus en plus petit i.e. une tendance de la convergence vers la solution exacte.
- Les résultats obtenus après 92 jours : le calcul donne pour l'hiver une température maximale de la zone de stockage (T_{max} = 30°C) et pour l'été une température maximale (T_{max} = 64°C). Donc, il est préférable de faire le remplissage de l'étang au début de la saison d'été pour atteindre rapidement la température fonctionnelle de l'étang solaire où celle-ci est posée dans notre cas, à 60 °C ou plus.

Les résultats obtenus dans ce présent travail par simulation de l'équation de conduction de chaleur doit être prochainement validés expérimentalement une fois que l'étang solaire sera fonctionnel.

REFERENCES

[1] Saxena A.K., Sugandhi S. & Husain M., 2009. Significant depth of ground water table for thermal performance of salt gradient solar pond, *Renewable Energy*, Vol. 34, (3), 790–793.

[2] Ben Mansour R., 2003, Etude numérique du comportement transitoire d'un étang solaire à gradient de salinité, thèse doctorat Université de Moncton, Canada, 132p

[3] Jaefarzadeh M.R., 2004. Thermal behavior of a small salinity-gradient solar pond with wall shading effect, *Solar Energy*, Vol.77(3), 281-290.

[4] Pierce M. A., 2012, Encyclopedia of Energy, Salem Press, 1472p.

[5] Sankar M., Beomseok K., Lopez J.M. & Younghae D., 2012. Thermosolutal convection from a discrete heat and solute source in a vertical porous annulus, *International Journal of Heat and Mass Transfer* , Vol.55 (15-16), 4116-4128.

[6] Rabl A., Nielsen C.E., 1975. Solar ponds for space heating, *Solar Energy*,Vol. 17(1), 1-12.

[7] Bryant H. C.& Colbeck I., 1977, A solar pond for London, *Solar Energy*, Vol. 19 (3), 321-322.

[8] Hawlader M. N. A. & Brinkworth B. J., 1981. An analysis of the non-convecting solar pond, *Solar Energy*, Vol. 27 (3), 195-204.

[9] Giestas M., Pina H. & Joyce A.,1996. The influence of radiation absorption on solar pond stability, *International Journal of Heat and Mass Transfer*. Vol. 39 (18), 3873-3885.

[10] Repin S., & Tiihonen T., 2013. Numerical Methods for Differential Equations, Optimization, and Technological Problems, Springer.

[11] Ben Mansour R., Nguyen C. T. & Galanis N., 2006. Transient heat and mass transfer and long-term stability of a salt-gradient solar pond, *Mechanics Research Communications*, Vol. 33 (6), 233–249.

[12] Haynes W.M., 2012-2013. Handbook of Chemistry and Physics, 93rd Edition, CRC Press, 2664p.

[13] Mattheij R. M. M., Rienstra S. W. & TenThije Boonkkamp J. H. M., 2005. Partial Differential Equations : Modeling, Analysis, Computation. Society for Industrial and Applied Mathematics, 659 p.

[14] Strikewerda J.C., 2007. Finite Difference Schemes and Partial Differential Equations, 2nd edition, SIAM, 184 p.

[15] Çengel Y. A., 2007. Introduction to Thermodynamics and Heat, McGraw-Hill Higher Education, 880p.

NOMENCLATURE

C_p : chaleur spécifique du fluide [J.kg^{-1}.K^{-1}].
E_a : rayonnement Solaire Surface libre de l'étang [w.m^{-2}].
E : rayonnement solaire [W.m^{-2}] ;
k : conductivité thermique [W .m^{-1}. K^{-1}] ;
x : profondeur du bassin [m] ;
T_a :température locale ambiante [K] ;
ρ : masse volumique [kg .m^{-3}].

©UBMA – 2013

Administering ketoconazole (25mg/Kg) For 14 Days in male wistar rat provokes testicular damage accompanied by changes in testosterone levels and immune function

Kamilia Guedri, Hacène Frih**,** Aziez Chettoum, Asma Latreche, Leila Sahraoui, Nadia Boukhris & Abdelkrim Tahraoui.

Laboratoire de Neuroendocrinologie Appliquée, Département de biologie, Faculté des Sciences Université Badji Mokhtar Annaba. BP12, Annaba 23000, Algerie

Révisé le 19/03/2013
Accepté le 11/09/2013

ملخص
الهدف من هذه الدراسة هو الكشف عن تأثير المعالجة متوسطة المدى على ذكور الفئران البيضاء من سلالة وستار بواسطة جرعة عالية التركيز (25مغ/ كغ) من الكيتوكونازول على الجهاز المناعي والتكاثري (الخصيتين) . تم إعطاء هذه الجرعة للفئران البيضاء من سلالة ويستار عن طريق الفم للمدة 14 يوم.
أدى الكيتوكونازول إلى تغيير (زيادة الوزن النسبي للغدة السعترية والغدة الكضرية وكذا زيادة في وزن المخ مع انخفاض في وزن الخصيتين). ويرجع هذا إلى إتلاف للخلايا على مستوى نسيج الخصيتين مما أدى إلى انخفاض في نسبة التستسترون مع انخفاض مناعي (نقص في عدد اللمفاويات وزيادة في عدد الكريات الدموية البيضاء المتعادلة) هذه التغيرات في وزن الجسم ووزن بعض الأعضاء ترجع إلى عدة أسباب حيث لعبت فيها الجليكوكورتكودات دور المتحكم الرئيسي.

الكلمات المفتاحية : *كيتوكونازول - التستسترون - الانخفاض المناعي - إتلاف الخصية* .

Résumé
L'objectif de cette étude est d'explorer les effets du traitement subchronique des rats mâles Wistar par une forte dose de KTCZ sur les systèmes immunitaires et gonadotropes (testicules). Le KTCN (25mg/kg) a été administré par voie orale à des rats Wistar mâles pendant 14 jours.
Le kétoconazole a entraîné un changement dans le poids (augmentation du poids relatif du thymus, des glandes surrénales et du cerveau et une diminution du poids des testicules), des dommages au niveau des tissus testiculaires et enfin une diminution de la testostéronémie accompagnée d'une immunodépression (diminution des lymphocytes et augmentation des neutrophiles).
Ces modifications du poids corporel et des tissus pourraient avoir plusieurs origines avec les glucocorticoïdes comme chef d'orchestre.

Mots clés: *Kétoconazole –Testostérone - Immunosuppression - Dommages testiculaires.*

Abstract
The objective of this study is to explore the effects of subchronic treatment of male Wistar rats with a high dose of KTCZ on immune and gonadal changes (testes). KTCN (25mg/kg) was administered to male Wistar rats orally for 14 days.
Ketoconazole generated weight changes (increased relative weight of thymus, adrenals and brain and decreased weight of testes), testicular tissue damage and a decrease in testosterone serum accompanied by immunosuppression (decrease in lymphocytes and increase in neutrophilia levels).
These changes in body weight and tissue could have several origins which glucocorticoids play the role of conductor.

Keywords: *Ketoconazole - Testosterone - Immunosuppression - Testicular damage.*

* *Corresponding Author: frihhacene@yahoo.fr*

©UBMA - 2013

1. INTRODUCTION

In the past thirty years, a series of studies has demonstrated the existence of anatomical and functional links between the immune and endocrine systems. Since the publication of Ader [1], researchers have begun to focus on the links that exist between the psyche, central nervous system and immune system. Speculation on this subject gave rise to new disciplines, including psychoneuroimmunology. In this context, a series of research studies shows that mental disorders, specially depression, can cause changes in immune function and inflammatory responses and affects the vulnerability of the body [2-6].

Depressed patients have been subject to numerous studies in psycho-neuroimmunology. Initially, it was mainly to test the hypothesis of the relationship between depression and mental defenses. Indeed, some authors observed that depressed patients generally exhibit lymphoenia, reduced lymphocyte-proliferative response to mitogen and reduced non-specific cytotoxic activity of NK (Natural Killer) cells [7].

Recent data show that, despite the relative disparity of the results, depressed patients do not always exhibit a generalized immunosuppression (as suggested by the studies conducted on the effects of stress on immune responses), but sometimes it can show an activation of the immune system in acquired immunity [5]. On the basis of the observation on the effects of proinflammatory cytokines released by monocytes and macrophages on mood and behavior, the macrophage theory of depression (which assigns a role of that immune activation in the pathophysiology of depression) was proposed [8].

Moreover, it was observed that high levels of cortisol play a role in the abnormalities of depression [9, 10] and antidepressants can normalize levels of cortisol [11]. As such, inhibitors of the biosynthesis of cortisol, for example, ketoconazole (KTCN), were used as a strategy for the palliative treatment of depressive episodes [12, 13].

Ketoconazole (KTCN) is an antifungal drug with a broad spectrum activity and a member of imidazole family [14]. It reduce immobility in the forced swimming test (antidepressive-like effect) and anxiety at elevated plus-maze test [15]. The KTCN can induce dose-dependent decrease in serum testosterone levels in patients [16] and rats [17, 18]. It was reported that the KTCN inhibits C17-20 lyase, which blocks the conversion of 17α-hydroxyprogesterone to andostenedione [19]. In adult male, gynecomastia and azoospermia were reported at therapeutic doses of KTCN [20].

The aims of this study is (1) to explore the effects of subchronic treatment with high dose of KTCZ (25mg/kg) in male Wistar rats on immune and gonadal changes, and (2) to identify the mechanisms that may give rise to gonadal dysfunction. Investigations on some immune and gonadal functions were carried out through estimation of some biological parameters; such as relative organ weights (brain, thymus, adrenals and testes), testosterone and testicular histology.

2. MATERIAL AND METHODS

Experimental study was focused on adult male Wistar rats aged 6 months and weighted 250g ± 10g. The experimental protocol was approved by the Scientific Committee of the faculty of science Badji Mokhtar University that is consistent with the principles of Animal Health (NIH Publication No. 85-23, revised 1985). The animals are reared in polyethylene cages. After an adjustment period of 4 weeks to environmental conditions of the experiment room (humidity, temperature), rats were devised into two experimental groups: control group (C; n = 8) that was used as placebo and was given 1 ml of salin by gavage. and treated group by cortico-blocker, ketoconazole (KTCZ; n = 8). Each rat was housed individually in the cage (35.6 cm x 15.2 cm) for a week and all animals were subjected to natural photoperiod (14-h light: 10-h dark cycle).

2.1 Administration of ketoconazole, dissection and removal of organs and blood

The KTCZ (25 mg / kg) diluted in NaCl (9 g/l) was administered orally daily in the morning at the same time for 14 days [15].

On the 15th day of treatment, rats were sacrificed by cervical dislocation. An incision was made from the urogenital opening to the manubrium. Testis, thymus, adrenal glands and brain were rapidly removed under ice using tweezers, weighed and fixed with formalin, and blood sample was collected. Cells counting was performed quickly on a multi-parameter automated analyser (ERMA PCE-210 Full automatic blood cell counter). Plasma samples were aliquoted and stored at -20 ° C.

©UBMA - 2013

2.2 Testicular histology

We used the conventional coloration method of hematoxylin-eosin (HE): The nuclei are stained blue by hematoxylin and the cytoplasm red by eosin. Photographs were taken in 640 x 480, with 0.4 megapixel digital camera built into the microscope American Optical.

2.3 Determination of plasma testosterone by ELISA

Testosterone was assayed by the conventional ELISA method. Measures were carried out using a TECAN ELISA reader equipped with Magellan computer software that automatically calculates the standard range and gives directly the value of testosterone to the desired unit.

2.4 Statistical analysis

All results are expressed as the mean ± SEM (Standard Error of the Mean) and reported in tables. Statistical analysis was performed using MINITAB statistical software based on the comparison test of means (Student t) with samples treated/KTCN compared with control samples.

3. RESULTS

3.1 Change in hematological parameters in treated and control groups

Immunosuppression was observed in treated KTCN animals. This is evidenced by a non-significant decrease in the number of total leukocytes (Tab. 1**)** (KTCZ: 3.74 ± 1.44. C: 4.88 ± 1.10) and lymphocytes (KTCZ: 45.71 ± 7.49*;* C: 66.21 ± 13.00). However, rats under KTCZ exhibited a significant increase in the rate of monocytes (KTCZ: 38.47 ± 6.68*;* C: 19.99 ± 5.88) and the neutrophilia count (KTCZ: 37.63 ± 9.57: C: 24.80 ± 5.99).

3.2 Change in testosterone level in treated and control groups

Testosterone dropped significantly in animals treated KTCN relative to control groups (KTCZ: 1.42 ± 0.48 C: 3.08 ± 1.96) **(**Tab. 2).

This shows the effectiveness of the KTCN treatment.

3.3 Change of relative organ weights

The estimation of relative organ weights **(**Tab. 3) shows that the testes relative weight fall significantly in treated compared to controls rats (C: 0.038 ± 0.003 KTCN: 0.019 ± 0.001), whereas the other organs (thymus, brain and adrenal) exhibited a gain in weight following administration of sub chronic KTCN [Thymus (C: 0.042 ± 0.005 . KTCN: 0.082 ± 0.004), brain (C: 0.015 ± 0.001; KTCN: 0.019 ± 0.002) ; adrenals (T: 0.010 ± 0.001*;* KTCN: 0.020 ± 0.001)].

Table 1. Change in the formula for blood counts: total leukocytes (cells × 10^3), lymphocytes (%), monocytes (%) and neutrophils (%)) in Wistar male rats treated with ketoconazole and controls.

Groups/parameters	**C**	***KTCZ***
Total leukocytes **(cellules ×10^3/µl)**	4.88 ± 1.10	*3.74 ± 1.44*
Lymphocytes (%)	66.21 ± 13.00	*45.71 ± 7.49* ***
Monocytes (%)	19.99 ± 5.88	*38.47± 6.68* ***
Neutrophils (%)	*24.80 ± 5.99*	*37.63± 9.57* **

(n=8 ; * p < 0.05 ; ** p < 0.01 ; *** p < 0.001)

Table 2. Change in testosterone (ng/ ml) in Wistar male rats treated with ketoconazole and control

Groups/parameters	**C**	***KTCZ***
Testosteronemia (ng/ml)	3.08 ± 1.96	1.42 ± 0.48 ***

(n=8 ; * p < 0.05 ; ** p < 0.01 ; *** p < 0.001)

3.4 Histopathology of the testes of male wistar rats controls and treated with ketoconazole

Testis of rats controls (Fig. 1A.) show normal histological appearance of seminiferous tubules in control group with evidence of spermatogenesis, well organized distribution of cells in the seminiferous epithelium.

Testis of rats administered with KTCZ for 2 weeks (Fig. 1B.) show clearly many histopathological changes. In Figure 1.B,

©UBMA - 2013

KTCZ induce severe testicular degeneration, germinal cells necrosis, tubular atrophy, necrosis and disintegration of spermatocytes from basement membrane and disorganisation in germinal.

Table 3.Change in relative organ weights (g/100g) of testes, brain, thymus and adrenal glands in treated and control groups.

Groups / relative weights (g/100g)	**Testes**	**brain**	**Thymus**	***adrenal***
C	0.038 ± 0.003	0.015 ± 0.001	0.042 ± 0.005	*0.010 ± 0.001*
KTCN	*0.019± 0.001* ***	*0.019 ± 0.002* *	*0.082 ± 0.004* ***	*0.020 ± 0.001* **

(n=8 ; * p < 0.05 ; ** p < 0.01 ; *** p < 0.001)

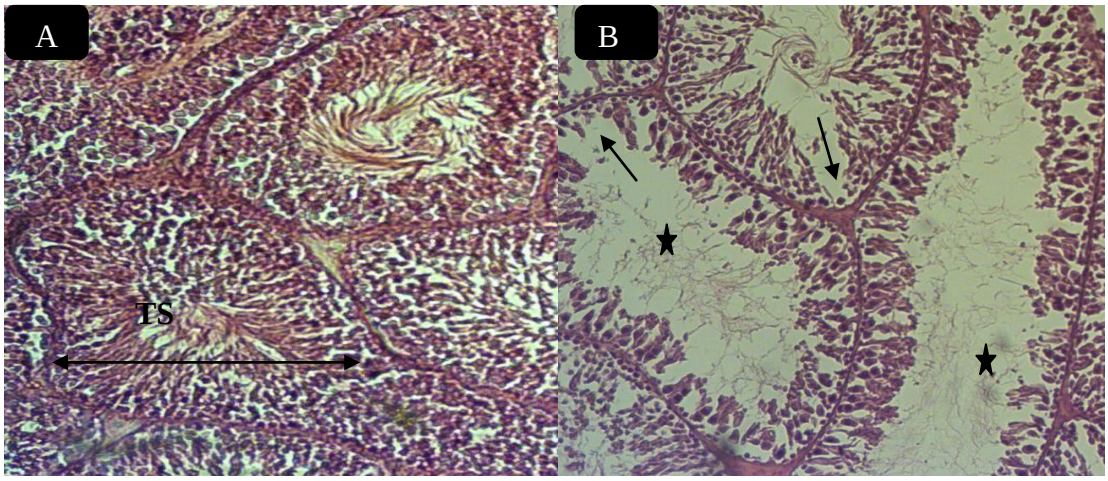


Figure 1. Microphotograph of the seminiferous tubules Testis under the optical microscope photographs (H & E, X100).

A**.** Testis of control rats showe normal histological appearance of seminiferous tubules (TS) with evidence of spermatogenesis, well organized distribution of cells in the seminiferous epithelium.

B**.** Testis of rats administered with KTCZ for 2 week show clearly many histopathological changes. KTCZ induce severe testicular degeneration, germinal cells necrosis (*) in seminiferous tubules, tubular atrophy, necrosis and disintegration of spermatocytes from basement membrane and dis

Nb: The width of the field with each objective is: 4x = 3400, 1333 = 10x, 40x and 100x = 340 = 133 microns.

4. DISCUSSION

In this study, the treatment of animals by KTCN caused a significant increase in the thymus weight, adrenal and brain and a decrease in testicular weight compared to control animals (Tab. 3). Figure 1B shows clearly an alteration of testicular tissue. These changes in body weight and tissue could have several origins where the glucocorticoids play the role of conductor. These hormones have ubiquitous effects and have receptors at most body cells (except erythrocytes). Glucocorticoids are known to have anti-inflammatory and immunosuppressive effects. The immunosuppressive action of glucocorticoids is mediated by a direct cytolytic effect through inhibition of lymphocyte function, or indirectly through soluble suppressor mediators [21].

The administration of glucocorticoids in vivo results in a pronounced thymic involution in mice [22]; the adrenalectomy in mice leads to a significant increase in weight of thymus and

©UBMA - 2013

spleen and increased numbers of splenic T lymphocytes. In our experimentation, thymic weight variation was observed following subchronic administration of high KTCN dose (25mg/kg) (Fig. 1).

In return, the thymus may also influence adrenal function. Indeed, it was observed that transplantation of new born's thymus in nude mice increased their adrenal weights [23]. Kruger *et al*. (1989) [24] suggested that this increase in adrenal weight is probably mediated by the secretion of TSH by lymphocyte cell.

It has been demonstrated that IL-2 and IL-6 induce the proliferation of pituitary cells in vitro [25]. Cytokines may have a direct effect on pituitary since PRL and GH-secreting cells express IL-2 receptors [25] , or an indirect effect by inducing the secretion of CRH (Corticotropin Releasing Hormone) [25] which plays an important trophic role on the adrenal glands.

Our results show that decrease in testicular weight (Tab. 3) and plasma testosterone level (Tab. 2) in treated animals may reflect either the direct inhibition by KTCN or an effect mediated by the HPA axis. A study by Lambert et al. (1986) [27] showed that KTCN is rather more effective (as an inhibitor of steroidogenesis in vitro) in testicular cells more than in adrenal cells, but the inhibition is completely reversible in both cell types [27]. Sex steroids are known to depress immune function [28]. The physiologic thymic involution that starts at puberty may be attributed to high levels of sex steroids. However, the thymic involution is a reversible phenomenon. In mice and rats, atrophy of the thymus at any age can be reversed, and the thymus can regrow after gonadectomy (testicular or ovarian) [29-31].

The restoration of thymic size after gonadectomy is provisional and is observed for several weeks. This restoration thymus can be explained by a decrease in the suppressive effect of sex steroids [30]. Moreover, thymic hyperplasia is rather dependent on the alteration of the negative feedback of sex steroids on the hypothalamic-pituitary hormones and hypothalamic play a strong trophic role on the thymus. This concept was supported by the fact that thymic hyperplasia after gonadectomy does not happen in hypophysectomized rats [32].

In their, study on Wistar male rats, Smagin and Goeders (2004) [33], demonstrated that chronic treatment with high KTCN dose (25mg/kg) causes a significant increase in thymus weight and adrenal. CRH content in several brain structures (amygdala, median eminence, paraventricular and raphe nuclei) and plasma ACTH increase significantly. These results were also obtained in humans where it was found that chronic administration of KTCN generated a very significant elevation of plasma ACTH [34]. The inhibition of plasma corticosterone by KTCN may have resulted in the rapid activation of feedback mechanisms at pituitary and caused the discharge of ACTH. This increased secretion of ACTH tends to compensate lower glucocorticoids concentrations which take place under the effect of KTCN to maintain homeostasis by acting on the adrenal glands and causing, therefore, the adrenal hyperplasia. In addition, the administration of KTCN decreases cortisol and testosterone secretion respectively from ACTH-stimulated adrenal cells and LH-stimulated Leydig cells [27].

The gonadotropin axis is inhibited at all levels by various components of the HPA axis [35-37]. In the hypothalamus, the CRH inhibits GnRH in the arcuate nucleus. This effect could also be mediated by β-endorphin [38]. In addition, glucocorticoids exert inhibitory effects on the hypothalamic GnRH neurons and gonads, causing a decreased sensitivity of target tissues to sex steroids (peripheral resistance) [36]. It is interesting to note that during the inflammation, circulating cytokines suppress reproductive function by activating the hypothalamic secretion of CRH and POMC-like peptides and thus inhibit ovarian and testicular steroidogenesis [39, 40].

5. CONCLUSION

The present study was carried out in order to evaluate the effects of an antifungal drug ketoconazole, an imidazole derivative, inhibitor of gonadal and adrenal steroidogenesis, on the immune system and gonadal function in male Wistar rats. This issue is summarized in the fact that administration of high dose ketoconazole (25 mg/ kg) for 14 days resulted in testicular damage revealed by reduced testis weight and testosterone serum decrease. Immunosuppression is evidenced by a decrease in the number of lymphocytes and an increase in the number of neutrophilia. Weight changes are the increase in weight of thymus, brain and adrenal and the decrease testicular weight. In this study, anatomical and functional links between the immune and endocrine system (gonadal) we observed. The interactions between these major systems of intercellular

©UBMA - 2013

communication are evidenced mainly through the involvement of adrenal and gonadal steroids on one hand, and the soluble mediators of the immune system (cytokines, growth factors) on the other hand. Finally, it is worth studying the effectiveness of immunosuppressant agent (Cyclosporine) and anti-oxidants on the damage caused by ketoconazole, follow the expression through the study of animal behavior and explore the parameters of oxidative stress.

REFERENCES

[1] Ader R. 1981. Psychoneuroimmunology. *Academic Press, New York*. 321.

[2] Tecoma E.S. & Huey L.Y., 1985. A psychic distress and immune response. *Life Science*, 36 (19): 1799-1812.

[3] Herbert T.B. & Cohen S., 1993. Depression and immunity: A meta-analytic review. *Psychological Buletin*, 113: 472-486.

[4] Makino M., Kitano Y., Hirohashi M. & Takasuna K., 1998. Enhancement of immobility in mouse forced swimming test by treatment with human interferon. *European Journal of Pharmacology*,, 356 (1): 1–7.

[5] Maes M., Lin A.H., Delmeire L., Van Gastel A., Kenis G., De Jongh R. & Bosmans E., 1999. Elevated serum interleukin-6 (IL-6) and IL-6 receptor concentrations in posttraumatic stress disorder following accidental man-made traumatic events. *Biological Psychiatry*, 45 (7): 833-839.

[6] Deak T., Bellamy C. & D'Agostino L.G., 2003. Exposure to forced swim stress does not alter central production of IL-1. *Brain Research*, 972(1-2): 53-63.

[7] Zorilla E.P., Luborsky L., McKay J.R., Rosenthal R., Houldin A. & Schmidt K., 2001. The relationship of depression and stressors to immunological assays: a meta-analytic review. *Brain. Behavior and Immunity*, 15 (3): 199-226.

[8] Smith R.S., 1991. The macrophage theory of depression. *Medical Hypotheses*, 35 (4): 298–306.

[9] Holsboer F., 2001. Prospects for antidepressant drug discovery. *Biological Psychology*, 57 (1-3): 47– 65.

[10] Frih H., Sahraoui L., Frih N., Toumi L., Bairi A.M., Tahraoui A., Maurel D. & Siaud P., 2009. Facteurs prédictifs de la survenue du stress post traumatique chez des individus ayant vécu deux évènements de vie majeurs (tremblement de terre et terrorisme en Algérie): Réponse corticotrope et prolactinique à une faible dose de Dexamethasone (0.5mg). *Evol. Psychiatr*., 74: 581-591.

[11] Holsboer F., 2000. The corticosteroid receptor hypothesis of depression. *Neuropsychopharmacology*, 23 (5): 477– 501.

[12] Murphy B.E.P., Dhar V., Ghadirian A.M., Chouinard G. & Keller R., 1991. Response to steroid suppression in major depression resistant to antidepressant therapy. *Journal of Clinical Psychopharmacology*, 11 (2): 121–126.

[13] Wolkowitz O.M., Reus V.I., Manfredi F., Ingbar J., Brizendine L. & Weingartner H., 1993. Ketoconazole administration in hypercortisolaemic patients. *American Journal of Psychiatry*, 150 (5): 810–812.

[14] Kinobe R.T., Dercho R.A., Vlahakis J.Z., Brien J.F., Szarek W.A. & Nakatsu K., 2006. Inhibition of the enzymatic activity of heme oxygenases by azole-based antifungal drugs. *Journal of Pharmacology and Experimental Therapeutics*, 319 (1):277-84.

[15] Frih H., Ali Rachedi B., Djenidi R., Frih N., Tahraoui A. & Bairi A.M., 2010. Le Ketoconazole antagonise les effets immuno-gonadotropes au test de la nage forcée chez le rat mâle Wistar. *Canadian journal of Physiology and Pharmaclogy*, 88: 733-744.

[16] Pont A., 1987. Long-term experience with high-dose ketoconazole therapy in patients with stage D2 prostatic carcinoma. *Journal of Urology*, 137 (5): 902-904.

[17] English H.F., Santner S.J., Levine H.B. & Santen R.J., 1986. Inhibition of testosterone production with ketoconazole alone and in combination with a gonadotropin releasing hormone analogue in the rat. *Cancer Research*, 46 (1): 38-42.

[18] Adams M.L., Meyer E. & Cicero T.J., 1998. Imidazoles suppress rat testosterone secretion and testicular interstitial fluid formation *in vivo*. *Biology of Reproduction*, 59 (2): 248-254.

[19] Santen R.J., Van den Bossche H., Symoens J., Brugmans J. & DeCoster R., 1983. Site of action of low dose ketoconazole on androgen biosynthesis in men. *Journal of Clinical Endocrinology and Metabolism*, 57: 732-736.

[20] Marwaha R.K. & Maheshwari A., 1999. Systemic antifungal therapy in pediatric. *Indian Pediatrics*, 36 (10):1011-1021.

[21] Munck A., Naray-Fejes-Toth A., Guyre P.M., 1987. Mechanism of glucocorticoid actions on the immune system. In: *Hormones and Immunity*, Ed. I. Berczi and K. Kovacs, 20-37.

[22] Ishiyama N., Kitagawa M., Takahashi H., Kina T. & Hirokawa K., 1998. Expression of truncated VCAM-1 in lymphocytes and its role during the process of apoptosis. *Pathobiology*, 66 (6): 274–283.

[23] Hirokawa K., Sato K. & Makinodan T., 1982. Influence of age of thymic graft on the differentiation of T cells in nude mice. *Clinical*

©UBMA - 2013

Immunology and Immunopathology, 24 (2): 251–262.

[24] Kruger T.E., Smith L.R., Harbour D.V. & Blalock J.E., 1989. Thyrotropin: an endogenous regulator of the *in vitro* immune response. *Journal of Immunology*, 142 (3): 744–747.

[25] Arzt E., Buric R., Stelzer G., Stalla J., Renner U. & Stalla G.K., 1993. Interleukin involvement in anterior pituitary cell growth regulation: effects of IL-2 and IL-6. *Endocrinology*, 132 (1): 459– 467.

[26] Karanth S., Lyson K. & McCann S.M., 1993. Role of nitric oxide in interleukin 2-induced corticotropin releasing factor release from incubated hypothalami. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 90 (8): 3383–3387.

[27] Lambert A., Mitchell R. & Robertson W.R., 1986. The effect of Ketoconazole on adrenal and testicular steroidogenesis *in vitro*. *Biochem Pharmacology*, 355 (22): 3999-4004.

[28] Grossman C.J., 1985. Interaction between the gonadal steroids and the immune system. *Science*, 227 (4684): 257–261.

[29] Brunelli R., Frasca D., Fattorossi A., Spano M., Baschieri S., D'Amelio R., Zichela L. & Doria, G., 1991. Thymus regeneration induced by gonadectomy in old mice. Characterization of T cell phenotype and mitotic responsiveness. *Journal of Immunology Research*, 3: 62–68.

[30] Greenstein B.D., Fitzpatrick F.T.A., Adcock I.M., Kendall M.D. & Wheeler M.J., 1986. Reappearance of the thymus in old rats after orchidectomy: Inhibition of regeneration by testosterone. *Journal of Endocrinology*, 110 (3): 417-422.

[31] Utsuyama M., Hirokawa K., Mancini C., Brunelli R., Leter G. & Doria G., 1995. Differential effects of gonadectomy on thymic stromal cells in promoting T cell differentiation in mice. *Mechanisms of Ageing and Development*, 81 (2-3):107–117.

[32] Utsuyama M. & Hirokawa K., 1989. Hypertrophy of the thymus and restoration of immune functions in mice rats by gonadectomy. *Mechanisms of Ageing and Development*, 47 (3):175–185.

[33] Smagin G.N. & Goeders N.E., 2004. Effects of acute and chronic ketoconazole administration on hypothalamo–pituitary–adrenal axis activity and brain corticotropin-releasing hormone. *Psychoneuroendocrinology*, 29:1223-1228.

[34] Deuschle M., Lecei O., Stalla G.K., Landgraf R., Hamann B., Lederbogen F., Uhr M., Luppa P., Maras, A., Colla M. & Heuser I., 2003. Steroid synthesis inhibition with ketoconazole and its effect upon the regulation of the hypothalamus–pituitary–adrenal system in healthy humans. *Neuropsychopharmacol*ogy, 28 (2): 379–383.

[35] MacAdams M.R., White R.H. & Chipps B.E., 1986. Reduction in serum testosterone levels during chronic glucocorticoid therapy. *Annals of Internal Medicine*, 140 (5): 648–651.

[36] Rabin D., Gold P.W., Margioris A. & Chrousos G.P., 1988. Stress and reproduction: Interactions between the stress and reproductive axis. In: () Mechanisms of physical and emotional stress. Eds. G.P. Chrousos, D.L. Loriaux, P.W. Gold *Plenum Press, New York.* 377–390.

[37] Rivier C., Rivier J. & Vale W., 1986. Stress-induced inhibition of reproductive function: Role of endogenous corticotropin releasing factor. *Science*, 231 (4738): 607–609.

[38] Chrousos G.P., Torpy D.J. & Gold P.W., 1998. Interactions between the hypothalamic pituitary adrenal axis and the female reproductive system: Clinical implications. *Annals of Internal Medicine*, 129 (3):229–240.

[39] Rivier C. & Rivest S., 1991. Effect of stress on the activity of the hypothalamic-pituitary-gonadal axis: Peripheral and central mechanisms. *Biology of Reproduction*, 45 (4): 523–532.

[40] Tsigos C., Papanicolaou D.A., Kyrou I., Raptis S.A. & Chrousos G.P., 1999. Dose-dependent effects of recombinant human interleukin-6 on the pituitary-testicular axis. *Journal of Interferon Cytokine Research*, 19 (11): 1271–1276.

©UBMA - 2013

Interpolation par fonctions B – splines pour le calcul des indices de rétention en programmation de température : application à un mélange de phénols tests séparés sur des colonnes garnies de Tenax – GC modifié

Djelloul Messadi *, Mohamed Lotfi Souici & Leila Lourici

Laboratoire de Sécurité Environnementale et Alimentaire (LASEA), Université Badji Mokhtar Annaba BP.12, Annaba, 23000, Algérie.

Révisé le 30/05/2013
Accepté le 11/09/2013

ملخص

لقد تم استعمال برامج الـ B – splines من الرتبة 2 إلى 5 لربط قيم الضبط المستعملة في حساب معامل الارتباط $(I^{i}_{BS}\ ;\ i=1\ à\ 5)$ لسبعة مركبات فينولية مفصولة على أعمدة معبئة بـ Tenax – GC محورة.
المقارنة مع الطريقة الكلاسيكية لـ Van den Dool و Kratz بالنسبة لمعامل الارتباط و إعادته تتعلق بالبرنامج و رتبة الـ B–spline.
من أجل ذلك طريقتنا تؤدي آليا إلى معاملات ارتباط أكثر خطية مهما كان المزيج المستعمل، برنامج B – spline من الرتبة 2 يؤدي إلى نتائج أحسن لمعاملات الارتباط العادية (I_L) مستقلة عن الشروط التحليلية.

الكلمات المفتاحية : *كروماتوغرافيا الطور الغازي – البوليميرات المسامية المعدلة – سرعة التسخين — معاملات الارتباط – الإستيفياء اللاخطي.*

Résumé

Les B – splines d'ordres 2 à 5 ont été utilisées pour relier les données de calibration servant au calcul des indices de rétention $(I^{i}_{BS}\ ;\ i=2\ à\ 5)$ de 7 phénols élués à différentes programmations, sur des colonnes garnies de Tenax – GC modifié.

La comparaison avec la méthode classique de Van den Dool et Kratz (I_L), pour ce qui est des indices de rétention et leur répétabilité, dépend de la programmation et de l'ordre des B – splines. Cependant notre méthode conduit, systématiquement, à des indices de rétention "plus linéaires". Quels que soient les mélanges de référence utilisés, la B – spline d'ordre 2 reproduit mieux les indices de rétention classiques (I_L), indépendamment des conditions d'analyses.

Mots clés *:* *Chromatographie gazeuse – Polymère poreux modifié – Vitesse de chauffe – Indices de rétention – Interpolation non linéaire.*

Abstract

Retention indices of 7 phenols eluted at different programming on columns packed with modified Tenax – GC, were computed using B – splines of orders 2 to 5 to link the calibration data $(I^{i}_{BS}\ ;\ i=2\ à\ 5)$.

The comparison with the conventional method of Van den Dool and Kratz (I_L), with respect to retention indices values and their repeatability, depends on the programming and the order of the B - splines. However, our method leads systematically to retention indices that are "more linear". Whatever reference mixtures used and regardless the analyses conditions the B - spline of order 2 reproduced at the best the classical I_L retention indices

Keywords: *Gas chromatography – Modified porous polymer – Heating rate – Retention Indices – Non-linear interpolation.*

**Auteur correspondant : d_messadi@yahoo.fr*

©UBMA - 2013

1. INTRODUCTION

L'indice de rétention (isotherme) de Kováts (I_i) [1] est une donnée utile pour la comparaison des grandeurs de rétention obtenues par différents auteurs dans diverses conditions, parce qu'il est pratiquement indépendant des paramètres et des conditions d'analyses par chromatographie gazeuse.

L'utilisation de séries homologues de n-alcanes comme composés de référence [1], est basée sur la propriété connue selon laquelle les termes d'une série homologue sont élués avec des temps de rétention isothermes en croissance exponentielle. Ce qui implique que le logarithme des temps de rétention varie linéairement en fonction du nombre d'atomes de carbone. Des mesures plus précises montrent que cette linéarité n'est pas rigoureusement vérifiée, mettant en évidence une légère courbure [2-4], alors que pour un intervalle d'atomes pas trop important, la corrélation linéaire est acceptable.

D'autres schémas d'indices logarithmiques, comme l'indice de Kováts, ont été suggérés. Ils ont été examinés et discutés dans plusieurs mises au point [5-7]. La majorité de ces schémas admettent l'hypothèse de Kováts, en utilisant les n-alcanes comme composés de référence. D'autres auteurs proposent des séries de référence alternatives. Ce choix est dicté par le comportement irrégulier des n-alcanes dû au phénomène d'adsorption sur les colonnes à garnissage polaires [4,8] et sur les colonnes capillaires en verre [9-11], et de leur non détection par de nombreux détecteurs spécifiques [12].

Un des désavantages de l'indice de Kováts est qu'il n'est pas utilisable en chromatographie gazeuse à température programmée (CGTP). Pour combler cette lacune divers auteurs [13-15] proposèrent de calculer une grandeur (I_p), semblable à l'indice de Kováts, en remplaçant dans l'expression de ce dernier le logarithme du temps de rétention réduit directement par le temps de rétention brut, ou la température de rétention. En théorie, cette proposition est strictement valide pour une programmation de température "idéale", c'est-à-dire lorsque les temps de rétention des n-alcanes (et non leurs logarithmes) varient linéairement en fonction du nombre d'atomes de carbone, c'est-à-dire encore lorsque la différence entre les temps (ou les températures) de rétention de deux standards consécutifs reste stable pour la durée de l'analyse. L'approche simplifiée, qui consiste à utiliser le temps de rétention brut, peut se traduire par des erreurs importantes, lorsqu'on utilise des colonnes capillaires pour lesquelles le temps de rétention nulle est important par rapport aux temps de rétention des premiers composés élués, ou bien lorsqu'on adopte une programmation de température multilinéaire.

Pour pallier le défaut de linéarité signalé, diverses approches ont été suggérées. Saïd et Hussein [16] proposent de redéfinir les indices de rétention de façon absolue en y faisant apparaître la température; cette approche ne présente pas d'avantage particulier par rapport à l'exploitation des paramètres thermodynamiques qui tient également compte de cette grandeur [17].

D'autres auteurs [18] utilisent de multiples corrélations entre trois ou quatre propriétés physiques, aussi bien en programmation de température qu'en isotherme. Ainsi, une série de corrélations indices de rétention / caractéristiques structurales et physicochimiques [4,19-24] ont été établies pour de nombreux composés.

Des interpolations non linéaires ont été proposées pour le calcul des indices de rétention en CGTP; elles sont passées en revue, jusqu'en 2008, dans [25]. Une méthode basée sur l'interpolation polynomiale à été utilisée dans [26-28], de même que les indices de rétention sur une colonne capillaire OV101 ont été déterminés par interpolations linéaire et polynomiale en tenant compte de la variation avec la température de la viscosité du gaz vecteur [29,30]. Golovnya et al. [31] proposèrent l'utilisation d'une équation non-linéaire à quatre paramètres pour le calcul des indices de rétention par interpolation et par extrapolation. Didaoui et al. [32] testèrent une méthode multi-paramétrique de régression itérative par les moindres carrés en utilisant des temps de rétention réduits, et une interpolation cubique en utilisant les temps de rétention bruts, pour le calcul des indices de rétention à haute température (200-260 °C). D'autres auteurs encore exploitèrent des relations multiparamètres [33,34] ainsi que des interpolations par splines cubiques naturelles pour le calcul de I_p [24, 35-37]. Ces méthodes peuvent être sensibles à l'absence de certains membres de la série des n-alcanes de référence, imposée parfois par la complexité de l'échantillon analysé. En outre, les fonctions interpolantes des données de calibration utilisées couramment dépendent du choix des nœuds d'interpolation, ce qui fait que la forme

©UBMA - 2013

des courbes d'interpolation change avec le jeu de standards, rendant impossible la prévision de la variation de l'indice de rétention quand on change de standards [38], et limite ainsi l'exploitation des données de la littérature.

Pour éviter cette dépendance globale des propriétés locales, nous avons proposé d'autres techniques, telles que les B – splines et les courbes de Bézier, pour le calcul de I_p [38-41]. La disponibilité générale des moyens de calcul, et l'existence sur le marché de logiciels adaptés facilite ce type d'approche.

Le présent travail vise à tester le modèle d'interpolation par fonctions B – splines dans le cas d'un mode de rétention complexe. Ainsi nous avons utilisé une colonne garnie de Tenax-GC (60-80 mesh) modifié, pour étudier un mélange-test constitué de 7 phénols séparés en programmation de température à trois vitesses de chauffe différentes.

Les données de calibration ont été traitées par des B – splines de différents ordres, conduisant à des valeurs I_{BS}^{i} (i = 2, 3, 4, 5) des indices de rétention qui ont été étudiés en fonction des conditions d'analyse, et comparés aux indices I_L calculés par interpolation polygonale.

2. MODÈLE MATHÉMATIQUE

La procédure d'application des B – splines pour le calcul des indices de rétention, I_p, étant décrite dans [40], nous rappellerons uniquement quelques définitions et propriétés.

Les B – splines possèdent des propriétés intéressantes [42] : la courbe est lisse, continue, indépendante des axes et à valeurs multiples ; en outre, le déplacement d'un point ne modifie la courbe qu'au voisinage de ce point (propriété de contrôle local).

Pour construire une interpolée de type B – splines d'une fonction g, on est conduit à résoudre le système linéaire (1) dont la matrice est une bande de largeur 2 k – 1.

$$\sum_{j=1}^{n} \alpha_j B_{j,k,t}(\tau_j) = g(\tau_j) \qquad (1)$$

Les fonctions de base $B_{j,k,t}$ sont des B – splines d'ordre k (entier ≥ 1), au nombre de n (j = 1, …, n), qui dépendent du degré k – 1 choisi (k ≤ n) et de la suite t qui permet d'introduire une partition de l'intervalle [0,1].

Un programme en Turbo – Pascal, compatible sur PC, a été utilisé pour les calculs *(le listing du programme peut être obtenu sur demande, auprès de D. M.)*. Pour faciliter l'exploitation des résultats, on fait imprimer les valeurs des B – splines sur 200 points de l'intervalle d'interpolation.

Les indices de rétention ainsi calculés $(I_{BS}^{i}\,; i = 2, 3, 4, 5)$ seront comparés entre eux, et aux indices de rétention (I_L) obtenus à partir de la relation de Van den Dool et Kratz [13] :

$$\frac{I_L}{100} = Z + \frac{T_{R(X)} - T_{R(Z)}}{T_{R(Z+1)} - T_{R(Z)}} \qquad (2)$$

avec $T_{R(Z)} < T_{R(X)} < T_{R(Z+1)}$; $T_{R(X)}$ est la température de rétention du soluté X, $T_{R(Z)}$ et $T_{R(Z+1)}$ celles des n-alcanes de référence à Z et (Z + 1) atomes de carbone l'encadrant sur le chromatogramme.

En accord avec la théorie, il existe des relations quasi – linéaires entre les températures de rétention des membres supérieurs des séries homologues et leurs nombres de carbone pourvu que des programmations linéaires de température soient appliquées [43]. Les indices de rétention des autres composés sont définis sur la base de ces relations linéaires. Dans le but de déterminer laquelle des méthodes considérées donne des résultats plus compatibles avec cette définition, le programme calcule pour les phénols successifs la somme des carrés des différences secondes divisées :

$$\sum_M = \sum_j \left[\frac{1}{T_{j+1} - T_{j-1}} \left(\frac{r_{j+1}^{(M)} - r_j^{(M)}}{T_{j+1} - T_j} - \frac{r_j^{(M)} - r_{j-1}^{(M)}}{T_j - T_{j-1}} \right) \right]^2 \qquad (3)$$

Où M représente soit l'interpolation linéaire (L) soit l'interpolation par B – splines (BS); T_j désignant la température de rétention du soluté j, dont les indices de rétention calculés par interpolations polygonale et B – splines sont respectivement notés : $r_j^{(L)}$ et $r_j^{(BS)}$. La somme $\sum_M$ s'annule pour un ensemble de points se disposant sur une même droite [44].

3. MATÉRIEL ET MÉTHODES

Deux colonnes en silice (longueur : 1.40 m ; diamètre intérieur : 4mm) garnies de Tenax – GC (2,6-diphenyl-p-phenylene oxide ; AKZO,

©UBMA - 2013

Holland), imprégné soit à 0.5, soit à 2 % [par rapport au Tenax – GC nu (nu : non modifié)] d'un liquide stationnaire peu polaire (gomme siliconée SE – 30, General Electric, U.S.A) ont été utilisées pour les analyses.

Le polymère Tenax – GC utilisé comme phase stationnaire, pour l'analyse des composés polaires ou à hauts points d'ébullition, conduit à une chromatographie gaz – solide [45,46]. Son imprégnation à 0.5 et 2% de silicone SE-30 permet un mécanisme de rétention différent (mixte) [47], visé dans ce travail. En outre cette opération permet l'affinement des pics des solutés, dont les largeurs exprimées en unité d'indice (u.i), varient d'environ 90 u.i pour le Tenax – GC nu, à environ 30 u.i pour la colonne la plus chargée en SE-30.

Les colonnes sont montées sur un chromatographe Philips (Modèle PU – 304) travaillant avec régulation de pression, et équipé d'un détecteur à ionisation de flamme DIF (différentiel à deux flammes). La température du four est augmentée de 50 à 280 °C, à trois vitesses différentes : 3 - 4 et 5 °C/min.

La température de la colonne est déterminée à l'aide d'un thermocouple Chromel – Alumel placé au contact de la colonne chromatographique. Le chromatogramme et la température sont enregistrés simultanément sur le graphe à l'aide d'un enregistreur à double plume Graphispot (Sefram – France).

Afin de déterminer des températures de rétention précises, des mesures de contrôle ont été effectuées en introduisant la soudure chaude du thermocouple dans l'extrémité de la colonne, sur une profondeur de 4 cm environ, l'étanchéité étant assurée par de la laine de verre. Dans nos calculs nous avons tenu compte des différences entre les températures du four et de l'azote vecteur, qui peuvent atteindre 13 °C.

Les phénols – tests ont été mélangés aux n-alcanes de référence. Des solutions benzéniques ont été préparées, et des volumes constants (1 µL) ont été injectés manuellement (seringue Hamilton) dans la colonne.

Les pics obtenus ayant des allures gaussiennes, nous avons pris comme température de rétention la température de la colonne correspondant au maximum du pic du composé considéré.

4. RÉSULTATS ET DISCUSSION

Les températures de rétention des composés tests et des n-alcanes de référence ont été mesurées en quadruple, pour les différentes conditions précisées au troisième paragraphe. Elles serviront à tester le modèle décrit.

Quelles que soient les conditions d'analyse, les indices de rétention I_{BS}^{i} (avec $I_{BS}^{1} = I_L$) de chaque composé – test varient de façon monotone avec l'ordre (i = 1, 2, 3, 4, 5) des B – splines, lorsqu'on rapporte les phénols à une série de n-alcanes consécutifs ; les I_{BS}^{2} reproduisent au mieux les I_L des composés considérés.

Nous avons réuni dans le Tableau 1 les valeurs des températures de rétention expérimentales des composés – tests, mesurées 4 fois, ainsi que les moyennes des quatre indices de rétention, et les écarts-types correspondants, obtenus de façon classique (I_L ; σ_L) et par interpolation B – spline d'ordre 2 (I_{BS}^{2} ; σ_{BS}), en rapportant les phénols aux quatorze alcanes consécutifs $C_7 – C_{20}$.

Les moyennes des indices de rétention et les moyennes des écarts-types associés, fournies par les 2 méthodes (L ; BS), pour les différentes conditions expérimentales, ont été comparées en utilisant (logiciel MINITAB) le test t de Student pour échantillons associés par paires [48]. Les valeurs de la probabilité P obtenues [$0.480 \leq P \leq 0.857$ pour les I moyens ; $0.059 \leq P \leq 0.172$ pour les σ moyens] étant à chaque fois supérieures au risque $\alpha = 0.05$, les deux méthodes (L ; BS) donnent non seulement des résultats identiques en moyenne, mais sont de précision identique.

Notons également que les moyennes des écarts – types associés aux indices de rétention, I_{BS}^{2}, pour différentes conditions expérimentales ne présentent pas de différences significatives ($0.058 \leq P \leq 0.694$) pour un risque $\alpha = 0.05$.

Notons enfin que le traitement des données de calibration par les B–splines améliore la ″linéarité des indices″ (diminution de la valeur $\sum_M$).

Les droites de régression :

$$I_{BS}^{i} = a + b\, I_L \qquad i = 2 \text{ à } 5 \qquad (4)$$

reliant, à chaque fois, les n = 7 couples I_L / I_{BS}^{i} et l'analyse de variance qui s'ensuit ont été déterminées par la méthode des moindres carrés.

©UBMA - 2013

Tableau 1. Températures de rétention (T_R) mesurées, et indices de rétention de quelques phénols calculés de façon classique (I_L) et par interpolation B – spline d'ordre 2 (I^2_{BS}) en rapportant les composés à une série complète de n-alcanes du C_7 au C_{20}. Les écarts – types sont donnés entre parenthèses ; Σ_M désigne la somme des carrés des différences secondes divisées.

A : Tenax – GC imprégné à 0,5 % de SE – 30 ; B : Tenax – GC imprégné à 2 % de SE – 30

		3 °C/min			4 °C/min			5 °C/min		
	Composés	T_R (°C)	I_L	I^2_{BS}	T_R (°C)	I_L	I^2_{BS}	T_R (°C)	I_L	I^2_{BS}
A	**1**	170.0 (0.00)	1023.3 (4.71)	1024.8 (4.29)	175.7 (0.47)	1033.3 (4.71)	1033.9 (4.49)	179.3 (0.00)	1019.4 (1.20)	1020.8 (0.86)
	2	182.3 (0.94)	1158.4 (2.97)	1158.2 (2.85)	189.3 (0.94)	1181.0 (4.58)	1179.5 (3.57)	194.3 (0.74)	1180.1 (5.36)	1178.4 (4.46)
	3	189.3 (0.94)	1230.5 (2.48)	1229.8 (2.47)	195.7 (0.47)	1241.2 (3.73)	1241.0 (3.81)	201.0 (0.00)	1243.9 (5.67)	1243.8 (5.79)
	4	195.0 (0.82)	1277.7 (4.36)	1279.1 (4.28)	200.7 (0.47)	1285.3 (3.98)	1287.4 (4.38)	206.3 (0.47)	1291.2 (1.04)	1293.7 (0.36)
	5	203.0 (0.00)	1366.7 (5.89)	1366.5 (4.75)	209.3 (0.94)	1384.5 (4.24)	1386.7 (0.00)	214.3 (0.47)	1384.3 (4.58)	1384.4 (3.37)
	6	210.0 (0.00)	1448.1 (5.23)	1448.1 (5.27)	215.7 (0.47)	1459.3 (5.24)	1459.3 (5.30)	221.3 (0.47)	1470.8 (5.89)	1471.0 (4.93)
	7	219.7 (0.47)	1568.4 (4.21)	1568.3 (4.02)	224.7 (0.47)	1572.6 (1.68)	1572.4 (1.84)	230.0 (0.82)	1587.0 (2.37)	1586.1 (0.89)
	$10^2 \Sigma_M$	–	**7.08**	**4.62**	–	**4.75**	**3.44**	–	**5.64**	**3.28**
B	**1**	171.0 (1.87)	1028.6 (5.01)	1029.8 (5.01)	177.8 (1.48)	1047.5 (4.33)	1047.6 (4.23)	183.8 (0.83)	1058.6 (2.36)	1058.7 (2.39)
	2	187.4 (0.41)	1211.1 (4.42)	1208.4 (3.10)	192.8 (1.09)	1214.5 (5.85)	1212.4 (5.90)	197.8 (0.83)	1211.0 (3.28)	1209.0 (3.23)
	3	193.3 (0.83)	1260.5 (2.26)	1260.7 (2.31)	199.0 (0.71)	1267.7 (5.46)	1268.4 (6.00)	203.8 (0.83)	1264.4 (1.43)	1264.7 (1.31)
	4	199.0 (0.71)	1312.8 (0.77)	1316.1 (0.69)	205.0 (0.71)	1328.1 (5.41)	1329.2 (5.10)	209.8 (0.83)	1325.2 (2.25)	1326.4 (2.29)
	5	206.9 (0.54)	1412.8 (2.28)	1412.0 (1.39)	212.0 (0.71)	1414.2 (4.64)	1413.7 (4.76)	217.8 (0.83)	1425.9 (1.55)	1426.0 (1.40)
	6	215.5 (0.50)	1513.8 (1.06)	1515.1 (0.77)	220.8 (0.43)	1516.9 (4.65)	1518.1 (4.22)	225.5 (0.87)	1526.8 (1.79)	1526.8 (1.06)
	7	225.8 (0.83)	1651.8 (3.09)	1651.8 (3.07)	229.5 (0.50)	1634.4 (5.41)	1634.2 (5.56)	233.8 (0.43)	1637.8 (4.65)	1637.6 (3.46)
	$10^2 \Sigma_M$	–	**9.99**	**5.29**	–	**7.11**	**4.66**	–	**5.25**	**3.82**

1 : Phénol ; **2** : m – Crésol ; **3** : 2,6- Diméthylphénol ; **4** : 3,5- Diméthylphénol ; **5** : α – Naphtol ; **6** : Thymol ; **7** : 8- Hydroxyquinoléine.

Les calculs donnent, pour une probabilité P = 0.999, les résultats consignés dans le tableau 2 qui correspondent à la colonne la plus chargée en SE – 30, lorsque i = 2 et 5.
Les écarts – types SE (a) et SE (b) mesurent la précision avec laquelle ont été obtenus les paramètres a et b si l'on tient compte du nombre de degrés de liberté (n – 2). Ils ont été utilisés pour calculer les bornes des intervalles de confiance de a et b, qui ont servi à tester la conformité des paramètres des droites (4).

Nos résultats sont compatibles, pour une probabilité P = 0.999, avec des droites de régression passant par l'origine des coordonnées, et dont les pentes ne s'éloignent pas de façon significative de l'unité.

La valeur de F_{obs} montre, à chaque fois, une corrélation très hautement significative entre I^i_{BS} et I_L (régression quasi – linéaire : r > 0.999 dans tous les cas).

©UBMA - 2013

Tableau 2. Analyse de régression de I^{i}_{BS} (i = 2 et 5) en I_L .
Colonne Tenax – GC imprégné à 2 % de SE – 30. Les phénols sont rapportés aux 14 n-alcanes (C_7-C_{20}). Calculs obtenus pour une probabilité P = 0.999.

	Ordre 2			**Ordre 5**		
	3 °C/min	**4 °C/min**	**5 °C/min**	**3 °C/min**	**4 °C/min**	**5 °C/min**
A	0.1641	- 1.6896	-1.0615	9.7383	3.9748	5.3930
SE (a)	5.4177	3.3759	2.9117	12.9891	10.7056	8.9163
B	1.0001	1.0013	1.0007	0.9934	0.9978	0.9965
SE (b)	0.0040	0.0025	0.0021	0.0096	0.0079	0.0066
F_{obs}	62 574.3	162 306.6	219 191.1	10 739.9	16 027.4	23 175.3
R	0.999 96	0.999 98	0.999 99	0.999 77	0.999 84	0.999 89
s_2^2	4.05	1.42	1.06	23.28	14.28	9.94

L'erreur standard SE (I) = s_2 qui mesure l'écart des couples I_L / I^{i}_{BS} par rapport à la droite de régression, varie en fonction du taux d'imprégnation en SE – 30 et de la vitesse de chauffe (Fig. 1) ; elle peut atteindre 8 unités d'indices (u.i.) dans le cas le plus défavorable. Cependant, nous n'avons pas observé de point aberrant, tous les résidus ordinaires étant inférieurs à 2 SE (I).
Pour mieux apprécier l'influence éventuelle de la vitesse de chauffe et du taux d'imprégnation, nous avons comparé entre elles les droites de régression [48] indicées I, II, III et IV :

- **droite I :** 0.5 % de SE–30 ; 3 °C/min
- **droite II :** 0.5 % de SE–30 ; 5 °C/min
- **droite III :** 2 % de SE–30 ; 3 °C/min
- **droite IV :** 2 % de SE–30 ; 5 °C/min

Nous avons d'abord comparé, pour les différentes conditions d'analyse, les indices de rétention du 3,5- diméthylphénol, proche du point moyen (tableau 3 ; ligne 2). Comme, pour (7 + 7 – 4) = 10 degrés de liberté, la table de Student donne pour t les limites : $t_{0,975}$ = 2.228 au niveau de confiance 95 %, et $t_{0,995}$ = 3.169 au niveau de confiance 99 %, la différence des valeurs des indices de rétention au (point proche du) point moyen, pour chacun des couples de droites, n'est pas significative.
Ainsi, pour chaque paire considérée, il n'y a pas de translation de l'une des droites de régression par rapport à l'autre.
Nous avons ensuite testé la différence des coefficients angulaires, b, des droites, en comparant les valeurs de t observé (Tab. 3, ligne 3) aux limites données par la table de Student, aux niveaux de confiance 95 et 99 % pour 10 degrés de liberté.

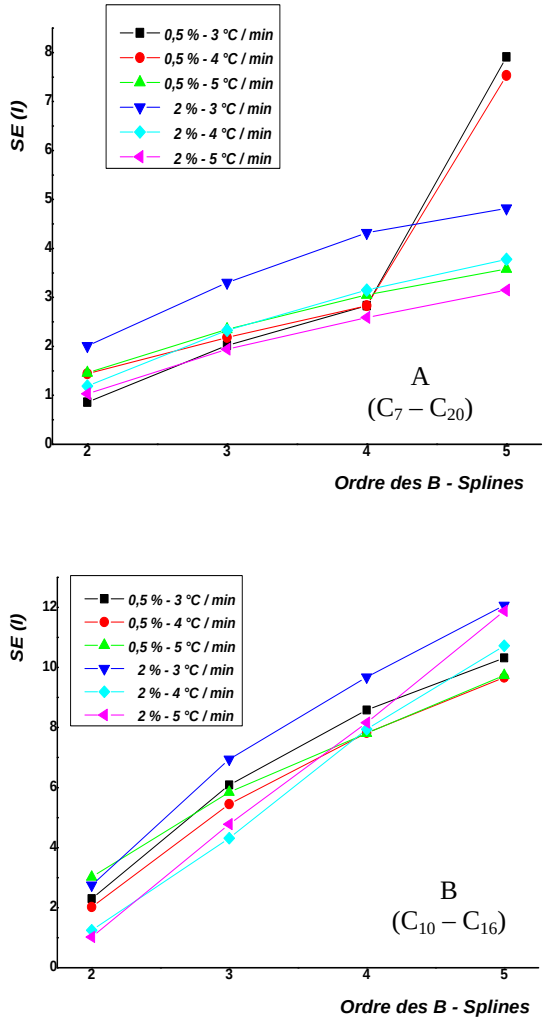


Figure 1. Variation de l'erreur standard en fonction des conditions expérimentales. Phénols rapportés à une série de n-alcanes consécutifs du C_7 au C_{20} (A) et du C_{10} au C_{16} (B)

©UBMA - 2013

Tableau 3. Comparaison des droites de régression I^2_{BS} en I_L obtenues pour différentes conditions d'analyse, en rapportant les phénols à une série complète de n-alcanes du C_7 au C_{20}.

	droites I et II	**droites III et IV**	**droites I et III**	**droites II et IV**
I : point moyen	$t_{obs} = 2.340 . 10^{-2}$ *pas de différence*	$t_{obs} = 1.880 . 10^{-2}$ *pas de différence*	$t_{obs} = 5.498 . 10^{-2}$ *pas de différence*	$t_{obs} = 5.03 . 10^{-2}$ *pas de différence*
Coefficient angulaire B	$t_{obs} = 19.01$ $b_I \neq b_{II}$	$t_{obs} = 6.177 . 10^{-2}$ $b_{III} = b_{IV}$	$t_{obs} = 0.377$ $b_I = b_{III}$	$t_{obs} = 5.034 . 10^{-2}$ $b_{II} = b_{IV}$
Valeur F expérimentale	$1.376 . 10^{-4}$ $\sigma^2_I \neq \sigma^2_{II}$	3.8593 $\sigma_{III} = \sigma^2_{IV}$	0.1691 $\sigma^2_I \neq \sigma^2_{III}$	14.0648 $\sigma^2_{II} = \sigma^2_{IV}$

Le test n'est pas significatif lorsque la valeur de t observé est inférieure aux valeurs limites (droite III et IV ; I et III ; II et IV) ; il y a rotation d'une droite par rapport à l'autre ($b_I \neq b_{II}$) dans le cas contraire (droites I et II). Ainsi des conditions de chauffe différentes peuvent être à l'origine d'un défaut de parallélisme entre droites de régression (cas de la colonne Tenax – GC imprégné à 0.5 % de SE – 30).

Nous avons enfin testé l'égalité des variances résiduelles.

Pour le risque $\alpha = 0.05$ partagé en α_i et α_j tels que $\alpha_i + \alpha_j = 0.025$, et les nombres de degrés de liberté $n_i = n_j = 7$, la table de Snedecor donne :

$$F_{(1-\alpha_j)} = F_{0,975} = 4,99 \; ; \; F_{\alpha_i} = 1 \Big/ F_{(1-\alpha_j)} = 0,2004$$

L'égalité des variances ne sera pas refusée lorsque la valeur expérimentale de F (tableau 3 ; ligne 4) sera comprise entre ces valeurs $F_{(1-\alpha_j)}$ et F_{α_i}, ce qui s'applique pour les droites III et IV (tableau 3 ; colonne 3). Dans tous les autres cas, c'est-à-dire pour le taux d'imprégnation le plus faible, les dispersions autour des droites de régression sont différentes, ce qui peut amplifier les erreurs.

Pour tester l'influence éventuelle de l'intervalle d'interpolation, nous avons pris en compte pour les calculs trois mélanges d'alcanes de référence : ($C_7 – C_{20}$), ($C_8 – C_{18}$) et ($C_{10} – C_{17}$).

Les 2 premiers mélanges de standards ne conduisent pas, dans nos conditions expérimentales, à des différences significatives entre les valeurs des indices de rétention de chaque composé – test. Ces différences sont de l'ordre de 0.1 u.i., à l'exception des indices de rétention du phénol qui peuvent différer de 1.5 u.i. pour l'interpolation par B – spline d'ordre 5.

Lorsqu'on restreint de ($C_7 – C_{20}$) à ($C_{10} – C_{17}$) l'intervalle d'interpolation, les indices de rétention des 2 composés extrêmes (immédiatement voisins des bornes de l'intervalle d'interpolation) augmentent de façon sensible, et ce d'autant plus que l'ordre des B – splines croît. Cette tendance a été observée pour les programmations de température prises en compte (tableau 4).

Tableau 4. Moyennes et écarts – types (entre parenthèses) des indices de rétention du phénol (I) et de la 8 – hydroxyquinoléine (II) quand on rapporte le mélange – test à une série complète de n – alcanes du C_{10} au C_{17}.

I		**2**		**3**		**4**		**5**	
° C / min		**3**	**5**	**3**	**5**	**3**	**5**	**3**	**5**
I	**0.5 % SE – 30**	1030,4 (3.13)	1028.3 (1.12)	1038.2 (3.70)	1037.1 (1.58)	1042.1 (4.00)	1042.1 (1.52)	1044.7 (4.17)	1044.9 (1.67)
	2 % SE – 30	1034,2 (7.21)	1058,7 (2.35)	1042.1 (7.72)	1064.3 (1.87)	1046.4 (7.85)	1068.9 (1.74)	1049.0 (7.95)	1071.7 (1.77)
II	**0.5 % SE – 30**	1568.2 (4.07)	1585.6 (1.32)	1574.4 (4.67)	1584.4 (2.18)	1578.4 (4.36)	1584.0 (3.28)	1583.4 (4.28)	1590.1 (3.08)
	2 % SE – 30	1652.1 (3.53)	1637.8 (9.94)	1662.3 (9.15)	1649.0 (10.70)	1667.3 (11.11)	1656.9 (17.26)	1674.9 (15.33)	1668,3 (17.36)

©UBMA - 2013

5. CONCLUSION

Un système comme celui des indices de Van den Dool et Kratz, même s'il n'a pas de fondement théorique comme les indices de Kováts, est très intéressant, car il est d'un usage facile ; on gagnerait donc à rendre son emploi plus commode et à obtenir des valeurs plus précises.

Dans ce but, nous avons suggéré [40] l'emploi de fonctions possédant la propriété de contrôle local, c'est-à-dire des fonctions capables de s'adapter à des irrégularités locales sans bouleverser la forme générale du modèle : fonctions B – splines et de Bézier.

Le présent travail a porté sur les caractéristiques des indices de rétention calculés en appliquant la technique des B – splines à 7 phénols, élués en programmation linéaire de température sur une colonne garnie de Tenax – GC modifié.

Quels que soient le taux d'imprégnation du Tenax – GC (0.5 % et 2 %) avec le liquide stationnaire SE – 30, et la vitesse de chauffe constante appliquée (3, 4 et 5 °C/min), nous avons observé que :

1°/ Les indices de rétention I_{BS}^{i} varient de façon monotone avec l'ordre i (+ 1 à 5) des B – splines ;

2°/ Les 2 types d'indices $\left(I_L \text{ et } I_{BS}^{i},\ i = 2 \text{ à } 5\right)$ sont en corrélation pour une valeur P > 0,999 ;

3°/ La technique des B – splines conduit à des valeurs plus conformes avec le schéma des indices de rétention ;

4°/ Il n'y a pas de différences significatives entre les valeurs moyennes I_{BS}^{2} et I_L, et les dispersions autour des moyennes sont comparables ;

5°/ Il existe un effet d'intervalle pour les indices de rétention calculés par interpolation B – spline (i > 2).

RÉFÉRENCES

[1] Kováts E., 1958. Gas-chromatographische Charakterisierung organischer Verbindungen. Teil 1: Retentionsindices aliphatischer Halogenide, Alkohole, Aldehyde und Ketone. *Helvetica Chimica Acta*, Vol. 41 (7), 1915-1932.

[2] Castello G. & Parodi P., 1971. A Fortran program for automatic calculation of retention indices in gas chromatography, *Chromatographia*, Vol. 4 (4), 147-155.

[3] Jaeschke A. & Rohrschneider L., 1972. Automatic standard gas chromatographic analysis with retention index determination, *Chromatograpia*, Vol. 5 (6), 333-340.

[4] Hawkes S.J., 1989. Uncertainty resulting from inconstancy in the slope of the log plot of homologous series, *Chromatographia*, Vol. 28 (5-6), 237-240.

[5] Budahegyi M.V., Lombosi E.R., Lombosi T.S., Mészáros S.Y., Nyiredy S.Z., Tarján G., Timár I. & Takács J.M., 1983. Twenty-fifth anniversary of the retention index system in gas—liquid chromatography. *Journal of Chromatography A*, Vol. 271 (2), 213–307.

[6] Tarján G., Nyiredy S.Z., Györ M., Lombosi E.R., Lombosi T.S., Mészáros S.Y. & Takács J.M., 1989. Thirtieth anniversary of the retention index according to Kováts in gas-liquid chromatography. *Journal of Chromatography A*, Vol. 472, 1-92

[7] Evans M.B. & Haken J.K., 1989. Recent developments in the gas chromatographic retention index scheme. *Journal of Chromatography A*, Vol. 472, 93-127.

[8] Berezkin V.G. & Returnsky V.N., 1984. Calculation of invariant retention indices for a series of aliphatic alcohols and acetates by consideration of adsorption at the interface. *Journal of Chromatography A*, Vol. 292 (1), 9- 17.

[9] Krupčik J., Matisová E., Garaj J., Soják L. & Berezkin V.G., 1982. Contribution of adsorption to retention data in glass capillary gas chromatography part. I. Polar stationary phases. *Chromatographia*, Vol. 16 (1), 166-168.

[10] Matisová E., Krupcik J. & Garaj J., 1982. Contribution of adsorption to retention data in capillary gas chromatography part II. Non-polar stationary phases, *Chromatographia*, Vol. 16 (1), 169- 171.

[11] Orav K., Kuningas K. & Range S., 1993. A comparison of different retention index systems with unsaturated and aromatic hydrocarbons in capillary gas chromatography on PEG 20M. *Chromatographia*, Vol 37(7-8), 411-414.

[12] Castello G., 1999. Retention index system: alternative to the n-alkanes as calibration standards. *Journal of Chromatography A*, Vol. 842 (1-2), 51-64.

[13] Van den Dool H. & Kratz P.Dec., 1963. A generalization of the retention index system including linear temperature programmed gas-liquid partition chromatography, *Journal of Chromatography A*, Vol. 11, 463-471.

[14] Guiochon G., 1964. Retention Indices in Programmed Temperature Gas Chromatography, *Analytical Chemistry*, Vol. 36 (3), 661-663.

©UBMA - 2013

[15] Habgood H.W. & Harris W.E., 1964. Retention Indices in Programmed Temperature Gas Chromatography, *Analytical Chemistry*, Vol. 36 (3), 663-665.

[16] Saïd A.S. & Hussein F.H., 1978. The absolute retention index in chromatography. Part 1. *Journal of High Resolution Chromatography*, Vol. 1 (5), 257-262.

[17] Gonzalez F.R. & Nardillo A.M., 1999. Retention index in temperature-programmed gas chromatography, *Journal of Chromatography A*, Vol. 842 (1-2), 29-49.

[18] Dahlmann G., Koses H.J.R. & Oolert H.H., 1979, Multiple korrelation von retentionsindizes. *Chromatographia*, Vol. 22 (10), 665-671.

[19] Berezkin V.G. & Returnsky V.N., 1984. Calculation of invariant retention indices for a series of aliphatic alcohols and acetates by consideration of adsorption at the interface, *Journal of Chromatography A*, Vol. 292 (1), 9-17.

[20] Kaliszan R., 1987. Quantitative structure - chromatographic retention relationships. John Wiley & Sons, Inc. 303p.

[21] Kaliszan R., 2007. QSRR: Quantitative structure-(chromatographic) retention relationships. *Chemical Reviews*,Vol. 107 (7), 3212-3246.

[22] Katritzky A.R., Kuanar M., Slavov S., Hall C.D., Karelson M., Kahn I. & Dobchev D.A., 2010. Quantitative correlation of physical and chemical properties with chemical structure: Utility for prediction, *Chemical Reviews*, Vol. 110 (10), 5714-5789.

[23] Messadi D. & Vergnaud J.M., 1979. Quick identification and analysis of plasticizers in PVC by programmed temperature gas chromatography using the best stationary phases. *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 24 (5), 1215-1225.

[24] Messadi D., Halaïmia F., Ali-Mokhnache S. & Boumahraz F., 1990. Accurate determination of retention indices in programmed temperature gas chromatography. *Chromatographia*, Vol. 29 (9-10), 429-434.

[25] Castello G., Moretti P. & Vezzani S., 2009. Retention models for programmed gas chromatography. *Journal of Chromatography A*. Vol. 1216 (10), 1607-1623

[26] Knoeppel H., De Bortoli M., Peil A., Schauenburg H. & Vissers H., 1982. The determination of linear PTGC retention indices for use in environmental organics analysis. Comm. Eur. Communities EUR, 7623. *Analysis of Organic Micropolluants in Water*, Vol. 133, 99-109.

[27] Ferchichi L. & Messadi D., 1994. Simulations de la rétention et de l'efficacité de colonne en chromatographie en phase gazeuse à température programmée: Théorie et application, *Analusis*, Vol. 22(8). 392-399.

[28] Baaliouamer A., Boudarène I. & Méklati B.Y., 1993. Use of local Lagrange interpolation for calculation of retention indices in linear temperature – programmed gas chromatography, *Chromatographia*, Vol. 35 (1-2), 67-72.

[29] Messadi D. & Ali-Mokhnache S., 1993. Calculation of retention indices and peak widths in temperature programmed gas-liquid chromatography. *Chromatographia*, Vol. 37 (5-6), 264-270.

[30] Messadi D., Ferchichi L., Nouar L. & Rebbani N., 1995. Simulation of column efficiency in temperature programmed gas-liquid chromatography. *Chromatographia*, Vol. 41 (1-2), 37-42.

[31] Golovnya R.V., Syomina L.A. & Samusenko A.L., 1997. Nonlinear variation of sorption parameters of *n*-alkane homologs in temperature-programmed gas chromatography (tpgc) and new equation for calculation of retention indices, *Journal of High Resolution Chromatography*, Vol. 20 (11), 611-614.

[32] Didaoui L. Touabet A. & Meklati B.Y., 1997. Comparison of mathematical methods for the calculation of retention indices at high temperature in gas chromatography, *Journal of High Resolution Chromatography*, Vol. 20 (11), 605-610.

[33] Zenkevitch I.G. & Ioffe. B.V., 1988. System of retention indices for a linear temperature programming regime, *Journal of Chromatography A*, Vol. 439 (2), 185-194.

[34] Grigor'eva D.N., Golovny R.V. & Syomina L.A., 1997. An equation for the calculation of retention indices in temperature-programmed gas chromatography with allowance for the nonlinear variation of the retention parameters of n-alkanes, *Russian Chemical Bulletin*, Vol. 46 (2), 309-313.

[35] Halang W.A., Langlais R. & Kluger E., 1978. Cubic spline interpolation for the calculation of retention indices in temperature-programmed gas-liquid chromatography, *Analytical Chemistry*, Vol. 50 (13), 1829-1832.

[36] Halaïmia F., Boumahraz F., Sissaoui H. & Messadi D., 1989. Calcul par interpolation non linéaire des indices de retention des plastifiants en chromatographie en phase gazeuse avec progammation de température, *Analusis*, Vol. 17 (10), 596-600.

[37] Ferchichi L., Nouar L., Gheid A.E.H. & Messadi D., 1994. Avantages des indices de rétention calculés par interpolation spline cubique en chromatographie en phase gazeuse à température programmée, *Bulletin des Sociétés Chimiques Belges*,Vol. 103 (4), 151-156.

©UBMA - 2013

[38] Lourici L., Souici M.L., Tahar A. & Messadi D., 2001. Méthode précise de calcul des indices de rétention en chromatographie gazeuse à température programmée de mélanges complexes rapportés à des séries d'homologues incomplètes, *Journal de la Société Algérienne de Chimie*, Vol. 11 (1), 131-138.

[39] Lourici L., Souici M.L. & Messadi D., 1999. Méthode indépendante des propriétés locales pour le calcul des indices de rétention en Chromatographie en phase gazeuse à température programmée, *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences Paris. Série II c*, Vol. 2 (2), 107-110.

[40] Lourici L., Souici M.L., Rebbani N. & Messadi D., 1999. Independent of local properties mathematical models for the calculation of retention indices in programmed temperatures gas chromatography, *Analusis*, Vol. 27 (3), 249-254.

[41] Lourici L., Souici M.L. & Messadi D., 2000. Courbes de Bézier pour le calcul des indices de rétention en chromatographie gaz–liquide à température programmée, *Comptes Rendus de l'Académie des sciences Paris. Série II c*, Vol. 3 (4), 309-312.

[42] Martin P., 1984. Informatique: méthodes et application. Editions Ellipses. Paris.304p.

[43] Harris W.E. & Habgood H.W., 1966. Programmed Temperature Gas Chromatography, ed. Wiley, New York.305p.

[44] Démidovitch B. & Maron I., 1973. Eléments de calcul numérique. Editions Mir. Moscou.677p.

[45] Poole C.F. & Schuette A.S., 1984. Contemporary Practice of Chromatography. Elsevier. New York. 708p.

[46] Lourici L. & Messadi D., 2009. Méthodes non linéaires pour le calcul des indices de rétention en chromatographie gazeuse à programmation linéaire de température, *Lebanese Science Journal*, Vol. 10 (1), 77-86.

[47] Lourici L., 2004. Contribution à l'étude des indices de rétention en chromatographie gazeuse. Thèse de Doctorat. LASEA. Université Badji Mokhtar Annaba, 2300, Algérie.

[48] Dagnélie P., 1998. Statistique Théorique, et appliquée, Tome 1 – Statistique descriptive et base de l'inférence statistique. De Boeck et Larcier, Paris. 508p.

©UBMA - 2013

Caractérisation des émulsions doubles (huile dans eau dans huile) stabilisées avec du caseinate de sodium

Faiza Benaissa & Nadji Moulai Mostefa

Laboratoire Matériaux et Environnement, Faculté des Sciences et de la Technologie
Université de Médéa, Ain D'Heb, 26001 Médéa, Algérie

Révisé le 23/07/2013
Accepté le 11/09/2013

ملخص
الهدف من هذه الدراسة هو صياغة و وصف مستحلب زيت في ماء في زيت صيغ بكازيينات الصوديوم المستعملة كمفاعل سطحي محب للماء و دميلس المستعمل كمفاعل سطحي محب للدهون. هذه المستحلبات استقرت بالصمغ كزنتان. وقد حضرت المستحلبات (زيت في ماء في زيت) بطريقة ذات مرحلتين. أظهرت القياسات الموصلية أن الطبقة الخارجية للمستحلبات المصاغة هي زيتية مع درجة حموضة معتدلة نسبيا. التحاليل الميكروغرافية أظهرت تعددية المستحلبات. التحاليل الريولوجية سمحت بتبيين العلاقة بين الهيكل الداخلي للمستحلبات المتعددة وسلوكهم الميكانيكي. المستحلبات لها سلوك السوائل البلاستيكية والخصائص الريولوجية تعتمد على تركيز المستحلب الابتدائي وكذلك تركيز المفاعل السطحي المحب للدهون.

الكلمات المفتاحية : *مستحلب مزدوج، صياغة، كازينات الصوديوم، توصيف، ريولوجيا*.

Résumé
Le but de cette étude est la formulation et la caractérisation d'une émulsion huile dans eau dans huile (H/E/H) formulée avec du caséinate de sodium utilisé comme tensioactif hydrophile et le Dehymuls E utilisé comme tensioactif lipophile. Ces émulsions sont stabilisées avec la gomme xanthane. Les émulsions H/E/H sont préparées par le procédé à deux étapes. Les mesures conductimétriques ont montré que la phase externe des émulsions formulées est huileuse avec un pH relativement neutre (environ 6.40). Les analyses micrographiques ont montré la multiplicité des émulsions. Les analyses rhéologiques effectuées ont permis de mettre en évidence la relation entre la structure interne des émulsions multiples et leur comportement mécanique. Les émulsions se comportent comme des fluides plastiques et les propriétés rhéologiques dépendent de la concentration de l'émulsion primaire ainsi que celle du tensioactif lipophile.

Mots clés : *Emulsion double – Formulation - Caséinate de sodium – Caractérisation - Rhéologie*.

Abstract
The purpose of this study was the formulation and characterization of a oil-in-water-in-oil emulsions (o/w/o) formulated with caseinate of sodium used as hydrophilic surfactant and Dehymuls E used as lipophilic surfactant. These emulsions were stabilized with xanthan gum. The o/w/o multiple emulsion was prepared at room temperature by a two-step emulsification method. Conductimetric measurements showed that the external phase of the formulated emulsions is oil with a relatively neutral pH (around 6.40). The micrographic analyses showed the multiplicity of the emulsions. The rheological analyses carried out made it possible to highlight the relation between the internal structure of the multiple emulsions and their mechanical behavior. The emulsions behave like plastic fluids and the rheological properties depend on the concentrations of the primary emulsion and lipophilic surfactant.

Key words: *Double emulsion – Formulation - Sodium caseinate – Characterization - Rheology.*

* Auteur Correspondant : benaissaf@ymail.com

©UBMA - 2013

1. INTRODUCTION

Les émulsions multiples sont des systèmes vésiculaires complexes constitués d'au moins deux liquides non miscibles. Dans les émulsions huile dans eau dans huile ($H_1/E/H_2$), les molécules de l'émulsionnant primaire à tendance hydrophile, s'orientent à l'interface interne H_1/E et celles de l'émulsionnant secondaire, à tendance lipophile, à l'interface externe E/H_2. Le choix des émulsionnants est basé essentiellement sur leur balance hydrophile-lipophile (HLB) [1]. Cette notion de HLB permet un classement des tensioactifs, non par rapport à leur structure mais par rapport à leur utilisation. C'est la méthode la plus utilisée pour caractériser les tensioactifs et exprimer leur caractère hydrophile ou lipophile.

Les émulsions multiples étant des systèmes thermodynamiquement instables, elles évoluent inéluctablement vers leur rupture. Les premières sources d'instabilité de ces émulsions sont communes à tous les systèmes dispersés liquides-liquides. Il s'agit du crémage, de la floculation, de la coalescence et de l'inversion de phases. Ces émulsions peuvent aussi présenter des instabilités spécifiques (encombrement stérique, incompatibilité thermodynamique et floculation par dépletion) qui viennent s'ajouter au mûrissement d'Ostwald et à la floculation [2-4]. Ces phénomènes conduisent à la production d'une émulsion simple.

Pour améliorer la stabilité de ces systèmes, des tensioactifs monomères ont été progressivement remplacées par des émulsifiants polymères [5]**.** Ces polymères amphiphiles, synthétiques ou naturels, sont connus pour améliorer le film interfacial durant l'émulsification et de ce fait assurer une meilleure encapsulation et libération contrôlée des matières actives piégées dans le noyau interne des gouttelettes [6].

L'utilisation des macromolécules amphiphiles telles que les protéines pour la stabilisation des émulsions multiples a été réalisée par plusieurs auteurs [7-9]. Une amélioration significative de la stabilité des émulsions est démontrée quand ces macromolécules sont encapsulées dans la phase externe. Dans la plupart des cas, la macromolécule est utilisée à faible concentration et en combinaison avec un excès d'émulsifiants monoméres non ioniques. Récemment, Hong *et al*. [10] ont montré que la combinaison d'un copolymère avec un tensioactif de faible poids moléculaire conduit à la stabilité des émulsions multiples. Ainsi, la métastabilité de ces émulsions peut être assurée par des protéines et des polysaccharides. Généralement, les protéines sont utilisées comme agents de surface, tandis que les polysaccharides non-adsorbants occupent la phase aqueuse en empêchant les colloïdes de se floculer et de ce fait, ils sont considérés comme agents stabilisants**.**

Il faut noter que la plupart des travaux concernant la formulation des émulsions multiples ont été consacrés aux systèmes eau dans huile dans eau (E/H/E) et peu de travaux sur les systèmes huile dans eau dans huile (H/E/H) ont été publiés. Cependant, quelques applications des émulsions H/E/H dans les industries agroalimentaire, cosmétique et la libération prolongée des médicaments [11-13] ont été rapportées dans la littérature.

L'objectif de cette étude est l'évaluation de la présence d'une protéine qui est le caseinate de sodium sur la formulation et la stabilité d'une émulsion multiple H/E/H. Ces systèmes sont préparés en utilisant le procédé indirect, où l'émulsion multiple est préparée en deux étapes. L'émulsion primaire est obtenue par incorporation de la phase huileuse dans la phase aqueuse qui contient le tensioactif hydrophile (Caséinate de sodium). L'étape suivante consiste à émulsifier l'émulsion primaire dans la phase huileuse externe contenant le tensioactif lipophile (Dehymuls E). La formation des émulsions a été visualisée sur un microscope optique. Leur caractérisation mécanique a été réalisée à l'aide des mesures rhéologiques (contrainte-cisaillement).

2. MATERIEL ET METHODES

2.1 Produits utilisés

Le tensioactif hydrophile utilisé est le caséinate de sodium. C'est une protéine fournie par Armor protéines (France). Une valeur d'environ 14 est attribuée au HLB du caséinate de sodium en raison de sa forte solubilité dans l'eau. Le tensioactif lipophile utilisé est le Dehymuls E (Dicocoyl Pentaerythrityl Distearyl citrate and Sorbitan Sesquileate and Cera Alba and Aluminum Stearate). Il est pur et possède un HLB égal à 4 ; il est fourni par Henkel KgaA (Allemagne). L'agent viscosifiant utilisé est la gomme de xanthane fournit par Rhodia (Algérie). L'agent de conservation utilisé est le diazide de sodium fournit par Sigma. La phase organique utilisée dans cette étude est l'huile de vaseline.

©UBMA - 2013

2.2 Méthodes d'analyse

La conductivité électrique des émulsions est mesurée à l'aide d'un conductimètre de type LF 191 (WTW, Allemagne). Le pH est mesuré avec un pH-mètre de type Metrohm AG (Metrohm Ltd.). Les propriétés rhéologiques sont déterminées à l'aide d'un rhéomètre (Physica Rheolab MC1, Allemagne) en utilisant le système rotatif cylindrique.
L'observation des émulsions multiples a été faite sur un microscope optique (Jenalumar, Carl Zeiss) muni d'un appareil photographique permettant un agrandissement allant jusqu'à 1000 fois.

2.3 Procédure de formulation des émulsions

Le procédé choisi pour la formulation des émulsions doubles est celui par étapes et qui consiste en la préparation d'une émulsion primaire H_1/E à base de caséinate de sodium en présence du xanthane et l'encapsulation de l'émulsion primaire dans une phase huileuse externe afin de formuler une émulsion multiple $H_1/E/H_2$.
L'émulsion de type H_1/E est préparée en faisant dissoudre les quantités appropriées de caséinate de sodium et de xanthane dans l'eau distillée, en présence de 0.01% de diazide de sodium pour les protéger contre les contaminations microbiennes, l'ajustement du pH se fait à 6.8 par l'ajout d'une solution diluée de NaOH.
La dissolution des solutés et l'homogénéisation du mélange est assurée à l'aide d'un agitateur magnétique pendant 24H à température ambiante. Le bêcher contenant la phase aqueuse déjà préparée est soumis à une agitation de 1000 trs/min. En même temps, on incorpore peu à peu la quantité exacte de l'huile de vaseline. L'agitation est maintenue pendant 45min.
La formulation des émulsions doubles consiste à émulsifier l'émulsion primaire dans une phase huileuse externe contenant le tensioactif lipophile (Dehymuls E). Le tensioactif lipophile est dissout dans une quantité approprié d'huile et le mélange est soumis à 70°C jusqu'à sa dissolution complète. Après refroidissement, le mélange est soumis à une faible agitation, et en même temps on fait incorporer l'émulsion primaire progressivement. L'émulsification secondaire se fait à température ambiante pendant 15 minutes, avec une vitesse d'agitation de 500trs/min. Le choix des conditions opératoires est basé d'une part sur des travaux antérieurs [14] et d'autre part, sur des essais préliminaires.

3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

3.1 Caractérisation des émulsions primaires

Le tableau 1 résume la matrice des expériences pour la formulation des émulsions primaires (H_1/E) ainsi que les observations réalisées sur les différents essais.

Tableau 1. Matrice d'expériences et caractérisation des émulsions primaires H/E

	F1	F2	F3	F4	F5	F6	F7	F8	F9	F10
Huile de vaseline (%)	20	20	20	20	10	40	10	40	35	10
Caséinate de sodium (%)	0.2	1.0	0.2	1.0	0.2	1.0	1.0	0.2	0.6	1.0
Xanthane (%)	0.3	0.3	0.5	0.5	0.1	0.5	0.1	0.3	0.5	0.15
Diazide de sodium (%)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
Eau (%)	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp
Aspect	H	H	H	H	SP	H	SP	H	H	SP
pH	5.67	5.76	5.83	5.76	-	5.95	-	5.80	5.77	-
Conductivité (mS/cm)	1.51	1.33	1.96	1.01	1.50	2.40	1.80	2.01	1.18	1.60

H : homogène, SP : séparation de phases
Les concentrations sont données en pourcentage en poids

©UBMA - 2013

Les différentes émulsions ainsi formulées (1, 2, 3, 4, 6, 8 et 9) présentent un aspect identique, consistant et homogène, à part les émulsions 5, 7 et 10 qui présentent une séparation de phases instantanée (Tab. 1). Cette séparation de phases est probablement due au mécanisme d'instabilité de ces émulsions (coalescence, crémage et, sédimentation) d'une part. D'autre part, ce phénomène peut être aussi dû principalement à la quantité inadsorbée de caseinate de sodium et qui se traduit par une répulsion stérique entres les macromolécules des deux biopolymères [15]. Cependant quand cette quantité est totalement adsorbée au niveau de l'interface, le xanthane ne rentre pas en interaction avec le caseinate, il contribue à l'augmentation de la viscosité de la phase externe et par la suite à l'amélioration de la stabilité des émulsions.

Il faut aussi noter que l'huile a une influence significative sur la stabilité des formulations, lorsque la quantité d'huile est à 10% (émulsion 5, 7 et 10), une séparation de phases est produite. Cela est dû à la répulsion stérique des deux biopolymères chargés négativement [16]. Pour des concentrations importantes d'huile (20 à 40%) et qui est le cas pour le reste des émulsions primaires (1, 2, 3, 4, 6 et 9), les interactions entre le caseinate et le xanthane deviennent positives. Ceci est dû à une association synergique entre les deux biopolyméres conduisant à une consolidation de la structure hélicoïdale du xanthane d'où la stabilité.

Les mesures conductimétriques des différentes émulsions enregistrent des valeurs faibles qui confirment la nature huileuse de la phase externe. D'autre part, le pH des différentes formulations est relativement acide (pH = 5.6). Cette acidité est liée au caractère acide des deux biopolymères, à savoir le caseinate et le xanthane.

Les analyses microscopiques de quelques formules retenues (stables) montrent bien la présence des globules dispersés d'une façon hétérogène avec un nombre important et une granulométrie variable (Fig.1).

L'hétérogénéité des globules peut être due principalement au mécanisme de floculation qui se caractérise par l'association de plusieurs gouttelettes l'une à l'autre sous l'effet des forces répulsives et attractives non équilibrées produites par la présence des deux biopolymères [17]. Ces interactions répulsives entre les goutelettes et les molécules des polymères peuvent provoquer une expulsion des molécules de la zone inter-goutelettes. La taille des goutelettes est relativement hétérogène, ce qui expliquerait pourquoi les émulsions formulées avec des protéines à l'instar du caséinate de sodium sont relativement instables.

3.2 Caractérisation des émulsions doubles H/E/H

Les émulsions doubles (H/E/H) ont été obtenues en faisant émulsifier l'émulsion primaire (F4), dans une phase huileuse externe contenant Dehymuls E. Le choix de la formule F4 est du au fait qu'elle contienne le maximum de xanthane et peu de protéine et présente une bonne stabilité. Les différentes formulations sont présentées dans le Tableau 2.

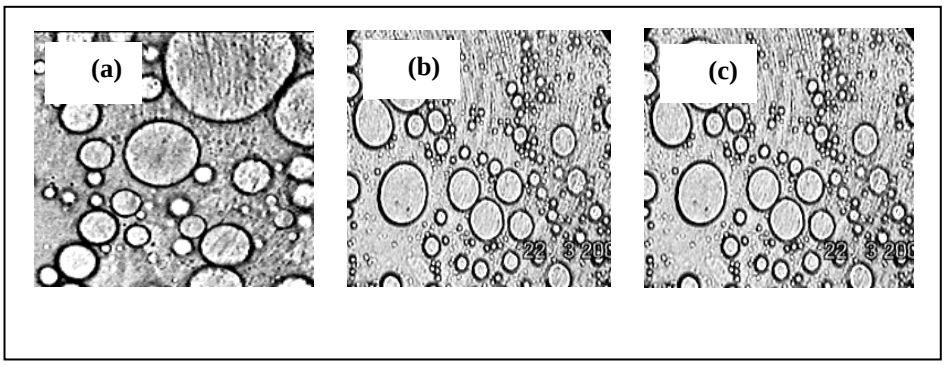


Figure 1. Vues microscopiques des émulsions primaires H/E (a-F1, b-F3 et c-F4 ; Agrandissement 1000 fois)

©UBMA - 2013

Tableau 2. Matrice des expériences et caractérisation des émulsions multiples $H_1/E/H_2$

	L1	L2	L3	L4	L5	L6	L7	L8	L9	L10	L11
Emulsion primaire (%)	40	40	60	60	50	50	60	50	45	60	45
Demmyls E (%)	1.0	3.0	1.0	3.0	2.0	3.0	1.5	1.6	2.5	2.6	2.5
Huile de vaseline (%)	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp	qsp
Aspect	H	H	H	H	H	H	SP	SP	SP	SP	SP
pH	6.49	6.48	6.47	6.43	6.42	6.41	-	-	-	-	-
Conductivité (µS/cm)	3.2	3.3	2.8	3.1	2.3	2.6	-	-	-	-	-

H : homogène, SP : séparation de phases
Les concentrations sont données en pourcentage en poids

Les émulsions obtenues n'ont pas le même aspect, ce qui démontre l'influence de la composition des différents constituants sur la stabilité de l'émulsion. Toutes les formulations présentent un aspect laiteux et homogène à l'exception des formulations 7, 8, 9, 10 et 11 qui présentent une séparation de phases. Ces formulations n'ont pas été retenues pour la suite du travail. Les conductivités électriques mesurées sont relativement faibles montrant ainsi le sens de l'émulsion où la phase externe est huileuse, c'est à dire qu'on est en présence d'une émulsion huile dans eau dans huile (H/E/H). Le pH des solutions est de l'ordre de 6.4, correspondant à l'acidité du polymère utilisé, qui, après sa neutralisation par une solution basique conduit à des solutions relativement neutres.

L'observation des différentes micrographies montre bien la présence d'une émulsion multiple avec une dispersion granulométrique hétérogène et qui est due probablement à l'instabilité de l'émulsion primaire (Fig. 2).

Selon les images obtenues, on remarque bien la présence et la multiplicité des globules encapsulés (formules 1, 2, 3, 4, 5 et 6). Il est à noter que plus la concentration en émulsion primaire augmente (50% à 60%), plus le nombre de gouttelettes encapsulées croit, ce qui est observé pour les émulsions multiples 4, 5, 6 et 7. Cependant, l'hétérogénéité de la distribution granulométrique est peut être due à deux phénomènes. D'une part, l'existence de globules de tailles différentes peut conduire à une coalescence de globules et d'autre part, la présence d'interactions attractives ou répulsives existant entre les deux biopolymères peut être également responsable de l'hétérogénéité des globules. Tous ces phénomènes conduisent à une séparation de phases et l'obtention d'une émulsion primaire. Ce phénomène a été rapporté par Benichou *et al*. [18] qui ont remarqué que lorsque la taille des gouttelettes augmente en raison de la coalescence, il y a une rupture des émulsions multiples.

Le comportement rhéologique des émulsions multiples formulées a été caractérisé à l'aide des courbes d'écoulement. L'établissement de ces courbes à l'équilibre permet de connaître le type de comportement rhéologique et d'en déduire les paramètres caractéristiques. Lors de ce test on étudie la variation de la contrainte de cisaillement en fonction de la vitesse de déformation et on trace la courbe d'écoulement. La figure 3 montre le comportement d'une émulsion multiple prise comme échantillon.

©UBMA - 2013

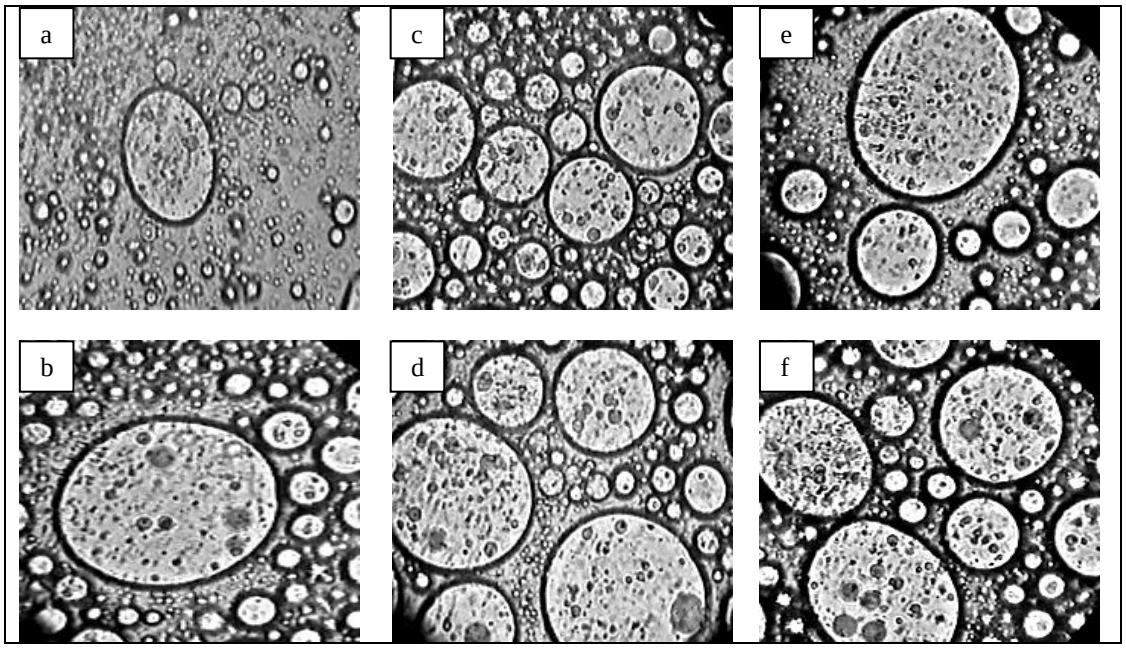


Figure 2. Vues microscopiques des émulsions multiples formulées(a): L1, (b): L2, (c): L3, (d):L4, (e): L5, (f): L6

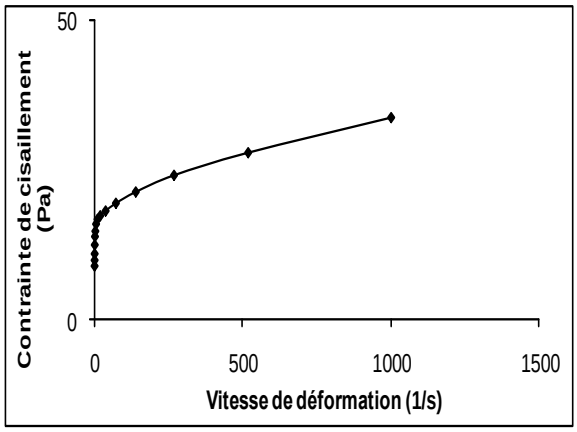


Figure. 3 Courbe d'écoulement d'une émulsion multiple

Pour tous les échantillons étudiés, on a obtenu les mêmes courbes caractéristiques des fluides à comportement plastique. La présence d'une contrainte seuil pourrait traduire la présence de phénomènes complexes qui interviennent lors de la rupture des globules multiples [19]. A l'issue de l'étude de modélisation, on suppose que le modèle qu'on estime le plus représentatif est toujours celui d'Herschel-Bulkely (Eq.1) avec un coefficient de corrélation proche de 1 [20].

$$\tau = \tau_S + K\ D^n \qquad (1)$$

Où τ et D représentent respectivement la contrainte (Pa) et le taux de cisaillement (s^{-1}) et τ_S, la contrainte seuil (Pa). K est une indication de la consistance de l'émulsion et n caractérise le degré de courbure des courbes rhéologiques.
Pour des raisons évidentes de simplicité et de classification, il est intéressant de présenter les courbes d'écoulement de toutes les formulations sous forme de fonctions mathématiques dont les paramètres sont représentatifs des propriétés rhéologiques (Tab. 3).

Tableau 3. Paramètres de modélisation des émulsions multiples $H_1/E/H_2$

	L1	L2	L3	L4	L5	L6
Contrainte seuil τ_c (Pa)	36.60	28.50	44.20	15.70	18.90	21.20
Consistance K	14.60	12.10	23.30	4.20	6.40	7.30

Facteur de corrélation $R^2 = 0.99$

©UBMA - 2013

Les valeurs de n (Eq.1) sont relativement élevées, elles varient entre 0.7 et 0.9. Ces valeurs de n (< 1) sont caractéristiques du comportement rhéofluidifiant des émulsions [20]. Selon les valeurs de la contrainte seuil enregistrées, on peut dire qu'une augmentation de la concentration en agent lipophile contribue à l'augmentation de la viscosité des émulsions par l'élaboration d'un film interfacial rigide, suite à la formation de micelles dans la phase continue à partir d'un excès d'émulsifiant (>3%). Ces micelles emprisonnent le liquide dispersant et modifient le rapport entre la phase dispersée et la phase continue, ce qui engendre une augmentation de la consistance et par la suite la viscosité ; ceci est observé pour les émulsions 2.4 et 6 qui renferment la même quantité en agent lipophile. D'autre part, toute augmentation de la contrainte seuil mène à une augmentation de l'indice de consistance K, en fonction de la concentration en agent lipophile [21]. L'émulsion L3 est la plus consistante, elle contient le maximum de xantahne et de caséinate de sodium. Par contre, l'émulsion L4 est la moins consistante, elle contient la même quantité de xanthane que L3 mais la moitié de la concentration en caséinate de sodium.

La stabilité des émulsions multiples a été examinée durant une période de un mois à une température ambiante (25°C) pour examiner l'influence de la durée de stockage [22]. La stabilité a été appréciée dans une éprouvette, par l'observation à intervalles réguliers, de la sédimentation, du crémage, et de la séparation des phases (Tab. 4). Selon les résultats obtenus, on remarque que l'émulsion double L3 est restée stable pendant 1 mois à 25°C. Pour les autres émulsions, une durée de stabilité de 15 jours était enregistrée pour les formulations L1 et L2. Cependant pour les formulations L4, L5 et L6, la stabilité n'a pas excédé 10 jours.

Tableau 4. Stabilité des émulsions multiples

Formulations	L1	L2	L3	L4	L5	L6
Stabilité	> 15 jours	> 15 jours	> 1 mois	10 jours	10 jours	10 jours

On mentionne que l'émulsion 3 diffère par la quantité d'agent tensioactif lipophile existant dans la phase huileuse (1%) et une quantité d'émulsion primaire de 60%. Ce résultat peut être dû aux interactions attractives existantes entre le caseinate et le Dehymuls E et qui conduisent à la réduction notable de la tension interfaciale particulièrement aux faibles concentrations en tensioactif lipophile, où toute la quantité est adsorbée au niveau de l'interface. D'autre part, si la quantité en agent lipophile augmente, on assiste à une saturation du film interfacial de molécules tensioactives.

De ce fait, cette accumulation de tensioactif conduit à la création des interactions répulsives entre les molécules inadsorbées de Dehymuls E et le caseinate déjà adsorbé au niveau de l'interface H/E et qui vont déplacer ces dernières de façon à déstabiliser l'émulsion. Il faut reconnaître que cette durée de stabilité reste insuffisante pour des applications industrielles des émulsions multiples. La stabilité sur le long terme (plusieurs mois) des émulsions multiples est un des problèmes majeurs de ces formulations à l'heure actuelle.

4. CONCLUSION

En utilisant une protéine comme tensioactif hydrophile, on a obtenu des émulsions primaires H/E relativement stables. Ces émulsions ont été encapsulées dans une phase huileuse en présence d'un tensioactif lipophile, ce qui a conduit à l'obtention d'émulsions doubles H/E/H comme l'ont confirmé les mesures conductimétriques.

Ainsi, les émulsions multiples stabilisées par du caseinate de sodium et du xanthane présentent un comportement indépendant du temps, avec une granulométrie relativement variée. Cette hétérogénéité est probablement due à l'instabilité des émulsions primaires.

La stabilité des émulsions doubles est liée donc directement à la présence des interactions attractives ou répulsives entre les deux biopolymères utilisés, à savoir le caséinate de sodium et la gomme xanthane. De ce fait, il est nécessaire d'éviter ces interactions en choisissant les concentrations des constituants de l'émulsion, ainsi l'augmentation de la quantité d'huile avec la diminution de la concentration en xanthane permet d'éviter toutes les interactions qui engendrent la déstabilisation des émulsions multiples.

©UBMA - 2013

REFERENCES

[1] Schmidts T., Dobler D., Guldan A-C., Paulus N. & Runkel F., 2010, Multiple W/O/W emulsions-Using the required HLB for emulsifier evaluation, Colloid and Surfaces A., Vol. 372, 48-54.

[2] Florence A.T. & Whitehill D., 1981. Some features of breakdown in water-in-oil-in-water multiple emulsions, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 79, 243-256.

[3] Florence A.T. & Whitehill D., 1985. Stability and stabilization of water-in-oil-in-water multiple emulsions. In: Shah DO, ed. Macro- and Micro-emulsions: Theory and applications, ACS Symposium Series, Vol. 272, 359-380.

[4] Hou W. & Papadopoulos K.D., 1997. W1/O/W2 and O1/W/O2 globules stabilized with Span 80 and Tween 80, Colloids and Surfaces A., Vol. 125, 181-187.

[5] Benichou A., Aserin A. & Garti N., 2004. Double emulsions stabilized with hybrids of natural polymers for entrapment and slow release of active matters, Advances in Colloid and Interface Science, Vol. 108, 29-41.

[6] Benna-Zayani M., Kbir-Ariguib N., Trabelsi-Ayadi M. & Grossiord J.L., 2008. Stabilisation of W/O/W double emulsion by polysaccharides as weak gels, Colloids and Surfaces A., Vol. 316, 46-54.

[7] Chevalier F., Chobert J.M., Popineau Y., Nicolas M.G. & Haertlé T., 2001. Improvement of functional properties of b-lactoglobulin glycated through the Maillard reaction is related to the nature of the sugar, International Dairy Journal, Vol. 11, 145-152.

[8] Fechner A., Knoth A., Scherze I. & Muschiolik G., 2007. Stability and release properties of double-emulsions stabilized by caseinate–dextran conjugates, Food Hydrocolloids, Vol. 21, 943-952.

[9] O'Regan J. & Mulvihill D.M., 2010. Heat stability and freeze thaw stability of oil in water emulsions stabilized by sodium caseinate–maltodextrin conjugates, Food Chemistry, Vol. 119, 182-190.

[10] Hong L., Sun G., Cai J. & Ngai T., 2012. One-step formation of w/o/w multiple emulsions stabilized by single amphiphilic block copolymers, Langmuir, Vol. 28, 2332-2336.

[11] Laugel C., Baillet A., Ferrier D., Grossiord J.L. & Marty J.P., 1998, Incorporation of tripernic derivatives within an O/W/O multiple emulsion: structure and release studies, International Journal of Cosmetic Science, Vol. 20, 183-191.

[12] Yu S.C., Bochot A., Cheron M., Seiller M., Grossiord J.L., Le Bas G. & Duchene D., 1999. Design and evaluation of an original O/W/O multiple emulsion containing natural cyclodextrins as the emulsifier, STP Pharma Science, Vol. 9, 273-277.

[13] Yu S.C., Bochot A., Le Bas G., Cheron M., Mahuteau J., Grossiord J.L., Seiller M. & Duchene D., 2003. Effect of camphor/cyclodextrin complexation on the stability of O/W/O multiple emulsions, International Journal of Pharmaceutics, Vol. 261, 1-8.

[14] Moulai-Mostefa N. & Boumenir A., 2011. Formulation of a stable multiple emulsion via a one step process using surface properties of the mixed emulsifiers, Journal of Dispersion Science and Technology, Vol. 32, 102-108.

[15] Grinberg V.Y. & Tolstoguzov V.B., 1997. Thermodynamic incompatibility of proteins and polysaccharides in solutions, Food Hydrocolloids, Vol. 11, 145-158.

[16] Tolstoguzov V., 2003. Some thermodynamic considerations in food formulation, Food Hydrocolloids, Vol. 17, 1-23.

[17] Dickinson E., Golding M. & Povey J.W.P., 1997. Creaming and flocculation of oil in-water emulsions containing sodium caseinate, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 185, 515-529.

[18] Benichou A., Aserin A. & Garti N., 2007. O/W/O double emulsions stabilized with WPI–polysaccharide conjugates, Colloids and Surfaces A., Vol. 297, 211-220.

[19] Pal R., 2007. Rheology of double emulsions, Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 307, 509-515.

[20] Couarraze G. & Grossiord J-L., 2000. Initiation à la rhéologie, 3ème édition, Tec&Doc. 61p.

[21] Jiao J. & Burgess D.J., 2003. Rheology and stability of water-in-oil-in-water multiple emulsion containing span 83 and tween 80, AAPS Pharmaceutical Science, Vol. 5, 1-12.

[22] Korhonen M., Hellen L., Hirvonen J. & Yliruusi J., 2001. Rheological properties of creams with four different surfactant combinations-effects of storage time and conditions, International Journal of Pharmaceutics, Vol. 221, 187-196.

©UBMA - 2013

Numéro 27 Octobre 2013

Synthèse

Sommaire

La bio-indication de la pollution aquatique par les microalgues (Cas de l'Oued "Bounamoussa" et du Lac des" Oiseaux")
Asma Necib, Houda Rezig & Larbi Boughediri 6

Etude de l'équation de Navier-Stokes stochastique non homogène
Mohamed Lakhdar Hadji 15

Contribution à l'étude de la flore lichénique dans la zéenaie de Bougous (forêt de Ramel Toual) au niveau du Parc National d'El Kala Nord Est Algérien.
Abderachid Slimani, Ali Ahmed Monia Serradj, Tarek Hamel & Clother Coste.....22

Valorisation du laitier granulé et de la poudre de verre dans les bétons autoplaçants (BAP)
Tahar Ali-Boucetta, Mourad Behim & Walid Laifa 30

Etude de la faisabilité d'un composite à matrice cimentaire renforcé de fibres de jute
Souad Menadi, Amar Benazzouk, Omar Douzane, Mouloud Merzoud, Mohamed Fouzi Habita & Thierry Langlet.....40

Impact du déversement direct des eaux usées et de drainage dans la nappe libre de l'Oued Souf et son influence sur la qualité des eaux souterraines
Abdelmalek Drouiche, Salah Chaab & Salim Khechana 50

Formulation des bétons autoplaçants : Optimisation du squelette granulaire par la méthode graphique de Dreux – Gorisse
Fatiha Boumaza - Zeraoulia & Mourad Behim.....63

Modélisation mathématique et numérique d'un capteur stockeur d'énergie solaire
Ammar Abdelli, Hocine Sissaoui, Tidjani Bouchami & Mahièddine Berkani.....73

Administering ketoconazole (25mg/Kg) for 14 days in male wistar rat provokes testicular damage accompanied by changes in testosterone levels and immune function
Kamilia Guedri, Hacène Frih, Aziez Chettoum, Asma Latreche, Leila Sahraoui, Nadia…… Boukhris & Abdelkrim Tahraoui.....82

Interpolation par fonctions B – splines pour le calcul des indices de rétention en programmation de température : application à un mélange de phénols tests séparés sur des colonnes garnies de Tenax – GC modifié
Djelloul Messadi, Mohamed Lotfi Souici & Leila Lourici 89

Caractérisation des émulsions doubles (huile dans eau dans huile) stabilisées avec du caseinate de sodium
Faiza Benaissa & Nadji Moulai Mostefa.....99

Direction des Publications
Université Badji Mokhtar Annaba
BP.12, Annaba 23000, Algérie

www.univ-annaba.dz