

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur Et de La Recherche Scientifique



Université de Ghardaïa

D'ordre :
N° de série:

Faculté des Sciences et Technologie
Département des Sciences et Technologie

Mémoire présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MASTER

Domaine : Science Et Technologie

Filière : Génie Des Procédés

Spécialité : Analyse et Contrôle Qualité

Présenté par :

Boukhoutta Larbi

Chenini Mohamed Yacine

THEME:

**CARACTERISATION DES EAUX USEES URBAINES
DE LA VALLE DE M'ZAB ET ELIMINATION DE LEUR
POLLUTION A L'AIDE DE MATERIAUX A BASE
D'ARGILE**

Jury:

M^f: Arrif Mohamed	maître Assistant A	Univ. Ghardaïa Président
M^f: Oulad Belkhir Chikh	maître Assistant A	Univ. Ghardaïa Examineur
M^{me}: Kerroumia Moulai	maître Assistant A	Univ. Ghardaïa Examinatrice
M^{me}: Zohra Baba Amer	maître de conférences A	Univ. Ghardaïa Promotrice

ANNEE UNIVERSITAIRE: 2016/2017.

DÉDICACES

Je dédie ce modeste travail à :

Celle qui est plus cher que mon âme et mon sang, la lumière de mon chemin,

À ma mère adorée.

Mon cher père, qui m'a toujours encouragé et Soutenu dans mon travail.

Tous mes frères et sœurs.

Toute ma famille.

À tous les enseignants de 'Génie Des Procédés'.

À tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

À Tous mes amis 'd'Analyse et Contrôle Qualité'.

À Tous les amis sans exception.

À toute personne utilisant ce document pour un bon usage.

BOUKHOUITA LARBI

DÉDICACES

Je dédie ce modeste travail en signe de respect et de reconnaissance à :

Ma chère mère.

Mon père.

Tous mes frères et sœurs.

Toute ma famille.

Tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin dans ma formation.

Tous mes amis d'Analyse et Contrôle Qualité.

Tous les amis sans exception.

Chenini Mohamed Yacine

REMERCIEMENT

Au terme de ce modeste travail, Je tiens à exprimer ma profonde gratitude et mes vifs remerciements tout d'abord :

ALLAH le tout puissant pour m'avoir donné la santé, le courage Et la volonté d'étudier, et la force de réaliser ce travail.

Mon Encadreur : M^{me}. Zohra BABA AMER maître de conférences à l'université de Ghardaïa, pour ses orientations, ses précieux conseils et sa contribution dans l'élaboration de ce travail.

Je tiens également à remercier :

Mr.ARRIF chef de département des sciences et technologies.

J'exprime ma gratitude à mon enseignante : M^{me} Kerroumia MOULAI malgré leur occupation, m'a bénéficié de leur conseils et critiques judicieux.

J'exprime ma gratitude à mon enseignant : M^r. Mohamed AGOUN

*Aux membres du jury qui ont daigné laisser leurs multiples occupations pour se donner la peine d'examiner ce travail, nous leur sommes infiniment reconnaissants. Leurs critiques et suggestions contribueront certainement à rehausser la valeur scientifique de
Ce travail.*

Tous mes enseignants du Département Génie Des Procédés.

Mes vifs remerciements vont à l'égard du personnel de l'A.D.E.

Tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin dans l'élaboration de ce travail.

MERCI

SOMMAIRE

Liste des figures	
Liste des photos	
Liste des tableaux	
Abréviation	
Introduction générale.....	2

Chapitre I Généralités sur les eaux usées

I.1. Présentation de la Wilaya de Ghardaïa.....	4
I.2. Définition.....	5
I.3. Origine et composition des eaux usées.....	5
I.3.1. Les eaux usées domestiques	5
I.3.2. Les eaux industrielles	5
I.3.3. Les eaux agricoles	5
I.3.4. Les eaux pluviales	6
I.4. Généralités sur le traitement des eaux usées.....	6
I.4.1. Étapes de traitement.....	6
I.4.2. Les prétraitements	6
I.4.3. Les traitements primaires	6
I.4.4. Le principe du traitement physico-chimique	7
I.4.5. Les traitements secondaires	7
I.4.6. Le principe du traitement biologique	7
I.4.7. Traitement tertiaire ou les traitements complémentaires.....	8

Chapitre II : Généralités sur les argiles

1. Généralités sur les argiles

II.1. Introduction.....	10
II.2. Définition	10
II.3. Domaine d'études	11

II.4.Argile et environnement	13
II.5.Propriétés des argiles	15
II.6.Structure cristalline des argiles	15
II.7.Classification des minéraux argileux	16
II.8. Propriétés des minéraux argileux	17
II.8.1. Degré d'hydratation	17
II.8.2.Capacité d'échange cationique	18
II.8.3.Charge des surfaces argileuses	18
II.8.4.Surface spécifique des argiles	18
2. Généralités sur le procédé d'adsorption	
II.2. 1. Introduction	20
II. 2. 2. Définition du phénomène d'adsorption	20
II. 2. 2.1. Définition de la biosorption	21
II. 2. 3. Les type d'adsorption	21
II. 2. 3.1. Physisorption	21
II. 2. 3.2. Chimie sorption	22
II. 2. 4. Description du mécanisme d'adsorption	23
II. 2. 5. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption.....	23
II. 2. 6. Isothermes d'adsorption.....	24
II. 2. 6.1. Notion et types d'isothermes d'adsorption.....	24
II. 2. 6.2. Modélisation des isothermes d'adsorption.....	26
II. 2. 6.2.1. Le modèle simple de langmuir.....	26
II. 2. 6.2.2. Le modèle simple de Freundlich	27
II. 2. 6.2.3. Le Modèle de Temkin.....	28
II. 2. 6.2.4. Modèle de Dubinin- Radushkevich.....	28

Chapitre III Matériels et Méthodes

III.1.Introduction.....	32
III.2.Purification de l'argile locale.....	33
III.2.1.Analyse granulométrique de la bentonite brute	33
III.2.2.Mode opératoire.....	33

III.2.2.1. Broyage et tamisage	34
III.2.2.2. Destruction de la matière indésirable	34
III.2.2.3. Sédimentation et récupération de l'argile	34
III.3. Prélèvement, échantillonnage et analyse	35
III.3.1. Préparation de mélange (Eau et l'argile)	35
III.3.2. Méthode de prélèvement et de conservation de l'échantillon	35

Chapitre IV : Résultats et Discussions

IV-1. Résultat et Discussion avant traitement par l'argile	52
IV-2. Résultats et Discussions de traitement par l'argile (brute/ purifiée)	53
IV.2.1. La température	56
IV.2.2. Turbidité	56
IV.2.3. Odeur	56
IV.2.4. Potentiel hydrogène (pH)	57
IV.2.5. Conductivité électrique (CE)	58
IV.2.6. Résidus sec (R.S)	59
IV.2.7. Magnésium (Mg^{2+})	60
IV.2.8. Calcium (Ca^{2+})	61
IV.2.9. Les Ortho-Phosphates ($P-PO_4^{-}$)	62
IV.2.10. fer (Fe^{2+})	63
IV.2.11. Nitrates (NO_3^{-})	64
IV.2.12. Sulfate (SO_4^{2-})	65
IV.2.13. L'azote ammoniac ($N-NH_4^{+}$)	66
IV.2.14. DBO	67
IV.3 La comparaison	68
Conclusion générale	70
Références Bibliographiques	72
Annexe	76

Liste des figures

Numéro	Titre	Page
Figure 1	Situation géographique de la wilaya de Ghardaïa.	4
Figure 2	Domaines d'études des argiles.	12
Figure 3	Rôle des argiles dans l'environnement.	13
Figure 4	Adsorption et absorption.	14
Figure 5	Rôle des argiles dans la migration des éléments traces.	14
Figure 6	Transport des éléments traces par les colloïdes.	15
Figure 7	Structure octaédrique et tétraédrique des couches d'argiles.	16
Figure 8	Phénomène d'adsorption.	20
Figure 9	Etapas décrivant le phénomène d'adsorption.	21
Figure 10	Schéma de l'adsorption physique.	23
Figure 11	Différentes formes des isothermes d'adsorption.	25
Figure 12	Situation géographique (Google earth, 2013).	32
Figure 13	Variation de pH après traiter Par argile (brute/ purifiée).	57
Figure 14	Variation de CE après traiter Par argile (brute/ purifiée).	58
Figure 15	Variation de Résidus sec après traiter Par argile (brute/ purifiée).	59
Figure 16	Variation de Magnésium (Mg^{2+}) après traiter Par argile (brute/ purifiée).	60
Figure 17	Variation de Calcium (Ca^{2+}) après traiter Par argile (brute/ purifiée).	61
Figure 18	Variation de Phosphate (PO_4^{3-}) après traiter Par argile (brute/ purifiée).	62
Figure 19	Variation de Fer (Fe^{2+}) après traiter Par argile (brute/ purifiée).	63
Figure 20	Variation de Nitrate (NO_3^-) après traiter Par argile (brute/ purifiée).	64
Figure 21	Variation de Sulfate (SO_4^{2-}) après traiter Par argile (brute/ purifiée).	65

Figure 22	Variation de Ammonium (NH_4^+) a près traiter Par argile (brute/ purifiée).	66
Figure 23	Variation de DBO après traiter Par argile (brute/ purifiée).	67

Liste des photos

Numéro	Titre	Page
photo 1	Oued M'Zab.	32
Photo2	pH mètre.	37
Photo3	Conductivité électrique.	38
photo 4	Four à moufle.	39
photo 5	Creuset en platine contenant les résidus secs.	39
photo 6	Filtration de 100 ml d'eau.	40
photo 7	Dosage du calcium.	43
photo 8	Dosage des chlorures.	44
photo 9	Spectrométrie à flamme.	46
Photo10	Photomètre UV.	46
Photo11	DBO mètre.	47
Photo 12	Comparaison des turbidités des eaux avant et après traitement.	56

Liste des tableaux

Numéro	Titre	Page
Tableau (1)	La classification des principaux groupes de minéraux argileux et de leurs espèces.	17
Tableau (2)	Principales différences entre la physisorption et la chimie sorption.	22
Tableau (3)	Classification de l'eau selon la conductivité électrique.	37
Tableau (4)	Relation entre la conductivité électrique et la minéralisation globale	40
Tableau (5)	Classification de l'eau selon la dureté	41
Tableau (6)	Analyses d'eau prélevée avant traitement par argile.	52
Tableau (7)	Analyses d'eau prélevée après 3 jours de traitement par argile.	53
Tableau (8)	Analyses d'eau prélevée après 9 jours de traitement par argile.	54
Tableau (9)	Analyses d'eau prélevée après 6 jours de traitement par argile.	55

Liste des abréviations

Abréviation	Signification
ADE	Algérienne Des Eaux
ANRH	Agence Nationale des Ressources Hydrauliques
CE	Conductivité électrique
DBO₅	Demande Biologique en Oxygène de cinq jours
DCO	Demande Chimique en Oxygène
EDTA	Ethylène Diamine Tétra Acétique
FAO	Food and Agricultural Organisation
MES	Matière En Suspension
NTU	Néphélométrie Turbidité Unit
OMS	Organisation Mondiale de la santé
ONA	Office National d'Assainissement
Ph	Potentiel d'Hydrogène
R.S	Résidus Secs
TAC	Titre Alcalimétrique Complet
TH	Titre Hydrométrique
MO	matière organiques
T°	Température
T : O	Couche Tétraédrique et Couche Octaédrique
T : O : T	Deux Couches Tétraédriques et Couche Octaédrique
C°	Degré Celsius
µ.S / cm	Micro Siemens par centimètre



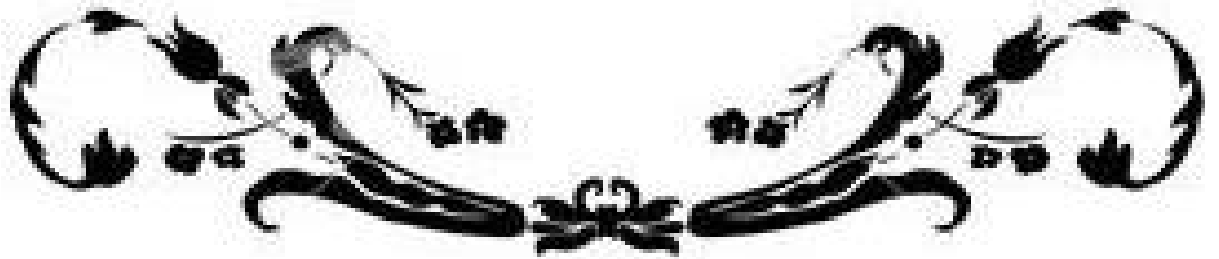
Partie Théorique





Introduction

Générale



Introduction générale

Le traitement des eaux usées en Algérie s'oriente depuis quelques années vers des Techniques plus économiques et plus soucieuses de la préservation de l'environnement.

Les argiles qui ont des propriétés hydrophobiques et organophyliques très importantes; ainsi qu'un bon pouvoir adsorbant font d'eux des matériaux qui se prêtent bien aux traitements des eaux usées.

L'eau est une ressource vitale pour l'homme et sa santé et son développement, mais à cause de l'accroissement de sa consommation par les individus et des problèmes de pollution, celle-ci est engendrée principalement par le rejet des eaux usées d'une manière anarchique et sans traitement, ceux qui contribuent considérablement à la contamination de la nappe phréatique et à l'accroissement de sa remontée, on doit obligatoirement pensé à une épuration de ces eaux. C'est pour cela que, depuis l'antiquité, les hommes ont mise en place, des systèmes d'assainissement.

L'argile dans la région du sud-est est une matière première très abondante, son Utilisation dans l'épuration des eaux usée va nous permettre non seulement de réduire le coût d'épuration mais aussi de contribuer à la préservation de l'environnement.

L'utilisation d'un matériau local, tel que l'argile, pour traitement d'eau usée est une technique prometteuse pour l'épuration de cette eau comme une alternative.

Ce travail se divise en deux parties:

- ❖ La première partie (parte théorique) relative à la généralité sur l'argile, et la méthode de traitement par l'argile.
- ❖ La deuxième partie est (partie pratique) est divisé en deux chapitres le premier chapitre matériels et méthode, et le deuxième chapitre est les résultats et Discussion.

Enfin une conclusion générale reflétant les résultats de ce travail.



Chapitre I
Traitement Des
Eaux Usées



I.1. Présentation de la Wilaya de Ghardaïa

La wilaya de Ghardaïa se situe dans la zone septentrionale du Sahara Algérien. Elle se situe à 600 km au sud d'Alger. Elle est limitée.

- Au Nord par les wilayas de Laghouat et Djelfa.
- Au Sud par la wilaya de Tamanrasset.
- A l'Est par la wilaya d'Ouargla.
- A l'Ouest par les wilayas d'Adrar et d'El-Bayad.

La population de la wilaya est estimée de 405 015 habitants, soit une densité de peuplement de 4,70 habitants au km².

Pour une superficie de 86 105 km², la wilaya est constituée de 13 communes regroupée dans 9 daïras (ANRH, 2010).

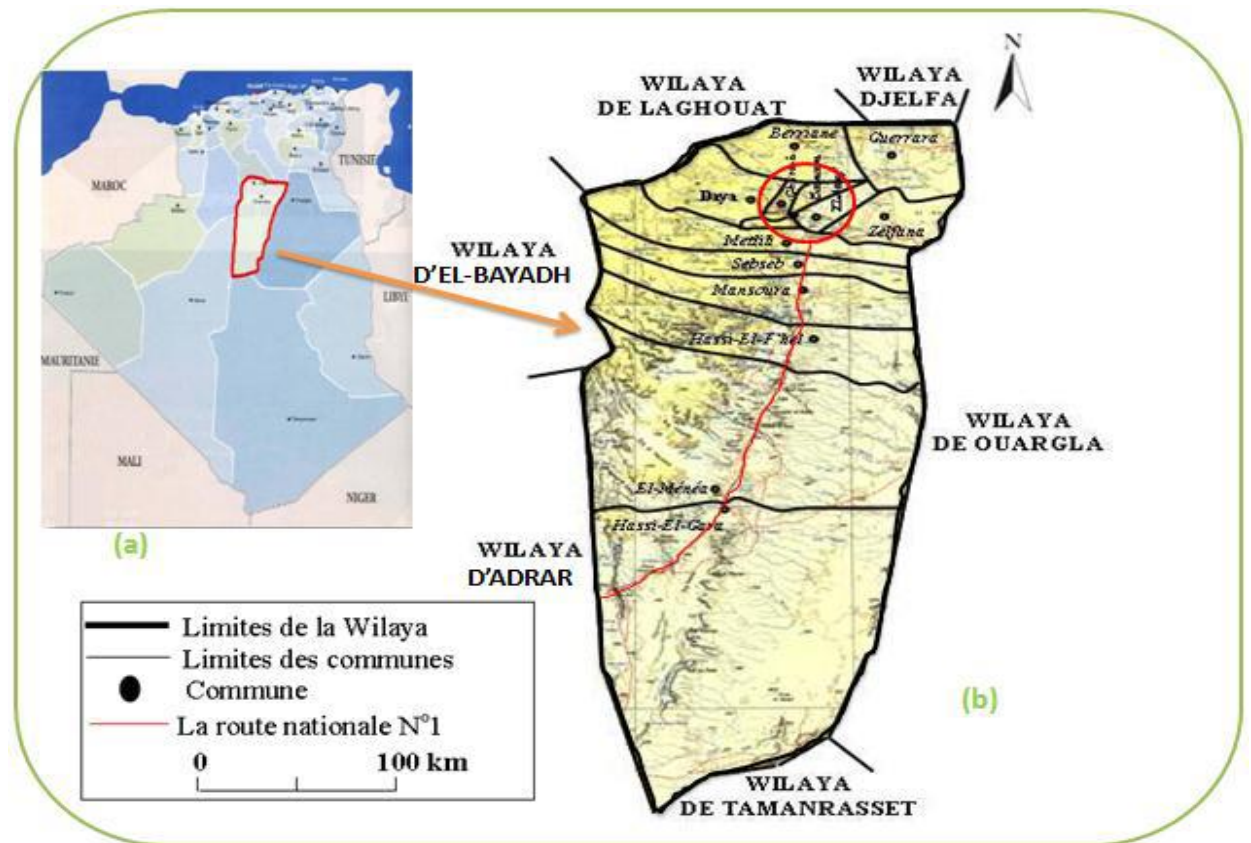


Figure 1 : Situation géographique de la wilaya de Ghardaïa.

Généralités sur les eaux usées

I.2. Définition

Les eaux usées sont fréquemment appelées eaux d'égout. Il s'agit d'eaux qui ont été utilisées pour le lavage et le nettoyage par chasse d'eau dans les maisons, ou encore certains procédés de fabrication. Les eaux usées sont constituées d'eau à 99 %, le reste étant composé de matières de vidange, de déchets organiques et de détergents.

Une personne consomme en moyenne 150 à 200 litres d'eau potable par jour. Une fois utilisée, elle devient de l'eau usée [1].

I.3. Origine et composition des eaux usées

Suivant l'origine des substances polluantes on distingue quatre catégories d'eaux usées :

I.3.1. Les eaux usées domestiques

Elles proviennent des différents usages domestiques de l'eau. Elles sont essentiellement porteuses de pollution organique. Elles se répartissent en eaux ménagères, qui ont pour origine les salles de bains et les cuisines et sont généralement chargées de détergents, de graisses, de solvants, de débris organiques, ...etc. Les eaux de vannes sont les rejets des toilettes, chargés de diverses matières organiques azotées et de germes fécaux.

I.3.2. Les eaux industrielles

Elles sont très différentes des eaux usées domestiques. Leurs caractéristiques varient d'une industrie à l'autre. En plus des matières organiques azotées ou phosphorées, elles peuvent également contenir des produits toxiques, des solvants, des métaux lourds, des micropolluants organiques ou des hydrocarbures.

I.3.3. Les eaux agricoles

L'agriculture est une source de pollution des eaux car elle apporte les engrais et les pesticides.

I.3.4. Les eaux pluviales

On entend par eaux pluviales, les eaux issues du ruissellement des toitures, des terrasses, Des parkings et des voies de la circulation. Leur destination est le milieu naturel [1].

I.4.Généralités sur le traitement des eaux usées

En général, le traitement des eaux usées se fait en plusieurs étapes. Ce traitement a pour objectif de débarrasser l'eau de certaines matières organiques, matières solides, nutriments, Organismes pathogènes et autres polluants, ou d'en réduire la quantité, avant d'être rejetées dans l'environnement ou réutilisée.

I.4.1. Étapes de traitement

La dépollution des eaux usées nécessite une succession d'étapes faisant appel à des traitements physiques, physico-chimiques et biologiques. En dehors des plus gros déchets présents dans les eaux usées, l'épuration doit permettre, au minimum, d'éliminer le majeur parti de la pollution carbonée.

Selon le degré d'élimination de la pollution et les procédés mis en œuvre, trois niveaux de traitement sont définis.

Il existe plusieurs filières, mais le choix d'un procédé de traitement doit être adéquat du point de vue climatique, des applications attendues et de l'investissement. Les différents procédé nécessitent un ensemble cohérent d'étapes [2].

I.4.2. Les prétraitements

De traitements effectués après des prétraitements tels que le dégrillage, le dessablage et le dégraissage. Parmi ces filières, on trouve :

I.4.3. Les traitements primaires

Regroupent les procédés physiques ou physico-chimiques visant à éliminer par décantation une forte proportion de matières minérales ou organiques en suspension. A l'issue du traitement primaire, seules 50 à 60 % des matières en suspension sont éliminées. Ces traitements primaires ne permettent d'obtenir qu'une épuration partielle des

eaux usées. Ils ont d'ailleurs tendance à disparaître en tant que seul traitement, notamment lorsque l'élimination de la pollution azotée est requise. Pour répondre aux exigences réglementaires, une phase de traitement secondaire doit être conduite.

I.4.4. Le principe du traitement physico-chimique

Utilisation d'adjuvants chimiques pour éliminer les matières en suspension. Il comporte une phase de coagulation (agglomération des colloïdes par addition par exemple de sels de fer ou d'aluminium), une phase de floculation et une phase de décantation pour assurer la séparation entre solide et liquide suite à l'injection des agents flocculant tel le charbon actif en poudre. Ces traitements acceptent les variations brutales de charges polluantes, mais ils sont très coûteux en exploitation selon les adjuvants chimiques utilisés.

I.4.5. Les traitements secondaires

Recouvrent les techniques d'élimination des matières polluantes solubles (carbone, azote, et phosphore). Ils constituent un premier niveau de traitement biologique. Pour satisfaire à la réglementation actuelle, les agglomérations de plus de 2 000 équivalents-habitants devront être raccordées à des stations d'épuration permettant traitement secondaire des eaux usées. Le traitement secondaire est donc désormais le niveau minimal de traitement qui doit être mis en œuvre dans les usines de dépollution.

I.4.6. Le principe du traitement biologique

Il permet la biodégradation des matières Organiques des eaux usées grâce à des bactéries aérobies ou anaérobies dans des systèmes

Suivants:

- **Système intensif** : à cultures fixes telles que les lits bactériens et les disques biologiques ou accultures libres telles que les boues activées.
- **Système extensif** : dont le plus répandu et le plus classique est le lagunage surtout dans les pays à climat chaud et où le terrain est disponible à coût raisonnable. Il consiste en un lent écoulement de l'affluent dans un ou plusieurs réservoirs plus ou moins profonds.

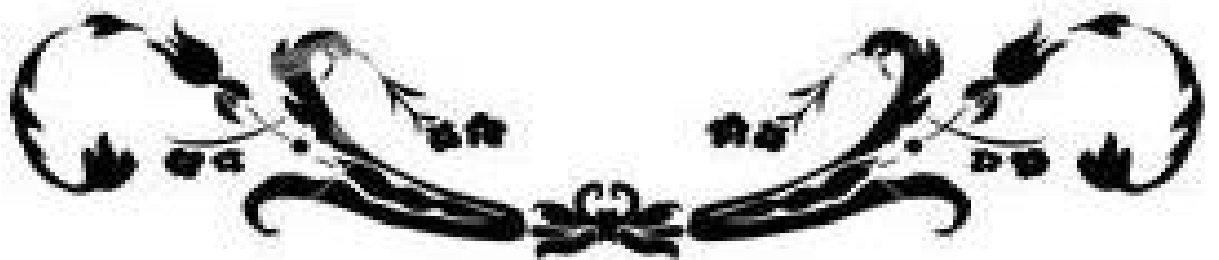
I.4.7. Traitement tertiaire ou les traitements complémentaires

Dans certains cas, des traitements tertiaires sont nécessaires. On retrouve le traitement par: Désinfection, dénitrification, déphosphatation notamment lorsque l'eau épurée doit être rejetée en milieu particulièrement sensible.

À titre d'illustration, les rejets dans les eaux de baignade, dans des lacs souffrant d'un phénomène d'eutrophisation ou dans des zones d'élevage de coquillages sont concernés par ce troisième niveau de traitement. Les traitements tertiaires peuvent également comprendre des traitements de désinfection. La réduction des odeurs peut encore être l'objet d'attentions particulières [3].



Chapitre II
Généralité sur
les argiles



1. Généralités sur les argiles

II.1. Introduction

L'argile est une matière première utilisée depuis la plus haute antiquité. Le mot argile vient du grec "argilo" dérivé de "Argos" qui veut dire blanc, ou du latin "argilo" ; c'est la couleur du matériau utilisé en céramique qui a conduit les anciens à lui donner ce nom [4].

Le mot argile peut être défini par les géologues comme étant une particule dont la dimension est inférieure à 4 micromètres quel que soit sa nature minéralogique, ou comme étant un minéral de la famille des phyllo silicates (silicates en feuillets). Ils sont à l'origine de l'altération par l'eau des autres silicates, mis à part le quartz. Les minéraux argileux sont alors des phyllo silicates hydratés de petite taille [5].

Tous les minéraux argileux ne sont pas des phyllo silicates (quartz, feldspath), ni même des silicates (oxydes) [6].

Les argiles sont généralement cristallisées, même si des argiles amorphes existent (allophanes dans les sols développés sur substrat volcanique ou andosols).

On trouve les minéraux argileux très fréquemment dans les sols et les roches sédimentaires. Tandis que les minéraux comme les illites ou les chlorites sont fréquents dans la fraction situés des roches magmatiques et métamorphiques. Dans les ouvrages de référence, il existe différentes propositions de définitions. Par exemple, Eslinger et Paver [7], définissent les argiles comme un minéral qui domine dans la fraction fine < 2 microns des roches et des sols. Par contre, en (1989) Weaver groupe tous les minéraux phyllo silicatés sans aucune connotation de taille et propose d'utiliser le terme de " physis " pour éviter les confusions [8].

II.2. Définition

Les argiles, ou roches argileuses sont un mélange de minéraux et d'impuretés cristallines. Souvent hydratés, de forme lamellaire ou fibreuse. Telles que les argiles sableuses, les argiles calcaires ou marnes et les argiles bitumeuses [4].

Le terme "ARGILE" désigne non seulement une formation rocheuse, mais définit aussi un domaine granulométrique comprenant des particules minérales dont le diamètre des grains est inférieur à deux micromètres (< 2 μ .m) [9].

L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par :

- Leur abondance dans la nature,
- L'importance des surfaces qu'elles développent,
- La présence de charges électriques sur ces surfaces,
- L'échangeable des cations inter foliaires responsables de l'hydratation et du gonflement, ce qui confèrent à ces argiles des propriétés hydrophiles.

L'argile brute est constituée généralement d'un composant minéral de base (kaolinite, montmorillonite, etc...) et de certaines impuretés.

Les impuretés sont constituées de :

- Oxydes et hydroxydes de silicium : (le quartz et la cristobalite).
- Minéraux ferrifères : l'hématite Fe_2O_3 , la magnétite Fe_3O_4 .
- Carbonates : la calcite $CaCO_3$, la dolomite $CaMg(CO_3)_2$.
- Oxydes et hydroxydes d'aluminium : La gibbsite $Al(OH)_3$.
- Matières organiques [10].

II3. Domaines d'utilisation des argiles

Selon sa variété, l'argile se révèle être un minéral très utile. On peut ainsi faire des tuiles et briques, des poteries en jouant sur sa capacité de modelage une fois mélangé à l'eau. L'argile sert aussi à la fabrication du ciment. Les argiles apportent aux géologues des informations sur les conditions environnementales (source, condition de formation, diagenèse...). Les ingénieurs pétroliers déduisent les conditions thermiques des gisements (degré de maturation). Les ingénieurs en génie civil s'intéressent aux propriétés des argiles en tant que matériel industriel (réfractaires, matériaux de construction). Les agronomes analysent les propriétés d'hydratation et d'adsorption des argiles pour concevoir les fertilisants (Figure 2).

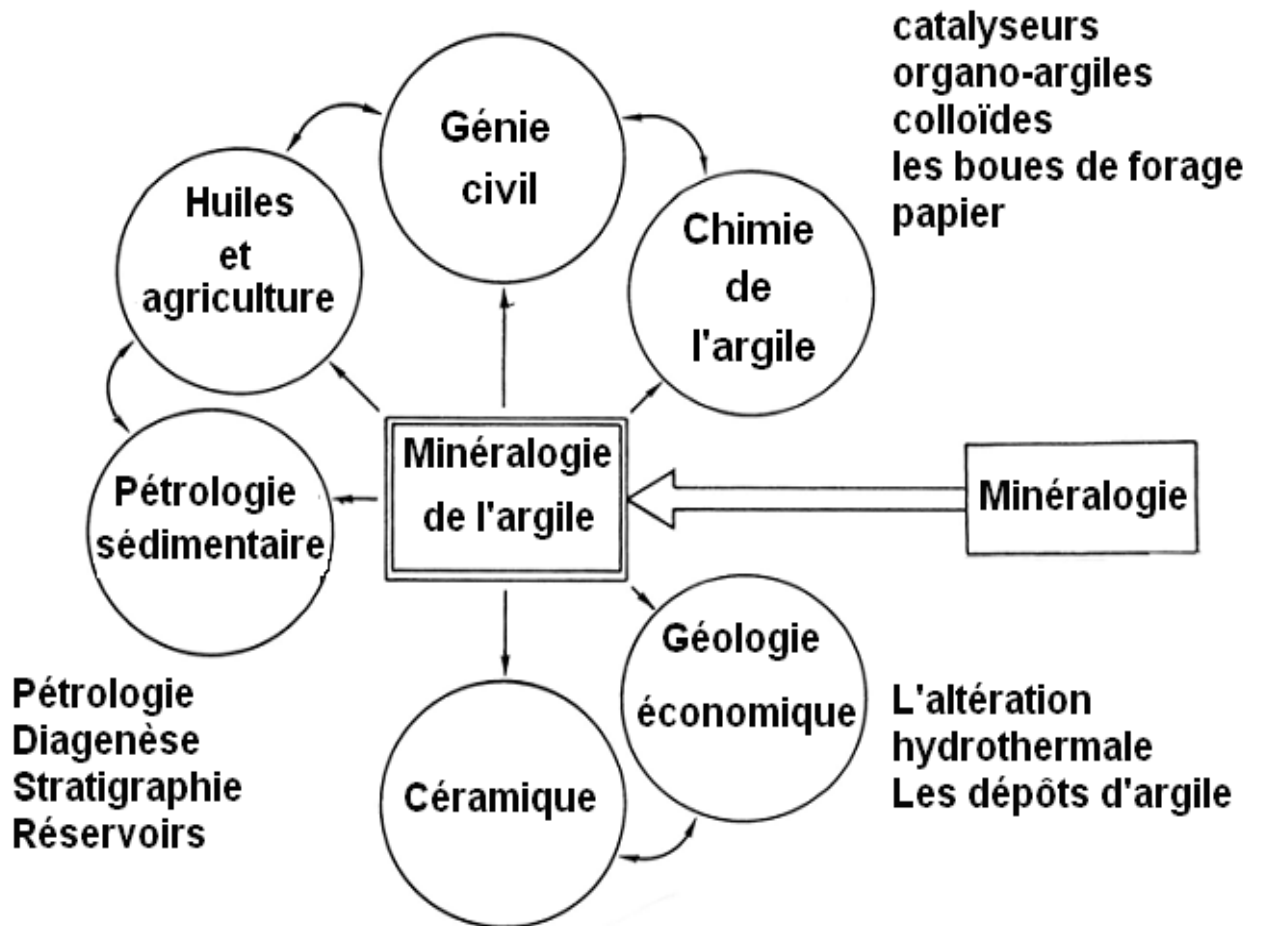


Figure (2) : Domaines d'études des argiles.

II.4. Argiles et environnement

Dans le domaine environnemental, les argiles ont un rôle important dans divers problèmes environnementaux et leur utilisation augmente significativement (figure (2)).

- rôle des argiles dans les sols contaminés dans le transport des isotopes radioactifs et leur réactivité vis-à-vis de ceux-ci (exemple. rétention du ^{137}Cs après l'accident de Tchernobyl).
- rôle vis-à-vis des pesticides et des éléments métalliques dans les sols comme un support solide.
- rôle de barrière d'étanchéité dans les décharges.

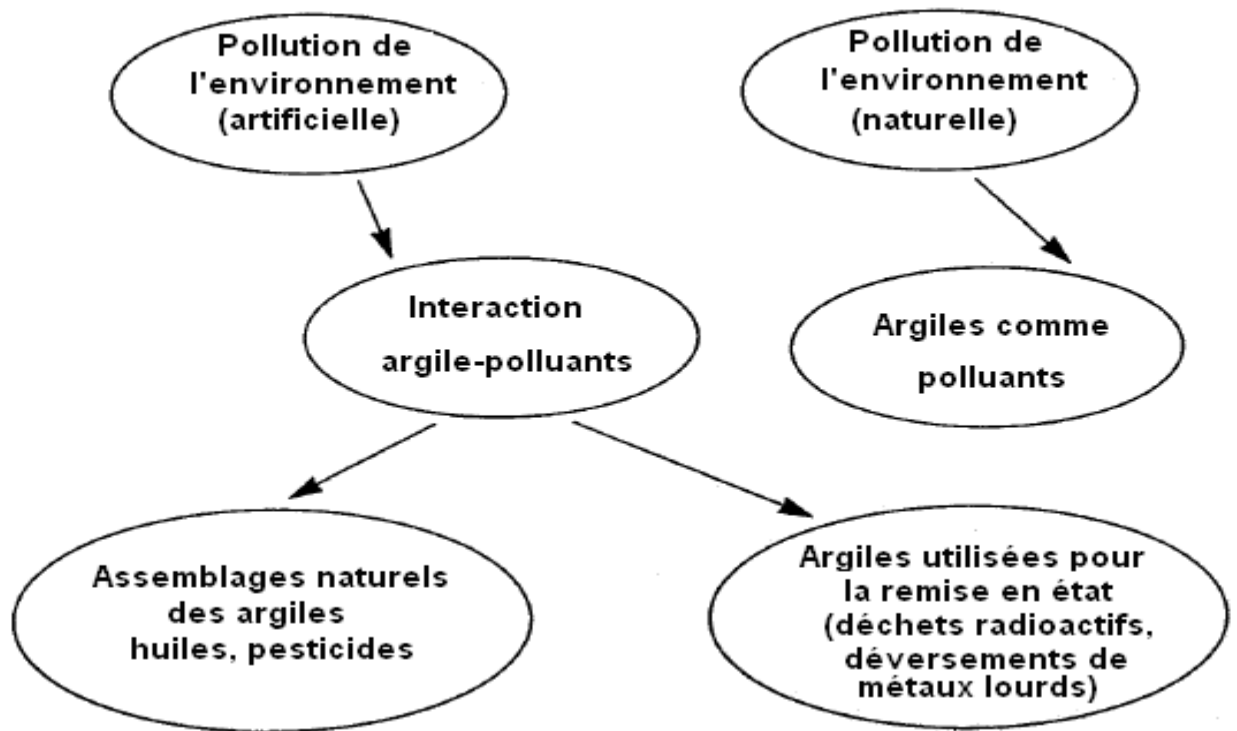
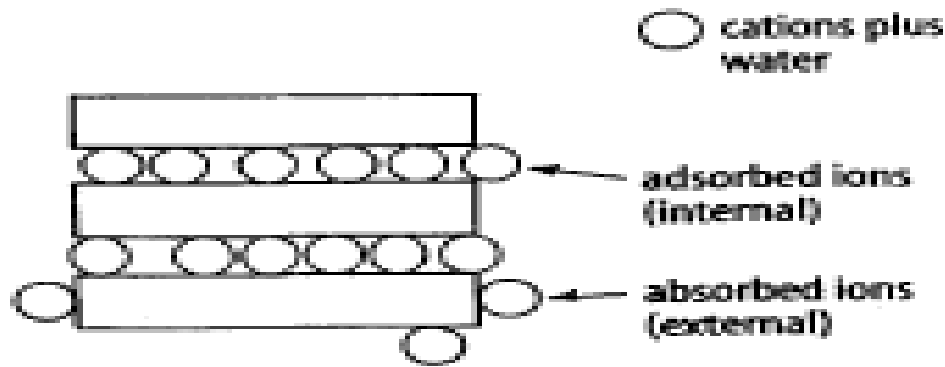


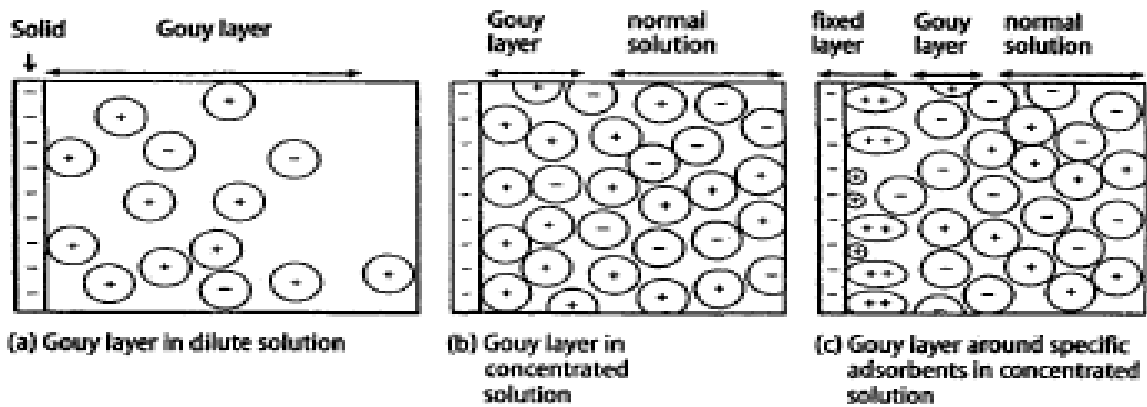
Figure (3) : Rôle des argiles dans l'environnement.

Suite aux propriétés d'adsorption et d'absorption des argiles et leur capacité à former des complexes organon-minéraux (figure 3), ils interviennent dans l'élimination des éléments traces dans les eaux naturelles et dans les sols. Ces éléments peuvent être rapidement piégés par la phase particulaire par des colloïdes, mais l'efficacité du processus dépend des propriétés et de la concentration du polluant et de facteurs environnementaux qui affectent les propriétés de surface des colloïdes. L'adsorption de ces éléments est une accumulation d'espèces chimiques à la surface des argiles, tandis que l'absorption est le processus d'incorporation des polluants dans la structure argileuse. La surface argileuse, étant chargée négativement, est neutralisée par des cations positifs venant de la solution en contact, qui constituent la charge diffuse ou couche de Gouy [11].

S'il s'agit d'une adsorption spécifique, cas où les ions adsorbés sont fortement liés aux argiles, la couche de Gouy devient chargée négativement puisque la couche incorpore des ions. (Figure 4)

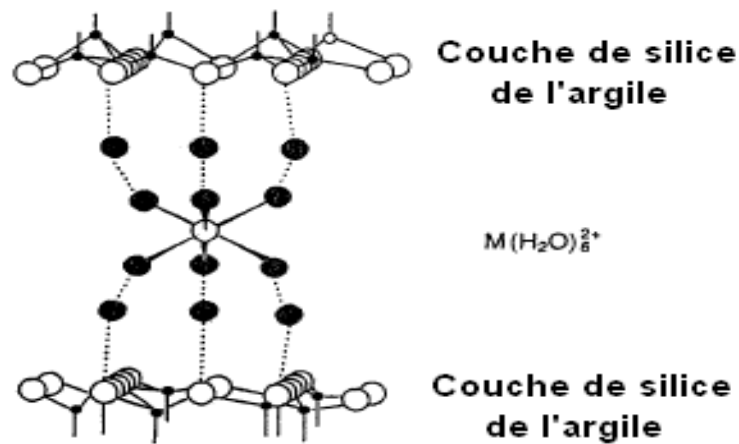


Figure(4): Adsorption et absorption.



Figure(5): Rôle des argiles dans la migration des éléments traces: processus d'adsorption.

La (figure5) montre que le cation métallique garde sa sphère d'hydratation et n'est pas en contact direct avec la surface de l'argile puisque les molécules d'eau et les groupements hydroxyles ne forment pas de liaisons hydrogènes avec les atomes d'oxygènes de la surface de l'argile. Le cation métallique se rapproche donc de l'argile, la liaison devient plus forte vu la perte de la sphère d'hydratation. La réversibilité du processus dépend d'un cation à un autre (taille, charge, degré d'hydratation) et de la nature du minéral et des conditions environnementales. Les propriétés d'adsorption varient selon la nature de l'argile, en particulier selon la capacité d'échange cationique [11].



Figure(6): Transport des éléments traces par les colloïdes.

II.5. Propriétés des argiles

Les propriétés des argiles sont [12, 13,14]:

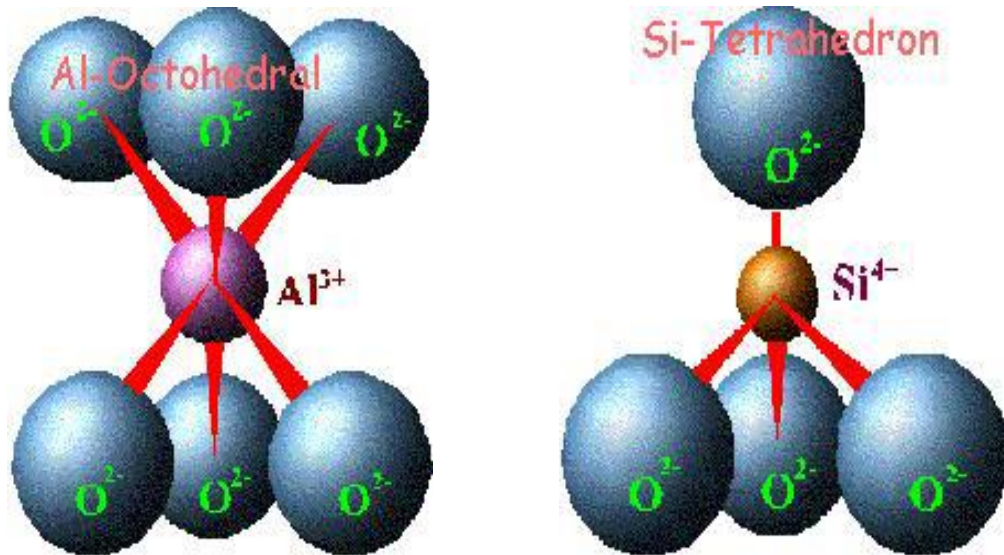
- Les argiles avec leurs faibles tailles confèrent une forte réactivité chimique et physiques ainsi qu'une importante surface de contact.
- Les argiles sont des minéraux aluminosilicates appartenant à la famille des phyllosilicates dont l'unité de base est le feuillet.
- La présence des sels minéraux rend l'argile fortement sensible aux molécules polaires d'eau. Cette sensibilité se traduit par le gonflement, le retrait et le changement des propriétés mécaniques.
- Les argiles ont des propriétés chimiques du fluide hydratant.

II.6. Structure cristalline des argiles

Deux éléments essentiels, le silicium et l'aluminium entourés d'oxygènes et d'hydroxyles, constituent le réseau cristallin fondamental.

Le silicium occupe le centre d'un tétraèdre et l'aluminium celui d'un octaèdre.

L'accolement de plusieurs tétraèdres ou de plusieurs octaèdres constitue une couche correspondante.



Figure(7): Structure octaédrique et tétraédrique des couches d'argiles.

La superposition des couches tétraédriques et octaédriques forme un feuillet élémentaire séparé souvent par un espace inter foliaire. Cet espace inter foliaire peut être vide, comme il peut renfermer des cations alcalins ou alcalino-terreux et des molécules d'eau. Ces cations peuvent quitter facilement l'espace inter foliaire et être remplacés par d'autres cations [10].

II.7. Classification des minéraux argileux

Les travaux de l'AIPEA (Association Internationale Pour l'Etude des Argiles) (1966-1972) [15] et plus tard, ceux de Pedro [16], ont permis d'aboutir à une classification des argiles (Tableau 1) qui repose sur l'utilisation des critères suivants: la structure et l'épaisseur du feuillet. On distingue ainsi 4 groupes:

❖ **Les minéraux de type 1.1 (feuillet à deux couches ou série Te. Oc) :** Appelés aussi série à 7 Å, correspondent au groupe de la kaolinite.

❖ **Les minéraux de type 2.1 (feuillet à trois couches ou série Te.Oc.Te) :** Appelés aussi série à 10 Å. Les feuillets comportent une couche octaédrique (alumineuse) et deux couches tétraédriques (siliceuses) ; l'épaisseur du feuillet varie de 9.3 à 15 Å. Cette série se divise en deux groupes :

- a) Groupe avec un espace inter foliaire constant, cas des micas $d = 10 \text{ \AA}$ avec des cations K^+ dans l'espace inter foliaire.
- b) Groupe avec un espace inter foliaire qui varie, cas des smic titis et des vermiculites avec $d = 15 \text{ \AA}$.

❖ **Les minéraux de type 2.1.1 (feuillelet à quatre couches ou série Te. Oc. Te. Oc) :**
Appelés aussi série à 14 Å ; ce type comprend une couche d’octaèdre encadrée par deux couches tétraédriques avec un espace inter foliaire constitué par une couche octaédrique et correspondent au groupe du chlorite $d = 14 \text{ \AA}$.

❖ **Minéraux inter stratifiés:** Un minéral inter stratifié régulier est formé de l’empilement régulier de différents types de feuillelets de minéraux argileux simples, l’empilement se fait selon des séquences répétitives. Un minéral inter stratifié est considéré comme irrégulier si l’empilement des feuillelets est aléatoire.

Tableau(1) : La classification des principaux groupes de minéraux argileux et de leurs espèces [10].

Groupe de Minéraux Argileux	Espèce Minérale	Structure T = couche de tétraèdre O = couche d’octaèdre
Kaolinites	Kaolinite Halloysite Dickite	Minéraux à 2 couches T-O T-O
Smectites	Montmorillonite Saponite Beidellite	Minéraux à 3 couches T-O-T T-O-T
Illites Vermiculites Micas	Nontronite Illite Vermiculite Muscovite Biotite	↑ H ₂ O , cations
Chlorites	Chlorite	Minéraux à 4 couches T-O-T-O T-O-T-O

II.8. Propriétés des minéraux argileux

Les propriétés particulières des minéraux argileux sont dues à la petite taille des particules, à la structure en feuillelet et à leur charge variable

II.8.1. Degré d’hydratation

Le degré d’hydratation varie d’une famille argileuse à une autre. Certains minéraux argileux ont la capacité d’incorporer dans leur structure des molécules d’eau. Cette eau

modifie la dimension de l'espace inter foliaire en provoquant son gonflement. Ces argiles sont appelées argiles gonflantes qui constituent ainsi une réserve d'eau facilement échangeable. Les smaltites et les vermiculites offrent des capacités d'expansion beaucoup plus importantes que celles des autres espèces argileuses.

II.8.2. Capacité d'échange cationique

Les minéraux argileux peuvent avoir des charges variables induites par des substitutions iso morphiques, pouvant être tétraédrique (Si^{4+} par Al^{3+}) ou octaédrique (Al^{3+} par Fe^{2+} , Mg^{2+} ou bien Mg^{2+} par Li^{+}), créant un déficit de charges positives au sein du cristal. Ce déficit de charges positives au sein de la structure des argiles est compensé par la présence des cations inter foliaires (ex : Na^{+} , Ca^{2+} , ...) liés électrostatiquement aux feuillets, généralement en surface. Ces faibles liaisons permettent à ces cations présents dans le minéral argileux de s'échanger avec les cations de la solution externe. La concentration en cations échangeables est dite capacité d'échange cationique, souvent mesurée en milliéquivalent par 100 grammes d'argile.

II.8.3. Charge des surfaces argileuses

La charge des surfaces argileuses est connue par les travaux de Brindley[17], et Bailey [18]. Cette charge est variable et dépend de la structure du feuillet. Dans le cas de la kaolinite, le feuillet est toujours neutre. Sa capacité d'échange cationique est très faible. Les feuillets adhèrent les uns aux autres par l'interaction des forces de Van Der Waals. Pour les Smectites, le feuillet est chargé négativement à cause des substitutions iso morphiques. Ces argiles ont une capacité d'échange cationique élevée.

Enfin pour l'illite, les feuillets possèdent une charge globale négative, plus élevée que celle des smectites. La différence fondamentale avec les smectites réside dans le fait que les ions compensateurs (potassium) ne sont que très faiblement échangeables ce qui donne une capacité d'échange cationique faible.

II.8.4. Surface spécifique des argiles

C'est la surface des feuillets et de celle de leurs bordures, exprimée en m^2 ou cm^2 par gramme d'argile. La mesure de la surface spécifique présente plusieurs difficultés :

- La disposition ou la superposition des feuillets n'est pas uniforme et ordonnée

pour estimer théoriquement la surface spécifique.

- L'eau adsorbée par l'argile n'est jamais désorbée en totalité. Singe [19], lors de ses expériences d'adsorption d'azote sur les minéraux argileux, mesure une surface spécifique apparente inférieure à la surface réelle. Cette surface apparente croît à mesure qu'on désorbe l'eau contenue dans l'argile.

Pour Caillère et coll. [20], il y a deux types de surfaces qu'on mesure par deux techniques différentes (azote et glycérol ou bleu de méthylène). L'azote présente une faible affinité pour les espaces inter foliaires et mesure par conséquent la surface externe. Le glycérol ou le bleu de méthylène peut au contraire solvater les cations échangeables. On met alors en évidence toutes les surfaces susceptibles d'entrer en contact avec le liquide; c'est la surface totale. La surface interne est calculée par soustraction de la surface externe à la surface totale [10].

2. Généralités sur le procédé d'adsorption

II.2.1. Introduction

Le procédé de séparation par adsorption constitue aujourd'hui une des technologies les plus importantes, elle est largement utilisée pour la dépollution et la purification dans des domaines très variés, par exemple les industries pétrolières, pétrochimiques et chimiques, aux applications environnementales et pharmaceutiques.

Dans ce chapitre nous allons donner quelques généralités sur l'adsorption pour mieux définir l'importance de ce processus, expliquer sa cinétique, ses caractéristiques et les éléments influant l'adsorption. [21].

II.2.2. Définition du phénomène d'adsorption

L'adsorption est un phénomène de surface spontané par lequel des molécules de gaz ou de liquides se fixent sur les surfaces des solides selon divers processus plus ou moins intenses. Le terme surface correspond à la totalité de la surface du solide, surface géométrique pour un solide non poreux, à laquelle s'ajoute pour un solide poreux, la surface interne des pores, accessible aux molécules du fluide. Elle est traduite par une augmentation de la densité du fluide à l'interface des deux phases. Elle peut donc aller de quelques molécules sur la surface, puis une monocouche et jusqu'à plusieurs couches formant une véritable phase liquide, surtout dans les micropores (figure 8).

On appelle « adsorbat » la molécule qui s'adsorbe et « adsorbant » le solide sur lequel s'adsorbe la molécule. Le phénomène inverse par lequel les molécules se détachent est la désorption.

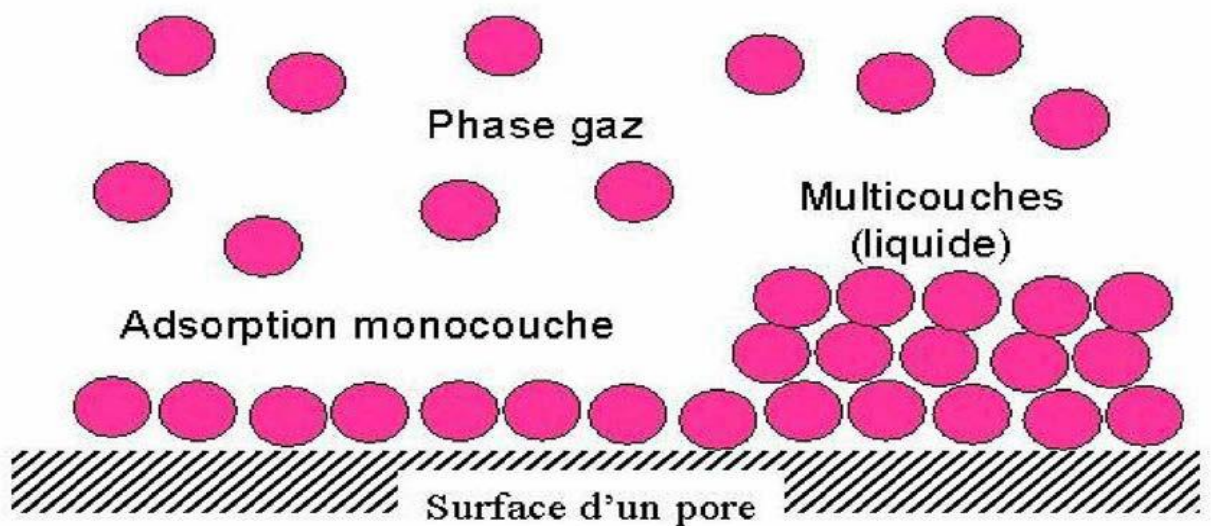


Figure 8: Phénomène d'adsorption.

II.2. 2.1. Définition de la bio sorption

La bio sorption correspond à l'utilisation des matériaux biologiques ayant un grand potentiel de fixation des polluants par adsorption. Elle est considérée comme alternative ou complémentaire aux méthodes conventionnelles et généralement coûteuses, utilisées pour le traitement des effluents contenant des ions métalliques ou des colorants. En effet, la bio sorption des métaux lourds, colorants ou autres composés organiques comme le phénol contenus dans des effluents aqueux est un procédé pas très ancien et qui a montré une grande efficacité dans l'élimination de ces espèces métalliques ou organiques polluantes, utilisant des matériaux naturels comme adsorbants, tels qu'à titre d'exemple, les dérivés de déchets agricoles.

II.2. 3. Les types d'adsorption

Selon les types et la nature des interactions adsorbat-adsorbant ou les forces qui maintiennent les adsorbats sur la surface solide, on distingue deux types d'adsorption: la physisorption et la chimie sorption.

II.2. 3.1. Physisorption

C'est une adsorption de type physique, qui se produit lorsque les forces qui fixent l'adsorbat dans une couche à la surface de l'adsorbant sont du même ordre que les forces de Van der Waals (figure 9).

Ce type d'adsorption se caractérise par :

- La rapidité dans l'établissement de l'équilibre entre la phase adsorbée et la phase fluide.
- Une réversibilité relativement facile et une absence de spécificité.

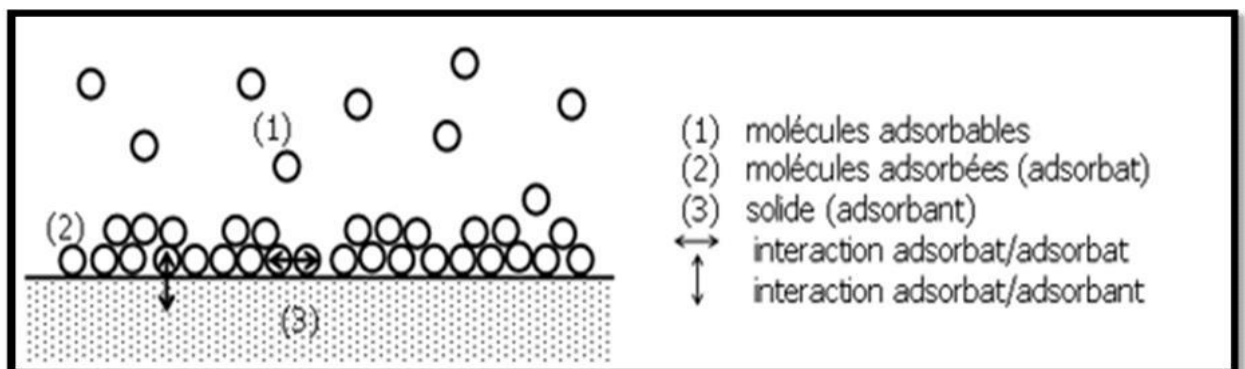


Figure 9: Schéma de l'adsorption physique.

II.2. 3.2.Chimie sorption

C'est une adsorption de type chimique, qui résulte des forces de liaison de nature chimique (nettement supérieures aux forces de Van der Waals) avec mise en commun ou transfert d'électrons; il y a donc des ruptures et des créations des liaisons chimiques en surface entre le réactif et les sites actifs de l'adsorbant. La chimie sorption se caractérise par :

- Un équilibre long à atteindre entre la phase adsorbée et le milieu fluide.
- Une augmentation de la quantité de matière adsorbée avec la température.
- Une chaleur dégagée durant l'adsorption comparable aux chaleurs de réaction (de 40 à 100 kJ/mol), environ 10 fois supérieure à l'adsorption physique.
- La non-réversibilité.
- Une spécificité marquée, dans le sens que sur un adsorbant déterminé se fixent certains adsorbats.

Quand les conditions s'y prêtent, l'adsorption chimique peut assez souvent se superposer à l'adsorption physique.

Tableau (2) : Principales différences entre la physisorption et la chimie sorption.

Propriétés	Physisorption	Chimisorption
Liaison	Force de van der waals	Chimique
Température du processus	Relativement basse	Elevée
Chaleur d'adsorption	1-10 $kcalmol^{-1}$	10-25 $kcalmol^{-1}$
Processus de désorption	facile	Difficile
Cinétique	Très rapide	Lente
Formation de couches	Formation de multicouches	Formation d'une monocouche
Réversibilité	Réversible	Irréversible

II.2. 4. Description du mécanisme d'adsorption

Lors d'un transfert d'une phase liquide contenant l'adsorbat vers une phase solide avec rétention des solutés à la surface du solide appelé adsorbant. L'adsorption peut être décomposée en quatre étapes (**figure 3**):

- **Etape 1** : Transfert de la particule \longrightarrow Très rapide.
- **Etape 2** : Déplacement de l'eau liée jusqu'à être en contact du solide \longrightarrow Rapide.
- **Etape 3** : Diffusion à l'intérieur du solide sous l'influence du gradient de concentration \longrightarrow Lente.
- **Etape 4** : Adsorption dans un micropore \longrightarrow Très rapide.

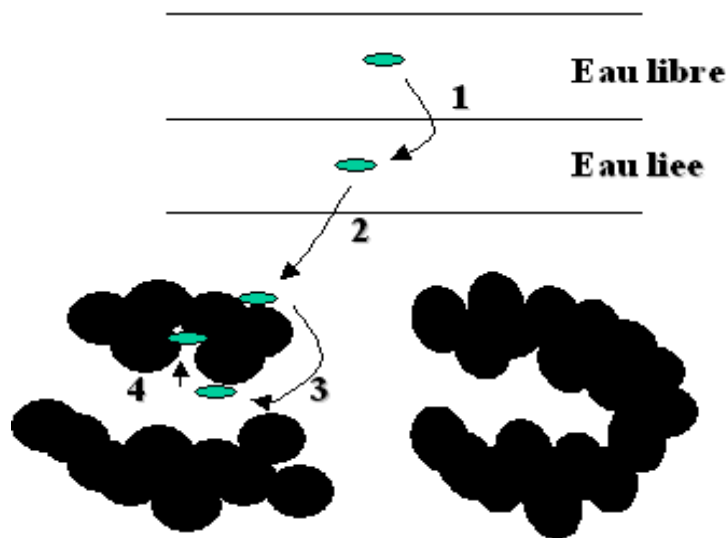


Figure 10: Etapes décrivant le phénomène d'adsorption.

II.2. 5. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption

Plusieurs paramètres influent sur l'adsorption les plus importants, la température, la nature de l'adsorbat et de l'adsorbant.

- **Surface spécifique**: l'adsorption est directement proportionnelle à la surface spécifique.
- **Nature de l'adsorbat**: moins une substance est soluble dans un solvant, mieux elle est adsorbée.
- **pH** : ce paramètre détermine la solubilité d'un constituant dans l'eau et par conséquent sa mobilité qui influe sur son adsorption.

- **Température:** l'adsorption physique est exothermique d'où, les résultats sont meilleurs à froid. Par contre, la chimie sorption est endothermique.
- **La structure de l'adsorbant:** L'adsorption d'une substance croît avec la diminution de la taille des particules et les dimensions des pores de l'adsorbant. Mais si le diamètre des pores est inférieur au diamètre des molécules, l'adsorption de ce composé sera négative, même si la surface de l'adsorbant a une grande affinité pour le composé.
- **La polarité:** les solides polaires adsorbent préférentiellement les corps polaires, et les solides apolaires adsorbent les corps apolaires.

II.2. 6. Isothermes d'adsorption

Comme leurs noms l'indiquent, les isothermes n'ont de sens qu'à une température constante. Elles ne sont pas des modèles dynamiques car elles ne dépendent pas du temps. Les isothermes communément employés sont l'isotherme de Langmuir et l'isotherme de Freundlich et Temkin et Dubinin-Radushkevich. Les isothermes permettent de déterminer la capacité d'adsorption du solide pour un soluté donné ; elles permettent donc de mettre en évidence si une purification est réalisable ou non. Elles permettent également d'estimer approximativement la quantité de solide nécessaire pour atteindre un rendement de traitement. Les isothermes sont des courbes mettant en relation la quantité de polluant adsorbée par unité de masse de matériau (q_e) et la concentration de polluants restant en solution (C_e).

II.2. 6.1. Notion et types d'isothermes d'adsorption

Au bout d'un équilibre d'adsorption, les espèces du soluté qui reste en solution (non adsorbées) sont en équilibre avec les espèces adsorbées à la surface du solide. La représentation de ces points d'équilibre à température constante peut être faite grâce aux isothermes d'adsorption. Dans une isotherme d'adsorption, on représente les quantités adsorbées sur le solide à l'équilibre en fonction des concentrations résiduelles du soluté. Il en résulte différents types d'isothermes, de forme caractéristique du système adsorbant-adsorbat. Ces différents types sont au nombre de cinq et sont représentés par la (figure 11).

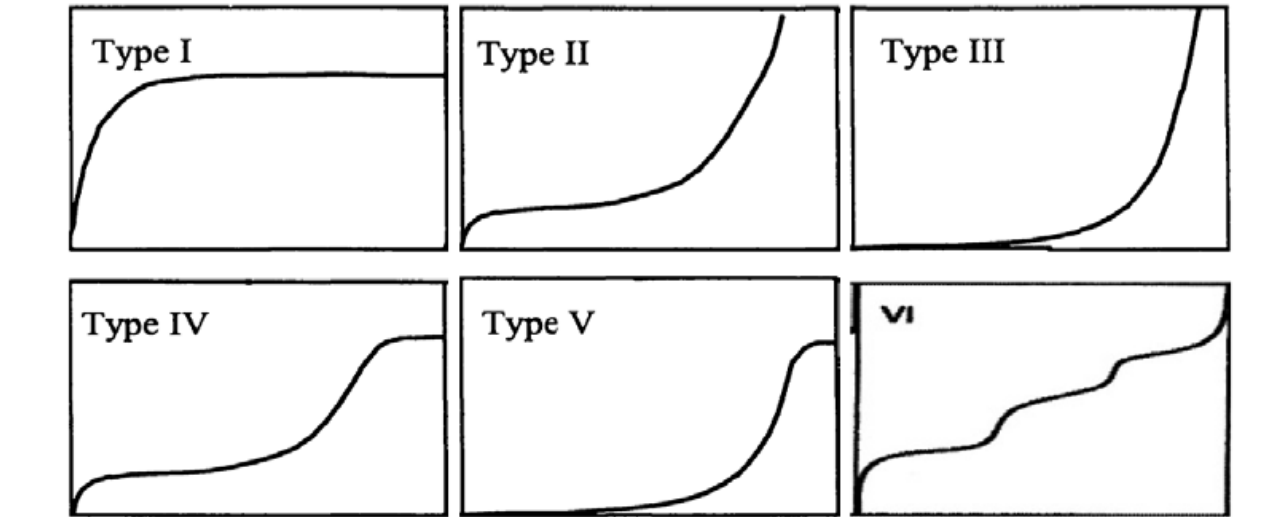


Figure 11: Différentes formes des isothermes d'adsorption.

L'isotherme de type I

Appelé aussi isotherme de Langmuir, (couverture monocouche) caractérise par l'adsorption sur les matériaux microporeux.

L'isotherme de type II

Caractérise l'adsorption du nitrogène sur plusieurs solides, elle est souvent exploitée pour la déduction de la surface spécifique d'un solide par la méthode de B.E.T. ; Adsorption peut être en monocouche ou multicouche.

L'isotherme de type III

Caractéristique de l'adsorption de l'eau sur le charbon actif, qui n'est pas favorable à faible pression, à cause de la nature hydrophobe de la surface du charbon. A des pressions suffisamment élevées, l'adsorption peut se faire par condensation capillaire au niveau des méso pores.

L'isotherme de type IV et V

Décrivent le comportement de certains matériaux mésoporeux, montrant une condensation capillaire de l'adsorbat. Certains auteurs rapportent l'existence d'un sixième type d'isotherme (isotherme de type VI), où l'adsorption se fait sur plusieurs couches, qui deviennent plus marquées à de faibles températures. Un exemple est l'adsorption du butanol sur le silicate d'aluminium.

II.2. 6.2.Modélisation des isothermes d’adsorption

De nombreux auteurs ont proposé des modèles théoriques ou empiriques pour décrire la relation entre la masse d’adsorbat fixée à l’équilibre (q_e) et la concentration sous laquelle a lieu (C_e). Il s’agit de relation non cinétique $q_e = f(C_e)$, que l’on nomme isotherme. Soit :

- X : masse adsorbée à l’équilibre (mg).
- m : masse d’adsorbant (g).
- $q_e = X/m$: quantité d'adsorbat à l'équilibre par gramme d'adsorbant (mg/g).

En général, la concentration de l’adsorbat retenue par l’adsorbant est calculée par la différence entre la concentration initiale du soluté C_0 et la concentration finale du soluté C_f . La quantité du soluté adsorbée à l’équilibre q_e est donnée par l’équation suivante :

$$Q_e = (C_0 - C_e) \cdot V / m = x / m \dots \dots \dots (1)$$

Avec :

- V : volume de la solution (L).
- m : Masse de l’adsorbant (g).
- C_0 : concentration initiale de l’adsorbat (mg/L).
- C_e : concentration à l’équilibre de l’adsorbat (mg/L).

En pratique, on observe qu’une masse d’adsorbant ne peut fixer une quantité illimitée de substance, elle se sature. Ce phénomène de saturation n’est pas expliqué par toutes les formules, dont nous n’exposerons que les plus utilisées.

II.2. 6.2.1.Le modèle simple de Langmuir

Selon Langmuir (1915), à l’équilibre, on trouve une équation, telle :

$$Q / Q_m = K \cdot C_e / 1 + K \cdot C_e \dots \dots \dots (a)$$

- q_e est la quantité adsorbée du soluté à l’équilibre (mg/g ou m .mol/g).

- C_e est la concentration du soluté à l'équilibre (mg/L ou m. mol/L).

Les paramètres q_m (mg/g ou m. mol/g) et K_L ($L \cdot mg^{-1}$ ou $L \cdot m. mol^{-1}$) représentent respectivement la capacité maximale d'adsorption et le rapport des constantes de vitesses d'adsorption et de désorption. Ce modèle ne prend en compte ni les empilements moléculaires ni les modifications d'énergies d'interaction avec le taux de recouvrement. La linéarisation et la représentation graphique de l'équation (7) en C_e/q_e en fonction de C_e permettent de déterminer q_m et K_L .

$$1/Q = 1/Q_m + 1/K \cdot Q_m \cdot 1/C_e \dots \dots \dots (b)$$

II.2. 6.2.2. Le modèle simple de Freundlich

D'après Van Bemmelen (1888) et Freundlich (1909) ; le modèle est empirique, basé sur la K_f ($L \cdot g^{-1}$) et n_f (sans dimension) étant deux constantes ($1/n_f < 1$). La relation entre la quantité adsorbée q_e et la concentration résiduelle du soluté C_e , selon la relation suivante :

$$Q = K_f C_e^{1/n_f} \dots \dots \dots (c)$$

- K_f : est un paramètre lié essentiellement à la capacité maximale.
- $1/n_f$: est un paramètre lié aux coefficients de variation des énergies d'interaction avec le taux de recouvrement.

La linéarisation et la représentation graphique de l'équation (II.9) en $\ln q_e$ en fonction de $\ln C_e$ permettent de déterminer K_f et $1/n_f$.

$$\ln Q = \ln K_f + 1/n_f \ln C_e \dots \dots \dots (d)$$

II.2. 6.2.3. Le Modèle de Temkin

Dérivation de l'isotherme de Temkin suppose que l'abaissement de la chaleur d'adsorption est linéaire plutôt que logarithmique et l'adsorption est caractérisée par une distribution uniforme des énergies de liaison jusqu'à une certaine énergie maximale de liaison.

L'isotherme de Temkin est représentée par l'équation suivante:

$$q_e = R_T / b_T \cdot \ln (K_T \cdot C_e) \dots\dots\dots (e)$$

Où :

- q_e : quantité d'adsorbat à l'équilibre par gramme d'adsorbant (mg/g).
- C_e : concentration à l'équilibre de l'adsorbat (mg/L).
- R_T : constante universelle des gaz parfaits ($J. mol^{-1} \cdot K^{-1}$).
- T : température absolue (K).
- b_T : variation de l'énergie d'adsorption ($J. mol^{-1}, g. mg^{-1}$).
- K_T : constante d'équilibre de Temkin ($L. mg^{-1}$).

II.2.6.2.4. Modèle de Dubinin-Radushkevich

Les isothermes d'adsorption de type D.R. ont pour équation générale :

$$\ln q_e = \ln q_d - \beta \varepsilon^2 \dots\dots\dots (f)$$

- ε (potentiel de Polanyi) : $RT \ln (1+1/ C_e)$.
- C_e : concentration à l'équilibre de l'adsorbat (mg/L).
- q_e : quantité d'adsorbat à l'équilibre par gramme d'adsorbant (mg/g).
- q_d : Constante de D.R ($mg. g^{-1}$).
- R : Constante des gaz parfaits ($8,314.10^{-3} KJ. mole^{-1} \cdot K^{-1}$).
- T : Température (K).

- L'équation $\ln q_e = f(\varepsilon^2)$ est celle d'une droite de pente β et d'ordonnée à l'origine $\ln q_d$.
- La constante β est utilisée dans le calcul de l'énergie d'adsorption : $E = -2\beta^{-0,5}$.



Partie pratique





Chapitre III
Matériels et
Méthodes



III.1.Introduction

L'objet de toute politique de l'eau est d'assurer à chaque usager la quantité journalière d'une eau de qualité suffisante pour ces diverses activités, cela implique une série de mesures à prendre en vue d'éviter l'altération du milieu récepteur, d'où la nécessité d'épurer les eaux usées urbaines. [24]

Pour réaliser notre travail, Nous avons utilisé l'argile de la région Bouhraoua L'objectif est d'utiliser cette argile comme lits de filtration pour l'épuration des eaux usées urbaines du oued m'Zab de la wilaya de Ghardaïa par méthode d'adsorption.



Photo(1) : Oued M'Zab(ghardaia).



Figure 12 : Situation géographique (Google earth, 2013).

III.2 Purification de l'argile locale

III.2.1 Analyse granulométrique de l'argile brute

L'argile est broyée puis tamisée à travers un tamis de maille 2 mm de diamètre pour éliminer les cailloux ou autres qui s'y trouvent.

Plusieurs méthodes d'analyse existent qui sont :

- Le densimètre (Méthode de mariaux)
- Méthode de séparation des fractions (par utilisation de la pipette de Robinson).

Pour des raisons de disponibilité, on utilise la méthode mariale ou densimètre dont voici la méthode :

III.2.2 Mode opératoire

Dans un bécher de 600 ml, mettre :

- 20 à 30 g d'argile brute (naturelle).
- 50 à 100 ml d'eau distillée.
- 5 à 20 ml d'eau oxygénée à 110 volumes (destruction de la matière organique).

Placer le bécher sur un bain de sable dont la température ne dépasse pas 85°C (pour ne pas décomposer l'eau oxygénée)

Maintenir le bécher sur le sable entre 24 et 48 h. La durée de l'attaque dépend de la teneur en matière organique.

Après la fin de l'effervescence, chauffer encore deux heures environ pour éliminer l'eau oxygénée en excès et terminer par 10 minutes d'ébullition.

S'assurer que toute l'eau oxygénée a disparu en utilisant le permanganate potassium (qui se décolore)

Laisser refroidir le bécher, puis transvaser à l'aide d'un jet de pissette son contenu dans un flacon de sédimentation jaugé à 1000 ml.

Verser dans le flacon 10 ml de solution d'hexamétaphosphate de sodium à 10 g/l. Compléter à 1000 ml avec de l'eau distillée et agiter pendant 1 heure environ.

Noter l'heure à laquelle a cessé l'agitation et introduire dans l'éprouvette un densimètre et le maintenir au centre.

Verser le d'hexamétaphosphate de sodium dilué dans l'échantillon (argile).

Préparer dans une autre éprouvette, un témoin constitué de 10 ml de solution d'hexamétaphosphate de sodium à 100 g/l et de 990 ml de l'eau distillée.

III.2.2.1 Broyage et tamisage

Après le séchage de l'argile naturelle à 80°C pendant une à deux nuits, on broie l'argile et on la fait passer sur un tamis de 2 mm. Le tamisât est ensuite broyé, puis tamisé à 200 μ . Le refus est broyé encore puis retamisé à 200 μ autant de fois que nécessaire. Le dernier refus de tamis est considéré comme du sable grossier.

III.2.2.2 Destruction de la matière indésirable

Les carbonates sont éliminés par les acides relativement dilués (HCl N/10).

Les constituants carbonatés sont en général de la calcite et de la dolomie. Acidifier 200g d'argile brute dans un litre d'eau distillée pendant douze heures environ jusqu'à pH compris entre 3 et 3.5, laisser décanter puis ramener le pH à 7 environ par de l'eau distillée.

Matière organique (si elles existent) : Ajouter de l'eau oxygénée à 5 volumes. Pratiqué à froid ; pendant une nuit elle les détruit (on estime l'existence de matière organique dans l'argile lors de l'opération de granulométrie).

III.2.2.3 Sédimentation et récupération de l'argile

Après l'opération de destruction de la matière indésirable, on disperse l'argile dans une solution molaire de NaCl (quarantaine de gramme par litre de solution de NaCl).

Lavage à l'eau distillée, décantation, jusqu'à ce que ne descende plus. On dilue la suspension argileuse dans l'eau pour faciliter la sédimentation du sable et de limon. Ensuite la suspension est mise dans des éprouvettes au repos, noter la température et le début de la sédimentation.

Effectuer des prélèvements dans les éprouvettes à sédimentations, à des profondeurs et à des moments déterminés.

Si $T = 20^{\circ}\text{C}$, la profondeur de prélèvement est de 10 cm, et la durée entre les prélèvements est de 8 heures.

Les suspensions récupérées sont rassemblées dans un bac. Une deuxième sudation est nécessaire pour échanger tous les sites de sodium. Après un séjour d'une nuit dans NaCl 1M, l'argile est lavée par centrifugation entre 4000 et 5000 tr/min.

Les dernières opérations de lavage (jusqu'à test négatif au nitrate d'argent) devraient se faire par dialyse car les suspensions d'argile décanteront difficilement. A défaut de dialyse, la décantation après lavage est rendue possible en ajoutant dans chaque godet de la

centrifugeuse, une goutte de HNO₃ 1N. L'argile débarrassée des chlorures séchée à 60°C puis broyée.

Elle est remise à sécher cette fois entre 80 et 100°C. Un deuxième broyage fin et souhaitable pour homogénéiser l'argile. La poudre est prête pour le reste des analyses [23].

III.3 Prélèvement, échantillonnage et analyse

Le prélèvement d'un échantillon d'eau est une opération délicate à laquelle le plus grand soin doit être apporté, il conditionne le résultat analytique et l'interprétation qui sera donnée. L'échantillon doit être homogène, représentatif et obtenu sans modifier les caractéristiques physico-chimiques de l'eau [24].

III.3.1 Préparation de mélange (Eau et l'argile)

Prendre une quantité de 10 g d'argile brute dans 200 ml d'eau usée et même chose pour l'argile purifiée et les mettre dans un agitateur Jar-Test à 150 tr pendant 2 heures puis les mettre dans la centrifugeuse à 4500 tr/min pendant 15 min.

III.3.1.1. La 2^{ème} Méthode De Purification D'argile

La purification s'est faite selon un protocole tiré pour l'essentiel de Z. Meçabih et all, comme suit :

Des quantités de 50 g d'argile sont broyées et lavées plusieurs fois à l'eau (distillée et déminéralisée) et sont totalement dispersées dans 5 litres d'eau. Après 17 heures de repos, on obtient des particules argileuses qui ont un diamètre inférieur à 2 µm.

Celle-ci, notée B, a été purifiée pour obtenir des particules inférieures à 2 µm (ROBERT et TESSIER, 1974) [25].

Prendre la quantité des eaux usées de 250 ml et ajouter lui 50ml de solution obtenu (eau + argile).

III .3.2 Méthode de prélèvement et de conservation de l'échantillon

Le prélèvement d'un échantillon d'eau est une opération délicate à laquelle le plus grand soin doit être apporté. Il conditionne les résultats analytiques et l'interprétation qui en sera donnée. L'échantillon doit être homogène, représentatif et obtenu sans modifier les caractéristiques physicochimiques de l'eau (gaz dissous, matières en suspension, etc.) [26].

III.2.1 Matériel et équipement

- Une bouteille stérilisée.
- Une paire de gant latex.
- Une paire de gants de botte.
- Une glacière

III.2.2 Mode opératoire

Le flacon stérilisé est rincée préalablement par l'eau du lac 2 à 3 fois. Le flacon sera plongé à une distance d'environ 20 cm de la surface de l'eau puis ouvert dans l'eau à contre-courant ; une fois remplis totalement ils sont refermés sous l'eau pour éviter la formation de bulles d'air. L'échantillon est placé immédiatement dans la glacière durant le transport, il sera mis à l'abri de la lumière pour éviter les réactions dues à la photosynthèse des algues, et plancton microscopique présent dans l'eau. L'échantillon est conservé au réfrigérateur à une température de 4°C pendant toute la période d'étude, température qui ralentit la plupart des activités bactériennes.

III.2.1. Paramètre physico chimique de l'eau et l'argile**III.2.1.1. Mesure de température**

La température est l'un des paramètres à mesurer et noter sur place au moment du prélèvement, la mesure de température de l'eau est effectuée avec un thermomètre précis

Il est important de connaître la température de l'eau avec une bonne précision.

Selon, celle-ci joue un rôle dans la :

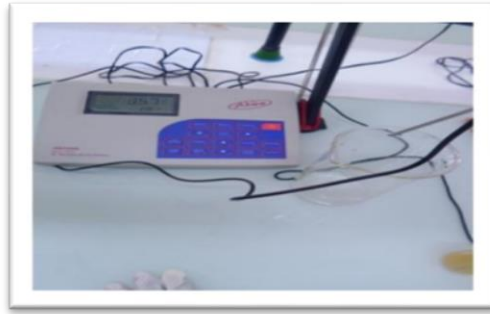
- Solubilité des sels et surtout des gaz.
- La dissociation des sels dissous.
- Sur la conductivité électrique.
- Dans la détermination de PH pour la connaissance de l'origine de l'eau et des mélanges éventuels

III. 2.1.2 Le potentiel d'hydrogène (pH)

Est la mesure de l'activité des ions contenus dans une eau : $\text{pH} = - [\log \text{H}^+]$

Selon, le PH joue un rôle primordial à la fois:

- Dans les propriétés physico-chimiques.
- Dans les processus biologiques.
- Dans l'efficacité des certains traitements



Photo(2): pH mètre.

Mode opératoire

- tremper l'électrode de pH dans le bécher de l'échantillon,
- laisser stabiliser un moment,
- puis noter le pH.

III.2.1.3 .Mesure de la Conductivité

La mesure de la conductivité de l'eau nous permet d'apprécier la quantité des sels dissous dans l'eau (chlorures, sulfates, calcium, sodium, magnésium...). Les matières organiques et colloïdales n'ont que peu de conductivité. Dans les eaux résiduaires cette mesure ne donnera pas forcément une idée immédiate de la charge du milieu. Elle est plus importante lorsque la température de l'eau augmente.

La mesure de la CE a été faite à l'aide d'un conductimètres.

Tableau (3) : Classification de l'eau selon la conductivité électrique.

Conductivité	Nature de l'eau
50 – 400 $\mu\text{s} / \text{cm}$	Eau excellent
400 – 750	Eau bonne qualité
750 – 1500	Eau de moyenne qualité
> 1500	Eau médiocre

La conductivité est déterminée directement à l'aide du conductimètre, en insérant l'électrode du conductimètre dans l'échantillon, on attend ensuite 1 à 2 minutes jusqu'à la stabilisation de la valeur affichée en S/cm

Mode opératoire

- Rincer plusieurs fois l'électrode, d'abord avec de l'eau distillée.
- puis en la plongeant dans un récipient contenant de l'eau à examiner.
- faire la mesure en prenant soin que l'électrode soit complètement immergée.



Photo(3): Conductivité électrique.

III.2.1.4 Détermination de résidus secs

La détermination de résidus permet d'estimer la teneur en matière dissoute et en suspension d'une eau, mais les résultats sont influencés par la température et la durée de la dessiccation.

Mode opératoire

Pour la détermination du résidu sec nous avons eu besoin :

- Four allant jusqu'à $\theta = 650$ °C ou plus.
- Creusets de porcelaine (150 cm³) préalablement séchés à 105 °C et conservés au dessiccateur.
- 1 pince à creuset.
- 1 dessiccateur garni de dessiccant.
- 1 balance de précision.

La détermination des résidus consiste à déverser dans la capsule 25 ml d'eau à analyser cette dernière placée à l'étuve à 105°C pendant 24 heures, puis laisser refroidir pendant ¼ d'heure au dessiccateur, et peser immédiatement. Les résultats sont donnés en mg/l suivant l'expression.

$$R_s = \frac{(E_2 - E_1)}{V_{ech}} 1000$$

E2: Poids plein de la capsule.

E1 : Poids à vide de la capsule.



Photo (4): Four à moufle



photo(5): Creuset en platine contenant les Résidus sec.

III.2.1.5. Détermination des matières en suspension

La détermination des matières en suspension dans l'eau s'effectue par filtration, l'eau est filtrée et le poids de matières retenues par le filtre est déterminé par pesée différentielle.

Mode opératoire

- Peser le papier filtre.
- Introduire le volume d'échantillon à partir de papier filtre.
- Laisser filtrer.
- peser le papier après la filtration.
- prend le peser différentiel.
- Sa valeur donnée par l'expression suivante :

$$\text{MES (mg/l)} = (M_1 - M_2) \times 1000 / V$$

Avec :

M_1 = masse de papier après filtration en mg.

M_2 = masse de papier avant filtration en mg.

V = volume d'échantillon en ml.



Photo(6): filtration de 100 ml d'eau.

III.2.2 Détermination de la minéralisation globale

La minéralisation globale est déterminée en connaissant la conductivité de la solution étudiée et fonction de sa valeur, on applique l'une des formules figurant dans le tableau suivant:

Tableau (4): Relation entre la conductivité électrique et la minéralisation globale.

Conductivité (μ / cm)	Minéralisation en mg / l
< 50	$1,365079 \times \text{conductivité à } 20 \text{ C}^\circ$
50	$-166 0,947658 \times \text{conductivité à } 20 \text{ C}^\circ$
166 -333	$0,769574 \times \text{conductivité à } 20 \text{ C}^\circ$
333 – 833	$0,715920 \times \text{conductivité à } 20 \text{ C}^\circ$
833 – 10000	$0, 758544 \times \text{conductivité à } 20 \text{ C}^\circ$
>10000	$0, 850432 \times \text{conductivité à } 20 \text{ C}^\circ$

Les analyses chimiques sont effectuées au niveau du laboratoire d'ADE Ghardaïa :

- Cations : Ca^{2+} , Mg^{2+} , Na^+ et K^+ .
- Anions: Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- , NO_2^- et NO_3^- .
- La conductivité électrique (CE) à 25°C et le résidu sec (RS).

Les résultats des analyses chimiques d'une eau doivent être impérativement soumis à un test de validité qui consiste au calcul de la déviation relative entre la somme des cations et la somme des anions.

Ce paramètre permet de vérifier la précision des méthodes analytiques utilisées et la validité des déterminations chimiques. S'il est inférieur à 5% les analyses sont considérées comme correctes, lorsque sa valeur est comprise entre 5% et 10%, les analyses peuvent être à la rigueur retenues. Par contre au-delà de 10% les analyses doivent être refaites.

III.2.2.1 Dureté ou hydrotimétrie

La dureté ou hydrotimétrie d'une eau correspond à la somme des concentrations en cation métalliques à l'exception de ceux des métaux alcalins et de l'ion hydrogène dans la plupart des cas la dureté est surtout due au cation calcium et magnésium auquel s'ajoutent quelque fois les ions fer, aluminium, manganèse.

Tableau- (5) : Classification de l'eau selon la dureté.

Valeurs de TH	Nature de l'eau
0 à 5 F°	Eau très douce
5 à 15 F°	Eau douce
15 à 25 F°	Eau moyennement dure
25 à 35 F°	Eau dure
Plus de 35 F°	Eau très dure

III.2.2 .2 Dureté ou titre hydrotimétrique (TH)

La dureté est déterminée par titrimétrie à l'EDTA. Les alcalinoterreux présents dans l'eau sont amenés à former un complexe du type chélate par le sel di sodique de l'acide éthylènediaminetétracétique à pH 10. La disparition des dernières traces d'éléments libres à doser est décelée par le virage d'un indicateur spécifique, le noir ériochrome. En milieu convenablement tamponné pour empêcher la précipitation du magnésium, la méthode permet de doser la somme des ions calcium et magnésium.

Mode opératoire

- Remplir un bécher 25 ml d'échantillon.
- Ajouter 4 ml solution tampon pH=10.
- Ajouter indicateur colorant (mordant noir 11).
- Titrer par l'EDTA.
- Sa valeur donnée par expression :

$$[\text{TH}] = V \times F \times 20$$

Avec :

- V : volume titré ;
- F : facteur de dilution

Expression des résultats :

$$\text{TH} = (\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}) \text{ mg } \backslash \text{ l}$$

$$[\text{Ca}^{2+} \text{ meq/l}] = V \times F \times 8,016$$

$$[\text{Mg}^{2+} \text{ meq/l}] = (V_{\text{TH}} - V_{\text{Ca}^{2+}}) \times 4,86 \times f$$

III.2.2.3 Dosage du calcium -Méthode titrimétrique à l'EDTA

- Le dosage fait par titrimétrie à l'EDTA.
- Le dosage se fait à un pH élevé (12-13), le magnésium est précipité sous forme d'hydroxyde et n'intervient pas. Par ailleurs, l'indicateur choisi, l'acide calccone carboxylique, ne se combine qu'avec le calcium pour former un complexe rouge.

Mode opératoire

- Remplir un bécher 25 ml d'échantillon.
- Ajouter 25 ml d'eau distillé.
- Puis, 2 ml hydroxyde de sodium (Na OH) C = 2 mol/l.
- Ajouter HSN (indicateur colorant).
- Après titrer par l'EDTA jusqu'à changement de couleur à bleu.
- Sa valeur donnée par expression suivante :

$$[\text{Ca}^{++}] = 8,016 \times V \times F$$

Avec :

- V = volume titré.
- F = facteur de dilution.



Photo(7) : dosage du calcium

III.2.2.4 Détermination du magnésium

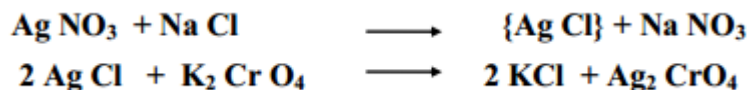
La teneur en magnésium est calculée par la formule suivante:

$$[\text{Mg}^{+2}] = \text{TH} - [\text{Ca}^{+2}]$$

III.2.2.5. Dosage des Chlorures

Les ions Cl^- sont dosés en milieu neutre par précipitation avec une solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium comme indicateur.

La fin du dosage est indiquée par l'apparition d'une teinte rouge due à la formation d'un précipité de chromate d'argent.



Mode opératoire :

- Remplir un bécher 50 ml d'échantillon.
- Ajouter 50 ml d'eau distillé.
- Ajouter 2 ou 3 gouttes de K_2CrO_7 (chromate de potassium).
- Titrer par AgNO_3 jusqu'à changement de couleur vers l'orange.
- Sa valeur donnée par expression suivante :

$$[\text{Cl}^-] = (\text{V}_s - \text{V}_b) \times \text{C} \times \text{F} \times \text{f} / \text{V}_a$$

Avec :

- V_s : volume titré.
- $\text{V}_b = 0$.
- C : constat = 0,02.
- F : constant = 35453.
- f : facteur de dilution = 10.
- V_a : volume d'échantillon.



Photo(8): dosage des chlorures.

III.2.2.6 Titre alcalimétrique complet (TAC)

Le dosage du TAC fait par titrimétrie à HCl. Ces déterminations sont basées sur la neutralisation d'un certain volume d'eau par un acide minéral dilué, en présence d'un indicateur coloré.

Mode opératoire

- Préparer HCO_3 pour mesurer.
- Remplir une bécher 50 ml d'échantillon.
- Ajouter 50 ml eau distillé.
- Ajouter 3 gouttes méthylorange 0.5 %.
- Titrer par HCl jusqu'à changement de couleur orange foncé.
- Sa valeur donnée par expression suivante :

$$[\text{TAC}] = V \times 6.1 \times F$$

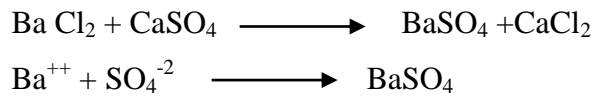
Avec :

- V : volume titré ;
- F : facteur de dilution.

III.2.2.7. Dosage des sulfates

Le dosage des sulfates est effectué par la méthode turbidimétrie.

Les ions sulfates sont précipités à l'état de sulfate de baryum et évalués gravimétriquement.

**Mode opératoire**

- Remplir un bécher 50 ml d'échantillon.
- Ajouter 50 ml d'eau distillé.
- Ajouter 5 ml HCl 10%, chauffer jusqu'à l'ébullition, agitant constamment.
- Ajouter 20 ml goutte de BaCl₂ 10%.
- Prolonger l'ébullition 10 minutes sans interaction l'agitation.
- Laisser reposer.
- Peser un papier à filtre lente, puis filtrer la solution.
- Faire la calcination à 850 C°.
- Peser le papier après calcination.
- Prend le peser différentiel. Sa valeur donnée par expression suivant :

$$[\text{SO}_4^{-2}] = \Delta P \times 4115,5$$

Avec :

- ΔP : différence du poids.

III.2.2.8. Dosage des bicarbonates

L'alcalinité d'une eau correspond à la présence des bicarbonates, carbonates et les hydroxydes, la concentration des carbonates et des bicarbonates dans les eaux est essentiellement en fonction des conditions d'équilibres et la température de milieu.

Mode opératoire pour : $4.3 \leq \text{PH} \leq 8.3$

- On prend 100 ml d'échantillon.
- On ajoute quelques gouttes de méthyle orange.
- On titre avec l'acide sulfurique V.

$$[\text{HCO}_3^-] \text{ mg/l} = (V-0,5) f \times 12,2$$

III.2.2.9. Dosage de sodium et de potassium

Les dosages du sodium et du potassium ont été faits par spectrométrie à flamme. Lorsqu'une solution est pulvérisée par une flamme, l'eau ou le solvant s'évapore ; les sels et leurs produits de décomposition sont dissociés à l'état d'atomes ou radicaux. Ceux-ci sont excités par l'énergie thermique de la flamme ; leur retour à l'état fondamental s'accompagne de l'émission d'une radiation de fréquence caractéristique de l'élément mis en solution et dont l'intensité est fonction de sa concentration.



Photo(9) : spectrométrie à flamme.



Photo(10): photomètre UV.

Mode opératoire

Sodium

- Remplir un bécher 10 ml d'échantillon.
- Ajouter 40 ml d'eau distillé.
- Faire la lecture à la spectrométrie à flamme.

Potassium

- Remplir un bécher 10 ml d'échantillon.
- Ajouter 40 ml d'eau distillé.
- Faire la lecture à la spectrométrie à flamme.

III.2.2.10 Demande biochimique en oxygène (DBO₅)

Elle représente la quantité d'oxygène nécessaire pour décomposer par oxydation (Avec l'intervention des bactéries) les matières organiques contenues dans une eau usée.

Généralement la pollution est dégradée d'une manière significative pendant une durée de 5 jours, au-delà de 5 jours la consommation en oxygène diminue énormément ainsi on a adopté la notion DBO₅ obtenue après 5 jours d'incubation à 20°C et dans l'obscurité.



Photo(11): DBO mètre.

Mode opératoire

- Procédure – jour 0.
- Rincer la bouteille.
- Mesure un volume exact de 432 ml pour l'échantillon.
- Remplir la bouteille OxyTop.
- Mélanger.
- Mettre l'agitateur magnétique (baromètre) dans la bouteille.
- Insérer 2 pastilles de sodium hydroxyde dans le col de la bouteille.
- Visser la tête sur la bouteille.
- Démarrer la mesure en appuyant simultanément sur « M » et « S » pendant 2 secondes.
- Jusqu'à l'affichage de « 00 ».
- Placer la bouteille dans l'incubateur pendant 5 jours à 20°C.
- Procédure – jour 5.
- Appuyer sur « M » pendant 1 seconde jusqu'à ce que la valeur actuelle s'affiche.
- Appuyer sur « S » pour afficher les valeurs enregistrées (5^{ème} jour).

III.2.3. Indicateurs de pollution

III.2.3.1 Ammonium

Composé de formule NH_4^+ constituant le premier stade de la décomposition de la matière organique, les ions d'ammonium se trouvent dans les eaux souterraines à partir de l'opération de réduction des nitrates à l'aide des bactéries autotrophes ou à l'aide des sables contenant les ions ferreux qui est capable de réduire les nitrates .

Mode opératoire

- Remplir un bécher 40 ml d'échantillon.
- Ajouter 4 ml de réactif coloré.
- 4 ml de solution dichloroisocyanate de sodium.
- Compléter les deux fioles avec l'eau distillée jusqu'au 50 ml.
- soigneusement le contenu de la fiole par agitation circulaire.
- Mélanger.
- laisser repos 1h. 30.
- Après une heure fait la lecture spectrophotomètre UV.

III.2.3.2 Phosphore

Le dosage du phosphore se fait par colorimétrie dans un photomètre UV.

Mode opératoire

- Remplir un bécher 40 ml d'échantillon.
- Ajouter 1 ml acide ascorbique.
- Ajouter 2 ml molybdate d'acide.
- Faire dilution 50ml d'eau distillé.
- laissez reposer 1heure.
- Après faire la lecture au spectrophotomètre UV.

III.2.3.3.Détermination des Ortho phosphate (OPO_4^{-3})

Les ortho phosphate correspondant au groupement OPO_4^{-3} .les eaux naturelles n'en contiennent pratiquement pas, ils proviennent d'une Contamination fécale (eaux usée domestiques), industrielle 21 (industrie chimique) ou agricole (lessivage des engrais phosphatés) ces phosphates sont fixés facilement par le sol, leur présence dans les eaux est souvent liée à la nature des terrains traversés à la décomposition de la matière organique, au engrais phosphatés industriels entraînés par lessivage ou par infiltration .

La réaction des ions orthophosphate avec une solution acide contenant des ions de molybdate et d'antimoine pour former un complexe d'antimonylephosphomolybdate.

$$C_{\text{OPO}_4} = p * 3,066$$

III.2.3.4. Dosage des nitrates

Le dosage des nitrates (NO_3^-) se fait par colorimétrie dans un photomètre UV 415 nm avec le Réactif sulfophérique.

Mode opératoire

- Remplir un bécher 10 ml d'échantillon.
- Ajouter 3 gouttes de NaOH à 30 %.
- Puis, 1 ml de salicylate de Na 0,5 %.
- Evaporer à 75 à 88 °C (bain marie).
- Ajouter 2 ml de H_2SO_4 concentré, laisse reposer 10 minutes.
- Ajouter 15 ml d'eau distillé.
- Ajouter 15 ml de tartrate de Na et K.
- Faire la lecture au spectrophotomètre UV à longueur d'onde de 415 nm.
- Sa valeur donnée par expression suivant :

$$[\text{NO}_3^-] = F \times V \times 4,43$$

Avec :

- F : facteur de dilution ;
- V : résultat d'UV.

III.2.3.5. Dosage de nitrite

Le dosage des nitrites (NO_2^-) se fait par colorimétrie dans un photomètre UV avec le réactif mixte.

Mode opératoire

- Remplir un bécher 40 ml d'échantillon.
- Ajouter 1 ml réactif mixte de NO_2^- .
- Faire dilution 50ml d'eau distillé.
- Après 20 minutes fait la lecture spectrophotomètre UV.

III.2.3.6. Détermination du fer méthode à l'orthophénanthroline

Le fer, très abondant dans les roches et sol ne se trouve pas à l'état natif (à l'expression de quelques rares mines de fer) mais sous forme de composés minéraux.

Leur teneur dans les eaux est souvent élevée, ce n'est pas un polluant majeur et leur ingestion ne représente pas de danger pour l'homme. Cependant le métal a des incidences sur le goût, la couleur et l'odeur de l'eau. Certaines eaux souterraines anaérobies peuvent contenir en solution jusqu'à 10 mg \ l de fer Le fer est un élément essentiel et vital à tous les organismes

vivants : l'hémoglobine, myoglobine, foie, la moelle osseuse, le cœur et les muscles squelettiques.

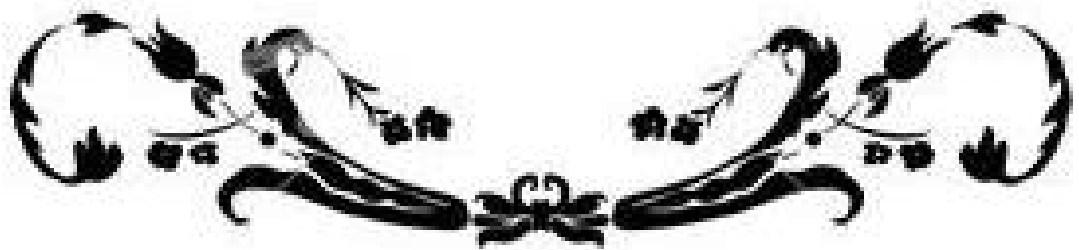
Mode opératoire: selon

- Prendre 50 ml d'échantillon.
- Ajouter 0,5 ml d'acide sulfurique. Mélanger soigneusement.
- Ajouter 1 ml Hydroxylamine.
- Ajouter 2ml de tampon acétate.
- Ajouter 2 ml de la solution de 1,10 phénanthroline.
- conservé à l'obscurité pendant 15min.

Enfin passer au spectre pour mesurage à la longueur d'onde de 510 nm.



Chapitre IV
Résultats et
Discussions



IV-1- Résultats et Discussions avant traitement par l'argile

Des échantillons des rejets brute d'Oued M' Zab(Ghardaïa), ont été prélevés au cours de l'écoulement de l'oued pour 3 point (A.B.C) l'intervalle entre ces points entre (800 m-1 km) et deux types d'argile locale brute et purifiée.

On Garde une quantité d'argile locale brute séchée dans un récipient et une quantité d'eau usée, puis on agite le mélange jusqu' à l'obtention d'un mélange homogène. (Les mêmes étapes suivent pour l'argile purifiée) et on récupéra les eaux traitées pour faire les analyses physico-chimiques.

L'analyse physico-chimique de cette eau était réaliser au niveau de l'ADE unité de Ghardaïa et les résultats de ces analyses sont les suivants :

Tableau (6) : Analyses d'eau prélevée avant le traitement par l'argile.

	Unité	Point A	Point B	Point C
Date	-	07/02/2017	07/02/2017	07/02/2017
Heure	-	09h30	10h05	10h55
R.S	(mg/l)	6460	8060	7422
SO₄⁻²	(mg/l)	2034.75	2216.13	1970.34
TAC	(mg/l)	312.32	348.92	259.86
TH	(mg/l)	2544	2536	2784
DBO₅	(mg/l)	170	180	165
Ca⁺²	(mg/l)	409.13	421.5	458.51
Mg⁺²	(mg/l)	552.93	360.61	398.52
Cl⁻	(mg/l)	725.11	551.64	545.97
Cond	(µs/cm)	6301	6245	6335
NH₄	(mg/l)	2.9	2.1	1.5
PO₄⁻³	(mg/l)	0.84	0.82	0.71
Fe⁺²	(mg/l)	1.08	0.89	0.834
T	(°C)	19.3	19.3	19.3
pH	-	7.70	7.65	7.40
Turbidité	(NTU)	1.25	1.20	1.23
Salinité	-	3.5	3.52	3.6

IV-2- Résultats et discussions de traitement par l'argile (brute / purifiée)

Le traitement en argile durant 9 jours à chaque 3 jour nous avons prélevé une quantité d'eau et faire l'analyse.

On utilise deux types d'argile vert (brute et purifiée) zone de « BOUHRAOUA » (Ghardaïa).

Tableau (7) : Analyses d'eau prélevée a prés 3 jours de traitement par l'argile.

Paramètres	Par argile brute			Par argile purifiée		
	A	B	C	A	B	C
T⁰ (°C)	22.6	22.5	22.6	22.6	22.5	22.6
pH	8.12	8.08	7.89	8.14	8.10	7.96
Cond (µs/cm)	6290	6120	6220	6190	6070	6040
R.S (mg/l)	5098	6312	6076	5128	6708	6474
Ca⁺²(mg/l)	245.61	241.08	490.16	208.16	196.15	468.93
Mg⁺²(mg/l)	510	490.81	489	413.1	427.68	450
Cl⁻(mg/l)	630.1	623.01	630	506.02	562.3	514.13
SO₄⁻²(mg/l)	2034.75	1580.3	2109	1975	1300.2	1200
PO₄⁻³(mg/l)	3.10	3.76	1.40	2.01	2.8	1.6
Fe⁺²(mg/l)	0.52	0.72	0.68	0	0	0
NH₄ (mg/l)	0.39	0.76	0.52	0.46	0.64	0.52
NO₃⁻ (mg/l)	9.86	13.22	17.02	9.85	11.08	16.01
DBO₅ (mg/l)	80	92	76	75	86	70

Tableau (8) : Analyses d'eau prélevée a prés 6 jours de traitement par l'argile.

Paramètres	argile brute			argile purifiée		
	A	B	C	A	B	C
T⁰ (°C)	22.6	22.5	22.6	22.6	22.6	22.6
pH	8.04	8.02	7.90	8.10	8.2	8.11
Cond (µs/cm)	6050	6113	6120	5970	6030	6040
R.S (mg/l)	5345	4566	4800	6070	4820	5120
Ca⁺²(mg/l)	220.16	236,1	454.23	169.12	211.25	436.87
Mg⁺²(mg/l)	496.42	412.16	460	387.5	386.37	430.11
Cl⁻(mg/l)	570.39	0.83	720.13	551.42	0.94	550.1
SO₄⁻²(mg/l)	2008	1420	1240	1830	1200	1060
PO₄⁻³(mg/l)	2.9	3.01	1.15	1.36	2.1	1.52
Fe⁺²(mg/l)	0.50	0.61	0.54	0	0	0
NH₄⁺ (mg/l)	0.29	0.72	0.46	0.21	0.61	0.36
NO₃⁻(mg/l)	4.04	12.03	10.32	3.06	11.11	10.32
DBO₅ (mg/l)	55	60	43	35	41	22

Tableau (9) : Analyses d'eau prélevée a prés 9 jours de traitement par l'argile.

Paramètres	Par argile brute			Par argile purifiée		
	A	B	C	A	B	C
T⁰ (°C)	22.6	22.6	22.6	22.6	22.6	22.6
pH	7.9	8.05	8	8	8.10	8.06
Cond (µs/cm)	6000	6100	6013	5900	6050	5831
R.S (mg/l)	5310	5321	5512	5200	5400	5302
Ca⁺²(mg/l)	211	212	312	160.3	190.25	305
Mg⁺²(mg/l)	480	396.5	476	365	314.40	450
Cl⁻(mg/l)	629	648	780.4	530	543.12	580.1
SO₄⁻²(mg/l)	1603	1499.3	1012	1686.8	1200.1	960
PO₄⁻³(mg/l)	2.18	2.63	0.9	1.25	1.65	1.02
Fe⁺²(mg/l)	0.23	0.31	0.39	0	0	0
NH₄ (mg/l)	0.28	0.63	0.13	0.16	0.45	0.03
NO₃⁻ (mg/l)	3.41	10.77	6.31	3.25	9.59	5.41
DBO₅ (mg/l)	36	42	36	18	22	16

IV.2.1 La température

Nous trouvons que les valeurs de la température présentent une moyenne de 22,5°C pour les 3 point qui est proche de la température ambiante.

IV.2.2 Turbidité

D'après une simple observation d'œil, il est remarqué que les eaux traitées par les argiles sont plus claire.



Photo 12: Comparaison des turbidités des eaux avant et après traitement.

IV.2.3 Odeur

L'odeur des eaux des trois eaux épurées sont agréables ceci conforme aux normes algériennes de rejet (odeur inexistante pour les eaux traitées).

IV.2.4. Potentiel hydrogène (pH)

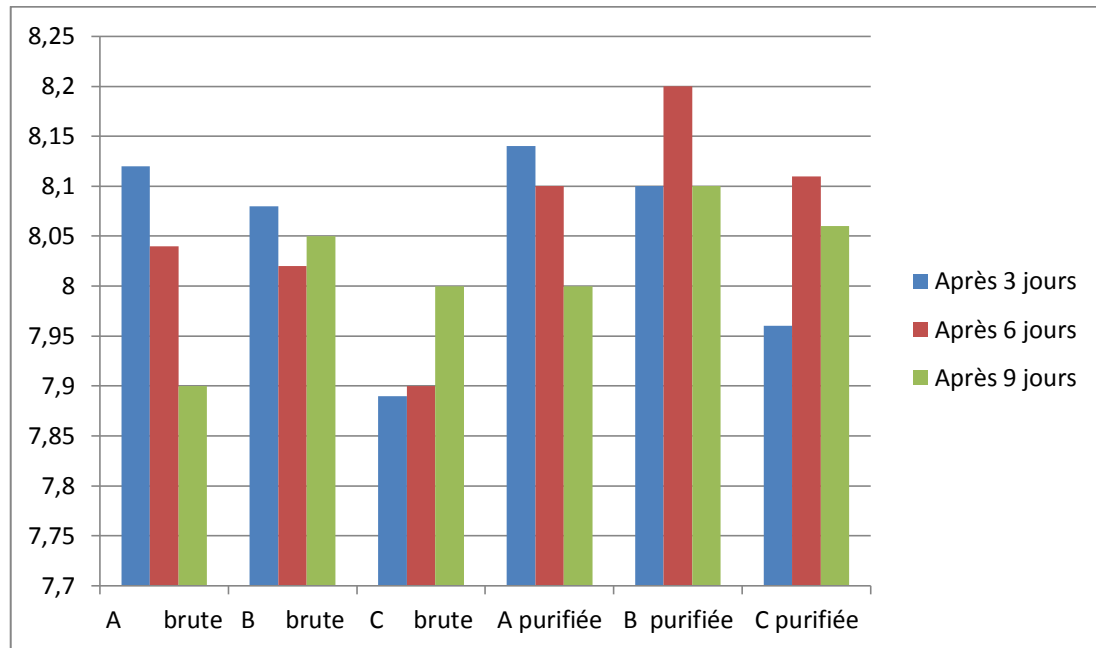


Figure 13– Variation de pH après traiter par l'argile (brute/purifiée).

On observe que le PH devient basique après le contact avec l'argile (7.70-8.12), l'adsorption de la matière organique et les sels sur les argiles est meilleure comme nous l'avons déjà constaté en milieu basique.

On observe aussi une perturbation du PH dans quelques points une diminution et augmentation de la valeur du pH avec le temps de contact. L'adsorption de la matière organique et de certains minéraux à la surface de l'argile conduit à une acidification du milieu c'est à dire à la diminution du pH exemple le point A et une augmentation du PH surtout au point C et B le milieu devient basique.

IV.2.5 Conductivité électrique (CE)

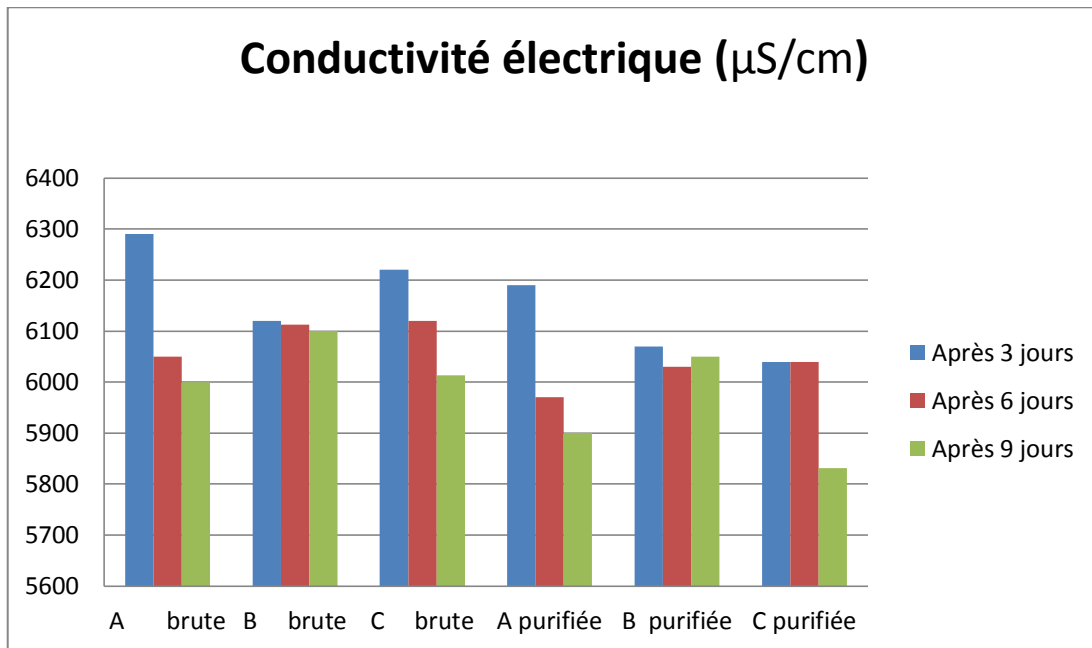


Figure 14 – Variation de CE après traiter par argile (brute/purifiée).

Ces eaux se caractérisent par une conductivité très élevée 6301 us /cm que celle citée par FAO [27], (3000 us /cm), elles influent négativement sur le milieu récepteur (dégradation de sol).

On observe une diminution de la valeur de la conductivité avec le temps de contact (6290-6000 us /cm). L'adsorption des cations et des anions à la surface de l'argile sont sans doute à l'origine de cette diminution. La formation de certains oxydes peut être à l'origine de ce phénomène comme l'indique Mustafa Al Bakri et all [28].

D'après les résultats obtenus de la conductivité nous avons observé que la teneur est diminuée 0.04 % après 3 jours et 0.05 % après 6 jours pour le traitement par argile brute au point A, et pour le traitement par l'argile purifier on trouve presque les mêmes résultats on peut conclure que le temps de contact est insuffisant pour avoir des bons résultats, ce qui explique l'effet de temps sur le phénomène d'adsorbants au niveau de la surface de l'argile.

IV.2.6. Résidus sec

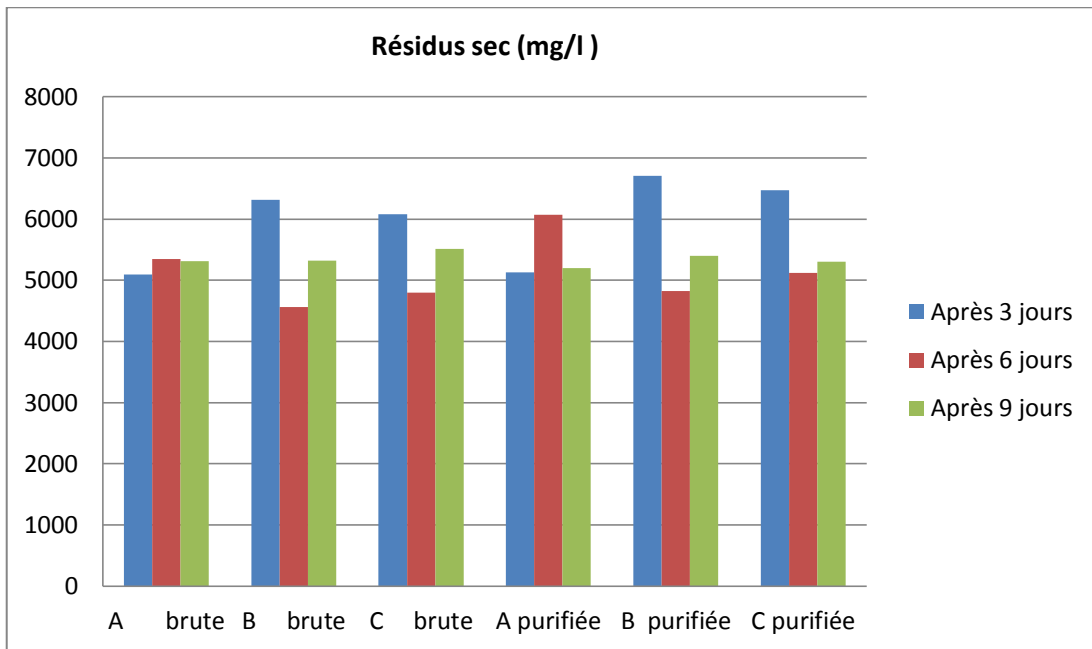


Figure 15 – Variation de résidus sec après traitement par l'argile (brute/purifiée).

A la lumière de ces résultats on remarque que les concentrations élevées de R.S varient entre (6460 et 8060mg/l) et après le traitement devient moins élevées (8060- 4800 mg/l) quelques exceptions sont remarquées cette augmentation peut être des eaux impuretés au cours de l'analyse.

Point A argile brute :

- 21% après 3 jours.
- 18 % après 9 jours ces résultats signifient la capacité de l'argile à faire adsorbée le maximum des sels.

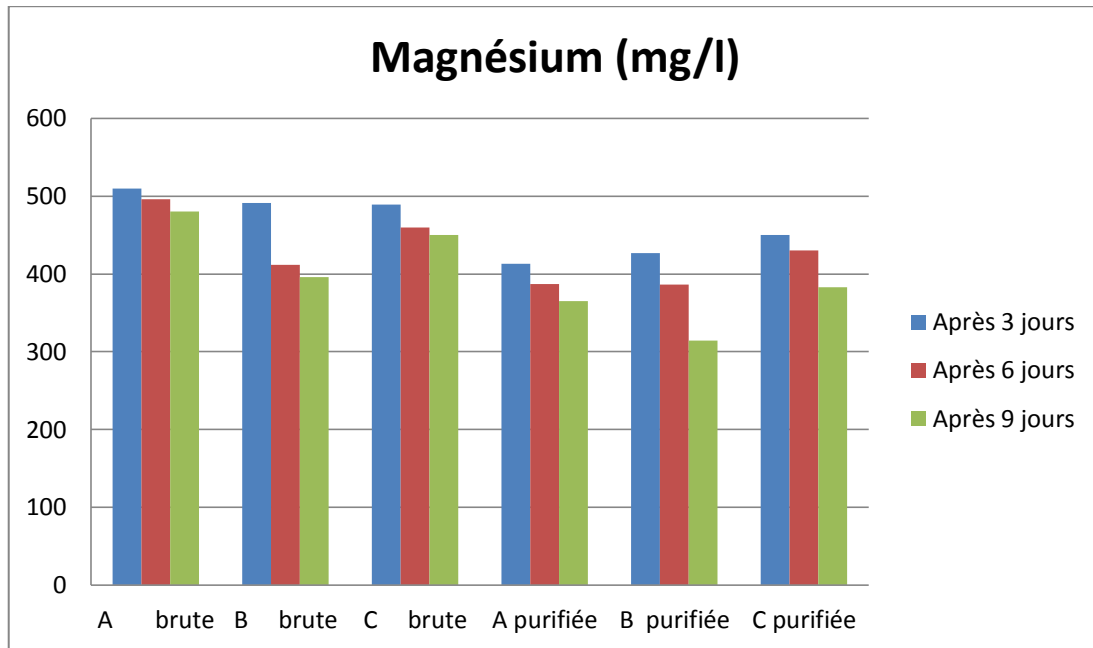
IV.2.7. Magnésium (Mg^{2+})

Figure 16 – Variation de Magnésium (Mg^{2+}) après traiter Par argile (brute/purifiée).

Le magnésium est l'un des éléments les plus répandus dans la nature, il constitue environ 2.1% de l'écorce terrestre. Avec les ions Ca^{2+} , le Mg^{2+} forme la dureté de l'eau.

Les résultats obtenus montrent que la concentration de Mg^{2+} varie entre (360-552mg/l) pour argile brute le traitement donnée des bon résultats la diminution de la concentration de Mg est de (510 -480mg/l) après 9 jours pour argile purifiée on trouve presque les mêmes résultats.

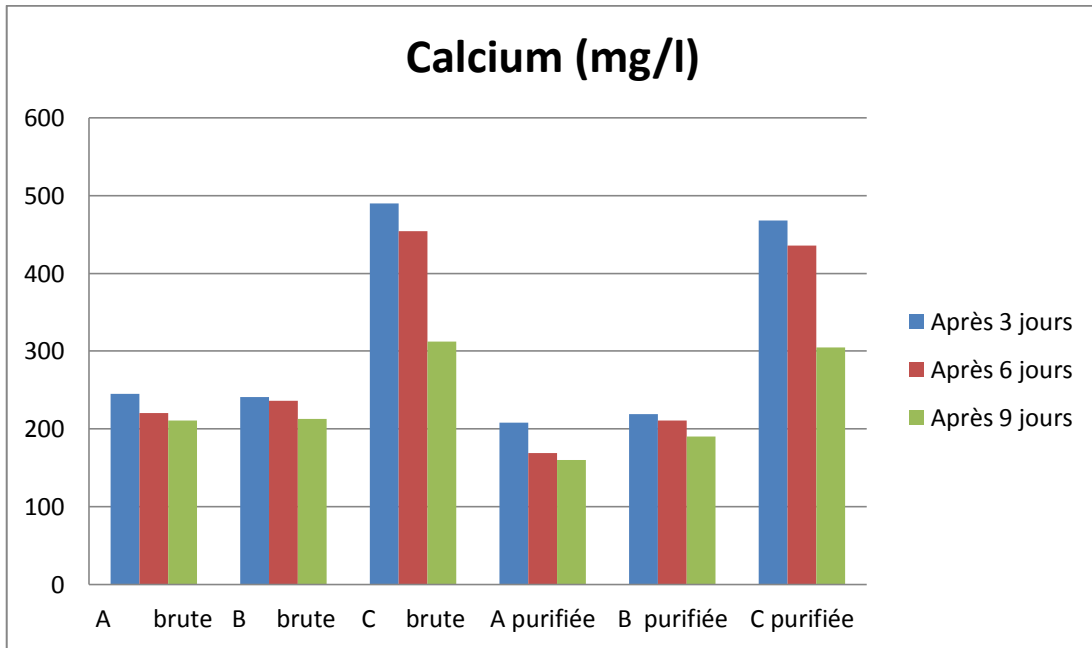
IV.2.8. Calcium (Ca^{2+})

Figure 17 – Variation de Calcium (Ca^{2+}) après traiter Par argile (brute/purifiée).

La présence des ions Ca^{2+} dans l'eau indique, soit une dissolution des formations carbonatées, calcite (CaCO_3), dolomie [$(\text{Ca}, \text{Mg}) \text{CO}_3$] ou bien la dissolution des formations évaporitiques, gypse [$\text{CaSO}_4, 2(\text{H}_2\text{O})$] et anhydrite (CaSO_4).

On observe une diminution des valeurs de la Ca^{2+} avec le temps pour l'argile brute et purifiée.

Mêmes résultats que Mg, rappelons que ces cation suivant les mêmes sens.

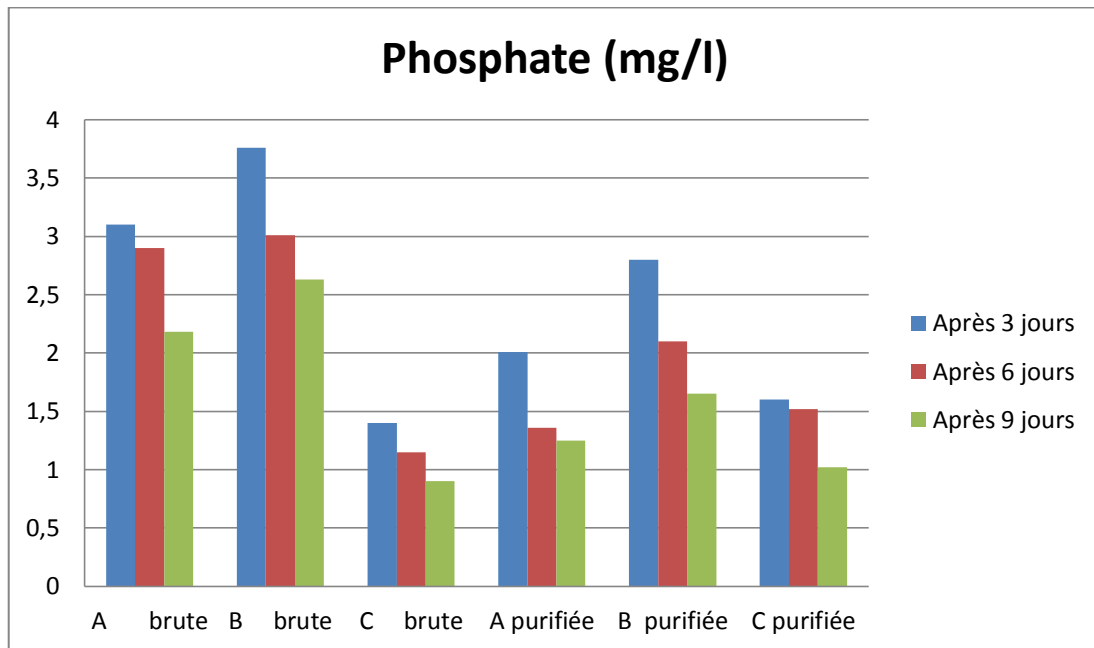
IV.2.9. Les Ortho-Phosphates ($P-PO_4^{3-}$)

Figure 18 – Variation de Phosphate (PO_4^{3-}) après traiter par argile (brute/purifiée).

Les résultats moyenne de traitement par les deux types d'argiles est (1.9mg/l). Ces teneurs respectent les seuils fixés par l'OMS (0.94mg/l) pour les eaux d'irrigation [27], et l'efficacité de traitement par l'argile est remarque dans quelques points maison observe quelques perturbation à cause de la présence de matières organiques ceci est justifier par les valeurs de DBO5.

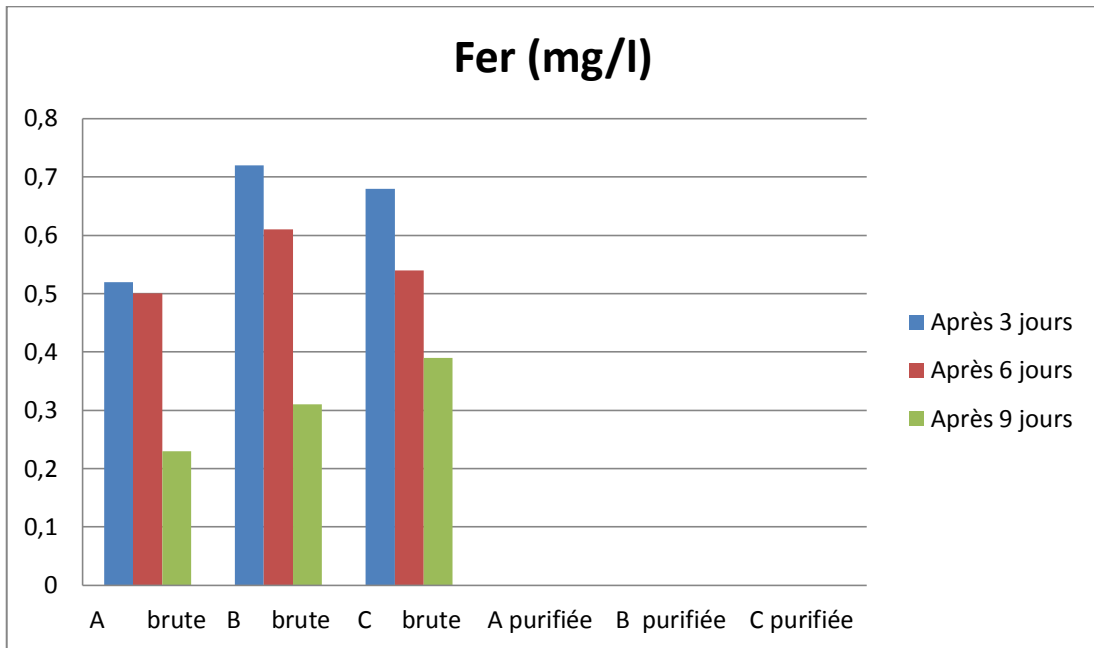
IV.2.10.fer (Fe^{2+})

Figure 19– Variation de Fer (Fe^{2+}) après traiter Par argile (brute/ purifiée).

On remarque des faibles concentrations de fer (négligé) (0.23 ,0.5, 0.68, 0.72, 0.00 mg/l) obtenues par analyses des eaux usées avant et après traitement.

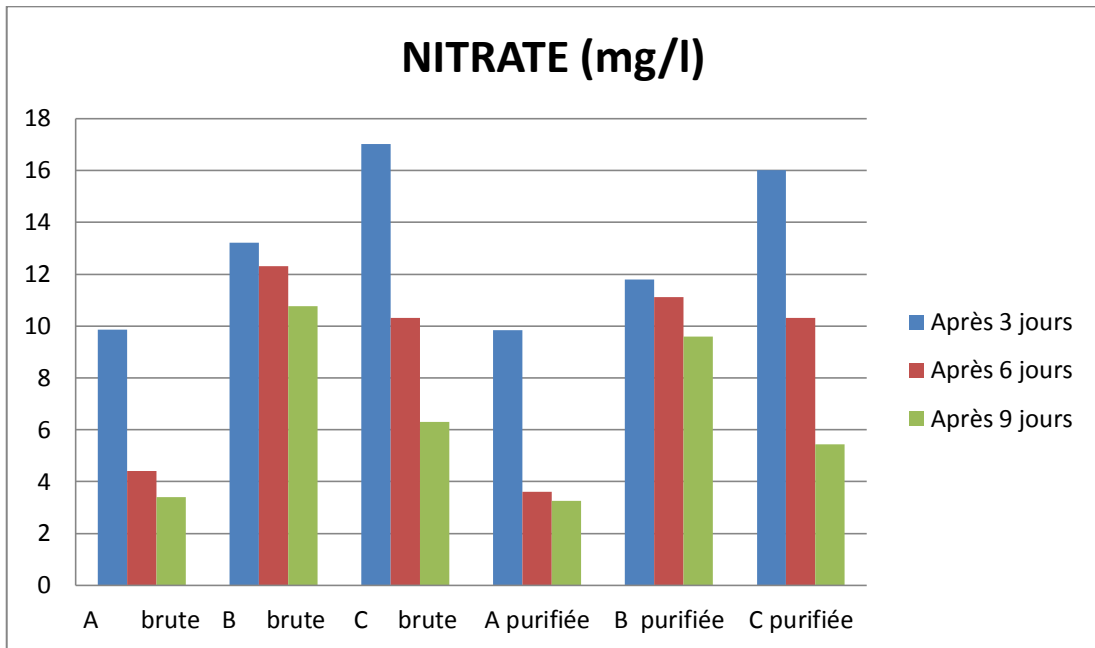
IV.2.11.Nitrates (NO_3^-)

Figure 20 – Variation de Nitrate (NO_3^-) après traiter Par argile (brute/ purifiée).

Les nitrates se trouvant naturellement dans les eaux proviennent de la pluie pour petite part et surtout de l'action de l'écoulement des eaux sur le bassin versant dont la nature joue un rôle prépondérant.

On observe que les nitrates ne dépassent pas les normes OMS, il est compris entre (3,25 - 17,02) mg/l et on note qu'il augmente dans les agglomérations.

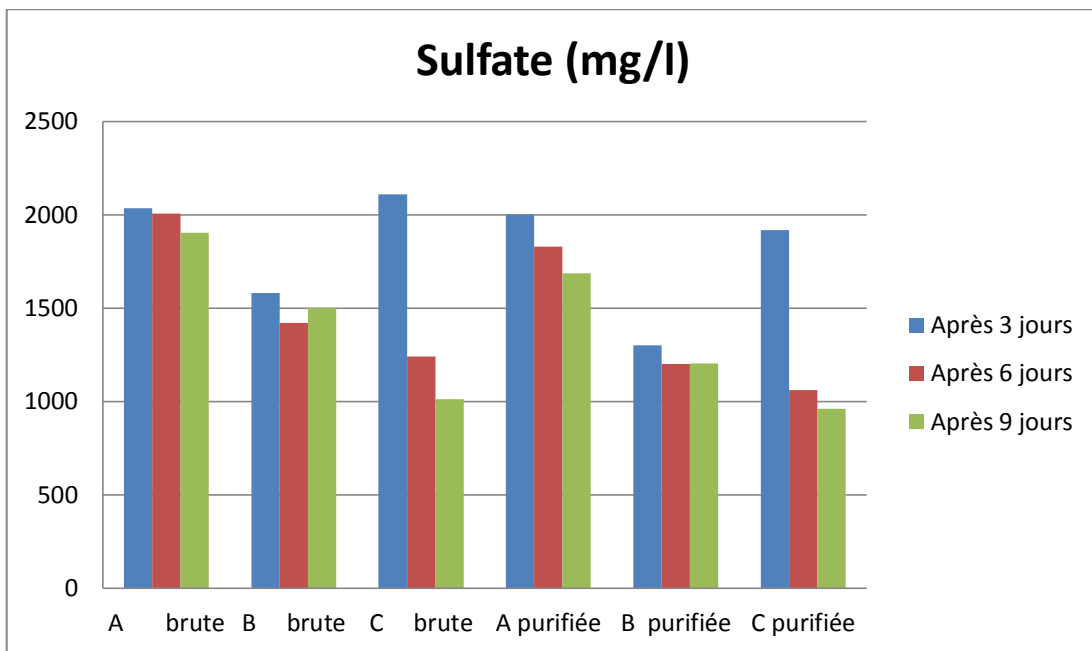
IV.2.12. Sulfate (SO_4^{2-})

Figure 21 – Variation de Sulfate (SO_4^{2-}) après traiter Par argile (brute/ purifiée).

Composés naturels des eaux, ils sont liés aux cations majeurs : Calcium, Potassium et Sodium, ils proviennent essentiellement de la dissolution de gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

Il est difficile de préciser les priginés artificielles des vus leur importance dans l'industrie. On peut toutefois citer comme sources prépondérantes :

- Les tanneries.
- L'industrie papetière.
- Les textiles.
- Les ateliers de décapage métallique.

On remarque que les point (A, B, C) dépassants les normes OMS.

L'OMS et les normes Algériennes recommandent comme valeur limite 400 mg/l.

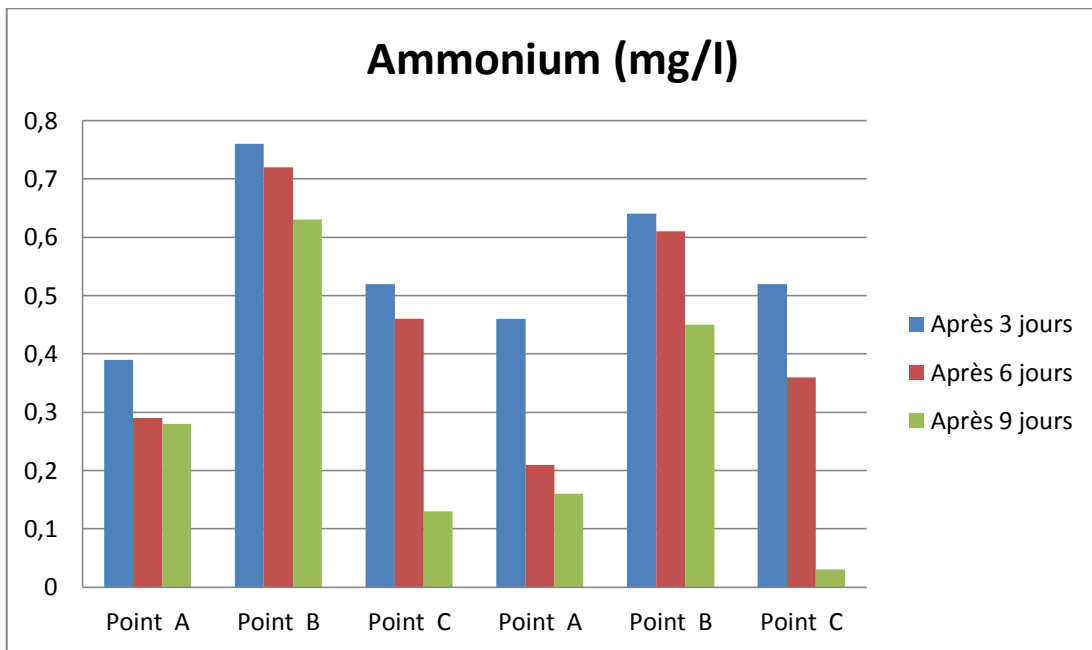
IV.2.13.L'azote ammoniacal (N-NH₄⁺)

Figure 22– Variation de Ammonium (NH₄⁺) après traiter Par argile (brute/purifiée).

Selon les résultats obtenus, la valeur moyenne de l'azote ammoniacal pour les eaux brutes est de l'ordre de 2,1mg/l, Cette dernière est supérieure aux normes internationales des eaux d'irrigation selon FAO (NH₄⁺<0,2mg/l) [27].

Mais pour les eaux traitées par l'argile, on trouve une diminution remarquable de concentration en NH₄ (0.76 et 0.03 mg/l) et qui respectent la norme mentionnée au-dessus.

IV.2.14.DBO

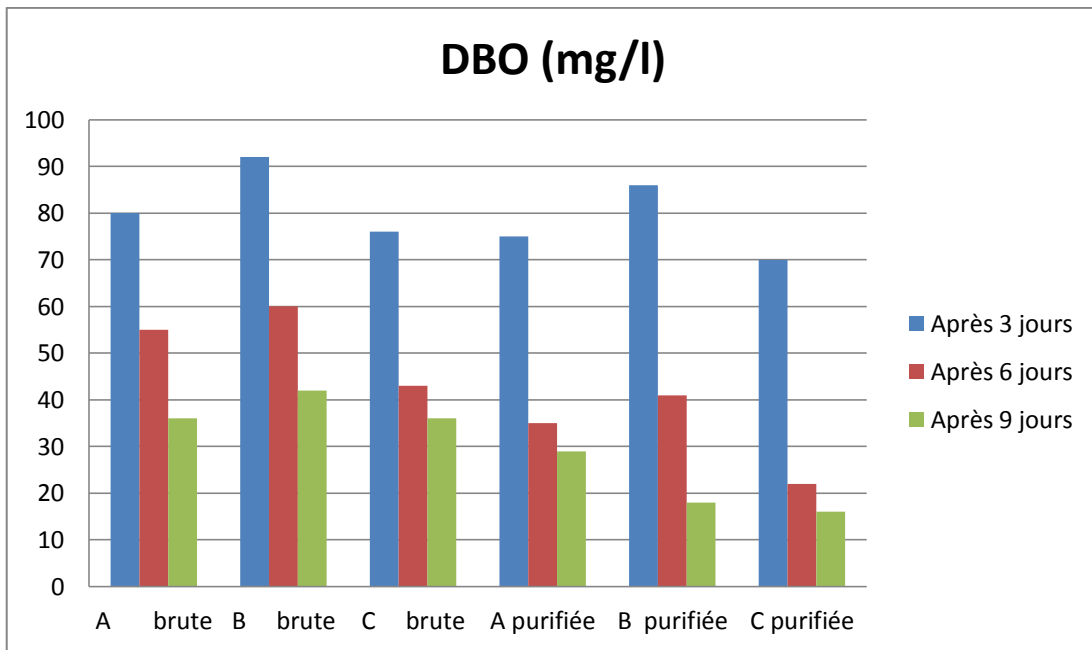


Figure 23– Variation de DBO après traiter Par argile (brute/purifiée).

D'une façon générale, on constate une apparition de la DBO₅ ce qui signifie que la quantité de matière organique biodégradable devient plus importante après contact avec l'argile au cours du temps.

On observe dans les résultats de traitement après 9 jours que la quantité des sels minéraux se réduites, cela peut interpréter par l'efficacité de l'opération de traitement pour les deux types d'argile brute et purifier, et une augmentation de la quantité de DBO₅ s'explique par le fait que le milieu devient de moins en moins saturé en matière organique

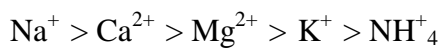
Cette méthode de traitement est méthode simple et efficace, peu coûteuse ne demande pas des installations sophistiquées, et sans ajouter les produits chimiques par apport a la méthode technique qui utilise au niveau de la STEP (d'El-Atteuf) et pas des risques sur l'environnement.

IV.3 La comparaison

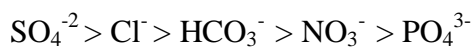
Par comparaison de nos résultats avec les résultats théorique (tableau annexe I) et les histogrammes, nous trouvons que la majorité des valeurs sont inférieures à celle des valeurs théorique, et on déduit que notre méthode de traitement par argile et surtout l'argile purifiée est efficace la diminution des teneurs des éléments avec le mêmes pourcentage soit avec argile brute ou purifier.

D'après l'analyse des résultats obtenus dans cette étude, les appréciations suivantes peuvent être faites :

L'ordre d'abondance des cations (mg/l) obtenus sur ces eaux est le suivant :



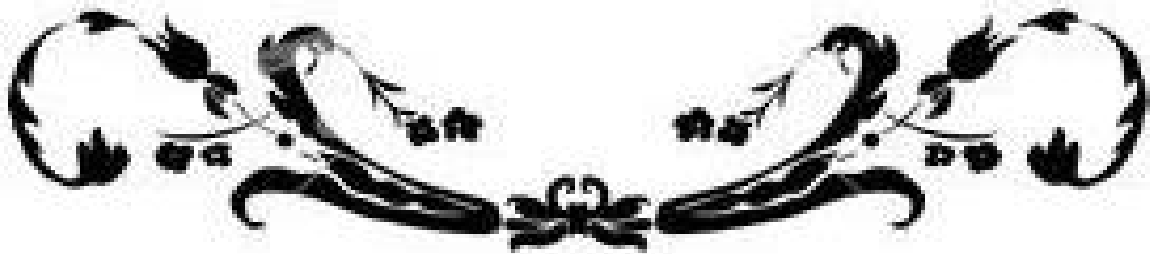
Et celui des anions :



Cet ordre de distribution des éléments est pratiquement conserve dans les toutes les points échantillonnés.



Conclusion Générale



Conclusion générale

Il existe Plusieurs techniques pour l'élimination des pollutions d'eaux usées, mais les procédés naturels n'ont pas des problèmes sur l'environnement parce que ces procédés utilisent la matière naturel. L'adsorption est l'une des techniques les plus utilisées pour cette élimination. Les recherches se sont alors orientées vers des procédés de traitement faisant appel à des matériaux naturels moins coûteux tels que l'argile, se sont les plus attractifs économiquement dans le traitement des eaux usées, grâce à leurs propriétés intrinsèques, leur abondance et leur faible coût.

Ce travail, nous a permis de mettre en évidence les performances épuratoires d'un matériau très abondant dans notre région et à faible coût de revient à savoir l'argile vis-à-vis des eaux usées urbaines.

Ce travail consiste, à établir un traitement (par des procédés naturels en utilisant l'épuration par adsorption sur des argiles) pour les eaux usées de oued M'Zab, Les argile que nous avons utilisées sont l'argile locale brute et purifiée de Bouhraoua.

De notre travail nous pouvons tirer que l'utilisation des argiles, peut être sérieusement envisagé pour résoudre le problème des eaux usées sans avoir recours à des techniques très coûteuses et qui nécessitent des moyens de gestion et de maintenance très importantes.

Les résultats de traitement des eaux usées urbaine de Ghardaïa par l'argile est donnés des bonne valeurs concernant les sels minéraux pour l'argile brute, et l'argile purifiée par contre on observe une augmentation des valeurs de DBO5 après 9 jours à cause de présence de matières organique.

Les résultats obtenus lors de cette étude à l'échelle laboratoire confirment l'intérêt pratique et économique de l'utilisation des argiles dans le domaine de la dépollution des eaux contaminées par les polluants. On a conclure aussi que le temps de contact est insuffisant pour avoir des bons résultats, ce qui explique l'effet de tempes sur le phénomène d'adsorbants au niveau de la surface de l'argile.

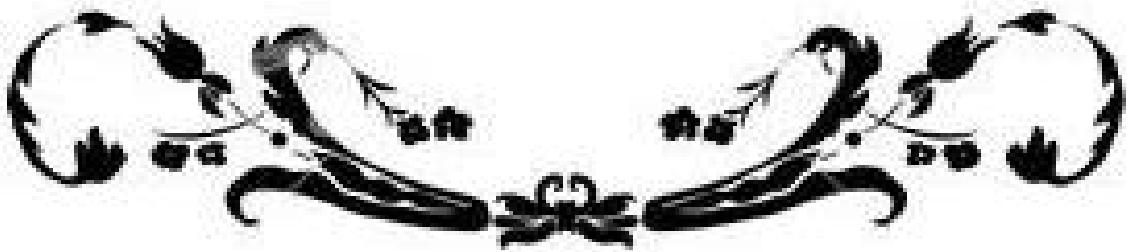
Nous recommandons la continuité et l'approfondissement de cette étude en prenant en considération les points suivants :

- Rechercher l'influence de chaque paramètre physico-chimique.
- Caractérisation des matériaux filtrants.
- Approfondir le travail par l'étude d'autres modèles multicouche couche en matériaux locaux pour affiner le modèle de traitement qui pourrait être utilisé dans la lutte contre la pollution des effluents.



Références

Bibliographiques



Références bibliographiques

- [1] Nova Scotia (2007) Environment and Labour On-site Sewage Disposal Systems Technical Guidelines.
- [2] Soumia AMIR(2005) contribution à la valorisation de boues de stations D'épuration par compostage : devenir des micropolluants Métalliques et organiques et bilan humique du compost Université Cadi Ayyad, Marrakech, Maroc.
- [3] Rachid HABIB et Ouissam EL RHAZI(2007), Impact sanitaire de la réutilisation des eaux usées Université Cadi Ayyad Marrakech - Licence SV.
- [4] Bouktah H. (2008). «Etude comparative d'adsorption du plomb sur différents adsorbant » mémoire de magister en chimie de l'université de Skikda-Algérie.
- [5] Ferhat M (2012) « Co-adsorption des métaux lourds sur la bentonite modifiée en présence des flocculants minéral et biologique» mémoire de magister en Chimie de l'université de Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou -Algérie.
- [6] Kadouche S. (2013). «Utilisation des biomatériaux dans le traitement des eaux» Thèse de doctorat de l'université de Mouloud Mammeri Tizi-Ouzou -Algérie.
- [7] Khaldoun N. (2011). « Effet de la rotation des contaminants sur le comportement des sols argileux »Ecole nationale des ponts et chaussées.
- [8,9] Belaib F. (2006). «Etude expérimentale de l'effet de l'enrobage de supports solides par des polymères conducteurs sur leur capacité de rétention des cations métalliques en solution aqueuse par adsorption » Thèse de doctorat de l'université de Constantine- Algérie.
- [10] Benguella B. (2009). «Valorisation des argiles Algériennes application à l'adsorption des colorants textiles en solution » Thèse de doctorat de l'université de Tlemcen-Algérie.
- [11] Ibn Ghazala M. (2009). «Synthèse des complexes organo et inorgano-pyrophyllite et leur application dans le traitement des eaux chargées en métaux lourds» Thèse de doctorat de l'université de Mohammed V - Agdal Rabat-Maroc.

- [12] Abdellaoui C. (2007). « Etudes des phénomènes d'adsorption et de diffusion des métaux lourds dans les sols argileux- application aux sites de charges » mémoire de magister en génie civil de l'université de Tlemcen-Algérie.
- [13] Kribi S. (2005). « Décomposition des matières organiques et stabilisation des métaux lourds dans les sédiments de dragage » Thèse de doctorat de l'institut national des sciences appliquées de Lyon-France.
- [14] AissaMamoune S.M. (2009). « Caractérisation et modélisation des argiles de la région de Tlemcen en utilisant les réseaux de neurones » Thèse de doctorat de l'université de Tlemcen-Algérie.
- [15] Caillère S., Hénin S and Rautureau M. (1982). Minéralogie des argiles : Structure et propriétés physico chimiques Tome II. Edition Masson.
- [16] Pédro G. (1994). Les minéraux argileux, Constituants et propriétés du sol. Edition Masson.
- [17] Brindley G.W.(1966). Discussion and recommendations concerning the nomenclature of clay minerals and related phyllosilicates. Clay and Clay Minerals, 14, 27-34.
- [18] Bailey S.W., Brindley G.W., Johns W.D., Martin R.T and Ross M. (1971). Summary of national and international recommendations on clay mineral nomenclature. Clay and Clay Minerals, 19, 129-132.
- [19] Sing K.S and Gregg J. (1982). Adsorption, surface area and porosity. Edition Academy Press, New York.
- [20] Caillère S, Hénin S and Rautureau M. (1982). Minéralogie des argiles : Classification et nomenclature Tome I. Edition Masson.
- [21] M^{me} Kerroumia MOULAI (2017). Univ. Ghardaïa.
- [22] FNDAE (Fonds National pour le Développement des Adductions d'Eau), Document technique n°5 Bis, Stations d'épuration – Dispositions constructives pour améliorer leur fonctionnement et faciliter leur exploitation, Office International de l'Eau – SNIDE, 1^{er} édition en 1992, actualisé en 2002, 86p.

- [23] Mohamed SASSI. (2004) « élaboration de silicates de structure lamellaire et utilisation comme réseau hôte pour former des solides mesoporeux organisés. » thèse de doctorat, université d'Oran Es-Sania.
- [24] KAFI Nassima « Traitement des eaux usées de Touggourt par l'argile de Bildet Omar » ; Mémoire de Master, Université de Kasdi Merbah Ouargla ; 2013.
- [25] Cheknane, B. (2011), Traitement des eaux usées par une argile locale, Bulletin des énergies renouvelables 19, 4-5.
- [26] Laboratoires de l'ADE MEAC-LAB 19 (Rodier ; 2009).
- [27] Laboratoire de step d'EL-ATTEUF, Ghardaïa.
- [28] A.M. Mustafa Al Bakriestall. (2011), Chemical Reactions in the Geopolymerisation Process Using Fly Ash–Based Geopolymer: A Review Universiti Malaysia Perlis.



Annexes



Annexes I : Les Normes Algériennes des rejets les eaux usées.

Caractéristiques	Normes utilisées
Turbidité	Couleur claire
Odeur	Inexistante
PH	6,5<PH<8,5
Conductivité électrique	–
Température	30°C
MES	30mg/l
Phosphore	2mg/l
DBO5	40mg/l

Annexe II : l'argile 'utilisais

Résum

L'objectif de ce travail est l'utilisation d'une méthode simple et naturelle pour traiter les eaux usées. Pour cela Nous avons étudié l'adsorption des argiles " l'argile locale et purifiée" sur les eaux usées de la région de Ghardaïa.

L'étude a porté sur l'analyse physicochimique des eaux usées. A travers ce travail nous montrons la haute capacité l'argile comme une matière absorbant dans le domaine de traitement des eaux usées vis-à-vis les contaminants.

Mots clé: eaux usée, traitement, argile, adsorption.

Summary

The objective of this work is the use of a simple and natural method to treat wastewater. For this we studied the adsorption clays " local and purified clay " on the waste water from the Ghardaia.

The study focused on the physicochemical analysis of waste water. Through this work we show the high capacity clay as absorbing material in the field of wastewater treatment and elimination of the contaminants.

Keywords: waste water treatment, clay, adsorption.

المخلص

الهدف من هذا العمل هو استخدام طريقة بسيطة و طبيعية لمعالجة مياه الصرف الصحي. لهذا قمنا بدراسة امتصاص الطين " الطين المحلي و المنقى " على مياه الصرف الصحي من منطقة غرداية .
وركزت الدراسة على التحليل الفيزي و كيميائي لمياه الصرف الصحي. أظهرت النتائج أن الطين فعال جدا في امتصاص المواد الملوثة وتنقية المياه المستعملة.
كلمات الدالة معالجة مياه الصرف الصحي، الطين والامتصاص.

