

11/81
1er

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE

DEPARTEMENT GÉNIE CHIMIQUE

PROJET DE FIN D'ETUDES

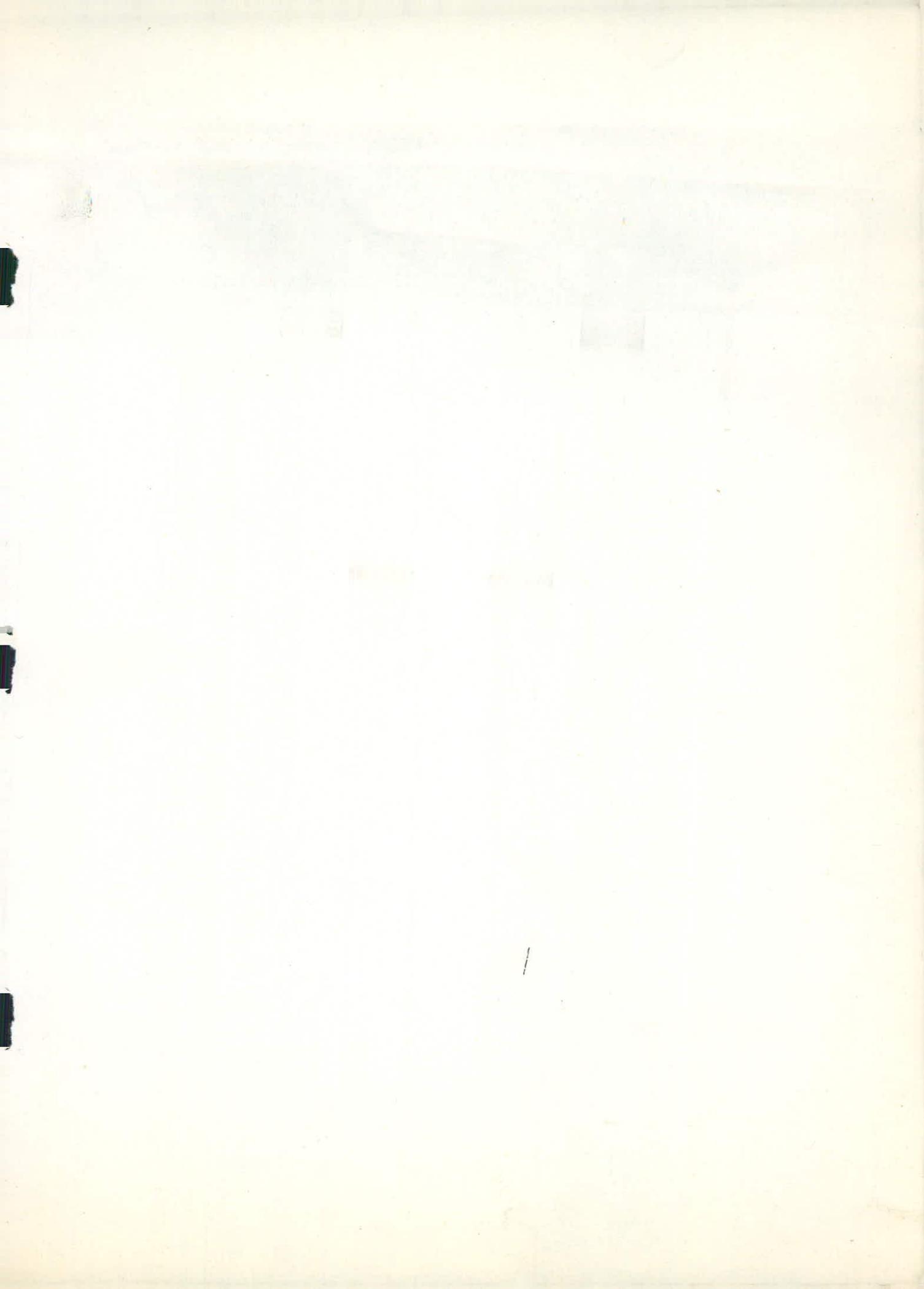
Sujet : CONTRIBUTION A L'ETUDE

DE L'ADOUCISSEMENT D'UNE
EAU SAUMATRE.

Proposé par M^{me} NEZZAL

Etudié par DEROUICHE S.

Promotion : fevrier 1981



DEDICACE

A mon pere

A ma mere

A toute ma famille ...

PRÉFACE

R E M E R C I E M E N T S

Au terme de ce modeste travail , qu'il me soit permis de remercier très sincèrement M^{me} NEZZAL, chargée de cours à l'E.N.P.A pour m'avoir guidé tout au long de ce projet ainsi que pour sa collaboration et sa gentillesse.

Mes remerciements s'adressent également à:

M^r ABROUK, professeur, Recteur de l'université de Batna, pour avoir accepté , malgré la grande distance qui nous sépare , de présider ce jury Monsieur OBRETOV, professeur à l'E.N.P.A pour avoir accepté de juger ce modeste travail.

Monsieur SIHULMANN, Expert de l'O.M.S pour avoir accepté de faire partie du jury et également pour ses conseils précieux et pour avoir manifesté un réel intérêt pour ce travail.

Je tiens à remercier également Madame MOHALEBI, Mesdemoiselles AMARI et BENTAHAR, Messieurs BOUAMOUD et BENDJAMAA , tous assistants au département Génie Chimique pour leur aide, ainsi que Monsieur KHELIL , maître assistant au département de Génie Sanitaire pour sa collaboration et sa gentillesse. Je ne saurais pas remercier mes camarades étudiants pour leur aide morale surtout et plus particulièrement Farid , Khelifa, Everaldo, Abdi AChour, Kadering, Mahmoud...
et d'autres

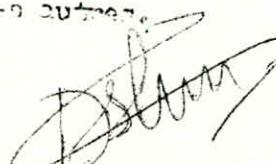


TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION

	Pages
I - CARACTERISTIQUE DE L'EAU - NORMES
I - 1 Caracteristique de l'eau à traiter	4
I - 2 Influence des cations Na^+ , Mg^{++} et Ca^{++} sur l'homme	5
I - 3 Norme pour l'eau de boisson	6
II - LA BENTONITE	
II - 1 Generalites sur la bentonite	8
II - 2 Origine des bentonite	9
II - 3 Formule generale	9
II - 4 Composition	10
II - 5 Structure	11
II - 6 Proprietes physico-chimique des bentonites	15
II - 7 Principales utilisations des bentonites	15
III - L'ECHANGE D'IONS DANS LES BENTONITES	18
III - 1 Generalites sur l'echange d'ions	18
III - 2 Origine de l'echange de cations dans les bentonites	19
III - 3 Selectivite	20
III - 4 Coefficient de selectivite	21
III - 5 Capacite d'echange des bentonites	22
III - 6 Echange d'anions	23
III - 7 Applications analytiques	24
IV - ELABORATION DES ECHANTILLONS - ACTIVATIONS	25
IV - 1 Caracteristiques de la bentonite utilisee	25
IV - 2 Elaboration des echantillons	33
IV - 3 Activation de la bentonite	33
IV - 4 Rinçage des echantillons activés	35

V & METHODES D'ANALYSES	37
V - 1 Photometrie à ionisation de flamme	37
V - 2 Absorption atomique	42
VI echange d'ions - RESULTATS EXPERIMENTAUX	44
VI - 1 Mode operatoire	44
VI - 2 Echange avec les cations Na ⁺	44
VI - 3 Echange avec les cations Ca ⁺⁺	46
VI - 4 Echange avec les cations Mg ⁺⁺	52
VI - 5 Echange mixte	53
VII DETERMINATION DES CONDITIONS OPTIMALES	54
VII - 1 Determination de la concentration optimale d'acide pour l'activation	54
VII - 2 Determination du rapport bentonite - solution optimale	55
VII - 3 Etablissement d'une cinetique d'echange	58
VII - 4 Determination du temps d'echange optimale	59
VII - 5 Capacite d'echange de la bentonite	62
VIII CALCUL D'UNE INSTALLATION POUR 10.000 HABITANTS	63
VIII - 1 Description de l'installation	63
VIII - 2 Calcul de l'installation	65
CONCLUSION GENERALE	70

MEMBRES DU JURY

President : M^r ABRUK . M -Recteur de l'universite de BATNA

Examinateurs: Messieurs

OBRETENOV : Professeur à l'E.N.P.A

SCHULMANN : Expert de l'O.M.S.

Madame :

NEZZAL : Chargé de Cours à l'E.N.P.A.

Chef du departement de Genie Sanitaire.

INTRODUCTION

Depuis une trentaine d'années, devant les besoins croissants en eau douce, et l'insuffisance des ressources naturelles, l'humanité est conduite à étudier et appliquer divers procédés permettant de l'obtenir à partir de l'eau de mer ou des eaux saumâtres dans des conditions admissibles du point de vue économique. Il est en effet consenti dans le monde, pour la recherche et le développement d'une technologie de dessalement de l'eau de mer, plus d'investissements que pour tout autre sujet non militaire, excepté pour l'espace (1).

De plus en plus, l'idée de faire appel à l'eau de mer ou aux eaux saumâtres dessalées est adoptée dans les pays dont les ressources en eaux douces sont faibles, et même dans ceux qui sont plus favorisés par la nature.

L'Algérie est directement confronté au problème du manque d'eau à la fois pour l'agriculture, l'industrie et les besoins des populations. Il est utile de noter que le problème de l'eau en Algérie a déjà fait l'objet d'un seminaire national en 1975.

Malheureusement, ce problème se pose avec plus d'acuité encore pour les régions sahariennes qui représentent environ les deux tiers du territoire national, et où il tombe moins de 100 mm de pluie par an. La nappe albienne qui se trouve à 1800 m de profondeur, représente une ressource intéressante à exploiter pour la mise en valeur du Sahara.

Notre travail consistera à contribuer à l'étude de l'adoucissement de l'eau de la nappe albienne (cas particulier de l'eau du forage de Touggourt). Parmi les nombreuses méthodes de dessalement mettant en jeu des techniques dont certaines sont déjà très perfectionnées, nous avons choisi le procédé dit "par échange d'ions".

Ce dernier se faisant entre l'eau saumâtre et un échangeur particulier : la bentonite activée.

d'Algérie, pays producteur de bentonite (gisements de Magnia, Mostaganem, Sidi Bel Abbès,...) pourra utiliser cette argile pour l'adoucissement des eaux; voilà pour quoi il est important d'étudier la possibilité d'échange d'ions entre l'eau saumâtre et la bentonite.

Nous rechercherons, à travers cette étude la détermination des conditions optimales d'échange résultant de "l'interférence" d'un certain nombre de paramètres, à savoir :

- concentration de l'aide pour l'activation de la bentonite.
- temps d'échange entre la bentonite et l'eau.
- rapport quantitatif eau - bentonite.
- capacité d'échange de la bentonite.
- nous nous proposons également d'établir une cinétique d'échange à travers la diffusion des cations Ca^{2+} de l'eau dans la suspension d'argile.

On connaît de nos jours divers procédés de dessalement des eaux dont certains sont très sûrs. Mais à quel prix peut-on dessaler les eaux? Il est proclamé aujourd'hui que le dessallement de l'eau commence à être réalisé économiquement, et que le voie est aussi ouverte à de nombreuses applications intéressantes autant les pays développés que ceux du tiers-monde. Cependant ces derniers devront prendre plus en considération les problèmes de l'importation d'une technologie encore peu éprouvée de par le monde, des pièces de rechange et des accessoires. Ils seront également amenés, en regard de la relative complexité des procédés existants (osmose inverse, électrodialyse, congélation, distillation, ...), à se doter d'une infrastructure adéquate et d'une main-d'œuvre qualifiée; ce qui alourdirait considérablement le prix de revient de l'eau douce. Il ressort également, à travers la question précédente que la technique n'est pas tout, et que le prix de revient du notre cube d'eau douce est fondamental. C'est

pourquoi l'idée d'application de la méthode d'adouissement que nous proposons à la fin de cette étude a été établie à la lumière de ses considérations technico-économiques.

CHAPITRE PREMIER

CARACTERISTIQUES DE L'EAU - NORMES.

Etant donné que notre étude concerne l'adoucissement d'une eau destinée à l'alimentation, nous limiterons le champ de notre attention aux seules caractéristiques qui ont trait à cet objet.

I.1. Caractéristiques de l'eau à traiter:-

L'eau à laquelle nous nous intéresserons tout au long de cette étude provient du forage de Ain Sahara (Touggourt). Elle est d'origine albienne.

La nappe albienne, ou nappe du Continental Intercalaire est le plus vaste système aquifère saharien puisqu'elle s'étend au nord d'une ligne Reggane - Fort Flatters jusqu'à l'Atlas Saharien, et de l'est de la Saura jusqu'en Libye (2). Elle est très exploitée par de très grands forages jaillissants dans les régions de Ouargla et Touggourt en particulier (Sidi Mahdi, Ain Sahara). Sa composition est caractérisée par une tendance vers la salinité à la suite d'une exploitation prolongée, due en grande partie à l'épuisement de la nappe d'eau douce du Continental Terminal.

La composition chimique moyenne de l'eau de Touggourt est consignée dans le tableau suivant:-

Substances	Concentration (mg/l)
Ca^{2+}	226 à 230
Mg^{2+}	72 à 78
Na^+	248 à 310

Tab. I.1.

Substances	Concentration (mg/l)
K ⁺	44
Cl ⁻	460 à 501
SO ₄ ²⁻	640 à 713
Fe	4 à 0
F ⁻	0,66

Alcalinité = 74 mg/l de CaO
Résidu sec à 110°C = 1780 à 1898 mg/l
Turbidité = 350 gouttes de mastic
pH = 8,2

I.2. Influence des cations Na⁺, Mg²⁺ et Ca²⁺ sur l'homme : - (3)

I.2.1. Sodium :-

Il n'a pas de signification hygiénique, mais en concentrations élevées, il donne un goût désagréable à l'eau.

I.2.2. Magnésium :-

Il confère à l'eau un goût désagréable. Il provoque également des irritations gastro-intestinales en présence de sulfates (5).

I.2.3. Calcium :-

Les sels de calcium rendent l'eau "dure". Le calcium provoque également un dépôt excessif de tartre. Les "accidents" due à un excès de calcium sont très importants: (5)

... en présence de certaines substances chimiques, il a un pouvoir anticoagulant.

... il peut se déposer en cristaux dans les tissus et les organes et les "dureur" : l'élasticité des tissus est ainsi inhibée.

en ce qui concerne le système osseux ; il peut se former des cellules géantes dans l'os (ostéite fibreuse).

I.3. Normes pour l'eau de baignade:-

I.3.1. Normes internationales :-(6)

Il n'existe pas jusqu'à aujourd'hui, pour les eaux de baignade, de normes de qualité valables pour tous les pays. L'Organisation Mondiale de la Santé (O.M.S.) a cependant établi une législation conforme à celle des pays en possédant. Le tableau (I.2) reprend les "recommandations" de l'O.M.S. quant aux éléments Ca^{2+} , Mg^{2+} et Na^+ auxquels nous nous intéresserons au cours de cette étude.

Tab. I.2

Substances	Concentration maximale souhaitable	Conc. max. admissible
Ca^{2+}	75 mg/l	200 mg/l
Na^+	--	--
Mg^{2+}	pas plus de 30 mg/l si l'eau contient 250 mg/l de sulfates ; si il y a moins de sulfates, la tolérance pour Mg peut atteindre 150 mg/l	
SO_4^{2-}	200 mg/l	400 mg/l

I.3.2. Projet de normes algériennes:-

Le Ministère de l'Hydraulique et de la mise en œuvre des terres et de l'environnement a réuni en juillet 1974 (7) les données techniques pour l'établissement d'une législation des eaux en Algérie. Il propose l'adoption des normes physico-chimiques suivantes concernant

nant les eaux destinées à l'alimentation:-

Tab I.3

Substances	Conc. max. admissible
Calcium	200 mg/l
Magnésium	150 "
Sodium	--
Potassium	--
Chlorure	400
Sulfate	600
Sulfate de Mg + Sulfate de Na	1000
Résidu sec à 110°C	1500

Ce rapport indique que pour la plupart de ces éléments et substances, et en raison de la très forte mineralisation de la plupart des eaux algériennes ; il faut adopter provisoirement les concentrations "admissibles".

Il ressort, à travers la comparaison des tableaux I.1 et I.3 que la composition chimique de l'eau de Touggourt ne répond nullement aux normes établies en Algérie. sachant que cette eau contient entre 640 et 713 mg/l de sulfates, il s'avère que sa concentration en ions Mg^{2+} est très largement supérieure à la concentration maximale admissible. Sa teneur élevée en calcium contribue à lui donner une "dureté" plus grande encore.

CHAPITRE II

LA BENTONITE

II.1. Généralités sur la bentonite.

La bentonite est l'une des dénominations techniques de la montmorillonite qui est son principal constituant mineralogique. Ce terme fut utilisé pour la première fois par KNIGHT (7) pour désigner une argile particulière découverte vers la fin du XIX^e siècle près de Fort Benton (Wyoming).

Les montmorillonites sont caractérisées par des structures octaédriques avec remplacement en couche octaédrique, à équidistance variable. Les particules de bentonite sont donc faites de feuillets empilés dont les dimensions approximatives sont de 100, 50 et 2 millimicrons (suivant 001).

Cette argile a la propriété d'augmenter considérablement de volume quand elle est plongée dans l'eau. Elle forme alors des "gels hydratopes" ainsi appelés car ils deviennent liquides sous l'effet d'une simple agitation ou vibration; et se coagulent lorsqu'elle est suspendue. Le mécanisme de gonflement est le suivant: l'eau introduite au contact des molécules de bentonite est attirée et s'insinue entre les feuillets en les éloignant les uns des autres au fur et à mesure que progresse le mouillage; les particules gonflent dans d'énormes proportions puis subissent un clivage le long des feuillets; ces derniers se dispergent alors en suspension colloïdale.

L'usage de ce terme bentonite a été, de nos jours généralisé, et toute argile possédant les propriétés énoncées précédemment est dite bentonite, quelle que soit son origine. C'est le cas par exemple de la montmorillonite de Ponza (Italie).

Les propriétés uniques des bentonites en font des argiles très précieuses dans beaucoup d'applications industrielles telles que : génie-civil, bores de forage, industrie alimentaires, pétrochimie, ...

II.2. Origine des bentonites :-

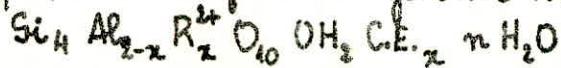
Il est difficile de préciser les conditions de formation de la montmorillonite. En effet, les identifications effectuées par rayons X ne permettent pas toujours de distinguer les montmorillonites des minéraux voisins, familles des beidellites, illites, ...

D'après la thèse de G. MILLOT (8), la montmorillonite caractérise les milieux sédimentaires relativement riches en bases, et de pH légèrement ou nettement alcalin. Cette conclusion rejoint celles de nombreux auteurs ; et on peut noter que le minéral du gisement originel de Montmorillon appartient à ce premier type. Soulignons également que certaines cendres volcaniques donnent par alteration des montmorillonites ; c'est le cas du gisement de Fort Benton. Dans le gisement de Magnia (Algérie), la montmorillonite résulte de l'altération des rhyolites (9). L'altération hydrothermale liée aux gaz résiduels du processus magmatique peut également conduire à la formation de montmorillonite.

II.3. Formule générale :-

La montmorillonite appartient au groupe des minéraux à 10 Å. Ce dernier est caractérisé par un feuillet qui comporte une couche octaédrique comprise entre deux couches tétraédriques. CAILLERE et HENIN (9) proposent la distribution des constituants dans les feuillets suivants :

6 O ; 4 Si ; 4 O, 2 OH ; (4-x) Al, x Mg ; 4 O, 2 OH ; 4 Si ; 6 O ; x C.E.
ce qui correspond à la formule générale suivante :



R_2^+ est constitué par le magnésium dans les montmorillonites types (localité de Montmorillon). Il peut être remplacé par différents cations divalents (Fe ou Mn). Dans cet exemple, la substitution se fait dans la couche octaédrique entre les éléments trivalents et les éléments divalents. Il en résulte un déficit de charges compensé par des cations échangeables (C.E.)

II. 4. Composition:-

La montmorillonite est le principal constituant de la bentonite, mais d'autres argiles minérales telles l'illite et la kaolinite peuvent également être présentes. Bien que certaines bentonites soient relativement pures, le contenu en minéraux non argileux est rarement inférieur à 10%. Il faut également noter que la composition en montmorillonite est elle-même variable d'une bentonite à une autre. Par conséquent, les caractéristiques des bentonites peuvent changer d'une variété à l'autre. Les différentes analyses de bentonites de diverses origines, consignées dans le tableau suivant le confirment :-

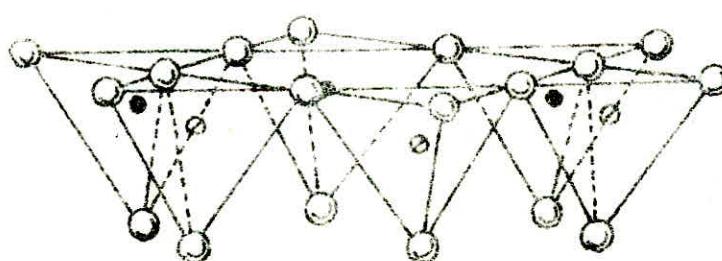
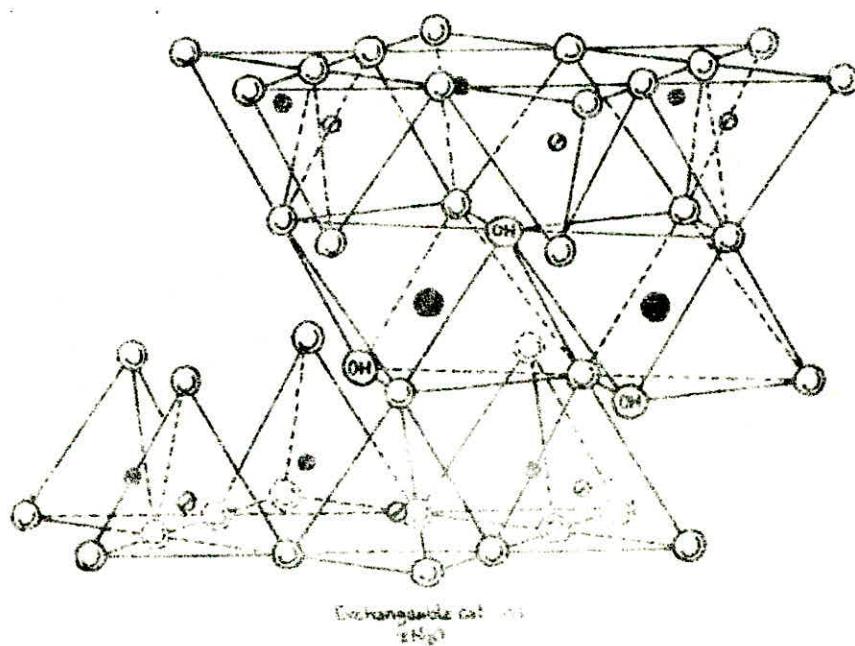
Composés	Echantillons ; Composition en %				
	Wyoming (U.S.A.)	Pongua (Italie)	M'zila (Algérie)	Magnolia (Algérie)	Mahoratra (Madagascar)
SiO ₂	55,44	67,42	62,40	51,52	50,06
Al ₂ O ₃	20,14	15,83	19,50	19,03	25,10
Fe ₂ O ₃	3,67	0,88	1,40	1,98	0,50
FeO	0,30	—	—	—	—
MgO	2,49	1,29	4,12	3,08	4,90
CaO	0,50	2,64	0,90	0,16	7,20
K ₂ O	0,60	—	—	0,36	—
Na ₂ O	2,75	1,69	—	1,17	—
TiO ₂	0,10	—	0,06	—	—
H ₂ O(MO)	14,70	10,83	8,78	14,55	—
H ₂ O(900)				0,21	1,17
Total	100,69	99,98	94,96	100,06	99,46

II.5. Structure:-

Les cristaux de montmorillonite sont des particules extrêmement petites, et ne donnent pas de diffraction des rayons X lorsqu'ils sont pris individuellement. Plusieurs chercheurs ont fait des suppositions pour expliquer la structure des montmorillonites. Ainsi, selon Hofmann, Endell et Wilm (10), Marshall (11), Maegdefrau et Hofmann (12), et Hendricks (13), une unité structurale de montmorillonite est constituée de feuillets dont l'arrangement fondamental est le suivant : une couche centrale d'octaèdres d'aluminium est disposée entre deux couches de tétraèdres de silicium. Les sommets de ces derniers sont orientés vers la couche d'octaèdres ; les couches de tétraèdres et d'octaèdres sont combinées de manière à ce que les sommets de chaque couche forment une des surfaces de base des couches d'octaèdres dans laquelle se trouvent des groupes hydroxyles (OH). Il existe des atomes d'oxygène qui sont communs aux couches de tétraèdres et d'octaèdres. Ces atomes occupent une partie des places des groupes hydroxyles. Ces couches ou feuillets sont continues dans les directions a et b, et superposées dans la direction c. Il existe des couches composées uniquement d'atomes d'oxygène ; ce qui explique la présence dans un plan de liaisons fortes, et dans l'autre de liaisons faibles. Cette particularité importante de la structure de la montmorillonite explique la possibilité pour certaines molécules (eau, molécules organiques polaires) de pénétrer entre les couches et de les écarter. Il faut également noter que les dimensions du réseau de montmorillonite, dans la direction c, ne sont pas fixes et peuvent aussi varier de $9,6 \text{ \AA}$ en l'absence de molécules polaires entre les couches, jusqu'à une séparation complète de ces dernières dans d'autres cas.

Conformément à toutes ces suggestions, les auteurs précédemment cités ont proposé divers schémas pour expliquer la structure de la bentonite (figures 1, 2, 3).

Edelman et Favejee (14) ont, quand à eux, proposé un



● Oxygène OH Hydroxyl ○ Aluminium, fer, magnésium
 ● et ● Silice, occasionnellement aluminium.

fig. 1: Structure de la montmorillonite. (Grim)

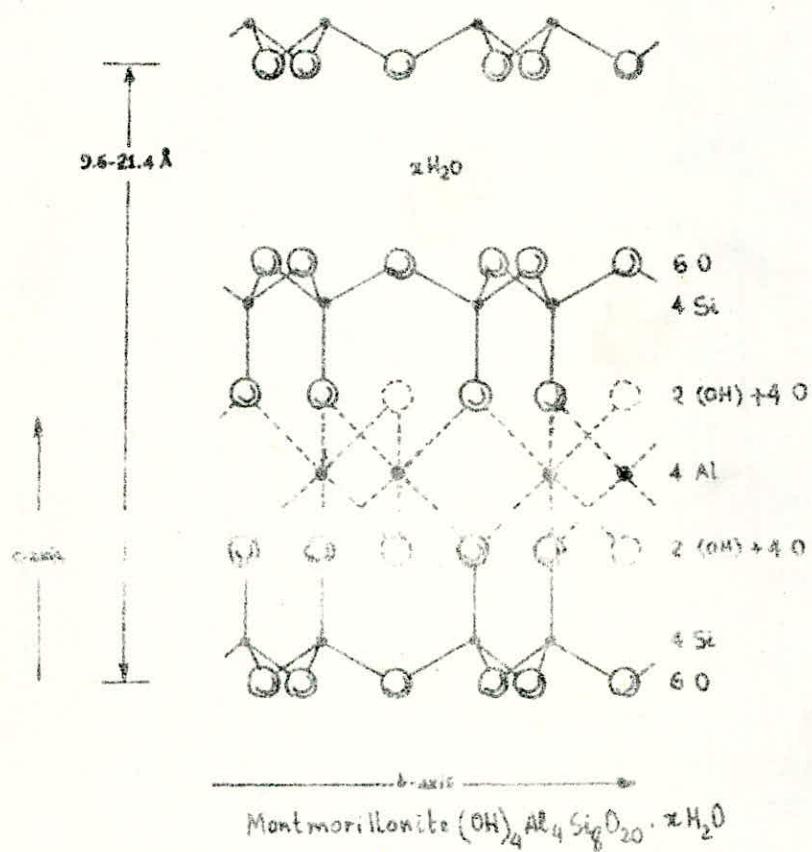


fig2 : Schéma Structural de la
Montmorillonite.

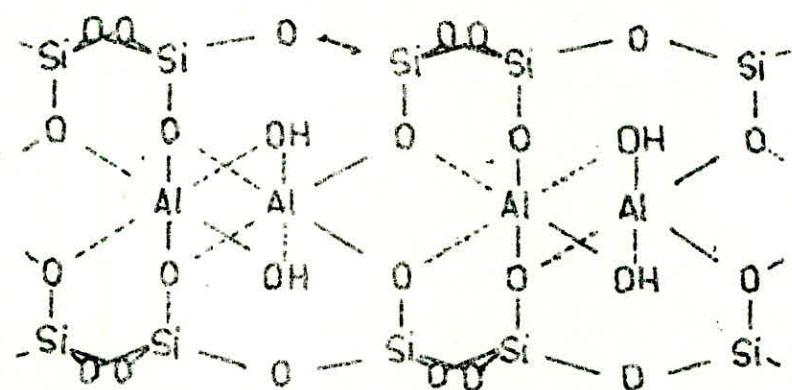


fig.3 - Schéma structural de la montmorillonite
d'après Hofmann et Favejée.

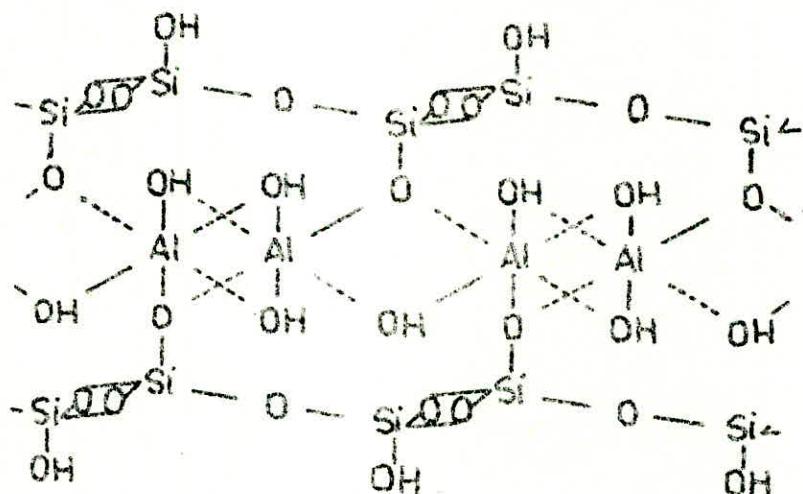


fig.4 - Schéma d'Edelman et Favejée.

autre schéma structural où les tétraèdres de silicium dans les deux couches sont dirigés dans des directions opposées. Dans certains tétraèdres de silicium, nous avons des groupes (OH) à la place des atomes d'oxygène (figure 14).

En réalité, la montmorillonite possède toujours des substitutions dans son réseau. La figure 3 représente la structure de la montmorillonite sans aucune substitution dans le réseau. Ce type de structure correspond à la formule théorique $(\text{OH})_4 \text{Si}_8 \text{Al}_4 \text{O}_{20} \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$. Le magnésium, le zinc, le nickel, le fer et le lithium peuvent se substituer à l'aluminium dans les octaèdres (15).

Il y a également d'autres propriétés structurales de la montmorillonite : McColl (16) suppose qu'il y a des groupes (OH) à la place des atomes d'oxygène ; une petite quantité d'atomes d'aluminium est remplacée par des atomes de magnésium ou de fer.

II.6. Propriétés physico-chimiques des bentonites :

La montmorillonite est un minéral naturel qui se présente généralement en masses compactes, et dont la couleur varie du blanc gris au blanc verdâtre, allant parfois jusqu'au rose plus ou moins clair. La montmorillonite naturelle est infusible ; les variétés saturées par le sodium fondent vers 1000°C. La dureté est généralement voisine de 2,04. Les indices de réfraction de la montmorillonite sont variables selon la teneur en eau :

$$n_g = 1,530 \text{ à } 1,500 ; n_p = 1,505 \text{ à } 1,670 \quad (9).$$

III.7. Principales utilisations des bentonites : (15)

Les utilisations des bentonites sont de nos jours de plus en plus nombreuses. Nous en citerons les plus importantes.

⑤ Terres décolorantes activées :

Les bentonites naturelles possèdent un pouvoir décolorant très

pure. Il peut cependant être considérablement augmenté par un traitement aide ou activation. La quantité d'aide utilisée, sa concentration, le temps, la température, les degrés de lavage et séchage sont déterminants pour le pouvoir décolorant. Les bentonites actives sont particulièrement utilisées pour la décoloration des huiles en Algérie.

④ Catalyse :

Les zéolithes naturelles, et parmi elles les bentonites connaissent depuis ces trente dernières années un développement considérable dans le cracking catalytique. Certaines bentonites se prêtent particulièrement à ce genre d'emploi et doivent subir à cet effet une activation aide. Elles sont alors employées sous forme de grains de dimensions appropriées ou en poudre, et doivent également être calcinées à 500 - 600°C pour augmenter leur duré et leur stabilité thermique.

⑤ Boues de forage :

Cette utilisation des bentonites commence en 1928 en Californie pour ensuite s'étendre au monde entier et permettre le développement de méthodes efficaces de forage dans l'industrie pétrolière. Le rapport A.P.I. définit les méthodes de test pour les produits utilisés dans le forage des fluides.

Les argiles sont très étudiées pour déterminer leurs teneurs en eau et en sel, pH, rendement des boues, perte au feu, ... etc. Le rendement d'une argile est défini comme étant le nombre de barils de boue d'une viscosité donnée (15 cp généralement) obtenu à partir d'une tonne dispersée dans l'eau. La bentonite typique pour la boue de forage est celle du Wyoming dont la majeure proportion d'ions échangeables concerne le sodium et le calcium. Son rendement en boue à 15 cp est 100 - 125 barils / tonne.

⑥ Utilisations en génie-civil :

la plasticité, la granulométrie, l'imperméabilité, la stabilité chi-

mme et la thixotropie, propriétés intéressantes des bentonites sont utilisées à profit dans ce domaine. En effet, les bentonites sont utilisées comme:

— agent d'agglomération des graviers et des sables: de très petites quantités (0,1 à 0,5%) sont suffisantes pour obtenir de meilleurs résultats par rapport à une aggrégation mécanique.

— agent d'imperméabilisation: une suspension de bentonite pénètre dans les pores d'un corps perméable et devient un gel qui édifie un écran étanche.

— dans les tranchées de fondation: placements horizontaux des tuyaux dans le sol...

— additif au ciment pour supprimer ou diminuer considérablement la fuite laquelle est un défaut caractéristique par la séparation de l'eau du mélange.

CHAPITRE II

L'ECHANGE D'IONS DANS LES BENTONITES.

II.1. Généralités sur l'échange d'ions :

L'échange d'ions est un phénomène universellement répandu dans la nature, et son utilisation par les hommes pour épurer les eaux saumâtres peut être reconnue avec quelque vraisemblance dans de très anciens ouvrages. Les propriétés d'échange d'ions et les réactions d'échange qui elles induisent ont une grande importance tant du point de vue fondamental que pratique.

C'est à Thomas Way en 1830 (17) que l'on doit la mise en évidence du fait qui au contact de la terre ou de l'argile, une solution saline voit sa composition modifiée : une partie de ses cations disparaissent et se trouvent remplacés par d'autres, empruntés à l'argile elle-même : c'est le phénomène d'échange de cations lié aux silico-aluminates du sol.

Les procédés ainsi mis au point ont permis de réaliser dès 1838, la première installation de déminéralisation d'eau saumâtre par échange d'ions (alimentation en eau potable du personnel de la saline d'Argel en Algérie) (17).

Depuis cette époque, l'échange d'ions est devenu pour les chimistes, un véritable outil, au même titre que la distillation, l'absorption, ou autres méthodes d'extraction ou de séparation. Il est utilisé non seulement dans l'épuration des eaux qui reste son domaine de préférence, mais aussi dans les branches les plus diverses de la chimie, qu'il s'agisse d'analyse, de fabrication ou de recherche.

Le procédé de désalémentation dit "par échange d'ions" est au

point industriellement, mais est applicable seulement pour les eaux saumâtres, en faisant une exception pour les appareils mobiles de désalémentation de l'eau-de mer.

La déminéralisation par échange d'ions permet d'obtenir une eau de très grande pureté si l'eau à traiter n'est pas trop chargée en sels ($\approx 2 \text{ à } 3 \text{ g/l}$) (18).

III.2. Origine de l'échange de cations dans les bentonites : -

Nous avons vu que pour compenser les déficits de charges existant dans la structure, un certain nombre de cations compensateurs pourraient se fixer sur la face des feuillets. Lorsqu'il est tétraédrique, le silicium est substitué par de l'aluminium, l'équilibre des charges n'est pas atteint ; la neutralité électrique sera alors assurée par la présence de cations de compensation (K^+ , Ca^{2+} , Na^+ , ...) qui servent de lien entre les feuillets. Les minéraux ayant de faibles déficits de charges et des cations échangeables de valence variable ne présentent qu'une faible attraction de feuillet à feuillet. Plongés dans l'eau, ceux-ci se séparent, et toute la masse de cations échangeables peut alors diffuser dans la solution et s'échanger contre d'autres cations. Cet effet est d'autant plus marqué que les cations échangeables ont une valence plus élevée. En effet, les déficits de charge sont la plupart du temps "monovalents" ; il faut donc, pour compenser la charge d'un cation polyvalent qui une certaine surface du minéral intervienne. Par contre, la charge des cations est très concentrée et exerce sur les molécules d'eau une polarisation intense ; le décollement s'en trouve facilité ainsi que le citent CAILLÈRE et HENIN (9).

Le réseau de montmorillonite est toujours déséquilibré en réalité. En effet, de la substitution de Al^{3+} par Si^{4+} dans la couche tétraédrique, et d'ions de valence inférieure comme Mg^{2+} par Al^{3+} dans la couche octaédrique, des charges non compensées sont produites ; et qui sont responsables à 30% de la capacité totale d'échange. Les cations péri-

phériques de la montmorillonite, attribuées à la saturation de liaisons marginales brisées sont, quand à eux, responsables d'une partie, de l'ordre de 20% de la capacité d'échange.

III.3. Sélectivité :

Les argiles, colloïdes essentiellement électronégatifs peuvent fixer pratiquement tous les cations. Cependant, il existe un certain ordre d'affinité lié à la fois à la taille et à la charge des ions. En effet, la valence des ions doit intervenir dans leur rétention par l'échangeur. Cette rétention est d'autant plus forte que la valence de l'ion est élevée. Cependant, ce résultat classique et général, ne peut à lui seul servir de base à l'interprétation de la sélectivité ; puisqu'il n'explique pas, par exemple, la sélectivité variable observée pour les échanges d'ions de même valence. Dans ce dernier cas, et dans l'ordre des affinités de rétention croissantes, les cations étudiés se rangent dans l'ordre classique : $Cs^+ > Rb^+ > K^+ > Na^+ > Li^+$ (19). Ce résultat se retrouve pour les teneurs échangeuses d'ions dans lesquelles les variations du gonflement selon le cation sont très marquées. Cette observation a fait énoncer la règle suivante : la rétention est d'autant plus forte que le rayon ionique solvaté est petit. Il faut toutefois remarquer que dans les cas où une impossibilité stérique est bien reconnue (zéolithes, canaux moléculaires), c'est en général le rayon cristallin de l'ion qui semble déterminer le phénomène. Cependant, il semble que le critère de taille de l'ion échangé joue un rôle important dans le niveau énergétique de la solution. GLIRNEY cité dans (19) a montré en effet que l'arrangement naturel des molécules d'eau est d'autant moins perturbé que l'ion dissous est de petit diamètre. En conséquence, le remplacement d'un ion fixé de grand diamètre, comme le résium par exemple, par un ion de diamètre plus faible comme le sodium, diminue le "degré d'ordre" de la solution. Cette "sélectivité" de l'eau plus grande pour le sodium que pour le résium pourrait ainsi entraîner une sélectivité apparente de l'échangeur plus

faible pour le sodium que pour le césium.

A partir de toutes ces considérations, nous pouvons écrire, reprenant les conclusions énoncées dans (20) que l'ordre préférentiel de fixation des principaux cations pour la majorité des bentonites est le suivant : $\text{Ca}^{2+} > \text{Mg}^{2+} > \text{K}^+ > \text{NH}_4^+ > \text{Na}^+$.

III.4. Coefficient de sélectivité :-

La réaction d'échange entre une phase solide chargée, dont la charge est équilibrée par un ion du type A, et une solution contenant un ion B s'écrit : $\bar{A} + B^+ \xrightleftharpoons{z_2} \bar{B} + A^+$ (III.1)

A^+, B^+ = ions en solution

\bar{A}, \bar{B} = ions retenus par l'échangeur.

Une fois l'équilibre de diffusion atteint, on constate que les concentrations relatives des ions $\frac{[\bar{A}]}{[A]}$ dans l'échangeur et $\frac{[A^+]}{[B^+]}$ dans le liquide ne sont pas identiques ; ceci restant vrai quels que soient les ions considérés. Le rapport entre ces deux concentrations, soit :

$$K_A^B = \frac{[\bar{B}]. [A^+]}{[\bar{A}]. [B^+]} \quad (\text{III.2}) \quad \text{est appelé coefficient de partage, d'équilibre ou de sélectivité.}$$

Si l'on choisit d'exprimer les concentrations en ions A et B sous forme de fractions ioniques définies par la relation suivante :

$$x_i = \frac{Z_i \cdot n_i}{\sum Z_i \cdot n_i} \quad (\text{III.3})$$

où n_i = nombre d'ions i

Z_i = valence de l'ion i

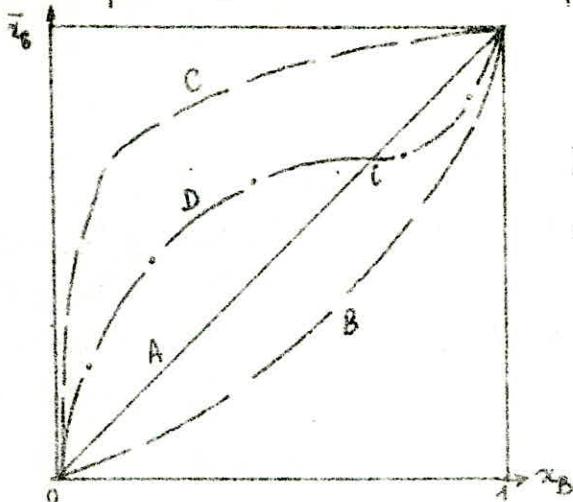
$$\text{l'équation (III.2) s'écrit : } K_A^B = \frac{\bar{x}_B \cdot x_A}{\bar{x}_A \cdot x_B} \quad (\text{III.4})$$

Dans le cas d'un système binnaire ; on a évidemment :

$$\bar{x}_B = 1 - x_A \quad \text{et} \quad x_B = 1 - \bar{x}_A.$$

On peut ainsi représenter tout état du système par un point de la courbe $\bar{x}_B = f(x_A)$. Une telle courbe tracée à température constante pour les

valeurs d'équilibre, est l'isotherme d'équilibre.



Isothermes d'échange ionique pour la réaction $\bar{A} + \bar{B}^+ \rightleftharpoons \bar{B} + \bar{A}^+$

- A : l'échangeur n'a aucune sélectivité
- B : l'échangeur est sélectif pour A^+
- C : l'échangeur est sélectif pour B^+
- D : la sélectivité de l'échangeur s'inverse au point i.

Il ressort de l'examen de cette figure que le coefficient K_A^B n'est généralement pas constant en fonction de x_B par exemple.

Si pour un échangeur donné, on dispose de mesures concernant deux couples d'ions, par exemple A,B et A,C ; l'application de la règle du triangle aux constantes thermodynamiques permettra de prévoir la constante d'équilibre ou coefficient d'équilibre du couple B,C par la relation suivante :

$$K_{BC} = \frac{K_{AC}}{K_{AB}}$$

Il faut noter que le coefficient de sélectivité précédemment défini dépend beaucoup de la vitesse d'échange qui est fonction elle-même de la vitesse de diffusion des ions, d'une part à l'intérieur de l'échangeur, d'autre part à la traversée de l'interface électrolyte - échangeur.

III.5. Capacité d'échange des bentonites :

des bentonites ont la propriété "d'absorber" certains cations, et de les retenir dans un état d'échangeabilité, la réaction d'échange étant stochiométrique.

Cette propriété de capacité d'échange est mesurée en meq/100 g d'argile. Pour les montmorillonites, elle est élevée, et est de l'ordre de :

- 100 à 150 meq/100 g d'argile calculé à 900°C (9).
- 60 à 150 meq/100 g d'argile (15).

Deux grandeurs essentielles caractérisent l'échangeur ou complexe adsorbant :

a) sa capacité d'échange (ou de saturation) totale (T), qui est la quantité maximale de cations qu'il peut fixer.

b) sa teneur en cations échangeables (S) qui représente la quantité totale de cations effectivement retenus.

T et S s'expriment en meq/100 g d'argile. Nous avons toujours : $T > S$. La différence ($T-S$) représente l'ensemble des ions générateurs de l'acidité des bentonites.

III. 6. Echange d'anions :-

Il faut également noter que les bentonites, en plus de la propriété essentielle d'échange de cations, ont le pouvoir d'échanger des anions. Cette réaction d'échange peut avoir lieu le long des lignes de rupture de la "structure"; et les hydroxyles de la surface des particules d'argile peuvent aussi participer à cet échange.

HOFMANN et ses collaborateurs, cités par PAPIN (15) donnent les valeurs suivantes pour les capacités d'échange d'anions en meq/100 g d'argile :

— Geisenheim montmorillonite : 31.

— Wyoming " : 23.

III.7. Applications analytiques :-

Les utilisations analytiques de la bentonite découlent de ses propriétés particulières comme échangeur d'ions. Ce caractère fondamental peut engager les applications les plus variées. En chromatographie par exemple, les bentonites permettent de réaliser des séparations fines entre électrolytes et entre électrolytes et non électrolytes. En effet, les phénomènes de sélectivité ionique ou d'exclusion ionique, qui sont propres aux échangeurs permettent de réaliser de nouveaux types de séparations. La bentone 34 par exemple, est une bentonite organophile embrassant un large domaine : séparation des hydrocarbures aromatiques et de leurs isomères de position, ...

CHAPITRE IV

ELABORATION DES ECHANTILLONS - ACTIVATIONS.

IV.1. Caractéristiques de la bentonite utilisée :-

IV.1.1. Origine de l'échantillon :-

La bentonite que nous avons utilisée provient du gisement dit "Rousselle" de Magnia.

IV.1.2. Etude radiochristallographique :-

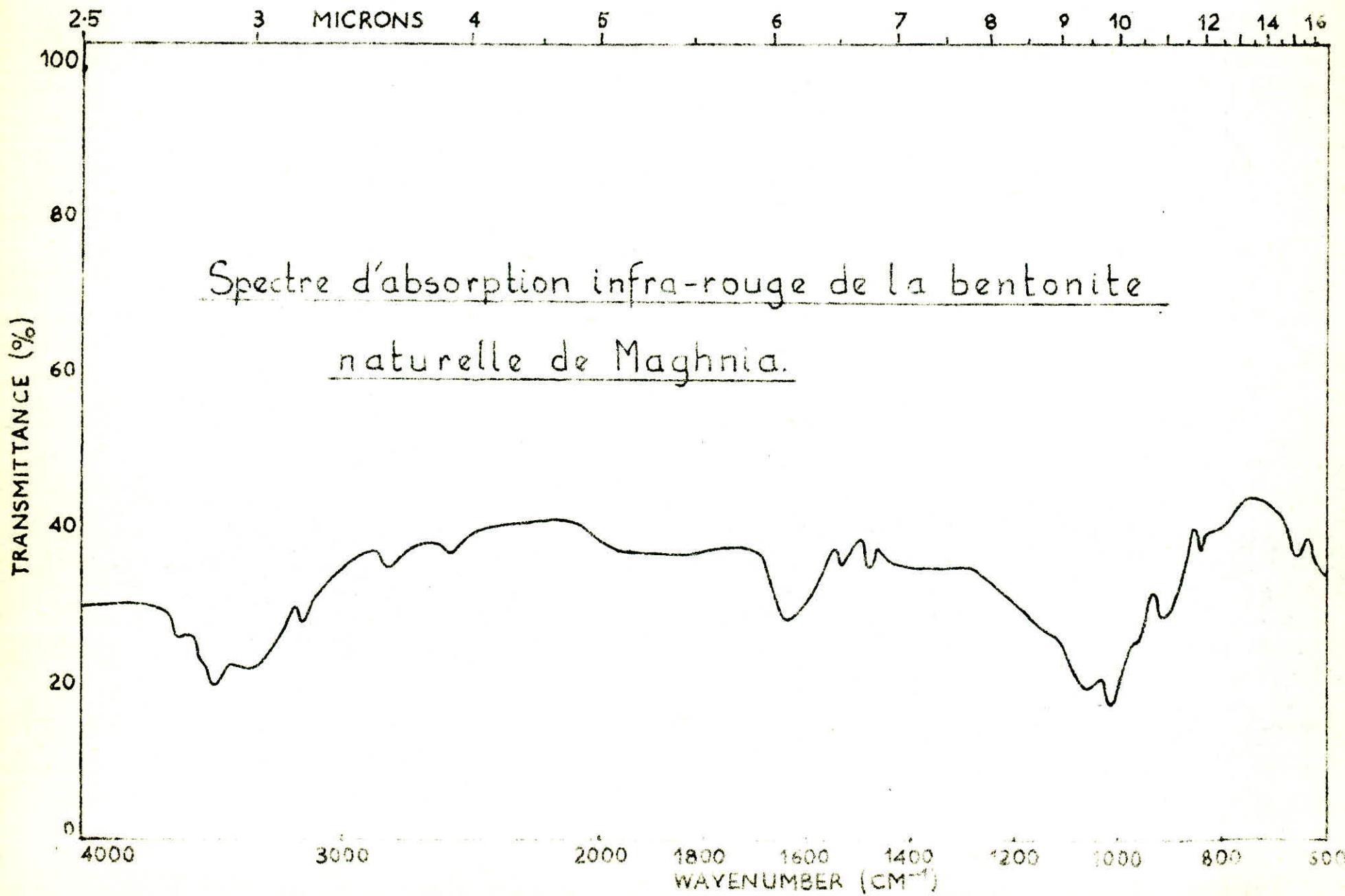
Les résultats que nous présentons se rapportent à une bentonite provenant d'un gisement proche de celui de Magnia. Selon l'avis des spécialistes, il semble qu'une telle analyse soit également valable pour l'échantillon auquel nous nous intéressons car le processus de formation de la montmorillonite de cette région est le même.

L'analyse par rayons X a révélé :

- a) une raie se situant à 15\AA : il s'agit donc d'un minéral gonflant qui est la montmorillonite. Cette dernière est très abondante.
- b) une raie à $3,02\text{\AA}$: elle indique la présence de calcite dans l'échantillon considéré.
- c) une raie à $4,26\text{\AA}$ et une autre à $23,24\text{\AA}$ révélant la présence de quartz. Cependant, ce dernier serait présent en très faibles proportions (quelques %).
- d) l'échantillon analysé contient également des résidus feldspathiques.

IV.1.3. Etude par spectroscopie infra-rouge :- (25)

des spectres d'absorption Infra-Rouge ont été enregistrés entre 4000 et 600 cm^{-1} à l'aide d'un spectrophotomètre PERKIN-ELMER modèle 577. Les échantillons sont pastilles à l'aide de bromure de potassium.



IV.1.3.1. Résultats expérimentaux :-

a) Bandes d'absorption caractéristiques des impuretés cristallines :-

La calotte, mise en évidence par diffraction des rayons X est caractérisée en spectroscopie Infra-Rouge par des bandes d'absorption situées à $2980, 2875, 2520, 1800, 875$ et 730 cm^{-1} (vibration de valence et de déformation de CO_3^{2-} avec leurs harmoniques). Des bandes d'absorption situées à $2875, 2520$ et 875 cm^{-1} apparaissent assez nettement sur le spectre obtenu, mais avec des intensités faibles. Notre échantillon contient également, en impureté, de la silice libre cristallisée (quartz). La plus intense des bandes d'absorption qui doivent lui correspondre ($1320, 1080, 800, 780$ et 690 cm^{-1}) se situe à 1080 cm^{-1} et apparaît clairement sur l'enregistrement obtenu.

b) Bandes caractéristiques de la phase argileuse :-

b.1. - Région des OH : (25)

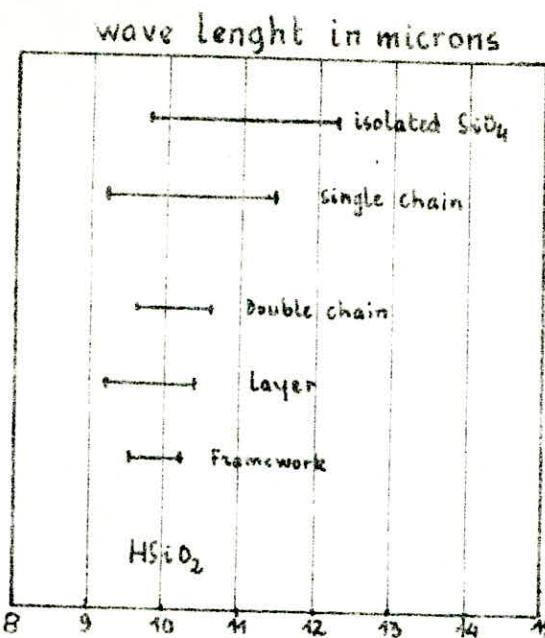
Nous observons deux bandes d'absorption dans les domaines situés respectivement entre $3200 - 3800 \text{ cm}^{-1}$ et $1600 - 1700 \text{ cm}^{-1}$. La première bande large est due aux vibrations de valence des liaisons OH. La deuxième qui présente un maximum à 1640 cm^{-1} correspond à la déformation H-O-H, et caractérise les molécules d'eau adsorbées entre les feuillets.

Les montmorillonites se caractérisent par un massif présentant un épaulement à 3635 cm^{-1} (20), (25). Le spectre obtenu indique clairement que nous avons une montmorillonite ; l'épaulement obtenu, situé à 3600 cm^{-1} étant proche de 3635 cm^{-1} valeur donnée par OTNUNA cité dans (20).

b.2. - Région des Si-O :

Notre échantillon présente une bande d'absorption intense autour de 1000 cm^{-1} que l'on retrouve dans tous les silicates ; la largeur de cette bande étant caractéristique des silicates en feuillets comme le

montre la figure suivante :



Bandes d'absorption intense de la liaison Si-O dans les silicates d'après LALINER (20).

La bande principale Si-O obtenue est bien centrée aux environs de 1150 cm^{-1} alors qu'elle apparaît vers 1100 cm^{-1} dans les montmorillonites (25). Notre enregistrement s'arrêtant à 600 cm^{-1} ne nous permet pas de voir les deux autres bandes d'absorption des Si-O situées à 420 et 470 cm^{-1} ; celle située à 680 cm^{-1} apparaissant faiblement.

b.3. Région des M³⁺-OH (M = Al, Mg, Fe, Li):

Le pic d'absorption, lorsque M = Al (cas des montmorillonites) est situé à 915 cm^{-1} (25). Sur notre enregistrement; nous notons l'existence d'un premier pic d'absorption à 920 cm^{-1} que nous pouvons attribuer à une vibration Al-O-H (aluminium en position octaédrique), et d'un second pic à 850 cm^{-1} n'apparaissant pas de manière nette et qui est dû à une vibration Fe-O-H. RUSSEL et FARMER cités dans (20) observent cette bande à 870 cm^{-1} dans les montmorillonites. Ils pensent qu'elle serait due aux groupements OH qui se partagent entre le fer et l'aluminium en positions octaédriques. L'intensité réduite de cette bande Fe-O-H indique que la teneur en fer dans notre échantillon est faible.

Nous pouvons dire en conclusion, que le spectre obtenu est suffisamment caractéristique pour que l'appartenance de notre échantillon à la famille des montmorillonites soit à nouveau confirmée.

IV. 1.4. Analyse chimique :-

L'analyse d'un échantillon du gisement "Rouelle" de Maghnia, effectuée par le Laboratoire National S.O.N.A.R.E.M. (Boumerdes) a révélé la composition chimique suivante :-

Composé	% Composé
SiO ₂	58,58
Al ₂ O ₃	20,87
Fe ₂ O ₃	2,22
CaO	1,42
MgO	5,05
TiO ₂	0,19
Na ₂ O	1,50
K ₂ O	0,56
perte au feu	9,35
TOTAL	99,74

Cette analyse chimique confirme les résultats obtenus par spectrométrie Infra-Rouge quant à l'existence en quantités non négligeables de silice, et d'aluminium ; et celles relativement faibles de fer.

IV. 1.5. Mesure de la densité :-

Les bentonites, minéraux pulvérulents se mouillent irrégulièrement et ont tendance à emprisonner de l'air. Nous avons, pour éviter cet inconvénient, adopté la méthode suivante pour mesurer la densité de notre échantillon :-

- a) l'échantillon est placé dans une étuve réglée à 105°C pour le déshydrater.
- b) nous mettons une petite quantité du produit à analyser dans un pycnomètre tari que nous remplissons ensuite de benzene. Ce dernier a la propriété de ne pas mouiller la bentonite.
- c) nous plongeons le pycnomètre dans une étuve sous vide pour dégazer l'échantillon. Cette opération dure 20 minutes environ.
- d) nous ajoutons ensuite la quantité de benzene nécessaire pour remplir le pycnomètre que nous pesons alors. La connaissance de la tare et de la masse volumique du benzene (0,87889 à 20°C) nous permet d'accéder au poids de bentonite utilisée. Connaissant le volume du pycnomètre, nous en déduisons la densité cherchée.

Cette méthode nous a permis de trouver, pour la bentonite naturelle utilisée une masse volumique de: $\rho_f = 2,04$.
Cette valeur est du même ordre de grandeur que celles données dans la littérature (9).

IV.1.6. Mesure de la surface spécifique : (26)

On dispose actuellement d'une méthode pour déterminer la surface des argiles. Elle a été mise au point par BRUNAUER, EMMETT et TELLER (B.E.T.) en 1938. Elle est relative à une adsorption par couches multiples de différentes épaisseurs (monocouche, bicouche,...)

N.1.6.1. Principe :-

Cette technique consiste à déterminer l'isotherme d'adsorption de l'argon à une température voisine de son point d'ébullition (77,6°K). L'équation de l'isotherme est la suivante :

$$V = \frac{V_m CP}{(P_0 - P) \left[1 + (C-1) \frac{P}{P_0} \right]} \quad (1) \quad ; \text{ avec:}$$

V = volume à (T.P.N) de gaz adsorbé à la pression P sur le solide donné.

V_m = volume à (T.P.N.) nécessaire pour former une couche monomoléculaire sur le même échantillon de substrat.

P_0 = tension de vapeur de l'adsorbat liquide.

C = constante.

Pour vérifier l'isotherme de B.E.T., on écrit l'équation (1) sous la forme transformée suivante :

$$\frac{P}{V(P_0-P)} = \frac{1}{V_m C} \cdot \frac{(C-1)P}{V_m C \cdot P_0} \quad (2)$$

En portant $\frac{P}{V(P_0-P)}$ en fonction de $\frac{P}{P_0}$; nous devons obtenir (pour $\frac{P}{P_0} < 0,3$) une droite d'ordonnée à l'origine $\frac{1}{V_m C}$ et de pente $\frac{C-1}{V_m C}$; ce qui nous permet de déterminer graphiquement V_m et C .

N.1.6.2. Appareil utilisé :-

Cette manipulation a été effectuée sur un appareil MICROMERETICS modèle 2100D. L'adsorbat utilisé est l'argon ($P_0 = 204 \text{ mmHg}$ à $T_0 = 77,6^\circ\text{K}$).

N.1.6.3. Résultat :-

les résultats obtenus sont consignés dans le tableau suivant : (graphique n° 01).

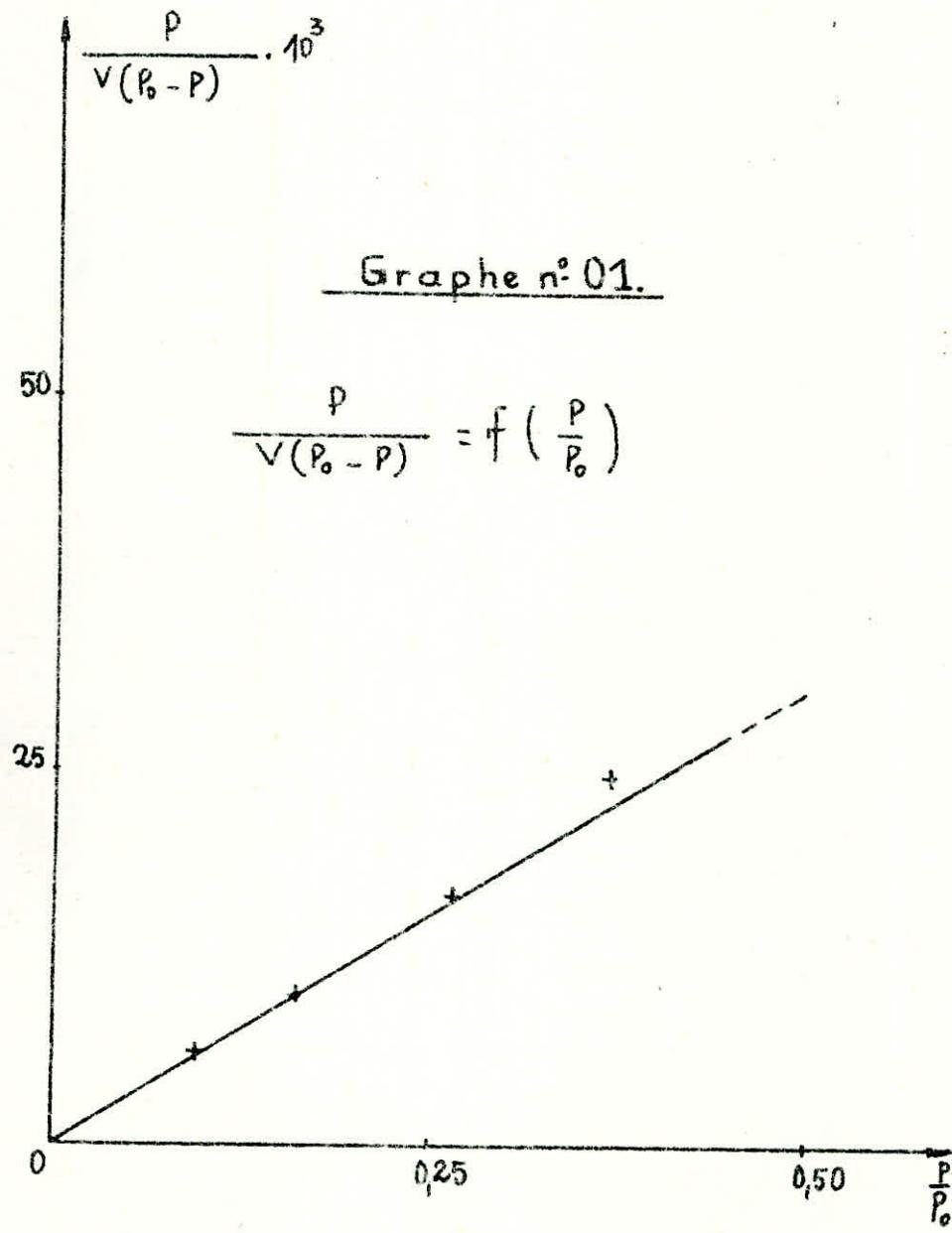
$\frac{P}{V(P_0-P)} \cdot 10^3$	6,10	9,95	16,58	24,50	39,50	57,59
$\frac{P}{P_0}$	0,097	0,163	0,266	0,370	0,517	0,637

que : $\frac{P}{V(P_0-P)} = f\left(\frac{P}{P_0}\right)$ pour $0 < \frac{P}{P_0} < 0,3$ nous donne une droite telle

- pente = $63,33 \cdot 10^{-3}$

- ordonnée à l'origine = 0

La surface spécifique de la bentonite naturelle est alors : $S = 58,99 \text{ m}^2/\text{g}$ à valeur que nous trouvons est relativement faible devant celles données dans la littérature :



- FRIPAT (19) : $80 \text{ m}^2/\text{g}$
- CAILLÈRE et HENIN (9) : $82 \text{ m}^2/\text{g}$

— : $72,5 \text{ m}^2/\text{g}$ à 110°C .

Nous pouvons expliquer cette différence par le fait que les minéraux dont la surface interne est très développée, comme la montmorillonite, ont une surface qui varie considérablement avec l'état d'hydratation. En effet, si le minéral est complètement déshydraté, on ne mesure que la surface externe, de l'ordre de $80 \text{ m}^2/\text{g}$. La surface apparente croît à mesure que les feuillets se séparent, puis elle diminue à mesure que la couche d'eau devient plus continue (9).

IV.2. Elaboration des échantillons:-

Les échantillons de bentonite sont tout d'abord déshydratés par chauffage dans l'étuve à la température de 105°C environ, jusqu'à poids constant (24 h environ). Ceci permet d'éliminer une quantité importante d'eau fixée entre les feuillets de montmorillonite. Cette déshydratation a pour conséquence une augmentation de la surface spécifique ; ce qui permet une meilleure diffusion des cations H^+ aidés lors de l'activation ; et de là, une capacité d'échange accrue. Nous procéderons ensuite à un tamisage, au bout duquel, nous recevrons les fractions inférieures à 0,1 mm.

IV.3. Activation de la bentonite:-

IV.3.1. Généralités sur les activations:-

Les recherches fondamentales sur les argiles, entreprises depuis longtemps, ne font qu'élargir l'éventail de leurs utilisations déjà très variée. Des propriétés des minéraux argileux qui déterminent leur emploi, sont liées étroitement à leur structure atomique, texture interristalline et composition ; de ce fait, on est conduit à procéder à des modifications des propriétés physico-chimiques de ces

substances pour obtenir une adaptation bien particulière à un emploi bien défini.

Ainsi, l'activation par attaque acide qui conduit à une permutation des cations échangeables se pratique de plus en plus sur les minéraux argileux afin d'améliorer ou d'étendre leur domaine d'emploi.

IV.3.2. Activation acide de la bentonite :-

L'activation des argiles par attaque acide a fait l'objet de nombreuses études (21), (22) traitant d'une part du mécanisme d'attaque, d'autre part, de l'effet sur les caractéristiques recherchées pour ses multiples effets. On a démontré qu'en début de réaction, il y a dissolution uniforme du réseau, c'est à dire qu'il faut exactement un atome de silicium pour un atome d'aluminium ; lorsque la solution est saturée en silicium, l'aluminium continue à se "dissoudre" et disparaît du réseau qui s'éfondre alors (21).

La surface spécifique augmente lors de l'attaque acide, passe par un maximum pour une concentration donnée, et dans des conditions opératoires bien déterminées (21).

Nous allons, dans un but de comparaison, utiliser lors de l'activation de la bentonite deux acides différents : l'acide chlorhydrique et l'acide sulfurique.

IV.3.3. Mode opératoire :-

Nous traitons 15 g de bentonite élaborée selon IV.2. avec 90 ml de solution aqueuse d'acide. Nous avons utilisé pour ce traitement les solutions acides suivantes :-

- H_2SO_4 (% poids) : 5 10 15 20 25 30
- HCl ("") : 5 10 15 20

Pour activer la bentonite, et parmi les différentes méthodes,

nous avons utilisé la suivante (22) :-

i) nous avons placé l'échantillon de bentonite ainsi que la solution aqueuse d'acide dans un ballon muni d'un agitateur magnétique. Nous avons ensuite placé le ballon dans un bain-marie dont la température est maintenue à 100°C à l'aide d'une plaque chauffante munie d'un moteur magnétique créant une agitation dans le ballon. La température à l'intérieur de celui-ci est alors voisine de 98°C, température requise pour une activation acide (22). Cette opération dure 6^h environ.

IV.4. Rinçage des échantillons activés:-

IV.4.1. Mode opératoire :-

Le but de cette opération est d'éliminer l'excès d'acide dans la bentonite. Après activation, nous avons filtré le mélange, et nous avons lavé le substrat plusieurs fois avec de l'eau bidestillée afin d'éliminer les anions SO_4^{2-} ou Cl^- résiduels. Après une série de lavages, nous testons la présence des ions Cl^- avec $AgNO_3$ et celle des ions SO_4^{2-} avec $BaCl_2$. Les échantillons ainsi élaborés sont ensuite placés dans l'étuve à une température de 105°C.

IV.4.2. Importance du rinçage:-

Dans le procédé d'adoucissement de l'eau par échange d'ions, le rinçage intervient après une régénération de l'échangeur. La nature de l'eau utilisée pour la régénération a une grande importance car son influence sur le prix de revient du procédé, de même que son incidence sur le rendement de l'échangeur ne sont pas négligeables.

Les travaux de M. GOMELLA (23), (18) ont abouti, pour l'eau de Touggourt à un rendement comparé, de 610 litres utilisables par régénération (des résines synthétiques utilisées) à Alger; 450 litres utilisables par régénération directe à l'eau de Touggourt.

(ancien forage donnant un résidu sec de 4,780 g/l).

Nous avons quand à nous utilisé de l'eau bidistillée pour le renlage dans le but de ne pas modifier les propriétés d'échange de la bentonite en vue de leur étude détaillée ; de plus, cette eau nous a servi de référence tout au long de cette étude.

Cependant, il aurait été très intéressant de faire une étude comparative avec une eau d'alimentation.

CHAPITRE V

MÉTHODES D'ANALYSE

V.1. La photométrie à ionisation de flamme :-

V.1.1. Principe :-

La photométrie à ionisation de flamme repose sur le fait qu'à haute température, l'excitation thermique des atomes d'un corps donné, s'accompagne d'une émission de lumière quand ces atomes reviennent à leur état d'équilibre. L'analyse de cette lumière a permis de déterminer les raies caractéristiques des différents éléments. L'intensité de ces raies devient, dans certaines conditions, proportionnelle à la quantité de l'élément correspondant.

On nébulise les liquides à l'intérieur d'une flamme chaude, non éclairante, et pour un élément donné, on mesure par voie photométrique, l'intensité de la lumière caractéristique de cet élément après l'avoir isolé par des filtres appropriés.

La photométrie à ionisation de flamme apporte une méthode de détermination des alcalins et alcalino-terreux simple et rapide.

V.1.2. Appareil et conditions opératoires utilisés:-

Les caractéristiques de l'appareil utilisé, ainsi que les conditions opératoires sont consignées dans le tableau suivant :-

Appareil	Photomètre Eppendorf
Tension d'alimentation	220 V

Pression du gaz (combustible)	150 à 180 mm d'eau
Combustible	- propane pour le sodium - acétylène pour le calcium
Pression d'air (lue sur l'appareil)	0,6 Kg/cm ²
Pression d'air (lue sur le compresseur)	1 à 2 Kg/cm ²
filtre interférentiel à touches multiples	- pour le sodium: 5890 Å - pour le calcium: 6230 Å
Précision donné par l'appareil	5%

V.1.3. Courbes d'étalonnage :-

V.1.3.1. Courbes d'étalonnage du sodium :-

Le dosage du sodium se fait avec du propane comme combustible.

② Cas du sodium seul :-

Les résultats de l'étalonnage sont fournis dans le tableau suivant : (graphique n° 02)

C_{Na^+} (mg/l)	0	0,25	0,50	0,75	1,00	1,20	1,50	1,70	2,00	2,20	2,50	2,70
Intensité lumineuse x %	0	80	170	230	315	360	450	515	595	650	740	800

① Cas du sodium en présence d'ions Ca^{2+} et Mg^{2+} :-

Les résultats de l'étalonnage dans le cas du sodium en présence de calcium ($C_{Ca^{2+}} = 200 \text{ mg/l}$) et de magnésium ($C_{Mg^{2+}} = 75 \text{ mg/l}$) sont fournis dans le tableau suivant : (graphique n° 02).

C_{Na^+} (mg/l)	0,74	1,38	1,85	2,25
Intensité lumineuse x %	230	450	596	724

Nous remarquons que la présence des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} provoque une émission de lumière légèrement plus importante que dans le cas du sodium seul. Cette différence s'explique par le fait que la détermination quantitative des ions Na^+ en présence des ions Ca^{2+} et Mg^{2+} pose quelques problèmes d'interférence. En effet les mesures par photométrie de flamme indiqueront des concentrations légèrement plus élevées en chacun des éléments présents par suite de l'exaltation mutuelle des éléments.

V.1.3.2. Courbes d'étalonnage du calcium :-

Le calcium demande en réalité de l'acétylène comme combustible. Ne disposant que de propane, nous avons dû faire des dilutions dans de l'éthanol (20%). Ce dernier permet d'élever la température de la flamme de propane.

① Cas du calcium seul :-

Les résultats de l'étalonnage sont consignés dans le tableau suivant : (graphe n° 03).

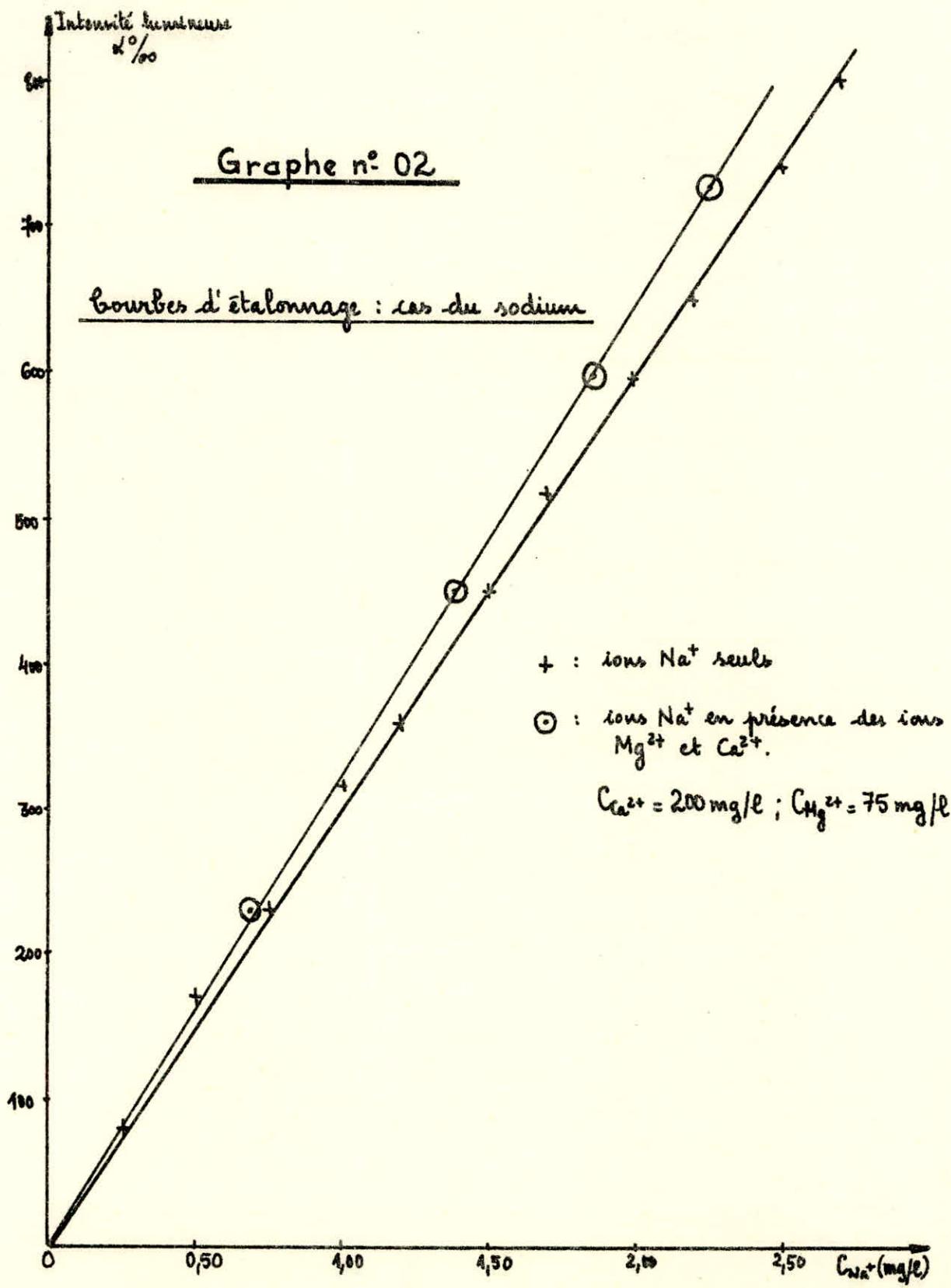
$C_{\text{Ca}^{2+}}$ (mg/l)	0	2,5	5,0	7,5	10,0	12,5	15,0	17,5	20,0
Intensité lumineuse %	0	94	204	295	408	485	592	700	815

② Cas du calcium en présence d'ions Mg^{2+} et Na^+ :-

Les résultats de l'étalonnage dans le cas du calcium en présence de sodium ($C_{\text{Na}^+} = 225 \text{ mg/l}$) et de magnésium ($C_{\text{Mg}^{2+}} = 75 \text{ mg/l}$) sont donnés dans le tableau suivant : (graphe n° 03).

$C_{\text{Ca}^{2+}}$ (mg/l)	3,20	6,60	8,12	9,75
Intensité lumineuse %	140	278	350	420

Nous remarquons que dans le cas du calcium, la présence des ions Na^+ et Mg^{2+} provoque également une augmentation de l'émission de lumière par suite de l'exaltation mutuelle des éléments.



Intensité lumineuse
d' $\%$

Graphe n° 03

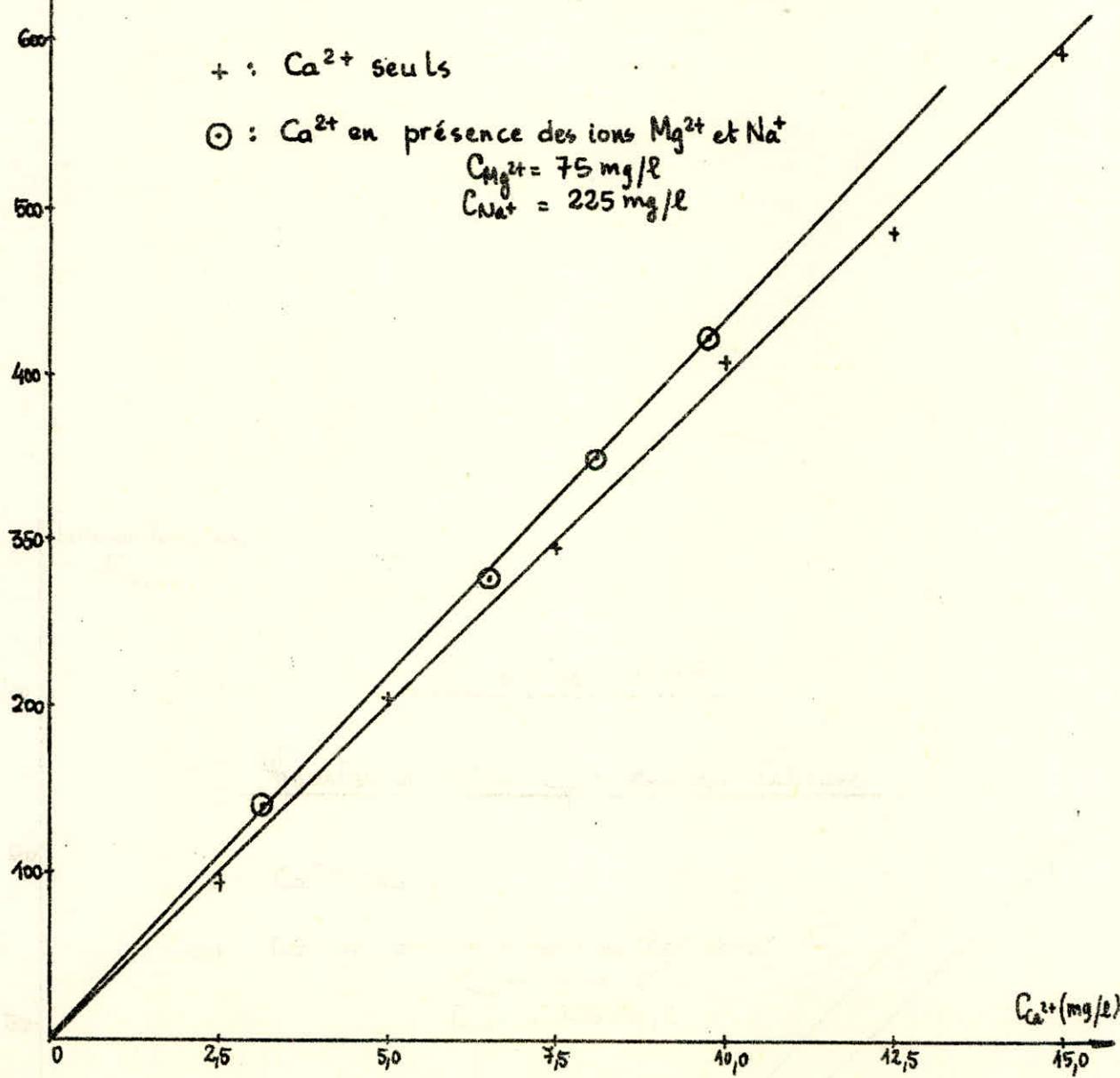
Courbes d'étalonnage : cas du calcium

+ : Ca^{2+} seuls

○ : Ca^{2+} en présence des ions Mg^{2+} et Na^{+}

$$C_{\text{Mg}^{2+}} = 75 \text{ mg/l}$$

$$C_{\text{Na}^{+}} = 225 \text{ mg/l}$$



V.2. L'absorption atomique:-

V.2.1. Principe:-

La spectrométrie d'absorption atomique est une méthode d'analyse élémentaire qui utilise la propriété des atomes d'être excités par apport d'une énergie extérieure sous forme de photons, de fréquence bien définie. Il faut également savoir qu'un atome ne peut absorber que des radiations de fréquence bien déterminée, qu'il est en outre capable d'émettre. C'est cette faculté d'absorption, pour les atomes, de l'énergie apportée par des photons de fréquence bien déterminée qui constitue le principe de base de la méthode.

La spectrométrie d'absorption atomique s'applique, de nos jours, à l'analyse des métaux en solutions aquatiques ou organiques. De nombreux éléments peuvent être décelés à des teneurs inférieures au microgramme par litre; et la méthode s'applique bien au dosage des traces.

V.2.2. Appareil et conditions opératoires utilisées:-

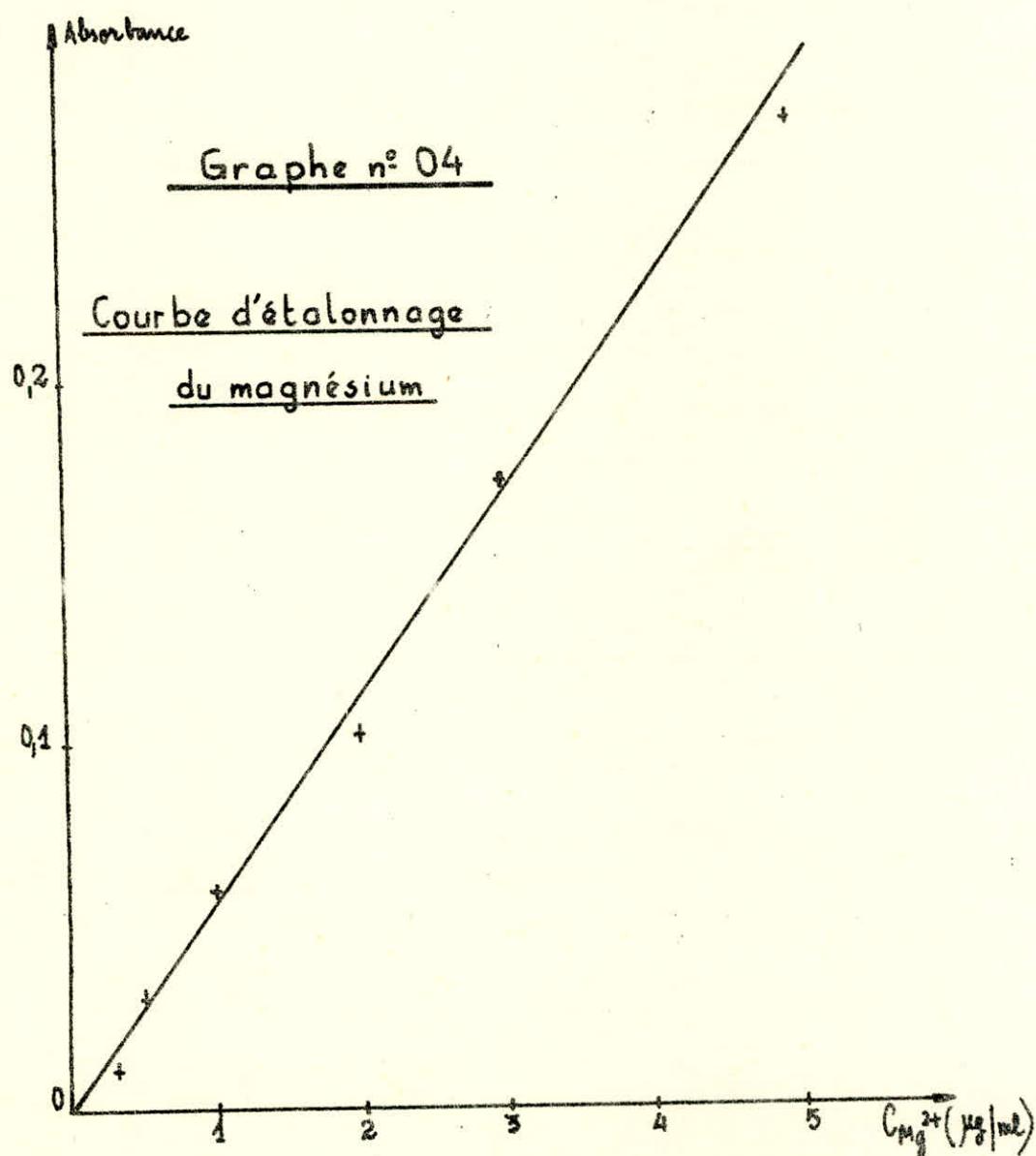
Les caractéristiques de l'appareil utilisé, ainsi que les conditions opératoires sont données ci-après :-

Appareil	PERKIN ELMER série 300
Sensibilité	1 %
Longueur d'onde (pour le Mg)	$\lambda = 2852 \text{ cm}^{-1}$
Combustible	acétylène - air
Pression de l'acétylène	0,7 kg/cm ²
Pression d'air	2,2 kg/cm ²

V.2.3. Courbes d'étalonnage du magnésium :

Les résultats de l'étalonnage dans le cas du magnésium seul sont consignés dans le tableau suivant : (graph n° 04)

$C_{Mg^{2+}} (\mu g/ml)$	0,3	0,5	1,0	2,0	3,0	5,0
Absorbance	0,010	0,030	0,059	0,102	0,172	0,270



CHAPITRE VI

ECHANGE D'IONS - RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

V.I. Mode opératoire :-

Nous nous sommes fixés, pour effectuer les échanges d'ions entre la bentonite et les solutions, les conditions opératoires suivantes :

- temps d'échange = 6 heures
- Rapport bentonite/solution = 0,5 g/50 ml.

La bentonite activée est mise en contact avec une solution de chlorure (de sodium, de calcium ou de magnésium) dans un ballon muni d'un agitateur pour la maintenir en suspension. Au bout de 6 heures, nous filtrons sur Büchner. Le filtrat obtenu est alors analysé par photométrie (Ca^{2+} et Na^+) ou par absorption atomique (Mg^{2+}).

Nous avons effectué les échanges de Na^+ , Ca^{2+} et Mg^{2+} en utilisant des solutions de NaCl , CaCl_2 et MgCl_2 de concentrations voisines de celles de l'eau de Touggourt (cf tableau I.1) ; à savoir :

- Na^+ : 240 - 260 - 280 - 300 mg/l
- Mg^{2+} : 70 - 75 - 80 - 85 mg/l
- Ca^{2+} : 225 - 230 - 235 - 240 mg/l

V.II. Echange avec les cations Na^+ :-

V.II.1. Bentonite activée avec H_2SO_4 :-

Les résultats expérimentaux obtenus sont consignés dans les tableaux suivants : (graphie n° 05).

a) $C_{Na^+} = 240 \text{ mg/l}$:-

Conc. H_2SO_4 dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20	25	30
Quantité échangée (mg/l)	24,0	31,5	26,0	14,0	6,0	4,0

b) $C_{Na^+} = 260 \text{ mg/l}$:-

Conc. H_2SO_4 dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20	25	30
Quantité échangée (mg/l)	25,0	40,0	32,0	21,5	15,0	6,0

c) $C_{Na^+} = 280 \text{ mg/l}$:-

Conc. H_2SO_4 dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20	25	30
Quantité échangée (mg/l)	30,0	48,0	38,0	32,0	27,0	9,0

d) $C_{Na^+} = 300 \text{ mg/l}$:-

Conc. H_2SO_4 dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20	25	30
Quantité échangée (mg/l)	38,0	56,0	43,5	42,0	24,0	17,0

Nous remarquons à travers la comparaison des résultats précédents que le meilleur échange du sodium est obtenu avec la bentonite activée avec H_2SO_4 à 10%. Nous remarquons également que la quantité échangée augmente avec la concentration en cations Na^+ dans la solution ayant servi à l'échange.

VI.2.2. Bentonite activée avec HCl :-

Les résultats expérimentaux obtenus sont consignés dans les

tableaux suivants : (graphe n° 06)

a) $C_{Na^+} = 250 \text{ mg/l}$

Conc. HCl dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20
Quantité échangée (mg/l)	18	39	31	24

b) $C_{Na^+} = 280 \text{ mg/l}$

Conc. HCl dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20
Quantité échangée (mg/l)	20	44	35	26

c) $C_{Na^+} = 300 \text{ mg/l}$

Conc. HCl dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20
Quantité échangée (mg/l)	24	50	39	25

Les résultats donnés par les tableaux précédents indiquent que le meilleur échange de sodium a lieu avec la bentonite activée avec HCl à 10%. Nous notons également que la quantité échangée augmente avec la concentration de la solution ayant servi à l'échange.

VI.3. Échange avec les cations Ca^{2+} :

VI.3.1. Bentonite activée avec H_2SO_4 :

Les résultats expérimentaux obtenus sont consignés dans les tableaux suivants : (graphe n° 07).

a) $C_{Ca^{2+}} = 225 \text{ mg/l}$

Conc. H_2SO_4 dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20	25	30
Quantité échangée (mg/l)	75,0	105,0	40,0	30,0	20,0	5,0

b) $C_{Ca^{2+}} = 230 \text{ mg/l}$

Conc. H_2SO_4 dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20	25	30
Quantité échangée (mg/l)	92,5	115,0	65,0	55,0	27,5	6,0

c) $C_{Ca^{2+}} = 235 \text{ mg/l}$

Conc. H_2SO_4 dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20	25	30
Quantité échangée (mg/l)	98,0	139,0	80,0	64,0	43,5	8,5

d) $C_{Ca^{2+}} = 240 \text{ mg/l}$

Conc. H_2SO_4 dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20	25	30
Quantité échangée (mg/l)	105,0	150,0	102,5	80,0	56,0	12,5

Nous remarquons que le meilleur échange du calcium est obtenu avec la bentonite activée avec H_2SO_4 à 10%. Il ressort également à travers l'étude des résultats précédents que la quantité échangée augmente avec la concentration en ions Ca^{2+} de la solution ayant servi à l'échange.

VI.3.2. Bentonite activée avec HCl :

Les résultats obtenus sont consignés dans les tableaux suivants (graphique n° 08).

a) $C_{Ca^{2+}} = 225 \text{ mg/l}$

Cone. HCl dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20
Quantité échangée (mg/l)	58,0	40,0	16,0	8,0

b) $C_{Ca^{2+}} = 230 \text{ mg/l}$

Cone. HCl dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20
Quantité échangée (mg/l)	66,0	48,0	36,0	12,0

c) $C_{Ca^{2+}} = 235 \text{ mg/l}$

Cone. HCl dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20
Quantité échangée (mg/l)	72,0	53,0	45,0	17,0

d) $C_{Ca^{2+}} = 240 \text{ mg/l}$

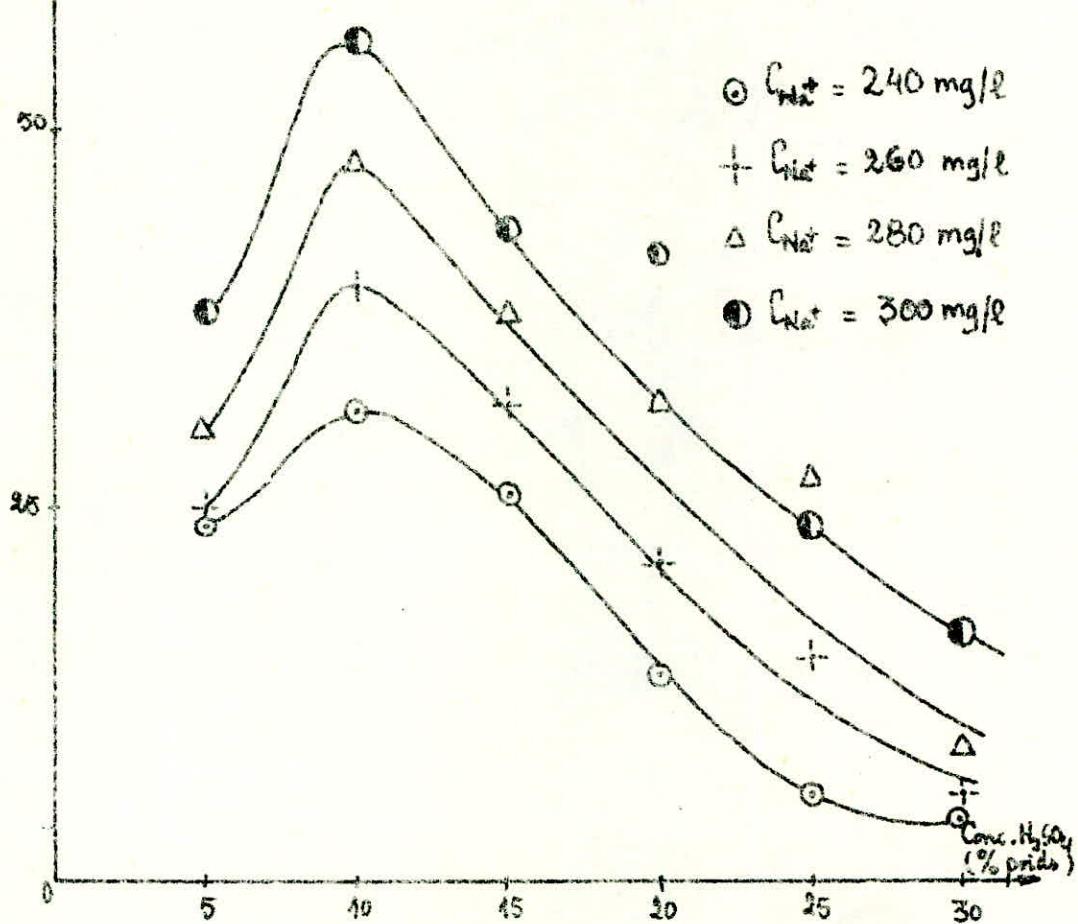
Cone. HCl dans la bentonite (% poids)	5	10	15	20
Quantité échangée (mg/l)	80,0	68,0	50,0	22,0

Nous remarquons que le meilleur échange de calcium est obtenu, pour les concentrations d'acide considérées, avec la bentonite activée avec HCl à 5%. L'échange optimal a peut être lieu avec la bentonite activée avec HCl à une concentration inférieure à 5%. Nous remarquons également que la quantité échangée augmente avec la concentration en cations Ca^{2+} de la solution ayant servi à l'échange.

Quantité échangée
(mg/l)

Graphe n° 05

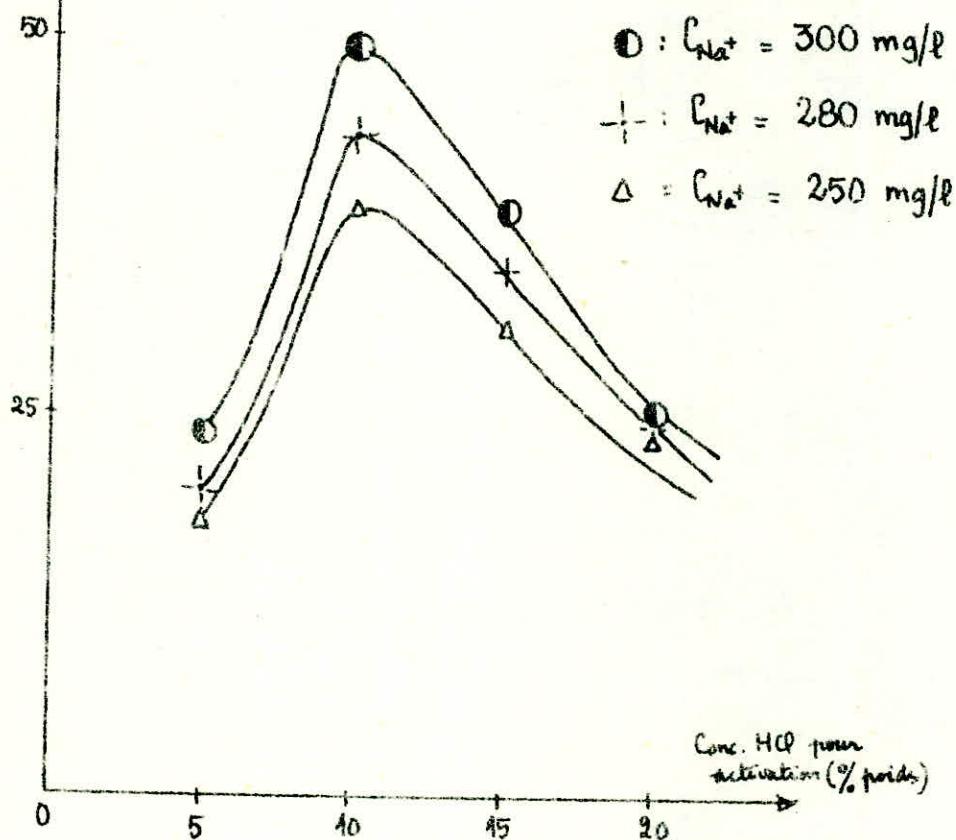
Echange du sodium, bentonite activée avec H_2SO_4



Quantité échangée
(mg/l)

Graphe n° 06

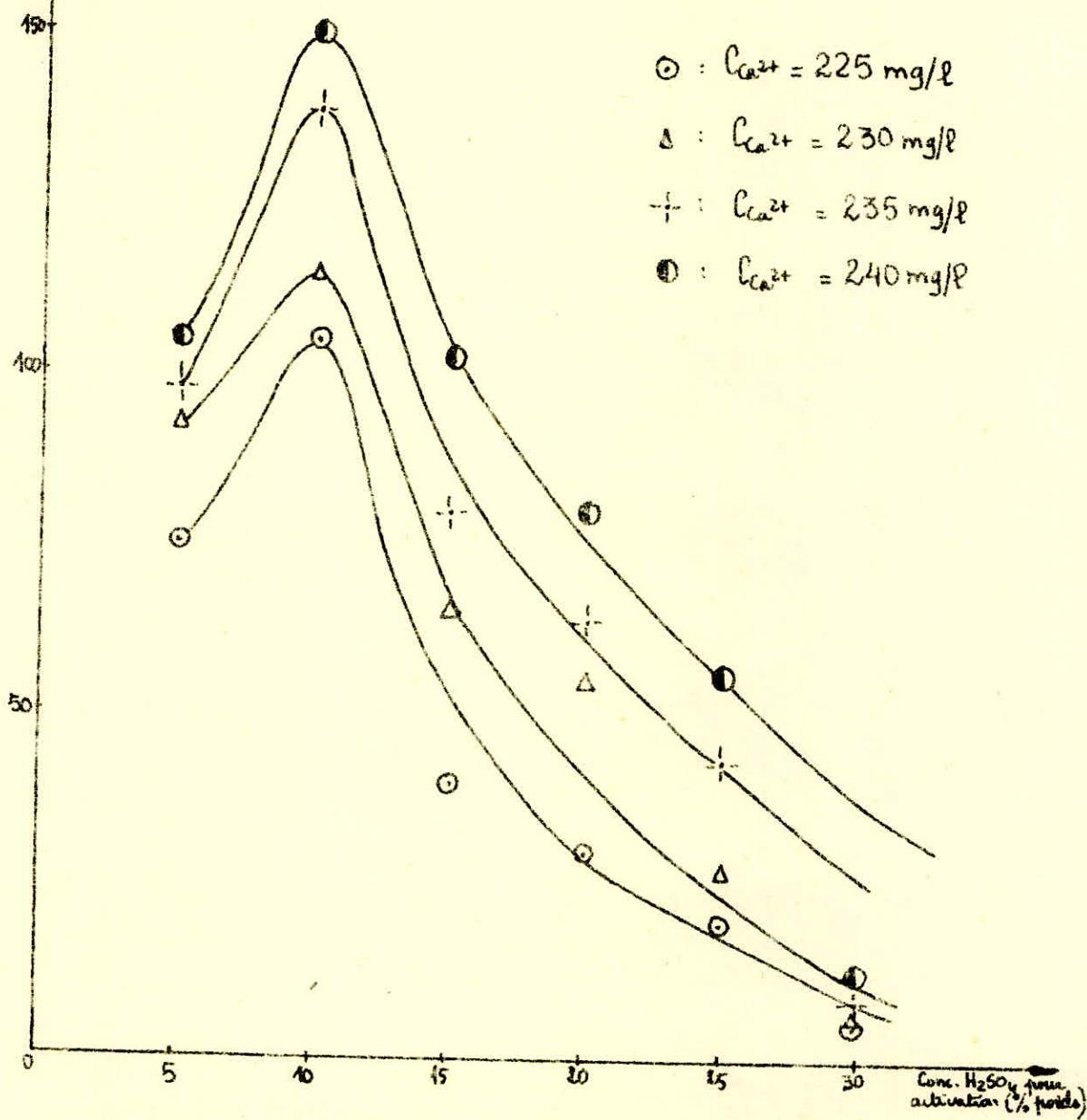
Echange du sodium, bentonite activée avec HCl



Quantité échangée
en mg/l

Graphe n° 07

Echange du calcium ; bentonite activée avec H_2SO_4



Graphe n° 08

Quantité échangée
(en mg/l)

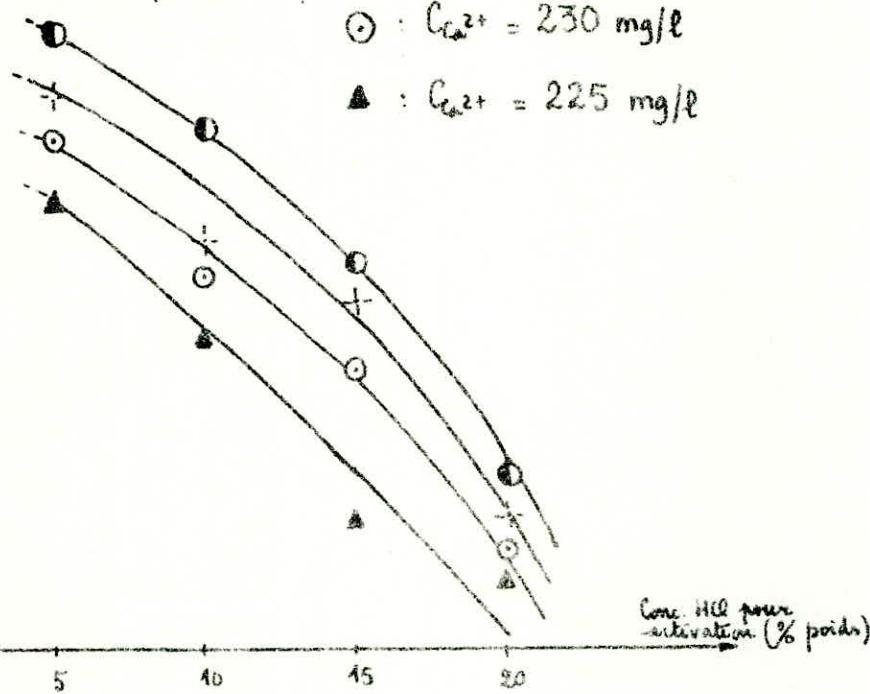
Echange du calcium ; bentonite activée avec HCl

○ : $C_{Ca^{2+}} = 240 \text{ mg/l}$

+ : $C_{Ca^{2+}} = 235 \text{ mg/l}$

○ : $C_{Ca^{2+}} = 230 \text{ mg/l}$

▲ : $C_{Ca^{2+}} = 225 \text{ mg/l}$



VI.4. Echange avec les cations Mg^{2+} :-

Nous ne pouvons donner de résultats expérimentaux concernant l'échange de magnésium car nous n'avons pu le doser par absorption atomique. En effet, nous avons constaté qu'après échange avec la bentonite, les solutions étaient encore saturées en magnésium ; la concentration de ce dernier dépassant par conséquent les limites de détection de l'appareil.

VI.5. Echange mixte:-

Nous avons effectué un seul essai d'échange mixte [$C_{Ca^{2+}} = 250 \text{ mg/l}$;
 $C_{Na^+} = 300 \text{ mg/l}$; $C_{Mg^{2+}} = 75 \text{ mg/l}$]. Les quantités échangées sont les suivantes:
— pour le sodium : 46 mg/l
— pour le calcium : 150 mg/l

Nous remarquons que l'échange est légèrement moins bon que lorsque les ions sont pris individuellement.

CHAPITRE VII

DÉTERMINATION DES CONDITIONS OPTIMALES.

VII. 1. Détermination de la concentration optimale d'acide pour l'activation:

Les résultats obtenus concernant les échanges d'i ons (Na^+ et Ca^{2+}) nous permettent de "tirer" les conclusions suivantes :

— pour l'échange de calcium : le meilleur échange a lieu avec la bentonite activée avec H_2SO_4 à 10%.

— pour le sodium : le meilleur échange a lieu avec la bentonite activée avec H_2SO_4 à 10%.

Nous utiliserons, dans la suite de ce travail, la bentonite activée avec H_2SO_4 à 10% en raison des résultats meilleurs qui elle donne.

Nous avons par ailleurs déterminé quelques "caractéristiques" de cette bentonite, à savoir :

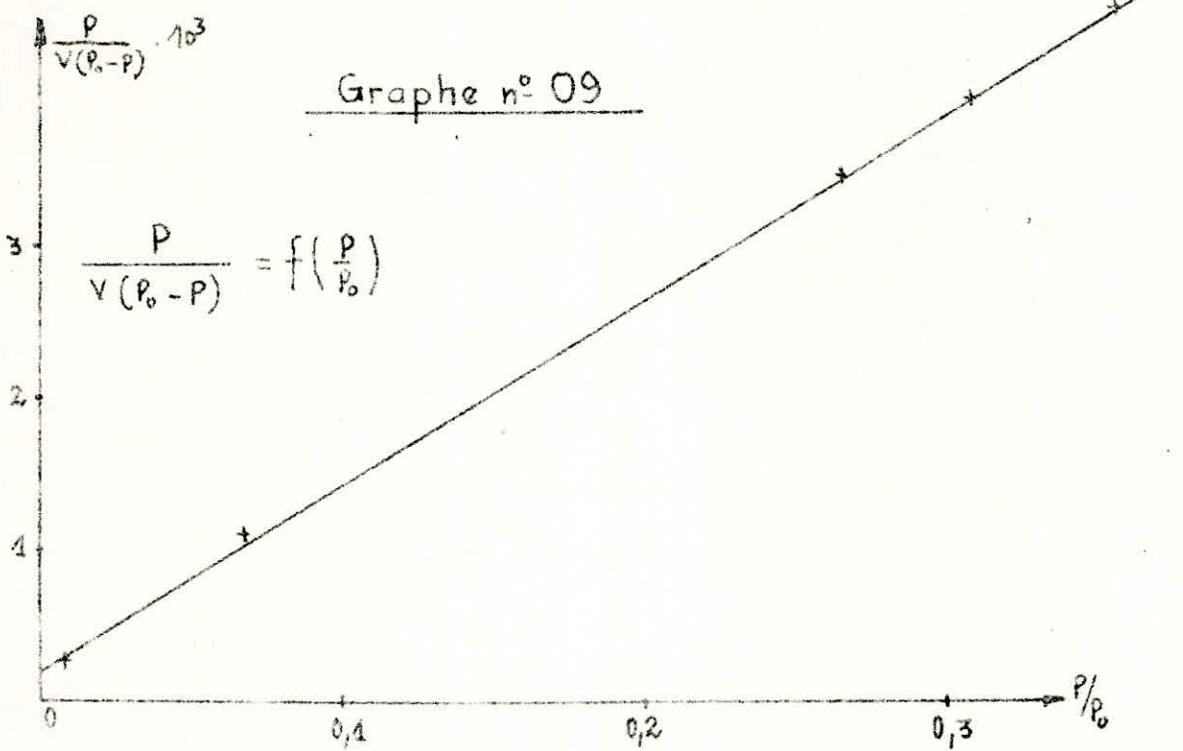
VII. 1.1. Densité:

La mesure de cette dernière a été effectuée selon la méthode exposée précédemment (Cf IV. 1.). Elle a donné : $\rho = 2,19$.

VII. 1.2. Surface spécifique:

Elle a été déterminée par la méthode de B.E.T. (Cf IV.2.). Les résultats obtenus $\left\{ \frac{P}{V(P_0-P)} = f\left(\frac{P}{P_0}\right)$, graphique n° 09 } nous conduisent à une surface spécifique S telle que: $S = 296,46 \text{ m}^2/\text{g}$.

Nous remarquons que l'activation acide a conduit à une augmentation notable de la surface spécifique conformément à la bibliographie (19), (21). Nous pouvons expliquer cette augmentation



de la surface spécifique par le fait que le traitement acide, en détruisant des fragments de feuilles, assure l'accessibilité d'une fraction des sites acides. La surface spécifique des montmorillonites typiques, mesurée par la méthode de B.E.T. passe alors de $80 \text{ m}^2/\text{g}$ à $400 \text{ m}^2/\text{g}$ selon LOPEZ-GONZALES et DIETZ cités par FRIPAT (19).

VII.2. Détermination du rapport bentonite-solution optimal :-

VII.2.1. Mode opératoire :-

Pour la détermination de ce rapport optimal, nous avons effectué deux essais où nous tenons une variable un paramètre constant et faisons varier le second.

a) Volume de solution constant :-

Nous avons, lors de cette manipulation considéré un volume de solution constant et égal à 50 ml ($\text{Ca}^{2+} = 250 \text{ mg/l}$) ; la quantité de bentonite activée avec H_2SO_4 à 10% varie lors de chaque essai.

Les résultats obtenus sont fournis dans le tableau suivant :

Quantité de bentonite utilisée (g)	0,10	0,25	0,50	0,75	1,00
Quantité échangée (mg/l)	94	114	148	174	208

b) Quantité de bentonite constante :-

Nous avons, lors de cette manipulation considéré une quantité de bentonite constante ($0,50\text{ g}$) et un volume de solution ($C_{\text{Ca}^{2+}} = 250\text{ mg/l}$) variable. Les résultats expérimentaux obtenus sont consignés dans le tableau suivant : (graphique n° 11)

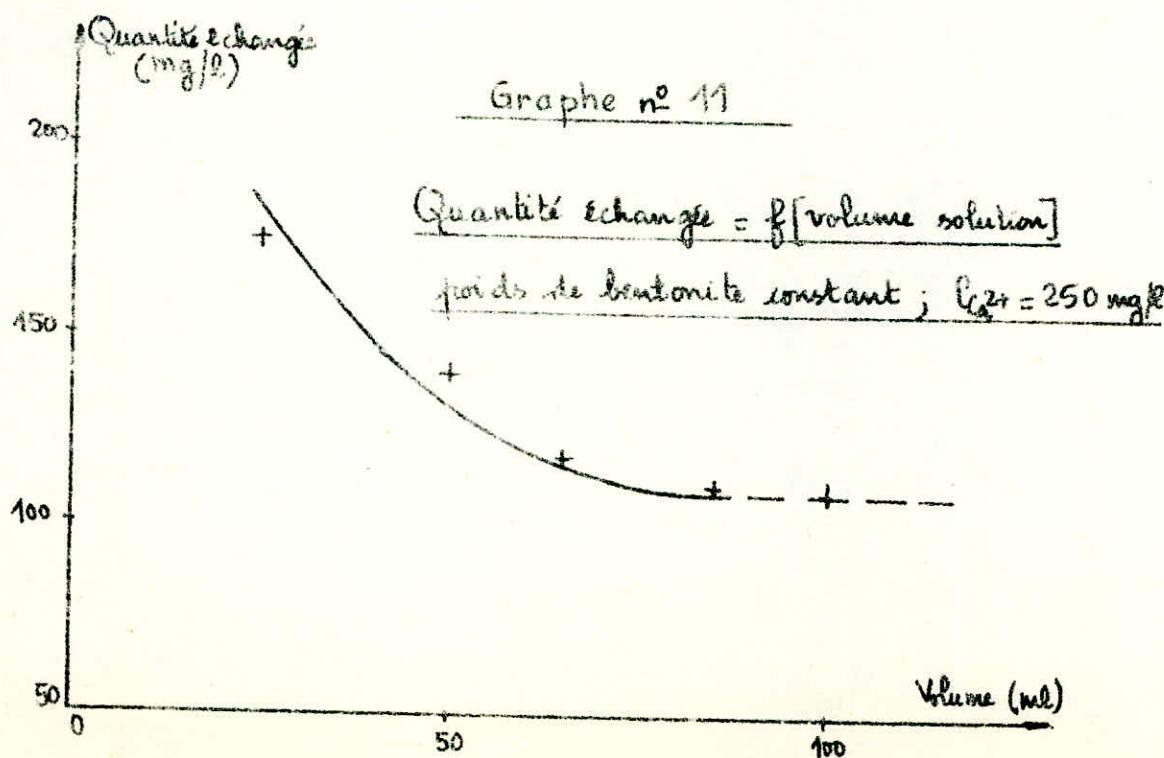
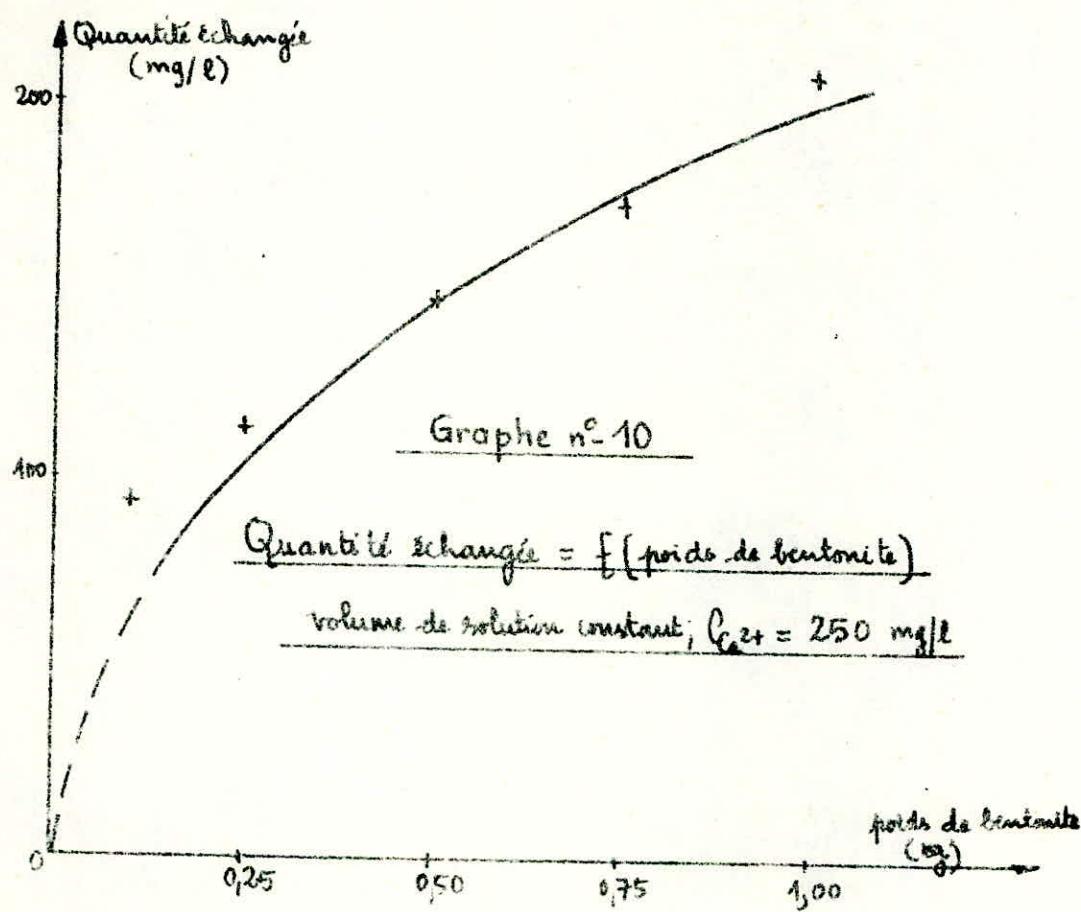
Vol. solution $C_{\text{Ca}^{2+}} = 250\text{ mg/l}$	25	50	65	85	100
Quantité échangée (mg/l)	175	140	118	120	119

VII.2.2. Interprétation:-

Nous remarquons, d'après le graphique n° 10, que la quantité échangée croît avec le poids de bentonite pour un même volume de solution. Ce résultat est prévisible dans la mesure où l'on sait qu'une augmentation du poids de bentonite correspond à un plus grand nombre de cations échangeables, donc à un échange plus élevé. La quantité échangée doit tendre théoriquement vers une valeur constante qui correspond à la fixation de tous les cations Ca^{2+} sur la bentonite ; soit 250 mg/l .

D'après le graphique n° 11 ; et en accord avec la remarque précédente, nous constatons que l'échange est meilleur pour les volumes (V) de solution de Ca^{2+} en contact avec la bentonite les plus faibles.

Le choix de ce rapport bentonite - solution est également dicté par la concentration en calcium que l'on veut avoir dans l'eau adoucie. Ses résultats données dans le tableau I.2 (page 6), nous permettent d'opter pour :



— un poids de bentonite compris entre 0,50 et 1 g pour un volume de solution de 50 ml.

— un volume de solution inférieur ou égal à 50 ml pour un poids de bentonite de 0,5 g.

Ces deux combinaisons correspondent à un rapport optimal inférieur ou égal à 10^{-2} g/ml.

Il faut également noter qu'un choix ne pourrait être fait sans des considérations d'ordre économique. Il faudrait déterminer la corrélation reliant la quantité échangée, au poids de bentonite utilisé et au prix de revient du procédé envisagé pour faire un choix précis.

VII.3. Etablissement de la cinétique d'échange:-

VII.3.1. Résultats expérimentaux:-

Pour établir la cinétique d'échange, nous déterminons la quantité de cations Ca^{2+} échangés entre une solution ($\text{Ca}^{2+} = 250 \text{ mg/l}$) et la bentonite activée avec H_2SO_4 à 10% en fonction du temps. Les conditions de cet échange sont :

— température = 16°C (température ambiante).

— rapport bentonite - eau = 10^{-2} g/ml.

Les résultats obtenus sont données par le tableau suivant (graphique n° 12).

Temps (mn)	5	15	30	45	60	75	105	120	150	180
$y = \text{Q}^{10-2} \text{ échangé}$ (mg/l)	84	95	104	106	110	112	115	116	118	114

VII.3.2. Détermination de la loi d'échange:-

Par analogie aux lois d'oxydation des métals, l'allure de la courbe $y = f(\text{temps})$ nous suggère que l'échange de cations étudié se fait selon une loi logarithmique d'expression :

$$y = K \log [At + B] \quad (\text{VII.1})$$

avec :

y : quantité échangée (mg/l)

A : facteur qui dépend du coefficient de diffusion des Ca^{2+} dans la bentonite.

K et B : constantes.

Pour déterminer les constantes K et B ; nous trayons $y = f(\log t)$.

y (mg/l)	84	95	104	106	110	112	115	116	118	114
$\log t$	0,62	1,17	1,47	1,65	1,78	1,87	2,02	2,08	2,17	2,25

Nous obtenons une droite telle que: (graphique n° 13).

$$\text{— pente} = K = 23,8 \quad (\text{VII.2})$$

$$\text{— ordonnée à l'origine} = K \log B = 68 \quad (\text{VII.3})$$

De l'équation (VII.3); nous avons: $\log B = \frac{68}{K} = 2,857 \Rightarrow B \approx 719,45$
Nous pourrons également trouver, à partir de l'équation (VII.1) l'expression de la constante A . Nous avons:

$$A = \frac{y/K - B}{t} \quad (\text{VII.4})$$

Nous pourrons alors, pour chaque couple (y, t) du tableau (cf VII.3.1.) calculer la valeur du coefficient A . Nous déterminons, en faisant la moyenne des A_i ; trouvé, un coefficient A moyen tel que: $A = 635,9$.
Connaissant les valeurs des coefficients A , K et B ; nous pourrons établir l'équation décrivant l'échange d'ions pour les conditions considérées:

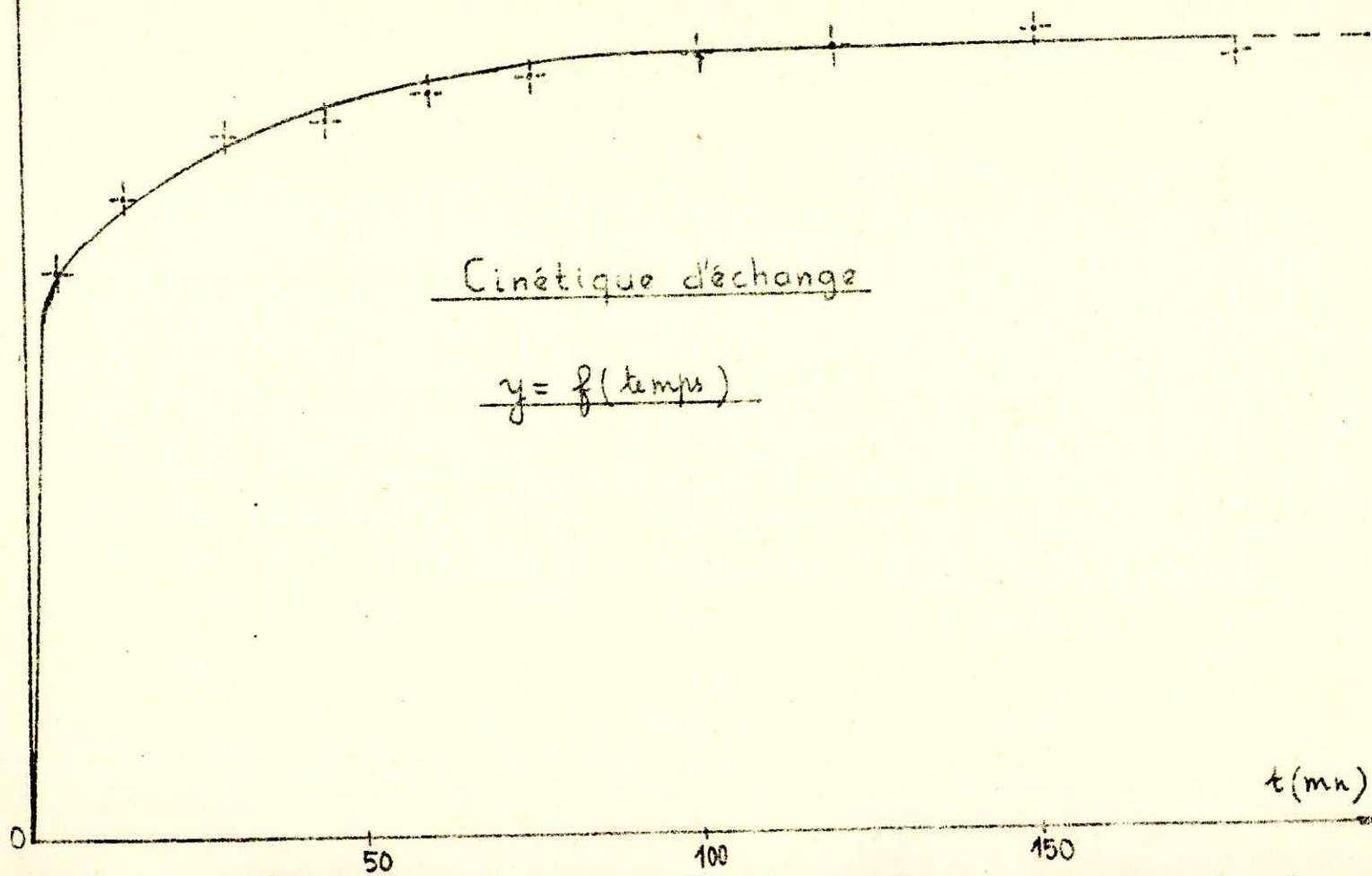
$$y = 23,8 \log [635,9 t + 719,45] \quad (\text{VII.5.})$$

VII.4. Détermination du temps d'échange optimum:-

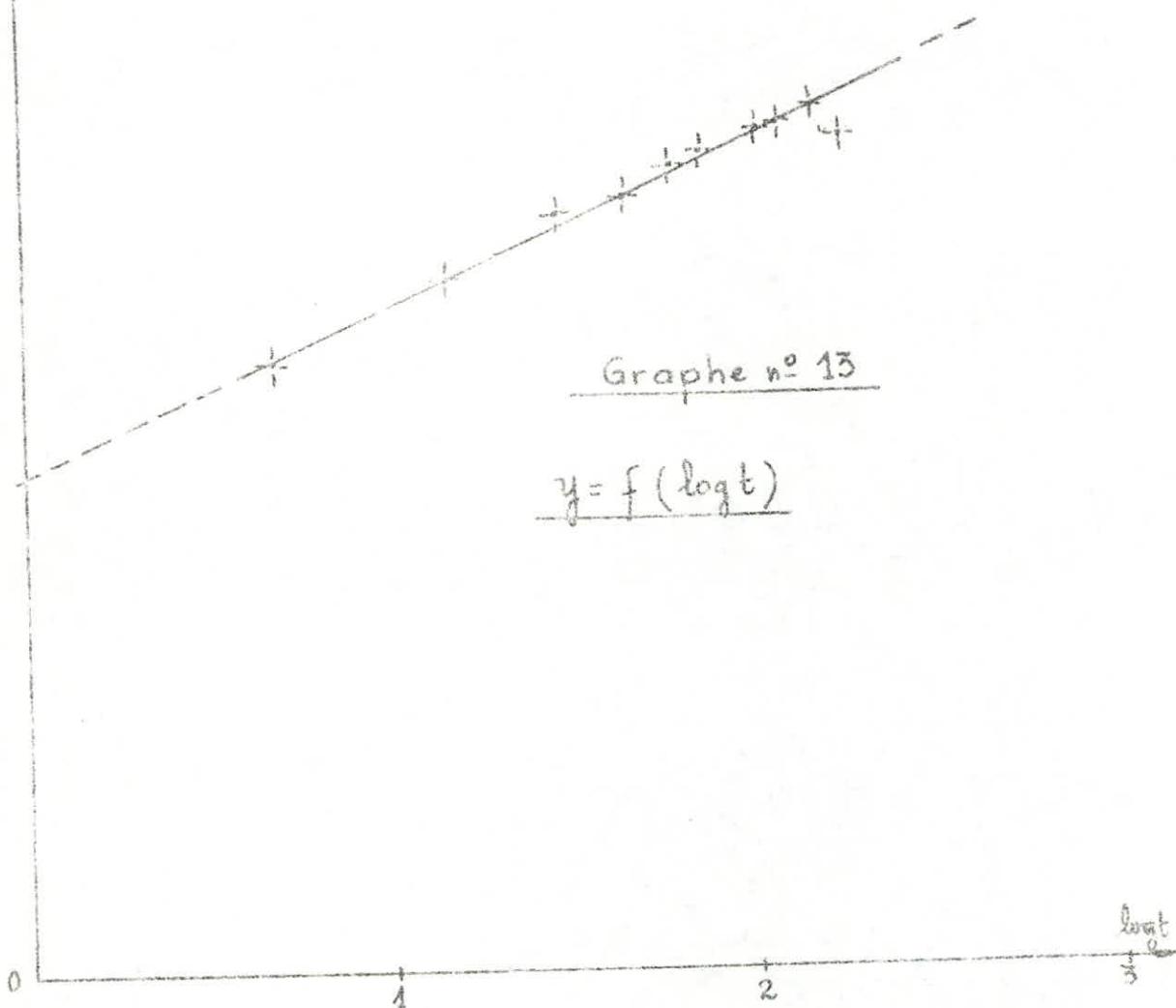
Nous remarquons, d'après l'étude cinétique précédente que l'échange des cations Ca^{2+} entre la solution et la bentonite se fait selon une

y (mg/l)

Graphe n° 12



y (mg/l)



processus rapide dans un premier stade pour finalement se ralentir lorsque l'échangeur est saturé.

La courbe $y = f(\text{temps})$ obtenue (graphique n° 12) montre qu'il n'est pas nécessaire d'effectuer l'échange pendant 6 heures comme nous le faisions auparavant. Nous remarquons en effet, qui au bout de 90 minutes environ, l'état de saturation de la bentonite est atteint.

VII.5. Capacité d'échange de la bentonite :

Nous n'avons pas, pour notre part, déterminé la capacité d'échange de notre bentonite activée avec H_2SO_4 à 10%. Nous avons été amenés à déterminer, au cours des essais effectués, sa teneur en cations Ca^{2+} échangeables (S) qui est nécessairement inférieure à la capacité d'échange totale (Cf III.4)

En effet, si l'on se reporte au tableau de valeurs de la page 56 nous trouvons que la quantité de cations Ca^{2+} échangés entre 0,5 g de bentonite et une solution ($\text{Ca}^{2+} = 250 \text{ mg/l}$) est égale à 175 mg/l, ce qui correspond à 8,75 meq/l. En rapportant cette valeur à 100 g d'argile, nous avons une teneur en cations Ca^{2+} échangeables telle que : $S = 17,5 \text{ meq/g de bentonite}$.

CHAPITRE VIII

CALCUL D'UNE INSTALLATION POUR 10.000 HABITANTS.

A la lumière des résultats concernant l'échange d'ions étudié, nous nous proposons de calculer une installation destinée à alimenter une population de 10.000 habitants ; ce qui représente un débit d'eau adoucie de $2.000 \text{ m}^3/\text{jour}$ en estimant les besoins quotidiens moyens en eau à 200 litres par individu.

VIII.1. Description de l'installation:

L'installation que nous proposons se compose de :

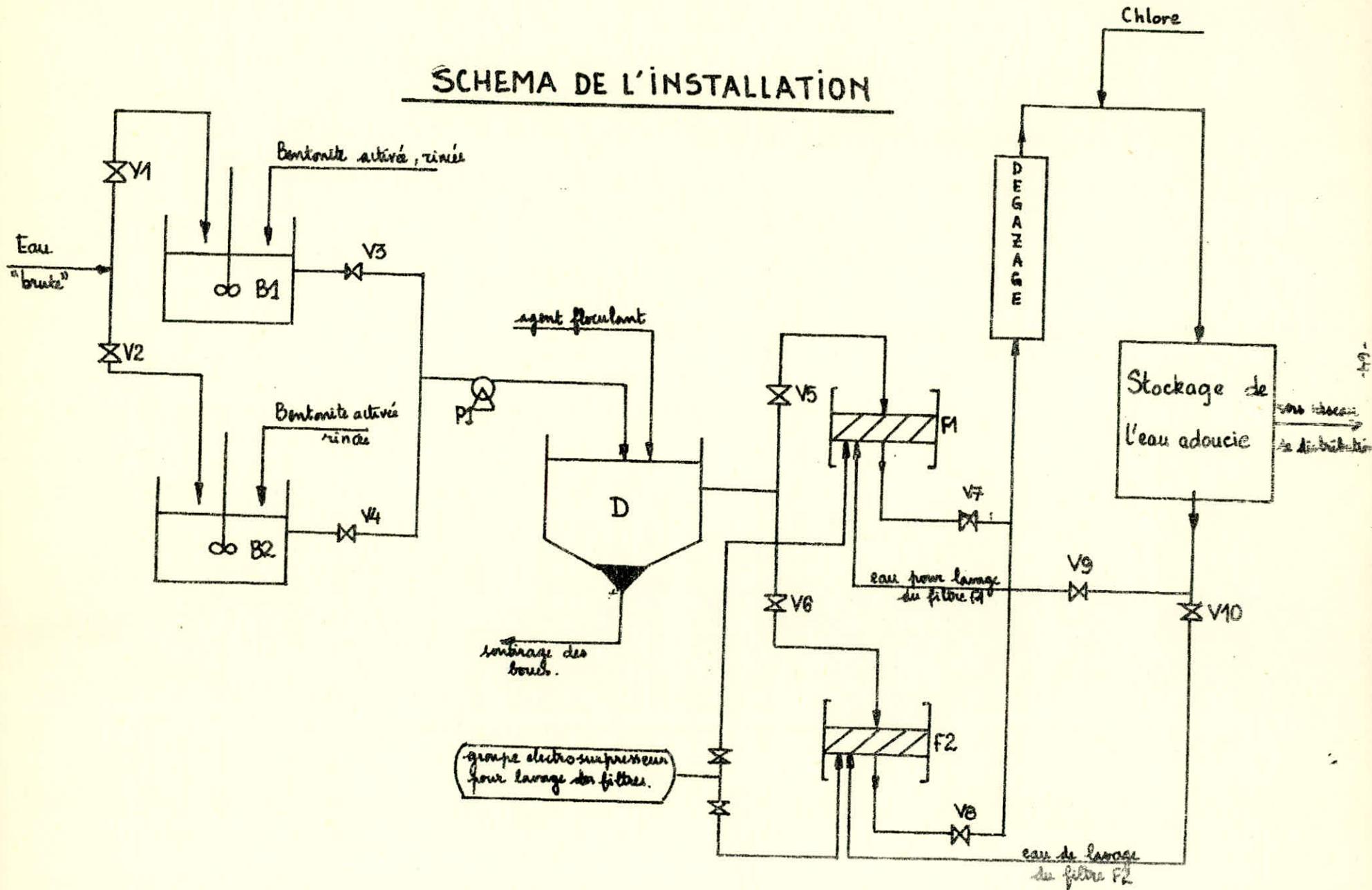
① Deux bassins circulaires (B1, B2) équipés de bras tournants supportant des radlettes. Ces dernières permettent de maintenir en suspension la bentonite introduite dans ces bassins. C'est dans ces derniers que se fera l'échange d'ions. Ils "travailleront" de manière alternative. Un système de vannes (V1, V2) permet d'alimenter ces deux bassins en eau "brute".

② Un décanteur (D) : il permet de séparer la bentonite de l'eau en tirant parti de la différence de densité qui existe entre l'eau proprement dite et les grains de bentonite. Pour améliorer la séparation, on ajoute en très faibles concentrations un agent flocculant qui peut être :

- du sulfat ferreux
- ou — du sulfat d'alumine ($\text{pH} < 7,6$).

La flocculation est basée sur le fait que les éléments d'hydroxydes métalliques libérés dans l'eau par les réactifs coagulants, lorsqu'ils passent à une proximité suffisante les uns des autres et qu'ils ne sont pas chargés d'électricité de même signe s'agglomieront en flocons en même temps que les éléments fins en suspension dans l'eau. Un système de vannes (V3, V4) permet d'alimenter le décanteur par l'intermédiaire d'une pompe (P1).

SCHEMA DE L'INSTALLATION



④ Deux filtres à sable (F1,F2) : ils permettent de retenir toute matière solide existant encore après la décantation. La masse filtrante est constituée de sable calibré. Ces deux filtres "travaillent" alternativement. Deux vannes (V5,V6) permettent de les alimenter.

⑤ Une tour de dégazage : elle sert à éliminer le gaz carbonique dissous dans l'eau.

⑥ Une ajouté de chlore comme stérilisant termine le traitement. L'eau adoucie produite est stockée avant sa distribution.

⑦ Un groupe électro-épurateur : l'air sous pression produit sert au lavage des filtres.

VIII.2. Calcul de l'installation:

Nous nous fixons un temps de fonctionnement de l'installation de 24 heures correspondant à une alimentation pendant 16 heures.

VIII.2.1. Calcul du décanteur:

Les matières en suspension peuvent être séparées des eaux usées si les trois conditions suivantes sont remplies :

a) les particules doivent avoir une granulométrie telle qu'elles ne peuvent plus être poussées par les molécules d'eau toujours en mouvement.

b) les matières à décanter doivent avoir un poids spécifique (γ_p) différent de celui des eaux (γ_e). Nous avons alors les 3 cas suivants :

• $\gamma_p > \gamma_e$: boue de décantation.

• $\gamma_p < \gamma_e$: boue flottante

• $\gamma_p = \gamma_e$: suspension nécessitant un dispositif de tamisage, filtres ou adhésion à d'autres matières.

c) les matières en suspension ne peuvent se décanter ou mouler que si les forces descendentes ou ascendantes sont plus grandes que la force d'intrayement des particules.

Pour comprendre les propriétés de décantation, nous devons faire

les suppositions suivantes :

- a) Dans le bassin, les procédés de décantation se déroulent de la même façon que dans l'eau immobile.
- b) Les matières séparables par décantation, de toutes tailles sont partout régulièrement réparties.
- c) Les particules qui ont atteint le fond du bassin restent là et sont considérées comme entièrement déposées.

Il résulte de ces suppositions que le temps de décantation " t_p " doit être plus petit ou égal au temps de rétention " t_a " (ou temps de passage qui correspond au quotient établi par le volume du bassin et le débit d'eau qui afflue). Par conséquent :

$$t_p \leq t_a ; t_p = h/V_p$$

avec : $\begin{cases} h = \text{hauteur du bassin} \\ V_p = \text{vitesse de sédimentation des particules.} \end{cases}$

Pour le traitement des eaux potables et des eaux de consommation, il est conseillé (27) de prendre un temps de rétention t_a des eaux dans le bassin de décantation tel que : $2 \leq t_a \leq 3$ heures, la vitesse de sédimentation (V_p) des particules étant déterminée expérimentalement.

Nous avons déterminé V_p en faisant des essais de sédimentation de la bentonite dans une éprouvette. Expérimentalement nous avons trouvé : $V_p = 1,04 \text{ m/h.}$

En supposant que la durée de traversée t_a des eaux doit être supérieure ou égale au temps de décantation t_p des particules de bentonite, il en résulte pour les bassins rectangulaires ou en forme d'entonnoir plat les relations suivantes : (27)

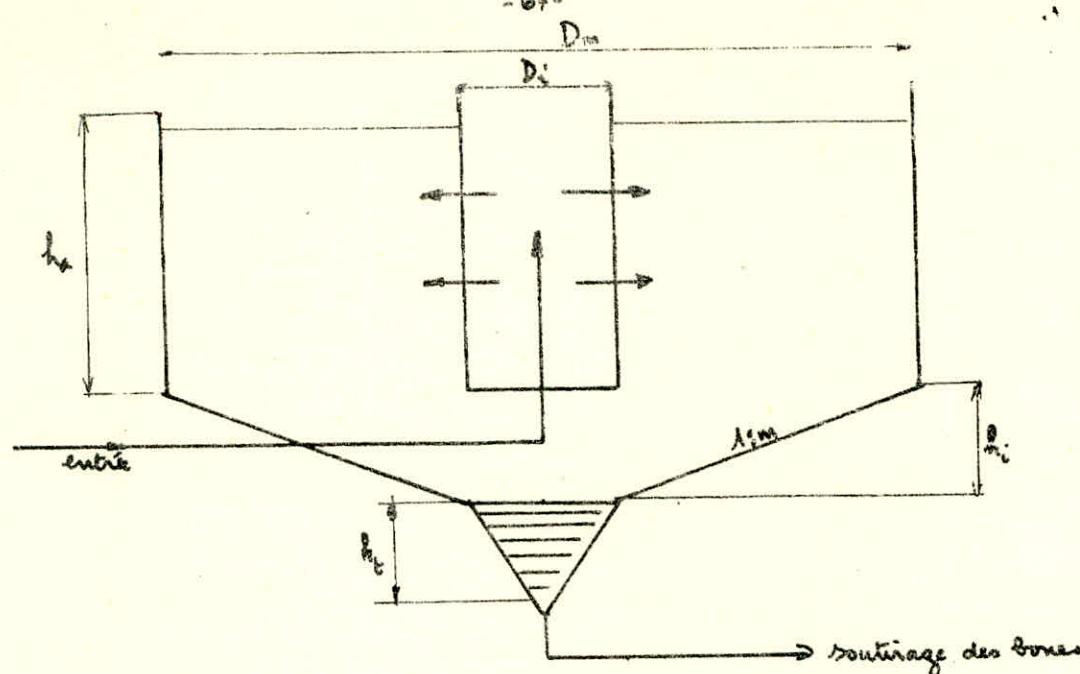
$$\frac{V}{Q} = \frac{F_0 \times h}{Q} = t_a \geq t_p = \frac{h}{V_p}$$

avec : $Q = \text{débit}$

$$V = Q \times t_a = \text{volume du bassin (1)}$$

$$F_0 \geq Q/V_p = \text{surface du bassin (2)}$$

$$h \leq V_p \times t_a = \text{profondeur du bassin (3)}.$$



Le débit Q est égal à : $Q = \frac{2000}{24} = 83,33 \text{ m}^3/\text{h}$. Si nous considérons un temps de rétention moyen $t_a = 2,5 \text{ heures}$, nous aurons, en vertu de la relation (1) : $V = 208,325 \text{ m}^3$.

Si nous choisissons les données suivantes généralement admises (27),

- $1:m = 1:4$
- $D_i = 3 \text{ m}$ = diamètre de la jupe de répartition
- $h_a = 2 \text{ m}$

nous aboutissons à : $D_m \approx 10,85 \text{ m}$ en écrivant la relation donnant le volume V du décanteur en fonction des divers paramètres D, D_i, h_a, m .
 27) cf. § 1.2.2.

VIII.2.2. Calcul des bassins (B1, B2) :

Ces bassins sont donc destinés à alimenter le décanteur (D) dont le volume est : $V = 208,325 \text{ m}^3$. Nous adopterons pour chacun des deux bassins un volume égal à celui du décanteur ; soit $208,325 \text{ m}^3$. Sachant que ce sont des bassins de forme circulaire (pour éviter les volumes morts) nous pouvons calculer leur diamètre : $D = \left(\frac{4V}{\pi h}\right)^{1/2} \Rightarrow D \approx 10,3 \text{ m}$ si nous considérons que leur profondeur est $h = 2,5 \text{ m}$.

VIII.2.3. Calcul des filtres à sable :-

Les filtres à sable conventionnels "emploient" des grains de sable de dimensions comprises entre 0,9 et 1,0 mm : c'est la granulométrie courante pour filtration après une bonne décantation. Au cours de la filtration rapide, l'eau traverse la couche filtrante à des vitesses de l'ordre de 12 m/h. Du fait de la grande vitesse de filtration, il faut fréquemment laver les filtres (entre une fois par jour et une fois tous les 8 jours). (27), sous peine de voir exagérément augmenter la perte de charge.

Dans le cas de la granulométrie citée plus haut, la perte de charge ne doit pas excéder 400 g/cm².

L'épaisseur de la masse filtrante est généralement comprise entre 0,60 et 1,50 m.

Données pour le calcul :-

- $\Delta P = 200 \text{ g/cm}^2$:
- débit : $Q = \frac{2000}{96} = 83,33 \text{ m}^3/\text{h}$
- masse volumique du fluide : $\rho_f = 1,013 \text{ g/cm}^3$
- Epaisseur de la couche filtrante.
- Masse volumique du sable : 1,4 à 1,5 g/cm³ (donnée par "Techniques de l'Ingénieur")
- porosité du gâteau de filtration : $\varepsilon = 0,35$.

Pour déterminer la section du gâteau de filtration, nous utilisons l'équation de KOZENY - CARMAN :

$$\frac{1}{\Omega} \cdot \frac{dV}{dt} = \frac{1}{5 \alpha_p^2 \eta} \cdot \frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2} \cdot \frac{\Delta P}{L} \quad (1)$$

avec : $\frac{dV}{dt}$ = débit ; Ω = section du gâteau ; $\eta = 1 \text{ cp}$ = viscosité du fluide ; $\alpha_p = \frac{6}{dp}$ où dp = diamètre de la particule ; ΔP = perte de charge = 200 g/cm² ± C²

$$(1) \Rightarrow \frac{1}{\Omega} = \frac{1}{5 \alpha_p^2 \eta} \cdot \frac{\varepsilon^3}{(1-\varepsilon)^2} \cdot \frac{\Delta P}{L} \cdot \left(\frac{dV}{dt} \right)^{-1}$$

nous avons alors : $\Omega \approx 2275 \text{ m}^2$ ce qui représente pour chacun des 2 filtres, une surface filtrante de $407,5 \text{ m}^2$.

Il est conseillé, dans le cas de la granulométrie employée de

procéder au lavage des filtres par retour d'eau et soufflerie d'air (15 à 20 m³/h d'eau par m² et 60 m³/h d'air surpressé). La fréquence des lavages dépend de la nature de l'eau à filtrer. En pratique, on se base sur la perte de charge mesurée par un manomètre ; et on procède au lavage dès que celle-ci atteint une valeur dite "d'enrassement maximum". Pour procéder au lavage des filtres ; nous avons prévu, dans le schéma de l'installation un groupe electro-surpresseur et un réservoir de stockage d'eau adoucie communiquant avec chacun des 2 filtres par une vanne de retour d'eau.

VIII.2.4: Besoins en bentonite activée - Qualité de l'eau

Si nous adoptons un rapport bentonite-eau égal à 10² g/cm³, la consommation journalière de bentonite activée sera de : 20.000 Kg/jour. Après adoucissement, et conformément aux résultats donnés précédemment, nous devons "obtenir" une eau telle que :

- C_{Nat} = 190 mg/l
- C_{Ca²⁺} = 90 mg/l

ce qui nous situe dans les normes données par l'O.M.S. N'ayant pas de résultats concernant l'échange du magnésium, nous ne pouvons donner sa teneur dans l'eau obtenue. Néanmoins, l'addition d'un agent floutant, sous forme de sulfate va déplacer l'équilibre dans le sens de la précipitation de MgSO₄ : Mg²⁺ + SO₄²⁻ \rightleftharpoons MgSO₄, ce qui devrait avoir pour effet de diminuer la concentration en Mg²⁺ et en SO₄²⁻ et convenir alors aux normes.

CONCLUSION

Les résultats obtenus et regroupés dans le rapport de fin d'études nous permettent de formuler les conclusions suivantes.

Tout d'abord, nous avons pu effectuer les échanges de calcium et de sodium entre la bentonite ayant subi une activation acide et les solutions renfermant ces ions. Nous avons ensuite déterminé les conditions opératoires optimales concernant cet échange de cations. Nous avons pu vérifier, conformément aux prévisions théoriques que le calcium s'échange mieux que le sodium. Il aurait été souhaitable de pouvoir comparer l'échange de magnésium aux deux précédents ; mais le temps imparti à ce travail ne nous l'a pas permis. Nous avons déterminé expérimentalement la concentration optimale d'acide pour activer la bentonite : elle est de 10% pour H_2SO_4 . Le coût de fabrication de ce produit, et la qualité du résidu envers l'environnement nous orientent vers ce choix.

S'établissement d'une cinétique d'échange du calcium nous a permis de vérifier que cet échange d'ions se fait selon un processus rapide ; ce qui nous a permis de déterminer un temps d'échange optimal de 90 mn environ au bout duquel l'échangeur est saturé (pour un rapport bentonite / solution donné).

Nous avons également déterminé un rapport bentonite - eau optimal. Ce dernier dépend surtout de la quantité de cations que l'on veut échanger. Il ressort cependant qu'un rapport bentonite - solution inférieur ou égal à 10^2 g / ml donne les meilleurs résultats.

Nous avons pu, à travers les réactions d'échange effectuées, évaluer la teneur en cations échangeables de notre bentonite activée avec H_2SO_4 à 10% : elle est élevée et est de l'ordre de 17,5 meq / g d'argile.

Nous avons finalement, à la lumière des résultats acquis proposé le schéma d'une installation destinée à alimenter une population de 10.000 habitants. Elle se caractérise par sa simplicité car elle ne met en œuvre que des produits disponibles sur place (bentonite, table,...) et ne

nécessite pas par conséquent d'investissements très élevés hormis ceux des moyens de transport des fluides (canalisation, vannes....)

Les résultats que donnent les bentonites algériennes semblent se distinguer assez de ceux publiés sur les bentonites d'autres origines. Il serait intéressant d'étudier la possibilité d'échange de cations avec la bentonite non activée.

- I- OTHMER (Donald.F.); l'eau; besoin; fourniture et production par dessallement
chimie et Industrie-Genie chimique; I03(I2) -Juillet 1970.
- 2- Bureau d'Etudes de géologie appliquée et d'hydrologie souterraine(BUR.GE.AP)
Etude socio-economique des départements sahariens -Nemilley-juin 1964.
- 3- DEGREMONT; Monento technique de l'eau paris 1958.
- 4- GOUDOT-PERROT(A); les metaux des mecanismes de la vie
Maloine s.a. éditeur; paris; 1980.
- 5- Organisation Mondiale de la santé.
Normes internationales pour l'eau de boisson 3^{ème} édition-Geneve-1972.
- 6- Ministère de l'hydraulique et de la mise en valeur des terres et de
l'environnement "Données techniques pour l'établissement d'une législation
Juillet 1974- Alger.
- 7- Knight (W.C.) ; "Bentonite" ; Eng. Mining.J.66;49I. ; 1898
- 8- Millot (G) ; "Relation entre la construction et la genèse de roches sédimen-
taires argileuses"; GEOL. Appl. Mines,2; 352; 1949/.
- 9C -Caillere (S) et Henin(S); "Minéralogie des argiles"; Masson et C^{ie}; PARIS; 1963
- 10- Hofman (U); Endell(K) et Wilm(D)
"Kristallstruktur und Quellung von Montmorillonit"; Z.Krist; 86; 340_348; 1933
- II-Marshall(C.E); "Layer lattices and base- Exchange clays"
Z.Krist. 91; 433-449; 1935.
- I2- Maegdefrau (E) et Hofman (U) ; "Die Kristallstruktur des montmorillonites"
Z.Krist; 98, 299-323; 1937.
- I3- Hendriks(S.B)" Lattice Structure of Clay Minerals and SOME properties
of clays"; J. Geol.; 50; 276-290; 1942.
- I4- Edelman(C.H) and Fevejee (J.C.C.)
"On the crystal Structure of Montmorillonite and Hallosite".
Z. Krist; 102; 417-431; 1940 .

- I5- Papin(R) ; "Krik ethmen Encyclopædia of Chemical TECnology"
3 ;339-360; 2^{eme} Edition; 1964 .
- I6- Grim(RE) " Applied Clay Mineralogy " MC Graw Hill Book Co;
New -York, Toronto- London, 19 62 .
- I7- Austerweil(VG) et Vincent (R) "Echange d'ions " Techniques de l'ingenieur
J2750 ;pp I-8;1977 .
- I8- Vaillant(JR) "Les Problèmes du dessablement de l'eau de mer et des eaux
Saumâtres; Edition EYROLLES ; PARIS; 1970 .
- I9- Fripia(J) ; Chaussidon(J) ,Jelli (A) , "Chimie- physique des phénomènes
de surfaces, Applications aux oxydes et aux silicates" Mason et Cie "
PARIS 1971 .
- I20- challal- Messad(D) , "Contribution a l'étude de quelques argiles bentonitiques Algériennes "These 3^{eme} Cycle ,Alger 1977 .
- I21- Makki (Med B) et Filicoteaux(C) , " Activation des argiles ".
Bulletin de la societe chimique de France,I-2,15-22,1976 .
- I22- Dembele (C) " Adsorption de la vapeur d'eau sur les bentonites algériennes " Proj et de fin d'études ,Departement de Genie Chimique Alger, Janvier 1980 .
- I23- Bouchard(D) " une application du dessalage des eaux saumâtres par échanges d'ions,L' eau43-8, I79-I82,1956 .
- I24- Guy Baudin "SPECTROMETRIE d'émission de flamme " . Techniques de l'ingenieur ;Analyse chimique et caractérisation .
- I25- Little(L.H) "Infrared Spectra of adsorbed species " .
Academic press imp ,London New- Work 1966 .
- I26- Chitour (S.E) "CHIMIE : -Physique des phénomènes de surface " Office des Publications universitaires -Alger -I979 .
- I27- "Cours d'assainissement urbain ,initiation a la technique des eaux usées
et des solides ", OPU-Alger 1974 .
- I28- Imhoff(K) " Manuel de l'assainissement urbain "
Dunod ,5^{eme} Edition ,Paris 1970 .

