

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

8/94

وزارة التربية الوطنية
MINISTERE DE L'EDUCATION NATIONALE

ECOLE NATIONALE ~~POLYTECHNIQUE~~

المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
BIBLIOTHEQUE - المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

DEPARTEMENT Genie de l'environnement

PROJET DE FIN D'ETUDES

SUJET

Contribution à la mise en fonction-
nement d'un déminéralisateur
Modele OSK 6518

Proposé par :

J. ARRAR

Etudié par :

A. HAFFIF

Dirigé par :

J. ARRAR

PROMOTION 1994

DEDICACES

المدرسة الوطنية المتعددة التخصصات
BIBLIOTHEQUE — المكتبة
Ecole Nationale Polytechnique

Je dédie ce modeste travail à :

Mes parents,

Mes soeurs et mes frères,

Ma famille,

Mes amis, et mes proches.

REMERCIEMENTS



Je tiens à remercier vivement Mademoiselle J.ARRAR, pour l'aide précieuse et les conseils qu'elle m'a prodigué tout au long de Mon étude, et l'assure de ma profonde reconnaissance.

Je tiens à remercier O.Sid Ali, G.Abdellah, A.Rachid qui m'ont apporté toute leur aide et tout leur soutien.

Je tiens à remercier aussi Mrs Mazighi, Yeddou, Ghrib, Mahfoud et Mr Zerrouk du laboratoire LTM du HCR.

Je tiens à remercier mes amis ainsi que les étudiants de ma promotion et les post-graduants de mon département pour la bonne entente et pour leur soutien.

Je tiens enfin à remercier tous les enseignants ayant contribué à ma formation.

TABLE DES MATIERES



A_ INTRODUCTION

B_ REVUE BIBLIOGRAPHIQUE

I_ GENERALITES

I.1_ Les échangeurs naturels

I.2_ Les échangeurs synthétiques

I.3_ Préparation des échangeurs d'ions

II_ CLASSIFICATION DES RESINES ECHANGEUSES D'IONS

II.1_ Les résines échangeuses d'ions cationiques

II.1.1_ Les résines cationiques fortement acides

II.1.2_ Les résines cationiques faiblement acides

II.2_ Les résines échangeuses d'ions anioniques

II.2.1_ Les résines anioniques fortement acides

II.2.2_ Les résines anioniques faiblement acides

II.3_ Autres types de résines

II.3.1_ Les résines inertes

II.3.2_ Les résines spécifiques ou complexantes

II.3.3_ Les résines absorbantes

III_ STRUCTURE DES RESINES ECHANGEUSES D'IONS

III.1_ Les résines de type gel

III.2_ Les résines macroporeuses

IV_ CARACTERISTIQUES DES RESINES ECHANGEUSES D'IONS

IV.1_ Capacité d'échange

IV.1.1_ Capacité totale

IV.1.1_ Capacité utile

IV.2_ Gonflement

IV.2.1_ Gonflement dans l'eau pure

IV.2.2_ Gonflement dans les solvants purs

IV.2.3_ Gonflement sélectif d'une résine dans un mélange de solvants

IV.3_ Granulométrie

IV.4_ Densité

IV.5_ Rétention d'humidité

IV.6_ Stabilité et longévité

IV.6.1_ Stabilité chimique du squelette

IV.6.2_ Stabilité des groupes actifs

IV.6.3_ Stabilité mécanique

IV.6.4_ Stabilité osmotique

IV.6.5_ Résistance au séchage

V_ THEORIE DE L'ECHANGEUR DANS LES RESINES

V.1_ Mécanisme de l'échange

V.2_ Cinétique d'échange

VI_ APPLICATIONS DES RESINES ECHANGEUSES D'IONS

VI.1_ Adoucissement

VI.1.1_ La dureté

VI.1.2_ Principe de fonctionnement

VI.2_ Déminéralisation

VI.2.1_ Considérations pratiques

VI.3_ Autres applications des résines échangeuses d'ions

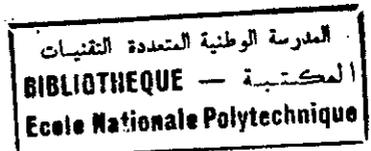
VI.3.1_ En chimie organique

VI.3.2_ En biochimie

VI.3.3_ En médecine

VI.3.4_ En pharmacie

VI.3.5_ En chimie minérale



C_ PARTIE EXPERIMENTALE

I_ APPAREILLAGE ET MODE DE FONCTIONNEMENT

I.1_ Appareillage

I.1.1_ Colonne de déminéralisation

I.1.2_ Compteur de conductivité

I.2_ Mode opératoire

I.2.1_ Régénération des résines

I.2.1.1_ Séparation des résines

I.2.1.2_ Régénération de la résine anionique

I.2.1.3_ Régénération de la résine cationique

I.2.1.4_ Mélange des résines

II_ DEMINERALISATION DE L'EAU POTABLE

II.1_ Les échangeurs d'ions et leur caractéristiques

II.2_ Différents paramètres de contrôle

II.3_ Déminéralisation de l'eau à partir des résines DIAION

II.4_ Déminéralisation de l'eau à partir des résines neuves

II.4.1_ Déminéralisation de l'eau après régénération des résines

D_ CONCLUSION

ANNEXE A

ANNEXE B

ANNEXE C

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Elément de la vie quotidienne, l'eau est si familière que l'on oublie souvent son importance.

Elle joue un rôle irremplaçable dans le développement de la vie humaine, animale et végétale mais également dans la vie des sociétés.

L'accroissement de la population et par conséquent les besoins en eau imposent une production plus élevée et ininterrompue d'une eau potable de bonne qualité. A l'heure actuelle, l'utilisation globale de l'eau à partir des différentes ressources en eau se chiffre à 250 m³ par an et par habitant.

Cependant, les ressources en eau peuvent être considérées comme un capital inépuisable dont chacun peut user à sa guise, mais constituent au contraire une richesse soumise à des lois économiques bien précises et une véritable politique de gestion. La production d'eau potable à partir des eaux de surface, en général de qualité moyenne et fluctuante, nécessite la mise en place de procédés de traitements appropriés qui permettent de surmonter ces difficultés et de répondre à des normes bien définies et de plus en plus strictes.

Parmi ces procédés de traitement la déminéralisation des eaux à potabiliser sur résines échangeuses d'ions entraîne la production d'une eau de grande pureté. Les installations relativement simples comprennent une unité de prétraitement et des colonnes ou des chaînes d'échanges d'ions à lits séparés ou à lits mixtes. Le fonctionnement et l'entretien des chaînes d'échanges sont considérés comme faciles.

L'optimisation des chaînes d'échanges, de plus en plus utilisées, dans un objectif d'applications à l'échelle

industrielle, nécessite la poursuite des efforts de recherche à l'échelle pilote.

Dans un souci d'amélioration des performances d'une chaîne d'échanges, nous avons essayé de remettre en fonctionnement un déminéralisateur, d'établir un protocole de fonctionnement et enfin d'adapter d'autres résines fortement fonctionnelles pour la production d'eau déminéralisée pour remplacer celles fournies avec l'appareil.

PARTIE
THEORIQUE

CHAPITRE I

GENERALITES

INTRODUCTION

Elément de la vie quotidienne, l'eau est si familière que l'on oublie souvent son importance.

Elle joue un rôle irremplaçable dans le développement de la vie humaine, animale et végétale mais également dans la vie des sociétés.

L'accroissement de la population et par conséquent les besoins en eau imposent une production plus élevée et ininterrompue d'une eau potable de bonne qualité. A l'heure actuelle, l'utilisation globale de l'eau à partir des différentes ressources en eau se chiffre à 250 m³ par an et par habitant.

Cependant, les ressources en eau peuvent être considérées comme un capital inépuisable dont chacun peut user à sa guise, mais constituent au contraire une richesse soumise à des lois économiques bien précises et une véritable politique de gestion. La production d'eau potable à partir des eaux de surface, en général de qualité moyenne et fluctuante, nécessite la mise en place de procédés de traitements appropriés qui permettent de surmonter ces difficultés et de répondre à des normes bien définies et de plus en plus strictes.

Parmi ces procédés de traitement la déminéralisation des eaux à potabiliser sur résines échangeuses d'ions entraîne la production d'une eau de grande pureté. Les installations relativement simples comprennent une unité de prétraitement et des colonnes ou des chaînes d'échanges d'ions à lits séparés ou à lits mixtes. Le fonctionnement et l'entretien des chaînes d'échanges sont considérés comme faciles.

L'optimisation des chaînes d'échanges, de plus en plus utilisées, dans un objectif d'applications à l'échelle

I_ GENERALITES

L'échange d'ions a été développé précisément pour traiter les eaux usées industrielles riches en métaux lourds et produire de l'eau déminéralisée. Cette technique a permis d'enregistrer des résultats encourageants dans l'épuration des effluents des usines de traitements de surface et est à la base d'un grand nombre de procédés chimiques tels la substitution, la séparation & l'élimination.

Elle repose sur l'échange des ions en solution et ceux de même signe liés à certains groupes fonctionnels que contient l'échangeur.

La réaction générale sur laquelle repose ce phénomène est la suivante:



Où: R^- : radical anionique faisant partie de l'échangeur d'ions
 A^+ : ion fixé sur l'échangeur d'ions neuf
 B^{n+} : ion fixé en solution

Les échangeurs d'ions sont des acides, des bases ou des sels, solides sous forme de granules, contenant des cations et des anions. L'un des ions, constituant le groupe actif est lié à une matrice poreuse insoluble, l'ion de signe opposé ou contre ion est mobile donc échangeable. On peut les classer en trois catégories: les échangeurs d'anions, les échangeurs de cations et les échangeurs amphotères qu'ils soient d'origine naturelle ou synthétiques.

On peut également classer les échangeurs selon leur nature: les échangeurs minéraux et les échangeurs organiques.

I.1_ Les échangeurs naturels

Ils regroupent: les échangeurs minéraux qui sont surtout des échangeurs de cations [1] dont la plupart des silico-aluminates tels les zéolites, les argiles et les micas, et les échangeurs organiques comme la lignite de Cassel et anioniques tel la laine et la chitine.

I.2_ Les échangeurs synthétiques

Ils comprennent, les échangeurs de cations minéraux tels les gels de silico-aluminates et les échangeurs organiques qu'ils soient cationiques ou anioniques. Les échangeurs organiques synthétiques représentent 80 à 90 % des échangeurs en usages [1].

I.3_ Préparation des échangeurs d'ions

Adams et Holmes [2] réalisèrent la synthèse de macromolécules douées de propriétés d'échanges en condensant des polyphénols et du formol. Les phénoplastes obtenus dites résines de condensation sont faites de grains de forme irrégulière. Elles sont peu stables et présentent une faible capacité d'échange.

C'est en 1944 que d'Allelio [3] obtient un polystyrène linéaire, en polymérisant du styrène sous l'influence d'un catalyseur d'activation. La résine obtenue est un matériau plastique malléable, transparent et soluble dans certains solvants. Au cours de la polymérisation du styrène, on introduit du divinylbenzène pour permettre la réticulation du polymère et le rendre totalement insoluble.

Le groupe ionique est introduit dans les résines de polystyrène après polymérisation. Les résines obtenues sont stables, ont une capacité d'échange plus grande, et peuvent être préparées en suspension directement sous formes de perles régulières de dimensions homogènes, nettement plus résistantes aux différentes opérations.

Le procédé le plus courant utilisé pour la fabrication des résines courantes que nous représentent dans le tableau N° 1, consiste à séparer un copolymère de styrène et de divinylbenzène, avant d'y greffer les groupements fonctionnels par sulfonation ou par chlorométhylation puis amination, on obtient ainsi un copolymère tridimensionnel qui est la résine échangeuse d'ions.

Tableau N°1: Principaux types de résines échangeuses d'ions classées par fabricant & par catégorie de résine

Fabricant	Duolite International	Rohm and Hass	Bayer	Dow Chemical	Sybron US	Montedison	Duolite International	Sybron Italia	Mitsubishi Chemical	VEB Chemie Kombinat
Nom de la résine	Duolite	Amberlite	Lewatit	Dowex	Lonac	Kastel	Imac	Relite	Diaion	Molatit
Echangeurs de cations faiblement acides	C 433 C 464 ES 460 ES 468	IRC 84 IRC 50	CNP ATP 202	CCR 2	CNN CC	C 101	25	CNN CC	WK 20 WK 11	CA 20
Echangeurs de cations fortement acides										
- Type gel	C 20 C 225 C 206 A C 204 F C 201	IR 120 CG 120	S 100 S 109 TSM 40	ACR	C 249	C 300	C 12	CF	SK 18 SK 104	KPS
- Type macroporeux	C 255 C 26 C 262 C 264	IR 122 200 252	S 115 SP 120 SP 112	HGR MSC-1	C 250 CFP 110 CFS	C 300 AGR C 300 P C 321 P C 300 AGRP	C 14 CBP C 16 P	 CFS CF 2	SK 110 PK 216 PK 228	KS 10
Echangeurs d'anions faiblement basiques										
- de polycondensation (polyamines)										
- polystyréniques	A 30 B A 303 A 365 A 368 A 378 A 369	 IRA 93 IRA 94	 MP 62 MP 64	MGR-2 MWA-1	A 305 AFP 329 A 328	A 100 A 101	A 27 A 24 A 20	 MS 170 4 MS	CR 40 WA 21 WA 30	AD 41
- polyacryliques	A 374 A 375 ES 382	IRA 67	 AP 49		A 365 A 375			MG 1		WA 11
- formophénoliques	A 561 A 7	IRA 4 B			A 260					
Echangeurs d'anions fortement basiques										
- polystyréniques de type gel	A 101 A 113 A 109 A 101 U A 102 A 116 A 143	IRA 402 IRA 400 IRA 420	M 504 M 500	SBR 21 K SAR	A 540 ASB 1 P A 550 ASB 2	A 500 A 300	S 5-40 S 5-50 S 5-42	A 540 3 A	SA 10 A SA 20 A	SBM SBK
- polystyréniques macroporeux	A 161	IRA 900	MP 500	MSA-1	A 641	A 500 P		3 AS	PA 316	
- polyacryliques	A 162 A 132 A 173 ES 182	IRA 910 IRA 458 IRA 958 IRA 468	MP 600 AP 247 AP 246	MSA-2	A 651 A 475 A 685	A 300 P		2 AS	PA 416	

SUITE DU TABLEAU N° 1

Fabricant	Duolite International	Rohm and Hass	Bayer	Dow Chemical	Sybron US	Montedison	Duolite International	Sybron Italia	Mitsubishi Chemical	VEB Chemie Kombinat
Nom de la résine	Duolite	Amberlite	Lewatit	Dowex	Lonac	Kastel	Inac	Relite	Diaion	Molatit
Résines absorbantes										
- polystyréniques fortement basiques	A 140	IRA 401 S	M 500Z	11		A 501 D				EA 60
	A 171	IRA 904	MP 500A		A 642	A 510	265 P	3 AZ		
- formophénoliques	S 587									
	S 761									
- formophénoliques	S 861	XAD 4		AFS 4022					HP 10	
	S 862	XAD 2							HP 20	
	S 866	XAD 7							HP 50	
Résines complexantes										
	ES 346 ES 465 ES 466 ES 467	XE 318	TP 207				TMR SYN 101		CR 10 CR 20	
Résines inertes										
	S 4 LF S 3 TR S 5 TR	RF 14 359	IN 42 OC1039TS							

CHAPITRE II.

CLASSIFICATION DES RESINES ECHANGEUSES D'IONS

II_ CLASSIFICATION DES RESINES ECHANGEUSES D'IONS

La plupart des résines échangeuses d'ions sont des polymères constitués d'un squelette hydrocarboné sur lequel sont fixés les groupes actifs qui assurent la permutation des ions. Le groupe actif définit alors le type de résine. On distingue alors: les résines cationiques, les résines anioniques, les résines inertes, les résines spécifiques et les résines adsorbantes.

II.1_ Les résines échangeuses d'ions cationiques

Elles permettent l'échange de cations et on peut les subdiviser en deux groupes: les échangeurs fortement acides et les échangeurs faiblement acides.

II.1.1_ Les résines cationiques fortement acides

Ce type de résines est caractérisé par la présence de radicaux sulfoniques HSO_3^- , dont les acidités sont voisines de celles de l'acide sulfurique [4].

Ces produits sont obtenus par sulfonation du noyau de styrène, polymérisé par réticulation avec du divinylbenzène. La figure 1 illustre la structure d'une résine fortement acide.

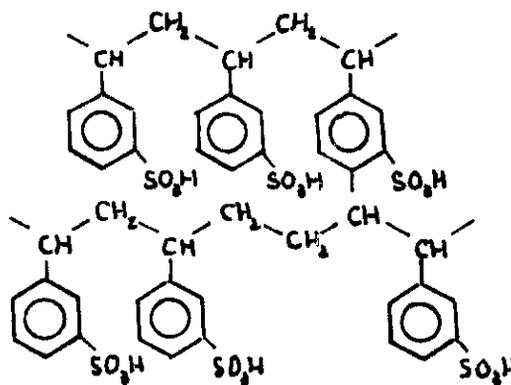


Figure 1: Structure de sulfonates de polystyrène réticulé

Ces résines se présentent sous forme de billes plus ou moins sphériques de couleur jaune et se caractérise par une

capacité d'échange et une activité très élevée et un coefficient d'uniformité élevé. Elles présentent également une grande résistance physico-chimique indépendamment du pH et à des températures pouvant atteindre 100 °C [2]. C'est le cas de l'Amberlite IR 120 , la Dowex HCR et la Duolite C 20

II.1.2. Les résines cationiques faiblement acides

Le groupement fonctionnel des résines faiblement acides est le radical carboxylique, COOH. Elles sont pratiquement toujours obtenues à partir d'un polyacrylate de méthyl ou de polyacrylonitrile comme l'illustre la figure 2. De nouvelles résines échangeuses d'ions sont apparues récemment, de type carboxylique dans la composition de laquelle n'intervient pas d'acrylonitrile [7].

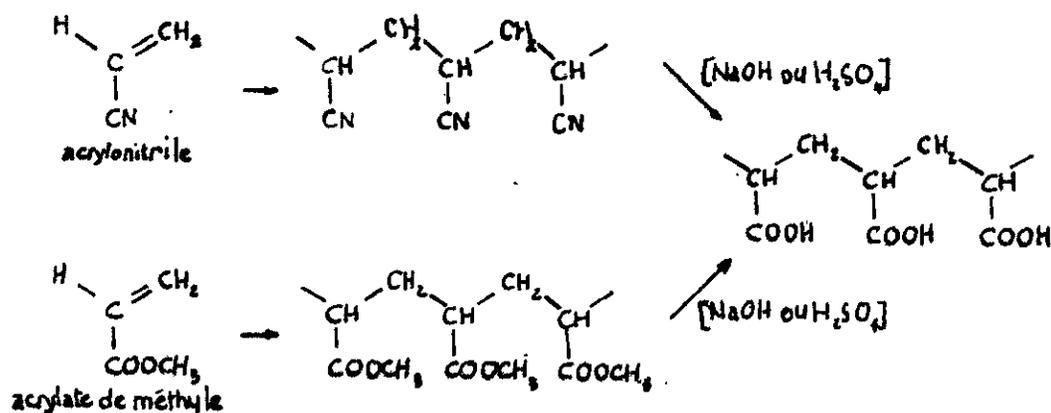


Figure 2: Préparation d'un échangeur de cations carboxylique

Ces résines peuvent attirer les cations associés à l'alcalinité de l'eau et libérer de l'acide carbonique. Elles se présentent sous forme de billes sphériques et se caractérisent par une bonne sélectivité, une très haute capacité d'échange et une bonne résistance physico-chimique. L'efficacité de la régénération des résines faiblement acides est très élevée jusqu'à atteindre

100 %. C'est le cas par exemple de l'Amberlite IRC 84, la Duolite C 433

II.2_ Les résines échangeuses d'ions anioniques

Les résines anioniques sont généralement à base de polystyrène, mais entre 1970 et 1972 un nouveau type de résines échangeuses d'anions à squelette polyacryliques apparut sur le marché [3].

Selon le degré de basicité des résines anioniques on distingue deux groupes: les échangeurs fortement basiques et les échangeurs faiblement basiques.

II.2.1_ Les résines anioniques fortement basiques

Les résines anioniques fortement basiques fixent les acides faibles comme l'acide carbonique ou la silice, elles peuvent également libérer les bases de leurs sels. Ces résines se caractérisent par la présence de radicaux ammoniums quaternaires simples ou alcoyltés.

Les résines caractérisées par des radicaux ammoniums simples dont nous présentons un exemple en figure 3, sont fortement basiques. Leur capacité d'échange est faible et leur régénération est médiocre.

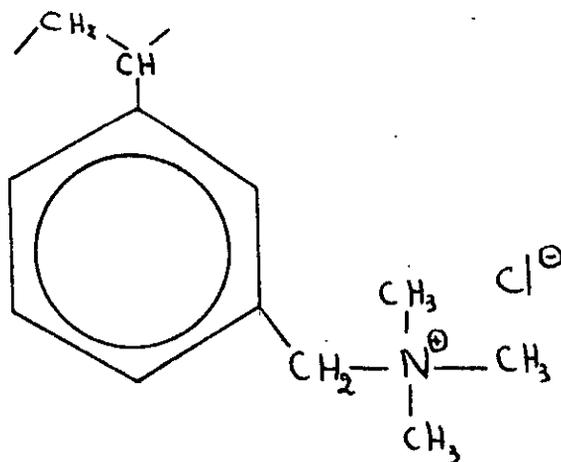


Figure 3: Structure d'une résine anionique avec un groupement ammonium quaternaire simple exemple Duolite A 101

Les résines caractérisées par des radicaux ammoniums alcoylés, tel la Duolité A 102 schématisée en figure 4, sont moins basiques que les précédentes. Leur capacité d'échange est plus élevée et l'efficacité de leur régénération supérieure.

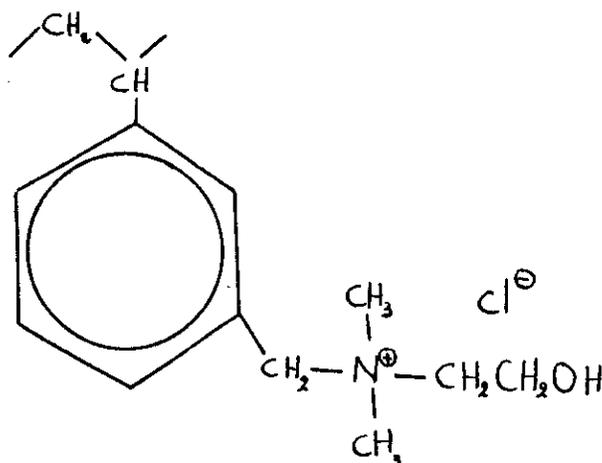


Figure 4: Structure d'une résine anionique avec un groupement ammonium quaternaire alcoylé

II.2.2_ Les résines anioniques faiblement basiques

Les résines anioniques faiblement basiques sont en général du type polyamine aromatique et retiennent exclusivement les acides forts à condition que ceux-ci soit libres dans la solution mise en contact avec l'échangeur.

La capacité d'échange de ces résines dépend du nombre de fonctions introduites au cours de la condensation. Elles présentent en revanche une grande stabilité.

La figure 5 représente la structure d'une résine faiblement basiques amine primaire.

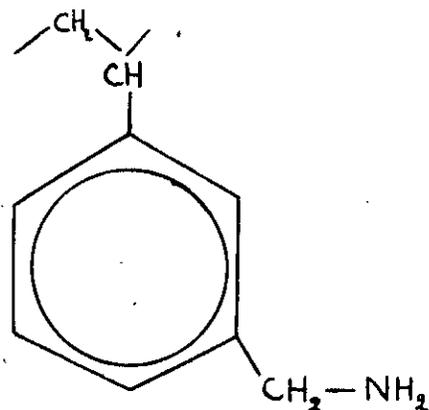


Figure 5: Structure d'une résine échangeuse d'anion anime primaire exemple Duolite A 365

II.3_ Autres types de résines

Il existe d'autres types de résines, telles les résines inertes, les résines spécifiques & les résines adsorbantes.

II.3.1_ Les résines inertes

Ce sont des polymères sans groupe actif qui peuvent être utilisés pour séparer par exemple deux couches de résines entre elles.

II.3.2_ Les résines spécifiques ou complexantes

Les résines spécifiques conçues pour fixer des ions bien particulier. Très sélectives vis-à-vis d'un ion donné, elles forment des combinaisons particulièrement stable grâce aux propriétés complexantes et/ou chelatentes du groupe actif.

La résine IMAC HP_555 par exemple est sélective des ions nitrates [8].

II.3.3_ Les résines adsorbantes

On distingue trois catégories de résines adsorbantes: ionisées, phénoliques et inertes.

Les résines adsorbantes ionisées sont fortement basiques, telle la Duolite A 171 alors que les résines phénoliques sont faiblement

basiques, telle la Duolite S 761. Les résines adsorbantes inertes sont copolymères macroporeux de styrène et de divinylbenzène à très haute réticulation et forte porosité telle l'Amberlite XAD 4.

CHAPITRE III

STRUCTURE DES RESINES ECHANGÉUSES D'IONS

III STRUCTURE DES RESINES ECHANGEUSES D'IONS

La plupart des résines commerciales sont formées de granules de diamètre s'étageant de 0,3 à 1,2 mm.

Il existe différents type de résines, les plus utilisées étant celles des types gel ou macroporeuse. Les premières sont les plus anciennes et leur porosité dépend de leur taux de réticulation [3], les résines macroporeuses permettent d'utiliser les phénomènes d'adsorption.

III.1 Les résines du type gel

Les résines du type gel ou encore résines microporeuses présentent des mailles de diamètre variaient entre 10 °A à 30 °A. La figure 6a illustre leur structure. Ce sont des résines ordinaires, ne présentant pas une grande stabilité chimique. Vulnérables aux agents oxydants, elles sont surtout utilisées pour la déminéralisation de l'eau.

III.2 Les résines macroporeuses

Les résines macroporeuses fortement réticulées et schématisées par la figure 6b, contiennent des pores artificiels ouverts. Ce sont ses pores, d'un diamètre allant jusqu'à 150 ^{nm}mm, qui permettent l'adsorption de molécules de grande taille. Ces résines présentent une bonne stabilité chimique, une plus faible capacité d'échange, et un coût de régénération plus élevé que pour les résines de type gel.

Elles trouvent de nombreuses applications & plus particulièrement dans le traitement des eaux de surface [3] et le traitement des eaux résiduaires [5] du fait de leur meilleur fixation de substances à haut poids moléculaires.

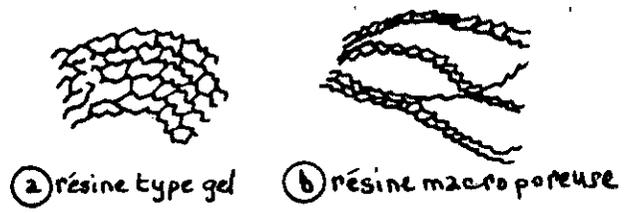


Figure 6: Structure schematique & configuration des mailles
des résines à type gel & macroporeuses

CHAPITRE IV

CARACTERISTIQUES DES RESINES ECHANGÉUSES D'IONS

IV_ CARACTERISTIQUES DES RESINES ECHANGEUSES D'IONS

La caractérisation des résines échangeuses d'ions repose sur plusieurs paramètres physico-chimique. Nous nous intéressons plus particulièrement à la capacité d'échange, le gonflement, la granulométrie, la densité, la rétention d'humidité, la stabilité et la longévité.

IV.1_ Capacité d'échange

Elle représente le nombre d'équivalent d'ions échangés par kilogramme de résine sèche. Le tableau N° 2 nous renseigne sur la capacité d'échange de certaines résines commerciales. Dans la littérature on rencontre deux types de capacité: la capacité total et la capacité utile.

IV.1.1_ Capacité totale

C'est la quantité totale d'ions susceptibles d'être échangés lorsque le produit a été régénéré avec un grand excès de réactifs [9].

IV.1.2_ Capacité utile

Elle exprime la fraction de la capacité totale réellement utilisée au cours de l'échange d'ions. Elle est régie par les conditions de fonctionnement. On peut citer:

- _ concentration et type d'ions à fixer
- _ débit de percolation
- _ température
- _ hauteur du lit de résine
- _ type, concentration et dosage du régénérant.

IV.2_ Gonflement

Le gonflement d'une résine sèche plongée dans une solution, est dû à la pénétration des molécules de solvants à

Tableau N°2: Capacités d'échanges de différentes résines commerciales

A. ECHANGEURS DE CATIONS			Capacité d'échange approximative (eq. par kg de résine sèche sous forme H ⁺)
Type	Groupement Fonctionnel	Noms Commerciaux	
Poystyrène-sulfoné (copolymère styrène + divinyl benzène sulfoné)	Sulfonate (SO ₃ ⁻)	Dowex 50 et 50 W Amberlite IR-1200, IR-122 Permulit Q Duolite C20, C25, C27 Lewalit S-100, S-155 IMAC C-12 Mofatit KPS-200	4,9 à 5,2 4,3 à 5,0 4,8 5,1 4,7 à 4,6 4,5 4,5
Copolymère acide m-hydroxybenzène sulfonique + Formaldéhyde	Sulfonate (SO ₃ ⁻)	Dowex 30 Amberlite IR-100, IR-105 Zeo-Karb 215 Duolite C-3, C10 Lewalit KS, PN, KSN Mofatit F, K, P KU-1, etc ...	4 2 2,6 2,9 3 à 4 2 à 3 4 à 5
Polyméthacrylate et pocrylate	Carboxyate (CO ₂ ⁻)	Amberlite IRC-50 Permulit H-70 Zeo-Karb 226 Duolite CS-100, CS-101 KB-1, KB-2, KB-4, etc ...	9,5 7,9 10 1,9 à 10 10
Polystyrène amine diacétae	N CH ₂ CO ₂ ⁻ CH ₂ CO ₂ ⁻	Dowex A-1	3,7
Polyalkylphosphonates	PO ₃ ²⁻	Duolite C-63, ES-65	6,6 à 3,3
Dialkylphosphonates etc	PO ₂ ⁻	Duolite C-62	6,0

Suite du Tableau N°2

A. ECHANGEURS D'ANIONS			Capacité d'échange approximative (eq. par kg de résine sèche sous forme Cl ⁻)
Type	Groupement Fonctionnel	Noms Commerciaux	
Polystyrène-ammonium quaternaire	NR ₃ ⁺	Dowex 1 et 21 K Permutit S-1 Duolite A-101, A-42 Lewalit M-500, M-600 Deacidite FF AV-15, etc ...	3,5 à 4,5 3,1 4,0 à 2,3 4,0 à 3,7 4,0 1,6
	+ N(R'OH)R ₂	Dowex 2 Amberlite IRA-410, IRA-411 Permutit S-2 Duolite A-102, A-40 AV-17, etc ...	3,0 3,0 3,3 4,0 à 3,7 1,6
	Pyridinium + N-R	Permutit SK	
Polystyrène-amine tertiaire et secondaire	NR ₂	Dowex 3 Amberlite IR-45 Duolite A-14 Permutit W	6 5,5 8 5,7
	NRH	Lowalit M-1, MP-60 AN-1, N, MH An-2, F, etc ...	10 et 6,3 4 10
Copolymère aminophenal + formaldéhyde	NR ₂	Amberlite IR-413 Duolite A-2M, A-4 A-6, A-30 T	10 6,5 et 7,7 7,0 et 8,9
		IMAC, A-17, A-19, etc IMAC, A-17, A-19, etc	6,0 4,3
Polystyrène-sulfonium	SR ₂	Duolite ES-105	

l'intérieur de la résine. Il en découle une variation de volume de la résine humide étroitement liée à la nature du solvant selon que ce soit de l'eau pure, un solvant pur ou un mélange de solvants.

IV.2.1_ Gonflement dans l'eau pure

Une résine sèche immergée dans de l'eau pure subit une variation de volume. La variation qu'elle subit entre les deux états sec et humide, dépend de plusieurs facteurs, dont le taux de pontage, la nature des groupes actifs, la capacité d'échange En effet, le gonflement d'une résine dans l'eau pure est d'autant plus important que les ions de la résine sont fortement hydratés et que la capacité d'échange est élevée.

Par contre, plus le taux de pontage est faible, plus le gonflement est important comme on peut le constater à la lecture du tableau N° 3.

Tableau N°3: Gonflement de diverses résines dans l'eau pure
Masse d'eau absorbée en (g) par 1 g de résine sèche.

Taux de pontage	Résine polystyrène-sulfonate (2 - 5)	Résine polyméthacrylate (6)
0,5	-	5,5
1,0	-	4,0
4,0	2,15(1); 2,2(4); 2,5(5)	1,8
8,0	1,0(1); 1,25(4); 1,4(5)	1,2
11,0	1,0(2)	-
15,0	0,6(3)	-
16,0	0,7(1)	0,8
25,0	0,4(3)	-

IV.2.2_ Gonflement dans les solvants purs

Une résine sèche immergée dans un solvant pur, subit une variation de volume. Cette variation est étroitement liée à l'affinité entre les molécules du solvant et celles des radicaux fonctionnels ou des ions échangeables, plus le nombre de molécules du solvant susceptibles de se lier à l'ion échangeable est grand, plus la résine gonfle. Par ailleurs lorsque la constante diélectrique diminue, les attractions électrostatiques entre deux ions de charges de signes contraires augmentent et, par conséquent, le volume occupé par le groupement fonctionnel diminue, ce qui défavorise le gonflement.

Le tableau N° 4.a illustre le gonflement de quelques résines au contact de divers solvants purs.

IV.2.3_ Gonflement sélectif d'une résine dans un mélange de solvants

Plongée dans un mélange de solvants, une résine sèche gonfle en les absorbant, avec cependant, une plus grande proportion de l'un des solvants, ce qui tend, à changer la composition du mélange.

La résine absorbera le constituant du mélange pour lequel, elle a le plus d'affinité.

IV.3_ Granulométrie

La granulométrie permet le calcul des caractéristiques hydrodynamique d'une installation.

En effet, la taille des particules résulte d'un compromis entre la vitesse de réaction d'échange, qui est d'autant plus élevée que les billes sont fines et les débits élevés nécessitant de grosses particules pour limiter la perte de charge.

La granulométrie est définie par deux facteurs, si elle est déterminé par tamisage:

Tableau N°4: Conflexent de quelques résines sèches, au contact:

a_ De divers solvants purs

AUGMENTATION RELATIVE DU VOLUME DE LA RESINE EN %										
SOLVANT	R E S I N E									
	Polystyrène-sulfanate		Polyméthacrylate		Ammonium-quartenaire		Ammonium tertiaire			
	A M B E R L I T E									
	IR-120		IRC-50		IRA-400		IR-45		IR-413	
	F O R M E									
	H ⁺	Na ⁺	acide	Na ⁺	HO ⁻	Cl ⁻	base	Cl ⁻	base	Cl ⁻
Eau	43	73	48	202	37	45	31	45	23	73
Ethanol	38	00	98	00	63	63	52	30	18	05
Glycérol	24	05	-	06	-	-	-	-	-	-
Acetone	18	00	00	01	25	20	40	10	00	00
Acide acétique	08	00	-	-	-	-	-	-	-	-
Pyridine	-	-	-	-	20	28	50	25	03	03
Benzène	00	00	00	03	18	11	35	00	03	03

Suite du Tableau N°4

b_ De solvants mixtes

AUGMENTATION RELATIVE DU VOLUME DE LA RESINE EN %										
	mélange eau + éthanol % éthanol					mélange éthanol + benzène % benzène				
	0	80	90	95	100	0	10	50	90	100
Amberlite IR-120, H ⁺	40	110	100	110	40	40	120	140	100	00
Amberlite IRC-50 (acide)	100	210	190	160	140	140	130	130	90	15
Amberlite IR-413 (base)	40	70	60	40	00	00	40	30	40	20

_ Le diamètre moyen des particules, correspondant au tamis laissant passer 50 % des billes.

_ Le coefficient d'uniformité (Cu), égal au rapport entre l'ouverture du tamis laissant passer 60 % des billes et celles du tamis laissant passer 10 % des billes.

Ce dernier permet d'évaluer le diamètre effectif des grains.

$$Cu = \frac{X_{60\%}}{X_{10\%}}$$

IV.4_ Densité

La densité des résines est une caractéristique importante, car elle conditionne leur comportement hydraulique dans le cas de contre courant.

La densité de chaque résine s'inscrit habituellement dans les fourchettes suivantes:

- _ Echangeurs de cations fortement acides : 1,18 - 1,38
- _ Echangeurs de cations faiblement acides: 1,13 - 1,20
- _ Echangeurs d'anions fortement basiques : 1,07 - 1,12
- _ Echangeurs d'anions faiblement basiques: 1,02 - 1,10

En jouant sur la granulométrie, on peut ainsi placer dans une même colonne des échangeurs de plusieurs types différents et s'assurer de leur séparation, si besoin est, par un courant d'eau ascendant.

IV.5_ Rétention d'humidité

Une fois activées, les résines portent des ions fixes et des ions mobiles. Ces ions sont toujours entourés de molécules d'eau au sein même des billes de résines.

Cette capacité de rétention d'humidité des résines est une grandeur essentielle pour la compréhension des propriétés d'une résine échangeuse d'ions telles la cinétique d'échange, la capacité d'échange et la solidité de la résine.

On définit la rétention d'humidité h comme le rapport:

$$h = \frac{\text{masse de résine hydratée} - \text{masse de résine séchée}}{\text{masse de résine hydratée}}$$

IV.6_ Stabilité & longévité

Les résines échangeuses d'ions doivent assurer plusieurs années de service. A cet effet, leur stabilité tant celle du squelette que celle des groupes actifs, dans le temps est primordiale.

IV.6.1_ Stabilité chimique du squelette

Les résines disponibles dans l'industrie ont un taux de réticulation suffisant pour assurer leur parfaite insolubilité. Lorsqu'une résine est neuve, elle peut dans la solution traitée, libérer d'infimes quantités de bas-polymères ou d'autres substances solubles, mais ce phénomène disparaît rapidement. Il s'agit d'ailleurs plus d'un dégrasage que d'une dissolution de la résine. Par contre, des conditions très oxydantes peuvent éventuellement attaquer le squelette de la résine et le dériticuler.

Toute fois, dans les conditions habituelles du traitement de l'eau, les résines peuvent fonctionner en permanence durant des années sans perdre leurs propriétés physico-chimiques.

IV.6.2_ Stabilité des groupes actifs

Dans le cas des résines cationiques le groupe sulfonique est extrêmement stable alors que les résines anioniques sont assez sensibles à la température. Sous l'effet de la chaleur et en

milieu alcalin, la réaction dite de dégradation d'Hoffmann [3] peut transformer les ammoniums quaternaires (bases fortes) en amine tertiaires (bases faibles), ou même dégrader le groupe actif.

Les groupes ammoniums quaternaires simples sont relativement stables tandis que les groupes alcoylés sont plus sensibles en raison du groupe éthanol qui affaiblit la liaison.

IV.6.3_ Stabilité mécanique

La résistance mécanique peut varier considérablement d'un produit à l'autre, les résines anioniques sont peu résistantes en particulier aux forces de compression.

Les résines acryliques plus élastiques que les polystyréniques sont plus résistantes et peuvent en général supporter presque toutes les contraintes mécaniques.

IV.6.4_ Stabilité osmotique

En général l'ion fixé au cours de l'échange n'a ni la même taille ni surtout la même couche d'hydratation que l'ion fixé et par conséquent la configuration autour de chaque groupe actif se modifie. La bille de résine peut donc gonfler ou se contracter considérablement au cours de la réaction d'échange. Les tensions que subit la résine au moment de ces changements de volumes sont appelées forces osmotiques. Ces tensions sont fortes et peuvent conduire à une pression de plusieurs centaines de bars. Pour être utilisables, les résines doivent pouvoir résister à plusieurs cycles de saturation et de régénération.

IV.6.5_ Résistance au séchage

Le séchage et la réhydratation répétés conduisent à des tensions analogues à celles dues aux chocs osmotiques et à la destruction de la plupart des résines de type gel. C'est pour cela qu'il faut donc toujours conserver les résines à l'état humide.

CHAPITRE V

THEORIE DE L'ECHANGE DANS LES RESINES

V. THEORIE DE L'ECHANGE DANS LES RESINES

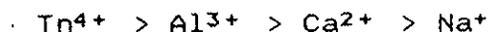
Une résine au contact d'une solution électrolyte permute ses ions contre les ions de l'électrolyte qui viennent les remplacer dans la résine et y apporter un nombre égal de charge. Cet échange se poursuit jusqu'à un état d'équilibre.

Deux ions en solution au contact d'une résine susceptible de les échanger se partagent entre la résine et la solution jusqu'à l'établissement d'un équilibre reproductible et l'indépendant au sens dans lequel ont lieu les échanges. Mais ils ne se partagent pas de façon égale, on dit que la résine présente une différence d'affinité pour les deux ions. Celui qui passe en plus grande quantité dans la résine a la plus grande affinité.

En comparant le comportement, deux à deux, de différents ions vis-à-vis d'une résine déterminée, on peut les classer par ordre d'affinité relative [10].

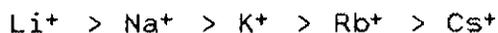
En général, l'affinité de la résine pour un ion est d'autant plus élevée que sa valence est élevée.

Par exemple pour les résines sulfonates, l'affinité pour un cation augmente avec la charge de celui-ci:

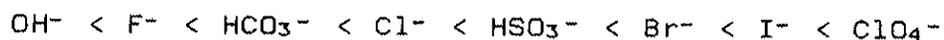


Pour des ions de même charge, la réaction d'échange est plus importante lorsque les rayons de l'ion diminuent et que le numéro atomique diminue.

On citera par exemple que les résines sulfonates marquent une préférence pour les ions solvatés dont les rayons sont les plus petits comme l'illustre l'exemple ci-dessous:



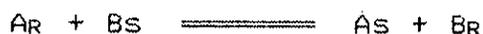
Et que pour les résines basiques fortes, on peut classer les ions suivant le classement ci-dessous:



L'affinité dépend également de la concentration ionique.

V.1. Mécanisme de l'échange

Soit la réaction d'échange de deux ions A et B entre une résine et une solution:



En appliquant à l'équilibre la loi d'action des masses:

$$K_{\text{B}}^{\text{A}} = \frac{[\text{B}]_R [\text{A}]_S}{[\text{B}]_S [\text{A}]_R}$$

Où: K_{B}^{A} : la constante d'équilibre.

$[\text{A}]_R$: $[\text{A}]_S$: $[\text{B}]_R$: $[\text{B}]_S$: les activités de A et B dans la résine et dans la solution

On représente souvent l'ordre quantitatif des affinités d'une résine au moyen d'une échelle logarithmique sur laquelle les ions sont portés dans l'ordre croissant des affinités de droite à gauche, la distance entre les deux ions étant égale au logarithme de leur constante d'échange.

La figure 7, représente les échelles logarithmiques d'affinités des résines sulfonates.

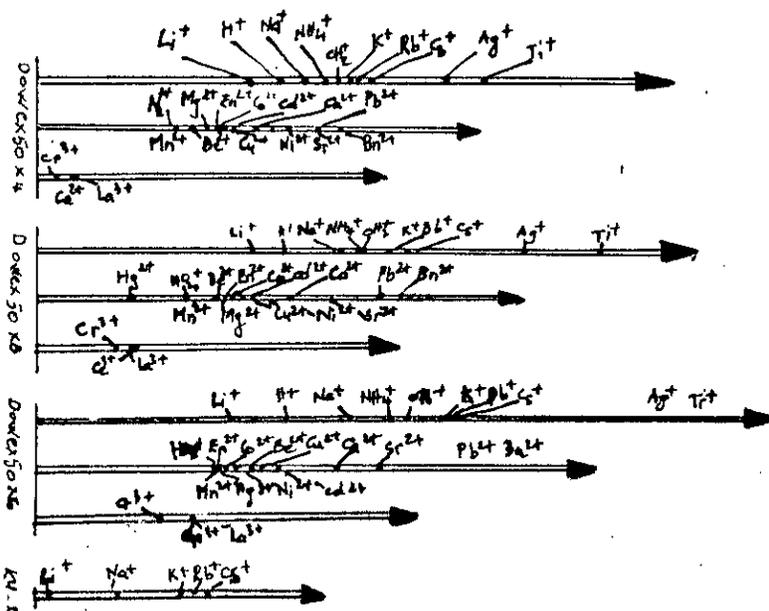


Figure 7: Echelle logarithmiques d'affinités de la résine polystyrène sulfonates

V.2_ Cinitique d'échange

Les équations de la loi d'action de masse traduisent un état d'équilibre.

En pratique, et bien qu'on puisse utiliser les échangeurs en régime statique, on les emploie en colonnes, où l'équilibre n'est pas atteint. Dans ce cas les résultats sont fortement influencés par les conditions de fonctionnement.

En effet, dans des conditions de débits élevés, certains sites d'échange des résines peuvent ne pas être utilisés du fait d'une limitation de la diffusion des ions au sein de la résine.

Par ailleurs des phénomènes de passages préférentiels et de colmatage peuvent se produire.

La figure 8 montre la fixation par exemple d'ions Na^+ par une bille de résine sous forme H^+ .

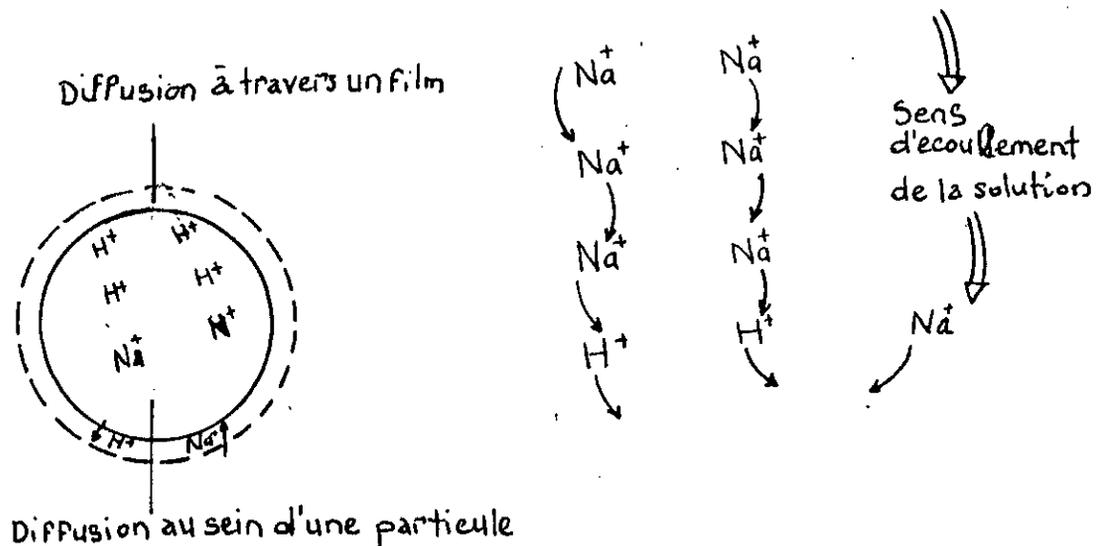


Figure 8: Diffusion à travers un film et au sein d'une particule

Autour de la bille, il ya une couche statique de solution, dite film de Nernst [3], au travers de laquelle les ions sodium peuvent diffuser.

L'ion H^+ doit diffuser d'abord dans le film dans tout endroit du grain de résine, puis diffuser dans le film de la solution qui entoure la bille de résine. De la même façon les ions Na^+ doivent diffuser à travers du film de Nernst puis dans la résine.

La vitesse d'échange est par conséquent régie par les vitesses de diffusion à travers le film et des billes de résines. Il a été constaté [11] que dans le cas de solutions diluées (concentration $< 10^{-2}$ M ou 10^{-3} M), la vitesse de diffusion dans le film est plus lente que celle de la résine et que la vitesse globale d'échange est d'autant plus grande que la solution est plus concentrée. Dans le cas de solutions pas trop diluées, c'est la diffusion dans la résine qui limite la cinétique globale. La vitesse d'établissement des équilibres est alors d'autant plus grande que les grains de la résine sont plus petits et que les mobilités des espèces dans la résine sont plus grandes.

La mobilité diminue lorsque la charge de l'ion augmente, les interactions avec les groupements fonctionnels étant plus importantes, et/ou la taille de l'ion augmente, les difficultés de diffusion à travers les billes de la résine étant plus importantes.

Notons enfin que la vitesse d'écoulement de la solution est déterminante. Elle régit l'épaisseur du film et par conséquent la vitesse de diffusion. Par ailleurs, la température a un effet favorable sur la cinétique pour l'accélération des vitesses de diffusion. On est limité par la stabilité thermique des résines.

CHAPITRE VI

APPLICATIONS DES RESINES ECHANGÉUSES D'IONS

VI_ APPLICATIONS DES RESINES ECHANGEUSES D'IONS

Les résines échangeuses d'ions sont principalement utilisées dans le traitement de l'eau tel que l'adoucissement, la déminéralisation; le déssalement, la suppression d'espèces ioniques toxiques; la suppression de la silice. On s'est rendu compte que les propriétés des échangeurs d'ions pouvaient être mise à profit dans un grand nombre d'applications en dehors du traitement de l'eau. On les emploie actuellement aussi bien dans l'industrie alimentaire, chimique, pharmaceutique que métallurgique.

VI.1_ Adoucissement

L'adoucissement vise l'élimination de tous les ions responsables de la dureté de l'eau. Le procédé d'adoucissement peut se faire soit par précipitation chimique des ions calcium et des ions magnesium [19], soit par utilisation de résines échangeuses d'ions.

La première méthode présente l'inconvénient de produire une quantité importante de boues, tandis que la seconde est très largement utilisée.

VI.1.1_ La dureté

La dureté d'une eau est due à la présence d'ions métalliques bivalents, Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , Sr^{2+} , Al^{2+} , ... [4]. Actuellement la notion de dureté correspond à trois concentrations ioniques différentes [12], on distingue:

_ la dureté totale: Elle est déterminée par la concentration des ions calcium et magnesium exprimée en milliéquivalent par litre soit en milligrammes par litre de CaCO_3 .

_ la dureté temporaire: Elle constitue la dureté carbonatée correspondant à la teneur en ions Ca^{2+} et Mg^{2+}

liés aux ions carbonates et bicarbonates présents dans une eau.

_ la dureté permanente: Elle résulte de la différence entre la dureté totale et la dureté temporaire et elle indique la teneur en ions Ca^{2+} et Mg^{2+} liés aux ions sulfates et aux ions chlorures.

Une eau dont la dureté dépasse 150 mg/l CaCO_3 est considérée comme dure par certains auteurs, tandis que d'autres trouvent cette valeur acceptable. Ici, aucune concentration maximale acceptable n'est fixée à ce jour. Toute fois, certains auteurs [12] proposent la classification donnée par le tableau N° 5.

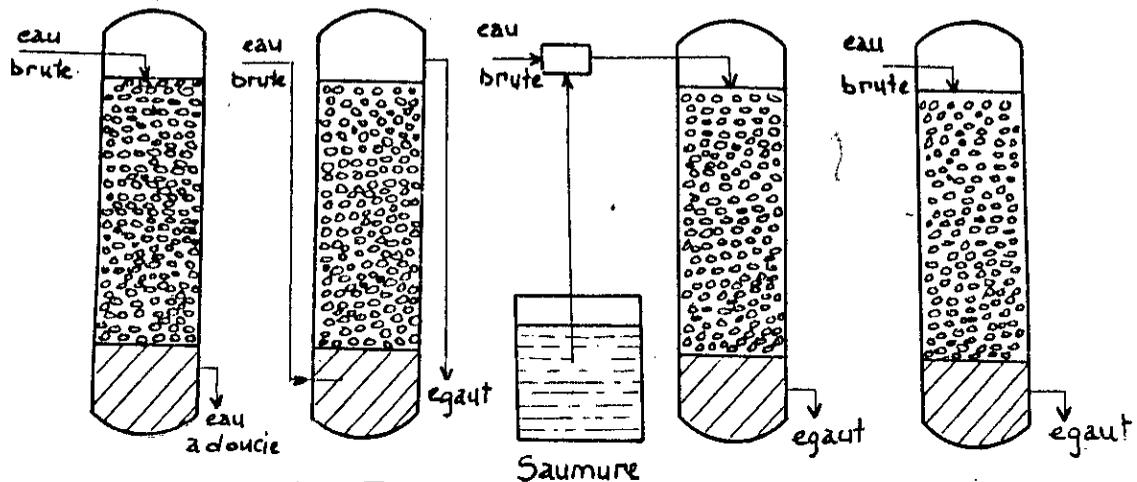
Tableau N° 5: Classification d'une eau selon sa dureté

Qualité de l'eau	Dureté totale	
	mg/l CaCO_3	meq/l
Eau douce	< 60	< 1,2
Eau légèrement douce	60 - 120	1,2 - 2,4
Eau légèrement dure	120 - 180	2,4 - 3,6
Eau très dure	> 180	> 3,6
Valeur optimale	≈ 80	≈ 1,6

Tandis que d'autres [13] proposent la classification suivante:

- _ Les eaux très douces et à très faible minéralisation: ce sont les eaux dont la dureté appelée aussi titre hydrométrique (TH) est comprise entre 1 et 5 °F soit 10 et 50 mg/l CaCO_3 . Elles sont en général très riches en CO_2 libres et agressives.
- _ Les eaux de faible dureté et à faible minéralisation: la dureté calcique appelée titre hydrométrique calcique est comprise entre 5 et 12 °F soit 50 et 120 mg/l CaCO_3 . Ces eaux sont très faiblement incrustantes, mais agressives ou corrosives.
- _ Les eaux de moyenne dureté: le titre hydrométrique est compris entre 12 et 15 °F soit 120 et 150 mg/l CaCO_3 . Elles sont généralement incrustantes à chaud du fait de la transformation des bicarbonates de Ca et Mg en carbonates alcalino-terreux insolubles.
- _ Les eaux très dures: le titre hydrométrique est compris entre 30 et 50 °F soit 300 et 500 mg/l CaCO_3 . Ce sont des eaux très incrustantes formant des dépôts hétérogènes.
- _ Les eaux anormalement douces et fortement minéralisées.

VI.1.2_ Principe de fonctionnement



ADOUCCISSEMENT-DETASSAGE-REGENERATION - RINÇAGE

Figure 9: Schéma de principe de l'adoucissement sur résine

Le cycle d'adoucissement complet peut se décomposer [14] en quatre phases: la saturation, le détassage, la régénération et le rinçage comme l'illustrent les schémas de la figure 9.

- _ Saturation: L'eau à adoucir percole à travers un lit de résine à courant gravitaire et recueillie par le bas jusqu'à atteindre la crevaillon ou la valeur de la dureté de l'effluent fixée au début.
- _ Détassage ou soulèvement: L'opération de détassage de la résine dure un quart d'heure environ par un courant d'eau ascendant pour ensuite laisser les billes de résine.
- _ Régénération: Au moyen de réactifs appropriés, la solution de régénération percole lentement du haut vers le bas. La durée de cette opération, varie de 15 à 60 minutes environ.

X

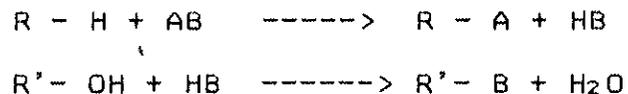
_ Rinçage: La solution de régénération est déplacée par de l'eau injectée à faible débit jusqu'à ce que le lit de résine n'en contienne plus que des traces. Cette première phase est suivie d'un rinçage rapide de façon à éliminer les dernières traces du régénérant.

VI.2_ Déminéralisation

L'eau adoucie, utilisée pour les usages domestiques ou l'alimentation de petits générateurs de vapeur à basse pression, est encore suffisamment chargée en sels pour être employée dans les chaudières à moyenne ou haute pression et pour les opérations chimiques exigeant de l'eau pure. Un traitement plus poussé peut fournir de l'eau débarrassé de la plus grande partie des sels dissous voir même totalement déminéralisée.

La déminéralisation produit une eau comparable à l'eau distillée. Pour ce faire, on élimine successivement les cations de l'eau, en les échangeants contre les ions hydrogène et les anions présents dans l'eau sous forme d'acides libres retenus.

L'eau quitte l'échangeur de cations fortement acide avec un pH très faible pour passer à travers un échangeur d'anions fortement basique. A la sortie, l'eau est exempte d'anions et de cations et présente un pH neutre. On peut décrire les deux séries de réactions qui ont lieu par les équations suivantes:



R(R'): site échangeur sur la résine cationique (anionique)
 A : cation métallique
 B : anion

La figure 10 montre le principe de fonctionnement d'une chaîne de déminéralisation.

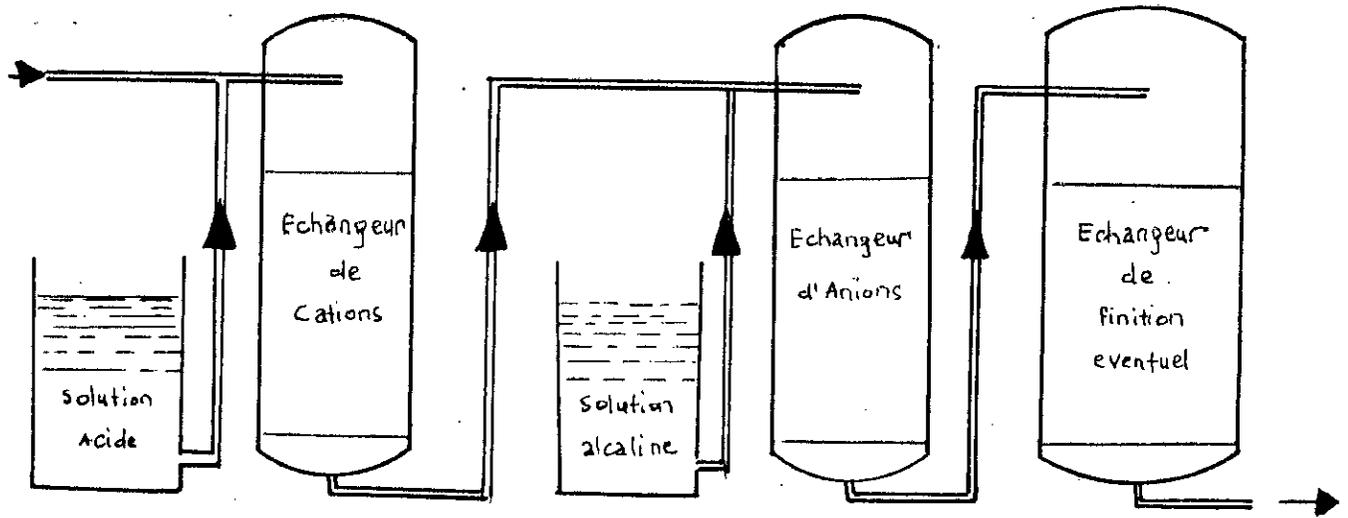


Figure 10: Chaîne de déminéralisation

Il convient de signaler que la déminéralisation peut s'effectuer selon divers schemas: lits mélangés, lits superposés, lits fluidisés, étages multiples.

VI.2.1_ Considérations pratiques

Il est important de déterminer la composition de l'eau brute. Certains paramètres pourraient justifier des prétraitements pour éviter par exemple le colmatage des résines par toutes sortes d'impuretés.

Dans le cas d'une eau suffisamment alcaline, il est recommandé d'éliminer le gaz carbonique formé. On peut y remédier soit en employant, comme échangeur d'anions, des bases tellement fortes qu'ils arrivent à absorber même l'acide faible qui est l'acide carbonique ou bien en plaçant en amont de l'échangeur anionique un dégazeur atmosphérique pour évacuer l'acide carbonique.

Une autre difficulté réside dans la présence de la silice dans certaines eaux. L'acide silicique libéré par l'échangeur de

cations n'est pas toujours retenue par les échangeurs d'anions. Pour remédier, l'emploi des échangeurs d'anions fortement basique est souhaitable.

VI.3_ Autres applications des résines échangeuses d'ions

VI.3.1_ En chimie organique

Les résines échangeuses d'ions peuvent déclencher et/ou accélérer une réaction chimique comme le fait un acide ou une base. Elles sont toute fois préférées car on peut facilement les éliminer du milieu réactionnel à cause de leur insolubilité. Les résines interviennent aussi bien dans l'épuration des produits chimiques organiques, que la chimie organique préparative ou la catalyse des réactions en chimie organique.

VI.3.2_ En biochimie

L'utilisation des résines en biochimie trouve des applications analogues à celles citées en chimie organique. Notons que le plus important des usages qui y est fait dans ce domaine est la séparation par chromatographie.

VI.3.3_ En medecine

Les résines échangeuses d'ions facilitent un grand nombre de détermination analytique sur les liquides biologiques comme l'urine et le sang. En dehors de ces applications analytiques, les résines échangeuses d'ions servent à traiter le sang soit pour en modifier les propriétés, soit pour en séparer certains constituants.

VI.3.4_ En pharmacie

Les résines échangeuses d'ions sont utilisées dans l'extraction de l'acide glytamique et l'isolement des acides aminés à des fins thérapeutiques, mais aussi la préparation des antibiotiques, des vitamines et hormones.

VI.3.5_ En chimie minérale

Les résines échangeuses d'ions servent à récupérer les ions métalliques précieux dans les eaux résiduaires mais également à régénérer des solutions de décapage ou de chromage en éliminant les ions gênants. Par ailleurs, les résines sont utilisées dans le traitement des produits radio-actifs mais également comme réactifs chimiques.

PARTIE
EXPERIMENTALE

L'objet principal de ce travail visait la production d'une eau de meilleure qualité à partir de l'eau potable et la préservation des distillateurs utilisés dans nos laboratoires à partir des résines échangeuses d'ions.

Dans une première partie, nous nous sommes fixés de remettre en marche un déminéralisateur, d'élaborer un protocole d'utilisation de celui-ci et d'étudier l'efficacité de la déminéralisation en utilisant différentes résines.

A cet effet, nous avons utilisés des résines DIAION, SA 20 AP et SK 1B livrées avec le déminéralisateur que nous avons dû régénérer et des résines AMBERLITE IRA 420 et DUOLITE C20 neuves.

CHAPITRE I

APPAREILLAGE ET MODE DE FONCTIONNEMENT

I_ APPAREILLAGE ET MODE DE FONCTIONNEMENT

I.1_ Appareillage

La déminéralisation vise l'élimination des ions indésirables et la production à partir de l'eau potable, d'une eau de meilleure qualité. Nous utiliserons pour cela un déminéralisateur OSK 6518 type KK 100, SV 10.

La figure 1 indique les principaux éléments constitutifs de l'appareillage: Il comprend une colonne d'échange où sont superposés des résines anioniques et cationiques, deux bacs gradués de stockage des solutions de régénérant, des vannes et un jeu d'électrodes reliés à un compteur de conductivité. Une dérivation permet de mélanger l'eau déminéralisée avec de l'eau potable non traitée. Toutes ces pièces sont répertoriés dans le tableau N° 1

I.1.1_ Colonne de déminéralisation

C'est une colonne en plaxiglas de 50 cm de hauteur et de 6,5 cm de diamètre externe. Elle est munie de deux plaques poreuses situées aux extrémités pour empêcher les billes de résines de sortir et assurer une meilleure distribution de l'air. Elle présente deux niveaux minimum et maximum, qui délimite respectivement le niveau de la résine cationique et d'eau au dessus du lit de résine. Un niveau intermédiaire délimite la hauteur maximum de la résine anionique.

Le fournisseur préconise l'utilisation d'un volume de 250 cm³ de résines fortement cationique " DIAION SK 1B " et 500 cm³ de résines anionique " DIAION, SA 20 AP ".

I.1.2_ Compteur de conductivité

La résistance spécifique de l'eau désionisée est contrôlée à l'aide d'un compteur de conductivité illustré par la figure 2. Plus l'aiguille dévie vers la gauche plus la pureté de l'eau est grande.

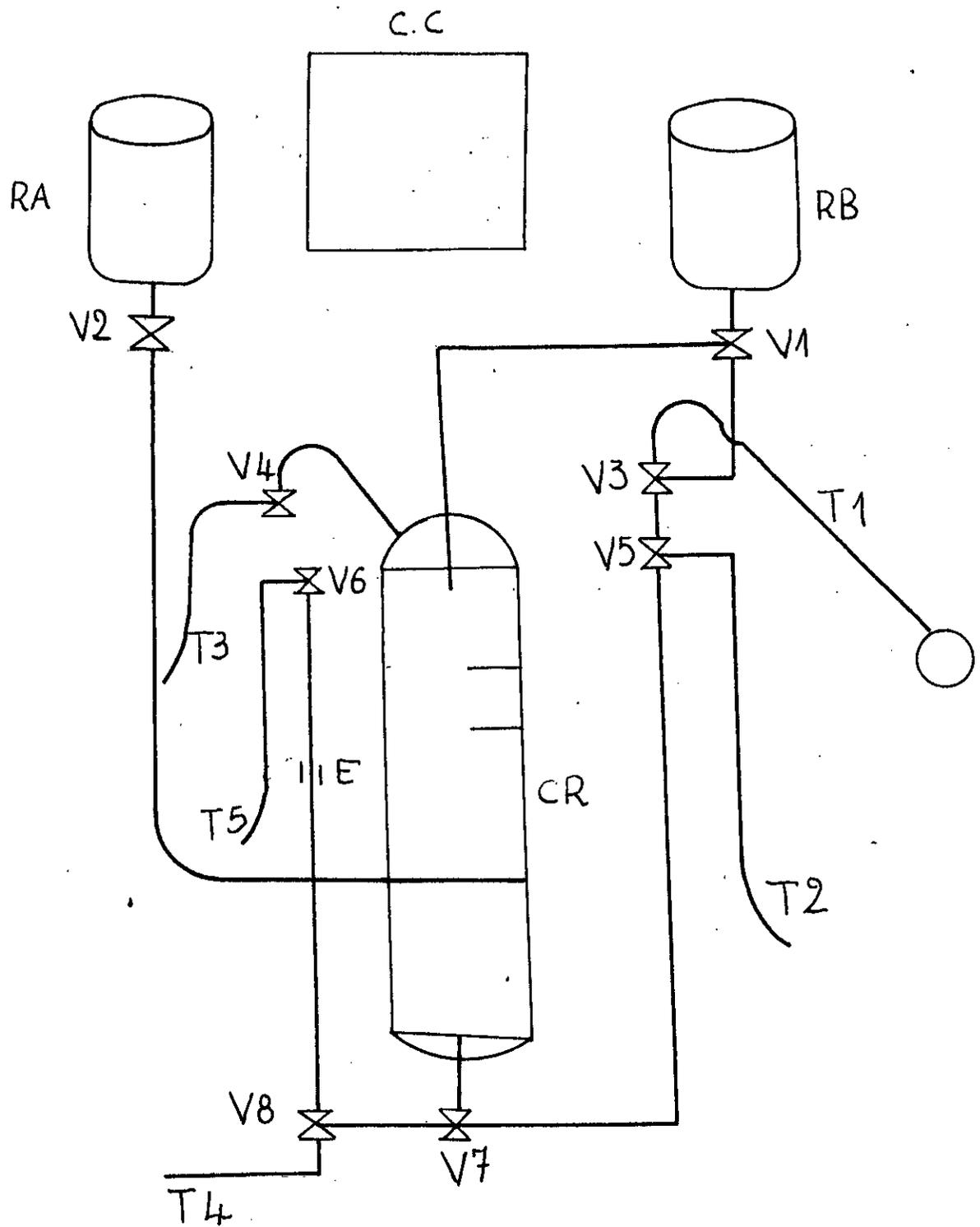


Figure 1: Schema de l'appareil utilisé

Tableau N°1: Répertoire des différentes pièces constitutives de l'appareillage

Désignation	Fonction
V1	Vanne du réservoir de la base
V2	Vanne du réservoir d'acide
V3	Vanne d'alimentation d'eau brute
V4	Vanne de sortie d'air
V5	Vanne d'entrée d'air
V6	Vanne de sortie d'eau désionisée
V7	Vanne d'entrée par le bas de la colonne d'eau ou d'air
V8	Vanne de vidange
T1	Tuyau d'entrée d'eau brute
T2	Tuyau d'entrée d'air (vert)
T3	Tuyau de sortie d'air (bleu)
T4	Tuyau de vidange (rose.)
T5	Tuyau de sortie d'eau d'ionisée
RA	Réservoir d'acide
RB	Réservoir de base
CC	Compteur de conductivité
E	Electrodes indiquant la résistance spécifique de l'eau désionisée
CR	Colonne contenant les résines

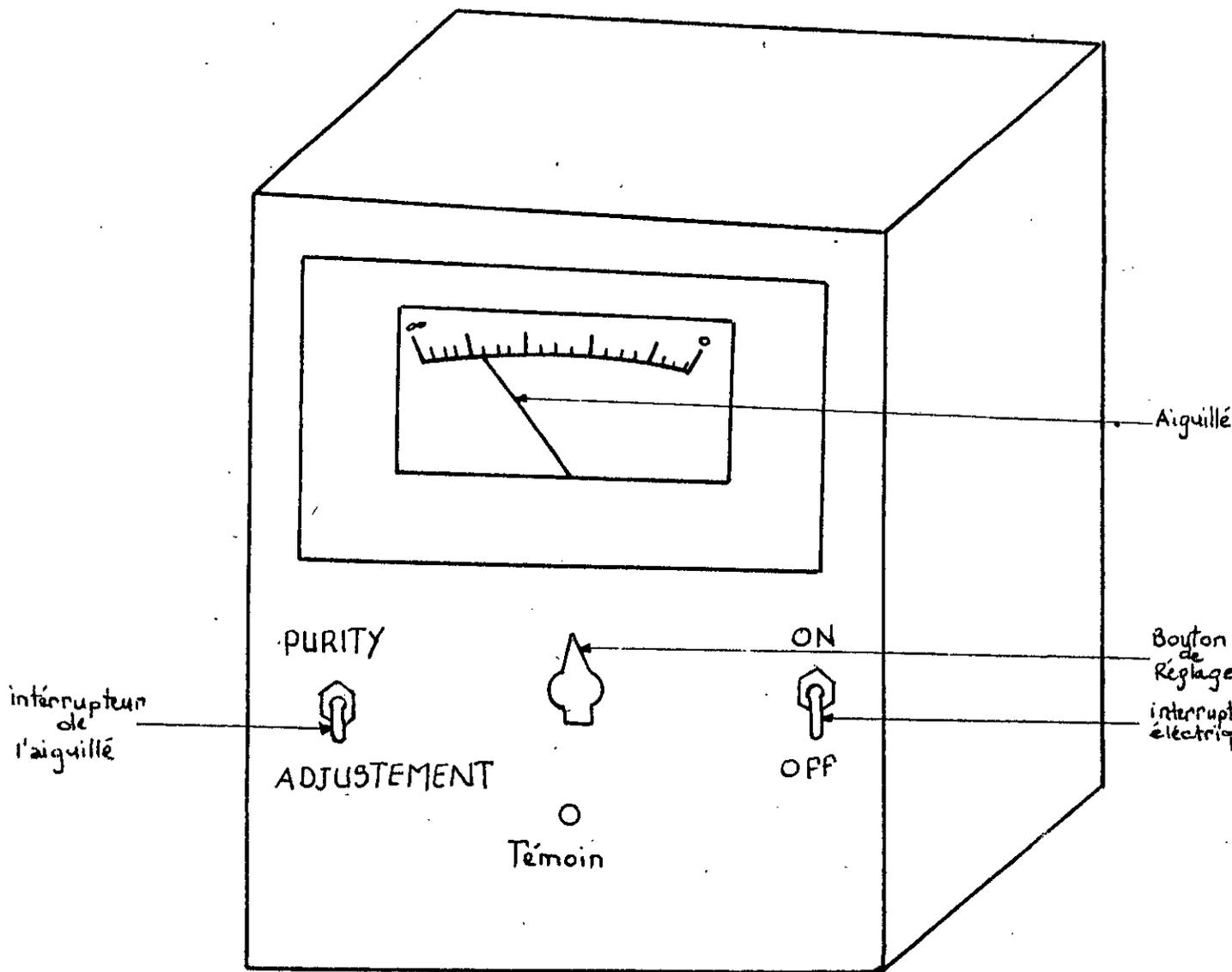


Figure 2: Schema du compteur de conductivité

I.2_ Mode opératoire

Pour procéder à la déminéralisation de l'eau, il faut au préalable ouvrir les vannes 3, 7 et 6 et vérifier que toutes les autres vannes soient bien fermées.

Ensuite:

- _ Ouvrir l'arrivée d'eau;
- _ Brancher le compteur de conductivité sur une tension de 100 V;
- _ Mettre l'interrupteur sur ON. Le témoin s'allume;
- _ Mettre l'interrupteur de l'aiguille sur ajustement et tourner le bouton de réglage vers la droite jusqu'à ce que l'aiguille corresponde au zéro.
- _ Mettre l'interrupteur de l'aiguille sur PURITY;

L'aiguille indique alors la pureté de l'eau à cet instant. L'opération de déminéralisation peut alors être entamée. Il faut pour cela fermer la vanne 7.

Durant toute l'opération, il est important de maintenir un débit constant de telle sorte que le niveau d'eau au dessus du lit de résine corresponde au niveau maximum.

A la fin de la déminéralisation, il suffit de remettre l'interrupteur sur OFF et de refermer les vannes. Lorsque la colonne de résine est saturée, il faut la régénération de celle-ci.

I.2.1_ Régénération des résines

L'opération de régénération se déroule en trois phases: la séparation des résines, la régénération des résines et le mélange des résines.

I.2.1.1_ Séparation des résines

On sépare les deux sortes de résines mélangées au moyen d'un flux d'eau ascendant. A cet effet, on ouvre les vannes 3,7 et 4 et on fait couler de l'eau brute à travers les résines à partir du fond de la colonne jusqu'à atteindre un débit de 20 l/h [15]. La résine anionique va se situer au dessus de la résine cationique du fait de la différence de densité.

Après environ 15 minutes d'opération, on referme les vannes et on procède à l'opération de vidange de la colonne. On ouvre les vannes 4 et 8 et on laisse couler l'eau jusqu'à ce que le niveau atteigne une hauteur de 5 cm au dessus de la surface des résines.

I.2.1.2_ Régénération de la résine anionique

La soude caustique dissoute dans l'eau brute à raison de 1,04 mole/l est introduite dans le réservoir RB. Après ouverture des vannes 1 et 8, on laisse couler la solution de régénérant lentement dans la colonne [15] pendant environ 20 minutes. Après épuisement de la solution, on envoie dans le réservoir RB un volume égal d'eau distillée qu'on fait couler immédiatement après, avec le même débit.

Dès que l'eau s'est écoulée du réservoir, on referme la vanne 1. Enfin on procède à un lavage rapide de la résine anionique. Pour ce faire, on relie le tuyau 1 à une arrivée d'eau distillée, on ouvre la vanne 1 et on règle le débit à 10 l/h. On laisse couler l'eau distillée pendant environ 40 minutes [15].

Après le lavage, on ferme la vanne 8 pour ouvrir la vanne 2. Dès que l'eau commence à remonter dans le réservoir RA, on referme les vannes et par là on a fait sortir de l'air du tuyau reliant le réservoir RA et la colonne.

I.2.1.3_ Régénération de la résine cationique

Une solution d'acide chlorhydrique 4N est introduite dans le réservoir RA. Après ouvertures des vannes 2 et 8, on laisse couler la solution régénérante lentement dans la colonne pendant environ 20 minutes [15] environ. Dès que la solution s'est écoulée du réservoir RA, on y verse instantanément un volume égal d'eau distillée et on laisse s'écouler à la même vitesse que la solution régénérante. Enfin, on relie le tuyau 1 à une arrivée d'eau distillée, et on ouvre les vannes 1 et 8 et on laisse couler cette eau à un débit de 10 l/h pendant 30 minutes [15].

I.2.1.4_ Mélange des résines

Après la régénération des résines, on relie le tuyau 2 à une arrivée d'air comprimé pour réaliser le mélangeage des résines. On ouvre les vannes 5, 7 et 4 et l'envoi d'air comprimé dure 5 minutes.

Enfin, on referme toutes les vannes et l'appareil est alors à même de recommencer la production d'eau désionisée.

Cette opération sera utilisée dans le cas de déminéralisation à partir d'un lit de résines mélangé.

CHAPITRE II

DEMINERALISATION DE L'EAU POTABLE

II_ DEMINERALISATION DE L'EAU POTABLE

La production d'une eau très pure à partir de l'eau potable en utilisant le déminéralisateur modèle OSK 6518 type KK 100, SV 10 dépendra essentiellement des conditions de fonctionnement, de la composition ionique exacte de l'eau mais également des types d'échangeurs d'ions utilisés.

II.1_ Les échangeurs d'ions et leur caractéristiques

Dans le cas qui nous intéresse, le choix des résines a été dicté pour des raisons de disponibilité.

Nous avons utilisé des résines fortement fonctionnelles, dans un premier temps, les résines fournies par le fabricant déjà utilisées et dans un deuxième temps des résines neuves différentes.

Des essais au laboratoire ont permis de déterminer certains paramètres caractéristiques des résines tels la capacité d'échange, le gonflement, le volume interstitiel, la rétention d'humidité et la densité dans le cas des résines neuves.

Les résultats figurent dans le tableau N° 2.

Ces mêmes essais n'ont pu être réalisés dans le cas des premières résines. Les conditions d'essais sont présentés en annexe A.

La détermination de la capacité d'échange nous renseigne sur la qualité de l'eau obtenu. On remarque que la capacité d'échange de la duolite C 20 est relativement élevée alors que celle de l'AMBERLITE IRA 420 est relativement faible.

Tableau N°2: Valeur expérimentale des caractéristiques de la DUOLITE C 20 et l'AMBERLITE IRA 420

Résines	DUOLITE C 20	AMBERLITE IRA 420
Caractéristiques		
Capacité d'échange (eq./kg de résine sèche)	4,94	2,82
Volume de gonflement (en litre)	0,0018	0,0012
Volume interstitiel (en litre)	0,0025	0,0020
Retention d'humidité (%)	57,45	62,69
Densité (kg/l)	0,95	0,67

II.2. Différents paramètres de contrôle

Des essais préalables ont permis de déterminer la gamme de débits pour faire fonctionner le déminéralisateur OSK 6518 type KK 100, SV 10 et comprise entre 2,40 et 6,66 litre / heure.

L'étude que nous avons menée a consisté à envoyer de l'eau de robinet à débit constant est égal à 5 l/h dans le déminéralisateur, puis analyser certains paramètres physico-chimiques de l'eau après traitement. Il s'agit de la température, du pH, de la conductivité, de la dureté et de la concentration chlorures, des ions potassium et des ions sodium.

Ces paramètres seront comparés à ceux déterminés à partir de l'eau de robinet, soit avant traitement.

— Il est important de connaître la température de l'eau à traiter car elle joue un rôle dans la solubilité

des sels et des gaz et par conséquent affecte la valeur de la conductivité électrique.

_ Le pH d'une eau représente son acidité ou son alcalinité. Les eaux très calcaires ont un pH élevé tandis que les eaux pauvres en calcaire ont un pH voisin de 7 et quelques fois un peu inférieur. Le pH d'une eau potable se situe entre 6,5 et 8,5 [17].

_ A l'inverse de la résistivité électrique la mesure de conductivité permet d'évaluer la minéralisation globale de l'eau et d'en suivre l'évolution, comme on peut le constater à partir du tableau N° 3.

_ La dureté c'est un paramètre qui indique principalement la teneur des ions calcium et magnésium. Pour de fortes valeurs supérieures à 80 mg/l de CaCO_3 , la dureté peut causer des problèmes d'entartrage des canalisations.

_ L'élimination des ions sodium, potassium et chlorures permet d'avoir une eau pure utilisée pour l'alimentation des chaudières à haute pression et pour des opérations chimiques exigeant de l'eau très pure.

Tableau N°3: Corrélation entre la minéralisation totale et la conductivité à 20 °C

Conductivité (micron.s/cm)	Minéralisation totale (mg/l)
Conductivité < 50	1,365079 x conductivité
50 < conductivité < 166	0,947658 x conductivité
166 < conductivité < 333	0,769574 x conductivité
333 < conductivité < 833	0,715920 x conductivité
833 < conductivité < 10000	0,758544 x conductivité
Conductivité > 10000	0,850430 x conductivité

II.3_ Déminéralisation de l'eau à partir des résines DIAION

L'eau de robinet est appliquée au sommet du lit de résines de type DIAION comme indiqué dans le paragraphe I.

Ces résines sont disposées soit en lit superposé soit en lit mélangé. Dans le cas du lit de résines superposé, la résine cationique DIAION SK 1B se situe en dessous de la résine anionique SA 20 AP.

Les résultats d'analyse des paramètres de contrôle de l'eau traitée sont regroupés dans le tableau N° 5 et N° 6 tandis que ceux de l'eau avant traitement sont regroupés dans le tableau N° 4.

Tableau N°4: Caractéristiques de l'eau avant traitement par les résines de type DIAION.

Temperature (°C)	pH	Conductivité (micron.s/cm)	Dureté (mg/l CaCO ₃)	Na ⁺ (mg/l)	K ⁺ (mg/l)	Cl ⁻ (mg/l)
26,5	7,9	1120	372	19,60	8,77	149,1

Ces derniers résultats sont des valeurs moyennes qui ont porté sur plusieurs échantillons d'eau non traitée prélevés au cours de chaque essai.

Tableau N°5: Résultats d'essai de déminéralisation à partir d'un lit de résines superposé

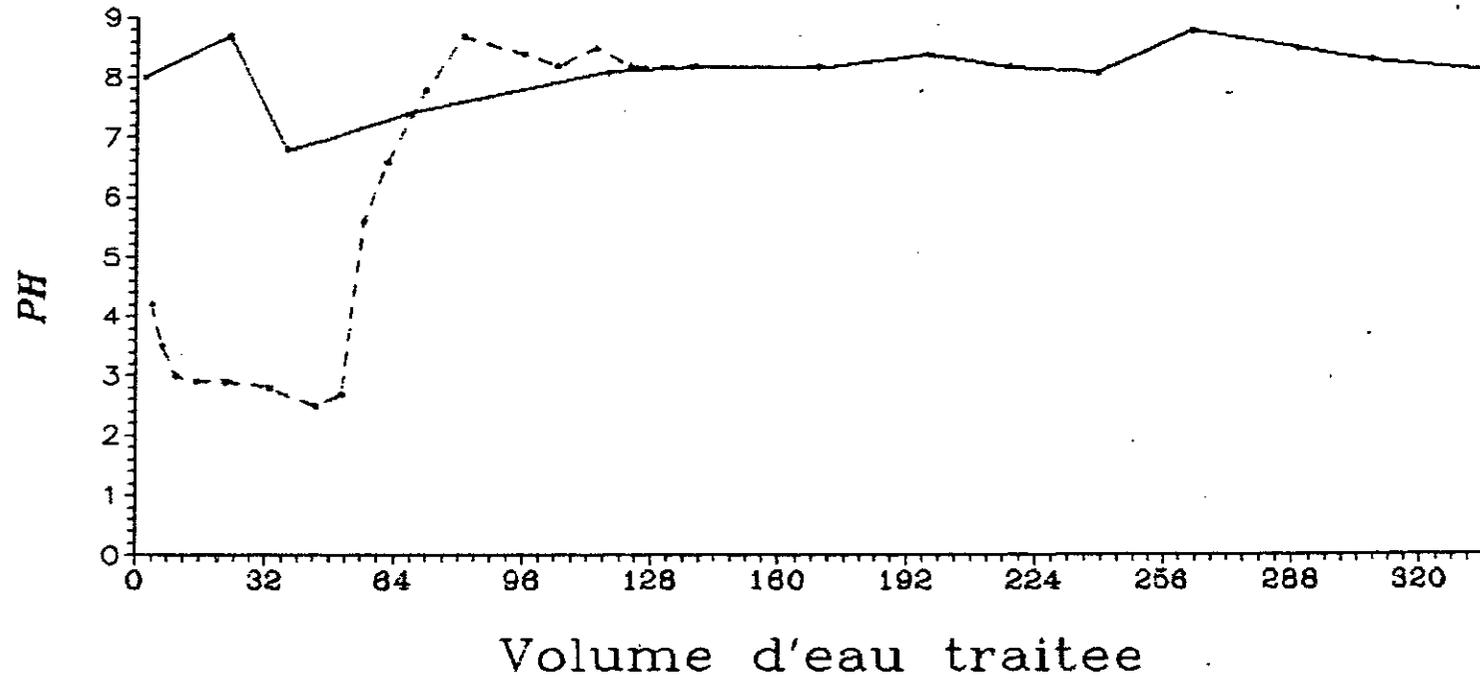
Volume d'eau Traitée (l)	PARAMETRES DE CONTROLES						
	Température (°C)	pH	Conductivité (micron.s/cm)	Dureté (mg/lCaCO ₃)	[Na ⁺] (mg/l)	[K ⁺] (mg/l)	[Cl ⁻] (mg/l)
4,00	26,5	4,2	24	00	0,14	0,63	39,05
6,64	27,0	3,5	126	00	0,15	0,63	39,05
10,06	27,5	3,0	420	00	0,19	0,68	49,70
15,08	28,0	2,9	440	00	0,19	0,72	53,50
21,79	26,5	2,9	460	00	0,28	0,72	53,50
33,03	26,5	2,8	540	00	0,32	0,77	53,50
44,79	26,5	2,5	2000	00	2,27	0,87	202,33
53,13	26,5	2,7	1400	00	3,44	0,93	209,45
56,76	26,5	5,6	900	00	40,56	4,50	213,00
62,38	26,5	6,6	880	00	37,37	4,60	213,00
72,03	27,0	7,8	980	08	31,25	5,10	195,25
81,30	27,5	8,7	1000	32	24,27	5,10	181,05
96,63	26,0	8,4	920	132	20,32	5,40	156,20
104,77	26,0	8,2	980	208	19,80	5,60	156,20
114,31	26,5	8,5	1080	280	19,74	6,03	149,10
123,03	27,0	8,2	1100	296	19,70	6,10	148,15
138,17	27,0	8,2	1100	326	19,65	6,28	146,20

Tableau N°6: Résultats d'essai de déminéralisation à partir d'un lit de résines mélangé

Volume d'eau Traitée (l)	PARAMETRES DE CONTROLES						
	Température (°C)	pH	Conductivité (micron.s/cm)	Dureté (mg/lCaCO ₃)	[Na ⁺] (mg/l)	[K ⁺] (mg/l)	[Cl ⁻] (mg/l)
2,00	27,5	8,0	0,52	00	0,31	0,82	07,10
22,80	28,0	8,7	0,60	00	0,32	0,84	07,10
37,40	28,0	6,8	0,64	00	0,32	0,88	07,10
67,20	28,0	7,4	0,86	00	0,38	0,92	07,10
117,50	28,0	8,1	6,20	00	23,26	0,95	10,65
139,40	27,0	8,2	240	00	23,16	5,11	53,25
170,14	27,0	8,2	920	00	22,56	5,28	177,50
198,11	27,5	8,4	920	02	22,35	5,89	152,65
218,19	27,5	8,2	940	20	21,75	6,11	131,35
239,70	28,0	8,1	980	120	20,80	6,33	142,00
264,00	27,0	8,8	1000	240	20,72	6,67	159,75
290,11	27,0	8,5	1040	320	20,80	7,11	163,30
308,45	27,0	8,3	1060	322	20,81	7,33	188,15
339,17	27,0	8,1	1100	350	19,88	8,17	198,80

FIGURE 3 Evolution du PH EN FONCTION
du volume d'eau traitee

--- Lit Superpose
— Lit Melange



67

FIGURE 4 Evolution de la conductivite en fonction du volume d'eau traitee

— Lit Superpose
- - - Lit Melange

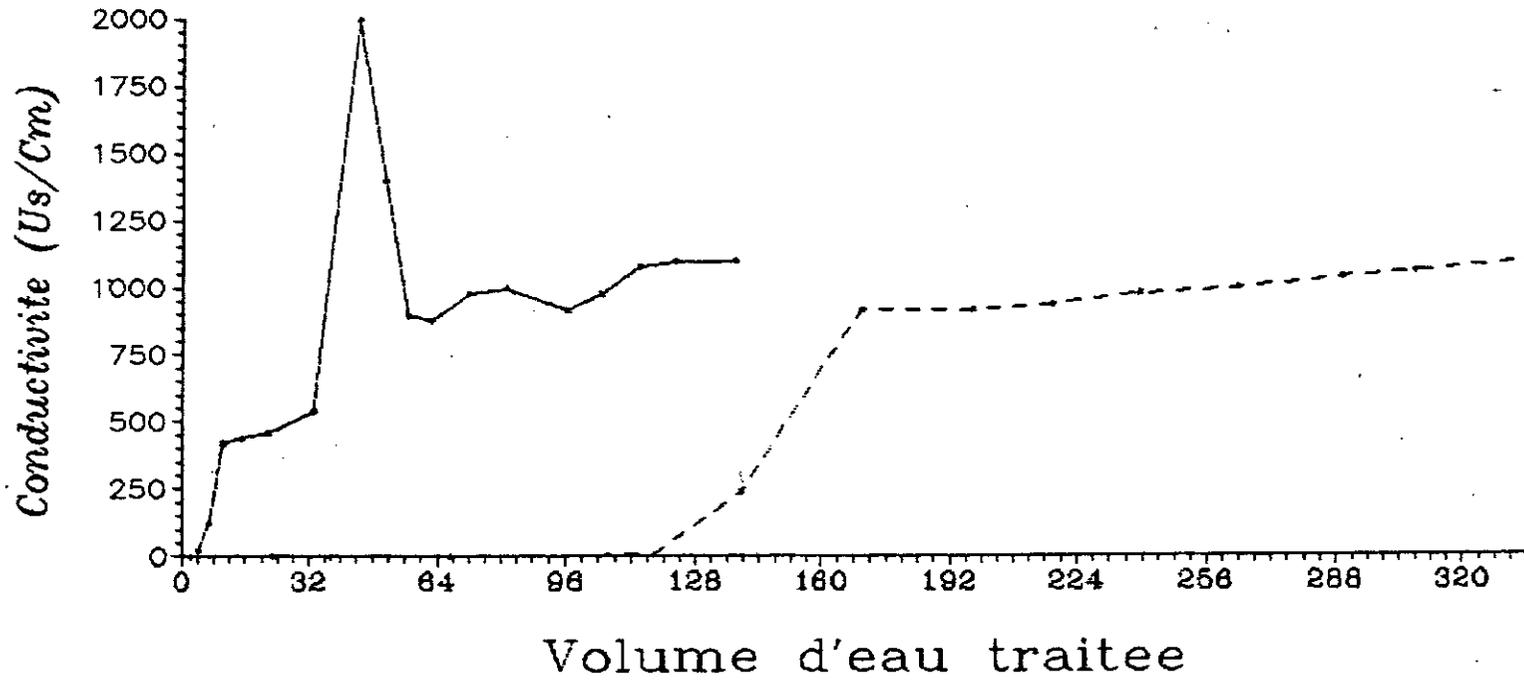
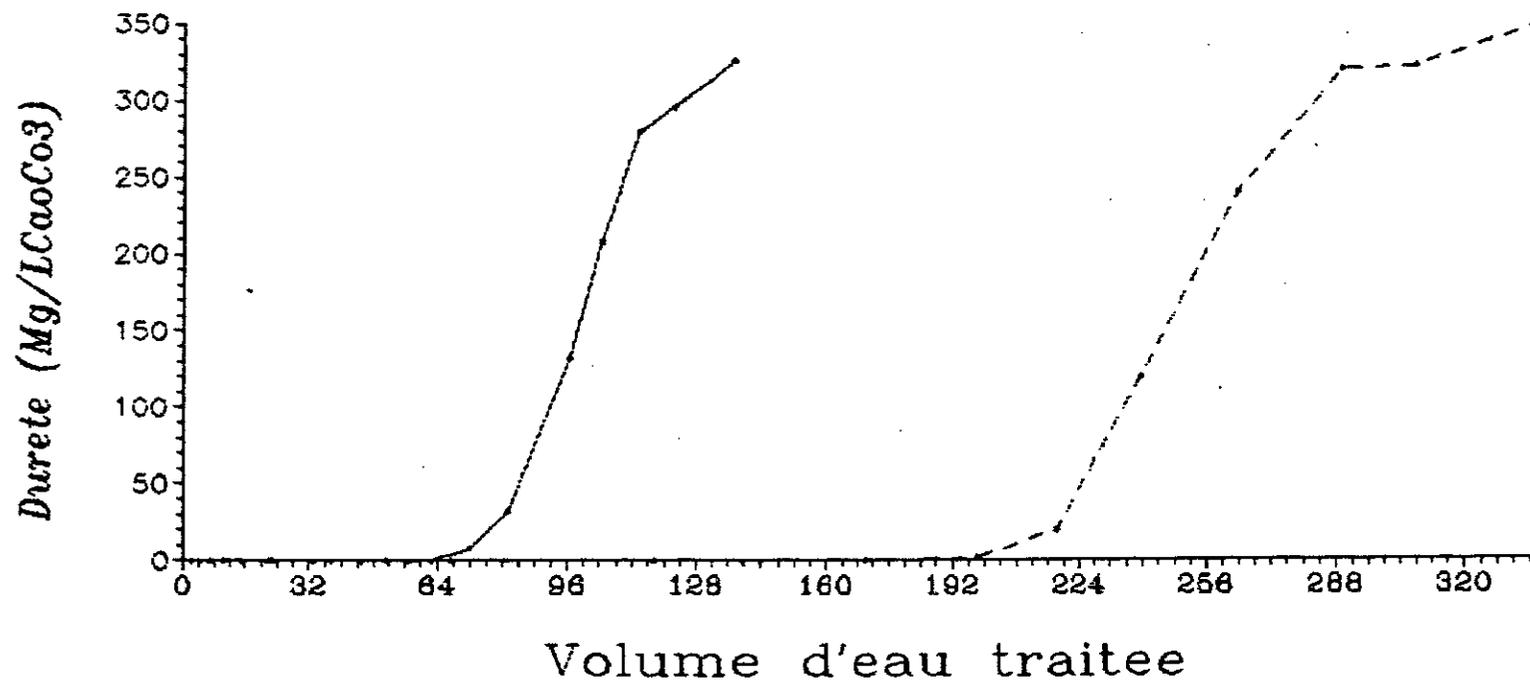


FIGURE 5 Evolution de la durete en fonction du volume d'eau traitee

— Lit superpose
- - - Lit melange



69

FIGURE 6 Evolution de la concentration du sodium en fonction du volume d'eau traitée

— Lit superpose
- - - Lit melange

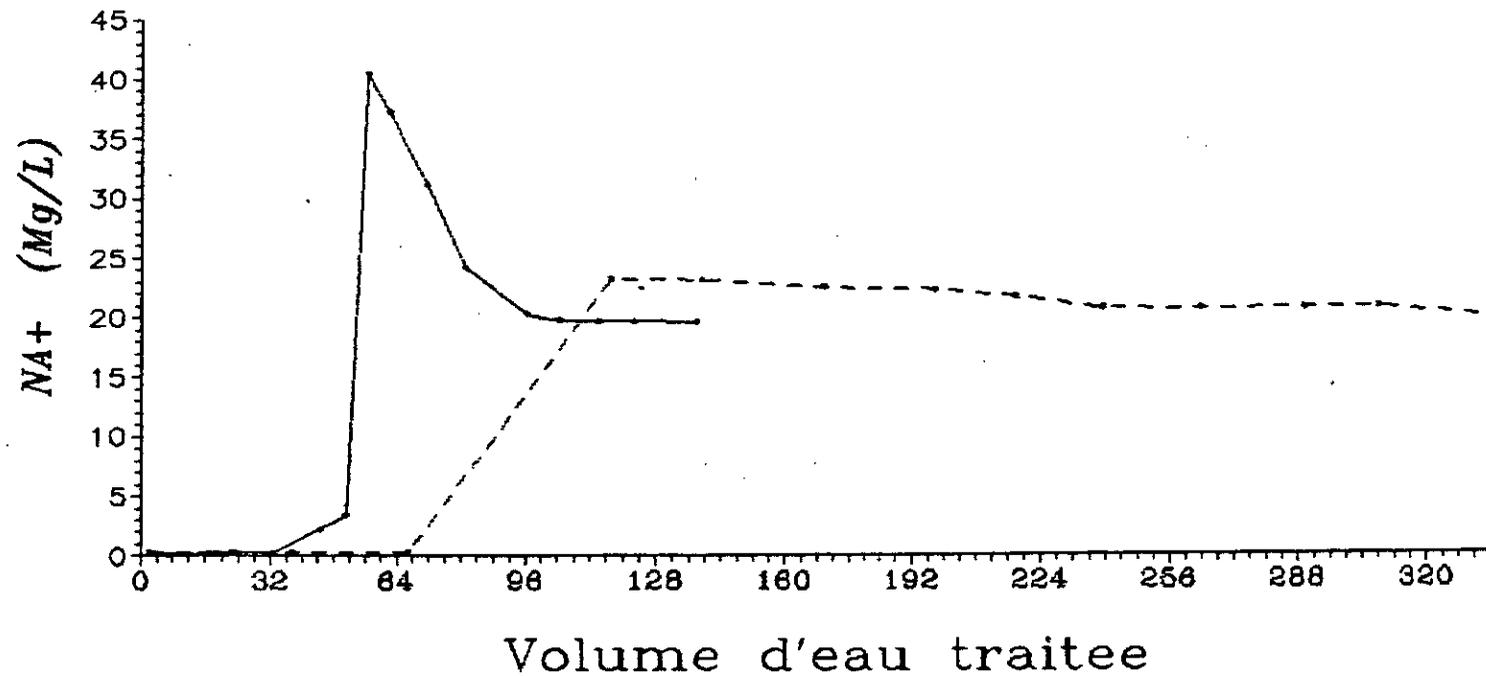
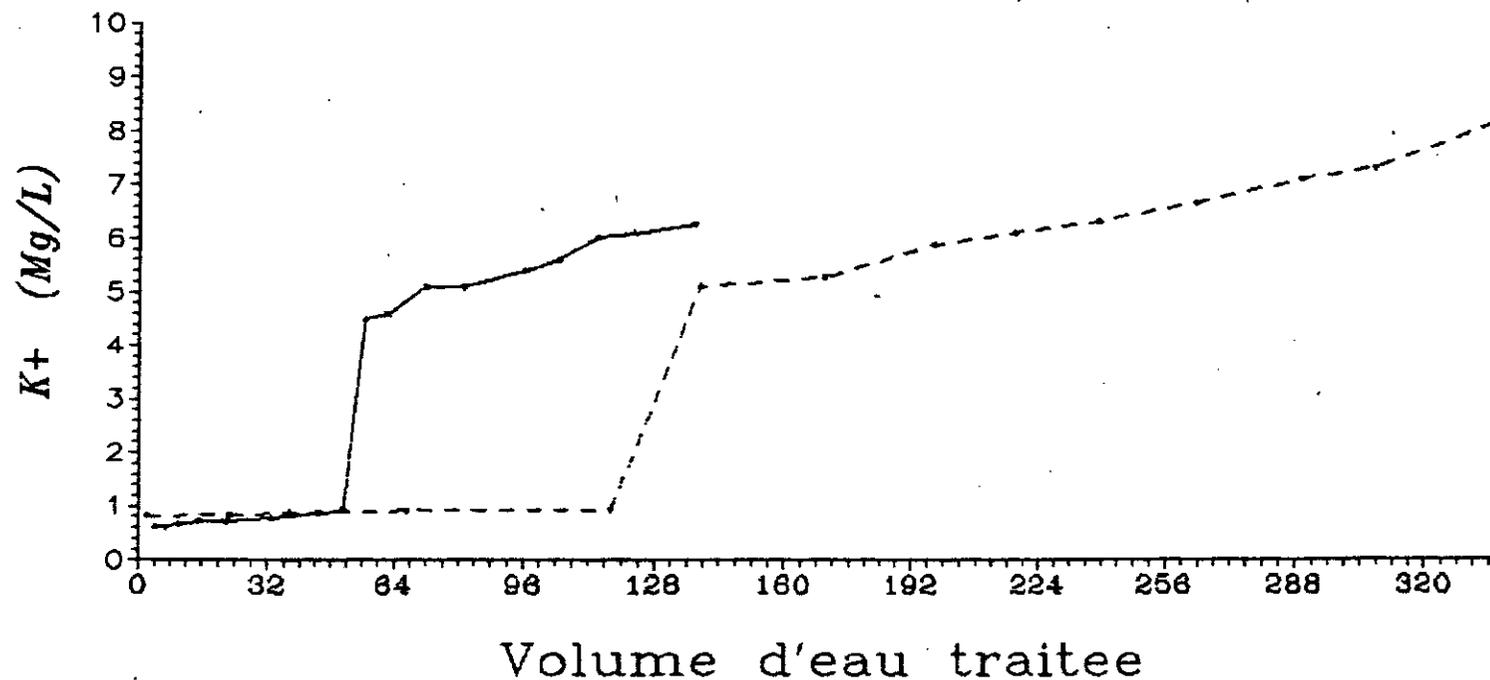


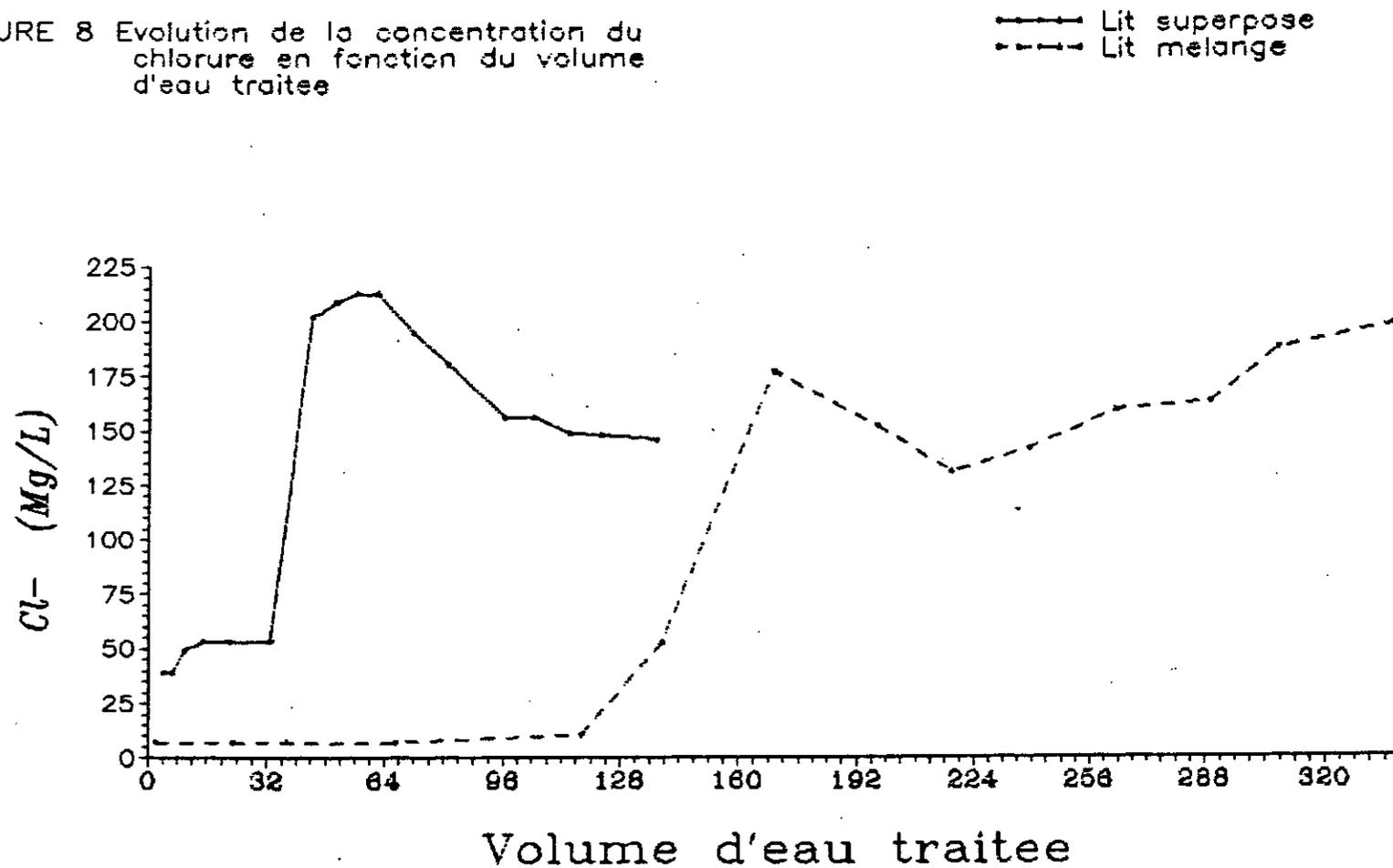
FIGURE 7 Evolution de la concentration du potassium en fonction du volume d'eau traitée

— Lit superpose
- - Lit melange



34

FIGURE 8 Evolution de la concentration du chlorure en fonction du volume d'eau traitée

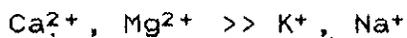


72

Les figures 3, 4, 5, 6, 7 et 8 permettent d'apprécier la réaction d'échange à partir des différents paramètres de mesure.

COMMENTAIRES

La température est pratiquement constante. Les faibles écarts sont dus aux variations climatiques horaires. Dans le cas du lit de résines superposé, on observe un meilleur échange des espèces cationiques comparé à celui des espèces anioniques. En effet, le relargage des ions hydrogène est nettement supérieur au relargage des ions hydroxyle comme l'indique les valeurs de pH et de conductivité. D'autre part la sélectivité de DIAION SK 1B pour les cations est la suivante:



Au fur et à mesure qu'elle se sature, elle relargue les ions potassium et les ions sodium pour retenir les ions calcium et les ions magnésium. Le lit de résine superposé se comporte avantage comme un adoucisseur que comme un déminéralisateur. Dans le cas du lit de résines mélangé, les réactions d'échanges vis-à-vis des espèces cationiques et des espèces anioniques sont sensiblement identiques.

Lorsque le volume d'eau traitée varie entre 0 à 120 l, la déminéralisation de l'eau est totale.

Enfin le lit de résines mélangé permet d'atteindre de meilleurs résultats tant sur le plan de la qualité que sur le plan de la quantité comparé au lit de résine superposé.

Il faut noter que certains paramètres de mesures dépassent les valeurs initiales de référence. Ceci est dû probablement à des variations dans la composition chimique de l'eau.

Ces dépassements, notamment dans le cas des ions chlorures et des ions sodium pourraient être le résultat d'un relargage de ces ions au profit d'autres ions de même signe lorsque la résine commence à se saturer.

II.4. Déminéralisation de l'eau à partir de résines neuves

Les résines neuves utilisées sont fortement fonctionnelles, il s'agit de la DUOLITE C 20, résine fortement cationique et de l'AMBERLITE IRA 420, résine fortement basique.

Ces résines sont disposées en lit mélangé. Au préalable, chaque type de résine est pris séparément pour être activé. La résine cationique subit un lavage à l'acide chlorhydrique 2,5 N tandis que la résine anionique est lavée par la soude 2,0 N pour être ensuite rincées à l'eau distillée. On répète cette opération trois fois de suite.

Les résultats d'analyse de l'eau de référence et de l'effluent du lit mélange sont regroupés respectivement dans les tableaux N° 7 et N° 8.

Tableau N°7: Caractéristiques de l'eau avant traitement par les résines neuves DUOLITE C 20 et AMBERLITE IRA 420.

Temperature (°C)	pH	Conductivité (micron.s/cm)	Dureté (mg/l CaCO ₃)	Cl ⁻ (mg/l)
23	7,8	1180	368	159,75

II.4.1. Déminéralisation de l'eau après régénération des résines

Lorsque les résines sont épuisées, celles-ci sont régénérées par des solutions concentrées des ions préalablement permutés comme indiqué au paragraphe I pour être utilisés de nouveau.

Les résultats d'analyse sont données dans le tableau N° 9.

Les figures 9, 10, 11 et 12 permettent d'apprécier la réaction d'échange à partir des différents paramètres de mesure.

Tableau N°8: Résultats d'essai de déminéralisation à partir d'un lit de résines neuves

Volume d'eau Traitée (l)	PARAMETRES DE CONTROLES				
	Température- (°C)	pH	Conductivité (micron.s/cm)	Dureté (mg/lCaCO ₃)	[Cl ⁻] (mg/l)
10	23,5	7,8	0,50	00	3,55
46,66	23,5	7,0	0,52	00	3,55
81,66	23,0	6,5	1,46	00	5,32
108,32	23,0	5,5	40	00	12,42
143,72	23,0	5,4	60	00	21,45
193,72	23,0	2,5	1260	00	147,32
218,72	23,0	4,3	1000	60	287,55
238,72	23,5	7,8	1160	84	281,87
253,72	23,5	8,5	1160	272	198,80
260,38	23,5	8,4	1180	312	177,50
267,04	23,5	7,9	1180	358	166,85

Tableau N°9: Résultats d'essai de déminéralisation à partir d'un lit de résines régénérées

Volume d'eau Traitée (l)	PARAMETRES DE CONTROLES				
	Température- (°C)	pH	Conductivité (micron.s/cm)	Dureté (mg/lCaCO ₃)	[Cl ⁻] (mg/l)
08,33	23,0	7,8	0,50	00	3,55
38,33	23,0	7,2	0,84	00	5,32
78,33	23,0	6,9	3,42	00	8,87
99,99	23,0	5,0	68	00	21,45
114,99	23,0	4,9	120	00	88,75
136,65	23,0	2,9	1200	00	159,75
156,65	23,5	5,2	1120	60	195,25
186,65	23,5	7,8	1140	124	230,75
208,31	23,5	8,0	1160	284	198,80
223,31	23,5	7,7	1160	328	163,30

FIGURE 9 Evolution du PH en fonction du volume d'eau traitée

— Resine neuve
- - - Resine regenee

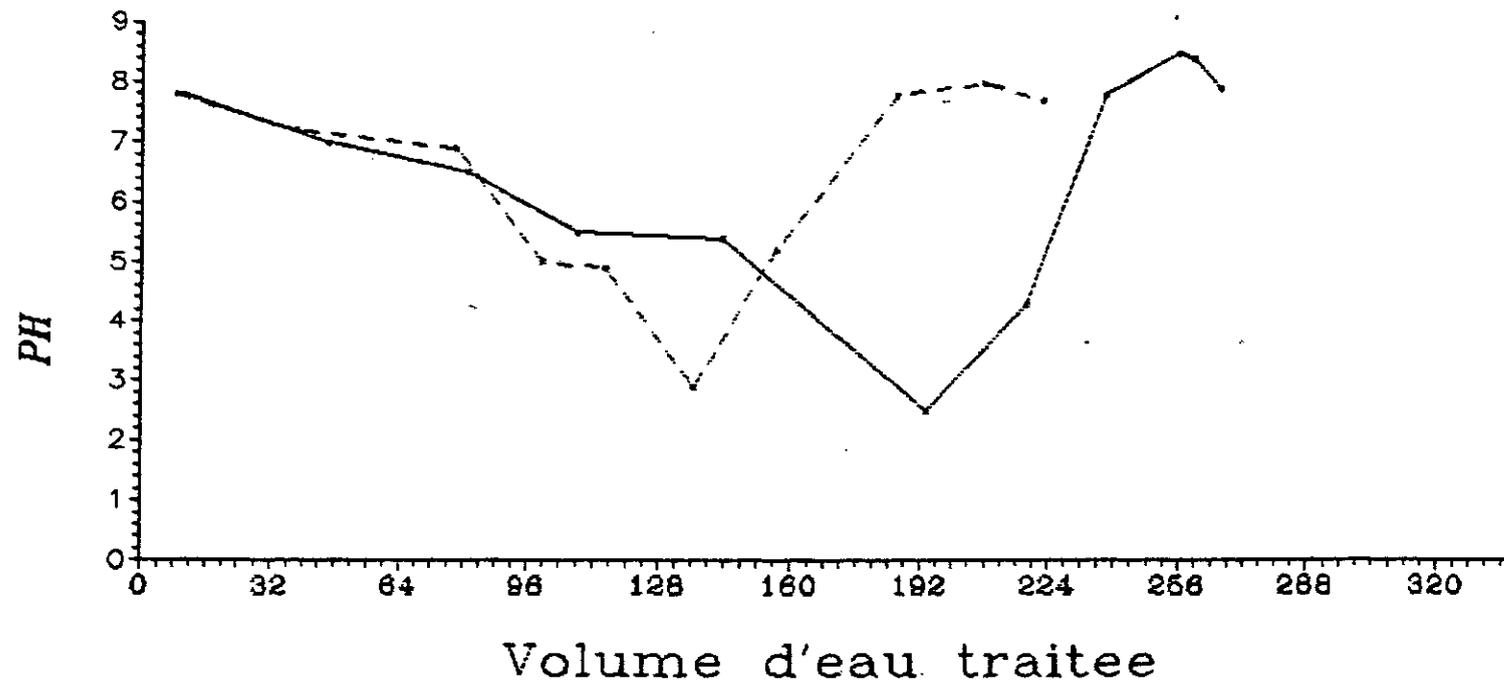


FIGURE 10 Evolution de la conductivite en fonction du volume d'eau traitee

— Resine neuve
- - - Resine regenee

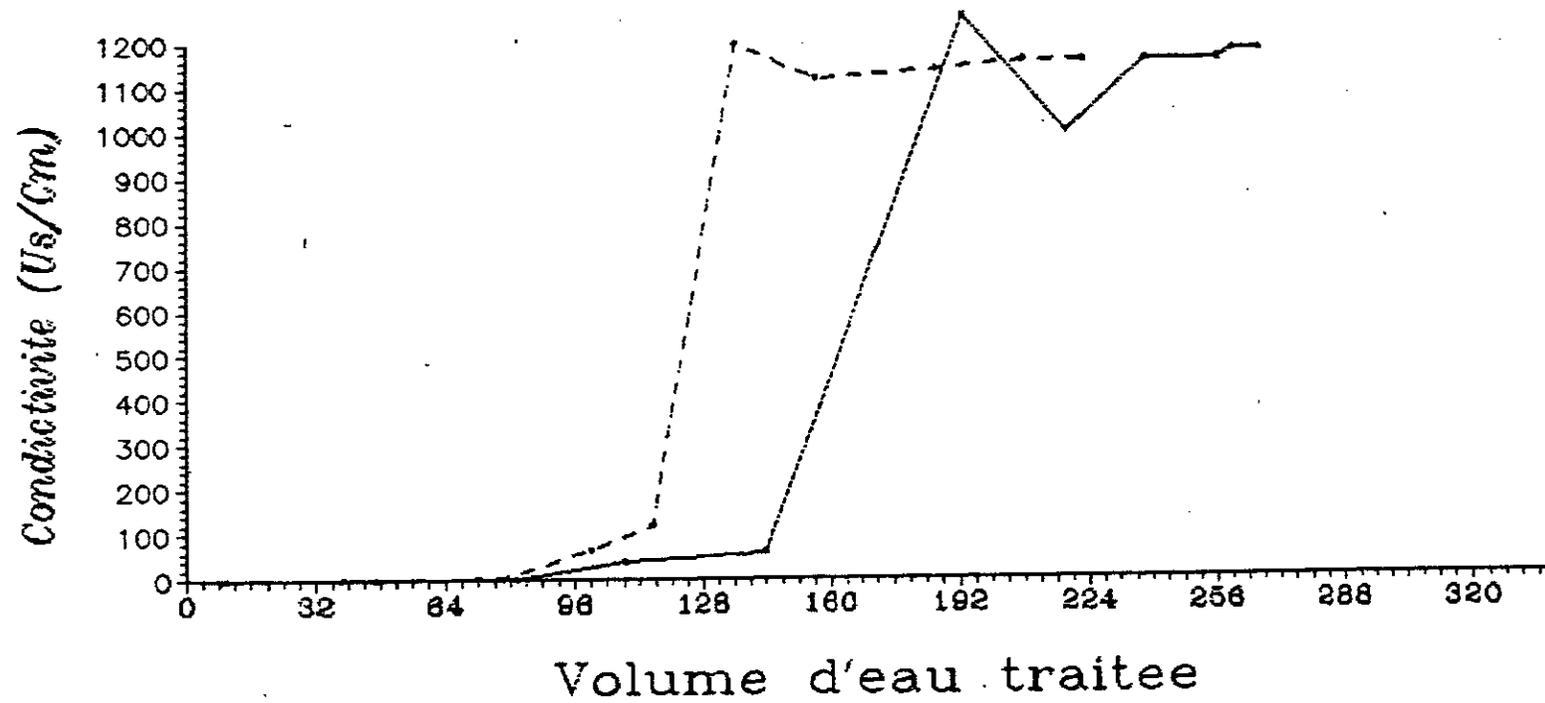


FIGURE 11 Evolution de la dureté en fonction du volume d'eau traitée

— Resine neuve
- - - Resine regenee

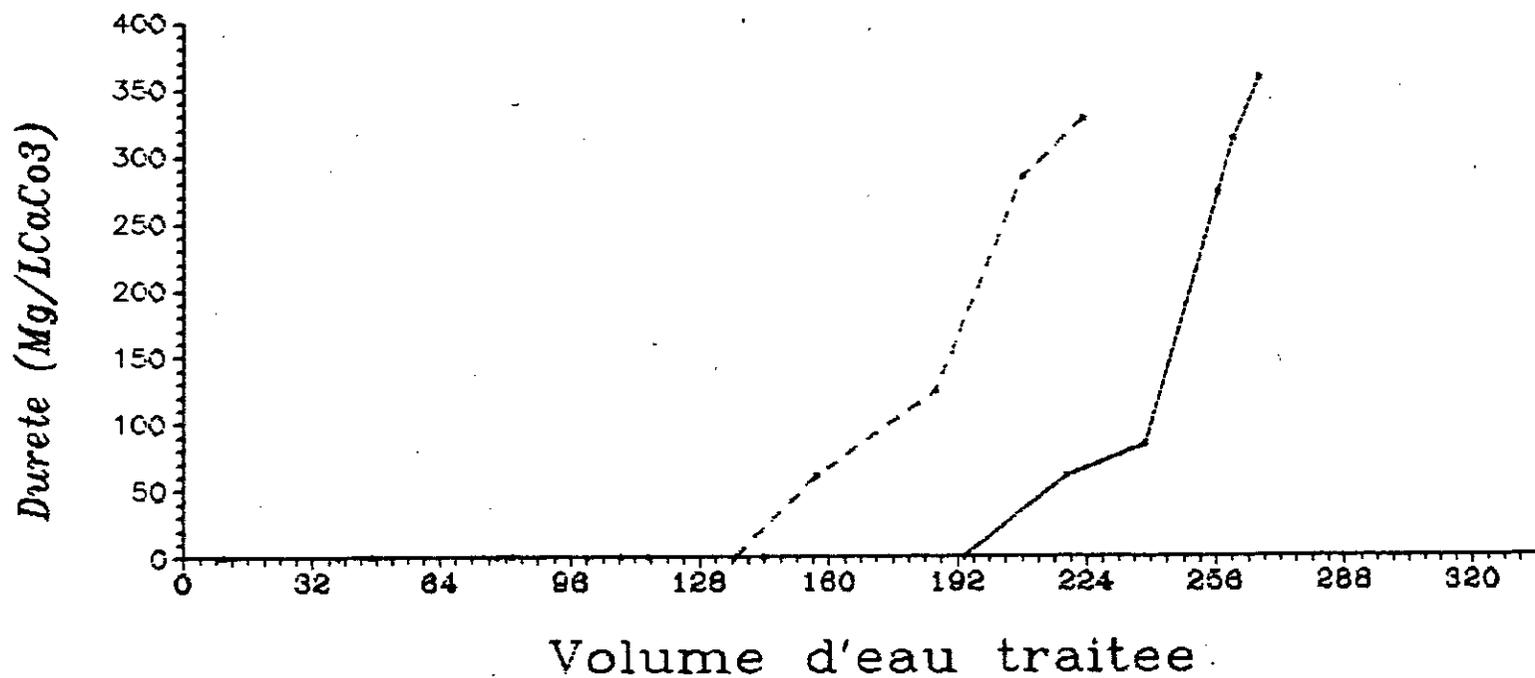
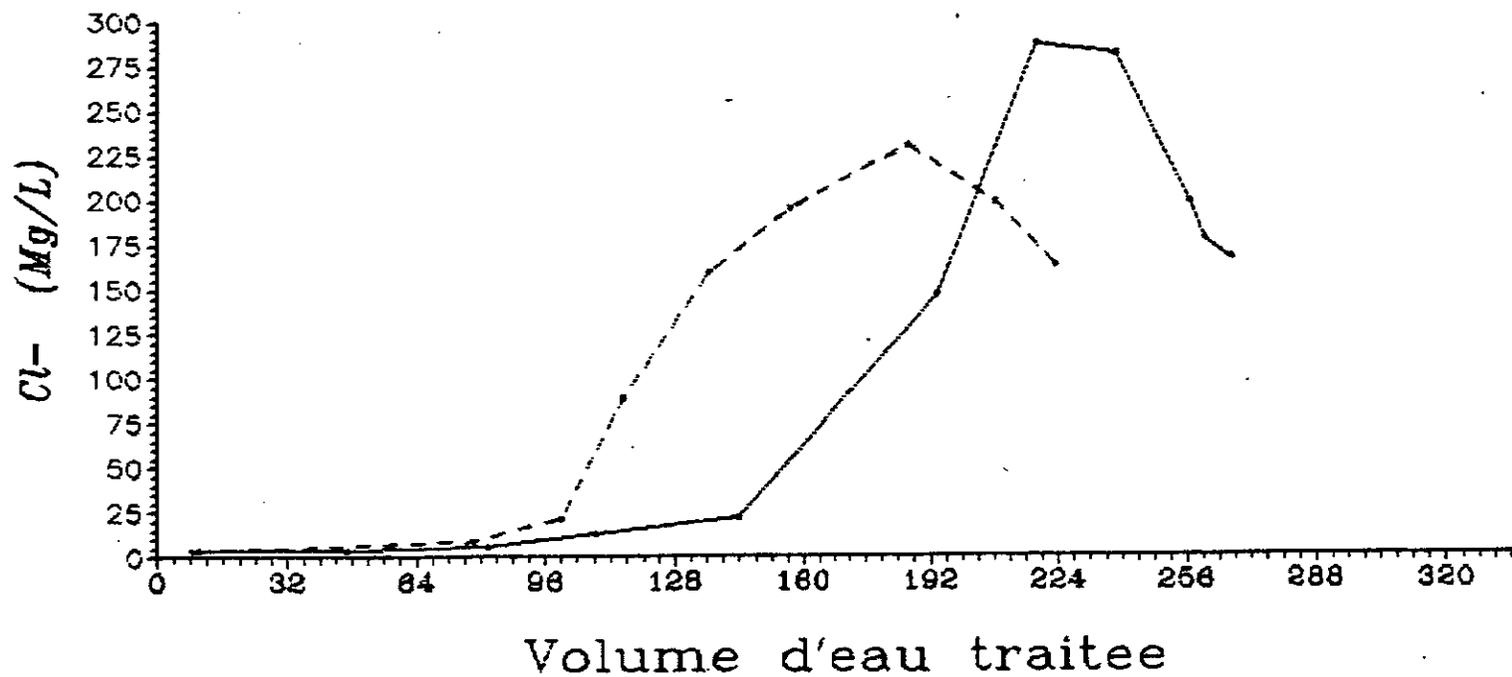


FIGURE 12 Evolution de la concentration du chlorure en fonction du volume d'eau traitée

— Resine neuve
- - - Resine regenee



80

COMMENTAIRES

La température durant tout l'essai est pratiquement constante à 0,5 °C près. On peut constater à la lecture des valeurs de pH, un plus grand taux d'échange des espèces cationiques comparé à celui des espèces anioniques. Les ions hydroxyles relargués par l'AMBERLITE IRA 420 restent insuffisants pour neutraliser les ions hydrogènes libérés par la DUOLITE C 20.

au delà d'un volume d'eau traitée de 200 litres, la résine cationique commence à se saturer rapidement alors que la résine anionique est complètement saturée. La concentration en ions chlorures est nettement supérieure à la valeur de référence, soit 159,75 mg/l. Ce dépassement pourrait être le résultat de la permutation des ions chlorures comme des ions de même signe dotés d'une affinité supérieure.

Les mêmes observations peuvent être retenues dans le cas du traitement de l'eau de robinet après régénération des résines. Le volume traité par contre reste dans ce cas nettement inférieur que dans le cas où les résines sont neuves. Ceci pourrait s'expliquer du fait que les résines fortement fonctionnelles ne sont jamais régénérées à 100 %.

La littérature indique qu'il est très rare que l'on fasse fonctionner de telles résines à plus de 50 % après régénération.

CONCLUSION

La déminéralisation de l'eau potable réalisée à partir d'un déminéralisateur modèle OSK 6518 type KK 100, SV 10 a permis d'aboutir aux remarques suivantes:

De façon générale, l'utilisation d'un lit de résines mélangé donne des meilleurs résultats tant sur la plan qualité que sur le plan quantité qu'un lit de résines superposé.

Les résines DIAION par exemple peuvent produire jusqu'à 67 litres d'eau déminéralisée (0,9 micron.s/cm) en lit mélangé alors qu'elles ne peuvent produire que quelques litres de qualité moindre en lit superposé.

Dans l'étude que nous avons entreprise, nous avons essayé de produire les conditions opératoires fixées par le fabricant. Nous citerons par exemple, le rapport de volume de résines cationique et anionique, les quantités et concentrations de régénération, les débits pour le lavage des résines,

Par ailleurs, les résines DIAION, bien que régénérées à maintes reprises restent plus performantes que des résines neuves (DUOLITE C 20 et AMBERLITE IRA 420) pour traiter l'eau de robinet.

L'utilisation des résines DUOLITES C 20 et AMBERLITE IRA 420 ont permis la production que 80 litres contre 120 litres pour les DIAION.

Ceci est préalablement dû au fait que nous ayons adopté les mêmes conditions de fonctionnement que celles prévues pour les résines DIAION. Or les caractéristiques des résines (capacité d'échange granulométrie, ...) ne peuvent être identiques.

Il faut noter que la régénération des résines fortement fonctionnelles utilisées dans le cas de cette étude n'est jamais totale et atteint à peine 50 %.

Enfin l'utilisation d'un déminéralisateur modèle OSK 6518 est basé sur un principe de fonctionnement relativement simple.

Il ne consomme pas d'énergie électrique et ne nécessite pas de forte pression d'eau comme c'est le cas des distillateurs utilisés dans nos laboratoires.

La production d'eau déminéralisée donc de meilleure qualité pour les différentes opérations (réactions chimiques, travaux pratiques, travaux de recherche) à partir de ce déminéralisateur s'avère nécessaire et serait beaucoup plus intéressante d'autant qu'on dispose de trois (03) appareils de même genre.

Il faut toute fois pour cela poursuivre cette étude en essayant de trouver les meilleures conditions de fonctionnement de ce déminéralisateur dans le cas d'utilisation d'autres résines disponibles sur le marché national.

ANNEXE A

METHODE DE DETERMINATION DES CARACTERISTIQUES DE LA RESINEA.1_ Capacité d'échange

La capacité d'échange est donnée par la relation suivante:

$$C = \frac{N \cdot V}{m}$$

Où: C: capacité d'échange en (eq/kg)
 V: volume du titrant en (litre)
 N: normalité de titrant en (eq/l)
 m: masse de la résine utilisée en (kg)

Et on procède comme suit:

Le procédé opératoire pour déterminer la capacité d'échange d'une résine est le suivant:

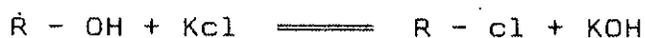
- _ Introduire 2 grammes de résines activée dans une burette.
- _ Appliquer au sommet de la burette une solution d'un sel d'acide fort tel une solution de KCl 1 M à raison de 2 ml/min.

La réaction d'échanges entre la résine et cette solution peuvent être décrit selon qu'il s'agissent d'une résine cationique ou d'une résine anionique.

_ Resine cationique

Les ions H⁺ se trouvent dans l'éluat sont dosés par une solution de soude 0,1 N en présence de phénolphtaline.

Resine anionique



Les ions OH^- présents dans l'éluat sont titrés par l'acide chlorhydrique 0,1 N en présence de phénolphthaline.

A.2_ Gonflement et volume interstitiel

Pour la détermination de ces deux caractéristiques on procède comme suit:

_ Verser 4 grammes de résines desséchées à poids constant à 35 °C [1], dans une éprouvette graduée à moitié pleine d'eau distillée et noter soigneusement le volume d'eau mis en oeuvre.

_ Après 24 heures décantez l'eau surnageante pour ramener le niveau de l'eau exactement au niveau de la résine dans l'éprouvette.

_ En déduisant le volume d'eau ainsi décantée de la totalité de l'eau mise en oeuvre, on obtient le volume interstitiel ajouté au volume de gonflement.

En essorant soigneusement la résine, on détermine le volume des entretices et par la déduction on évalue le gonflement.

A.3_ Densité apparente

On détermine la densité apparente en versant un poids connu de résine soit 4 grammes, dans une éprouvette graduée, on tape doucement avec le doigt sur les cotés de l'éprouvette, jusqu'à ce que le niveau ne change plus, et on lit alors le volume [1], le rapport entre le poids et le volume nous renseigne sur la densité apparente de l'échangeur.

A.4. Retention d'humidité

Soit une quantité connue de résine (m_i) qu'on place dans une étuve à 35 °C jusqu'à poids constant. On détermine alors le poids de la résine séchée (m_f). La retention de l'humidité est calculée à partir de la relation suivante.

$$h = \frac{m_i - m_f}{m_i}$$

ANNEXE B

PRINCIPES DES METHODES D'ANALYSESB.1_ Détermination de la dureté

La dureté correspond à la teneur globale en éléments dont les ions forment un complexe avec l'aide éthylène _ diamine _ tetracétique ou EDTA.

Le mode opératoire est le suivant:

- _ A 50 ml d'eau à analyser, ajouter 3 à 4 ml d'une solution tampon pH = 10 puis quelques gouttes d'indicateur de noir d'ériochrome T ou NET.
- _ Remplir une burette avec une solution d'EDTA 0,02 eq/l.
- _ Ajouter l'EDTA goutte à goutte jusqu'au virage du rouge violacé au bleu.
- _ Noter le volume de titrant V_1 .
- _ Reproduire la même expérience avec un échantillon à blanc, soit 50 ml d'eau distillée à laquelle on ajoute 3 à 4 ml de solution tampon pH =10 et quelques gouttes de NET. Noter alors le volume V_2 .

On calcul la dureté totale à partir de la relation:

$$D = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,02}{50} \times 1000$$

$$D = 0,4 (V_1 - V_2) \quad (\text{meq/l})$$

Les volumes V_1 et V_2 exprimé en ml.

1 meq/l correspond à 50 mg/l de CaCO_3 .

B.2 Dosage des chlorures par la méthode de Mohr [17]

Les chlorures sont dosés en milieu neutre par une solution titrée de nitrate d'argent en présence de chromate de potassium selon la réaction:



La fin de la réaction est indiquée par l'apparition de la teinte rouge orangée que donne le chromate d'argent. Le mode opératoire est le suivant:

A 100 ml d'eau à analyser ajouter 1 ml d'une solution de chromate de potassium à 10 %, puis titrer avec une solution de nitrate d'argent N/10, jusqu'au virage de la coloration jaune à une teinte jaune orangé.

Soit V le volume de nitrate d'argent ajouté. Le titre de chlorure en mg/l s'exprime alors par:

$$T = V \times 10 \times 3,55$$

ANNEXE C

ANNEXE C

REGENERATION DE LA RESINE

Après chaque essai de déminéralisation, on remarque après un certain temps de fonctionnement que la résine se sature c'est à dire que les ions H^+ de la résine cationique disparaissent ainsi que les ions OH^- de la résine anionique.

Ce qui nécessite une nouvelle fixation des ions H^+ et OH^- sur les résines et cette fixation se fait par le procédé dit régénération.

C.1_ Régénération des résines cationiques

Pour les deux cas de résines utilisées que ce soit la DIAION SK 1B ou la DUOLITE C 20, on a utilisé le même régénérant qui est l'acide chlorhydrique HCl 4N avec un volume de 480 ml [15].

C.2_ Régénération des résines anioniques

Les résines anioniques DIAION SA 20 AP et l'AMBERLITE IRA 420 ont été régénérées par la soude 1,04 N avec un volume de 1200 ml [15].

Le protocole de régénération est décrit dans le paragraphe I.5 chapitre I.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] : " L'échange d'ions et les échangeurs ".
G. V. Austerweil. 1955.
Paris.
- [2] : " Les résines échangeuses d'ions ".
L. SAVIDAN. 1965. DUNOD.
Paris.
- [3] : " L'échange d'ions ".
T.V. ARDEN et F. de DARGEL.
Techniques de l'ingénieur.
Paris.
- [4] : " Le traitement des eaux ".
R. Desjardin, 3^{eme} trimestre 1988. Ecole polytechnique de Montréal.
- [5] : " Equation des eaux résiduaires ".
R. WEINER. 1975. EYROLLES.
Paris.
- [6] : " Adoucissement par la résine échangeuse d'ions: DUOLITE C 20 ".
L. BENBAHMED. Thèse de projet de fin d'étude. Juin 1987. E.N.P. Algerie.
- [7] : " La déionisation haute performance par l'utilisation d'échangeurs à lits compactés ".
d'échangeurs à lits compactés ".
H. LUGAN, l'eau, l'industrie, les nuisances, N°130, page 50.
France.
- [8] : " Décarbonatation et dénitrification des eaux potables par échange d'ions ".
P. AMBRUS, l'eau, l'industrie, les nuisances, N°127, page 35.
France.

- [9] : " Memento technique de l'eau ". Begrémont. 1989. France.
- [10]: " Les résines artificielles " J. THONON.
- [11]: " Encyclopédies universalis " Page 81. Tome 9. 1980.
- [12]: " Chimie des eaux " M. TARDAT.
- [13]: " Traitement superficiel de verre par la méthode d'échange d'ions ". M. BRADA. Thèse de projet de fin d'étude. 1983.
- [14]: " Traitement des eaux destinées à l'alimentation des chaudières à vapeur, aux circuits de réfrigération et aux réseaux de distribution d'eau industrielles et potables ". L. GERMAIN, L. COLAS, J. ROUQUET. DUNOS.
- [15]: " Manuel d'instruction pour épurateur d'eau OSK 6518.
- [16]: " Analyse de l'eau _ eaux naturelles, résiduaire et eau de mer ". J. RODIER. DUNOD.
- [17]: " Station d'épuration ". R. THOMAZ EAU.
- [18]: " La désinfection de l'eau potable ". J.P.Muller, l'eau, l'industrie, les nuisances, N°128, page 74. France.
- [19]: " Procédés unitaires de traitement des eaux ". J. ARRAR, cours de 4^{eme} année Génie Environnement. E.N.P. Algérie.