

**UNIVERSITE KASDI-MERBAH, OUARGLA**  
**FACULTE DES SCIENCES APPLIQUES**  
**DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES**



**MEMOIRE DE FIN D'ETUDE POUR L'OBTENTION  
DU DIPLOME DE MASTER EN : GENIE DES PROCÉDES DE  
L'ENVIRONNEMENT**

**Domaine :** Science et Technologie

**Filière :** Science et Génie de L'environnement

**Spécialité :** Génie des Procédé de l'Environnement

***Thème***

**Elimination des composés azotés par  
adsorption sur une argile locale  
(Blidet Omar)**

Présenté par :  
**KENZA KADDAM**

Le : 06/07/2019

**Devant le jury :**

LADJAL Signi	Prof	Présidente	Université K.M. Ouargla
GOUDJIL Mohammad Bilal	MAA	Examinatrice	Université K.M. Ouargla
BEBBA Ahmed Abdelhafid	Prof	Encadreur	Université K.M. Ouargla
SERRAOUI Mabrouk	MAA	Co-Encadreur	Université K.M. Ouargla

**Année universitaire 2018/2019**

## Remerciements

*Je remercié Dieu tout puissant de m'avoir donné la volonté d'arriver à accomplir ce modeste travail.*

*Mes premiers remerciements vont à mon encadrant de mémoire, le Pr. BEBBA Ahmed Abdelhafid. Je le remercie pour tous les efforts qu'il a déployés dans la supervision du déroulement des manipulations, de sa contribution substantielle dans l'analyse et l'interprétation des résultats, des corrections du manuscrit, des encouragements et des conseils qu'il n'a cessés de me prodiguer.*

*Je remercie toutes les personnes qui ont accepté de juger ce travail, en faisant partie du jury, Pr. LADJAL Signi pour avoir accepté de présider ce jury, Je remercie de même Mr. GOUDJIL Mohammad Bilal pour avoir accepté de juger ce travail.*

*Mes remerciements vont également à toute personne ayant aidées à la réalisation de cette étude, mes pensées vont notamment, à monsieur Dr. SERRAOUI Mabrouk, à Monsieur Pr. MESSIAITFA Amar, Directeur du Laboratoire Génie de l'Eau et de l'Environnement en Milieu Saharien (LGEEMS) au Pr. KRIKER Abdelouahed, au Dr. TABCHOUCH Ahmed, Chef de Département et à Monsieur DJAMAL Ghilani ; responsable du laboratoire. Je les remercie pour leurs efforts pour fournir les matériaux utilisés lors de la réalisation de ce travail.*

*Je remercie le Directeur de CRSTRA-Station des milieux Biophysique-Touggourt-Algérie, qui a autorisé la pratique de l'application au niveau du laboratoire des eaux et des sols de la station. Je remercie les travailleurs du centre en général, et je remercie en particulier KHELLOU Meïada, Attachée de Recherche, cette étude est devenue possible grâce à ses efforts pour assurer le succès de ce travail. Je tiens à lui exprimer mes remerciements et ma profonde gratitude.*

*Je remercie tous pour les facilités mises à ma disposition afin que je puisse mener à bien ce travail.*

## Sommaire

Remerciements .....	I
Sommaire .....	II
List des tableaux .....	V
Liste des figures .....	VI
Liste des images .....	VII
Liste des abréviations .....	VIII
Introduction générale.....	1
I.1. Introduction :.....	2
I.2. Nature :.....	2
I.3. L'origine : .....	2
I.3.1. Métabolisme humain (Urines et matières fécales) :.....	2
I.3.2. Réduction des nitrates :.....	3
I.4. Caractérisation : .....	3
I.4.1. Dosage de l'azote Kjeldahl :.....	4
I.4.2. Dosage de l'azote ammoniacal :.....	4
I.4.3. Dosage des nitrates .....	5
I.4.4. Dosage des nitrites .....	5
I.4.5. Dosage de l'azote total.....	5
I.5. Impact de la pollution azotée : .....	5
I.5.1. Toxicité : .....	5
I.5.2. Eutrophisation :.....	6
I.5.3. Apparition de goût désagréable :.....	6
I.5.4. Corrosion des conduites :.....	6
I.5.5. Augmentation de la consommation en chlore lors de la désinfection : .....	6
I.6. Les normes : .....	6
I.7. L'élimination de la pollution azotée : .....	7
I.7.1. L'ammonification :.....	7
I.7.2. La nitrification :.....	8
I.7.3. Dénitrification :.....	8
II.1. les minéraux argileux.....	10
II.1.1. Introduction :.....	10
II.1.2. Définition :.....	10

II.1.3. Constitution chimique : .....	10
II.1.4. Les structures cristallines fondamentales des minéraux argileux : .....	10
II.1.5. Les principaux types de minéraux argileux : .....	11
II.1.6. Classification des argiles : .....	12
II.1.7. Propriétés des minéraux argileux : .....	17
II.1.8. Caractérisation : .....	18
II.1.9. Utilisation : .....	20
Partie 2 : Généralité sur le phénomène d'adsorption. ....	21
II.2.1. Introduction : .....	21
II.2.2. Définition : .....	21
II.2.3. Principe général : .....	21
II.2.4. Caractéristiques : .....	22
II.2.5. Types d'adsorption : .....	22
II.2.6. Mécanisme d'adsorption : .....	24
II.2.7. Principaux Adsorbants : .....	25
II.2.8. Cinétique d'adsorption : .....	26
II.2.9. Équilibre d'adsorption : .....	27
II.2.10. Équations de l'adsorption : .....	28
II.2.11. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption : .....	29
II.2.12. Applications : .....	29
III.1. L'échantillonnage et l'analyse d'argile : .....	30
III.1.1. Lieu de prélèvement : .....	30
III.1.2. Détermination du Type argile : .....	31
III.1.3. Etape de séparation de l'argile au les autres matières : .....	33
III.1.4. Purification de l'argile : .....	34
III.2. Prélèvements et analyse de l'eau : .....	34
III.2.1. Présentation de STEP de Touggourt : .....	35
III.2.2. Présentation de la station de CRSTRA : .....	36
III.3. Prélèvement et échantillonnage de l'eau à analyser : .....	37
III.3.1. Analyse de l'eau : .....	37
III.3.2. La préparation de l'échantillon avant le traitement : .....	37
III.4. Le traitement d'échantillon par l'argile : .....	39
III.4.1. Etude de l'influence du pH : .....	39
III.4.2. Etude de l'influence de la vitesse d'agitation : .....	41

III.4.3. Etude de l'influence du temps de contact : .....	41
III.4.4. Etude de l'influence de la masse d'adsorbant : .....	41
III.5. La mesure des concentrations : .....	41
III.5.1. La concentration de NTK : .....	41
III.5.2. La concentration de $\text{NO}_3^-$ : .....	44
III.5.3. La concentration de $\text{NO}_2^-$ : .....	47
III.5.4. La concentration de $\text{NH}_4^+$ : .....	49
IV.1. Détermination de la texture du sol : .....	53
IV.1.1. Le résultat du DRX de l'échantillon d'argile : .....	53
IV.1.2. Les résultats de l'analyse de méthodes spectrales d'échantillons d'argile:.....	54
IV.2. L'élimination des composés azotés par l'argile : .....	55
IV.2.1. Effet du pH : .....	55
IV.2.2. Effet de la vitesse d'agitation : .....	57
IV.2.3. Effet de la masse d'adsorbant : .....	58
IV.2.4. L'effet du Temps de contact : .....	59
Conclusion Générale .....	61
Bibliographie .....	63
Annexe .....	63

## List des tableaux

Tableau 1 : Propriétés physico-chimiques de kaolinite .....	14
Tableau 2 : Propriétés physico-chimiques de la montmorillonite .....	15
Tableau 3 : Propriétés physico-chimiques de l'illite .....	16
Tableau 4 : Différences principales entre les deux types d'adsorption .....	24
Tableau 5 : les valeurs de pH de chaque échantillon .....	40
Tableau 6 : Vitesse d'agitation de chaque échantillon .....	41
Tableau 7 : Temps de contact de chaque échantillon .....	41
Tableau 8 :Masse d'adsorbant pour chaque échantillon .....	41
Tableau 9 : Analyser les résultats du diagramme de DRX de l'échantillon d'argile .....	53
Tableau 10:Analyse des résultats de la spectroscopie IR pour l'échantillon d'argile .....	55
Tableau 11 : Résultats du traitement en fonction pH .....	56
Tableau 12 : Résultats du traitement en fonction de la vitesse d'agitation .....	57
Tableau 13 : Résultats du traitement en fonction de la masse de l'adsorbant .....	58
Tableau 14: Résultats du traitement en fonction du temps de contact .....	59

## Liste des figures

Figure 1 : processus de décomposition lors de l'élimination de l'azote .....	9
Figure 2 : les structures fondamentales des couches tétraédrique & octaédrique .....	11
Figure 3:Assemblage d'une couche octaédrique et d'une couche tétraédrique pour une argile TO (1:1).....	12
Figure 4 : les couches de kaolinite .....	13
Figure 5: Représentation dans l'espace d'un feuillet TOT de phyllosilicate 2:1 .....	14
Figure 6 : la structure de montmorillonite.....	15
Figure 7 : la structure de l'illite .....	16
Figure 8 : Représentation schématique de la structure d'une argile de type TOTO .....	16
Figure 9: termes de base pour l'adsorption .....	22
Figure 10: schéma de l'adsorption physique (physisorption) .....	23
Figure 11 : schéma présenté le mécanisme d'adsorption .....	25
Figure 12:Différents types de courbes isothermes d'adsorption .....	27
Figure 13:type de DRX d'argile.....	53
Figure 14:Spectre infrarouge pour l'échantillon d'argile .....	54
Figure 15 :Traitement en fonction du pH.....	56
Figure 16 : Traitement en fonction de la vitesse d'agitation .....	57
Figure 17:Traitement en fonction de la masse de l'd'adsorbant.....	58
Figure 18 : Traitement en fonction du temps de contact.....	59

## Liste des images

Image 1 : photographie de particules de kaolinite.....	13
Image 2 : Image satellite de la ville de Touggourt.....	30
Image 3 : Image satellite du lieu d'échantillonnage .....	30
Image 4 : Pipette Robinson .....	32
Image 5: Tamisage par tamis 50 et 40 $\mu\text{m}$ .....	33
Image 6 : Tamisage par un tamis de 2 $\mu\text{m}$ .....	33
Image 7: L'échantillon après séchage.....	34
Image 8 : La forme finale de l'échantillon d'argile.....	34
Image 9 : Image satellite de la STEP de Touggourt.....	35
Image 10 : Image satellite de CRSTRA .....	36
Image 11 : L'échantillonnage.....	37
Image 12 : Elimination manuelle des impuretés .....	38
Image 13 : Infiltration à l'aide d'une pompe à vide.....	38
Image 14 : Ajustement des valeurs de pH par NaOH etHCl aux valeurs requises .....	40
Image 15 : le montage de traitement .....	40
Image 16: Préparation du mélange pour la minéralisation.....	43
Image 17: Unité de minéralisation avec système de récupération des fumées .....	43
Image 18 : Unité d'entraînement à la vapeur (distillateur) .....	44
Image 19 : Montage de titrage.....	44
Image 20: Versement de l'échantillon dans lacapsule.....	46
Image 21 :Séchage et refroidissement.....	46
Image 22 :Ajout de d'acide sulfurique, l'eau distillée et la solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium .....	47
Image 23 : le lecteur des résultats par le spectromètre.....	47
Image 24 : le versement d'échantillon dans le Bouteille de verre .....	48
Image 25 : Ajout de réactif de Zambelli et l'ammoniaque .....	49
Image 26: le lavage des Bouteilles avec de Hcl 0.1 N puis par l'eau distillée.....	50
Image 27 : Méthode appliquée .....	51

## Liste des abréviations

**C/N/P:** Carbone/Azote/Phosphore

**CEC :** Capacité d'échange cationique

**CFA :** Analyse en Flux Continu

**CRSTRA :** Centre de recherche scientifique et technique sur les régions arides

**DBO<sub>5</sub> :** Demande biologique en Oxygène pendant 5 jours

**DCO :** Demande chimique en Oxygène

**DRX :** La diffraction des rayons X

**ERU:** Eau Résiduaire Urbaine

**EUB :** Eau Usée Brute

**EUT :** Eau Usée Traitée

**FTIR :** Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

**IR:** Infra-rouge

**ISO:** International Organization for Standardization

**LGEEMS:** Laboratoire Génie de l'Eau et de l'Environnement en Milieu Saharien

**M<sub>ad</sub>:** Masse d'adsorbant

**MEB :** La microscopie électronique à balayage

**MES :** Matière En Suspension

**NF:** Norme Française

**NGL:** l'azote global

**NH<sub>4</sub><sup>+</sup>:** l'azote ammoniacal

**NH<sub>3</sub>:** ammoniac

**N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup> :** Nitrite

**N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup> :** Nitrate

**N<sub>org</sub> :** Azote Organique

**NT :** l'azote Total

**NTK:** l'azote Kjeldahl

**O.N.A** : Office Nationale d'Assainissement

**pH**: potentiel d'Hydrogène

**PT**: Phosphore Total

**STEP** : station d'épuration

**T c** : Temps de Contact

**T-O** : couche tétraédrique et couche octaédrique

**V ag** : Vitesse d'agitation

# **Introduction générale**

### Introduction générale

Les stations d'épuration classiques, ne sont pas équipées de traitement tertiaire c'est pourquoi même après leur traitement dans ces stations les eaux épurées contiennent à leur sortie des quantités importantes de nutriment (composés azotés et phosphorés).

Les dispositions réglementaires relatives aux normes de rejets d'eaux usées dans le milieu récepteur imposent l'élimination préalable de la pollution azotée, pour éviter l'eutrophisation des milieux aquatiques et autres inconvénients rencontrés lors de la potabilisation des eaux naturelles chargées en azote<sup>[1]</sup>.

L'eutrophisation est très néfaste la faune aquatique car elle a pour effet entre autre d'augmenter la biomasse algale et d'appauvrir le milieu récepteur en oxygène.

Beaucoup de travaux ont portés sur l'élimination des composés azotés par utilisation des argiles<sup>[6]</sup>, c'est dans ce cadre que s'inscrit ce travail

L'objectif de notre travail est de tester une argile locale dans l'élimination des composés azotés et de définir les meilleures conditions pour obtenir des bons rendements d'élimination de ces composés.

Notre travail a été réalisé dans le laboratoire de Génie de l'Eau et de l'Environnement en Milieu Saharien (LGEEMS) et dans le laboratoire du Centre de recherche scientifique et technique sur les régions arides (CRSTRA).

Notre manuscrit est divisée en deux parties, la première partie est consacrée aux aspects théoriques, les généralités sur les composés azotés et leur élimination sont présentés dans le premier chapitre tandis que les généralités sur les argiles et le phénomène d'adsorption sont présentés dans le second chapitre.

La partie expérimentale est scindée en deux chapitres : matériels et méthodes, résultats et discussions.

Le manuscrit est terminé par une conclusion générale et des recommandations.

# *Chapitre I :*

## **La pollution azotée et son élimination**

## **I.1. Introduction :**

L'azote est impliqué dans de nombreux problèmes environnementaux. Les composés azotés, qui parviennent dans l'atmosphère et dans les eaux du fait d'activités humaines et sont transportés sur des distances plus ou moins grandes, contribuent à l'acidification et à l'eutrophisation des sols, des nappes phréatiques, des eaux de surface et même des mers. Cet apport en substances azotées affecte les fonctions, la vitalité, la diversité biologique ainsi que la qualité d'un grand nombre d'écosystèmes fragiles<sup>[7]</sup>.

## **I.2. Nature :**

Les polluants azotés sont des matières organiques et minérales contenant des atomes d'azote. Dans les eaux usées urbaines et les eaux usées industrielles l'azote est essentiellement présent **sous forme organique (Norg) et ammoniacale (N-NH<sub>4</sub><sup>+</sup>)**<sup>[8]</sup>.

- L'azote organique, comprend les composés du métabolisme protéique comme l'urée, l'acide urique, la créatine, la créatinine, ainsi que des acides aminés, peptides et protéines en faible quantité.
- Des quantités moins importantes d'azote nitreux (N-NO<sub>2</sub><sup>-</sup>) et d'azote nitrique (N-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>) peuvent aussi être présentes.

L'ensemble des formes azotées constituent l'azote global NGL ou total (NT).

## **I.3. L'origine :**

Deux sources principales peuvent être à l'origine des composés azotés dans les eaux usées :

### **I.3.1. Métabolisme humain (Urines et matières fécales) :**

La pollution azotée provient essentiellement des eaux vannes, sous forme organique dans une proportion de 85 %, pour l'urine et 15 % pour les matières fécales.

On admet couramment que la production d'un habitant représente 13 à 15 g d'azote (N) par jour, dont 1/3 sous forme NH<sub>4</sub><sup>+</sup>, 2/3 sous forme Norg et qui sont éliminées essentiellement par les urines (1/10 seulement au niveau des selles).

Lors du cheminement des eaux usées urbaines dans le réseau, milieu très réducteur la matière organique azotée est hydrolysée et transformée en azote ammoniacal par un processus d'ammonification.

Aussi à l'arrivée dans la station d'épuration, le rapport entre les différentes formes est modifié avec environ  $\frac{3}{4}$  sous forme de  $\text{NH}_4^+$  et  $\frac{1}{4}$  sous forme organique, avec des variations selon la longueur du réseau<sup>[9]</sup>.

Par ailleurs, les eaux de cuisine véhiculent des protéines comportant des acides aminés, et certains agents de surface (assouplissant,...) qui incluent dans leurs molécules des radicaux azotés<sup>[1]\*</sup>.

### **I.3.2. Réduction des nitrates :**

Des eaux profondes peuvent se charger en ammoniacque par réduction du nitrate sous l'action des bactéries autotrophes ou par les ions ferreux.

Les formes oxydées de l'azote ( $\text{NO}_3^-$  et  $\text{NO}_2^-$ ) pourront apparaître au cours du traitement biologique aérobie, au niveau des stations d'épuration<sup>[8]</sup>.

### **I.4. Caractérisation :**

La détermination de la pollution azotée nécessite un dosage spécifique de chaque forme d'azote rapportée à la masse en azote<sup>[8]</sup>.

On caractérise la pollution azotée à travers:

- Azote Kjeldahl
- Azote ammoniacal
- Nitrates
- Nitrites
- Azote total ou global

Ce sont les paramètres indiqués dans les textes<sup>[10]</sup> :

- Décret exécutif n° 06-141 du 19 avril 2006 définissant les **valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels**.
- Décret exécutif n° 09-209 du 17 du 11 juin 2009 fixant les modalités d'octroi de l'autorisation de **déversement des eaux usées autres que domestiques dans un réseau public d'assainissement ou dans une station d'épuration**.
- Arrêté du 2 janvier 2012 fixant les **spécifications des eaux usées épurées utilisées à des fins d'irrigation**.

#### **I.4.1. Dosage de l'azote Kjeldahl :**

C'est un paramètre important car :

- C'est un indicateur de pollution du milieu
- Son contrôle permet de suivre l'évolution des contaminations.
- Il fixe la norme de rejet en azote (Le décret 06-141 du 19 avril 2006 définissant les valeurs limites des rejets d'effluents liquide industriels, impose une concentration maximale de 30 mg/L)<sup>[10]</sup>.

La méthode normalisée est la norme minéralisation au sélénium (NF T 90-110)(EN 25663)<sup>[11]</sup>

D'autres méthodes peuvent être utilisées :

- ✿ Par minéralisation au peroxydisulfate ;
- ✿ Dosage de l'azote global par chimiluminescence après oxydation en oxydes d'azote.

#### **I.4.2. Dosage de l'azote ammoniacal :**

Pour le dosage de l'azote ammoniacal la méthode préconisée est l'acidimétrie après distillation (NF T 90-015) (Applicable aux eaux chargées en particulier les ERU, supérieures à 4 mg/L).

D'autres méthode peuvent être utilisées<sup>[11]</sup> :

- ✿ Méthode au bleu d'indophénol ;
- ✿ Méthode potentiométrique ;
- ✿ Méthode par flux continu ;
- ✿ Méthode par chromatographie ionique ;

- ✿ Méthode titrimétrique ;
- ✿ Méthode de Nessler.

#### **I.4.3. Dosage des nitrates**

Le dosage des nitrates peut être réalisé selon différentes méthodes <sup>[11]</sup> :

- ✿ Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire ;
- ✿ Méthode par réduction au cadmium ;
- ✿ Méthode par flux continu (méthode CFA) ;
- ✿ Méthode par chromatographie ionique.

#### **I.4.4. Dosage des nitrites**

Le dosage des nitrites peut réaliser selon différentes méthodes <sup>[11]</sup> :

- ✿ Méthode par spectrométrie d'absorption moléculaire ;
- ✿ Méthode par flux continu ;
- ✿ Méthode par chromatographie ionique.

#### **I.4.5. Dosage de l'azote total**

La méthode préconisée est **méthode** par minéralisation au peroxydisulfate. (**Norme NF EN ISO 11905-1**)<sup>[11]</sup>.

### **I.5. Impact de la pollution azotée :**

La présence de composés azotés dans les résiduaire peut être à l'origine de plusieurs problèmes très grave pour le milieu récepteur et pour l'environnement d'une façon générale :

#### **I.5.1. Toxicité :**

La présence d'ammoniaque est source de problèmes aigus provenant de sa toxicité pour la faune piscicole (Elevage des poissons) suite à une consommation de l'oxygène due à la nitrification bactérienne (4,3 mg d'oxygène dissous consommé par mg de N-NH<sub>4</sub> nitrifié).

Si le pH du milieu récepteur est élevé, l'ion ammonium se transforme en gaz ammoniac dissous (NH<sub>3</sub>) très toxique pour les poissons.

L'ion nitrite NO<sub>2</sub><sup>-</sup> est également toxique<sup>[8]</sup>.

### **I.5.2. Eutrophisation :**

L'eutrophisation est le développement excessif d'algues micro et macroscopiques :

La présence d'azote ammoniacal et d'azote nitrique contribue à l'eutrophisation du milieu récepteur où les algues se développent très rapidement ce qui a pour conséquence :

**Il pénètre moins de lumière solaire** dans les couches d'eaux profondes ; **la photosynthèse est donc réduite** et donc il y a moins d'oxygène produit.

**Des algues** mortes provenant des couches d'eaux supérieures **tombent dans les couches plus profondes** et sont alors détruites en utilisant de l'oxygène. **L'oxygène n'est alors plus en quantité suffisante** dans les eaux pour les besoins des organismes supérieurs<sup>[9]</sup>.

### **I.5.3. Apparition de goût désagréable :**

L'oxydation biologique de l'ammoniaque peut développer des zones anaérobies dans certaines parties des réseaux de distribution et entraîner ainsi des goûts désagréables<sup>[8]</sup>.

### **I.5.4. Corrosion des conduites :**

La présence d'ammoniaque provoque la corrosion des conduites, notamment en cuivre car elle renforce l'effet de l'oxygène en raison de la stabilité du complexe formé avec le métal<sup>[9]</sup>.

### **I.5.5. Augmentation de la consommation en chlore lors de la désinfection :**

L'ammoniaque présente aussi l'inconvénient de nécessiter une augmentation de la consommation en chlore lors de la désinfection et de produire des composés organochlorés indésirables (chloramines minérales ou organiques). Pratiquement, par milligramme d'azote d'origine ammoniacale, il faut environ 10 mg de chlore pour former les chloramines et les décomposer en azote gazeux<sup>[9]</sup>.

## **I.6. Les normes :**

Les eaux usées urbaines contiennent généralement :

De 20 à 80 mg/L d'ammonium avec une moyenne de 60 mg/L.

De 30 à 100 mg/L d'azote Kjeldahl (60% d'azote ammoniacal et 40% d'azote organique) avec une concentration moyenne : 80 mg/L.

Une absence ou des concentrations à peine mesurables en nitrites et de nitrates

Dans les zones où l'autoépuration est active, les teneurs en nitrites se maintiennent à des niveaux très faibles (de l'ordre de 0,01 mg/L), de même en aval des foyers de pollution, les teneurs en azote ammoniacal diminuent et celles des nitrites puis nitrates augmentent

Le Décret exécutif n° 06-141 du 19 avril 2006 définissant les **valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels** fixe une valeur limite de 30 mg.L-1 pour l'azote Kjeldahl<sup>[10]</sup>.

### **I.7. L'élimination de la pollution azotée :**

Les eaux qui arrivent dans une station d'épuration contiennent majoritairement de l'azote organique (carbamide, albumine, etc.) et de l'azote ammoniacal. Le rapport précis entre les deux paramètres dépend entre autres de la longueur du réseau de canaux, car c'est là que commence la transformation de l'azote organique en NH<sub>4</sub>-N. Dans la station d'épuration, l'ammonification se poursuit jusqu'à ce que l'azote à l'entrée du bassin des boues activées se présente principalement sous forme de NH<sub>4</sub>-N<sup>[2]\*</sup> :

- ✿ L'ammonification : transformation de l'azote organique en azote ammoniacal ;
- ✿ la nitrification : oxydation de l'azote ammoniacal en nitrites puis nitrates ;
- ✿ La dénitrification : transformation des nitrates en azote gazeux dégagé à l'atmosphère<sup>[9]</sup>.

#### **I.7.1. L'ammonification :**

C'est la transformation de l'azote organique en azote ammoniacal. La vitesse d'ammonification est identique à la vitesse de dégradation des pollutions carbonées. Dans la grande majorité des cas, compte tenu de la nature de l'azote organique et des paramètres de fonctionnement des stations et plus particulièrement du temps de séjour de l'eau dans les ouvrages, la plus grande partie de l'azote organique sera ammonifiée sans problème<sup>[9]</sup>.

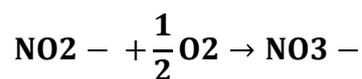
### **I.7.2. La nitrification :**

Lors du traitement biologique des eaux usées, le  $\text{NH}_4\text{-N}$  est transformé en  $\text{NO}_2\text{-N}$  puis en  $\text{NO}_3\text{-N}$  grâce à l'apport d'oxygène. Cependant, les microorganismes responsables de la nitrification (*Nitrosomonas* et *Nitrobacter*) sont très fragiles. Ils ont besoin de températures constantes (jamais inférieures à 12 °C), d'un rapport C/N/P favorable et d'une alimentation en oxygène suffisante. L'âge des boues doit être adapté à la lente croissance des nitrifiants. Si la nitrification s'interrompt, le processus mettra plusieurs jours à se stabiliser<sup>[2]\*</sup>.

Les bactéries nitrifiantes sont autotrophes ; dans ce cas précis, pour former leur substance à partir du carbone minéral de l'eau ( $\text{CO}_2$ ,  $\text{HCO}_3^-$ ), elles tirent leur énergie de l'oxydation des formes réduites de l'azote<sup>[9]</sup> :

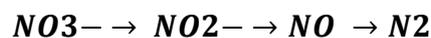


Puis conversion des nitrites en nitrates<sup>[9]</sup>, selon la réaction suivant :



### **I.7.3. Dénitrification :**

La dénitrification est le processus par lequel certaines bactéries réduisent les nitrates en azote gazeux. C'est le procédé biologique le plus couramment appliqué pour l'élimination des nitrates met en œuvre des bactéries hétérotrophes, à qui il faut donc fournir un aliment carboné (le plus souvent de l'éthanol). Celui-ci est utilisé grâce à l'oxygène pris aux nitrates. Ces bactéries étant facultativement aérobies, il faut que le milieu soit dépourvu d'oxygène dissous pour que les nitrates soient décomposés. D'autre part, une source de phosphore est indispensable, comme en nitrification<sup>[9]</sup>. La réduction des nitrates se produit à travers différentes réactions, que l'on peut schématiser ainsi<sup>[9]</sup> :



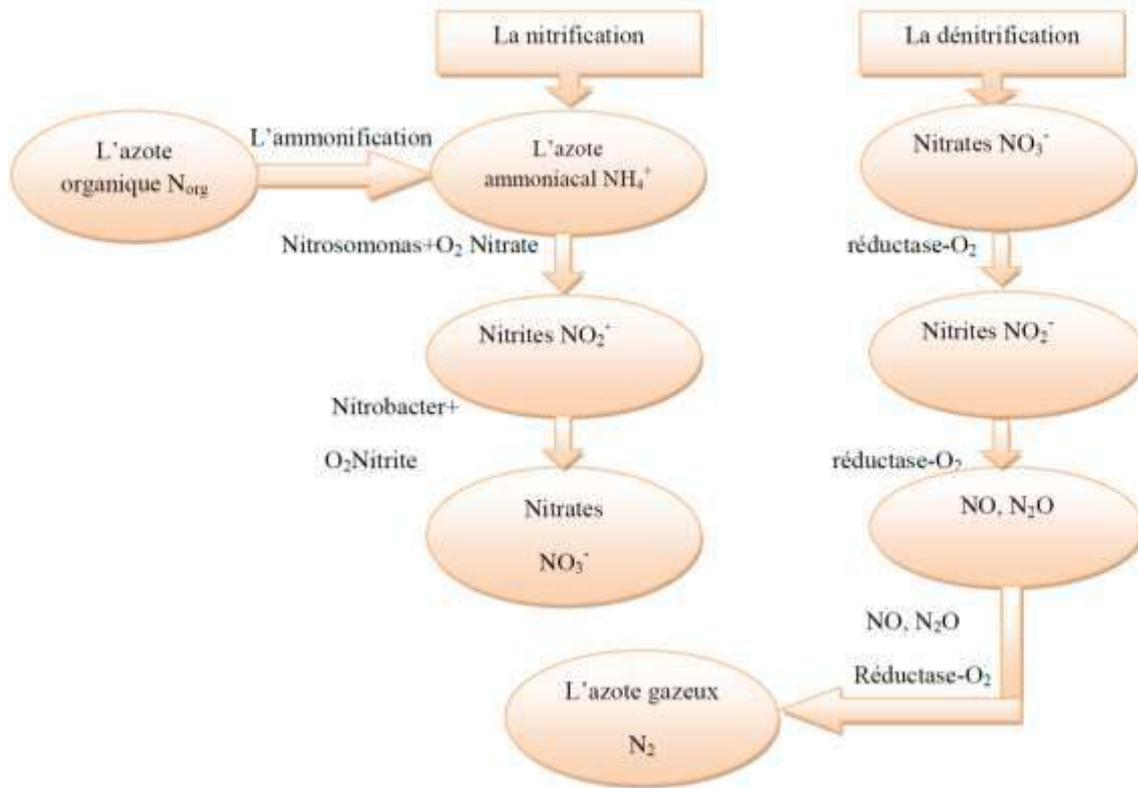


Figure 1 : processus de décomposition lors de l'élimination de l'azote [2]\*

Une élimination plus efficace et plus économique de l'azote n'est possible que grâce à des mesures régulières et ciblées des différents paramètres de l'azote :

- ✿ en ligne grâce aux capteurs de process pour  $NH_4-N$ ,  $NO_3-N$  ;
- ✿ en laboratoire pour ( $NH_4-N$ ,  $NO_3-N$ ,  $NO_2-N$ ,  $TN$ ) [2]\*.

# *Chapitre II :*

**Généralité sur les argiles et le  
phénomène d'adsorption**

### **II.1. les minéraux argileux**

#### **II.1.1. Introduction :**

L'argile est une des matières premières les plus utilisées depuis la plus haute antiquité. En effet, grâce à sa plasticité, elle permettait de fabriquer aussi bien les récipients nécessaires à la vie quotidienne que la statuette du sorcier<sup>[12]</sup>.

Argiles, matériaux argileux, substrat argileux, roches argileux ces mots et expressions sont des synonymes et désignent un matériau naturel qui se trouve sous forme de gisements mais aussi en quantités plus au moins grandes dans les sols et les sédiments<sup>[13]</sup>.

#### **II.1.2. Définition :**

Le mot argile vient du grec « argilos » dérivé de « argos » qui veut dire blanc ou du latin argilla ; il semble que se soit la couleur du matériau utilisé en céramique qui ait conduit les anciens à lui donner ce nom<sup>[12]</sup>.

Les minéraux argileux constituent la plus grande partie de la famille de minéraux phyllosilicates. Ils sont définis par les géologues comme étant des aluminosilicates à couche hydratée avec une taille de particule inférieure à 2  $\mu\text{m}$ <sup>[14]</sup>.

Sa formation est liée aux altérations physiques, chimiques et biologiques qui affectent les roches massives mères. La composition chimique des argiles est très semblable à la décomposition moyenne de la surface terrestre<sup>[15]</sup>.

#### **II.1.3. Constitution chimique :**

La composition chimique des argiles est très semblable à la décomposition moyenne de la surface terrestre. Celle-ci est composée d'au moins de 50% de silicates d'alumine plus ou moins hydratés, avec la présence de quelques minéraux associés comme des oxydes et hydroxydes de fer, carbonates, quartz...<sup>[15]</sup>.

#### **II.1.4. Les structures cristallines fondamentales des minéraux argileux :**

Chaque minéral argileux est formé par l'empilement de cristaux microscopiques, qui portent habituellement le nom de feuillets en raison de leur apparence similaire à celle d'une lamelle ou d'une feuille extrêmement mince. Ces feuillets sont eux-mêmes constitués d'unités

cristallines que l'on appelle structures fondamentales<sup>[16]</sup>. Le squelette est essentiellement constitué par des ions oxygènes et hydroxyles. Les cations beaucoup plus petits se logent dans les cavités de squelette<sup>[17]</sup>.

Celles-ci se juxtaposent dans un seul plan, et c'est pourquoi les feuillets ont une surface très grande par rapport à l'épaisseur. On évalue l'épaisseur des feuillets et des structures fondamentales à environ 0.5 nm ( $5 \cdot 10^{-7}$  mm)<sup>[16]</sup>. Les chercheurs ont observé qu'il n'existait que deux structures fondamentales :

**La structure fondamentale tétraédrique :** Dans les structures tétraédriques, un atome d'aluminium peut parfois remplacer l'atome de silicium.

**La structure fondamentale octaédrique :** Les substitutions surviennent principalement dans les structures octaédriques, où les atomes d'aluminium sont le plus souvent remplacés par des atomes de magnésium ou de fer.

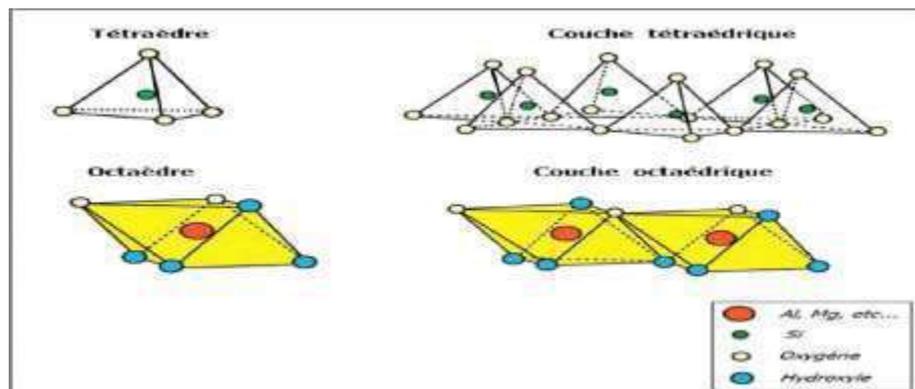


Figure 2 : les structures fondamentales des couches tétraédrique & octaédrique <sup>[15]</sup>

Tous les minéraux argileux sont constitués de feuillets tétraédriques et octaédriques. L'ordre dans lequel les feuillets sont empilés et les liens qui existent entre eux et les divers atomes, métalliques ou non, qu'on trouve à l'intérieur des structures fondamentales déterminent les différents types des minéraux argileux<sup>[16]</sup>.

### II.1.5. Les principaux types de minéraux argileux :

Jusqu'à maintenant il a été possible d'identifier plusieurs douzaines de minéraux argileux<sup>[16]</sup>. Les argiles les plus fréquemment étudiés en tant qu'adsorbant sont <sup>[18]</sup> :

- ✚ La kaolinite ;
- ✚ La montmorillonite ;
- ✚ L'illite.

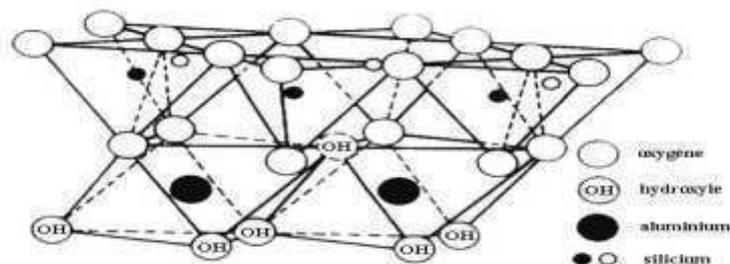
Chacun possède sa propre structure cristalline et présente un comportement bien distinct, mais tous ont une propriété en commun : une grande activité électrique, c'est cette activité, entre autres, qui attire et maintient fortement, à la surface des minéraux argileux, les molécules d'eau et les divers ions présents dans l'eau des sols. Pour une grande partie, elle est également à l'origine des forces de cohésion qui unissent les minéraux argileux entre eux et confèrent leur plasticité aux sols cohérents<sup>[16]</sup>.

### II.1.6. Classification des argiles :

Il existe différentes classifications des argiles. La plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet<sup>[12]</sup>. On distingue ainsi quatre groupes :

#### A. Minéraux de type 1:1 (ou T-O) :

Ils sont constitués d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. La distance interfeuillet est de l'ordre de 7Å. Les principaux représentants de cette famille sont les kaolinites et Halloysites<sup>[12]</sup>.



**Figure 3:Assemblage d'une couche octaédrique et d'une couche tétraédrique pour une argile TO (1:1)<sup>[12]</sup>**

#### La kaolinite :

Argile de type (1:1) et de structure  $(Al_2Si_2O_5(OH)_4)$ . Le feuillet de kaolinite résulte de la liaison d'une couche tétraédrique avec une couche octaédrique, la liaison se faisant par les atomes d'oxygène. La particule de kaolinite est formée d'un empilement de ces feuillets, de

## Chapitre II : généralité sur les argiles et le phénomène d'adsorption

l'ordre d'une centaine. Les feuillets sont liés les uns aux autres par des liaisons hydrogène relativement fortes qui empêchent le phénomène de dilatation et font de sorte que la distance de base ait une valeur faible de l'ordre de 7,2 Å. Par conséquent il en résulte que :

- ✚ L'empilement est difficile à dissocier
- ✚ Le minéral est stable et l'eau ne peut ni circuler entre les feuillets ni provoquer un gonflement ou un retrait des particules.

Cette argile est particulièrement répandue dans les sols provenant de régions à climat chaud et humide<sup>[18]</sup>.

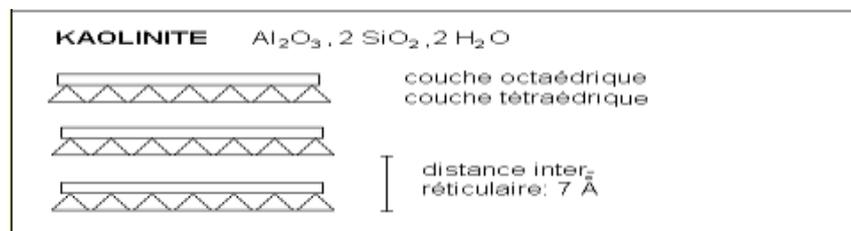


Figure 4 : les couches de kaolinite <sup>[3]\*</sup>

Les particules de kaolinite contiennent habituellement entre 70 et plus de 100 couches élémentaires, ce qui se traduit par une épaisseur variant entre 50 à 100 nm et qui peut même, dans certains cas, atteindre 2000 nm <sup>[16]</sup>.

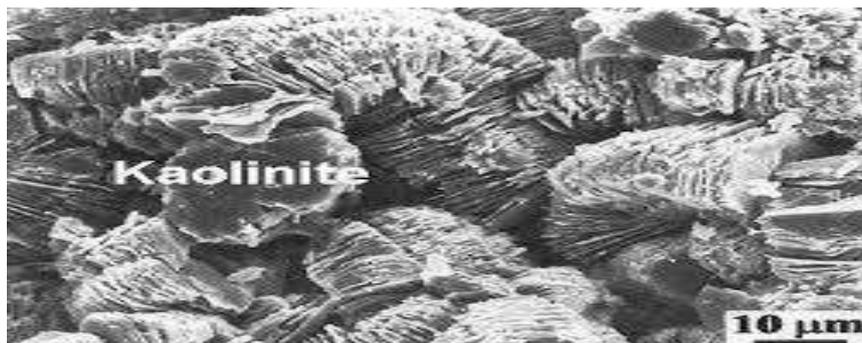


Image 1 : photographie de particules de kaolinite <sup>[3]\*</sup>

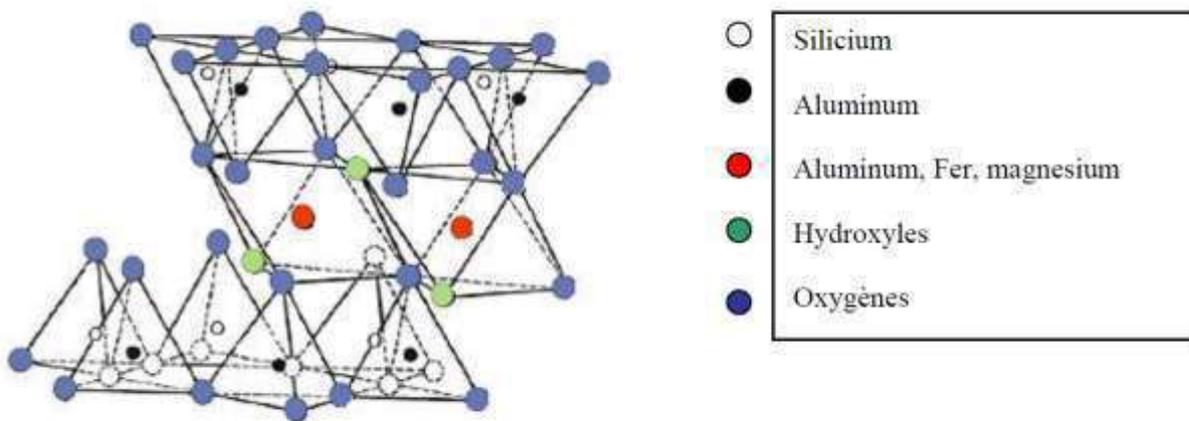
La kaolinite se caractérise par plusieurs propriétés physico-chimiques qui sont différenciées des autres groupes des kaolins. Le tableau (1) représente quelques propriétés physico-chimiques de kaolinite <sup>[19]</sup> :

**Tableau 1 : Propriétés physico-chimiques de kaolinite** <sup>[19]</sup>

Densité	Durté	Masse molaire (g/mol)	Surface spécifique (m2/g)
2.4 - 2.65	2 - 2.5	258	10 – 22

**B. Minéraux de type 2:1 (ou T-O-T) :**

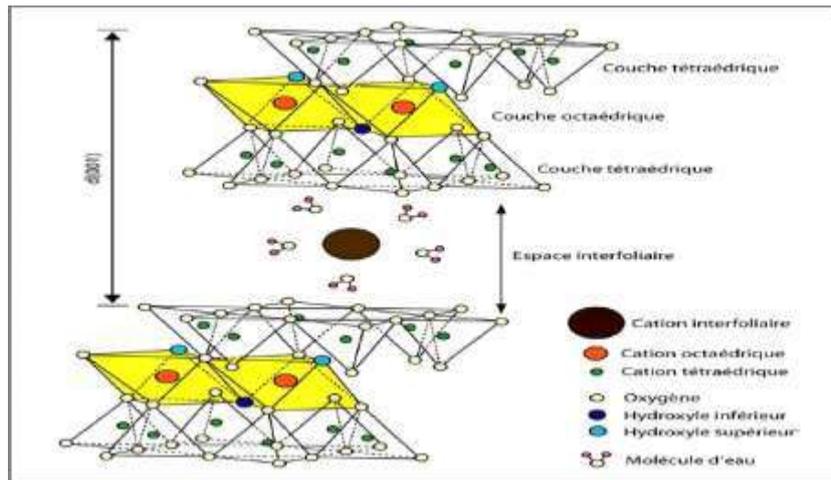
Ce type de minéraux est constitué d'une couche octaédrique située entre deux couches tétraédriques. L'épaisseur de base du feuillet est de 10Å (figure 4). Cette épaisseur varie en générale selon la nature du cation interfoliaire et sa sphère d'hydratation. On distingue deux grandes familles pour ce type de minéraux à savoir l'illite et les smectites <sup>[15]</sup>.



**Figure 5: Représentation dans l'espace d'un feuillet TOT de phyllosilicate 2:1** <sup>[12]</sup>

**La montmorillonite (smectite) :** c'est un minéral argileux abondant qui a été découvert à Montmorillon, en France. Elle est formée de couches élémentaires constituées de deux feuillets tétraédriques placés de part et d'autre d'un feuillet octaédrique contenant des atomes d'aluminium (gibbsite). Elle porte parfois le nom de smectite <sup>[16]</sup>.

Une substitution partielle de l'aluminium Al par le magnésium Mg est fréquente. Les forces de Van der Waals sont faibles par rapport aux autres forces de liaison. Cela se traduit par une déficience en charge négative nette dans les feuillets en octaédre. Pour cette raison les ions échangeables peuvent pénétrer dans la structure et séparer les couches. La montmorillonite est donc caractérisée par une structure instable qui est affectée par la présence d'eau. Les plaquettes de montmorillonite ont une forme quelconque est de taille très petite <sup>[19]</sup>.



**Figure 6 : la structure de montmorillonite [4]\***

Les dépôts de montmorillonite se situent particulièrement dans les régions les plus arides du monde : l'Ouest des États-Unis, le Sud de l'Afrique, l'Australie et la Nouvelle-Zélande<sup>[16]</sup>.

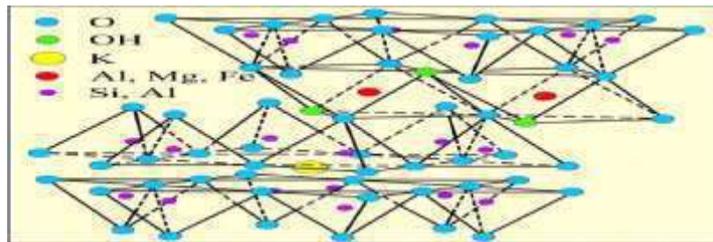
**Tableau 2 : Propriétés physico-chimiques de la montmorillonite [19]**

Épaisseur des plaquettes moyenne (µm)	Masse molaire (g/mol)	Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g)
0.001-0.01	814	800

**L'illite :**

C'est minéraux argileux les plus abondants sur la terre. La structure de l'illite ressemble à celle de la montmorillonite puisque ses couches élémentaires, dont l'épaisseur atteint 1 nm, sont elles aussi formées d'un feuillet octaédrique emprisonné entre deux feuillets tétraédriques.

Ce qui diffère, ce sont les liens qui unissent les couches élémentaires : ils sont assurés par des atomes de potassium (K). Bien qu'étant plutôt forts comparativement à ceux de la montmorillonite, ils demeurent inférieurs aux liens d'hydrogène de la kaolinite. L'épaisseur typique de l'illite se situe donc entre celles de la montmorillonite et de la kaolinite, c'est-à-dire à environ 30 nm, bien qu'elle puisse varier de 10 à 200 nm<sup>[16]</sup>. On peut aussi rencontrer dans le feuillet de silice certaines substitutions isomorphes partielles d'Al<sup>3+</sup> par Mg<sup>2+</sup> et Fe<sup>2+</sup> ainsi que de silicium par l'aluminium<sup>[19]</sup>.



**Figure 7 : la structure de l'illite [4]\***

Les dépôts d'illite se situent principalement dans les zones de pluie modérée : le centre des États-Unis, l'Angleterre et l'Europe continentale. Les nombreux dépôts d'argiles marines post-glaciaires du Québec contiennent un pourcentage très élevé d'illite<sup>[16]</sup>.

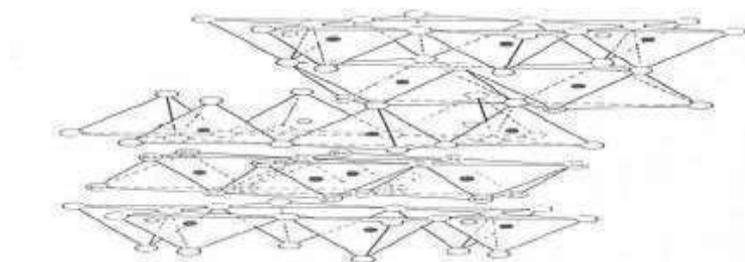
**Tableau 3 : Propriétés physico-chimiques de l'illite [19]**

Epaisseur des plaquettes (µm)	Durté	Masse molaire g/mol	Surface spécifique m <sup>2</sup> /g
0.01-0.3	2	814	100

**C. Minéraux de type 2:1:1 (ou T-O-T-O) :**

Le feuillet est constitué par l'alternance de feuillets T-O-T et de couche octaédriques inters foliaires. L'équidistance caractéristique est alors d'environ 14 Å. A ce type correspond le groupe du chlorite.

Les chlorites se subdivisent en deux feuillets : un feuillet hydroxyde qui forme un octaèdre [(Mg, Fe)(OH)<sub>6</sub>] et un feuillet TOT. Le déficit de charges du feuillet TOT est compensé par des cations qui se logent dans les cavités hexagonales sous le feuillet hydroxyde ce qui provoque la pénétration des molécules d'eau entre ces deux types de feuillets et par conséquence l'accroissement de l'équidistance fondamentale<sup>[15]</sup>.



**Figure 8 : Représentation schématique de la structure d'une argile de type TOTO [15]**

### **D. Minéraux interstratifiés :**

Les similitudes dimensionnelles, à micro échelle, des différentes argiles, permettent l'interstratification de plusieurs types de feuillets. Parmi les interstratifiés les plus fréquents, citons : illite-smectite, entre argiles T-O-T, mais aussi interstratifiés entre argiles T-O-T et argiles T-O, tel que smectite-kaolinite. Ces interstratifiés peuvent présenter tous les degrés d'ordre, entre distribution parfaitement régulière et distribution totalement aléatoire des différents types de feuillets<sup>[19]</sup>. Ces minéraux interstratifiés se caractérisent par la superposition de deux ou plusieurs feuillets de nature différente dans une séquence verticale<sup>[15]</sup>.

### **II.1.7. Propriétés des minéraux argileux :**

Les propriétés particulières des minéraux argileux sont dues à la petite taille des particules, à la structure en feuillet et à leur charge variable<sup>[20]</sup>. On distingue quelque propriété, comme les suivants :

- ✚ La surface spécifique
- ✚ La capacité d'adsorption d'eau et de gonflement
- ✚ La capacité d'échange cationique

#### **A. La surface spécifique :**

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

La disposition ou la superposition des feuillets qui n'est pas uniforme et ordonnée pour estimer théoriquement la surface spécifique.

L'eau adsorbée par l'argile n'est jamais désorbée en totalité, lors de ses expériences d'adsorption d'azote sur les minéraux argileux, mesure une surface spécifique apparente inférieure à la surface réelle. Cette surface apparente croît à furia mesure qu'on désorbe l'eau contenue dans l'argile<sup>[20]</sup>.

#### **B. La capacité de gonflement et d'adsorption d'eau :**

Généralement, toutes les argiles possèdent une capacité de rétention des molécules d'eau plus au moins importantes. Mais seulement quelques-uns sont capables d'incorporer des quantités

## ***Chapitre II :généralité sur les argiles et le phénomène d'adsorption***

---

appréciables de molécules d'eau dans leur espace interfoliaire. Les smectites, les vermiculites et les minéraux interstatifiés sont parmi les argiles qui se caractérisent par une forte capacité d'adsorption d'eau entre les feuillets de leur structure ce qui provoque une variation de leurs volumes et provoque ainsi leur gonflement. Il est à préciser que le gonflement des argiles est tributaire aussi de sa composition puisque ces matériaux sont constitués par des minéraux argileux et d'autres minéraux associés. La texture des argiles joue aussi un rôle primordial dans ce processus d'expansion. Pour les argiles naturelles, cette propriété est liée aussi au site d'échantillonnage ce qui génère une spécificité pour chaque type d'argile selon sa genèse et son milieu de formation.

Les minéraux gonflants ont une structure de base à 10 Å. Cette distance est variable selon l'état d'hydratation. Ainsi, elle est d'environ 12,5 Å pour l'incorporation d'une couche d'eau au tour du cation interfoliaire et de 15 Å pour deux couches. Cette hydratation conduit à une augmentation du volume pouvant atteindre les 95 %. Par ailleurs, il y a des minéraux argileux contenant de l'eau adsorbée mais qui n'ont pas pour autant de propriétés de gonflement, il s'agit des argiles fibreuses<sup>[15]</sup>.

### **C. Capacité d'échange cationique :**

Les cations présents dans le minéral argileux peuvent s'échanger avec les cations de la solution externe à cause de faibles liaisons. La concentration en cations échangeables est dite capacité d'échange cationique. La littérature rapporte des valeurs comprises entre 85 et 160 milliéquivalents pour 100 g de bentonite.

En effet, le classement général admis pour les cations échangeables est le suivant :  $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}_2^+$ ,  $\text{Ca}_2^+$ ,  $\text{Al}_3^+$ . D'après cette série, le lithium est le plus facile à remplacer alors que l'aluminium est le plus difficile<sup>[5]</sup>.

### **II.1.8. Caractérisation :**

Plusieurs techniques ont été utilisées pour déterminer les propriétés physico-chimiques des argiles à savoir :

 MEB

 DRX

 FTIR

### **A. Principe du MEB :**

Le principe de cette technique est basé sur l'interaction forte entre les électrons secondaires émis et rétro diffusés qui permettent de reconstituer l'image de l'objet. Les tensions de travail sont généralement comprises entre 10 et 30 kV, ce qui permet d'avoir un grossissement pouvant aller jusqu'à 30.000fois.

L'argile réduite en poudre de granulométrie inférieure à 100µm est dispersée sur une plaquette métallisé d'une couche (Au/Pd) pour le rendre conducteur avant l'observation<sup>[21]</sup>.

### **B. Principes de la DRX :**

La diffraction des rayons X est une technique d'étude, sans contact, utilisée couramment pour identifier les espèces minérales d'une matrice solide. Cette méthode est largement utilisée pour identifier la structure cristalline ainsi que l'orientation des cristallites des couches minces étudiées. Elle permet également de discriminer des espèces minérales de même composition chimique mais de structures cristallines différentes, telles que l'aragonite et la calcite.

En général, l'analyse DRX s'applique aux milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, pigments, argiles...) présentant un arrangement des atomes constitutifs de façon périodique, ordonné et dans des plans réticulaires tridimensionnels<sup>[5]</sup>.

### **C. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :**

La spectroscopie infrarouge (IR) est considérée comme une autre technique d'étude de la structure des argiles et par conséquent comme un moyen d'identification des minéraux argileux. Son efficacité est très précieuse car les propriétés des argiles sont intimement liées à la présence d'hydroxyles structuraux et des molécules adsorbées<sup>[20]</sup>. Cette technique peut donner des renseignements sur des particularités des structures. De plus, la fréquence de vibration cation-oxygène dépend de la masse du cation, de la forme de la liaison cationoxygène et du paramètre de la maille. Le graphe représentant l'intensité transmise en fonction de la fréquence constitue le spectre d'absorption infrarouge de la substance étudiée<sup>[5]</sup>.

### **II.1.9. Utilisation :**

L'argile est l'un des matériaux les plus anciens utilisé par l'être humain<sup>[22]</sup>.Peuvent être appliquées dans plusieurs domaines comme la fabrication de matériaux de construction, la cosmétique. La dépollution des eaux ou le stockage des déchets y compris les déchets nucléaires.<sup>[15]</sup> Ainsi que industrie pharmaceutique<sup>[22]</sup>.

A. **Le domaine de traitement des eaux :** dans ce domaine, ont abordé le principe de l'adsorption sur les argiles telle que la bentonite comme technique d'élimination en solution des métaux des nitrates et des phosphates. Les argiles peuvent également être utilisées au cours de l'étape de floculation comme adjuvant afin d'améliorer le traitement d'élimination des polluants minéraux ou organiques<sup>[5]</sup>.

B. **Le domaine Pharmaceutique :** Dans le domaine de médecine La porcelaine est fabriquée à partir d'une argile particulière, blanche, pure, le kaolin<sup>[22]</sup>. est utilisée comme :

- + excipient ;
- + anti-infectieux et stimulant ;
- + immunostimulant.

C. **Le domaine industriel :** dans ce domaine on distingue l'industrie de la fabrication de briques de construction, de tuiles et de céramiques de parement.

### **II.1.10. L'argile dans notre région :**

Les gisements de minéraux sont principalement exploités pour la production de matériaux de construction.

Des carrières importantes d'argile d'origine des formations du miopliocene s'étendent sur 30 km dans l'axe des communes de Blidet Omor, Témacine, Touggourt.

Les réserves de ces gisements sont estimées à plus de cinquante (50) années d'extraction à ciel ouvert sur la totalité du bassin constitué d'argiles plastiques<sup>[23]</sup>.

### **Partie 2 : Généralité sur le phénomène d'adsorption.**

#### **II.2.1. Introduction :**

Aujourd'hui, le phénomène d'adsorption est devenu un outil incontournable pour la purification et la séparation de toute substance indésirable. Des modèles théoriques permettant de décrire ce phénomène sont largement décrits dans la littérature.

Cette partie est consacrée à la description des phénomènes régissant le mécanisme l'adsorption et ses différentes isothermes<sup>[12]</sup>.

#### **II.2.2. Définition :**

L'adsorption est un phénomène de surface, par lequel des molécules (gaz ou liquides) se fixent sur les surfaces solides des adsorbants selon divers processus plus ou moins intenses<sup>[20]</sup>.

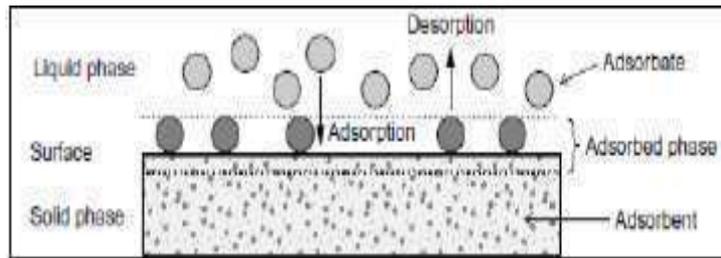
Le phénomène inverse par lequel les molécules se détachent de la surface des matériaux est la désorption. De plus, l'adsorption est un phénomène spontané et se produit dès qu'une surface solide est mise en contact avec un gaz ou un liquide.

Le solide est appelé adsorbant et la substance qui s'adsorbe est l'adsorbat que nous appellerons plus couramment soluté afin d'éviter toute confusion avec l'adsorbant<sup>[12]</sup>.

#### **II.2.3. Principe général :**

Le principe de l'adsorption repose sur la propriété qu'ont les solides (adsorbant) de fixer sur leur surface certains gaz <sup>[5]\*</sup> ou liquide (adsorbat).

Les interactions entre adsorbant et adsorbat sont le plus souvent de nature électrostatique, donc faible et réversible. On parle alors d'adsorption physique, par opposition à l'adsorption chimique, phénomène généralement irréversible qui fixe par liaison covalente l'adsorbat à l'adsorbant<sup>[5]\*</sup>.



**Figure 9: termes de base pour l'adsorption**

En modifiant les propriétés de la phase liquide (par exemple concentration, température et pH), les espèces adsorbées peuvent être libérées et transférées dans la phase liquide. Ce processus inverse est appelé désorption.

En général, l'adsorption repose sur trois ensembles de données expérimentales :

- ✚ Les quantités adsorbées à l'équilibre, formalisées par les isothermes d'adsorption.
- ✚ Les vitesses d'adsorption obtenues par des études de la cinétique.
- ✚ Les propriétés des molécules adsorbées en relation avec leur structure chimique et leur aptitude à repasser en solution (leur désorption)<sup>[5]</sup>.

### II.2.4. Caractéristiques :

Les nombreuses applications techniques de l'adsorption résultent de trois caractéristiques qui la différencient des autres procédés de séparation<sup>[24]</sup>, à savoir :

- ✚ La rétention des très petites particules, comme par exemple les colloïdes ;
- ✚ La rétention des composants à très faible concentration, par exemples des impuretés ou des molécules et ions métalliques qui confèrent au produit couleurs, odeurs ou saveurs désagréables, voir une toxicité ;
- ✚ La sélectivité de l'adsorbant par rapport à certains constituants du mélange.

### II.2.5. Types d'adsorption :

L'adsorption d'un élément dissous dans l'eau dépend de l'existence d'un champ de force sur la surface d'une particule solide. Cette fixation de l'adsorbat met en jeu des mécanismes et des énergies bien différentes : liaisons covalentes, interactions électrostatiques, forces de Van Der Waals.

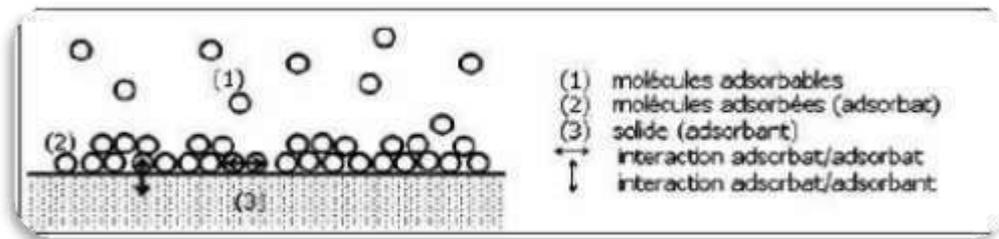
Il est utile de distinguer deux grandes catégories d'adsorption (adsorption physique et adsorption chimique) selon la nature des forces attractives de surface<sup>[5]</sup>.

On distingue deux types d'adsorption, la physisorption et la chimisorption :

### **A. Physisorption :**

L'adsorption physique met en jeu de très faibles interactions entre entités moléculaires comme les forces d'attraction de van der Waals et les forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation. Elle est réversible et peu spécifique.

L'adsorption physique est rapide et fait intervenir des forces intermoléculaires relativement faibles: la désorption peut donc être facile. Contrairement à la chimisorption, la physisorption est un phénomène non spécifique donnant lieu à la formation de multicouches : la première couche est due aux interactions adsorbat/adsorbant alors que les suivantes concernent les interactions adsorbat/adsorbat<sup>[25]</sup>.



**Figure 10: schéma de l'adsorption physique (physisorption) <sup>[5]</sup>**

### **B. Chimisorption :**

L'adsorption chimique, le processus résulte d'une réaction chimique avec formation de liaisons chimiques entre les molécules d'adsorbant et la surface d'adsorbant.

L'énergie de liaison est beaucoup plus forte que dans le cas de l'adsorption physique et le processus est beaucoup moins réversible et même parfois irréversible. Comme une seule couche au plus d'adsorbant peut se lier chimiquement à la surface de l'adsorbant, la chimisorption est nécessairement restreinte à une monocouche.

## ***Chapitre II :généralité sur les argiles et le phénomène d'adsorption***

De plus, ce phénomène est spécifique car la formation de liens chimiques (pouvant modifier la nature de l'adsorbat puisque des ruptures de liaison peuvent se produire) a lieu entre une molécule adsorbée et une position particulière de l'adsorbant (site chimiquement actif)<sup>[25]</sup>.

Le Tableau 4 suivant résume les principales différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique :

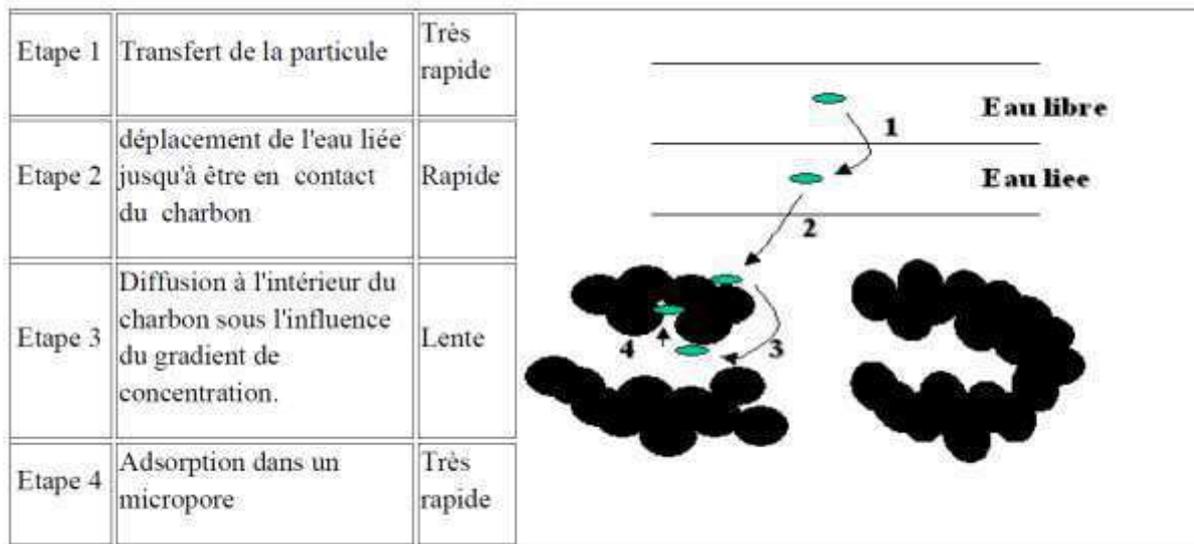
**Tableau 4 : Différences principales entre les deux types d'adsorption** <sup>[12]</sup>

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Type de liaison	Physique	Chimique
Chaleur d'adsorption	$\leq 6$ Kcal/mole	$> 10$ Kcal/mole
Température du processus	Favorisée par abaissement de la température	Favorisée par accroissement de la température
Désorption	Facile	Difficile
Spécificité	Non spécifique	Spécifique (dépend de la nature des liens)

### **II.2.6. Mécanisme d'adsorption :**

Pour mieux qualifier et quantifier la rétention, il convient de s'intéresser aux phénomènes se produisant à l'échelle moléculaire, c'est-à-dire aux mécanismes d'adsorption. Les liaisons composés/adsorbant sont de deux types <sup>[18]</sup> :

- ✚ liaisons de fortes énergies ( $\Delta > 80$  kJ. mol<sup>-1</sup>) : liaisons ioniques et échanges de ligands ;
- ✚ liaisons de faibles énergies ( $\Delta < 80$  kJ. mol<sup>-1</sup>) : interactions dipôle-dipôle, liaisons hydrogène, interactions hydrophobes.



**Figure 11 : schéma présenté le mécanisme d'adsorption [6]\***

**II.2.7. Principaux Adsorbants :**

Tous les solides agissant comme adsorbants sont caractérisés par la structure microporeuse qui leur confère une très grande surface active par unité de masse. Les adsorbants utilisés dans la pratique sont, soit de nature organique (végétale ou animale), soit de nature minérale. Ils sont employés tels quels ou après un traitement d'activation ayant pour but d'augmenter la porosité<sup>[24]</sup>.

Les adsorbants les plus utilisés dans les applications industrielles sont les suivants:

**A. Charbon actif :**

Le charbon actif également appelé charbon activé est un matériau noir principalement sous forme granulaire ou pulvérulente composé essentiellement de matière carbonée à structure poreuse. De part cette porosité, la surface développée par le charbon actif est énorme, un gramme de charbon actif présente une surface interne pouvant atteindre plus de 1500 m<sup>2</sup>.g-1 et cette caractéristique unique est responsable de ses propriétés d'adsorption<sup>[26]</sup>.

**B. Gel de silice :**

Le gel de silice se présente sous la forme de grains durs et poreux avec une surface spécifique de 600 à 800m<sup>2</sup>, dont la taille des pores varie de 20 à 50 Å.

Il s'obtient par action de l'acide chlorhydrique sur une solution de silicate de sodium. Le gel de silice est employé essentiellement à la déshydratation des gaz et liquides et également au fractionnement des hydrocarbonés<sup>[24]</sup>.

### **C. Argiles activées :**

Les argiles sont très utilisées comme adsorbants (première partie de ce chapitre). Dans notre étude nous avons choisi l'argile car :

- ✿ Abondant dans notre région ;
- ✿ Facile à obtenir ;
- ✿ Moins chère.

### **II.2.8. Cinétique d'adsorption :**

La cinétique d'adsorption est définie par l'évolution de la quantité adsorbée en fonction du temps de contact adsorbant/adsorbat. La vitesse d'adsorption d'un soluté à partir d'une solution dépend de nombreux facteurs, notamment la nature de l'adsorbant, l'adsorbat, ainsi que de la vitesse d'agitation du milieu.

Elles ont montré que l'adsorption des adsorbats est relativement rapide sur un solide non poreux. L'équilibre est atteint en quelques minutes. Cependant, l'adsorption sur un solide poreux est beaucoup plus lente<sup>[20]</sup>.

Au cours de l'adsorption d'une espèce sur un solide, le transfert de masse des molécules se fait de la phase fluide vers le centre de l'adsorbant: C-à-d ce processus s'opère au sein d'un grain d'adsorbant en plusieurs étapes<sup>[27]</sup> :

- ✚ Transfert de masse externe (diffusion externe) qui correspond au transfert du soluté du sein de la solution à la surface externe des particules.
- ✚ Transfert de masse interne dans les pores (diffusion interne) qui a lieu dans le fluide remplissant les pores. En effet, les molécules se propagent de la surface des grains vers leur centre à travers les pores.
- ✚ Diffusion de surface : pour certains adsorbants, il peut exister également une contribution de la diffusion des molécules adsorbées le long des surfaces des pores à l'échelle d'un grain d'adsorbant.

### II.2.9. Équilibre d'adsorption :

Rappelons qu'à une température donnée et en solution aqueuse, l'isotherme d'adsorption est une caractéristique représentative de l'équilibre thermodynamique entre un adsorbant et un adsorbat. Elle exprime la quantité d'adsorbat présent sur l'adsorbant  $Q_e$  (exprimée en mg/g d'adsorbant) en fonction de la quantité d'adsorbat restant en solution  $C_e$  (exprimée en mg/L)<sup>[25]</sup>.

**Classification des isothermes :** Gilles et ses collaborateurs ont classé les isothermes en phase liquide/solide, en quatre groupes principaux.

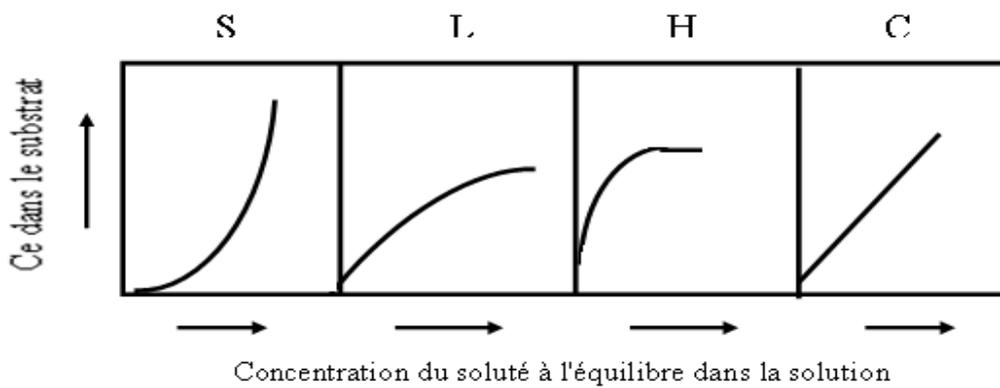


Figure 12: Différents types de courbes isothermes d'adsorption. <sup>[12]</sup>

**Type S:** Indique une adsorption verticale de molécules monofonctionnelles polaires, sur un adsorbant polaire et dans un solvant polaire ;

**Type L :** Indique une adsorption à plat de molécules bifonctionnelles ;

**Type H:** Ne commence pas par zéro mais à une valeur positive, indique une haute affinité, signifie qu'aux faibles concentrations l'adsorption est totale ;

**Type C:** la première partie (ligne droite croissante) signifie qu'il y a compétition entre le solvant et le soluté pour occuper les sites. Avec toujours le même partage ; Il concerne des molécules flexibles pouvant pénétrer loin dans les pores pour y déplacer le solvant<sup>[28]</sup>.

**II.2.10. Équations de l'adsorption :**

Il existe diverses équations pour décrire les isothermes d'adsorption des gaz. Les plus utilisées sont les suivantes <sup>[24]</sup> :

**A. Relation de Freundlich :**

Le modèle de Freundlich, donne une indication sur l'hétérogénéité à la surface de l'adsorbant, <sup>[25]</sup> il est défini par la relation suivante :

$$Q_e = K_f * C_e^{1/n} \dots\dots\dots I$$

Avec :

**Q<sub>e</sub>** : la quantité adsorbée par unité de masse d'adsorbant en (mg/g).

**K<sub>f</sub>** : capacité d'adsorption.

**C<sub>e</sub>** : la concentration à l'équilibre en (mg/g)<sup>[29]</sup>.

**B. Relation de Langmuir :**

Le modèle de Langmuir suppose la formation d'une monocouche de l'adsorbat sur une surface homogène d'adsorbant <sup>[25]</sup>. Ce modèle est représenté par la relation suivante :

$$Q_e = (Q_m * b * C_e) / (1 + b * C_e) \dots\dots\dots II$$

Avec :

**Q<sub>e</sub>** : la quantité adsorbée par unité de masse d'adsorbant en (mg/g).

**Q<sub>m</sub>** : la capacité maximale d'adsorption en (mg/g).

**b** : constante d'équilibre.

**C<sub>e</sub>** : la concentration à l'équilibre en (mg/g)<sup>[29]</sup>.

### **II.2.11. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption :**

Un grand nombre de paramètres et de propriétés, du support et du substrat, peuvent influencer le processus d'adsorption et notamment la capacité et la cinétique de rétention d'une substance sur un support <sup>[12]</sup>. Il s'agit des paramètres suivants :

- ✚ Les caractéristiques de d'adsorbant : polarité, volume poreux, surface spécifique et fonctions superficielles ;
- ✚ Les caractéristiques de l'adsorbat : polarité, solubilité et poids moléculaire ;
- ✚ Les paramètres physico-chimiques du milieu : Température et pH<sup>[27]</sup>.

### **II.2.12. Applications :**

L'adsorption est un procédé de traitement, bien adapté pour éliminer une très grande diversité de composés toxiques dans notre environnement. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et de l'aire <sup>[18]</sup>.

En pratique, elle est utilisée dans les cas suivants <sup>[27]</sup> :

- ✚ Traitement des eaux;
- ✚ Séchage ;
- ✚ Traitement des huiles ;
- ✚ Traitement des gaz ;
- ✚ Industrie textile ;
- ✚ Décoloration.

# ***Chapitre III :***

***Matériels et méthode***

**III.1. L'échantillonnage et l'analyse d'argile :**

**III.1.1. Lieu de prélèvement :**

La ville de Touggourt est située dans la vallée d'Oued Righ, elle est administrativement affiliée à la wilaya d'Ouargla.

Le site astronomique : Est : "21.26'6°01" Nord : "25.58'33°03"



**Image 2 : Image satellite de la ville de Touggourt**



**Image 3 : Image satellite du lieu d'échantillonnage**

### III.1.2. Détermination du Type argile :

La détermination de la texture du sol est réalisée par la méthode de Pipette Robinson<sup>[30]</sup>.

#### Mode opératoire :

- ✚ Nous avons préparé l'échantillon du sol, Nous le mettons dans un Bécher de 600ml, puis nous ajoutons 50 ml d'eau oxygénée pour éliminer les matières organiques ;
- ✚ Après 24 h, on mettre l'échantillon dans un ban de sable jusqu'à ébullition, puis on à ajouter un peu de  $H_2O_2$  ;
- ✚ Nous laissons le mélange refroidir pendant un moment puis on mélanger légèrement et on à ajouter l'eau distillé et 30 ml de HCL de 1N pour éliminé le Calcaire ;
- ✚ Après certaine moment, on à joute 10 ml de la solution méta-hexa-phosphate de sodium ;
- ✚ On verser le contenu du bécher dans une bouteille de 1.5 l d'eau minéral, nous avons agité le mélange avec le rasoir électrique pendant une heure ;
- ✚ On chauffe le bain marine de la pipette de Robinson à 20 °C, Puis on prend 3 béchers de 50 ml, on piser et étiquetons sur la séquence : P1, P2, P6 ;
- ✚ Nous vidant le contenu de la bouteille dans un tube de verre après l'agitation, et on complète jusqu'à 1 L ;
- ✚ On place le tube dans le bain marine de la pipette de Robinson à la température 30 °C ;
- ✚ Après 48 s, on prend le 1<sup>er</sup> échantillon et mettre dans le bécher P6. le 2<sup>ème</sup> échantillon on lève après 4 min et 48 s, et mettre dans le bécher P1 ;
- ✚ On placée P6 et P1 dans l'étuve à 105°C pendant 24 h.

Pour calculer le pourcentage de la texture du sol, il faut connue le suivant :

P : la <sup>qté</sup> de l'échantillon en g ;

P1 : la masse d'argile + le sable fin + la solution ;

P2 : La masse d'argile + la solution ;

P3 : la masse du solution ;

P4 : la masse du sable fin ;

### Chapitre III : Matériels et méthode

---

P5 : la masse du sable grosse ;

P6 : la masse d'argile + les matières fin + les matières grosse + la solution

U : le volume de la pipette de Robinson (généralement 20ml)

V : le volume massique du tube 1000 ml

MO :% pour les matière organique.

- ✚ On lesse le restte dans le tube de verre au bain marine de la pipette de Robinson pendant 6 h et 21 min, après sa on prond l'échantillon 3<sup>ème</sup> dans un bécher et en nomer P2, puis en mettre dans l'étuve à 105 °C pendant 24 h. par l'application de la rolation suivent, Nous pouvons connaître la texture du sol.

$$\text{Argil \%} = \frac{(P2 - P3) * v * 100}{u * P}$$

$$\text{Limofin \%} = \frac{(P1 - P2) * v * 100}{u * P}$$

$$\text{Limo gross \%} = \frac{((P6 - P1) * v * 100)}{u * P}$$

$$\text{Sable fin \%} = \frac{P4 * 100}{P}$$

$$\text{Sable gross\%} = \frac{P5 * 100}{P}$$



Image 4 : Pipette Robinson

**III.1.3. Etape de séparation de l'argile au les autres matières :**

Après d'obtenir l'échantillon d'argile, on séparé la à l'aide d'un série des tamis.

**Mode opératoire :**

- ✚ Premièrement, on écraser l'échantillon et le passer sur un tamis de 2 mm, à pour but d'éliminer les grosses granulé de l'échantillon ;
- ✚ Plonger l'échantillon dans de l'eau distillée puis le faire passer sur des tamis de 50 et 40 $\mu$ m successivement ;
- ✚ La quantité obtenue après le tamisage, en faire passer sur un tamis de 2 $\mu$ m, le tamis qui on à utiliser et pelasser sur l'Erlenmeyer de la pompe à vide, nous essayons de remuer avec une brosse pour accélérer le processus ;
- ✚ Le résultat de ce processus ; placez-le dans l'étuve à 105°C pour le sécher.



**Image 5: Tamisage par tamis 50 et 40  $\mu$ m**



**Image 6 : Tamisage par un tamis de 2  $\mu$ m**



**Image 7: L'échantillon après séchage**

#### **III.1.4. Purification de l'argile :**

Nous avons ajouté de l'eau oxygénée V30 et HCL avec agitation et chauffage, puis laver l'échantillon avec de l'eau distillée.



**Image 8 : La forme finale de l'échantillon d'argile**

#### **III.2. Prélèvements et analyse de l'eau :**

Les prélèvements d'eau ont été réalisés au niveau de la station d'épuration (STPE) de la ville de Touggourt.

Les analyses d'eau ont été effectuées dans le laboratoire du Centre de recherche scientifique et technique sur les régions arides (CRSTRA).

### III.2.1. Présentation de STEP de Touggourt :

L'étude de la station a été faite par un bureau d'étude Belge en 1982, mais elle a été mise en service le 20/11/1993, réhabilité en 24/02/2004. La STEP est située dans la commune Tebsebest, dans la région d'Oued Righ, elle est dirigée par l'Office Nationale d'Assainissement (O.N.A.). Elle s'étend sur une superficie de cinq (05) hectares. Celle-ci repose sur un réacteur de type boue activée. La STEP a été dimensionnée pour une capacité de 62 500 équivalent/habitant, ce qui correspond à presque 33 % de la population qui avoisine les 180 000 pour les quatre communes du Grand-Touggourt. La capacité de traitement et qualité requise des eaux usées avant traitement sont : Débit moyen: 9 360 m<sup>3</sup> /j ; Débit de pointe: 3 90 m<sup>3</sup> /h ; Demande biologique en oxygène(DBO): 54g/habitant ; Charge moyenne de DBO/j: 3 375kg/j ; Charge moyenne de DCO/j: 5 625kg/j.



**Image 9 : Image satellite de la STEP de Touggourt**

Les équipements de la station sont :

- + Deux dégrilleurs (manuel et automatique) ;
- + Un dessableur et un déshuileur ;
- + Deux bassins d'aération ;
- + Deux clarificateurs
- + Un épaisseur ;
- + Un lit de séchage de 16 bassins.

### III.2.2. Présentation de la station de CRSTRA :

La station expérimentale milieu biophysique de l'Oued Righ (Touggourt) à été crée en 2007. Elle se situe au sud de la ville de Touggourt sur la limite sud de la commune de Nezla à gauche de la route nationale N°3. La station s'étend sur une superficie de 0.9 hectare.



Image 10 : Image satellite de CRSTRA

La station expérimentale est dotée par :

- ✚ Une station météorologique,
- ✚ Une petite bibliothèque,
- ✚ Un laboratoire de pédologie,
- ✚ Un laboratoire de phytologie,
- ✚ Un laboratoire des analyses de l'eau,
- ✚ Un laboratoire de zootechnie,
- ✚ Un laboratoire vétérinaire,
- ✚ Une mini station d'épuration des eaux usée,
- ✚ Une pépinière

Plusieurs axes de recherche sont menés au niveau de la station :

- ✚ Axe 1 : irrigation des palmeraies ;
- ✚ Axe 2 : salinisation des sols ;
- ✚ Axe 3 : plantes spontanées de la région ;
- ✚ Axe 4 : lutte contre l'ensablement ;
- ✚ Axe 5 : valorisation et protection des zones humides ;
- ✚ Axe 6 : élevage camelin ;

✚ Axe 7 : épuration des eaux.

### III.3. Prélèvement et échantillonnage de l'eau à analyser :

Les échantillons d'eau usée sont prélevés à l'entrée de la station d'épuration de Touggourt. Trois bidons de 5 litres sont remplis puis enveloppés par des sacs en plastique noire et bien fermés pour éviter l'interaction des échantillons d'eau avec les rayons lumineux et la température.



Image 11 : L'échantillonnage

#### III.3.1. Analyse de l'eau :

Les paramètres analysés ont compris :

- ✚ Les paramètres physiques : le pH, l'alcalinité, la conductivité, l'oxygène dissous, le volume des boues pendant 30 min, la turbidité, MES ;
- ✚ La DCO ;
- ✚ La DBO<sub>5</sub> ;
- ✚ Les composés azotés : NT, NTK, NO<sub>2</sub><sup>-</sup>, NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, NH<sub>4</sub><sup>+</sup> ;
- ✚ PT, PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>.

#### III.3.2. La préparation de l'échantillon avant le traitement :

Nous avons préparé l'échantillon avant qu'il ne soit traité avec de l'argile, en utilisant :

- ✚ Bêcher de 3 litre
- ✚ Egouttoir
- ✚ Pompe à vide
- ✚ Papier filtre de 0.45 µm

### **Chapitre III : Matériels et méthode**

---

Nous avons éliminé les impuretés des échantillons avant de commencer le traitement, ensuite nous préparons 6 échantillons pour chacun des quatre critères. Nous étudions leurs effets sur l'efficacité de l'élimination des composés azotés dans les eaux usées à l'aide d'une argile traitée.



**Image 12 : Elimination manuelle des impuretés**



**Image 13 : Infiltration à l'aide d'une pompe à vide**

### **III.4. Le traitement d'échantillon par l'argile :**

#### **III.4.1. Etude de l'influence du pH :**

✚ Produits utilisés :

- 6 Erlenmeyers de 500 ml ;
- 0.3 g d'argile ;
- 500 ml de l'échantillon pour 1 Erlenmeyer ;
- Hcl et NaOH ;
- 6 Bouteille en plastique de 0.5 litre ;
- Les étiquettes ;
- Pipette graduée de 5 ml ;
- Papier filtre 0.45  $\mu\text{m}$  ;

Les appareils utilisés :

- Balance électrique de type PA 214 ;
- Agitateur de type AREC heatingmagneticstirrer ;
- Pompe à vide.

**Mode opératoire :**

- On pèse 0.3 g d'argile qu'on introduit dans Erlenmeyer et ajouté 500 ml d'eau brute ;
- À l'aide du pH-mètre, nous mesurons le pH et Nous le changeons en fonction des valeurs requises en ajoutant de Hcl et du NaOH ;
- Nous agitons le pendant 15 min, à 300 tours/min. Apré sa on lisse de décanté 45 min avant l'infiltration, puis en filtrant à l'aide d'une pompe à vide ;
- Verser chaque échantillon apré l'infiltration dans le Bouteille Dans la fiole du même nom qu'en l'érylen.



**Image 14 : Ajustement des valeurs de pH par NaOH et HCl aux valeurs requises**



**Image 15 : le montage de traitement**

**Tableau 5 : les valeurs de pH de chaque échantillon**

N° d'échantillon	pH1	pH2	pH3	pH4	pH5	pH6	pH EUB
pH	5	6	7	8	9	10	8

### III.4.2. Etude de l'influence de la vitesse d'agitation :

Tableau 6 : Vitesse d'agitation de chaque échantillon

N° d'échantillon	V 1	V2	V3	V4	V5	V6	V EUB
Vitesse d'agitation	250	400	550	700	850	1000	0

### III.4.3. Etude de l'influence du temps de contact :

Tableau 7 : Temps de contact de chaque échantillon

N° d'échantillon	T1	T2	T3	T4	T5	T6	T EUB
Temps de contact (min)	15	30	45	60	75	90	0

### III.4.4. Etude de l'influence de la masse d'adsorbant :

Tableau 8 : Masse d'adsorbant pour chaque échantillon

N° d'échantillon	M1	M2	M3	M4	M5	M6	M EUB
Masse d'adsorbant (g)	0.3	0.6	0.9	1.2	1.5	1.8	0

Après le traitement de tous les échantillons par l'argile et modification de chacun des facteurs précédents, nous avons mesuré la concentration en composés azotés ( $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{NH}_4^+$ , NTK) dans chaque échantillon en appliquant la méthode attribuée à chaque composé.

## III.5. La mesure des concentrations :

### III.5.1. La concentration de NTK :

L'azote Kjeldahl (NTK) est déterminé par minéralisation au sélénium (norme NF EN 25663). La méthode de dosage de l'azote Kjeldahl (NK) permet d'analyser globalement la somme de l'azote organique et de l'azote ammoniacal présent dans l'échantillon.

#### Le principe de cette analyse :

La minéralisation de la matière organique en milieu acide, en présence de catalyseur et à température élevée. On a ajouté d'une solution d'hydroxyde de sodium pour déplacer en ammoniac l'azote ammoniacal formé, puis entraînement à la vapeur (distillation) de l'ammoniac, et en fin dosage par titrimétrie.

#### Les produits utilisés :

- 100 ml de l'eau à analyser

- 10 ml d'acide sulfurique
- 3 g de catalyseur
- Indicateur de Tashiro
- Acide borique
- Hydroxyde de sodium
- Eau distillé
- HCl 0.1 mol/l
- Eprouvette graduée de 100 ml
- Pipette graduée de 10 ml

#### **✚ Les appareils utilisés :**

- Matras Kjeldahl ;
- Unité de minéralisation avec système de récupération des fumées de type Food ALYT IR 600P ;
- Unité d'entraînement à la vapeur (distillation) de type behr S4 ;
- Microburette de 25 ml
- Agitateur de type AREC heatingmagneticstirrer ;

#### **Mode opératoire :**

- ✚ Dans un tube de Matras, introduire 3g de catalyseur et une prise d'essai de 100 ml puis 10 ml d'acide sulfurique.
- ✚ faire bouillir rapidement le contenu du tube, pendant 2 à 3 heures environ dans l'unité de la minéralisation, avec le fonctionnement du système de récupération des fumées ;
- ✚ Après disparition de fumées blanche et le mélange devienne incolore ou légèrement brun, nous avons arrêté la minéralisation, et laisser les tubes refroidir à température ambiante.
- ✚ Faire fonctionner le dispositif de distillation après avoir préparé les solutions nécessaires au fonctionnement du dispositif (NaOH, l'acide borique et l'eau distillé) ;
- ✚ Nous avons mis le tube de Matra à la place qui lui est assignée et mettre l'Erlenmeyer à sa place dans l'unité de distillation ;
- ✚ Nous commençons le processus de distillation et attendons la fin du processus, Ensuite, nous prenons l'échantillon qui a été distillé pour faire le titrage.

### **Chapitre III : Matériels et méthode**

---

- ✚ Avant de commencer le titrage, nous mettons deux gouttes de Tashirol et remplissons la Microburette à 0 avec de HCl à une concentration de 0,1N ;
- ✚ Sous agitation on commence le titrage goutte à goutte au même temps ;
- ✚ Au point de virage on arrête le titrage et on note le volume de HCl utilisé.



**Image 16: Préparation du mélange pour la minéralisation**



**Image 17: Unité de minéralisation avec système de récupération des fumées**



**Image 18 : Unité d'entraînement à la vapeur (distillateur)**



**Image 19 : Montage de titrage**

### **III.5.2. La concentration de $\text{NO}_3^-$ :**

Les nitrates ont été déterminés par la méthode spectrométrie d'absorption moléculaire en présence de salicylate de sodium.

Le dosage des nitrates fait appel à des méthodes relativement complexes avec une grande probabilité de présence de constituants interférents. En présence de salicylate de sodium, les nitrates donnent du paranitrosalicylate de sodium, coloré en jaune et susceptible d'un dosage spectrométrique.

#### **✚ Les produits utilisés :**

- 10 ml d'eau à analyser ;

- Hydroxyde de sodium et Tartrate double de sodium et de potassium ;
- Acide sulfurique ;
- L'eau distillée ;
- Salicylate de sodium ;
- 26 capsules de 60 ml ;
- Eprouvette graduée de 10 ml ;
- Pipette graduée de 5 ml ;
- Plateau perforé ;

#### **✚ Les appareils utilisés :**

- Etuve ;
- Dessiccateur ;
- Spectromètre de type Jenway 6310 ;

#### **Mode opératoire :**

- ✚ A l'aide d'une éprouvette de 10 ml, introduire 10 ml de l'échantillon à analyser, puis 2 ml de salicylate de sodium ;
- ✚ Après cela, mettez les capsules en plateau et mettez-les dans l'étuve à 102 °C jusqu'à ce qu'elles sèchent complètement ;
- ✚ Après le séchage, Placez-le dans un dessiccateur jusqu'à le refroidir complètement,
- ✚ A l'aide d'une pipette graduée de 5 ml, nous ajoutons 2 ml d'acide sulfurique et attendre 10 min ;
- ✚ En utilisant une éprouvette graduée de 10 ml, on à ajouter 15 ml d'eau distillée, puis 15 ml de la solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium qui développe la couleur jaune ;
- ✚ Nous lisons des lectures avec un spectromètre à une longueur d'onde de 415 nm.



**Image 20: Versement de l'échantillon dans lacapsule**



**Image 21 : Séchage et refroidissement**



**Image 22 :Ajout de d'acide sulfurique, l'eau distillée et la solution d'hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium**



**Image 23 : le lecteur des résultats par le spectromètre**

### **III.5.3. La concentration de $\text{NO}_2^-$ :**

Les nitrites ont été déterminés par la méthode au réactif de Zambelli.

Suivant l'origine des eaux, la teneur en nitrites est assez variable. L'acide sulfanilique en milieu chlorhydrique, en présence d'ion ammonium et de phénol, forme avec les ions  $\text{NO}_2^-$  un complexe coloré jaune dont l'intensité est proportionnelle à la concentration en nitrite.

#### **✚ Les produits utilisés :**

- 50 ml d'eau à analyser de chaque échantillon ;

### **Chapitre III : Matériels et méthode**

---

- 26 bottais de verre de 100 ml ;
- L'ammoniaque pure ;
- Réactif de Zambelli ;
- Eprouvette graduée de 50 ml ;
- Pipette graduée de 5 ml ;
- Un plateau en plastique ;

#### **✚ Les appareils utilisés :**

- Haute de type 2-453SSD ;
- Spectromètre de type Jenway 6310 ;

#### **Mode opératoire :**

- ✚ On prendre 50 ml d'eau à analyser à l'aide d'une Eprouvette graduée de 50 ml, et versé le dans le Bouteille de verre jusqu'à terminer tout les échantillons ;
- ✚ Nous mettons toutes les bouteilles en plateau plastique et les mettre dans la haute, et puis on le lance avant d'ouvrir les bouteilles de produits chimiques ;
- ✚ Nous avons ajouté 2 ml de réactif de Zambelli dans chaque Bouteille et on l'agiter légèrement et on laisser au repos 10 min, ensuite on ajoute 2 ml d'ammoniaque ;
- ✚ Nous lisons immédiatement les résultats au spectromètre à la longueur d'onde de 435 nm.



**Image 24 : le versement d'échantillon dans le Bouteille de verre**



**Image 25 : Ajout de réactif de Zambelli et l'ammoniaque**

#### **III.5.4. La concentration de $\text{NH}_4^+$ :**

Les ammoniums ont été déterminés par la méthode de Nessler.

Le choix de la méthode est déterminé par la concentration en ions ammonium qui est très variable et la présence d'ions interférents tels que chlorures, fer, amines, matières organiques, etc.

Le réactif de Nessler (iodo-mercurete de potassium alcalin) en présence d'ions ammonium est décomposé avec formation d'iodure de dimercuriammonium qui permet le dosage colorimétrique des ions  $\text{NH}_4^+$ .

##### **✚ Les produits utilisés :**

- 50 ml d'eau à analyser de chaque échantillon ;
- 26 Bouteilles de verre de 100 ml ;
- Réactif de Nessler ;
- Pipette graduée de 5 ml ;
- Eprouvette graduée 50 ml ;
- Plateau en plastique ;

##### **✚ Les appareils utilisés :**

### **Chapitre III : Matériels et méthode**

---

- Spectromètre de type Jenway 6310 ;

#### **Mode opératoire :**

- ✚ Nous avons utilisé les mêmes bouteilles précédemment avec le même nom, bien sûr après le lavage avec de Hcl de 0.1 N et l'eau distillée pour éviter les erreurs lors de la lecture plus tard ;
- ✚ On prendre 50 ml d'eau à analyser à l'aide d'une Eprouvette graduée de 50 ml, et versé le dans le Bouteille de verre jusqu'à terminer tout les échantillons ;
- ✚ On ajoute 2 ml de réactif de Zambelli à l'aide d'un pipette graduée de 5 ml et mélanger légèrement, Ensuite, mettez toutes les bouteilles dans un plateau en plastique.
- ✚ Nous lisons directement les résultats du spectre à une longueur d'onde de 425 nm.



**Image 26: le lavage des Bouteilles avec de Hcl 0.1 N puis par l'eau distillée**



**Image 27 : Méthode appliquée**

# *Chapitre IV*

*Résultats et discussions*

**IV.1. Détermination de la texture du sol :**

Après l'utilisation de la pipette Robinson et en appliquant la relation pour calculer la proportion de chaque composant de l'échantillon, nous obtenons les résultats suivants:

Limon fine	Limon grossier	Sable fine	Sable grossier	L'argile
60%	0.5%	2.5%	12.5%	20%

Le sable contient une quantité importante d'argile qui atteint les 20%.

**IV.1.1. Le résultat du DRX de l'échantillon d'argile :**

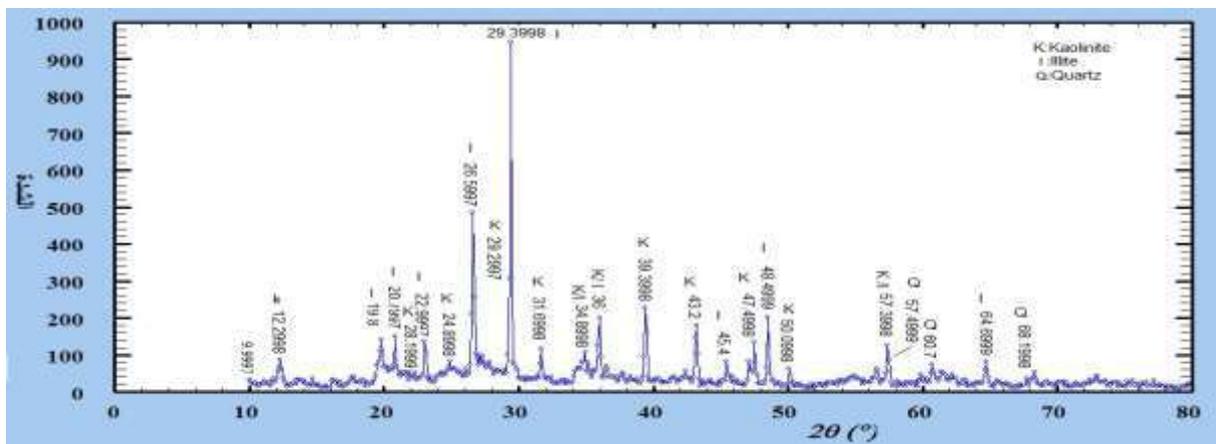


Figure 13: type de DRX d'argile

Tableau 9 : Analyser les résultats du diagramme de DRX de l'échantillon d'argile

Angle de diffraction 2θ (°)	Intensité	Distance espacement (Å°)	Type
9.9997	35	5.9161	/
12.2998	88	9.3808	Kaolinite
19.8	141	11.8743	Illite
20.7997	150	12.2474	Illite
22.9997	137	11.7047	Illite
24.8998	84	9.1652	Kaolinite
26.5997	486	22.0454	Illite
28.1999	47	6.8557	Kaolinite
29.2997	306	17.4929	Kaolinite
29.3998	949	30.8058	Illite

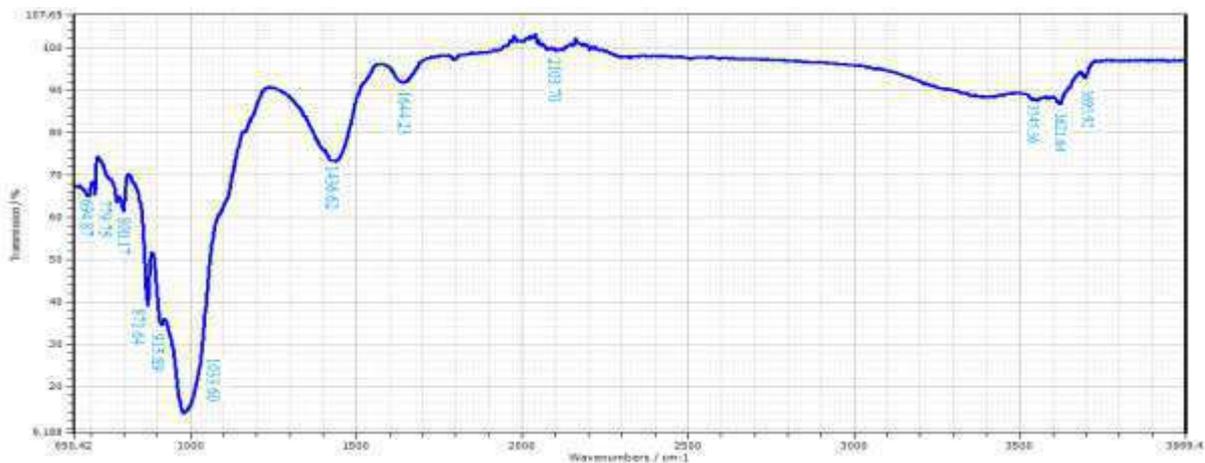
31.6998	117	10.8167	Kaolinite
34.8998	107	10.3441	Kaolinite/illite
36	200	14.1421	Kaolinite/illite
39.3998	227	15.0665	Kaolinite
43.2	181	13.4536	Kaolinite
45.4	84	9.1652	Illite
47.4998	135	11.619	Kaolinite
48.4999	203	14.2478	Illite
50.0998	62	7.874	Kaolinite
57.3998	126	11.225	Kaolinite/illite
57.4999	86	9.2736	Quartz
60.7	74	8.6023	Quartz
64.6999	81	9	Illite
68.1998	40	6.3246	Quartz

**Discussion des résultats:**

D’après la Figure (13) et le Tableau (9), Il a été constaté que l’échantillon est un mélange de 45% de kaolinite et 40% d’élite, avec des traces du quartz 15%. Ces résultats sont presque quantitativement déterminés par d'autres moyens plus précis<sup>[31]</sup>.

**IV.1.2. Les résultats de l'analyse de méthodes spectrales d'échantillons d'argile:**

L’analyse des résultats infrarouges d'un échantillon d'argile:



**Figure 14: Spectre infrarouge pour l’échantillon d'argile**

Tableau 10: Analyse des résultats de la spectroscopie IR pour l'échantillon d'argile

Les bandes $\text{cm}^{-1}$	Interprétations	Composé
694.87	Valence asymétrique de Si-O	Quartz
779.75	Expansion symétrique Si-O	Quartz
800.17	Expansion Si-O-Al	Kaolinite
871.64	Liaison C-O Carbonate de calcium	$\text{CaCO}_3$
915.89	Valence Al---O-H, Vibration interne OH	Illite
1033.60	Valence de vibrations de Si-O	kaolinite
1436.62	En dehors du niveau d'Al-O	Illite
1644.23	H-O-H valence	Présence des particules d'eau
2103.70	C-C valence	Présence des composés organiques
3545.36	O-H valence	O-H libre
3621.64	O-H valence	Illite
3695.92	O-H valence entre les surfaces	Kaolinite/ illite

**Discussion des résultats:**

D'après l'analyse du diagramme IR qui représenté dans le Tableau (10), c'est une mélange entre l'illite et la kaolinite, avec quelques traces de quartz<sup>[31][32]</sup>. les résultats obtenus à partir de cette analyse confirment la validité des résultats obtenus par diffraction des rayons X.

**IV.2. L'élimination des composés azotés par l'argile :****IV.2.1. Effet du pH :**

Conditions opératoires :

pH	T c (min)	V ag (tr/min)	M ad (g)
variable	15	300	0.3

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 11 et la figure 15.

Tableau 11 : Résultats du traitement en fonction pH

	EUB	EUT					
pH	8	5	6	7	8	9	10
<b>NH<sub>4</sub><sup>+</sup></b>	19,28	2,57	1,89	2,75	1,87	2,95	2,85
<b>NTK</b>	280,2	<b>36.42</b>	<b>40.62</b>	<b>42.03</b>	<b>47.63</b>	<b>43.43</b>	<b>37.82</b>
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	0,08	0.03	0.02	0.02	0.02	0.01	0.01
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup>	1,25	0.19	0.26	0.26	0.33	0.47	0.27
NT	300,81	39,21	42,79	45,06	49,85	46,86	40,95

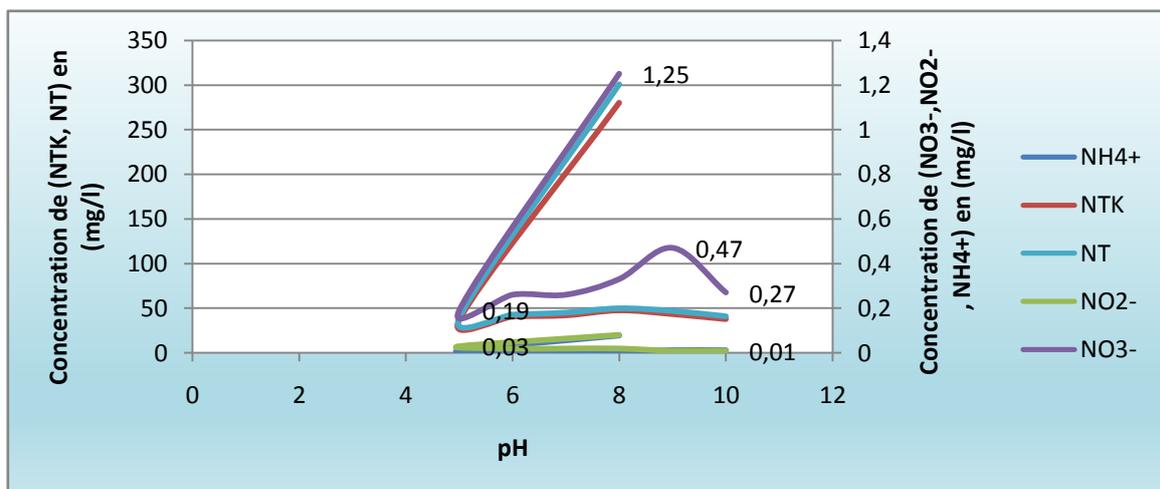


Figure 15 : Traitement en fonction du pH

### Discussion des résultats:

Le pH est un facteur important dans le processus d'adsorption<sup>[31]</sup>. Selon les résultats obtenus et représentés dans le tableau (11) et le figure (15). On constate que d'une façon générale les milieux acides sont plus favorables pour l'élimination de l'azote Kjeldahl et de l'azote total, alors qu'un pH de 8 est plus favorable à l'élimination des ammoniums.

La présence ou l'absence de charge et la nature de la charge de l'ion a apparemment une influence sur le rendement d'élimination. Pour les nitrites et les nitrates les concentrations dans l'eau usée brute sont très faibles ceci explique le fait qu'on n'observe pas une grande différence avec le changement du pH.

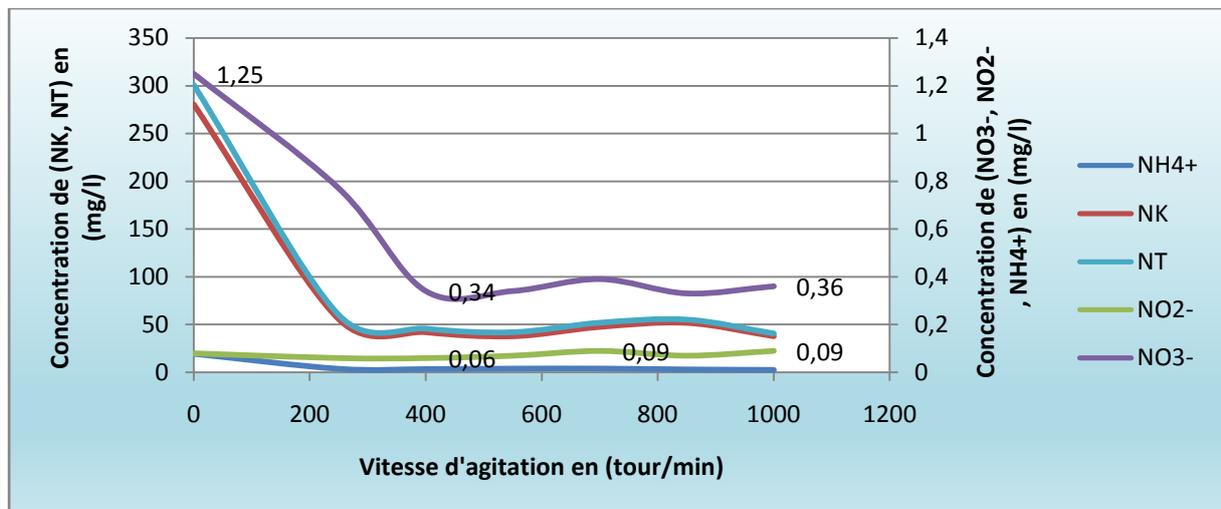
**IV.2.2. Effet de la vitesse d'agitation :**

pH	T c (min)	V ag (tr/min)	M ad (g)
8	15	Variable	0.3

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 12 et la figure 16.

**Tableau 12 : Résultats du traitement en fonction de la vitesse d'agitation**

	EUB	EUT					
vitesse		250	400	550	700	850	1000
<b>NH4+</b>	19,28	3,69	3,43	3,89	3,95	3,05	2,57
<b>NTK</b>	280,2	<b>55.61</b>	<b>42.03</b>	<b>37.82</b>	<b>47.63</b>	<b>51.83</b>	<b>37.82</b>
NO2-	0,08	0.06	0.06	0.07	0.09	0.07	0.09
NO3-	1,25	0.77	0.34	0.34	0.39	0.33	0.36
NT	300,81	60,13	45,86	42,12	52,06	55,28	40,84



**Figure 16 : Traitement en fonction de la vitesse d'agitation**

**Discussion des résultats:**

D'une façon générale l'augmentation de la vitesse d'agitation est plus favorable à l'élimination des ammoniums, de l'azote Kjeldahl de l'azote total, ceci pourra s'interpréter par le fait que la dispersion des particules est plus importante d'où un contact plus important entre les

particules argileuses et les composés azotés. Pour les nitrites et les nitrates on n'observe pas une nette différence car les concentrations dans l'eau usée brute sont très faibles.

**IV.2.3. Effet de la masse d'adsorbant :**

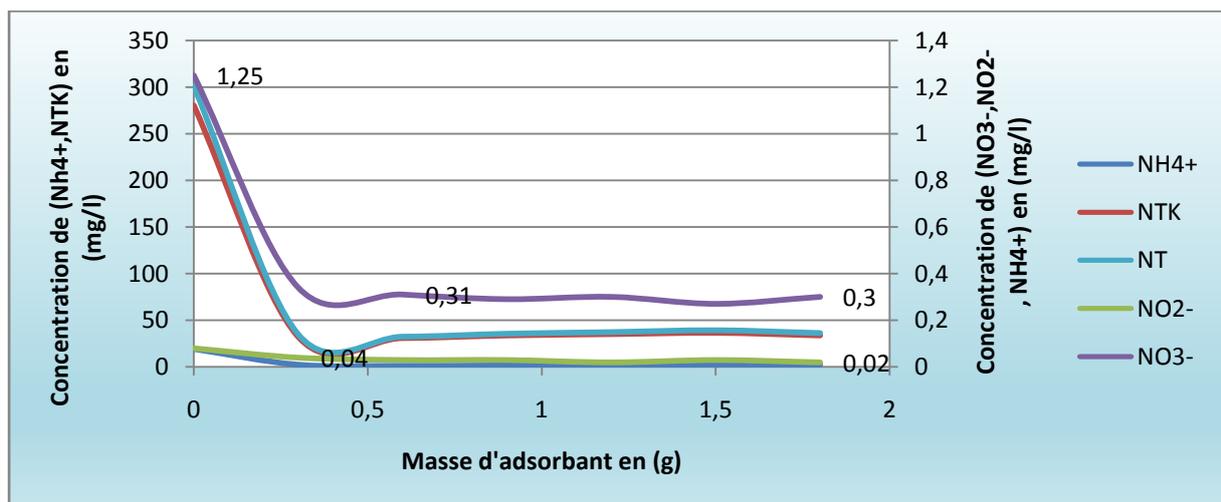
Conditions opératoires :

pH	T c (min)	V ag (tr/min)	M ad (g)
8	15	300	variable

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 13 et la figure 17.

**Tableau 13 : Résultats du traitement en fonction de la masse de l'adsorbant**

	EUB	EUT					
M		0.3	0.6	0.9	1.2	1.5	1.8
<b>NH4+</b>	19,28	2,39	1,25	1,63	1,97	2,55	2,33
<b>NTK</b>	280,2	32,22	30,82	33,62	35,02	36,42	33,62
NO2-	0,08	0,04	0,03	0,03	0,02	0,03	0,02
NO3-	1,25	0,34	0,31	0,29	0,30	0,27	0,30
NT	300,81	34,99	32,41	35,57	37,31	39,27	36,27



**Figure 17: Traitement en fonction de la masse de l'adsorbant**

**Discussion des résultats:**

Une masse de l'adsorbant de 0,6 g est la plus convenable pour l'élimination des ammoniums, de l'azote Kjeldahl de l'azote total, et au-delà de cette masse on n'observe pas une grande amélioration, ceci pourra s'interpréter par le fait que la surface de contact plus optimale et qui correspond à de sites actifs assez conséquent<sup>[31]</sup>.

Pour les nitrites et les nitrates on n'observe pas une nette différence car les concentrations dans l'eau usée brute sont très faibles.

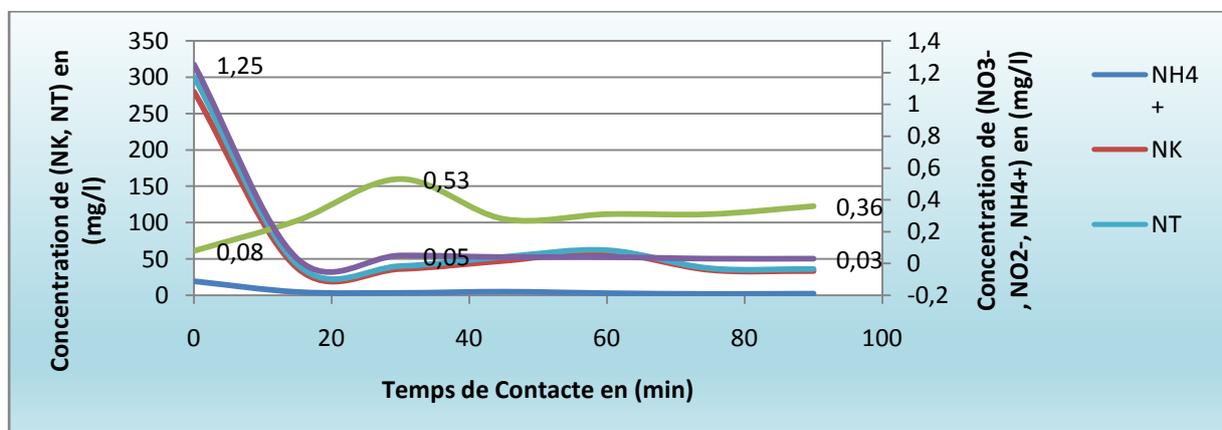
**IV.2.4.L'effet du Temps de contact :**

pH	T c (min)	V ag (tr/min)	M ad (g)
8	Variable	300	0.3

Les résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 14 et la figure 18.

**Tableau 14: Résultats du traitement en fonction du temps de contact**

	EUB	EUT					
(min)		15	30	45	60	75	90
<b>NH4+</b>	19,28	4,61	3,37	5,03	2,97	1,93	2,35
<b>NTK</b>	280,2	<b>37.82</b>	<b>36.42</b>	<b>47.63</b>	<b>58.84</b>	<b>35.02</b>	<b>33.62</b>
NO2-	0,08	0.27	0.53	0.28	0.31	0.31	0.36
NO3-	1,25	0.03	0.05	0.04	0.04	0.03	0.03
NT	300,81	42,73	40,37	52.98	62,16	37,29	36,36



**Figure 18 : Traitement en fonction du temps de contact**

**Discussion des résultats:**

La quantité adsorbée pour les ammoniums, de l'azote Kjeldahl de l'azote total augmente avec le temps de contact, nous observons des bons rendements pour un temps de contact de 90 minutes jusqu'à la saturation. Le temps de contact favorise le déplacement des composés azotés vers plus de sites actifs.

Après saturation, les concentrations devient stablequelque soit le temps de contact.

***Conclusion***

***Générale***

## **Conclusion Générale**

Dans ce travail, nous avons traité les eaux usées de la ville de Touggourt en utilisant une argile de cette région comme matériaux adsorbant, pour réduire les charges de pollution dans cette eau et les réutiliser pour l'arrosage des cultures.

Premièrement, nous avons fait le traitement de l'échantillon d'argile à l'aide d'une pipette de Robinson, afin de déterminer la quantité d'argile claire à partir de l'échantillon total des sols, on a trouvé 20% d'argile pure. Ensuite, nous avons fait passer l'échantillon à travers un tamis de 2 mm, puis 50  $\mu\text{m}$  et 45  $\mu\text{m}$ . Finalement, nous avons fait passer l'échantillon obtenu sur un tamis de 2  $\mu\text{m}$  pour obtenir un échantillon d'argile pure, exempt de poussière et d'impuretés.

Après avoir obtenu l'échantillon d'argile, nous avons identifié leur type, par la diffraction de rayon X et l'infrarouge, elle s'est avéré être un mélange de Kaolinite et d'Illite avec quelques traces de quartz.

La partie traitement de notre travail a consacré l'élimination des composés azotés, nous avons fait le suivi de  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{NO}_2^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ , NTK et NT

Pour obtenir un bon résultat de traitement, nous avons fait le suivi les facteurs qui ont une influence sur le phénomène d'adsorption : le temps de contact, la vitesse d'agitation, la masse d'adsorbent et le pH.

Après traitement, nous pourrions proposer les valeurs suivantes pour une adsorption avec un bon rendement.

- ✿ pH : 8 ;
- ✿ La masse d'adsorbent : 0.6 g pour 500ml d'eau ;
- ✿ Le temps de contact : 90 min ;
- ✿ L'augmentation de la vitesse d'agitation est plus favorable à l'élimination des ammoniums, de l'azote Kjeldahl de l'azote total.

## **Suggestions et recommandations :**

- ❖ Les résultats de cette étude montrent que le matériau argileux a réussi à adsorber de grandes quantités de composés azotés, nous recommandons donc vivement une étude appliquée sur la manière de l'inclure dans le processus de traitement dans les stations d'épuration.
- ❖ Et aussi à travers les résultats, on peut dire que l'activation de l'argile donnera un meilleur rendement de traitement, nous suggérons donc une étude sur la façon de l'activer, et comparons les résultats du traitement après activation avec les résultats de la pré-activation.
- ❖ Nous proposons également, une étude sur la possibilité d'utiliser de l'eau traitée par l'argile dans le domaine agricole (l'irrigation des palmées dattée) et la domaine industrielle (lavage des équipement).
- ❖ Nous proposons comme solution pour le rejet des boues argileux saturés, l'utilisation de ce dernier dans l'industrie de fabrication des briques. Les températures élevées de cette industrie permettent d'éliminer le maximum des polluants.

# *Bibliographie*

## **Bibliographie**

- [1] L. RAHMOUNI, S. BALOUL ; Elimination de la pollution carbonée, azotée et phosphatée des eaux usées de la station Sidi Ali Lebhar avec un réacteur pilote du laboratoire en zone anoxie en tête ; master en hydraulique ; UNIVERSITE DE BEJAIA ; 2013 ; PP : 1.
- [2] R. SEREZLI<sup>1\*</sup>, A TABAK<sup>2</sup>; adsorption of ammonium (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) from aqueous solution by ünye bentonite; *ekoloji* 22, 87, 35-42 ;2013.
- [3] W. BEKELE<sup>1</sup> G. FAYE<sup>1\*</sup>, N. FERNANDEZ<sup>2</sup>; removal of nitrate ion from aqueous solution by modified Ethiopian bentonite clay; research article; *ijrpc* 2014, 4(1), 192-201.
- [4] M. EL OUARDI\*, S. QOURZAL, S. ALAHIANE, A. ASSABBANE, J. DOUCH; effective removal of nitrates ions from aqueous solution using new clay as potential low-cost adsorbent; IBN ZOHR UNIVERSITY, Agadir, Morocco; 2015.
- [5] A. OUAKOUAK ; élimination du cuivre, des nitrates et des phosphates des eaux par adsorption sur différents matériaux ; doctorat en hydraulique urbaine et aménagement ; UNIVERSITE MOHAMED KHIDER-BISKRA ; 2017 ; PP : 41-82.
- [6] RAQUEL V. MAMBRINI <sup>A</sup>, A. L.M. SALDANHA <sup>A</sup>, J. D. ARDISSON <sup>B</sup>, M. H. ARAUJO <sup>A</sup>, F. C.C. MOURA <sup>A\*,1</sup>; Adsorption of sulfur and nitrogen compounds on hydrophobic bentonite; UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS; 8 August 2013.
- [7] Document de base sur la pollution azotée :Air, sol, eau, biodiversité et climat ; Division Protection de l'air et produits chimiques ;Section Qualité de l'air ;3003 Berne ; p3.
- [8] F. REJSEK ; Analyse des eaux - Aspects réglementaires et techniques, Canopé - CRDP de Bordeaux ;2002.
- [9]DEGRÉMONT ; Mémento technique de l'eau ; DEGREMONT SUEZ, 10ème édition ;2005.
- [10]Journal Officiel de la République Algérienne ; Le décret 06-141 du 19 avril 2006, Décret exécutif n° 06-141 du 19 avril 2006 et n° 09-209 du 17 du 11 juin 2009, Arrêté du 2 janvier 2012.
- [11]J. RODIER, B. LEGUBE, N. MERLET, COLL ; l'analyse de l'eau ; 9<sup>e</sup> édition, DUNOD ;2009.
- [12] D. MERIDJA ; Argiles, Chap II adsorption ;Génie des procédés ; UNIVERSITE DE BEJAIA ; PP : Chap I : 1-9, Chap II : 1.

- [13] A.ELHACHMI ; argile et minéraux argileux : propriétés physico-chimiques et propriétés colloïdes ; Master - Chimie Fondamentale ; Université Abdelmalek Essaadi ; 2013 ; PP : 6
- [14] J.M. HUGGETT, CLAY MINERALS, Encyclopedia of Geology, 2005, Pages 358-365
- [15] Y. BENTAHAR ; Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines : Application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse ; Docteur en Sciences de l'UNIVERSITE de Nice-Sophia Antipolis ; 2016 ; PP : 32-41.
- [16] V.ROBITAILLE ; Mécanique des sols ; 1997 pp 79-86
- [17] S. BENDOU ; utilisation des argiles traitées pour la décoloration des bains de teinture ; magistère en génie industriel ; UNIVERSITE MOHAMED BOUGARA BOUMERDES ; 2009 ; PP : 1.
- [18] N.BOUIZIANE ; élimination du 2-mercaptobenzothiazole Par voie photochimique et par adsorption sur La bentonite et le charbon actif en poudre ; magister en chimie analytique, physique et environnement ;UNIVERSITE MENTOURI DE CONSTANTINE ;2007 ; PP : 3-22
- [19] N. CHOUFA ; épuration des eaux usées : l'élimination des micropolluants dans les eaux usées par un matériau argileux ; magister en environnement\_ eau ;UNIVERSITE MOHAMMEDCHERIF MESSAADIASOUK AHRAS ; 2013 ; PP : 12-17.
- [20] F. BOUAZZA ; élimination des polluants organiques par des argiles naturelles et modifiées ; magister en chimie inorganique et environnement ;UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAID – TLEMCEN ; 2012 ; PP : 7-30.
- [21] M. DJEBBAR ; argile de Maghnia : purification et adsorption de polluants ; doctorat en sciences ; UNIVERSITE D'ORAN ; 2014 ; PP : 73.
- [22] F. HERNOT ; l'argile, son utilisation a l'officine ; thèse de doctorat en pharmacie ; UNIVERSITE ANGERS ; 1989 ; pp 14-15
- [23] Rapport wilaya de Ouargla, Les grands carrefours de développement, 2011, p. 12
- [24]E.KOLLER ; aide-mémoire génie chimique ; 3<sup>e</sup> édition 2001, 2005,2009 ; pp 397-424
- [25] K. BOUAZIZ ; Traitement de solutions organiques diluées par couplage Adsorption-oxydation électrochimique ; Doctorat en Génie des procédés et de l'Environnement ; UNIVERSITE DE TOULOUSE ; 2014 ; PP : 42-88.
- [26]N. KANIA ; Utilisations de charbons actifs dans des procédés D'adsorption de Composés Organiques Volatils et des Procédés de catalyse dans l'eau ; docteur en chimie organique et macromoléculaire ; UNIVERSITE D'ARTOIS ; 2010 ; PP : 12.

[27] S. GUESMIA ; l'adsorption des colorants (bleu de méthylène et chrome III) sur la bentonite ; Master en : Génie des Procédés ;UNIVERSITE MOHAMED KHIDER – BISKRA ; 2015 ; PP : 6-14.

[28] N. GHERBI ; Etude expérimentale et identification du processus de rétention des cations métalliques par des matériaux naturels ; doctorat en sciences en génie des procédés ;UNIVERSITE DE CONSTANTINE ; 2008 ; PP : 20

[29] Sakrifa M ; cours procédés de séparation par adsorption ; UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA ;2018.

[30]ISO 11277:2009: Soil quality; Determination of particle size distribution in mineral soil material; Method by sieving and sedimentation.

[31] جمال عطية؛ إزالة التلوث العضوي من مياه الصرف الصحي بمنطقة الوادي باستخدام المعادن الطينية؛ دكتوراه علوم تخصص : كيمياء تحليلية؛2018؛ ص: 61-62.

[32] عيساني عماد و قدور يفتيحة؛ إمكانية إزالة اليون الرصاص  $Pb^{+2}$  في محلول مائي محضر بالطين المحلي لمنطقة تقرت؛ ماستر أكاديمي في الكيمياء التخصص: كيمياء مياه؛ 2018؛ ص: 45.

[1]\*<http://www.fndae.fr/documentation/PDF/fndae25.pdf> 17/04/2019

[2]\*<https://fr.hach.com/cms/regions/europe-west/fr/documents/parameter-downloads/para-1-download-2.pdf> 25/04/2019

[3]\* <https://www.u-picardie.fr/beauchamp/mst/argiles.htm> 20/2/2019

[4]\* [https://www.memoireonline.com/06/15/9140/m\\_Argile-et-mineraux-argileux-proprietes-physico-chimiques-et-proprietes-collo4.html](https://www.memoireonline.com/06/15/9140/m_Argile-et-mineraux-argileux-proprietes-physico-chimiques-et-proprietes-collo4.html) 20/2/2019

[5]\*[https://www.academia.edu/31784965/TRAITEMENT\\_DES\\_GAZ\\_DANGEREUX\\_CAP\\_TES\\_SUR\\_LES\\_LIEUX\\_DE\\_TRAVAIL](https://www.academia.edu/31784965/TRAITEMENT_DES_GAZ_DANGEREUX_CAP_TES_SUR_LES_LIEUX_DE_TRAVAIL)12/04/2019

[6]\* <https://www.academia.edu/19826405/ADSORPTION> 05/03/2019

## Annexe

La préparation des réactifs :

### Réactif de Nessler :

- Bichlorure de mercure 13.55g ;
- Iodure de potassium 36g ;
- Eau distillée 1000 ml.

Dans une fiole jaugée de 1 litre, on place le Bichlorure de mercure et on ajoute 100 ml d'eau distillée puis l'iodure de potassium, on agite jusqu'à dissolution et on complète à 1 litre.

### Hydroxyde de sodium et de tartrate double de sodium et de potassium :

- Hydroxyde de sodium 400g ;
- Tartrate double de sodium et de potassium 60g ;
- Eau distillée 1000 ml.

Dans une fiole jaugée de 1 litre, on dissout les sels dans l'eau et on laisse refroidir et on complète jusqu'à 1000 ml, on conserve la solution préparée dans un flacon en polyéthylène.

### Réactif de Zambelli :

- Acide chlorhydrique 260 ml ;
- Acide sulfaniqué 5 g ;
- Phénol cristallisé 7.5g ;
- Chlorure d'ammonium 135 g ;
- Eau distillée 625 ml.

Introduire dans une fiole jaugée de 1 litre, l'acide chlorhydrique et l'eau distillée, puis y dissoudre l'acide sulfaniqué et le phénol en chauffant légèrement au bain-marie. Après dissolution complète on ajoute le chlorure d'ammonium et on agite jusqu'à dissolution. Après refroidissement on ajuste s'il y a lieu le volume de la solution à 1 litre avec l'eau distillée.

**Mélange catalyseur :** on mélange soigneusement 1000 g de sulfate de potassium et 10 g de sélénium en pastilles.

### Indicateur de Tashiro :

- acide borique 20 g ;
- solution indicateur au rouge de méthyle 10 ml : dissoudre 0.5 g de rouge de méthyle dans environ 800 ml d'eau et diluer à 1 litre ;
- solution de bleu de méthylène 2 ml : dissoudre de bleu de méthylène dans environ 800 ml d'eau et diluer à 1 litre.

## Résumé :

### Le titre de nos études est : l'élimination des composés azotés par adsorption sur une argile locale.

Nous avons fait cette étude sur les eaux usées de la ville de Touggourt, à l'aide d'une argile locale de la même ville. Au début on a déterminé la texture du sol à l'aide d'une pipette de robinson, on observe que le sol contient de 20% des minéraux argileux, puis on détermine les propriétés physico-chimiques de l'échantillon d'argile par l'infrarouge et la diffraction de rayons X, par ce dernier nous sommes venus que l'échantillon d'argile est un mélange entre la kaolinite et l'Illite avec des traces de Quartz.

Les échantillons d'eau ont été prélevés de la station d'épuration des eaux usées de la commune de -Tebsebest- Touggourt, le traitement a été fait dans le laboratoire de l'eau et de sol de la station de (CRSTRA-Touggourt), où nous avons étudié les facteurs influençant le phénomène d'adsorption, et déterminer les valeurs optimales pour chacun, afin d'obtenir le meilleur rendement pour le traitement. Nous avons pris le pH 8 comme valeur optimale, le temps de contact à 90 min, la masse d'adsorbant est de 0.6 g, et d'une façon générale l'augmentation de la vitesse d'agitation est plus favorable à l'élimination des ammoniums, de l'azote Kjeldahl de l'azote total.

**Mots clés :** composés azotés, minéraux argileux, adsorption, eau usée, Touggourt.

## Abstract:

### The title of our study is the removal of nitrogen compounds by adsorption using local clay.

We conducted this study on the wastewater of the city of Touggourt, using the local clay for the city of Touggourt, in the beginning; we determined the soil strength by a Robinson pipette, where it was found to contain 20% of the clay minerals. After that, we examined the physico-chemical properties of the sample using infrared and x-ray diffraction. The results showed that the sample was a mixture of Kaolinite and Illite with some of the effects of quartz.

The water sample was taken from the treatment plant located in municipality of -Tebsebest- Touggourt. Treatment was carried out in the laboratory of water and soil for the scientific research station in (CRSTRA.) We studied the phenomenon of adsorption and the factors influencing it to determine the optimum value for each of them to obtain the best return for treatment.

Where the pH value is 8, the contact time is 90 minutes, and for the amount of adsorbent, it is set to 0.6 g. In general, the increase in the speed of the Shake is more suitable for removing ammonium, such as nitrogen and total nitrogen.

**Keywords:** Touggourt, Wastewater, Nitrogen compounds, Adsorption, Clay minerals.

## المخلص:

### تمثل عنوان دراستنا في إزالة مركبات النيتروجين عن طريق الإمتزاز باستخدام الطين المحلي.

قمنا بهذه الدراسة على مياه الصرف الصحي لمدينة تقرت، باستخدام الطين المحلي لمدينة تقرت. في البداية قمنا بتحديد قوام التربة بواسطة ماصة روبينسون، حيث تبين أنها تحتوي على 20 % من المعادن الطينية، بعد ذلك درسنا الخصائص الفيزيو-كيميائية للعينة باستخدام الأشعة تحت الحمراء وأشعة الحيويد السينية، أظهرت النتائج المتحصل عليها أن العينة عبارة عن مزيج من معدني الكاولينيت والإيليت مع بعض من آثار الكوارتز.

أخذت عينة المياه من محطة المعالجة المتواجدة ببلدية -تبيسبست- تقرت، وتمت المعالجة في مخبر المياه والتربة لمحطة البحث العلمي بمدينة تقرت (CRSTRA)، قمنا بدراسة ظاهرة الإمتزاز والعوامل المؤثرة عليها، وذلك لتحديد القيمة المثلى لكل منها للحصول على أحسن مردود للمعالجة، حيث حددت قيمة ال pH ب 8، زمن التلامس ب 90 دقيقة، أما بالنسبة لكمية الممتز فقد حددناها ب 0.6 غرام، وبشكل عام، الزيادة في سرعة الرج أكثر ملاءمة لإزالة الأمونيوم، كإزالة النيتروجين والنيتروجين الكلي.

**الكلمات المفتاحية:** تقرت، المياه المستعملة، مركبات النيتروجين، الإمتزاز، المعادن الطينية.