



République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement supérieur et de la  
Recherche scientifique

UNIVERSITE KASDI-MERBAH, OUARGLA

FACULTE DES SCIENCES APPLIQUES

DEPARTEMENT DE GENIE DES PROCÉDES

Mémoire

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Technologie

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie chimie

Présenté par : BEKKARI Elghalia

DJEDIRA Wafa

Thème :

**Élimination du plomb par adsorption sur une  
argile locale**

Soutenu publiquement le :

Devant le jury composé de :

LAJAL Signi	Grade, établissement	Examineur
Zighmi Souad	Grade, établissement	Président
BEBBA Ahmed Abdelhafid	Grade, établissement	Encadreur

**Année universitaire : 2022-2023**

# *Dédicaces*

*Avec mes sincères remerciements et ma reconnaissance , je dédie ce travail à toutes les personnes qui me sont chères et qui ont contribué à mon soutien et à mes conseils.*

*A mes chers parents*

*A mes frères et messoeurs*

*A meschers professeurs*

*A ma belle famille*

*A tous ceux qui me sont chers*

*Je dédie cet modeste sujet*

***EL-GHALIA***

# *Dédicaces*

*Louange à dieu, seigneur des mondes, et prières soient sur notre prophète, sa famille et ses compagnons, et ceux qui les ont suivis avec bienveillance jusqu'au jour du jugement*

*Nous remercions dieu tout-puissant qui nous a permis de boire une dose de cette vaste connaissance, car la connaissance n'est complète que faites comme ali bin abitalib a dit*

*Vivez avec la connaissance et ne cherchez pas à la remplacer*

*Les gens sont morts et les gens de savoir sont vivants je dédie le fruit de mes efforts*

*que j'ai toujours souhaité dédier et présenter à celle qui m'a porté alors qu'ils étaient durs et agonisés par ma douleur , à celle qui m'a nourri de sa poitrine et de sa tendresse et j'ai entendu la chanson de la nuit pour moi , jusqu'au premier mot que j'ai prononcé*

**<Ma mère bien-aimée faiza>**

*A celui qui a travaillé dur et lutté pour le surmonter et l'a emporté jusqu'à ce que j'atteigne mon objectif, la lampe qui n'existe pas il est radin pour me donner sa lumière à moi, ce qu'il m'a appris à travers son comportement, des qualités que je chéris*

**<Mon cher père Laroussi>**

*A ceux que les mots ne font pas l'éloge, à ceux qui portent dans leurs yeux des souvenirs de mon enfance mes frères*

**<Rahma-Safwa-Shorouk-Ezzedine-Youssef-Adam >**

*A la personne la plus précieuse et la plus chère, et à celle qui est dans mon imagination et non dans ma note la richesse n'est pas mesurée par l'argent, mais par des amis à qui les lignes sont réduites*

**<Hajar-Ibtisam-Samiha-Kawthar-Sondos>**

*Et à tous ceux que je connais de près ou de loin voisins, grands-parents,tantes,oncles, oncles et tantes et à tous ceux qui portent un titre digne*

# *Remerciements*

*Nous remercions ALLAH le tout puissant de nous a données le courage, la volonté et la patience de mener à terme le présent travail.*

*Ce travail a été réalisé au niveau des laboratoires du génie de l'Eau et de l'Environnement en milieu saharien et laboratoires CRAPC de l'université kasdimarbahouargla, sous la direction du professeur bebbahmedabdelhafid. Nous le remercions pour avoir proposé le sujet et son encadrement , sa disponibilité , sa compétence, ses conseils judicieux et sa patience durant la réalisation de ce mémoire.*

*Nous remercions le comité de discussion, le professeur Lajal Segni et le professeur Souad Zighami.*

*Nous remercions tous les enseignants qui ont contribué à notre formation et à nos conseils durant ce voyage.*

*Nous remercions notre famille de nous avoir soutenu dans l'accomplissement de ce travail .*

*Afin de n'oublier personne, nous adressons nos sincères remerciements à tous ceux qui nous ont aidés à faire ce travail.*

## الملخص:

تمتاز مدينة تقرت بتربة طينية والتي تعتبر كنزا نظرا لأهمية الطين الكبيرة في العديد من المجالات لذلك يهدف عملنا الي معالجة المياه من المعادن الثقيلة وتنقيتها بواسطة طين بلدة عمر باعتبارها مادة طبيعية متواجدة بوفرة وغير مكلفة للإزالة عن طريق ظاهرة الامتزاز. وكبداية العمل تمت تنقية الطين وذلك بأخذ عينة من التربة الطينية من منطقة تقرت وتنقيتها حيث تبين ان الطين هو اساسا من نوع البيت. اجرينا التجارب في محاليل محضرة باستعمال الماء المقطر. الظروف المثلى لامتصاص أكبر كمية من الرصاص هي: سرعة التحريك 300 دورة في الدقيقة، ووقت التلامس 60 دقيقة وكتلة الطين 0.25 غرام و بعد عملية المعالجة يتم استرجاع الرصاص.

**الكلمات المفتاحية:** الامتزاز، الطين، بلدة عمر، الرصاص، المعادن الثقيلة.

## Résumé:

La ville de Touggourt est caractérisée par un sol argileux, qui est considéré comme un trésor en raison de la grande importance de l'argile dans de nombreux domaines. Par conséquent, notre travail vise à traiter l'eau des métaux lourds et à la purifier au moyen de l'argile de la ville Blidet d'Omar, car il s'agit d'un matériau naturel présent en abondance et peu coûteux à éliminer par adsorption. Pour commencer, l'argile a été purifiée en prélevant un échantillon de sol argileux de la région de Touggourt et sa purification, car il a été constaté que l'argile est principalement du type d'Alite. Nous avons mené les expériences dans des solutions préparées à l'aide d'eau distillée. Les conditions optimales pour l'absorption de la plus grande quantité de plomb sont : la vitesse d'agitation est de 300 tours par minute, le temps de contact est de 60 minutes et la masse de l'argile est de 0,25 gramme. Après le processus de traitement le plomb est récupéré.

. Mots clés: adsorption, argile, âge de la ville, plomb, métaux lourds.

.

## Summary:

The city of Touggourt is characterized by clay soil, which is considered a treasure due to the great importance of clay in many areas. Therefore, our work aims to treat water from heavy metals and purify it. by means of clay from the Blidet city of Omar, as it is a natural material present in abundance and inexpensive to remove by adsorption. To begin with, the clay was purified by taking a soil sample clay from the Touggourt region and its purification, as it has been found that the clay is mainly of the Alite type. We conducted the experiments in solutions prepared using distilled water. The optimum conditions for the adsorption of the largest quantity is 60 minutes and the mass of the clay is 0.25 grams. After the process of treatment, the lead is recovered.

Keywords: adsorption, clay, city age, lead, heavy metals.

## **Liste de tableaux**

**Tableau II.1 :** Classification périodique des éléments

**Tableau II.2 :** Caractéristiques physico-chimique du plomb

**Tableau II.3 :** Normes et réglementations relatives aux métaux lourds toxiques.

**Tableau IV.1 :**  $2\theta$  Valeurs relevées pour l'échantillon d'argile

**Tableau IV.2 :** Spectres d'adsorption infrarouge à transformée à de fourier

**Tableau IV.3 :** Propriétés de surface de l'échantillon d'argile étudié

**Tableau IV.4 :** Résultats de l'EDX dispersif aux rayons X pour l'échantillon d'argile.

**Tableau IV.5 :** influence de la vitesse d'agitation.

**Tableau IV.6 :** Influence de temps de contact.

**Tableau IV.7 :** Influence de masse de l'adsorption

### **Liste des figures :**

**Figure I .1:** Isothermetype 1

**Figure I .2:** Isotherme type 2

**Figure I .3:** Isotherme type3

**Figure I.4:** Isothermetype4

**Figure I .5:** Isothermetype5

**Figure I.6 :** allure d'une isotherme de Freundlich

**Figure I.7 :** Eléments structuraux : les tétraèdres et les octaèdres

**Figure I.8 :** Agencement des Tétraèdres et des Octaèdres

**Figure III. 1 :** Etapes de la préparation et de la purification des échantillons d'argile.

**Figure IV.1 :** Courbe de texture du du sol selon la méthode de dépôt

**Figure IV.2 :** Tracé des valeurs de diffraction des rayons X pour un échantillon d'argile

**Figure IV.3 :** Spectre d'adsorption infrarouge à transformée de fourier

**Figure IV.4 :** Courbe d'azote azowarm pour l'échantillon d'argile étudié

**Figure IV.5 :** b-image MEB de la kaolinite, a-image MEB de la lite

**Figure IV.6 :** Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC)

**Figure IV.7 :** influence de la vitesse d'agitation.

**Figure IV.8 :** Influence de temps de contact.

**Figure IV.9 :** Influence de masse de l'adsorbtion

### **LIST Liste des image:**

**image III. 1 :** la situation géographique de la ville de

**image III. 2 :** le lieu de prélèvement

**image III. 3-4 :** ou l'échantillon de sol a été prélevé.

**image III. 5 :** Immersion de l'échantillon de sol dans l'eau

**image III. 6 :** Tamisage de l'échantillon avec un tamis 0,08

**image III. 7:**..Mélange de l'échantillon avec un mélangeur

**image III. 8 :** Lecture hydrométrique

**image III. 9 :** échantillon de sol avant filtrage.

**imageIII. 10 :** échantillon d'argile pure

## Sommaire

Remerciements .....	I
Liste des tableaux .....	.II
Liste des figures .....	III
Liste des images .....	IV
Liste des abréviations .....	V
Sommaire	
Introduction générale .....	1
<b>Chapitre I : Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles</b>	
<b>Généralités sur le phénomène d'adsorption</b>	<b>3</b>
I/Introduction :	3
II/ Les types d'adsorption	3
II-1- L'adsorption physique	3
II-2- L'adsorption chimique	4
III / principaux adsorbants	4
III /1/ principaux adsorbants industriels	4
IV/ facteurs influents sur la capacité d'adsorption	5
1-Surface spécifique	5
2-La nature de l'adsorbat	<b>5</b>
3-La polarité	5
4- le Ph	5
5-la température	5
V/ Isothermes d'adsorption	5
V/1/ isotherme de Langmuir	8
V/2/ isotherme de Freundlich	9
VI/ cinétique d'adsorption	10
VII/ applications	11
<b>Généralités sur les argiles</b>	
I/introductions	11
II/structure et différents types d'argiles	12
III/propriétés des argiles	14
III/1/ L'hydratation et la gonflement	14
III/2/ la densité de charge spécifique	14

III/3/capacité d'échange cationique	15
III/4/ charge des surfaces argileuses	15
IV/caractérisation des argiles	16
V/utilisation des argiles	16
<b>Chapitre II : Généralités sur le plomb</b>	
I/. Généralités sur les métaux lourds.I	18
I/1/ Définition	19
II/Propriétés physico-chimiques du plomb	20
III/Impact sur l'homme et l'environnement	21
IV/Normes et réglementations	22
V/Caractéristique et dosage	22
VI/Utilisations du plomb	23
VII/ Techniques d'élimination du plomb	23
VII/1/déchets d'huile d'olive pour l'élimination des métaux lourds issus des eaux usées	23
VII/2/composites d'oxydes métalliques pour métaux lourds élimination des ions	24
VII/3/matériaux bidimensionnels pour lourds enlèvement de métal	24
VII/4/membranes pour élimination des métaux lourds	24
VII/5/techniques analytiques pour la détection des métaux lourds	25
VII/5/1/techniques spectroscopiques	25
VII/5/2/techniques électrochimiques	25
VII/5/3/autres méthodes	25
<b>Chapitre III : Matériels et méthodes</b>	
I/Introduction	27
II/ site de prélèvement	27
III/ Détermination de la texture du sol	27
IV/Préparation des échantillons d'argile	29
V/Détermination des propriétés physiques et chimiques de l'échantillon d'argile	31
V/1/ Diffraction des rayons X	31
V/1/1/L'appareil utilisé	31
V/1/2/Préparation des échantillons	31
V/1/3/Traitement des données obtenues	31
V/2/Spectromètre d'adsorption infrarouge à transformée de Fourier	31
V/2/1/Appareil utilisé	32

V/2/2/Le principe de fonctionnement de l'appareil	32
V/2/3/Préparation des échantillons	32
V/3/Surface spécifique	32
V/3/1/ Le principe de fonctionnement de l'appareil	32
V/3/2/Le dispositif utilisé	33
V/3/3/ Préparation des échantillons	33
V/4/Microscope électronique à balayage	33
V/4/1/ Le principe de fonctionnement de l'appareil	33
V/4/2/ Préparation des échantillons	34
V/5/Capacité d'échange cationique	34
VI/Préparation de la solution mère de plomb	35
VI/1/Etude de l'influence de la vitesse d'agitation	35
VI/2/ Etude de l'influence du temps de contact	35
VI/3/ Etude de l'influence de la masse d'argile	36
<b>Chapitre VI : Résultats et discussions</b>	
I/Résultats de la détermination des propriétés et du type d'argile	38
I/1/La texture du sol	38
I/2/ propriétés physiques et chimiques de l'argile	38
I/2/1/Diffraction des rayons DRX	38
I/2/2/Spectromètre infrarouge IRFT	40
I/2/3/La surface spécifique SBET	41
I/2/4/La morphologie de l'échantillon par microscope électronique à balayage MEB/EDX	42
I/2/5/La capacité d'échange cationique CEC	44
II/Résultats et discussions de traitement de l'eau	44
II.1: influence de la vitesse d'agitation.	44
II.2 : Influence de temps de contact.	45
II.3 : Influence de masse de l'adsorption	47

# **Introduction Générale**

# Introduction General

---

La présence de métaux lourds dans les rejets industriels pose de sérieux problèmes pour la santé et l'environnement. Ces éléments chimiques en tendance de s'accumuler à long terme dans certains organes des êtres vivants. Il est donc primordial de s'en débarrasser de ces polluants, à la limite, réduire leur quantité en dessous des seuils définis par des normes nationales et internationale [1].

Le plomb présente une grande dangerosité pour l'environnement, et de ses effets secondaires sur la santé humaine sont catastrophiques et ces techniques d'élimination sont coûteuses et difficiles à mettre en œuvre. Dans ce travail, il s'agit de proposer une technique simple et peu coûteuse afin d'éliminer le plomb des eaux destinées à la consommation humaine. La technique choisie est l'adsorption de ce métal sur un matériau abondant dans notre région à savoir l'argile de la région de Blidet-Omar [2].

L'étude des différents paramètres influents sur l'efficacité de l'adsorption vont être étudiés afin de déterminer les meilleures conditions pour obtenir des rendements significatifs.

Le mémoire est composé de deux parties, une théorique et une pratique.

La partie théorique est divisée en deux chapitres :

- 1\_ Généralités sur le phénomène d'adsorption et les argiles.
- 2\_ Généralités sur le plomb et son élimination.

La partie pratique est composée de deux chapitres :

- 3-Matériels et méthodes.
- 4- Résultats et discussion.

Après le processus de traitement le plomb est récupéré.

## **Chapitre I**

### **Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles**

# **Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles**

---

## **Généralités sur le phénomène d'adsorption:**

### **I/Introduction :**

L'adsorption est une technique permettant de séparer des molécules de gaz ou de liquide en les attirant vers un solide poreux. C'est un phénomène de surface impliquant des interactions physiques et chimiques. La rétention des particules se produit principalement sur la surface interne de l'adsorbant. Cette technique est utilisée pour séparer et purifier des molécules dans de nombreux domaines différents : pétrochimie ; Agriculture ; Eaux usées. Ce chapitre introduit les principes théoriques de l'adsorption dans le domaine du traitement des eaux : Matériaux utilisés ; les soldes concernés ; Mécanismes de transmission et comportement dynamique. Récemment, l'adsorption est devenue l'une des méthodes alternatives les plus fiables pour purifier l'eau polluée par des matières organiques non biodégradables et des métaux lourds. C'est un procédé dans lequel les adsorbats sont sélectivement transférés de la phase liquide à la surface de particules rigides insolubles ; suspendu ou compacté dans des matériaux poreux. L'adsorbant le plus couramment utilisé pour éliminer l'empoisonnement aux métaux lourds toxiques et la matière organique est le charbon actif. En général, les applications techniques et économiques ont été les principaux critères de sélection du charbon actif comme adsorbant le plus approprié pour éliminer les contaminants organiques et métalliques de l'eau polluée.[3].

### **II/ Les types d'adsorption :**

#### **II-1- L'adsorption physique :**

La physisorption implique des liaisons faibles de type force de van der Waals, et elle se produit avant que le gaz n'atteigne une pression égale à sa pression de vapeur saturante, à des températures assez basses et proches du point d'ébullition de la phase adsorbée. Elle est non spécifique et généralement réversible, atteignant l'équilibre lorsque les taux d'évaporation et de condensation sont égaux.

## **Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles**

### **II-2- L'adsorption chimique :**

L'adsorption chimique est accompagnée d'une modification profonde de la répartition de charge des molécules adsorbées, qui conduit à la rupture des liaisons chimiques entre l'adsorbant et l'adsorbé. Celle-ci peut être covalente ou ionique. Ainsi, l'adsorption chimique est complète lorsque tous les sites actifs présents à la surface ont établi des liaisons avec les molécules d'adsorbé, impliquant les mêmes types de forces impliquées dans la formation de liaisons chimiques spécifiques. L'adsorption chimique est essentiellement irréversible et produit une monocouche, et la chaleur de l'adsorption chimique peut être mesurée à partir des isothermes et des isobares ; en général, la chaleur de l'adsorption chimique n'est pas constante mais diminue avec l'augmentation de la quantité de gaz adsorbé. Ce phénomène peut provenir de l'hétérogénéité de la surface et de la force répulsive existant entre les molécules adsorbées [4].

### **III / principaux adsorbants :**

Un bon adsorbant doit avoir les qualités suivantes :

- Grande capacité d'adsorption.
- Haute efficacité d'adsorption des substances faibles.
- Concentration.
- Haute sélectivité.
- La capacité de l'adsorbant doit être facilement régénéré et réutilisé.
- Bonne inertie chimique.
- bas prix

#### **III /1/ principaux adsorbants industriels.**

Les principaux adsorbants industriels sont :

- Argile et terre à foulon
- Gel de silice
- Alumine activée et bauxite
- Des tamis moléculaires
- Charbon actif
- Animal Black (obtenu grâce au carbure d'or).

### **IV/ facteurs influents sur la capacité d'adsorption :**

## **Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles**

---

Le bilan d'adsorption entre l'adsorbant et l'adsorbat dépend de plusieurs facteurs, dont les principaux sont listés ci-dessous :

### **1-Surface spécifique :**

L'adsorption est proportionnelle à la surface spécifique de l'adsorbant. La dépendance de la cinétique d'adsorption et la dimension de la surface externe des particules est fondamentale pour le choix de l'adsorbant, or cette surface externe ne représente qu'une partie minime de la surface totale susceptible adsorber. Cette surface totale peut être augmentée par le broyage total du solide et cela multiplie sa porosité totale.

### **2-La nature de l'adsorbat :**

Selon la règle de Lundenius : « moins une substance est soluble dans le solvant, mieux elle est adsorbée ». Par contre, selon les règles de Traube: « l'adsorption à partir des solutions aqueuses, croit quand on parcourt une série d'homologue».

### **3-La polarité :**

Un soluté polaire aura plus d'affinité pour un solvant ou pour l'adsorbant le plus polaire. L'adsorption préférentielle des composés organiques à solubilité limitée dans les solutions aqueuses est importante avec les adsorbants hydrophobes, en revanche elle est n'est pas significative avec les adsorbants polaires très hydrophiles.

### **4-Le ph :**

Le ph a parfois des effets importants sur les caractéristiques d'adsorption. Dans la plupart des cas, les meilleurs résultats sont obtenus aux valeurs de ph les plus basses s'applique à l'adsorption des substances acides.

### **5-La température :**

Le phénomène d'adsorption est endothermique ou exothermique selon la nature du matériau. De nombreuses valeurs d'enthalpie d'adsorption sont présentées dans la littérature ce qui atteste de la variabilité des processus thermodynamiques [5].

### **V/isothermes d'adsorption :**

Les capacités des adsorbants à adsorber les différents constituants d'un mélange constituent le

## Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles

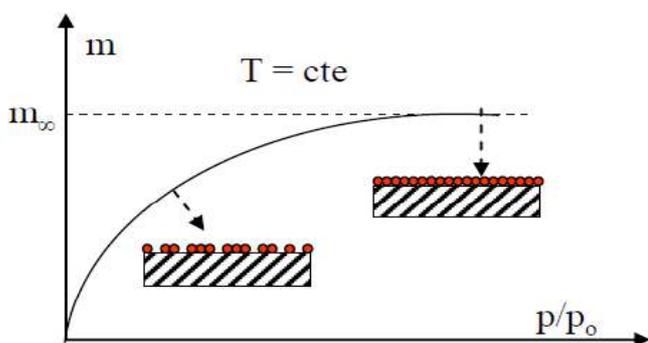
facteur le plus déterminant pour les performances de la plupart des procédés d'adsorption. Il est donc indispensable de bien connaître les propriétés d'équilibre adsorbat-adsorbant pour pouvoir concevoir et réaliser correctement les procédés d'adsorption. Les quantités adsorbées à l'équilibre pour un système adsorbat – adsorbant sont généralement caractérisées par des isothermes d'adsorption déterminées à une température donnée.

Par conséquent, la description mathématique des isothermes d'adsorption est basée sur les principes thermodynamiques de la loi d'action de masse et de la conservation de la matière. Les réactions désorption peuvent donc être décrites par des relations combinant ces deux principes. Une isotherme d'adsorption est la courbe reliant la concentration d'un élément en solution à celle du même élément en phase solide.

Les isothermes de Langmuir et de Freundlich ainsi que le coefficient de distribution sont les plus couramment utilisés comme modèle pour étudier l'adsorption des actions et des anions dans le sol.

Par conséquent, la grande majorité des isothermes peuvent être classées en cinq types en fonction de leur apparence. Il est néanmoins possible de trouver des variantes à chaque type d'isotherme ou des isothermes représentant des combinaisons d'isothermes de type classique.

➤ **Type 1** : c'est le type de Langmuir. La forme est hyperbolique et la courbe  $m = f(p/p_0)$  approche asymptotiquement une valeur limite constante (figure1). Ce type d'isotherme se rencontre lorsque le solide adsorbe une seule couche d'adsorbat et en adsorption chimique.



**Figure1 : Isothermetype 1**

P : représente la pression partielle

P<sub>0</sub>: la tension de vapeur du soluté,

p/p<sub>0</sub>: l'activité ou saturation relative du soluté.

P : représente la pression

## Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles

Partielle  $P_0$ : la tension de vapeur du soluté,

$p/p_0$ : l'activité ou saturation relative du soluté.

➤ **Type 2** : il s'agit du type appelé sigmoïde. La courbe  $m = f(P/P_0)$  admet une asymptote pour  $P/P_0 = 1$ . C'est le type le plus fréquent, la première partie de la courbe correspond à une adsorption mono moléculaire, puis une couche multimoléculaire se forme d'épaisseur indéfinie (figure2).

➤ **Type3**: La concavité des courbes de ce type est tournée vers l'axe des ordonnées (masse). La quantité de gaz adsorbée augmente sans limite jusqu'à ce que  $P/P_0$  tende vers 1 (figure3). Une couche multimoléculaire finie peut se former à la surface de l'adsorbant. La chaleur d'adsorption correspondant à ce type d'isotherme est inférieure à la chaleur de liquéfaction de l'adsorbat.

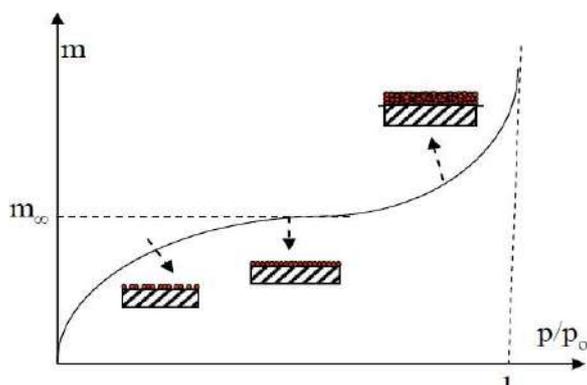


Figure 1.2: Isotherme type 2

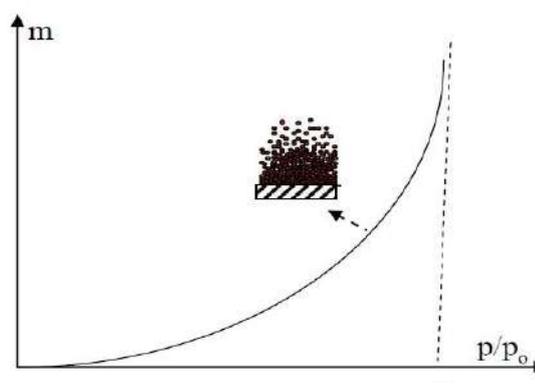


Figure 1.3: Isotherme type 3

**Type 4**: les isothermes de ce type sont similaires à celles du type 2 mais la quantité de gaz adsorbée atteint une valeur finie pour  $P/P_0 = 1$  (figure 4). Dans ce cas, il y a un phénomène de condensation capillaire, le maximum obtenu pour la quantité adsorbée correspond au remplissage complet de toutes les capillarités.

**V-5-Type 5** : les isothermes de ce type ressemblent à celles du type 3 pour les valeurs les plus basses de  $P/P_0$  (figure 5). Pour des valeurs plus élevées de la saturation relative, il y a une ressemblance avec les isothermes du type 4. Il y a condensation capillaire et adsorption de couche d'épaisseur finie.

### V-1-Isotherme de Langmuir

## Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles

Selon les travaux cités par le modèle d'adsorption décrit par *Langmuir* en 1918 est défini par une capacité maximale d'adsorption qui est liée à la couverture d'une seule couche. il n'y a pas d'interactions entre les molécules adsorbées. Son importance dans la théorie de l'adsorption est comparable à celle de la loi des gaz parfaits, pour le cas des gaz.

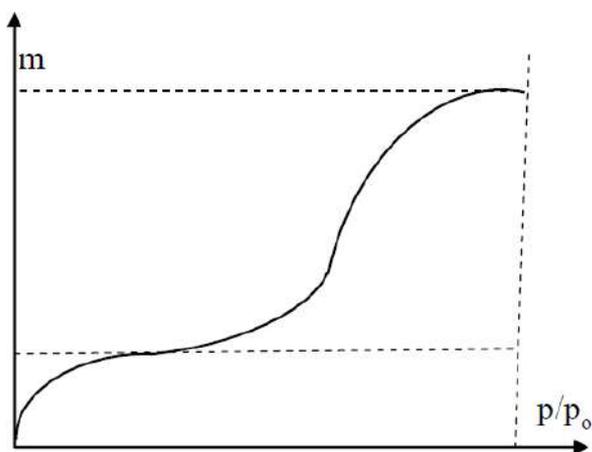


Figure I.4: Isotherme type 4

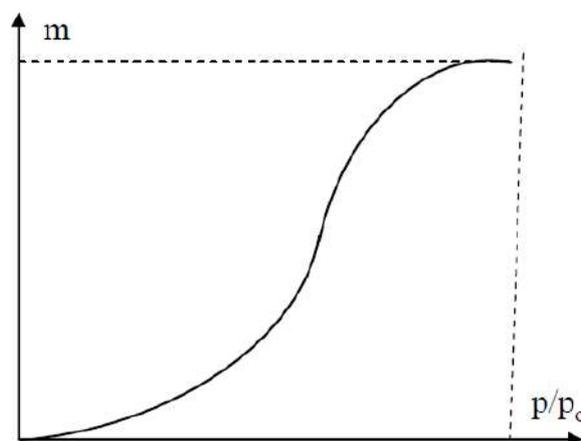


Figure I.5: Isotherme type 5

Ce modèle repose sur les hypothèses suivantes :

- Chaque molécule adsorbée occupe une place localisée site actif.
- Un site actif ne peut contenir qu'une et une seule particule adsorbable.
- Tous les sites sont énergétiquement équivalents.
- Il n'y a pas d'interaction entre deux particules adsorbées sur des sites voisins,

L'adsorption se fait le long d'une couche mono-moléculaire (le nombre des molécules qui arrivent au surface est égal au nombre de molécules qui quittent la surface).

L'isotherme de Langmuir pourrait exprimer l'existence d'un équilibre dynamique entre les molécules qui se fixent à la surface et celles qui quittent la surface.

Il a établi une équation de la forme suivante :

$$q = \frac{x}{m} = q_m \frac{b C_e}{1 + b C_e}$$

$q_m$ : capacité maximale d'adsorption (mg/g).

## Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles

---

$b$  : constante d'équilibre d'adsorption dite constante de Langmuir (l/mg).

$C_e$  : la concentration de soluté à l'équilibre (mg/l).

Pour obtenir les paramètres d'équilibre du modèle de Langmuir ( $q_m$  et  $b$ ), on peut exploiter

L'équation de Langmuir sous la forme linéaire est :

$$\frac{1}{q} = \frac{1}{q_m} + \frac{1}{q_m b} \left( \frac{1}{C_e} \right)$$

### V-2-Isotherme de Freundlich

Le modèle d'adsorption de Freundlich est utilisé dans le cas de formation possible de plus d'une monocouche d'adsorption sur la surface et les sites sont hétérogènes avec différentes énergies de liaison. Il est également souvent utilisé pour décrire l'adsorption chimique des composés organiques sur du charbon actif, à concentrations relativement élevées dans l'eau.

Le modèle de Freundlich a été défini par la relation suivante.

$$q = \frac{x}{m} = k \cdot C_e^{1/n}$$

$q = x/m$ : quantité de soluté adsorbée ( $x$ ) par unité de masse adsorbant ( $m$ ) à l'équilibre

$C_e$ : concentration de la substance restée en solution à l'équilibre.

$K$ ,  $n$ : constantes d'isothermes sont déterminées graphiquement après linéarisation de la relation le Freundlich sous forme logarithmique est :

$$\text{Log} \left( \frac{x}{m} \right) = \text{Log} K + \frac{1}{n} \text{Log} C_e$$

La pente de la droite est la constante  $1/n$  et l'ordonnée à l'origine  $\text{Log} K$ . La figure 6 montre l'allure d'une isotherme de Freundlich.

## Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles

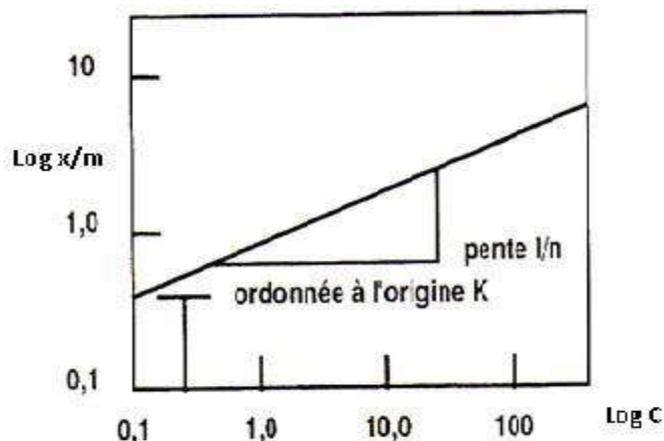


Figure I.6 : allure d'une isotherme de Freundlich.

La constante  $n$  (sans dimension) donne une indication de l'intensité de l'adsorption. Il est généralement admis que des valeurs basses de  $n$  ( $0,1 < n < 0,5$ ) se caractérisent par une bonne adsorption, tandis que des valeurs plus élevées révèlent une adsorption modérée ( $0,5 < n < 1$ ) ou faible ( $n > 1$ ). La constante «  $n$  » est très souvent remplacé par «  $1/n$  » ou facteur d'hétérogénéité. A noter que si  $n$  (ou  $1/n$ ) tend vers 1, l'isotherme devient linéaire donc de type c [6].

### VI /cinétique d'adsorption :

Il est nécessaire de bien connaître les cinétiques d'adsorption lorsque l'on cherche à avoir des prévisions quantitativement correctes des performances des procédés. La maîtrise des cinétiques d'adsorption devient de plus en plus importante avec l'utilisation de cycles de plus en plus rapides des procédés industriels d'adsorption.

Compte tenu de la complexité de la composition et de la structure de la phase solide du matériau, il est important de prendre en compte le temps nécessaire au polluant en solution pour finalement s'équilibrer avec la phase solide. L'allure de la courbe d'atteinte de l'équilibre donne un certain nombre d'informations sur les mécanismes mis en jeu lors de l'adsorption. La variabilité des résultats obtenus selon les auteurs met en évidence la difficulté des études de cinétiques d'adsorption des polluants organiques dans les sols. La plupart des travaux réalisés montrent que l'adsorption est un phénomène rapide où souvent plus de 50% du soluté est adsorbé en quelques minutes. Quelques heures de contact Suffisent généralement pour

## **Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles**

---

atteindre le seuil de rentabilité. D'une manière générale, la vitesse du processus cinétique est déterminée par la vitesse du processus le plus lent.

Il est important de noter que la cinétique d'adsorption dépend de la concentration de l'adsorbant et des caractéristiques physiques et chimiques de l'adsorbant. Des tests ont été effectués pour déterminer l'effet du pH, de la température, de la concentration initiale d'adsorbant, de la taille des particules d'adsorbant et du rapport solide/liquide. L'adsorption des ions Hg (II) augmentait avec l'augmentation du pH et le processus était exothermique. Sur la base de ces études, divers paramètres tels que le coefficient de transfert de masse, ou coefficient de diffusion effective, l'énergie d'activation et l'entropie d'activation ont été évalués pour établir les mécanismes [7].

### **VII/ applications :**

L'adsorption est utilisée pour différentes applications :

- le raffinage des produits pétroliers.
- le séchage ; épuration.
- la catalyse.
- la récupération de solvants et d'alcool dans le processus de fermentation.
- la décoloration des liquides.
- la chromatographie gazeuse (la méthode de fractionnement est basée sur les différences de vitesse d'adsorption de substances différentes ; sur un adsorbant donné[8]).

### **Généralités sur les argilesPartie :**

#### **I/introductions :**

Les matériaux argileux sont généralement des matériaux polyphasés, composés à la fois de phases minérales et organiques. Les phases minérales pures, appelées "minéraux argileux", représentent alors des proportions variables de la matière globale. Cependant, les conditions hydrothermales ont parfois favorisé la formation de matériaux argileux formés de phases d'une plus grande pureté.

Uniquement une formation rocheuse et la matière première qui en résulte, dont les

## **Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles**

---

caractéristiques sont présentées ci-dessous, mais elle définit également une gamme granulométrique comprenant des particules minérales, dont le diamètre des grains est inférieur à deux micromètres ( $<2\mu\text{m}$ ).

Grâce à leurs propriétés physico-chimiques variées : gonflement, propriétés catalytiques, capacité d'échange ionique, acidité de surface, propriétés colloïdales, faible perméabilité, grande plasticité stockage des déchets radioactifs et à vie longue, mais aussi déchets ménagers et industriels, craquage, catalyse hétérogène, cosmétiques, médicaments, nano composites argile-polymères.

Les particules d'argile résultent de la désintégration physique ou mécanique des roches, ou d'une transformation chimique. L'argile, un matériau naturel qui contient généralement des phyllosilicates (silicates stratifiés), est plastique lorsqu'elle est humide et durcit par séchage ou chauffage. Il peut aussi contenir des matériaux n'induisent aucune plasticité (quartz par exemple) et/ou de la matière organique : ce sont des phases associées. Les phyllosilicates ont une particularité originale : leur structure est organisée en plans ioniques successifs. Cela leur donne l'apparence de fines plaquettes épaisses et largement développées dans deux directions de l'espace. La structure cristalline des phyllosilicates peut être imaginée comme une charpente d'anions  $\text{O}_2^-$  ou  $\text{OH}^-$  jointifs dans laquelle les cations sont dispersés[9].

### **II /structure des argiles différents types d'argiles :**

Les argiles sont des aluminosilicates appartenant à la famille des phyllosilicates hydratés. Leur structure cristalline conditionne détermine leurs propriétés chimiques.

L'organisation structurale des phyllosilicates repose sur une charpente d'ions  $\text{O}^{2-}$  et  $\text{OH}^-$ . Ces anions occupent les sommets des assemblages octaédriques ( $\text{O}^{2-}$  et  $\text{OH}^-$ ) et tétraédriques  $\text{O}^{2-}$ . Dans les cavités de ces unités structurales élémentaires, des cations de tailles variables ( $\text{Si}^{4+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) sont logés en position tétraédrique ou octaédrique. Ces éléments s'organisent pour former des feuillets Octaédriques (O) et tétraédriques (T) (figure 7) qui s'agencent pour former des nappes (figure 8) dont l'épaisseur varie de 7 à 14 Å. Les nappes sont séparés par des interfoliaires dits interfoliaires espace dans lesquels sont placés.

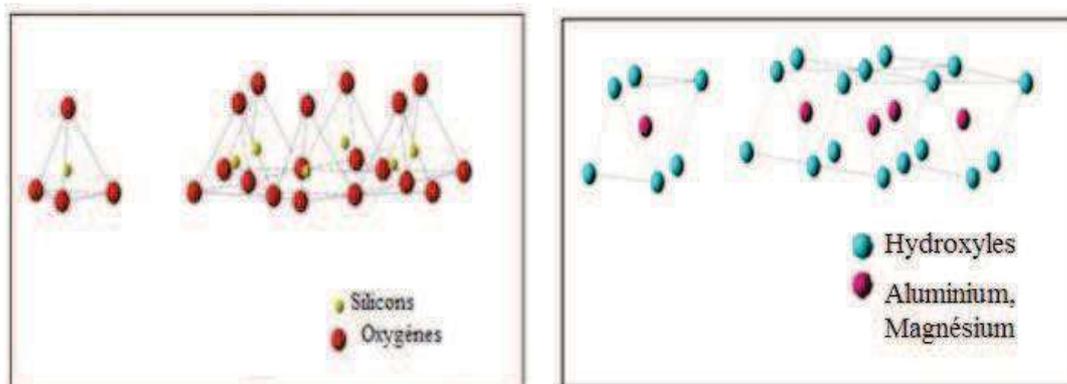


Figure I.7 : Eléments structuraux : les tétraèdres et les octaèdres

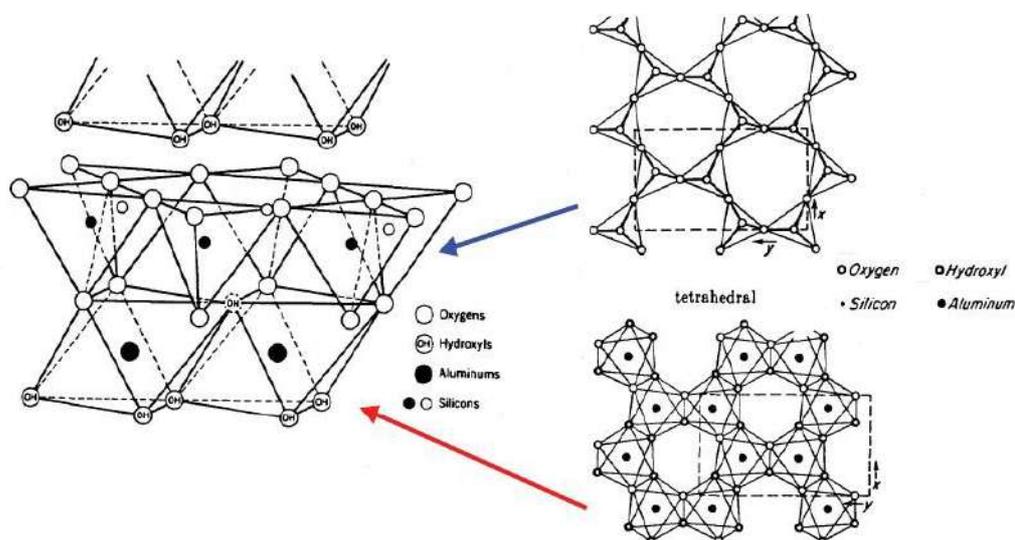


Figure I.8 : Agencement des Tétraèdres et des Octaèdres [10].

Les différents types d'argiles se distinguent par la structure et la composition chimique des feuillets et par les espaces interfoliaires qui varient : espacement et nature des éléments intercalés (eau, cations divers tels que  $K^+$ ,  $Na^+$ ,  $Ca^{2+}$ ).

Les feuillets peuvent être neutres ou chargés négativement, des substitutions isomorphiques peuvent avoir lieu au niveau des couches tétraédriques ( $Si^{4+} \rightarrow Al^{3+}$ ,  $Fe^{3+}$ ) et/ou octaédriques ( $Al^{3+} \rightarrow Mg^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ , ou  $Mg^{2+} \rightarrow Li^+$ ), compensées par des cations qui se logent dans l'espace interfoliaire.

La totalité des cavités tétraédriques est occupée par des cations métalliques, par contre deux taux d'occupations sont possibles pour les cavités octaédriques pour lesquelles on distingue :

## **Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles**

---

- Les phyllosilicates di-octaédriques : pour lesquels 2 cavités octaédriques sur 3 sont occupées par un ion métallique trivalent tel que:  $Al^{2+}$  ou  $Fe^{3+}$ .

- Les phyllosilicates tri-octaédriques : où tous les octaèdres sont occupés par un cation bivalent de type  $M^{2+}$  ( $Mg^{2+}$ ).

Du fait de la substitution des ions  $Si^{4+}$  par les ions  $Al^{3+}$  dans la couche tétraédrique (illite et beidellite), et des ions  $Al^{3+}$  par des ions de valences inférieures comme  $Mg^{2+}$  dans la couche octaédrique (montmorillonite), des charges non compensées sont produites entre les feuillets et sont responsables à 80% de la capacité d'échange cationique (CEC). L'équilibre des charges n'étant pas atteint, la neutralité électrique sera alors assurée par des cations compensateurs ( $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ) qui servent de lien entre les feuillets.

Les feuillets adhèrent les uns aux autres par l'intervention des forces de cohésion (force de Van der Waals) et éventuellement des liaisons hydrogène s'établissant entre les groupements hydroxyles de la couche octaédrique et les atomes d'oxygène de la couche tétraédrique des feuillets adjacents. L'ensemble feuillet – espace interfoliaire est appelé "unité structurale" et l'épaisseur de celle-ci, nommée "distance basale", constitue une caractéristique essentielle des différents minéraux.

### **III/propriétés des argiles :**

#### **III/1/L'hydratation et le gonflement**

Le phénomène d'hydratation génère le phénomène de gonflement par augmentation du nombre de couches d'eau de solvation des cations de compensation dans l'espace interfoliaires. Le gonflement à un degré qui est fonction de la nature de l'argile, de la nature des ions fixés sur l'argile, la molécule d'eau se dissimule en elle par trois possibilités de contracter les liaisons:

- c'est dipôle, alors il peut établir des liaisons de caractères électrostatiques.
- Les deux hydrogènes assurent la formation des liaisons d'hydrogènes.
  - Son atome d'oxygène possède deux paires d'électrons seuls (orbitale  $Sp^3$ ) ; ce qui permet de former des liaisons de coordination.

#### **III/2/La densité de charge spécifique:**

La densité de charge spécifique est le rapport entre la capacité d'échange cationique (CEC) et la surface spécifique  $S$  de la particule d'argile. Deux types de charge existent dans les milieux argileux:

## Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles

---

- Une charge permanente ou structurale liée aux substitutions ioniques ( $\text{Al}^{3+}$  pour  $\text{Si}^{4+}$  dans la couche tétraédrique;  $\text{Mg}^{2+}$  ou  $\text{Fe}^{2+}$  pour  $\text{Al}^{3+}$  dans la couche octaédrique),
- Une charge de surface variable selon le pH du milieu aux réactions chimiques qui se produisent à la surface des minéraux.

L'augmentation de la densité de charge spécifique réduit le gonflement ou la pression de gonflement des matériaux argileux. Cette augmentation entraîne l'attraction des ions, ce qui va donc provoquer une diminution de son épaisseur.

### III/3/Capacité d'échange cationique:

Les minéraux argileux peuvent avoir des charges variables induites par des substitutions isomorphes, qui pouvant être tétraédrique ( $\text{Si}^{4+}$  par  $\text{Al}^{3+}$ ) ou octaédrique ( $\text{Al}^{3+}$  par  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  ou bien  $\text{Mg}^{2+}$  par  $\text{Li}^+$ ), créant un déficit de charges positives au sein du cristal. Ce déficit de charges positives au sein de la structure des argiles est compensé par la présence de cations interfoliaires (ex :  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ , ...) échange avec les cations de la solution extérieure. La concentration des actions échangeables est appelée cationique, souvent mesurée comme l'équivalent de tous les 100 grammes d'argile.

### III/4/Charge des surfaces argileuses:

La charge des surfaces argileuses est connue par les travaux de Brindley et Bailey. Cette charge est variable et dépend de la structure du feuillet. Dans le cas de la kaolinite, le feuillet est toujours neutre. Sa capacité d'échange cationique est très faible. Les feuillets adhèrent les uns aux autres par l'interaction des forces de Van Der Waals. Pour les Smectites, le feuillet est chargé négativement à cause des substitutions isomorphes. Ces argiles ont une forte capacité d'échange cationique. Enfin pour l'illite, les couches ont une charge globale négative, supérieure à celle des smectites. La différence fondamentale avec les smectites

Réside dans le fait que les ions compensateurs (potassium) ne sont que très peu échangeables, ce qui donne une capacité d'échange cationique [5].

# **Chapitre I Généralités sur la phénomène d'adsorption et les argiles**

---

## **IV/caractérisation des argiles :**

La compréhension des phénomènes de rétention et de transfert des polluants dans les argiles nécessite une connaissance précise de la composition des argiles étudiées. Ces connaissances devraient permettre à terme d'établir des relations entre la composition des argiles et leur comportement vis-à-vis des polluants étudiés. Ainsi, dans ce travail, différentes méthodes physicochimiques ont été utilisées pour assurer caractérisation la plus fine possible des argiles étudiées.

- 1) Analyse minéralogique (DRX)
- 2) Analyse par spectrométrie fluorescence X
- 3) Analyse granulométrique par sédimentation
- 4) La Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

4.1. Principe et appareillage

- 5) Surface spécifique
- 6) capacité d'échange cationique
- 7) Analyse thermogravimétrie(ATG) [11].

## **V/Utilisation d'argile :**

- En pharmacie :smectites (entre dans la préparation de Smecta).
- Traitement des eaux.
- Décontamination des sols contaminés par les éléments radioactifs (cas de Cs<sup>137</sup> après l'accident de Tchernobyl) [12].

## **CONCLUSION:**

L'argile est l'une des utilisations simples , faciles peu coûteuses et non traditionnelles pour éliminer les métaux lourds par le phénomène d'adsorption.

**Chapitre II :**  
**Généralités sur le plomb**

## Chapitre II Généralités sur le plomb

### I/. Généralités sur les métaux lourds :

Les métaux lourds dont le plomb fait partie sont les éléments métalliques naturels dont la masse volumique dépasse 5g/cm<sup>3</sup>. Ces éléments se trouvent le plus souvent dans l'environnement sous forme de traces . Les métaux lourds toxiques présentent un intérêt particulier dans le traitement des eaux usées industrielles [13].

Le tableau périodique de la tableau 1.montre la position des métaux lourds dont a densité est supérieure à 5.

<b>Bloc S</b>												<b>Bloc p</b>					
H		■ Métaux lourds de densité > 5															He
Li	Be											B	C	N	O	F	Ne
Na	Mg	<b>Bloc d</b>										Al	Si	P	S	Cl	Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I	Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At	Rn
Fr	Ra	Ac	<b>Bloc f</b>														
Lanthanides		Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
Transuraniens		Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Cf	Bk	Es	Fm	Md	No	Lr		

**Tableau II.1** Classification périodique des éléments [14].

## Chapitre II Généralités sur le plomb

---

### I.1.Définition :

Le plomb un élément rare dans l'environnement, la production mondiale du plomb s'est accrue considérablement depuis 1945 . C'est un métal bleu grisâtre, malléable et ductile; employé pour des applications très disparates depuis l'antiquité. est très souvent associé au zinc dans les minerais mais aussi à de nombreux autres éléments: Fe, Cu, Cd, Bi, Sb, Ge, As, Ag, Au qui sont en grande partie (sauf Fe) récupérés lors des opérations métallurgiques .

Les minerais de plomb proviennent d'une coproduction du traitement du minerai de cuivre, de zinc ou d'autres métaux, le principal minerai du plomb est la galène (PbS) très souvent associée à la blende et à la pyrite [15].

Parmi les sources naturelles primaires de rejet du plomb, on compte l'activité volcanique et l'érosion naturelle des dépôts de plomb. En raison de sa présence naturelle dans l'environnement, il est également présent de façon naturelle dans les aliments, à de faibles concentrations, suite à son absorption dans le sol par les plantes, dans l'eau et les sédiments par les poissons, et chez les plantes et les animaux qui consomment des plantes et d'autres animaux. Dans les milieux naturels, on trouve rarement le plomb dans sa forme élémentaire, mais il est combiné à d'autres éléments sous forme minérale, et il coexiste également avec d'autres métaux dans les gisements de minerais.

D'autres processus naturels, comme la dégradation et l'érosion du sol (contenant entre 50 et 75 mg de plomb par kg de sol) et les feux de forêt, contribuent de façon significative à la libération de plomb. Mais généralement, ces processus naturels ne conduisent que rarement à des concentrations élevées de plomb dans l'environnement. Le tableau 1 présente quelques valeurs des sources d'émission atmosphérique naturelle du plomb [16].

Le plomb est par ordre d'importance le 36ème élément constituant l'écorce terrestre. Est l'un des métaux les plus anciennement et les plus largement utilisés par l'homme. Sa toxicité est connue depuis l'antiquité et elle est toujours d'actualité. Le plomb peut se trouver dans l'eau, les sols et l'air, lors de la corrosion des tuyauteries en plomb des systèmes de transport d'eau suite à des rejets industriels et à cause de son utilisation dans les essences. Le plomb ne peut être détruit, il peut seulement changer de formes.

Les eaux résiduaires de certaines industries en Algérie contiennent le plomb à des teneurs largement supérieures aux normes, de tels rejets peuvent causer des effets indésirables aussi bien vis-à-vis de la faune aquatique que de la flore [17].

## Chapitre II Généralités sur le plomb

### II/Propriétés physico-chimiques du plomb :

#### Propriétés physiques :

Le plomb est métal de couleur gris, bleuâtre. Il est solide dans les conditions habituelles de température et pression. Son point de fusion est assez bas, environ  $327,46\text{C}^\circ$ . Il est malléable, déformable, souple, et résiste bien à la corrosion et aux ultra-violet (UV). En revanche, il conduit mal l'électricité [16].

#### Propriétés chimiques.

Le symbole du plomb est Pb. Il fait partie de la famille du carbone et du silicium. Son Numéro atomique est 82 et sa masse atomique est de 207,19. Il est attaqué par l'acide nitrique. Il est peu réactif les différents éléments chimiques, mais peut tout de même se combiner avec différents atomes et donner divers composés : oxyde de plomb ( $\text{PbO}$ ,  $\text{PbO}_2$ ), carbonate de plomb, chromate de plomb [18].

#### Caractéristiques physico-chimique du plomb [19]. Tableau II.2 :

Numéro atomique	82
Masse atomique	207,2 +- 0,1u
Masse volumique	11,35g.cm <sup>-3</sup> (20C°)
Température de Fusion	327,46 C°
Température d'ébullition	1749 C°

## Chapitre II Généralités sur le plomb

---

### III/Impact sur l'homme et l'environnement :

Le plomb : ce métal est un toxique cumulatif. Généralement 10 % du plomb des solutions aqueuses sont absorbés par voie intestinale chez l'adulte mais peut être supérieure à 50 % chez l'enfant de moins de 5 ans. Une fois absorbé, 90 % du plomb pénétré dans le sang s'accumule dans les tissus osseux où il prend la place du calcium et de la vitamine D. La libération progressive de ce métal dans le corps provoquera des troubles plus au moins graves, les principaux organes touchés sont les systèmes nerveux, sanguin et rénal.

Les enfants exposés de manière prolongée à des faibles doses de plomb peuvent développer le saturnisme<sup>10</sup>. Le plomb perturbe la biosynthèse de l'hémoglobine et diminue la durée de vie des globules rouges par altération de la membrane. Il provoque des douleurs abdominales, constipations, encéphalopathie avec baisse de performances aux tests psychométriques, déficiences intellectuelles, syndromes d'hyperexcitations, anémie et stagnation de la courbe de croissance.

Chez les adultes des fortes doses de plomb peuvent induire des troubles de reproduction, des insuffisances rénales qui se manifestent par des urémie et créatinémie, désaffections du foie, des anorexies, des anémies, des encéphalopathies et des troubles neurologiques, visuels et digestifs (vomissements et crampes abdominales). Lorsqu'elle bloque les groupes thiols libres des enzymes, il en résulte une maladie du sang qui se manifeste par une fatigue, une perte d'appétit, des coliques douloureuses, une blancheur de la peau, un affaiblissement des muscles, des convulsions, une hypercinésie, des états de psychoses et parfois une lésion plombique<sup>11</sup>. Le plomb traverse facilement la barrière placentaire et s'accumule dans l'os fœtal, il augmente par conséquent l'incidence des fausses couches et la toxicité fœtale.

Une consommation journalière de 1 mg de plomb peut provoquer avec le temps la mort subite de l'homme.

Chez les animaux, un taux élevé de plomb provoque une augmentation de l'urée, la créatinine et le glucose dans les urines, une baisse du poids des reins et du poids corporel. La vie aquatique peut être perturbée à partir de 0.1 mg/l de plomb car des effets toxiques peuvent se manifester chez les poissons à partir d'une concentration de 1 mg/l, toutefois l'action toxique est variable selon l'espèce et le degré de minéralisation de l'eau. A fortes doses, ce métal provoque l'asphyxie des poissons, effet qui diminue avec le taux de calcium dans l'eau. L'activité des bactéries aérobies est complètement arrêtée à des doses supérieures

à 0.1 mg/L.

## Chapitre II Généralités sur le plomb

Chez les plantes, des concentrations élevées de plomb peuvent inhiber la croissance cellulaire et empêcher la synthèse de la chlorophylle [20].

### IV/Normes et Réglementations:

La toxicité des métaux lourds a conduit les pouvoirs publics à réglementer leurs émissions dans l'environnement à travers la fixation de concentrations limites dépendant de l'usage de l'eau, comme le résume le tableau 03 : [20].

**Tableau II.3 : Normes et réglementations relatives aux métaux lourds toxiques.**

Normes Métal	AEP			Irrigation (mg/l) 12
	OMS	CEE	AFNOR	
Mercure (mg/l)	0.001	0.001	0.001	-
Plomb (mg/l)	0.1	0.05	0.05	5
Argent (mg/L)	-	0.01	0.01	-
Cadmium (mg/l)	0.01	0.005	0.005	0.01

### V/ Caractéristique et Dosage :

Le plomb existe sous forme organique ou inorganique ; la presque totalité des expositions industrielles ou environnementales au plomb impliquent des formes inorganiques (ex. PbO) [21].

Pour le dosage des ions plomb, après procédés d'adsorption et coagulation-floculation et selon les moyens qui sont disponible au niveau de notre laboratoire (LARHYSS), nous avons opté pour la méthode potentiométrique. Il s'agit d'une méthode rapide, fiable et facile à utiliser. De ce fait, le dosage du plomb dans les échantillons d'eau a été réalisé en utilisant une électrode combinée spécifique (CONSORT, ISE 30B) pour le dosage des ions Pb<sup>2+</sup>. Cette électrode a été branché à un pH mètre (CONSORT p800) afin de mesurer le potentiel de l'échantillon [16].

### **VI/ Utilisations du plomb :**

L'utilisation du plomb est directement liée à la métallurgie, avec deux pics notables : sous l'empire romain pour la production de la monnaie, les canalisations et la vaisselle ; et pendant la révolution industrielle, le plomb a trouvé des applications dans l'agriculture, l'imprimerie, les peintures et les carburants automobiles. Depuis 1970 sa principale utilisation par les pays de l'Organisation de Coopération et de Développement Economiques (OCDE), qui en sont de loin les premiers consommateurs, est liée à la production de batteries et d'accumulateurs (75 % de la consommation en 2000 [15]).

### **VII/Techniques d'élimination du plomb :**

Il existe un grand nombre de procédés applicables à l'enlèvement et /ou à la récupération des métaux présents dans les effluents industriels. Ces procédés peuvent être regroupés arbitrairement en sept catégories distinctes :

Enlèvement des métaux des effluents industriels :

- précipitation et Co précipitation ;
- adsorption et biorécipitation ;
- électrodéposition et électrocoagulation ;
- cémentation ;
- séparation par membranes ;
- extraction par solvant ;
- échange d'ions.

#### **VII/1/ Déchets d'huile d'olive pour l'élimination des métaux lourds issus des eaux usées:**

L'Espagne est le plus grand pays oléicole au monde , l'huile d'olive est considérée un produit très sain ,particulièrement dans les régions méditerranéennes .

L'huile d'olive est produite de l'olive qui est le fruit de l'olivier. Cependant, les industries dédiées à production d'huile d'olive (moulins à huile, usines d'extraction de grignons d'olive, entre autres) générer une grande quantité de résidus solides et de sous -produits . D'autre part, la contamination de l'eau par les métaux lourds est un problème important à l'échelle

## **Chapitre II Généralités sur le plomb**

---

mondiale. Dans un effort pour apporter une solution à ces problèmes, sous-produits et déchets de la culture de l'olivier, le ramassage des olivier et l'extraction de l'huile d'olive ont été explorés en tant que matériaux à faible coût dans l'élimination des métaux lourds des milieux aqueux. L'objectif de ce chapitre est de fournir un résumé des principaux résultats des études de recherche récentes.

1. La taille des oliviers comme biosorbant des métaux lourds de solutions aqueuses.
2. Pierre d'olive comme biosorbant de métaux lourds de solutions aqueuses.
3. Grignons d'olive et tourteau d'olive comme biosorbants de métaux lourds issus de solutions aqueuses.

### **VII/2/ Composites d'oxydes métalliques pour métaux lourds élimination des ions:**

La contamination par les métaux lourds est une préoccupation majeure de nos jours en raison de problèmes environnementaux et effets dangereux sur les êtres humains, les organismes vivants et écosystème, il est donc primordial de concevoir des stratégies pour la lourde élimination des ions métalliques qui sont réalisables et économiques avant de décharger les eaux usées telles que les eaux usées industrielles dans l'environnement.

### **VII/3/Matériaux bidimensionnels pour lourds enlèvement de métal :**

1. Mécanisme d'élimination des ions de métaux lourds.
2. Différents types de matériaux bidimensionnels pour le lourd enlèvement de métal.
  - a- Matériaux bidimensionnels à base de graphène
  - b- Dichalcogénures
  - c- Des minéraux argileux
  - d- Hydroxydes doubles en couches
  - e- Zéolithes en couches
  - h- Autres matériaux bidimensionnels

### **VII/4/Membranes pour élimination des métaux lourds :**

La contamination des masses d'eau des activités industrielles est un problème bien connu confronté à des pays du monde entier, exigeant la gestion de ses effluents. Dans ce contexte, les processus de séparation de la membrane, comme électrodialyse, jouent un rôle important, car ils permettent de supprimer.

## Chapitre II Généralités sur le plomb

---

### .1.électrodialyse

a-Electrodialyse appliquée à l'élimination des métaux

b- paramètres d'évaluation et de contrôle

c- Utilisation dans l'industrie de la galvanoplastie

d- Utilisation dans l'industrie minière et de traitement des minéraux

e-Considérations finales [22].

### **VII/5/. Techniques analytiques pour la détection des métaux lourds:[22].**

la but de cette section est de discuter des différentes méthodes disponibles pour la quantification des métaux lourds dans les eaux, elles ont été regroupées en deux grandes familles, les techniques spectroscopiques et électrochimiques et une dernière section comprenant des techniques largement utilisées qui ne rentrent exactement dans aucune des deux autres.

#### **VII/5/1/ Techniques spectroscopiques:**

1. Spectroscopie d'adsorption atomique.
- 2.Spectrométrie de fluorescence atomique.
  3. Spectrométrie d' émission atomique.
  - 4.Plasma à couplage inductif spectrométrie de masse.
  5. Spectroscopie de claquage induit par laser.
6. Fluorescence X.

#### **VII/5/2/ Techniques électrochimiques:**

1. Techniques potentiostatiques.
2. Chronopotentiométrie de décapage galvanostatique.
3. Electrochimiluminescence.

#### **VII/5/3/ Autres méthodes:**

- 1.Chromatographie ionique .
2. Spectroscopieraman améliorée en surface.
3. Méthodes bio.

### **conclusion:**

Les métaux lourds présentent de grands risques pour la santé humaine et l'environnement, car ils provoquent des maladies graves et nocives, en particulier le plomb . Dans ce chapitre nous avons étudié les propriétés physiques et chimiques du plomb et son impact sur la santé humaine, les risques et les utilisation par conséquent, notre le travail vise à rechercher des moyens modernes et simples de s'en débarrasser.

**Chapitre III :**  
**Matériels et les méthodes**

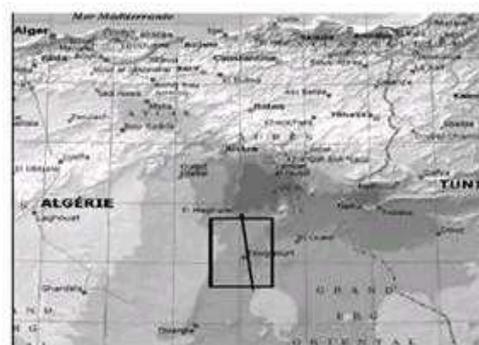
## Chapitre III Matériels et les Méthodes

**I/Introduction :** Afin d'exploiter l'argile pour le traitement des eaux usées, il faut d'abord l'extraire sous une forme pure du sol, et pour suivre son adsorption des polluants présents dans l'eau usuelle, il faut faire sa caractérisation.

**II/Site de prélèvement :** Un prélèvement a été effectué près de la ville de blidet-Omar entre la latitude  $27^{\circ} 56' 32'' \text{N}$  et la longitude  $45^{\circ} 55' 5'' \text{E}$  appartenant à la ville de Touggourt située au sud-est ( $6^{\circ} 11' 33'' \text{N}$   $83^{\circ} 07' 6'' \text{E}$ ) au nord de l'état de Ouargla en Algérie. Les photos 4 3 2 1 montrent la situation géographique de la zone et l'endroit où l'échantillon de sol a été prélevé.



**image III. 2: le lieu de prélèvement.**



**image III. 1: la situation géographique de la ville de**



**image III. 3-4 : ou l'échantillon de sol a été prélevé.**

**III/Détermination de la texture du sol :** Comme procédure normale et lorsqu'il s'agit de sol dans n'importe quel domaine, il est conseillé de déterminer la texture du sol. Dans ce travail, nous avons déterminé la texture du sol afin de connaître le pourcentage d'argile dans l'échantillon de sol étudié. Pour cela, nous avons utilisé la méthode hydrométrique, selon la norme nfp94-057 mai 92, selon les étapes suivantes :

## Chapitre III Matériels et les Méthodes

### Étape 01 : Séchage de l'échantillon de sol :

Afin de sécher l'échantillon, nous le mettons dans un récipient en aluminium et le mettons dans un four à une température de 105 ° C jusqu'à ce qu'il sèche.

### Étape 02 : Séparation préliminaire des particules grossières du sol :

- ✓ Nous pesons 1 kg d'argile préalablement séchée et le mettons dans un récipient en aluminium et le plongeons dans l'eau et le laissons se désintégrer pendant environ une heure Photo (5)
- ✓ Nous le tamisons à travers un tamis de 0,08 mm, et le déplaçons avec une brosse jusqu'à ce qu'il descende, et nous utilisons de l'eau pour le tamisage. Photo (6)
- ✓ Ensuite on prend ce qui reste sur le tamis et on le met dans un anneau à une température de 105°C jusqu'à ce qu'il sèche.
- ✓ Nous posons une série de tamis les uns sur les autres du plus grand au plus petit (5-2-1-0,4-0,2-0,1-0,08 mm) et tamisons la partie séchée, puis pesons ce qui est en suspension dans chaque tamis.

### Étape03: Méthode hydrométrique :

- ✓ Afin de neutraliser les proportions constitutives de la pièce passant au tamis 0,08 mm, on la sèche à 105°C et on la broie jusqu'à ce qu'elle devienne humide et on en prélève 40 g pour analyse hydrométrique.
- ✓ Nous mettons cette quantité dans la tasse du mélangeur et y ajoutons 30 centimètres cubes d'hexa-méta-phosphate de sodium et ajoutons à la ligne d'eau distillée, puis entrons dans l'électro-agitateur et agitons pendant un moment. 5 minutes photo (7).
- ✓ Nous versons le contenu du bécher dans un tube à essai d'une capacité de 1000 ml, ajouter de l'eau distillée jusqu'au trait de calibre et laisser reposer 24 heures.
- ✓ Une fois le temps écoulé, nous secouons manuellement, puis nous mesurons la température, mettons l'hydromètre et prenons la lecture à différents moments photo (8).



**image III. 6: Tamisage de l'échantillon avec un tamis 0,08 mm**



**image III. 5: Immersion de l'échantillon de sol dans l'eau (1heure)**

## Chapitre III Matériels et les Méthodes



image III. 8: Lecture hydrométrique.



image III. 7: Mélange de l'échantillon avec un mélangeur électromagnétique

**Étape 04** : Recueil des données :

- ✓ Après avoir recueilli les résultats des étapes 2 et 3, nous les entrons dans un programme afin d'obtenir une courbe graphique qui nous permet de déterminer la texture du sol, de connaître les pourcentages des composants du sol et de déterminer leur type.

### **IV/Préparation des échantillons d'argile :**

Pour déterminer les caractéristiques et le type d'argile, nous devons d'abord séparer l'argile sous forme pure de l'échantillon de sol. Pour cela, nous utiliserons un tamis d'un diamètre de 2 micromètres. Pour faciliter le processus de tamisage, nous effectuons un ensemble d'opérations sur l'échantillon de sol :

- ✓ Nous mettons l'échantillon de sol dans un récipient en aluminium, le recouvrons d'eau et le laissons jusqu'à ce qu'il se disperse pendant environ une heure.

A l'aide d'un tamis de 45 micromètres, on tamise la terre humide, afin de se débarrasser du sable fin,

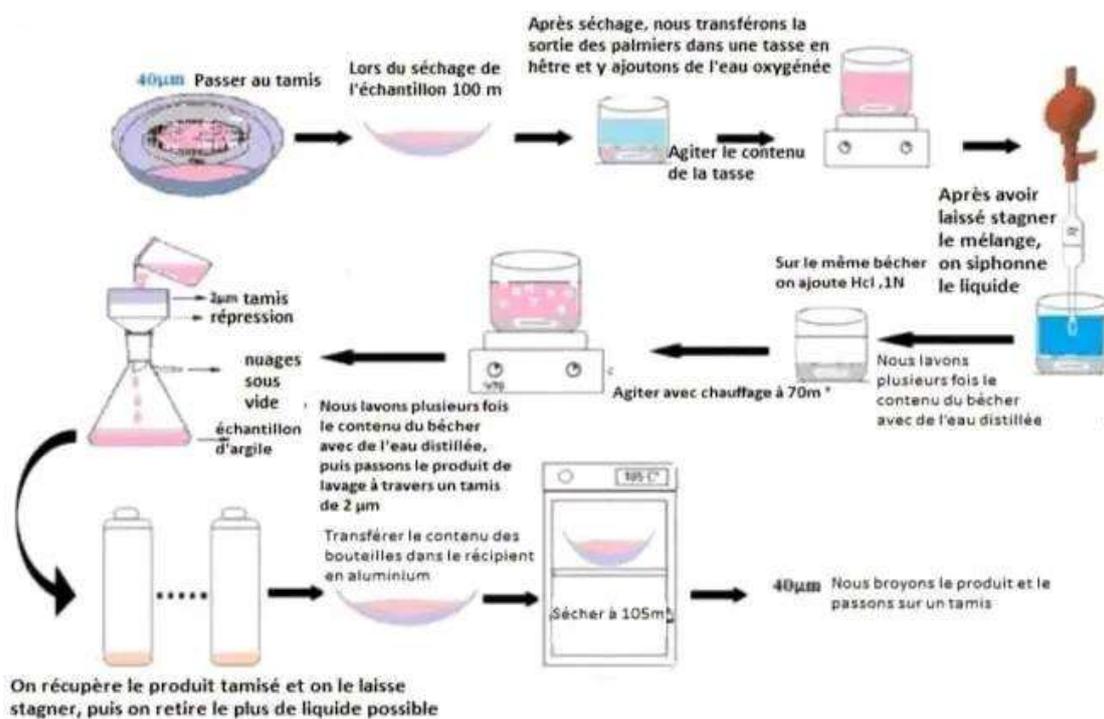
- ✓ Nous séchons l'échantillon pendant 24 heures à 110°C.

Afin de se débarrasser des matières organiques, mettre 40 g de l'échantillon dans un gobelet propre avec de l'eau oxygénée 20 volumes (v20) jusqu'à ce qu'il soit immergé, agiter et laisser reposer 24 heures.

- ✓ Nous effectuons le processus de rinçage en aspirant lentement pour éliminer la plus grande partie du liquide flottant.
- ✓ Avec de l'eau distillée plusieurs fois, en laissant le mélange jusqu'à ce qu'il stagne et se dépose, puis nous effectuons le processus d'aspiration.
- ✓ Pour éliminer les carbonates, on ajoute 1 acide chlorhydrique ordinaire (HCl) au contenu de la tasse précédente et on chauffe à 70°C.

## Chapitre III Matériels et les Méthodes

- ✓ Aspirez lentement pour vous débarrasser de la plus grande partie du liquide flottant, en faisant attention car le liquide peut laisser couler une quantité d'acide.
- ✓ Nous lavons plusieurs fois le contenu de la tasse avec de l'eau distillée.
- ✓ On tamise le contenu du gobelet avec un tamis de 2 micromètres sous vide tant qu'il est humide. Il est préférable d'ajouter de l'eau distillée de temps en temps pour ne pas obstruer les trous du tamis.
- ✓ Nous recueillons le produit du sol dans un flacon, qui contient de l'argile pure, et le laissons stagner pendant une période d'une journée, puis aspirons soigneusement le liquide.
- ✓ Nous recueillons l'échantillon d'argile humide et le séchons à 105°C.
- ✓ On broie l'échantillon d'argile et on le passe sur un tamis de 40 micromètres, la figure (1) montre les étapes de préparation de l'échantillon d'argile et la photo 9-10 pour l'échantillon de sol avant filtrage et l'échantillon d'argile pure après filtrage.



**Figure III. 1: Etapes de la préparation et de la purification des échantillons d'argile.**

## Chapitre III Matériels et les Méthodes

---



**image III . 10: échantillon  
d'argile pure.**



**image III . 9: échantillon de sol  
avant filtrage.**

### **V/ Détermination des propriétés physiques et chimiques de l'échantillon d'argile**

Afin de déterminer la composition minérale de l'argile et de déterminer son type, nous avons utilisé un ensemble de tests, qui sont :

#### **V/1/ Diffraction des rayons X :**

##### **V/1/1/ L'appareil utilisé :**

Afin de déterminer les spectres de rayons X, nous avons utilisé l'appareil analytique x pert pro, selon les conditions suivantes : longueur d'onde  $\lambda = 1,540598 \text{ \AA}$ , la cathode utilisée est du cuivre, sous une tension de kv40 et une intensité de courant de mA40, Angle de départ ( $2\theta$ )  $5,0026^\circ$ , angle de fin ( $2\theta$ )  $119,9956^\circ$ , vitesse de balayage  $3,8331^\circ/\text{min}$ , taille de pas ( $2\theta$ )  $0,0030$ .

##### **V/1/2/ Préparation des échantillons :**

Nous avons appliqué la technique de diffraction des rayons X selon la méthode des poudres (méthode Debye-Scherrer), où l'échantillon préalablement broyé, tamisé avec un tamis de 2 micromètres, a été placé dans un support en forme de disque circulaire épais qui a été pressé avec une plaque de verre pour le fixer et afin d'obtenir une surface plane, après quoi le disque est inséré dans l'appareil et ajusté.

##### **V/1/3/ Traitement des données obtenues :**

Les données obtenues à partir de la diffraction des rayons X ont été traitées à l'aide du programme Match !2 (version 2.4.7 (2016) numéro de série 7.2.1.2012001.0001), et le diagramme de diffraction des rayons X a été obtenu avec l'analyse de ses données, qui a été par rapport à la base de données du programme.

#### **V/2/Spectromètre d'absorption infrarouge à transformée de Fourier :**

Le principe de la spectroscopie infrarouge repose sur l'interférence entre ces rayons et les liaisons chimiques des matériaux. Lorsque ces rayons sont absorbés par les molécules, il se

## **Chapitre III Matériels et les Méthodes**

---

produit une excitation de leurs atomes, et ils apparaissent sous forme de vibration les uns par rapport aux autres dans la molécule, ce qui entraîne une modification de la longueur des liaisons ou des angles entre elles (Fig III. 2) (sur la Figure III. 2).Annexe), la liaison chimique est transférée d'un niveau vibrationnel à un niveau supérieur, ce qui se traduit par une augmentation de le mouvement de vibration ou de rotation des molécules, puis il revient à une position stable et l'énergie absorbée en rayonne, à travers laquelle l'identité de la substance est révélée.

### **V/2/1/Appareil utilisé :**

Un spectromètre infrarouge Shimadzu IR Affinity-1 a été utilisé. Photo (11) (en annexe). La gamme de longueur d'onde était de 400-4000cm<sup>-1</sup>. Les pastilles d'échantillon ont été pressées sous une pression de 80 kN contenant un mélange de 1 % d'argile avec KBr sec.

### **V/2/2/ Le principe de fonctionnement de l'appareil :**

Dans le dispositif IRFT, la source émet un faisceau de rayons vers une plaque séparatrice, qui le divise en deux faisceaux, le premier tombant sur un miroir fixe et l'autre sur un miroir mobile, puis en une image numérique, qui est traitée par Fourier transformer pour finalement donner un spectre d'absorption.

### **V/2/3/ Préparation des échantillons :**

2 mg de l'échantillon d'argile préalablement tamisé ont été broyés au tamis de 40 µm avec 198 mg de KBr sec bien broyés afin d'homogénéiser le mélange, puis placés dans un moule et le piston a été inséré et pressé sous une pression de 80 kPa afin éliminer l'air et obtenir un disque transparent de 1 mm d'épaisseur et de 13 mm de diamètre.

### **V/3/ Surface spécifique :**

La technique BET (méthode BrunauerEmmett et Teller) est importante pour déterminer la surface spécifique, la méthode consiste à déterminer la quantité d'adsorbat ou de gaz d'adsorption nécessaire pour couvrir les surfaces poreuses externes et internes accessibles d'un solide (FigIII. 3) (en l'annexe), avec une monocouche complète n adsorption. Cette quantité monocouche d'isotame d'adsorption peut être calculée à l'aide de l'équation BET [Equation (1)], tout gaz peut être utiliséà condition qu'il soit adsorbé par des liaisons faibles à la surface du solide (forces de van der Waals), peut être adsorbé par un baisse de pression à la même température.

### **V/3/1/ Principe de fonctionnement de l'appareil :**

La surface déterminée par adsorption de gaz est une mesure de la surface exposée, qui est donnée en g/m<sup>2</sup>. Des échantillons pré-pesés sont préparés et mis sous vide en appliquant un mélange de chaleur et de vide pour éliminer les polluants précédemment adsorbés de la

## Chapitre III Matériels et les Méthodes

---

surface et des pores. Les échantillons sont refroidis jusqu'au point de congélation, le gaz d'adsorption (généralement N<sub>2</sub>) est introduit dans le tube d'échantillon par incréments contrôlés. Après chaque dose, la pression est laissée s'équilibrer et la quantité de gaz adsorbé est calculé. Le volume de gaz adsorbé est connu à pressions d'adsorption égales. Les textures poreuses des échantillons sont caractérisées par une procédure isotherme N<sub>2</sub> à 77 K, puis calculent la surface spécifique totale à l'aide de l'équation BET multipoint dans le domaine de pression relative ( $p/P_0$  0,3-0,5) et adopter la valeur de A<sub>216.2</sub> pour la surface moléculaire de l'azote.

### **V/3/2/ Le dispositif utilisé :**

Nous avons utilisé un appareil de type (v4.03j) v4.03 2020 ASAP, puis la surface spécifique a été déterminée en mesurant l'adsorption et la désorption d'azote à 77.123 K, 10 minutes d'intervalle d'équilibrage et un temps qui a pris 12 heures, et la pression relative ( $p/p_0$ ) était de 0,29-0,02, en adoptant une valeur de 0,1620 nm pour la surface de la molécule d'azote.

### **V/3/3/ Préparation des échantillons :**

Un échantillon préalablement pesé égal à 0,1214 est préparé et dégazé (retrait d'air de l'échantillon) en appliquant une combinaison de chaleur et de dégazage (Figure III.4) (en annexe), ce qui élimine les contaminants préalablement adsorbés de la surface et des pores. Ensuite, les échantillons sont refroidis jusqu'au point de congélation, après quoi ils sont entrés dans l'appareil.

### **V/4/ Microscope électronique à balayage :**

#### **V/4/1/ Principe de fonctionnement de l'appareil :**

Le microscope électronique à balayage se compose d'une colonne optoélectronique et d'une unité de contrôle électronique (Fig III.5) (en annexe) L'échantillon MEB revêtu est placé dans la chambre d'échantillon, dans la colonne optoélectronique et évacué en appliquant un vide poussé (environ 6-10<sup>-2</sup>), l'image MEB est formée par un faisceau d'électron endogène, ce faisceau est créé en chauffant le "filament de tungstène" dans le canon à électrons jusqu'à ce qu'il émette un filament d'électrons. L'électron est accéléré à travers la colonne avec une tension d'accélération de 5 ~ 30 kV, est fragmenté et focalisé à travers une série de lentilles électromagnétiques en un faisceau finement focalisé, qui extrude l'échantillon, le diamètre final du dendritique est généralement de 100 angströms, dans la plupart des MEB commerciaux.

#### **V/4/2/ Préparation des échantillons :**

L'échantillon d'argile concassée est prélevé et tamisé avec un tamis de 40 micromètres avec une cuillère et saupoudrée sur une étiquette de carbone double face, après quoi les particules

## Chapitre III Matériels et les Méthodes

---

en excès sont éliminées à l'aide d'une unité de dispersion de particules, ce qui permettra une distribution homogène de l'échantillon. Nous attendons environ une heure pour la décantation ou jusqu'à ce qu'il sèche pour éviter la dérive de l'échantillon.

### **V/5/ Capacité d'échange cationique :**

La capacité d'échange cationique, est déterminée selon les étapes suivantes :

**Étape 01 :** Dans un bécher, on met 10 g d'argile et ajoutez-y 40 ml de solution d'acétate d'ammonium ( $\text{NH}_4\text{COOH}$ ) (1 mol/L), agitez bien et laissez le mélange pendant une journée entière (l'intention de ce processus est de permettre tous les sites d'échange à remplir avec l'ion ajouté)

**Étape 02 :** Le lendemain, secouez bien le contenu de la tasse et effectuez le processus de filtration sous vide à l'aide d'un papier filtre de 0,45 micromètre.

**Étape 03 :** Sur le même entonnoir de filtration qui contient la bouillie produite à l'étape précédente, nous effectuons le processus de lavage sous vide en versant 30 ml de la solution d'acétate d'ammonium précédente. Le processus de lavage est répété quatre fois (cette étape a été effectuée pour assurer l'achèvement du processus d'échange de cations).

**Étape 04 :** Sur le même papier filtre contenant l'échantillon de bouillie obtenu à l'étape 03, nous réalisons le processus de lavage sous vide en versant délicatement 40 ml d'isopropanol ( $\text{CH}_3\text{-CHOH-CH}_3$ ), (le but de cette étape est de se débarrasser de le résidu d'acétate d'ammonium n'ayant pas subi d'échange cationique, pour confirmer la répétition du procédé trois fois.

**Étape 05 :** Nous versons le filtrat dans le dispositif de filtre erlenmeyersous vide et le lavons bien avec de l'eau distillée, puis réinstallons le dispositif tout en préservant le contenu de l'entonnoir, après quoi nous effectuons le processus de lavage en versant 50 ml de solution de KCL (1 mol / L) sur le papier filtre qui contient l'échantillon d'argile, nous répétons le lavage quatre fois le but de cette étape est d'expulser l'ion qui a provoqué l'échange cationique ( $\text{NH}_4^+$ ) et d'être remplacé par le cation potassium ( $\text{K}^+$ ).

**Étape 06 :** L'échantillon de filtrat issu de la cinquième étape, qui contient l'ion molaire, est placé dans une fiole étalon d'une capacité de 250 ml, puis on continue jusqu'à la ligne de titrage avec la solution de KCL mol/L. Bien agiter pour homogénéiser la solution.

**Étape 07 :** Déterminer la concentration molaire de l'ion ammonium ( $\text{NH}_4^+$ ) en utilisant la méthode colorimétrique, et pour cela nous avons utilisé le DR3900 et le détecteur LCK303, image III. (12 et 13) (en annexe),

La valeur de la capacité d'échange cationique (CEC) est déterminée par la relation suivante :

## Chapitre III Matériels et les Méthodes

---

$$CEC \left( \frac{mEq}{100g} \right) = \frac{C \times V \times 100}{18 \times m}$$

V : le volume du filtrat contenant l'ion ammonium (250 ml)

C : concentration en ions ammonium (mg/L)

m : masse de l'échantillon d'argile .

### **VI/Préparation de la solution mère de plomb :**

0,15 g de nitrate de plomb  $Pb(NO_3)_2$ , (image III.14) est pesée et introduite dans 1 litre d'eau distillée, afin d'avoir une concentration de plomb de 100 mg/L, (Figure III.8)(en annexe).

#### **VI-1- Etude de l'influence de la vitesse d'agitation**

Cinq échantillons de solution à traiter sont préparés. Dans chaque bécher, nous introduisons 10 ml de la solution mère à laquelle on ajoute 90 mL d'eau distillée ce qui correspond à une concentration initiale en plomb de 10 mg/L et on introduit 0,1 g d'argile. Les cinq béchers sont placés dans le jar test (Image III.15) Sur l'appareil, on fixe les différentes vitesses d'agitation pour chaque bécher, ainsi que le temps de contact. Les vitesses d'agitation sont 100, 150, 200, 250 et 300 tours/min, le temps de contact est fixé à 30 minutes.

Une fois l'agitation terminée, on laisse les solutions décanter durant 1 heure.

Une fois l'heure écoulée, nous prélevons de chaque bécher une prise d'essai de 10  $\mu$ L que nous diluons 100 mL L'échantillon pour analyse est pris de la dernière solution obtenue après dilution de la prise d'essai.

Le dosage du plomb est réalisé à l'aide du spectrophotomètre d'absorption atomique à flamme SAA ContrAA800D (image III.16) disponible au niveau du laboratoire d'analyse du Centre de Recherche Scientifique et Technique en Analyses Physico- Chimiques (**CRAPC**)

#### **VI-2- Etude de l'influence du temps de contact:**

Nous procédons de la même manière que dans le cas de l'étude de la vitesse d'agitation mais en changeant le temps de contact. Différents temps de contact sont testés 30, 60, 90 120 et 150 minutes. La vitesse d'agitation est fixée à 250 tr/min.

## Chapitre III Matériels et les Méthodes

---

### VI-3- Etude de l'influence de la masse d'argile:

Nous procédons de la même manière que dans les tests précédents. Différentes masses d'argile sont testées 0.05, 0.1, 0.15, 0.2 et 0.25 g/100 mL La vitesse d'agitation est fixée à 300 tr/min et le temps de contact à 60 minutes.

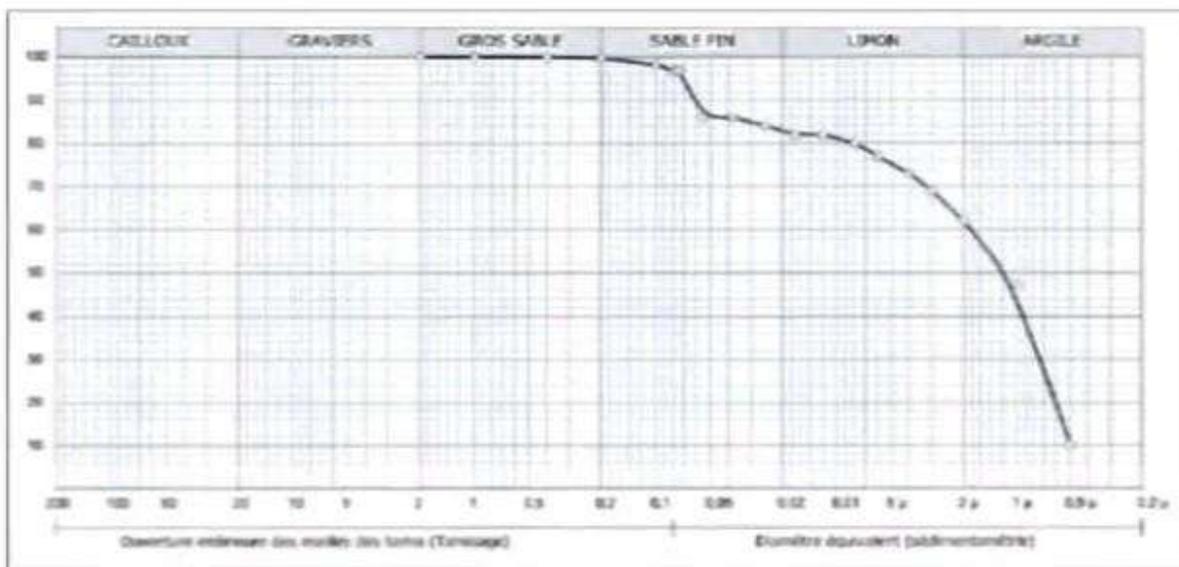
**Chapitre IV :**  
**Résultats et discussions**

### I/Résultats de la détermination des propriétés et du type d'argile :

Pour suivre l'adsorption des polluants dans l'eau utilisée sur les surfaces d'argile, il faut d'abord connaître les propriétés de l'argile. A cet effet, nous avons effectué un ensemble de tests physiques et chimique.

#### **I-1- La texture du sol :**

Les résultats de la méthode de sédimentation (hydrométrie) ont donné que le sol contient 52% argiles, 20,5% limons et 18% sables fins, comme le montre la figure (IV.1), ce qui signifie que le sol est de type sol argilo-sableux, et à travers ce résultat, il est clair que les grains d'argile existants de moins de 0,5 micromètre de diamètre n'existent pas, pour cette raison la somme des pourcentages obtenus était inférieure à 100%.



**Figure IV.1 : Courbe de texture du sol selon la méthode de dépôt**

#### **I-2- propriétés physiques et chimiques de l'argile :**

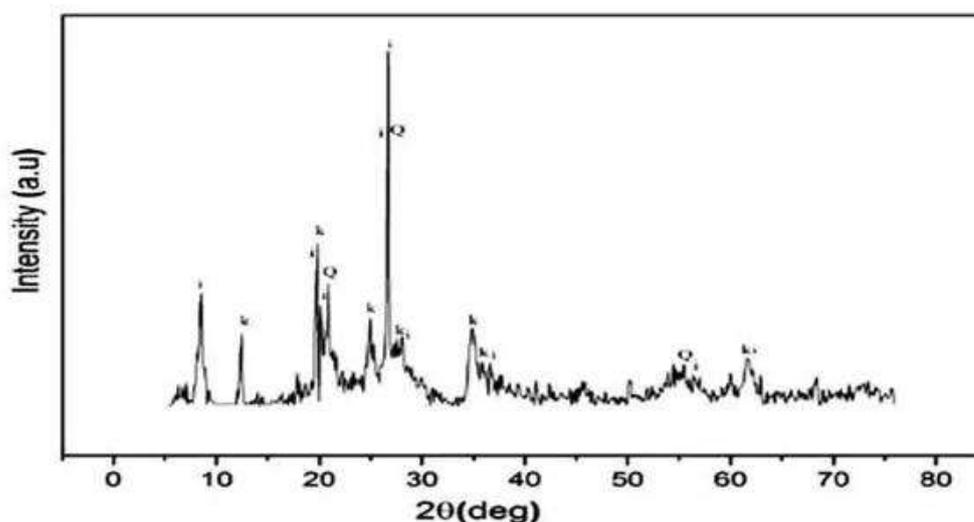
##### **I-2-1-Diffraction des rayons DRX :**

Les résultats de l'analyse aux rayons X de l'échantillon d'argile ont donné un ensemble de spectres, qui ont été traités avec le Programme 2 ! Match, comme nous l'avons obtenu à partir de la courbe illustrée à la figure 2 et les données enregistrées dans le tableau 1 il était donc clair d'après les résultats de l'analyse que l'échantillon d'argile objet de notre étude contenait 65,5% d'illite, 21,8% de kaolinite et 12,7 % de quartz.

Tableau IV. 1 : 2 $\theta$  valeurs relevées pour l'échantillon d'argile.

Angle de diffraction 2 $\theta$ (°)	d-spacing(Å)	Intensité (U.A)	Minéral argileux
12,41	7,1270	235,42	kaolinite
19,84	4,4713	436,74	
24,96	3,5639	274,31	
26,96	3,3679	246,53	
34,94	2,5659	245,98	
35,15	2,5512	207,58	
61,60	1,5043	164,87	
8,87	9,9626	141,11	elite
19,71	4,4996	388,02	
19,83	4,4742	480,06	
20,15	4,4031	276,43	
20,61	4,3063	224,94	
26,60	3,3490	590,28	
26,67	3,3395	963,77	
28,06	3,1775	225,31	
36,54	2,4570	153,08	
55,50	1,6543	150,42	
61,72	1,5018	161,95	
20,89	4,4281	369,08	
26,70	3,3356	919,83	
55,39	1,6574	127,60	

FigureIV.2 : tracé des valeurs de diffraction des rayons X pour un échantillon d'argile

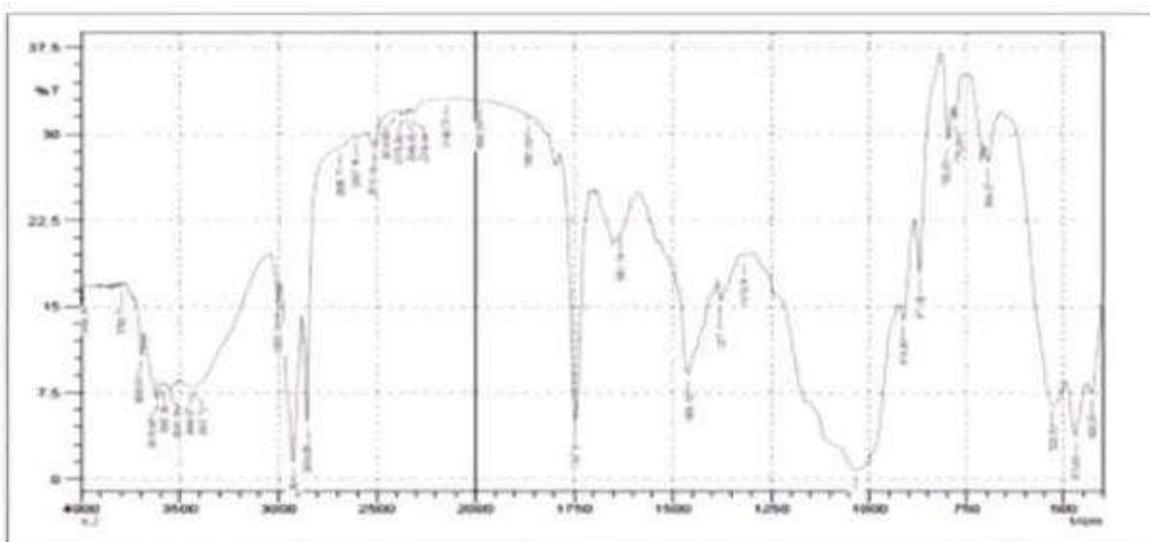


I-2-2- spectromètre infrarouge IRFT:

Afin de déterminer la nature et le type de liaisons, nous effectuons un test de spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier. Les résultats obtenus sont représentés sur la figure 3 qui donne le spectre d'absorption infrarouge converti analyse de Fourier et analyse des valeurs de ces spectres tels qu'ils sont enregistrés dans le tableau 2 avec des résultats précédents écrits dans des références approuvées qui renforcent et confirment les résultats obtenus à partir de la diffraction des rayons X, qui ont montré que l'argile l'échantillon contient toute de l'illite et la kaolinite et du quartz.

Tableau IV. 2 : Valeurs des spectres d'absorption infrarouge à transformée de Fourier.

Band (cm <sup>-1</sup> )	Assignment	Interne
428,2	SI-O-SI bending vibration	Quartz
470,63	SI-O- SI bending vibration	Quartz
528,5	SI-O stretching SI-O-AI stretching	Elite
694,37	Asymmetric Si-O bending	Quartz
779,24	Asymmetric stretching Si-O	Quartz
798,53	SI-O-AI stretching	Kaolinite
871,82	C-O calcium carbonate bond	CaCO <sub>3</sub>
914,26	Al <sup>III</sup> O-H bending , Innervibration OH	Elite
1033,85	SI-O stretching vibration	Kaolinite
1631,78	H-O-H bending of water	Contient un molécule d'eau
3421,72	H-O-H stretching. Absorbed water	Contient un molécule d'eau
3444,87	H-O-H stretching Absorbed water	Contient un molécule d'eau
3545,16	OH stretching	Composé OH
3618,46	OH stretching	Kaolinite
3695,61	OH stretching inner surface	Kaolinite



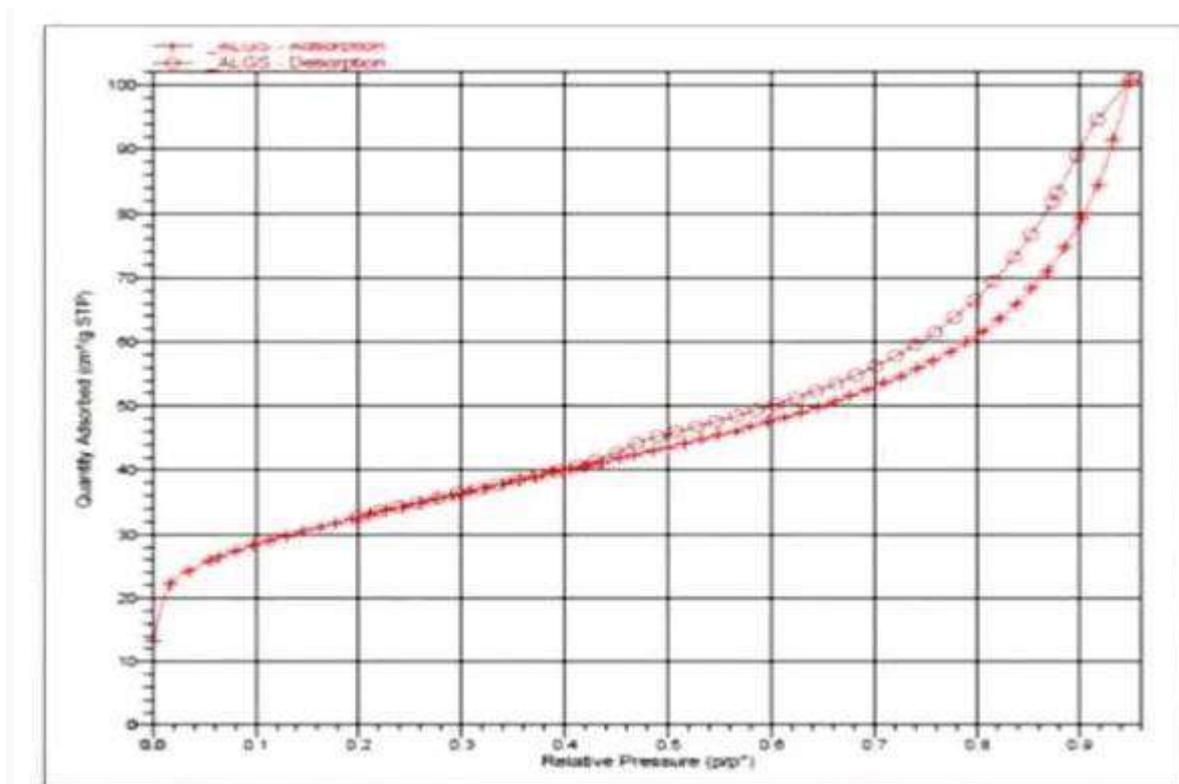
FigureIV.3 : spectre d'adsorption infrarouge à transformée de Fourier.

**I-2-3- La surface spécifique SBET :**

A travers les résultats obtenus lors du traitement de l'échantillon d'argile pour l'adsorption-désorption avec de l'azote à 77K en utilisant la technique BET, nous obtenons les valeurs enregistrées dans le tableau 3. La surface spécifique est de 113.7622 m<sup>2</sup>/g et la taille moyenne des nanoparticules 527 .416A angströms. Par analyse de courbe les isothermes d'adsorption représentées sur la figure 4 Et conformément aux formes d'adsorption représentées sur la figure2 Chapitre 1, on montre qu'il appartient au quatrième type d'isotherme selon la classification de Singh.

**Tableau IV.3 : Propriétés de surface de l'échantillon d'argile étudié**

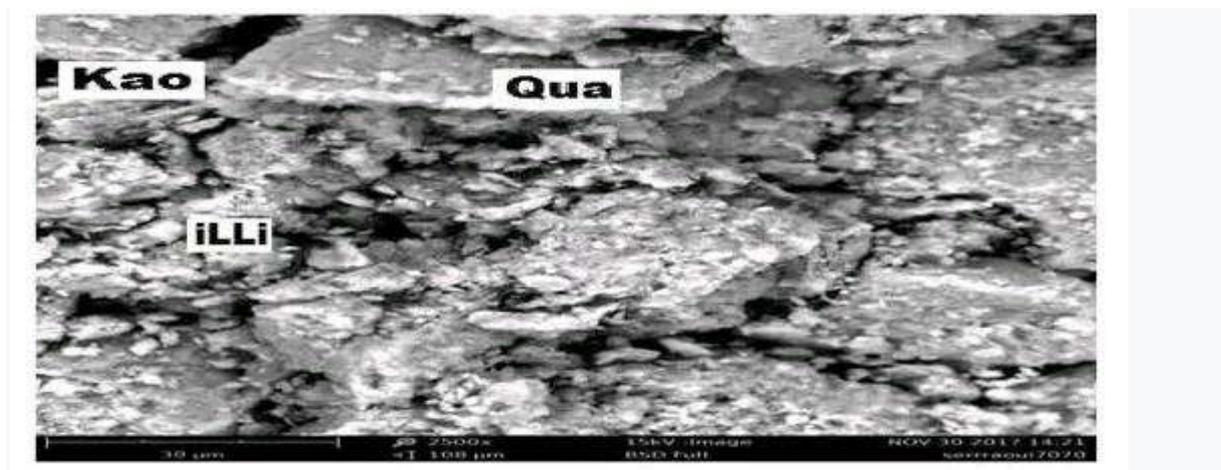
Propriétés	Surface spécifique (m <sup>2</sup> /g)	Taille des pores (cm <sup>3</sup> /g)	Diamètre des pores(A)
Surface selon BET	113,7622		
Surface langmeyer	166,3105		
Adsorption cumulée L BJH	60,125	0,123026	81,846
Adsorption cumulée L BJH	73,7672	0,134039	72,711



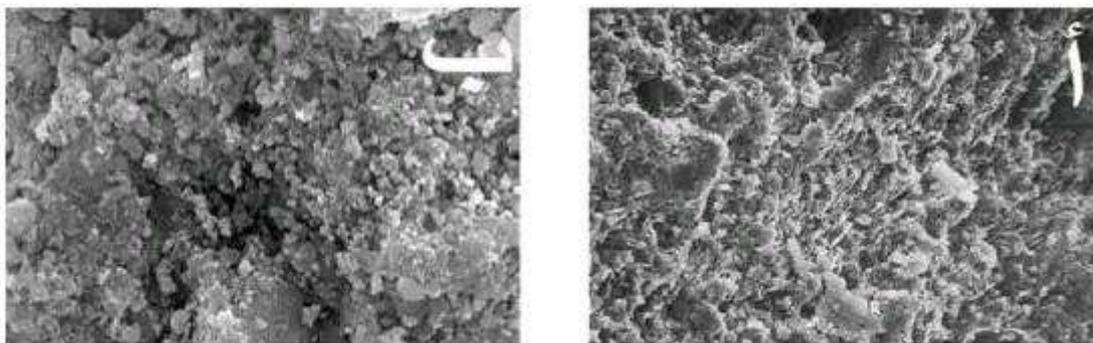
**.Figure IV.4 : Courbe isotherme de l'azote pour l'échantillon d'argile étudié**

#### **I-2-4- La morphologie de l'échantillon par microscope électronique à balayage MEB/EDX :**

L'image (IV.1) obtenue par microscopie à balayage électronique montre que notre argile est composée essentiellement d'illite de kaolinite et de quartz, ce qui confirme les résultats obtenus par RDX et par IRFT.



**Image IV.1 : Image au microscope électronique à balayage (MEB) de l'échantillon d'argile étudié**

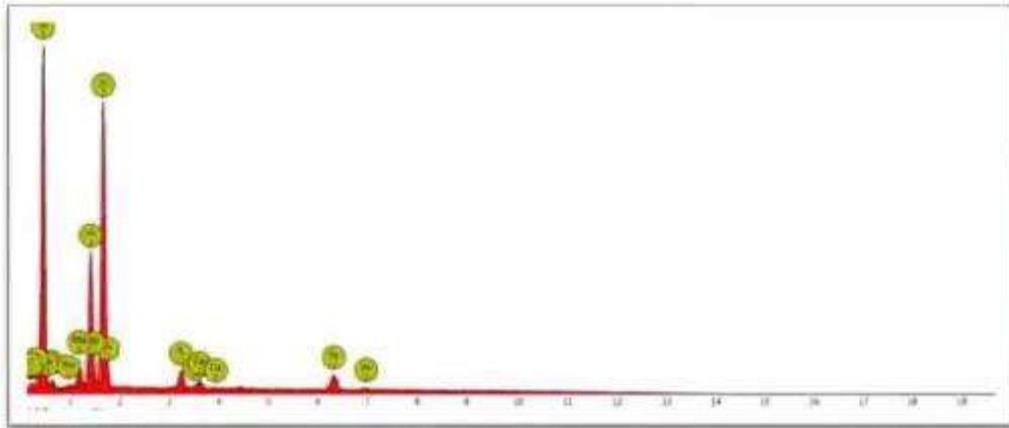


**Figure IV.5 : b- Image MEB de la kaolinite- Image MEB de la lite**

Les résultats des rayons X dispersifs EDX pour l'échantillon d'argile ont donné les pourcentages des composants du mélange, qui comprennent l'oxygène, le silicium et l'aluminium en pourcentages, respectivement, de 53,9 %, 17,2 % et 8,9 %, avec la présence de d'autres éléments dans des proportions variables, qui sont répertoriés et illustrés à la figure (IV.4).

**Tableau IV.4- Résultats de l'EDX dispersif aux rayons X pour l'échantillon d'argile.**

Error	Pourcentage	Element nom	Elementsymbol	Atomic number
0,1	17,2	Silicium	Si	14
0,2	53,9	Oxygène	O	8
0,0	8,9	Aluminium	Al	13
0,3	2,1	Magnésium	Mg	12
0,3	5,2	Fer	Fe	26
0,4	1,6	Potassium	K	19
0,9	0,8	Calcium	Ca	20
1,1	5,6	Azote	N	7
1,4	4,2	Carbone	C	6
2,7	0,5	Sodium	Na	11



**Figure IV.6- Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) :**

### **I-2-5- La capacité d'échange cationique CEC :**

Les résultats de l'expérience, appliquant la norme française AFNOR NFX 31-130, ont donné la capacité d'échange cationique de l'échantillon d'argile, qui est égale à 20 mEq/100 mg, ce qui est une valeur logique car la kaolinite pure a une capacité d'échange cationique de 3-15 mEq/100 mg. , pour l'illite 10-40 mEq/100 mg et ceci est dû au fait que l'échantillon d'argile étudié est un mélange d'illite et de kaolinite.

Cette partie est tirée pour l'essentiel du travail de doctorat du docteur M. Serraoui [23].

## **II/ Résultats et discussions de traitement de l'eau :**

Dans cette partie de notre travail, un ensemble de facteurs affectant l'adsorption ont été étudiés, à savoir : la vitesse d'agitation, le temps de contact et la masse de l'adsorbant utilisé (argile pur) et ce afin d'obtenir le meilleur rendement d'élimination.

### **II-1- Influence de la vitesse d'agitation**

- ✓ On fixe à la fois la masse de l'adsorbant ainsi que le temps de contact et on change la vitesse d'agitation.
- ✓ Conditions :

Concentration initiale de l'adsorbant(Pb<sup>2+</sup>) : 10mg/L

Masse de l'adsorbant : 0,1g d'argile dans 100mL d'eau (1g/L).

Température : ambiante.

PH : pH de la solution à déterminer à l'aide du pH-mètre.

Temps de contact : 30 min.

Temps de décantation de la solution : 1h

Tableau IV.5 : Influence de la vitesse d'agitation

Vitesse(tr/min)	100	150	200	250	300
Résultats CRAPC en $\mu\text{g/L}$		0,6177	0,3977	0,4253	0,2297
Valeur après prise en compte de la dilution et conversion en $\text{mg/L}$		6,177	3,977	4,253	2,297
Rendement (%)		38,23	60,23	57,47	77,03

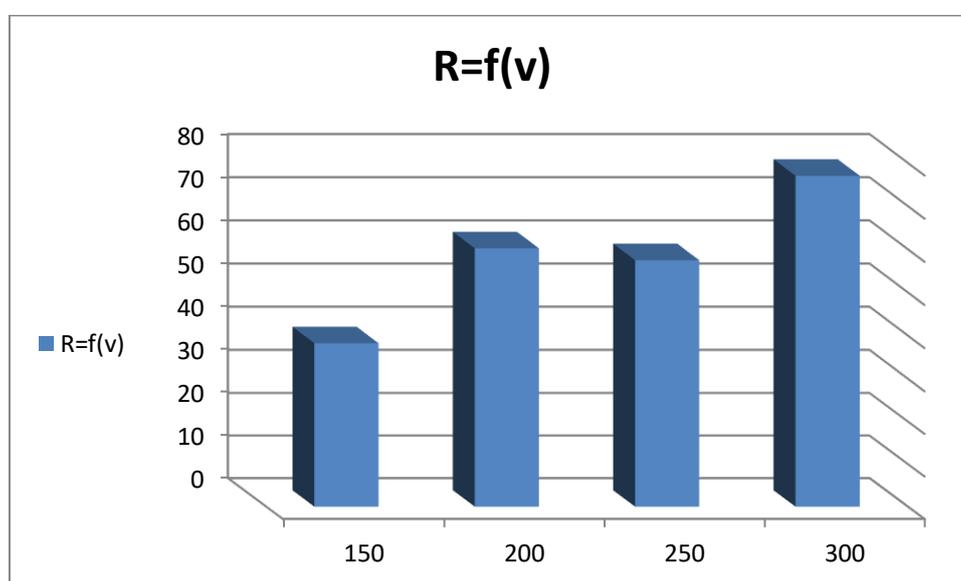


Figure IV : 7: Influence de la vitesse d'agitation

**Discussions des résultats :**

Nous remarquons à travers les résultats du tableau ci-dessus que la vitesse d'agitation affecte le processus d'adsorption, donc le taux d'adsorption augmente de 38.23 à 70.03 entre les valeurs de vitesse 150 à 300.

Pour certains tests des résultats erronés ont été obtenus, c'est pour cela qu'ils n'ont pas été pris en compte.

**II-2- Influence du temps de contact**

✓ Conditions :

Concentration initiale de l'adsorbant ( $\text{Pb}^{2+}$ ) : 10mg/L

Masse de l'adsorbant : 0,1g d'argile dans 100mL d'eau (1g/L).

Température : ambiante.

pH : pH de la solution à déterminer à l'aide du pH-mètre.

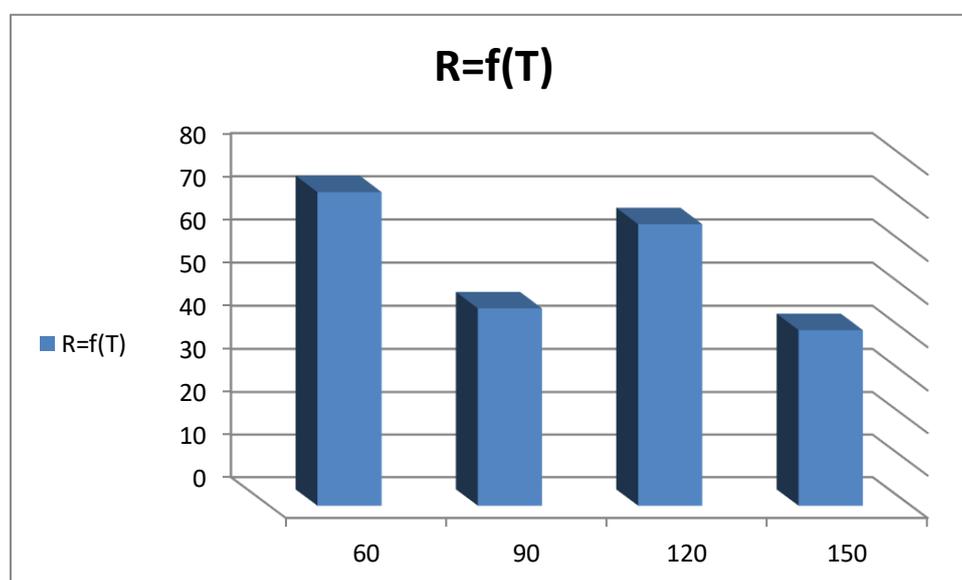
**2-temps de contact : paramètre étudié**

vitesse d'agitation : 250 tr/min

Temps de décantation de la solution : 1h

**Tableau IV.6 : Influence du temps de contact**

Temps (min)	30	60	90	120	150
Résultats CRAPC en $\mu\text{g/L}$		0,2696	0,539	0,344	0,5894
Valeur après prise en compte de la dilution et conversion en mg/L		2,696	5,39	3,44	5,894
Rendement (%)		73,04	46,10	65,60	41,06



**Figure IV 8 : Influence du temps de contact**

### Discussions des résultats :

On remarque à travers les résultats du tableau ci-dessus, qui représente les variations du rendement d'adsorption par le temps de contact, ou l'on remarque que le rendement d'adsorption fluctue, car on remarque qu'il augmente et diminue en fonction de l'évolution du

temps de contact, ou l'on note que le meilleur rendement est de 73.04 pour un temps de contact de 60 minutes.

### II-3- Influence de la masse de l'adsorbant

✓ Conditions :

Concentration initiale de l'adsorbat(Pb2 +) : 10mg/L

Température : ambiante.

PH : pH de la solution à déterminer à l'aide du pH-mètre.

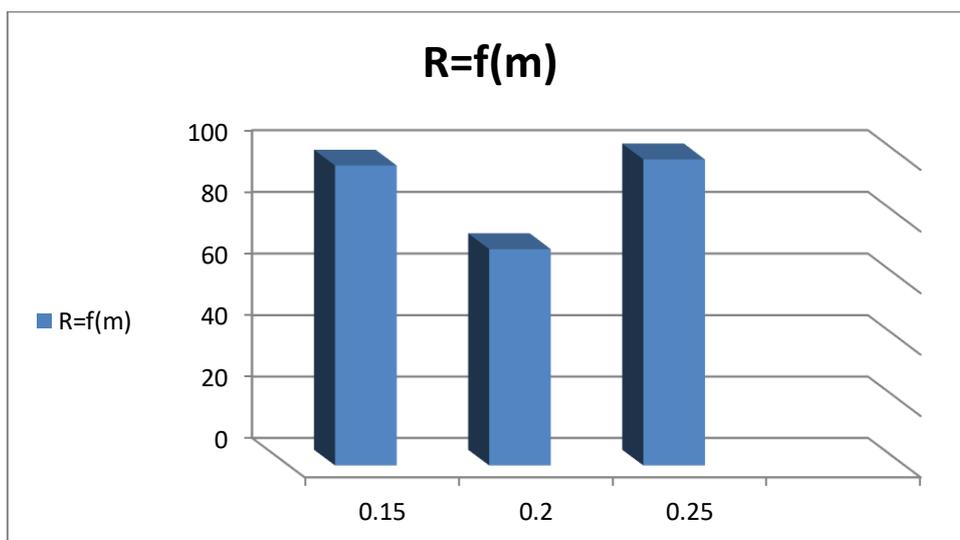
Temps de contact : 60 min.

vitesse d'agitation : 300 tr/min

Temps de décantation de la solution : 1h

**Tableau IV. 7 : Influence de la masse de l'adsorbant**

Masse (g)	0,05	0,1	0,15	0,2	0,25
Résultats CRAPC en µg/L			0,02473	0,2957	0,00473
Valeur après prise en compte de la dilution et conversion en mg/L			0,2473	2,957	0,0473
Rendement (%)			97,53	70,43	99,53



**Figure IV 9 : Influence de la masse de l'adsorbant**

### Discussions des résultats :

On remarque à travers les résultats du tableau ci-dessus, qui représentent d'adsorption du plomb en fonction de la masse de l'adsorbant, on constate que pour une masse de 0,15 g, le pourcentage de rendement d'adsorption était très bon, soit 97.53, puis il diminue à masse 0.2 à la masse 0.25 ainsi qu'aux valeurs 0.05 et 0.1.

Pour certains tests des résultats erronés ont été obtenus, c'est pour cela qu'ils n'ont pas été pris en

## **Conclusion générale**

## Conclusion Générale

---

Dans ce travail, nous avons étudié l'efficacité de l'argile dans l'adsorption du plomb de l'eau. L'argile utilisée a été prélevée de la région de Blidet-Omar.

Les résultats ont montrés que le sol de la région de Blidet-Omar est riche en argile, pourcentage d'argile atteint un pourcentage de 52,2%. La caractérisation physico-chimique a montré que l'argile est essentiellement constituée d'illite et de kaolinite. La surface spécifique déterminée par la technique BET est égale à  $113,7622\text{m}^2/\text{g}$ , la capacité d'échange de cations est égale à 20 mEq/100 g.

Les résultats de l'élimination le plomb de l'eau ont montrés que la vitesse d'agitation, le temps de contact et la masse d'argile ont une influence sur les rendements d'élimination. Un rendement d'élimination du plomb dépassant les 99% a été obtenu pour les conditions suivantes : Une masse de l'adsorbant de 0,25 g/100 mL d'eau, un temps de contact de 60 minutes et une vitesse d'agitation de 300tr/min.

Ce travail montre bien que l'argile de la région de Blidet-Omar peut être utilisée avec des rendements significatifs pour l'élimination du plomb des eaux destinées à la consommation humaine.

Il est souhaitable de poursuivre ce travail en testant d'autres argiles des différentes régions du pays.

Après le processus de traitement ,le plomb est récupéré.

## Référence bibliographique

- [1] Abid ; nejb.2015.interactions argiles naturelles. effluents teinturiers- influence des propriétés de surface des argiles et mécanismes d'adsorption des colorants ; thèse de directeur. Université de Strasbourg. Page : 23-25.
- [2] bouazza ; fayza .2012.elimination des polluants organiques par des argiles naturelles et modifiées ; thèse de magister. Université de Tlemcen. Page : 28
- [3] chaouch ; noura. Utilisation des sons -produits du palmier dattier dans le traitement physico -chimique des eaux polluées ;( thèse doctorat) .Batna: Université hadj Lakhdar -Batna ; 2014.
- [4] djamel ; amimeur. Contribution à l'étude de l'élimination du plomb par coagulation floculation et par adsorption sur charbon actif effet de la minéralisation et des paramètres réactionnels ;(thèse doctorat). biskra:université mohamed khider ;2018.
- [5] djamel ; amimeur.2018.contribution à l'étude de l'élimination du plomb par coagulation floculation et par adsorption sur charbon actif.effet de la minéralisation et des paramètres réactionnels ; thèse de doctorat.université de biskra.page :29-32.
- [6] djamel;amimeur . contribution à l'étude de l'élimination du plomb par coagulation floculation et par adsorption sur charbon actif effet de la minéralisation et des paramètres réactionnels ;(thèse doctorat) . biskra:université mohamed khider ,2018.
- [7] Dridi.C;Youcef.L;elimination du plomb par adsorption sur le kaolin ,removal of lead by adsorption on kaolin .Page :8
- [8] E.Koller.Ed DUNOD France ; 2004.

[9] fatimazohra ; choumane. élimination des métaux lourds et pesticides en solution aqueuse par des matrices argileuses ; thèse de doctorat. Université de Tlemcen. Page : 52-58.

[10] fatima; zohrachoumane. Elimination des métaux lourds et pesticides en solution aqueuse par des matrices argéleuses;( thèse doctorat ).Tlemcen: Université Abou bckrbilkair .

[11] G. sposito ; D.Grasso. surfactant science séries ; 85 ; 207-249 ; 1999.

[12] Gassas; Hassiba. Mekkas;Nadia.Elimination des ions cu+2 des solutions aqueuses par adsorption sur une argile locale;(thème magister).oumbouaghi:Universitélarbi ben m'hidi ;2019.

[13] Gassas;Hassiba.Mekkas;Nadia.Elimination des ions cu+2 des solutions aqueuses par adsorption sur une argile locale;(thème magister).oumbouaghi:Universitélarbi ben m'hidi ;2019.

[14]Inamuddin ,Mohd Imran Ahamed ,Eric Lichtfouse , Tariq Altalhi Editors. Remédiation of Heavy metals .Environmental Chemistry for a sustainable world, volume (70). page : 21-35 ,51-150

[15]internationalchemical safety card. Lead chromate (VI). Luxembourg, CEC, IPCS, ICSC0003, (1991).

[16]International chemical safety card. Lead chromate (VI). Luxembourg, CEC, IPCS, ICSC 0003. (1991).

[17] Mahammedi ; fatiha.2017.adsorption des poly organiques en solution aqueuse par des argiles naturelles de la région de Tlemcen ; thèse de doctorat. Université de Tlemcen. Page : 31 -33 et 9-10.

[18] mahan ; B.h. (1987) quimicacursouniverstairefondoeducativo inter americano S.

[19] masmoudi ; toufik.incidence de la minéralisation sur l'élimination du mercure par deux procédés physico-chimiques.application à deux

effluents résiduaire ; thèse de doctorat.université de biskra.page :34-35.

[20] Mohamed mahdi ; missaoui .2018 .influence de la présence des métaux lourds au cours de l'élimination des substances humiques sur charbon actif dans des milieux de minéralisation variable ; thèse de doctorat .université de Biskra. Page : 40.

[21] R. Plante et al ; 2003. Définition nosologique d'une maladie à déclaration obligatoire ou d'une intoxication et d'une exposition significative : le plomb, institut national de santé

[22] tobbi ; ouafa.2014-2015.adsorption de certains micropolluants sur la montmorillonite de l'ouest algérien sodique et intercalée ; thèse de doctorat. Université d'Annaba. Page :15.

[23] سراوي ميروك – سنة 2020- أطروحة دكتوراه-بعنوان استخدام طين محلي من منطقة في تنقية مياه لصرف الصحي .

Annexes



Figure III. 8: images des méthodes et comment réaliser l'expérience

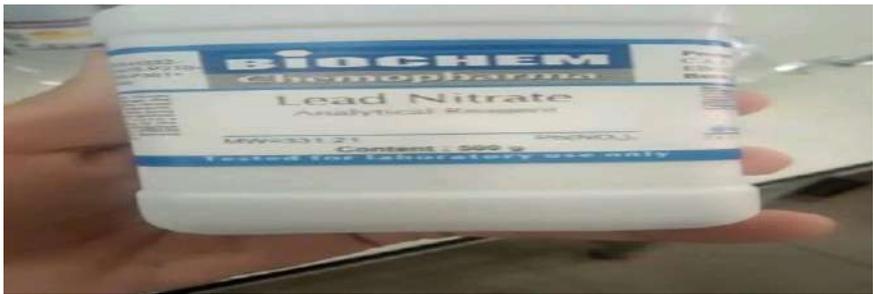
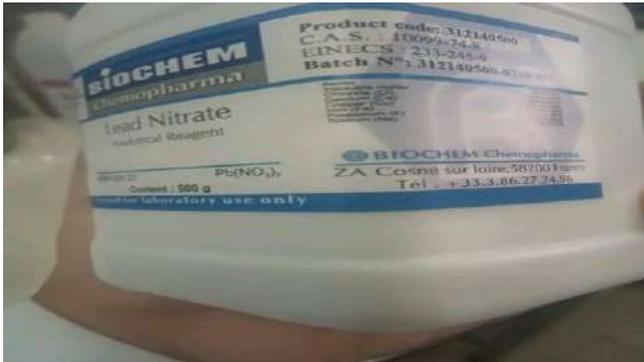


Image III.14 : Le plomb





**Image III.13 Étapes de détection à l'aide du détecteur**



**Image III.12 Codage du réactif d'ammonium utilisé**



**Image III. Le détecteur infrarouge utilisé dans l'étude**

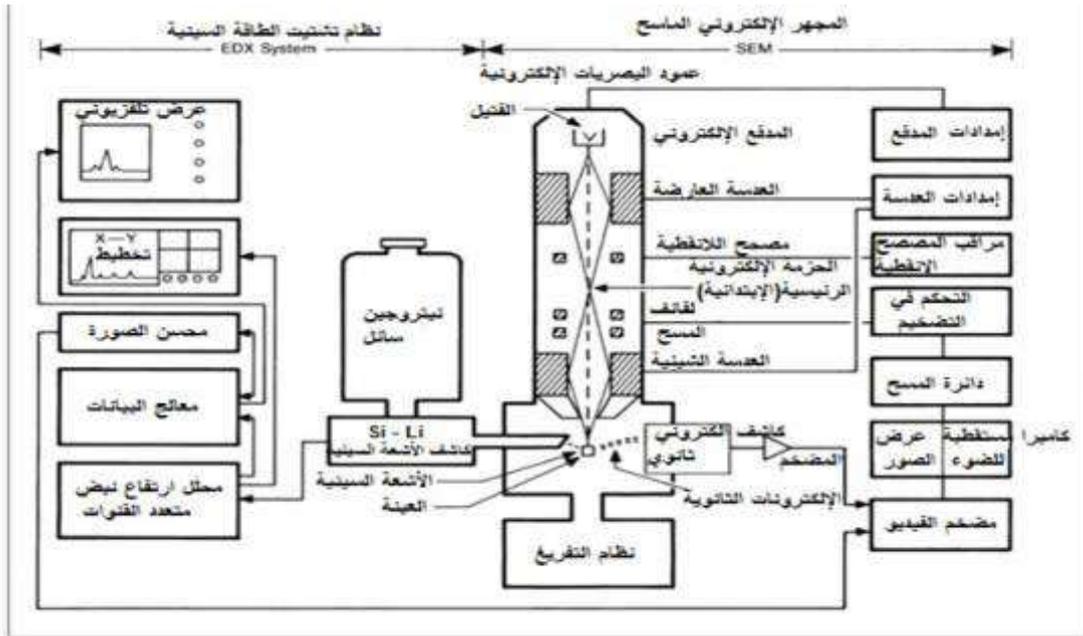


Figure III.4. Schéma de principe du microscope électronique à balayage et du système dispersif d'énergie X

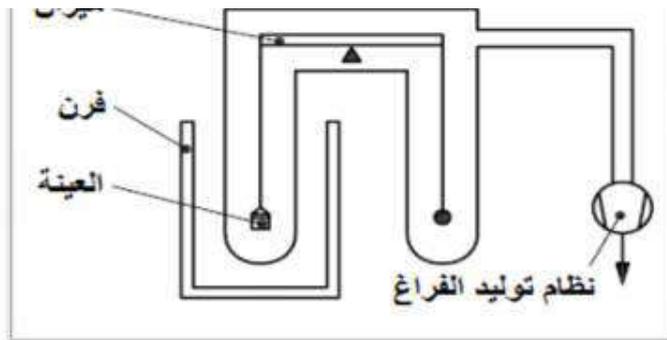


Figure III.5 : système de génération de vide

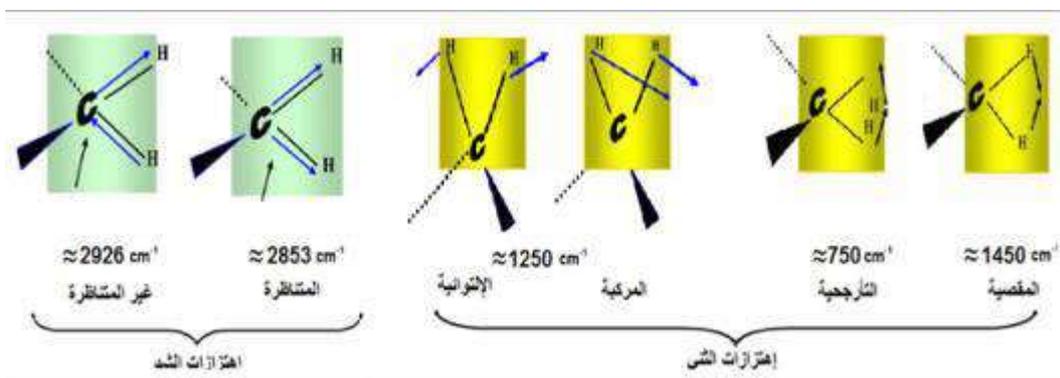


Figure III.2 : Les différentes vibrations qui se produisent lorsque le rayonnement infrarouge est absorbé ponctuellement

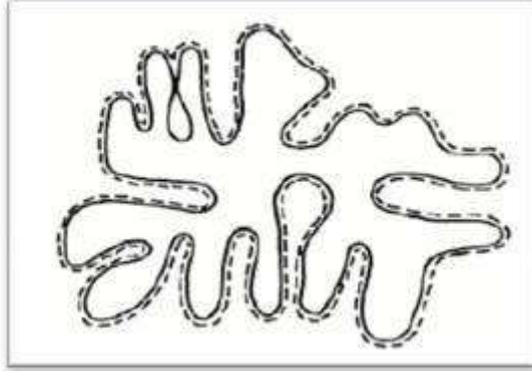


Figure III.3 : La section transversale de la particule avec la surface détectée par la méthode d'adsorption indiquée par la

Tableau: La normes des ALgerie

2.2 ملغ من سبغة 2000 م		الجزيرة الرسمية للجمهورية الجزائرية / العدد 15		3
15 ربيع الثاني عام 1432 هـ				
المسحوق				
معايير نوعية المياه الموجهة للاستهلاك البشري				
الجدول رقم 1 : معايير القلح القسويين :				
مجموعة المعايير	المعيار	الوحدة	القلح القسويين	
المعايير الكيميائية	الالتسيوم	مغ/ل	0.2	
	أملاح النشادر	مغ/ل	0.5	
	الباريوم	مغ/ل	0.7	
	البور	مغ/ل	1	
	المغنيز الإجمالي	مغ/ل	0.3	
	الفوروز	مغ/ل	1.5	
	النتريت	ميكروغرام/ل	50	
	النترات	مغ/ل	50	
	النترين	مغ/ل	0.2	
	الأكسدة	مغ/ل / ٥	5	
	الفوسفور	مغ/ل	5	
	أكريلاميد	ميكروغرام/ل	0.5	
	أنتيمون	ميكروغرام/ل	20	
	الفضة	ميكروغرام/ل	100	
	الزرنيخ	ميكروغرام/ل	10	
	الكاديوم	ميكروغرام/ل	3	
	الكروم الإجمالي	ميكروغرام/ل	50	
	الزنك	مغ/ل	2	
	النيكوتور	ميكروغرام/ل	70	
	الزئبق	ميكروغرام/ل	6	
	النيكل	ميكروغرام/ل	70	
	الزرنيخ	ميكروغرام/ل	10	
	سيلينيوم	ميكروغرام/ل	10	
	الزئبق	مغ/ل	5	



## Plomb et composés minéraux

### Fiche toxicologique synthétique n° 59 - Edition Mai 2020

Pour plus d'information se référer à la fiche toxicologique complète.

Formule Chimique	Nom	Numéro CAS	Numéro CE	Numéro index	Synonymes
Pb	Plomb sous forme de poudre (diamètre des particules < 1 mm)	7439-92-1	231-100-4	082-013-00-1	
Pb	Plomb massif (diamètre des particules >= 1 mm)	7439-92-1	231-100-4	082-014-00-7	
	Composés du plomb à l'exclusion des autres composés du plomb nommés à l'annexe VI du règlement (CE) n° 1272/2008			082-001-00-6	
Pb(N <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Diazoture de plomb	13424-46-9	236-542-1	082-003-00-7	
Pb(N <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	Diazoture de plomb (flegmatisant >= 20%)	13424-46-9	236-542-1	082-003-01-4	
PbCrO <sub>4</sub>	Chromate de plomb	7758-97-6	231-846-0	082-004-00-2	
PbC <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>4</sub>	Di(acétate) de plomb	301-04-2	206-104-4	082-005-00-8	Acétate de plomb
Pb <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub>	Bis(orthophosphate) de triplomb	7446-27-7	231-205-5	082-006-00-3	
PbC <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>4</sub> .Pb <sub>2</sub> (OH) <sub>4</sub>	Acétate de plomb basique	1335-32-6	215-630-3	082-007-00-9	Sous-acétate de plomb
	Jaune de sulfochromate de plomb (C.I. Pigment Yellow 34)	1344-37-2	215-693-7	082-009-00-X	
	Rouge de chromate, de molybdate et de sulfate de plomb (C.I. Pigment Red 104)	12656-85-8	235-759-9	082-010-00-5	
PbAsHO <sub>4</sub>	Hydrogéoarsénate de plomb	7784-40-9	232-064-2	082-011-00-0	
PbSiF <sub>6</sub>	Hexafluorosilicate de plomb (II)	25808-74-6	247-278-1	009-014-00-1	
	Sel de plomb et de nickel de l'acide silicique	68130-19-8		028-050-00-9	



### PLOMB SOUS FORME DE POUDRE (DIAMÈTRE DES PARTICULES INFÉRIEUR À 1 MM)

#### Danger

- H362 - Peut être nocif pour les bébés nourris au lait maternel
- H360FD - Peut nuire à la fertilité. Peut nuire au développement.

Les conseils de prudence P sont sélectionnés selon les critères de l'annexe 1 du règlement CE n° 1272/2008.

231-100-4

## Propriétés physiques

Nom Substance	N° CAS	Etat Physique	Solubilité	Point de fusion	Point d'ébullition	Pression de vapeur
Plomb	7439-92-1	Solide	Insoluble dans l'eau. Soluble dans l'acide nitrique dilué et l'acide sulfurique concentré et bouillant.	326 à 327,5 °C	1740 à 1749 °C (à la pres. atm.)	0,133 kPa à 980 °C 53,3 kPa à 1600 °C
Chlorure de plomb	7758-95-4	Solide	Soluble dans l'eau (9,9 g/L à 20 °C). Très soluble dans les solutions de soude ou potasse, légèrement soluble dans l'acide chlorhydrique.	de 500 à 501 °C	de 950 à 951 °C (à la pres. atm.)	0,133 kPa à 547 °C
Chromate de plomb	7758-97-6	Solide	Insoluble dans l'eau (de 0,17 à 0,6 mg/L à 20 °C). Soluble dans l'acide nitrique. Insoluble dans l'acide acétique et l'ammoniaque.	844 °C	Décomposition avant ébullition	
Carbonate de plomb (ou cérusite)	598-63-0	Solide	Insoluble dans l'eau (de 1,1 à 3 mg/L à 20 °C), l'éthanol, l'ammoniaque. Soluble en milieu acide (décomposition) et en milieu basique.	315 °C avec décomposition		
Dioxyde de plomb	1309-60-0	Solide	Insoluble dans l'eau. Soluble dans l'acide chlorhydrique. Soluble à chaud dans les solutions de soude.	290 °C avec décomposition		
Monoxyde de plomb	1317-36-8	Solide	Très peu soluble dans l'eau (17 mg/L à 20 °C). Soluble dans les acides (nitrique et acétique dilués) et les bases (à chaud).	887 à 897 °C	1470 à 1472 °C avec décomposition (à la pres. atm.)	1 Pa à 724 °C, 10 Pa à 816 °C
Nitrate de plomb	10099-74-8	Solide	Soluble dans l'eau (565 g/L à 20 °C) et légèrement soluble dans l'éthanol.	décomposition à partir de 205 °C avec dégagement d'oxygène et de dioxyde d'azote		
Sulfate de plomb	7446-14-2	Solide	Insoluble dans l'eau (42,5 mg/L à 25 °C). Soluble dans les acides et bases concentrés. Insoluble dans l'éthanol.	1170 °C avec début de décomposition à 900 °C		
Sulfure de plomb	1314-87-0	Solide	Très peu soluble dans l'eau (0,124 g/L à 20 °C). Soluble dans l'acide nitrique chaud et dans l'acide chlorhydrique dilué.	de 1113 °C à 1114 °C		1 Pa à 656 °C, 10 Pa à 741 °C
Tétraoxyde de plomb (ou minium)	1314-41-6	Solide	Insoluble dans l'eau. Soluble dans l'acide acétique et l'acide chlorhydrique chaud.	500 °C avec décomposition, 830 °C quand la décomposition à 500 °C est empêchée par pression d'O <sub>2</sub> .		
Di(acétate) de plomb	301-04-2	Solide	Soluble dans l'eau (443-456 g/L à 20 °C), légèrement soluble dans l'éthanol.	280 °C avec début de décomposition à 204 °C.		
Bis(carbonate)dihydroxyde de triplomb (ou céruse)	1319-46-6	Solide	Insoluble dans l'eau (2,2 mg/L à 25°C)	Décomposition à 400 °C		

## Méthodes de détection et de détermination dans l'air

- Prélèvement de la fraction inhalable de l'aérosol par pompage de l'air sur un support de collecte des particules. Mise en solution par différents mélanges et modes de minéralisation. Dosage du plomb par spectrométrie : d'absorption atomique (SAAF, SAA-AET), d'émission à plasma à couplage inductif (ICP-AES), de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS) ou par voltampérométrie par redissolution anodique.

## Valeurs Limites d'Exposition Professionnelle

Des valeurs limites d'exposition professionnelle (VLEP) dans l'air des lieux de travail ont été établies pour le plomb métallique et ses composés :

Substance	PAYS	VME (mg/m <sup>3</sup> )
Plomb métallique et ses composés, en Pb	France (VLEP réglementaire contraignante - 1983)	0,10
Plomb métallique et ses composés inorganiques, en Pb	États-Unis (ACGIH - 2001)	0,05

## Pathologie - Toxicologie

### Toxicocinétique - Métabolisme

Chez l'animal comme chez l'homme, le plomb pénètre dans l'organisme par voies digestive et pulmonaire ; l'absorption cutanée est négligeable. L'absorption pulmonaire dépend notamment de la taille des particules chargées en plomb et de leur solubilité. Le plomb n'est pas métabolisé dans l'organisme, il se distribue dans les érythrocytes, les tissus mous, les os et traverse la barrière placentaire. Il n'y a pas d'accumulation dans les poumons. Le plomb inhalé non absorbé est éliminé par action mucociliaire trachéo-bronchique vers le tractus gastro-intestinal puis, comme le plomb ingéré, est absorbé ou directement éliminé dans les fèces. Le plomb absorbé est principalement excrété dans les urines et les fèces, et dans une moindre mesure, via la salive, la sueur, les phanères et le lait maternel.

### Toxicité expérimentale

La toxicité aiguë comprend des effets neurologiques, digestifs, rénaux ainsi que sur la synthèse de l'hème. Une létalité est possible à fortes doses.

### Toxicité subchronique, chronique

Après des expositions subchronique ou chronique, des effets hématologiques, neurologiques, rénaux, cardiaques, vasculaires et immunologiques peuvent être observés.

### Effets génotoxiques

Les données disponibles ne permettent pas de conclure quant à l'effet génotoxique du plomb et de ses composés minéraux.

### Effets cancérogènes

Des tumeurs rénales ont été observées chez le rat et la souris, pour plusieurs sels de plomb administrés par différentes voies, ainsi que des gliomes chez le rat avec le sous-acétate de plomb.

### Effets sur la reproduction

Les sels de plomb induisent une diminution de la fertilité, une embryopathie et foeto létalité et une tératogénicité chez de nombreuses espèces. L'acétate de plomb semble, de plus, agir sur l'axe hypothalamo-hypophysio-gonadique.

### Effets perturbateurs endocriniens

Le plomb et ses composés peuvent modifier les taux de certaines hormones, notamment via une action sur l'axe hypothalamo-hypophysio-gonadique.

## Toxicité sur l'Homme

L'intoxication aiguë par le plomb est rare ; elle résulte d'une ingestion massive ou d'une administration parentérale de plomb métal ou composés minéraux. Le plomb est un toxique cumulatif dont les principales cibles en cas d'exposition chronique sont le système nerveux, le rein, le système cardiovasculaire et le système hématologique. De nombreux effets sont en particulier rapportés pour des plombémies inférieures à 200 µg/L (voire inférieures à 50 µg/L), chez des travailleurs exposés ou en population générale : troubles des fonctions neurocomportementales et de l'audition, effets rénaux (diminution du débit de filtration glomérulaire et augmentation du risque de maladie rénale chronique), augmentation de la pression artérielle et de la mortalité cardiovasculaire. Des effets génotoxiques dans les lymphocytes périphériques sont observés chez des travailleurs exposés au plomb. Les données de mortalité par cancer dans des cohortes de travailleurs exposés ne sont pas toujours concordantes ; les résultats les plus concluants concernent un excès de risque de cancer du poumon (sans toutefois prise en compte du tabagisme et souvent d'autres co-expositions) et de l'estomac. Le plomb affecte la fertilité masculine en induisant des anomalies des paramètres spermatiques. L'exposition maternelle au plomb est un facteur de risque d'avortement spontané et d'accouchement prématuré mais pas de malformations ; elle est inversement corrélée, sans effet seuil, au poids de naissance de l'enfant. L'exposition pré- et post-natale au plomb affecte le développement du système nerveux central du fœtus et du jeune enfant, sans seuil d'effet.

## Recommandations

Lorsque l'emploi du plomb ou de ses composés est techniquement indispensable, l'exposition des travailleurs doit être réduite au niveau le plus bas possible. Des mesures très sévères de prévention et de protection adaptées au risque ainsi qu'un suivi médical s'imposent conformément aux textes réglementaires.

## Au point vue technique

L'intégralité des recommandations techniques figurent dans la fiche complète. On prendra tout particulièrement soin à respecter les points suivants :

- Observer une **hygiène corporelle et vestimentaire** très stricte : Lavage soigneux des mains (savon et eau) après manipulation et changement de vêtements de travail. Ces vêtements de travail sont fournis gratuitement, nettoyés et remplacés si besoin par l'entreprise. Ceux-ci sont rangés séparément des vêtements de ville. En aucun cas les salariés ne doivent quitter l'établissement avec leurs vêtements et leurs chaussures de travail.
- **Éviter tout contact** de produit avec **la peau et les yeux. Éviter l'inhalation** de vapeurs, poussières, aérosols. Effectuer en **système clos** toute opération industrielle qui s'y prête. Dans tous les cas, prévoir une **aspiration** des poussières et vapeurs à leur source d'émission, ainsi qu'une **ventilation** des lieux de travail conformément à la réglementation en vigueur.
- Le choix des équipements de protection individuelle (EPI) dépend des conditions au poste de travail et de l'évaluation des risques professionnels. Ils ne doivent pas être source d'**électricité statique** (chaussures antistatiques, vêtements de protection et de travail dissipateurs de charges). Une attention particulière sera apportée lors du **retrait des équipements** afin d'éviter toute contamination involontaire. Ces équipements seront éliminés en tant que déchets dangereux.
- Stocker le plomb ou ses composés dans des locaux **frais et sous ventilation mécanique permanente**. Tenir à l'écart de la chaleur, des surfaces chaudes, de toute source d'inflammation (étincelles, flammes nues, rayons solaires...).
- Conserver les déchets et les produits souillés dans des récipients spécialement prévus à cet effet, **clos et étanches**. Les éliminer dans les conditions autorisées par la réglementation en vigueur.

### En cas d'urgence

- En cas de déversement accidentel de liquide, récupérer le produit en l'épongeant avec un **matériau absorbant inerte** (terre, sable, autre matière inerte...). Laver à grande eau la surface ayant été souillée.
- En cas de déversement accidentel de poudre ou de poussières, **le balayage et l'utilisation de la soufflette sont à proscrire**. Récupérer le produit en l'aspirant avec un aspirateur industriel.
- Si le déversement est important, **aérer** la zone et **évacuer** le personnel en ne faisant intervenir que des opérateurs **entraînés et munis d'un équipement de protection approprié**. Supprimer toute source d'inflammation potentielle.
- Des appareils de protection respiratoires isolants autonomes sont à prévoir **à proximité et à l'extérieur** des locaux pour les interventions d'urgence.
- Dans tous les cas, ne pas autoriser les travailleurs non indispensables et non protégés à rester dans la zone polluée.
- Prévoir l'installation de **fontaines oculaires** et de **douches de sécurité**.
- Si ces mesures ne peuvent pas être réalisées sans risque de sur-accident ou si elles ne sont pas suffisantes, contacter les équipes de secours interne ou externe au site.

## Conduite médicale à tenir

- Des recommandations médicales spécifiques existent concernant certains organes cibles, la fertilité, la femme enceinte et/ou allaitante, et la surveillance biologique de l'exposition (pour plus d'informations, voir la FT complète).
- **Conduites à tenir en cas d'urgence :**
  - **En cas de projection cutanée ou oculaire**, retirer les vêtements souillés et rincer la peau et/ou les yeux immédiatement et abondamment à l'eau courante pendant au moins 15 minutes ; en cas de port de lentilles de contact, les retirer avant le rinçage. Si une irritation oculaire et/ou cutanée apparaît ou si la contamination cutanée est étendue ou prolongée, consulter un médecin et/ou ophtalmologiste.
  - **En cas d'inhalation importante de poussières ou de fumées contenant du plomb ou des composés inorganiques**, appeler immédiatement un SAMU ou un centre antipoison, faire transférer la victime par ambulance médicalisée en milieu hospitalier dans les plus brefs délais, où un dosage initial de la plombémie sera réalisé. Transporter la victime en dehors de la zone polluée en prenant les précautions nécessaires pour les sauveteurs. Si la victime est inconsciente, la placer en position latérale de sécurité et mettre en œuvre, s'il y a lieu, des manœuvres de réanimation. Si la victime est consciente, la maintenir au maximum au repos. Si nécessaire, retirer les vêtements souillés (avec des gants adaptés) et commencer une décontamination cutanée et oculaire (laver immédiatement et abondamment à grande eau pendant au moins 15 minutes).
  - **En cas d'ingestion**, appeler immédiatement un SAMU ou un centre antipoison, faire transférer la victime en milieu hospitalier dans les plus brefs délais, où un dosage initial de la plombémie sera réalisé. Si la victime est inconsciente, la placer en position latérale de sécurité et mettre en œuvre, s'il y a lieu, des manœuvres de réanimation. Si la victime est consciente, faire rincer la bouche avec de l'eau, ne pas faire boire, ne pas tenter de provoquer des vomissements. En milieu hospitalier, une radiographie de l'abdomen sans préparation permettra de localiser le plomb ; un lavage gastrique ou un lavement évacuateur pourra être entrepris en fonction de sa localisation dans le tube digestif. Un traitement chélateur pourra être indiqué en fonction de la plombémie initiale.