

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE



Université 8 Mai 1945 Guelma
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département : Génie des Procédés

Mémoire du Projet de fin d'étude
2^{ème} Année Master

*Elaboration de membranes à base d'argile de terre cuite locale
pour traitement des eaux*

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie des procédés - Génie chimique

Présenté par :

BOUHADJAR Manal

GAOUA Roumayssa

Sous la Direction de :

Dr. CHERAITIA Abdallah

Juin 2023

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciement

Par ce modeste travail qui restera toujours nous remercies :

« ALLAH » le tout puissant de nous avoir donné le courage, patience, santé et volonté tout au long de nos études.

Notre encadreur « Dr. CHERAITIA Abdallah » pour nous avoir guidé à l'élaboration de ce travail avec ces conseils, ses critiques et ses encouragements.

Nous remercions monsieur les membres du jury pour la caution qu'ils ont bien voulu apporter à ce travail et à qui nous devons notre profond respect et notre très haute considération.

Nous tenons à remercier également l'ensemble des enseignants du département génie des Procédés

Enfin, nous tenons à adresser nous plus vifs remerciement à tous les personnes qui de près ou de loin nous aident à la réalisation de ce mémoire.

Dédicace

Je dédie ce travail à mes chers parents, ma mère Fouzia et mon père Abdelkarim pour leurs sacrifices et leurs soutiens tout au long de mes études

❖ *A mon grand-père Sedra Mohamed et ma grand-mère*

❖ *A mes sœurs et mes frères « Latifa et son fils Youssef, Nada, Mohamed et Yahya »*

❖ *A ma tante « Chahrazade »*

❖ *A mon oncle « BOUHADJAR Slimane et son épouse »*

❖ *A mes amis « Djouhaina, Aya et Imane »*

❖ *A tous mes collègues en particulier « Nesrine, Samah, Malika et Nihed »*

Ainsi je le dédie également à ma collègue de travail « Romayssa » qu'elle trouve ici mon respect le plus profond.

Dédicace

Chaque fois qu'on achève une étape importante dans notre vie, on fait une pause pour regarder en arrière et se rappeler de toutes ces personnes qui ont partagé avec nous tous les bons moments de notre existence mais surtout les mauvais

- ❖ *[Je dédie ce mémoire au premier homme de ma vie, mon premier amour, papa chéri, il m'a doté d'une éducation digne, c'est son amour, son support, qui ont fait de moi ce que je suis aujourd'hui. Dieu accorde la paix à son âme*
- ❖ *A la lumière de ma vie, la source de tendresse, ma première supportrice, ma mère que j'adore*
- ❖ *Ma sœur rahma*
- ❖ *Mes frères Abdou Nasro Amar et Oussama*
- ❖ *Ma belle-sœur Mouna*
- ❖ *Mes nièces et mes neveux Rousline, Yarine, Anes, Louay et Djaouad*
- ❖ *A ma copine Meriem, merci pour tous les moments inoubliables et de m'a toujours encouragé et m'aimé.*
- ❖ *A mon binôme Manal Tous ceux qui m'ont aidé, ceux qui sont la source de mon inspiration et mon courage*
- ❖ *Toutes mes amies sans exception Roumaissa, Ghada, Nihed*
- ❖ *Tous mes amis de groupe moon's*
- ❖ *Mes cousins Lilia Hanan, Nassim et Yassin*
- ❖ *Tous simplement, à tous ceux que j'aime et qui m'aiment.*

(-)

TDS

Résumé

L'eau douce représente environ 2,5 % de la masse totale d'eau mondiale, composée principalement d'eau salée, dont la distribution est déséquilibrée avec des zones avec des eaux superflues et des zones avec un déficit important. L'eau douce est utilisée excessivement dans l'agriculture, l'industrie et l'urbanisme, en plus de la pollution des eaux superficielles et des nappes souterraines, l'eau devient de plus en plus rare.

Pour le traitement des eaux, différents procédés sont utilisés : procédés physiques pour éliminer les grosses particules minérales et organiques, procédés biologiques avec des micro-organismes aérée qui vont éliminer les contaminants organiques résiduels ; les procédés par traitements chimiques incluent la neutralisation, la désinfection, la précipitation des phosphates, l'élimination de l'azote, du fer et du manganèse et en fin, un traitement plus poussé en utilisant les procédés de séparation membranaires pour retenir les plus infimes particules dissoutes, comme des molécules ou des ions de métaux lourds. Dans ce travail, nous avons préparé et caractérisé des membranes tubulaires locales (de la région de Bendjerrah - Guelma) qu'on a utilisées pour filtrer les eaux usées.

L'aspect visuel des eaux filtrées est très claire par rapport à l'eau usée utilisée, elle est assez proche à l'aspect de l'eau de robinet.

Les eaux filtrées présentent des valeurs des conductivités, Salinité et TDS inférieures aux valeurs des solutions de départ ce qui nous indique que les membranes utilisées présentent une capacité de rétention des sels se trouvant dans la solution de départ.

Abstract

Freshwater constitutes approximately 2.5 percent of the world's total body of water, composed mainly of saltwater, which is unevenly distributed, with areas with superfluous waters and areas with a significant deficit. Water is becoming increasingly scarce due to the excessive use of freshwater in agriculture, industry, and urban areas, as well as surface water and groundwater pollution.

Various processes are used for water treatment: physical processes to remove large mineral and organic particles, biological processes with aerated microorganisms to remove residual organic contaminants; and chemical treatment processes that include neutralization, disinfection, phosphate precipitation, nitrogen, and iron and manganese removal. Finally, further treatment using membrane separation processes to retain the smallest dissolved particles, such as heavy metal molecules or ions.

In this work, we prepared and characterized local tubular membranes (from the Bendjerrah - Guelma region) used to filter the wastewater.

The visual appearance of the filtered water is very clear in relation to the wastewater used; it is rather similar to the appearance of tap water.

The filtered waters have conductivity, salinity and TDS values lower than the values of the starting solutions, which indicates that the membranes used have a capacity to retain the salts present in the starting solution.

Sommaire

Sommaire

| | |
|--|-----|
| Sommaire | I |
| Liste des figures | III |
| Liste des tableaux | V |
| Liste des abréviations | VI |
| Introduction générale..... | 1 |
| <i>Partie théorique</i> | 3 |
| <i>Chapitre I : Traitement des eaux</i> | 4 |
| I.1. Introduction | 3 |
| I.2. Les types des eaux | 3 |
| I.3. L'abondance des eaux | 4 |
| I.4. Utilisation de l'eau | 6 |
| I.5. La pollution des eaux | 7 |
| I.6. Principales technologies du traitement des eaux | 8 |
| <i>Chapitre II : Les procédés membranaires</i> | 10 |
| II.1. Notions générales sur les membranes | 10 |
| II.2. La porosité des membranes | 11 |
| II.3. Structure des membranes..... | 12 |
| II.4. Principe de séparation par la membrane | 13 |
| II.5. Mécanismes de séparation | 13 |
| II.6. Procédés de séparation membranaires | 13 |
| II.7. Domaines d'applications des membranes..... | 14 |
| II.8. Modes de filtration..... | 15 |
| II.8.1. Filtration frontale..... | 15 |
| II.8.2. Filtration tangentielle..... | 15 |
| II.9. Les matériaux membranaires..... | 16 |
| II.9.1. Les matériaux organiques..... | 16 |
| II.9.2. Les matériaux minéraux | 17 |
| II.9.3. Les matériaux hybrides..... | 18 |
| <i>Chapitre III : Les Argiles</i> | 19 |
| III.1. Introduction | 19 |
| III.2. Origine géologique | 19 |
| III.3. Les mécanismes généraux de formation des argiles..... | 20 |
| III.3.1. L'héritage..... | 20 |
| III.3.2. Les transformations..... | 20 |
| III.3.3. Les néogènes..... | 21 |

| | |
|--|----|
| III.4. Principaux groupes de minéraux argileux | 22 |
| III.5. Structures et classification des argiles | 22 |
| III.6. Intérêts des argiles | 24 |
| <i>Partie expérimentale</i> | 25 |
| Chapitre IV : Partie expérimentale | 25 |
| Objectifs | 25 |
| IV.1. Préparation des argiles | 25 |
| IV.1.1 Au niveau de la briqueterie El Riad- Bendjerrah | 25 |
| <i>Zone du gisement</i> | 25 |
| <i>Préparation de la pâte d'argile</i> | 26 |
| <i>Le tamisage des pâtes d'argiles</i> | 27 |
| IV.2. Fabrication des membranes tubulaires | 28 |
| IV.2.1. À partir de la barbotine de l'argile | 28 |
| IV.2.1.1. Préparation des moules | 28 |
| IV.2.1.2. Préparation de la barbotine d'argile | 29 |
| IV.2.1.3. Préparation des membranes tubulaires | 29 |
| IV.2.2. À partir de la pâte d'argile | 30 |
| IV.2.2.1. Par Extrusion de la pâte | 31 |
| IV.2.2.2. Par étalage et enrobage de la pâte | 31 |
| IV.2.3. Séchage et traitement thermique des échantillons élaborés | 32 |
| IV.2.4. Aspect de membranes élaborées | 34 |
| IV.2.5. Propriétés physique des échantillons élaborés | 34 |
| IV.2.5.1. Les retraits | 35 |
| IV.2.5.2. Détermination de la densité | 35 |
| IV.2.5.3. La porosité | 36 |
| IV.2.5.4. Résultats et discussions | 37 |
| IV.3. Tests de filtration des eaux usées | 38 |
| IV.3.1. Le montage de filtration | 38 |
| IV.3.2. Choix de la solution de départ | 39 |
| IV.3.3. Étude de la perméation des membranes élaborées lors du traitement de l'eau usée .. | 40 |
| IV.3.4. Caractéristiques des eaux de filtration par les membranes élaborées | 43 |
| IV.3.4.1. Aspect de l'eau | 43 |
| IV.3.4.2. Caractéristiques des eaux avant et après filtration | 44 |
| Conclusion générale | 45 |
| Références bibliographiques | 47 |

Liste des figures

Chapitre I

| | |
|---|---|
| Figure I. 1: Répartition de l'eau sur la terre, en pourcentage du volume total. | 3 |
| Figure I. 2: Cycle de l'eau..... | 4 |
| Figure I. 3: Niveau de stress hydrique, par pays, en 2019 (World Ressources Inst) | 5 |
| Figure I. 4: Classement de l'Algérie en fonction du degré du Stress Hydrique | 5 |
| Figure I. 5: Ressources supplémentaires nécessaires pour atteindre les objectifs | 6 |
| Figure I. 6: Taux d'utilisation de l'eau dans le monde. | 6 |
| Figure I. 7: Nature de la pollution des eaux. | 7 |
| Figure I. 8: Représentation schématique des types de traitement d'eaux résiduaires.... | 9 |

Chapitre II

| | |
|--|----|
| Figure II. 1: Principe de séparation par membrane permselective..... | 10 |
| Figure II. 2: Schéma d'un grain de matériau poreux : contenant des pores ouverts (a), Latents (b) et fermés (c). | 11 |
| Figure II. 3: Membranes anisotropes asymétriques (à, b), membrane symétrique isotrope poreuse(c) et membrane dense non poreuse (d)..... | 12 |
| Figure II. 4: Modules plans (A) spiralés (B), tubulaire (C) et en Fibre creuses (D).... | 12 |
| Figure II. 5: Plages de filtration des procédés de séparation à gradient de pression. .. | 13 |
| Figure II. 6: Modes de filtrations frontale (A) et tangentielle (B). | 15 |
| Figure II. 7: Structure chimique des quelques polymères organiques usuels. | 16 |
| Figure II. 8: Membranes minérales (métallique, céramique, en verre et en charbon). .. | 18 |

Chapitre III

| | |
|--|----|
| Figure III. 1: Produits élaborés à partir des argiles | 19 |
| Figure III. 2: Représentation schématique du cycle des argiles dans la croûte | 20 |
| Figure III. 3: Représentation schématique du processus de la néogénèse. | 21 |
| Figure III. 4 : Evolution d'ensemble des argiles au cours d'enfouissement..... | 21 |
| Figure III. 5: Classifications des argiles selon l'épaisseur et la structure du feuillet ... | 23 |
| Figure III. 6: Représentation des empilements de tétraèdres et d'octaèdres. | 23 |
| Figure III. 7: Représentation schématique de minéraux argileux. | 24 |

Chapitre IV

| | |
|---|----|
| Figure IV. 1: Situation géographique du gisement d'argile..... | 25 |
| Figure IV. 2: Etapes de préparation des argiles au niveau de la briqueterie El-Riad. .. | 26 |
| Figure IV. 3: Schéma d'un système de broyage en jarres | 26 |
| Figure IV. 4: Broyage et tamisage des pâtes séchées. | 27 |

| | |
|--|----|
| Figure IV. 5: Etapes de préparation des moules de plâtre. | 28 |
| Figure IV. 6: Etapes de préparation de la barbotine d'argile. | 29 |
| Figure IV. 7: Séchage des échantillons à l'aire et à l'étuve. | 30 |
| Figure IV. 8 : Aspect des membranes tubulaires élaborées à partir de la barbotine.... | 30 |
| Figure IV. 9: Etapes d'extrusion de la pâte..... | 31 |
| Figure IV. 10 : Etapes de fabrication des membranes tubulaires par étalage..... | 31 |
| Figure IV. 11: Photos de l'étuve et du four de type Contrelab utilisés..... | 32 |
| Figure IV. 12: Diagramme du traitement thermique. | 32 |
| Figure IV. 13: Aspect des échantillons lors du séchage et du traitement thermique. ... | 33 |
| Figure IV. 14 : Les dimensions des membranes de 10S1100 et 5S1000..... | 34 |
| Figure IV. 15: Photos de la porte membrane utilisée dans le montage..... | 34 |
| Figure IV. 16: Schéma d'un grain de matériau poreux : contenant des pores ouverts (a), latents (b) et fermés (c)..... | 36 |
| Figure IV. 17: Les échantillons utilisés pour l'étude des propriétés des membranes. . | 36 |
| Figure IV. 18: Photo du montage de filtration..... | 38 |
| Figure IV. 19: Principe de fonctionnement du montage..... | 39 |
| Figure IV. 20: Aspect d'eau initiale et de l'eau issue du réservoir du montage. | 40 |
| Figure IV. 21: La variation du volume de perméat en fonction de la pression et du temps -Échantillon 2-Ar 10S-1100°C..... | 40 |
| Figure IV. 22: La variation du volume et de la perméance en fonction de la pression à 15min Échantillon 2-Ar 10S-1100°C. | 41 |
| Figure IV. 23: La variation du volume de perméat en fonction de la pression et du temps Échantillon 1-Ar 10S-1100°C. | 41 |
| Figure IV. 24: La variation du volume de perméat et de la perméance en fonction de la pression à 15min Échantillon 1-Ar 10S-1100°C..... | 41 |
| Figure IV. 25: La variation du volume de perméat en fonction de la pression et du temps Échantillon -Ar5S-1000°C. | 42 |
| Figure IV. 26: La variation du volume de perméat et de la perméance en fonction de la pression à 15min | 42 |
| Figure IV. 27: aspect des eaux avant et après traitement membranaire..... | 43 |

Liste des tableaux

Chapitre I

| | |
|---|---|
| Tableau I. 1: Catégories de situation d'accès à l'eau..... | 5 |
| Tableau I. 2: Procédés utilisés pour les traitements des polluants de l'eau. | 9 |

Chapitre II

| | |
|--|----|
| Tableau II. 1: Classification des matériaux poreux selon leur taille d'après l'IUPAC | 11 |
| Tableau II. 2: Les techniques séparatives à membrane à gradient de pression..... | 14 |
| Tableau II. 3: Avantages et inconvénients des matériaux organiques. | 16 |
| Tableau II. 4: Avantages et inconvénients des matériaux minéraux. | 17 |
| Tableau II. 5: Matériaux minéraux formant les membranes minérales. | 17 |
| Tableau II. 6: Avantages et inconvénients des matériaux céramiques. | 18 |

Chapitre III

| | |
|--|----|
| Tableau III. 1: Les différents types d'argiles et leurs caractéristiques. | 23 |
|--|----|

Chapitre IV

| | |
|--|----|
| Tableau IV. 1: Fractions granulométriques obtenues | 27 |
| Tableau IV. 2: Composition de la barbotine d'argile. | 29 |
| Tableau IV. 3: résultats de la porosité. | 37 |
| Tableau IV. 4: Résultats des retraits, densités et lporosité des échantillons élaborés . | 37 |
| Tableau IV. 5: Caractéristiques de la solution de départ. | 40 |
| Tableau IV. 6: Les résultats obtenus de la conductivité, TDS, Salinité et pH. | 44 |

Liste des abréviations :

ED : Electrodialyse

IUPAC : Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée

kD : Kilo Dalton

MF : Microfiltration

NF : Nanofiltration

OI : Osmose Inverse

OMS : Organisation Mondiale de la Santé

PTM : Pression transmembranaire

PV : pervaporation

TDS : Total des Solides Dissous

UF : Ultrafiltration

Introduction générale

Introduction générale

Les eaux douces représentent environ 2,5% de la masse totale d'eau mondiale, elle est constituée principalement d'eau saline, avec une répartition non équilibrée, on a des zones avec un excès d'eau et des zones avec un grand déficit. Elle est utilisée excessivement dans l'agriculture, l'industrie et urbanisme, en plus de la pollution des eaux superficielles et des nappes souterraines, l'eau devient de plus en plus rare.

Selon l'organisation mondiale de la santé (OMS)-2019 [4], l'Algérie est classée à la 29^{ème} place des pays en fonction du degré de stress hydrique avec moins de 450 mètres cubes par personne et par an d'eau disponible, ce qui nécessite obligatoirement un traitement des eaux usées produites et salines pour récupérer le maximum d'eau afin de le réutiliser

Pour le traitement des eaux, différents procédés sont utilisés : procédés physiques pour éliminer les grosses particules minérales et organiques, procédés biologiques avec des micro-organismes aérée qui vont éliminer les contaminants organiques résiduels ; les procédés par traitements chimiques incluent la neutralisation, la désinfection, la précipitation des phosphates, l'élimination de l'azote, du fer et du manganèse. En fin, un traitement plus poussé en utilisant les procédés de séparation membranaires pour retenir les plus infimes particules dissoutes, comme des molécules ou des ions de métaux lourds.

Les membranes sont fabriquées en utilisant soit des matières organiques (les dérivés du : cellulose polysulfones, polyamides, polyimides, polymères acryliques) soit matériaux minéraux où les céramiques composent la majorité de membranes minérales, on trouve également du carbone poreux, des métaux ou du verre.

Les matériaux céramiques sont élaborés à partir de différents types d'argiles traitées thermiquement à différentes températures . Parmi les argiles, on trouve en abondance dans la zone de Bendjerrah l'argile de terre cuite qui est utilisée pour la fabrication des briques.

De fait que les céramiques sont très utilisées pour la fabrication des membranes tubulaires, et que les céramiques sont à la base d'argiles, notre travail vise à substituer les matériaux céramiques, par les argiles de terre cuite pour l'élaboration des membranes tubulaires et d'estimer le pouvoir de séparation de ces membranes.

Introduction générale

Ce présent travail a été réalisé au niveau des laboratoires pédagogiques du département génie des procédés de l'université 8 Mai 1945 – Guelma, ce mémoire est divisé en deux parties, la partie théorique contient trois chapitres :

- ✚ Le premier chapitre est consacré au traitement des eaux ;
- ✚ Le deuxième chapitre regroupe un certain nombre de généralités relatives aux procédés de séparation membranaire. Les différents types de membranes, leur utilisation ainsi que les concepts fondamentaux régissant la séparation. Les principales grandeurs physiques utilisées en filtration membranaire sont définies ainsi que les notions essentielles intervenant dans la description des interfaces membrane / solution.
- ✚ Le troisième chapitre est consacré au argile.
- ✚ La partie expérimentale contient les techniques expérimentales relatifs à la préparation des membranes et à leur utilisation pour la filtration des eaux usées, les résultats des analyses effectuées aux différentes étapes de fabrication des membranes, les propriétés des membranes préparées et des eaux avant et après filtration.
- ✚ La conclusion générale résume les résultats de ce travail et les perspectives envisagées

Partie théorique

*Chapitre I : Traitement
des eaux*

I.1. Introduction :

L'eau constitue un élément essentiel est indispensable pour tout être vivant, animaux. Elle représente 60 à 80 % du poids du corps pour la composition des êtres vivants.

L'eau est reconnue comme source principale de la vie, car elle est utilisée pour de multiples besoins, aux échanges biologiques ; à l'hygiène personnel et collective et à toute activité humaine, comme l'agriculture, l'industrie, etc.

Le volume total d'eau de la terre est de 1,4 milliards de km^3 ou 1,4 billions de m^3 ($1,4 \cdot 10^{12} \text{ m}^3$), de ce volume, 2,53 %, soit 35 millions de km^3 (ou 35 Gm^3), est de l'eau douce.

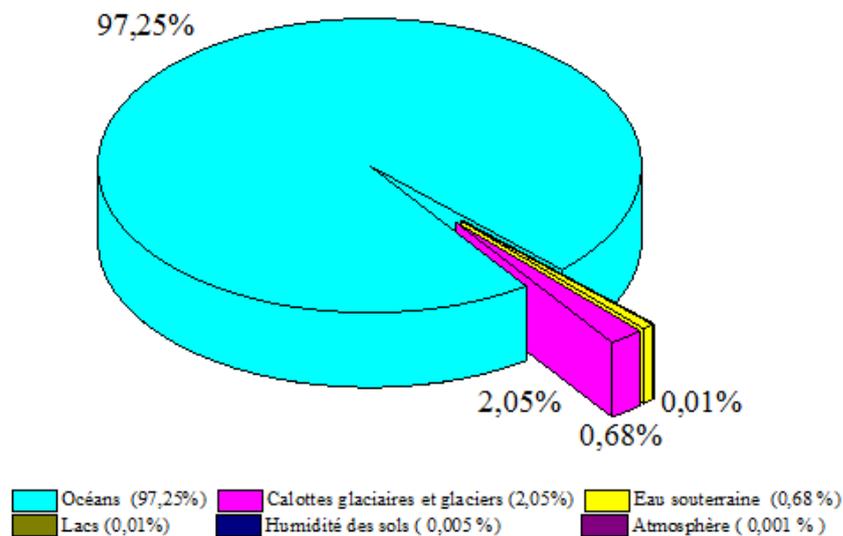


Figure I. 1: Répartition de l'eau sur la terre, en pourcentage du volume total.

I.2. Les types des eaux :

On a deux types d'eau : les eaux de surface et les eaux Souterraines, seulement 0,014 % de toute l'eau sur terre est à la fois fraîche et facilement accessible (eau potable), 97 % de l'eau restante est saline ou saumâtre et un peu moins de 3 % est difficile d'accès.

- ✚ **Les eaux de surface** : elles sont constituées majoritairement d'eau de mer (97,25%), les eaux glaciaires des pôles Nord et Sud et des hautes montagnes (2,05%) et les lacs présentent seulement (0,01%) de masse totale de l'eau sur terre.
- ✚ **Les eaux Souterraines** : Constituées des nappes phréatiques et des nappes captives et qui présentent que (0,68 %) de masse totale de l'eau sur terre.
- ✚ **En plus de l'eau atmosphérique** qui représente (0,01%) de masse totale de l'eau sur terre.

I.3. L'abondance des eaux :

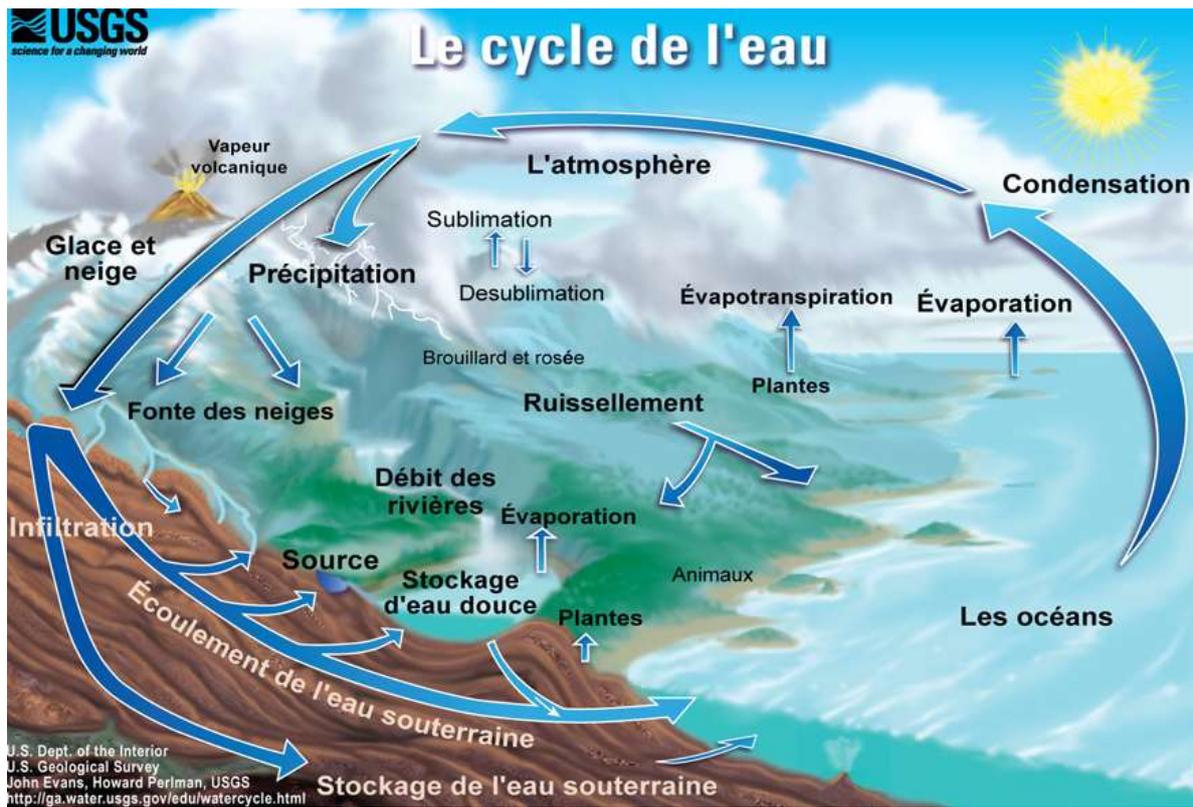


Figure I. 2: Cycle de l'eau. [1]

Le cycle de l'eau, correspond à l'ensemble des transferts d'eau (liquide, solide ou gazeuse) entre les réservoirs d'eau sur terre (les océans, l'atmosphère, les lacs, les cours d'eau, les nappes d'eau souterraine et les glaciers). Le « moteur » de ce cycle est l'énergie solaire qui, en favorisant l'évaporation de l'eau, entraîne tous les autres échanges.

L'eau douce n'est pas uniformément répartie entre les différents pays, selon le rapport mondial des Nations Unies 2019 [2], plus de 2 milliards de personnes vivent dans des pays soumis à un stress hydrique physique élevé. La croissance démographique, les changements climatiques, modes de consommation, agriculture intensive, pollution et la raréfaction des ressources hydriques, signalent une pénurie d'eau en devenir de ce fait l'accès à l'eau potable pour la population, constitue dans les décennies à venir un défi majeur pour l'Algérie qui se trouve parmi les pays les plus exposés à un stress hydrique à long terme dans le pourtour méditerranéen.

I.3.1. Le stress hydrique : (Pénurie d'eau ou rareté de l'eau), le stress hydrique est une situation critique qui surgit lorsque les ressources en eau disponibles sont inférieures à la demande en eau.

Selon la disponibilité en eau - Organisation Mondiale de la Santé (OMS)- on trouve 4 catégories de situation d'accès à l'eau.

Tableau I. 1: Catégories de situation d'accès à l'eau.

| Disponibilité de l'eau m ³ / an et par habitant | Catégorie |
|--|-------------------------|
| > 1700 | Pas de stress |
| 1000- 1700 | Pénurie d'eau |
| 500-1000 | Rareté de l'eau |
| < 500 | Rareté absolue de l'eau |

Les zones touchées par le stress hydrique (dont la demande en eau dépasse sa disponibilité), l'eau devient un enjeu non seulement sanitaire, mais économique et politique. Les pays chauds ou arides sont les plus concernés par le stress hydrique, tels que le nord d'Afrique, les pays du proche et du moyen orient, Australie...etc.



Figure I. 3: Niveau de stress hydrique, par pays, en 2019 (World Ressources Institute). [3]

L'Algérie est classée à la 29^{ème} place des pays en fonction du degré de stress hydrique subi (figure 01), elle se situe dans la catégorie rouge des pays au stress hydrique « élevé ».

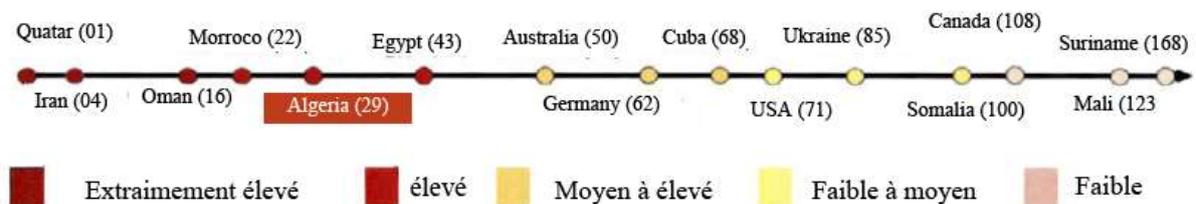


Figure I. 4: Classement de l'Algérie en fonction du degré du Stress Hydrique en 2019 [4]

Les ressources en eau renouvelables en Algérie [5] sont estimées à environ 19 milliards de mètres cubes par an, soit environ 450 mètres cubes par personne et par an. C'est moins que les 500 mètres cubes par habitant et par an recommandés, qui sont reconnus comme le seuil de pénurie d'eau indiquant une crise de l'eau.

De ce fait, des ressources supplémentaires, ou au moins une valorisation des ressources actuelles est nécessaire.

Notre travail se trouve dans ce contexte pour valoriser les eaux usées et les eaux salines par traitement avec des membranes à base de matières locales abondantes et pas cher.

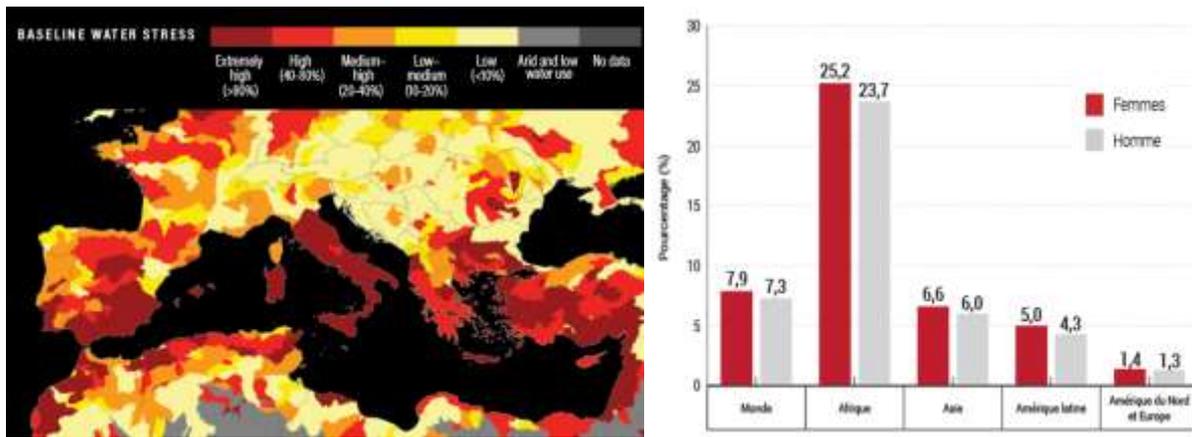


Figure 1. 5: Ressources supplémentaires nécessaires pour atteindre les objectifs pour des services élémentaires WASH et gérés de manière sûre. [6]

I.4. Utilisation de l'eau :

L'agriculture (y compris l'irrigation, l'élevage et l'aquaculture) est de loin le plus grand consommateur de ressources en eau, puisqu'elle est à l'origine de 69 % des prélèvements annuels d'eau dans le monde, contre 19 % pour l'industrie (y compris la production d'électricité) et 12 % pour les ménages

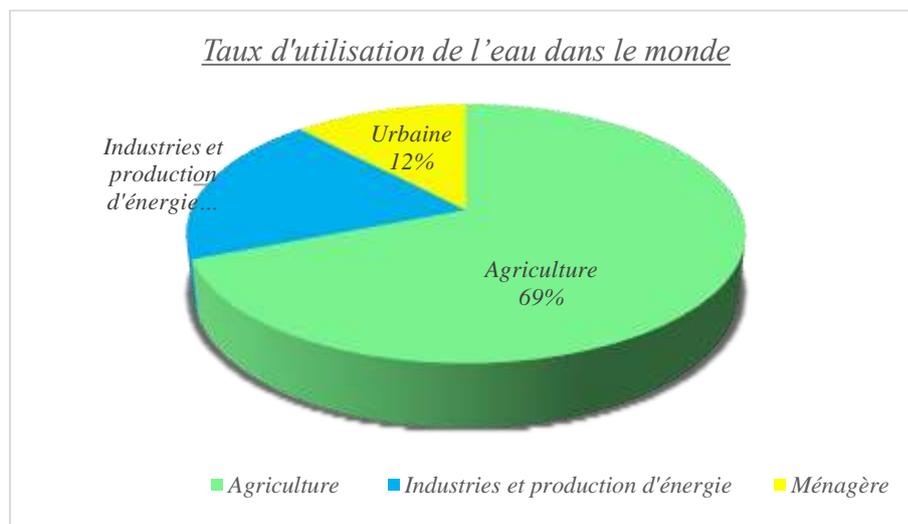


Figure 1. 6: Taux d'utilisation de l'eau dans le monde. [7]

I.5. La pollution des eaux :

La pollution se définit comme la dégradation d'un milieu naturel par introduction d'un polluant, cette dégradation résulte de la présence de quantité suffisante de "polluants nocifs" :

- Soit des substances qui perturbent l'équilibre biologique de l'environnement.
- Soit des substances toxiques pour les êtres vivants.
- Soit des substances utiles à l'équilibre biologique en excès.

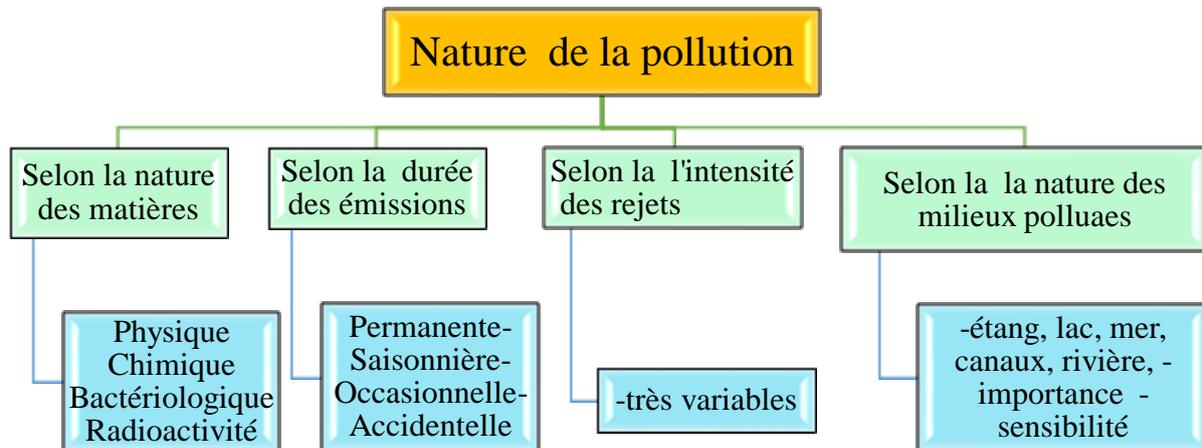


Figure I. 7: Nature de la pollution des eaux.

Nous avons plusieurs types de pollutions :

- ✚ **La pollution "naturelle"** : contacte de l'eau avec les différents gisements miniers et pétroliers
- ✚ **La pollution d'origine agricole** : le ruissellement des engrais, l'utilisation de pesticides, insecticides et les effluents d'élevage.
- ✚ **La pollution d'origine atmosphérique** : par solubilisation, ruissellement ou infiltration des polluants gazeux, particules qui se trouvent dans l'atmosphère.
- ✚ **La pollution d'origine Industrielle** : hydrocarbures, produits chimiques divers, métaux, matières organiques et graisses...).
- ✚ **La pollution issue des eaux urbaines et ménagères** : (hydrocarbures, pesticides, détergents, débris microscopique de caoutchouc, Plomb...etc.

I.6. Principales technologies du traitement des eaux :

Différents processus sont utilisés pour les différentes étapes de traitement des eaux :

I.6.1. 1^{ère} étape : Traitement mécanique des eaux (Procédés physiques)

L'eau usée s'écoule à différentes vitesses à travers des grilles de différentes mailles et filtre progressivement les matériaux grossiers puis passe ensuite dans un dessableur pour éliminer les particules grossières, telles que les pierres, les éclats de verre ou le sable, ainsi que les matières organiques qui n'ont pas été préfiltrées par les grilles. L'agitation avec de l'air va faire remonter les substances plus légères (huiles et graisses) à la surface en vue de leur extraction.

Dans le bassin primaire, les particules plus fines se déposent, selon leur nature, au fond ou à la surface de l'eau pour former les boues primaires qui seront acheminées vers un digesteur pour se transformer en méthane et des résidus inodores utiles pour l'agriculture, dans cette phase 30 à 40 % des polluants sont éliminés des eaux usées.

I.6.2. 2^{ème} étape : Nettoyage biologique (Procédés biologiques)

Les micro-organismes aérobie vont pouvoir se nourrir des contaminants organiques résiduels et les convertir en substances inorganiques pour former des flocons de boues activées qui seront rejetées dans le bassin secondaire de traitement des eaux usées pour sédimenter et éliminer, dans cette phase 90 % des substances biodégradables sont éliminées.

I.6.3. 3^{ème} étape : Traitement chimique (Procédés chimiques)

Dans cette phase, des procédés chimiques sont utilisés pour le traitement des eaux usées afin d'atteindre les normes prescrites par la loi en vigueur. Les traitements chimiques incluent la neutralisation, la désinfection, la précipitation des phosphates, l'élimination de l'azote, du fer et du manganèse.

I.6.4. 4^{ème} étape : Utilisation des procédés membranaires (Procédés membranaires) [8]

La dernière phase de traitement va impliquer des processus utilisant des membranes et des filtres. La combinaison avec les processus chimiques de précipitation et de floculation (filtration par floculation) le matériau floculé est éliminé à travers des membranes ou du filtre à sable. D'autres niveaux de traitement utilisent des membranes de nanofiltration et d'osmose inverse en exerçant de grandes pressions transmembranaires en vue de retenir les plus infimes particules dissoutes, comme des molécules ou des ions de métaux lourds.

L'eau traitée est stockée dans le réservoir de stockage des eaux et analysée avant utilisation en respectant les lois en vigueur.

Chapitre I : Traitement des eaux

Le tableau suivant résume les différentes étapes de traitement des eaux usées

Tableau I. 2: Procédés utilisés pour les traitements des polluants de l'eau.

| Étape | Impuretés | Opération unitaire | |
|-------------------------------------|---|--|---|
| Traitement préliminaire et primaire | Matières en suspension | <ul style="list-style-type: none"> ➤ Dégrillage ➤ Dessablage ➤ Sédimentation ➤ Filtration ➤ Flottation ➤ Addition de polymères chimiques Coagulation / sédimentation | |
| Traitement secondaire | Composés organiques biodégradables | <ul style="list-style-type: none"> ➤ Boues activées ➤ Réacteur à film fixé : lit bactériens et contacteurs ➤ Biologiques rotatifs ➤ Lagunage ➤ Filtration sur sable ➤ Systèmes physico-chimiques | |
| | Composés organiques volatils | <ul style="list-style-type: none"> ➤ Stripping à l'air ➤ Adsorption sur charbon actif | |
| Traitement tertiaire ou avancé | Organismes pathogènes | ➤ Chloration zonation UV | |
| | Nutriments | Azotés | Nitrification et dénitrification par croissance en suspension ou sur lit fixe Stripping à l'ammoniaque Echange d'ions Chloration |
| | | Phosphorés | <ul style="list-style-type: none"> ➤ Addition métaux/sels ➤ Chaulage+ coagulation/sédimentation ➤ Elimination biologique du phosphore ➤ Elimination biologique et chimique du Phosphore |
| | | Azotés et Phosphorés | Elimination biologique |
| | Composés organiques réfractaires | Adsorption sur charbon Ozonation tertiaire | |
| | Métaux lourds | Précipitation chimique | |
| Sels dissous | <ul style="list-style-type: none"> ➤ Echange d'ions ➤ Osmose inverse ➤ Electro dialyse | | |

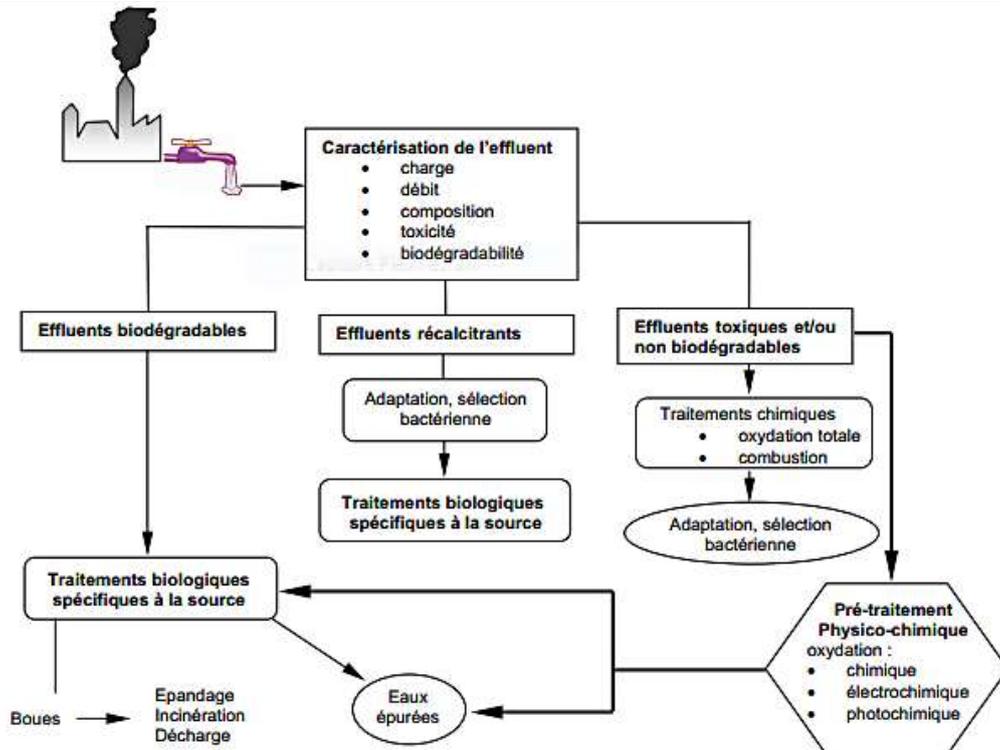


Figure I. 8: Représentation schématique des types de traitement d'eaux résiduaires. [9]

*Chapitre II : Les procédés
membranaires*

II.1. Notions générales sur les membranes :

Une membrane peut être définie comme une barrière matérielle (film ou couche mince en polymère, céramique ou rarement métallique) qui permet le passage sélectif de certains composés du fluide à traiter, sous l'action d'une force agissante : gradient de pression, de potentiel électrique ou de potentiel chimique [10].

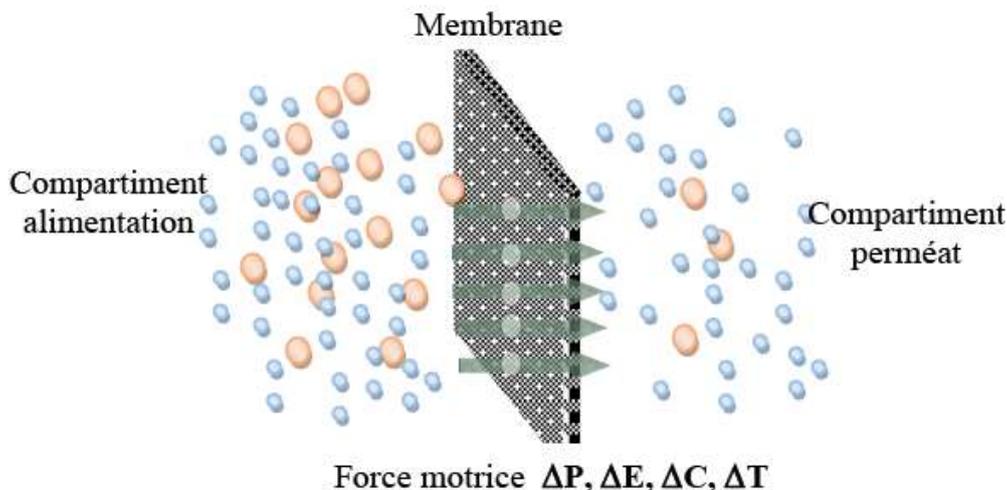


Figure II. 1: Principe de séparation par membrane perméselective.

Les deux grandeurs qui caractérisent les membranes sont : la perméabilité et la sélectivité.

- **La perméabilité** : c'est l'aptitude d'une membrane à se laisser traverser par un fluide (liquide ou gaz) au sein de son espace poreux.

Elle est définie comme le flux molaire, volumique ou massique traversant une membrane pour 1 m^2 de surface membranaire, elle dépend de la structure interne de l'espace poreux et particulièrement de la connectivité de ses différents éléments (tortuosité).

Souvent, l'épaisseur exacte de la membrane est inconnue et la perméance, qui est défini comme le flux qui traverse la membrane par rapport à la force motrice (en $\text{mol m}^{-2}\text{s}^{-1}\text{Pa}^{-1}$) est plutôt utilisée.

- **La sélectivité d'une membrane** : est l'aptitude de cette membrane à séparer les constituants d'un mélange ; en général, définie par le taux de rejet (appelé aussi taux de rétention) de l'espèce (sel, macromolécule, particule) que la membrane est censée retenir.

Les membranes peuvent aussi être caractérisées par des taux de rétention de substances de référence selon le procédé (NaCl en osmose inverse, MgSO_4 , CaCl_2 ou sucrose en nano filtration, Dextran ou protéine en ultrafiltration et Microparticules calibrées en microfiltration). Il est important là encore, de connaître les conditions dans lesquelles ces taux de rétention sont mesurés (pression transmembranaire, débit d'écoulement tangentiel ou mode d'agitation et

puissance d'agitation, température, concentration, taux de récupération). D'autres propriétés de surface des membranes (charge de surface, hydrophobicité) jouent aussi un rôle important dans la séparation membranaire.

II.2. La porosité des membranes :

La porosité des membranes : Selon les recommandations de l'IUPAC pour la caractérisation des solides poreux, les matériaux poreux présentent des cavités et/ou des canaux, appelés pores. La porosité est définie comme étant la fraction du volume total du matériau constitué par les pores et détectée par la méthode utilisée.

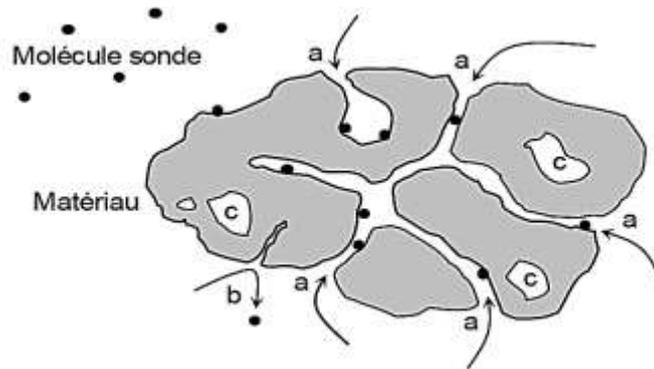


Figure II. 2: Schéma d'un grain de matériau poreux : contenant des pores ouverts (a), Latents (b) et fermés (c).

- ✚ Les pores débouchant à la surface du matériau sont dits ouverts (a) et sont accessibles par la molécule sonde utilisée lors de la caractérisation.
- ✚ Les pores de dimensions inférieures au diamètre des molécules sondes, ne sont pas accessibles et dits latents (b)
- ✚ Les pores non accessibles par la molécule sonde depuis la surface du matériau, sont dit fermés (c).
- ✚ Les matériaux poreux peuvent être classés suivant la taille de leurs pores, selon l'IUPAC. Les pores de taille inférieure à 2 nm sont appelés micropores, ceux de taille comprise entre 2 nm et 50 nm sont des mésopores, enfin ceux dont la taille est supérieure à 50 nm se nomment macropores.

Tableau II. 1: Classification des matériaux poreux selon leur taille d'après l'IUPAC.

| | Microporosité | | Mésoporosité | Macroporosité |
|------------------|------------------|------------------|--------------|---------------|
| Taille des pores | < 2nm | | 2 à 50 nm | >50 nm |
| | Ultra-micropores | Super-micropores | | |
| | < 0,7 | <0,7 | | |

II.3. Structure des membranes [11] :

Les membranes comportent une grande variété de matériaux et de structures adaptées aux caractéristiques des espèces à séparer, fabriquées à partir de matériaux polymère, inorganique ou hybride peuvent être homogène ou hétérogène, souvent de structure asymétrique composée d'un assemblage de deux ou plusieurs couches de matériaux de différentes porosités et de différentes compositions chimiques ou la couche supérieure qui représente la partie sélective de la membrane, elle possède la porosité la plus faible et les pores les plus petits.

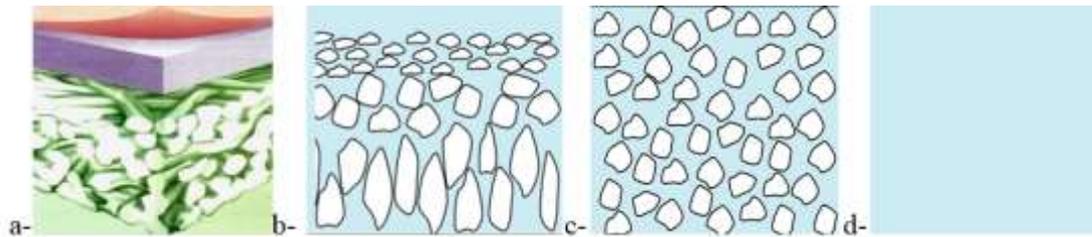


Figure II. 3: Membranes anisotropes asymétriques (a, b), membrane symétrique isotrope poreuse (c) et membrane dense non poreuse (d).

Les membranes sont fabriquées sous forme de modules dans une gamme diversifiée de géométries (figure 6), sous forme plate, tubulaire, fibre creuse et spirale. Le type de géométrie de la membrane est en fonction du matériau de la membrane ; les membranes céramiques se trouvent sous les formes tubulaires et plates ; tandis que les membranes polymériques peuvent être fabriquées sous tout type de formes (plates, tubulaires, spirales, en fibres creuses etc...).

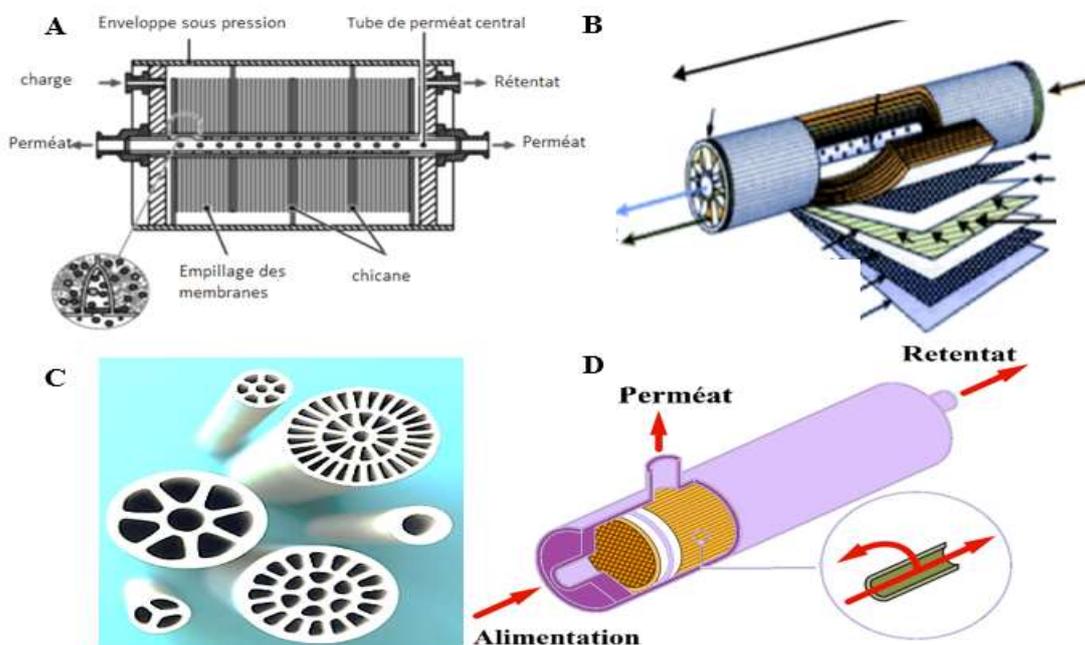


Figure II. 4: Modules plans (A) et spiralés (B), tubulaire (C) et en Fibre creuses (D). [12]

II.4. Principe de séparation par la membrane :

Les membranes agissent comme une barrière qui sépare les différentes espèces, soit par tamisage ou en contrôlant leur taux relatif de transport à travers la membrane.

Le passage est le résultat d'une force motrice, qui est généralement associée à un gradient de concentration, pression, température ou d'un potentiel électrique.

Le fluide circule généralement de façon tangentielle à l'intérieur de la membrane, Les entités capables de traverser la membrane se retrouvent dans le filtrat (perméat).

II.5. Mécanismes de séparation :

D'une manière simplifiée, deux principaux mécanismes gouvernent la séparation :

➤ **Un mécanisme physique :** le tamisage (la rétention complète d'une substance donnée si sa taille est plus grande que la taille des pores de la membrane, ou une rétention partielle dans le cas contraire).

➤ **Un mécanisme chimique :** basé sur les différentes interactions et affinités entre la substance et la membrane selon les caractéristiques de la membrane (porosité, charge, hydrophobicité), les caractéristiques de la substance (masse molaire ou taille, charge, hydrophobicité) et des conditions d'opération (pH, force ionique, pression, température). [13]

II.6. Procédés de séparation membranaires :

Les procédés de séparation sur membranes sont définis comme des techniques de séparation de deux liquides par perméation à travers des membranes perméselectives. Ils se divisent en plusieurs classes. La microfiltration, l'ultrafiltration, la nanofiltration et l'osmose inverse, ces deux dernières sont des processus à haute pression.

Concernant les procédés à gradient de pression, la taille des espèces séparées est résumée dans la figure suivante :

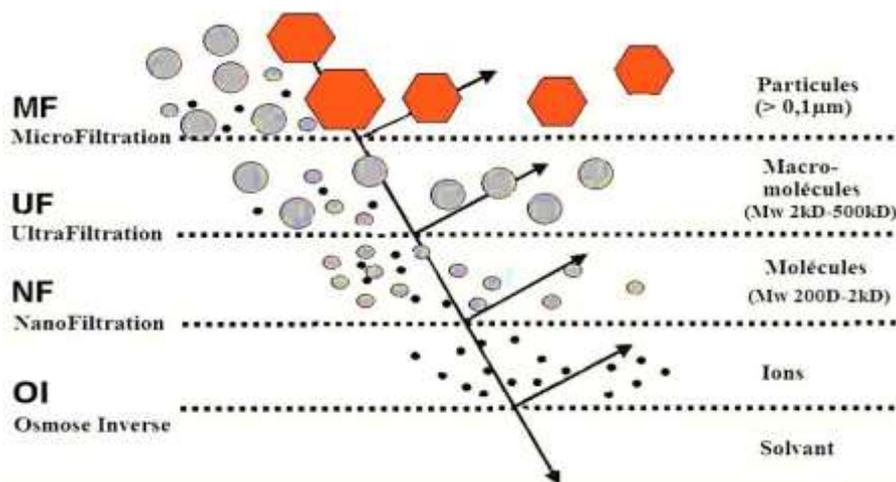


Figure II. 5: Les plages de filtration des procédés de séparation à gradient de pression.

La pervaporation et la perméation en phase gazeuse utilisent des membranes denses non poreuses pour la séparation de gaz, tandis que les techniques électro-membranaires utilisent un champ électrique pour la séparation d'ions à travers des membranes denses, porteuses elles-mêmes de charges électriques, le tableau suivant résume les propriétés des différentes techniques séparatives à membrane

Tableau II. 2: Les techniques séparatives à membrane à gradient de pression.[11]

| | Microfiltration | Ultrafiltration | Nanofiltration | Osmose inverse |
|---|--|--|---|---|
| Caractéristiques de la membrane | Microporeuse Capillaire 100 à 10000 nm | Microporeuse Capillaire 1 à 100 nm | Microporeuse Solubilisation/diffusion + capillaire 1 à 10 nm | Dense Solubilisation/ Diffusion < 0,5 nm |
| Produits traités | Mélanges hétérogènes (suspension, émulsion) | Solutions vraies et colloïdales | Solutions vraies et ionisées | Solutions vraies |
| Espèces retenues | Particules, colloïdes | Macromolécules, colloïdes | Petites molécules (M=300 g/mole) Ions | Sels |
| Pression (Δp) bar | 0,2 à 2 | 2 à 10 | 7 à 40 | 30 à 80 Gradient de pression |
| Débit volumique (Dv) L·h⁻¹ · m⁻¹ | 150 -1500 | 50 à 300 | 50 à 100 | 10- 60 Gradient de pression |
| Applications | Épuration bactérienne du lait Fractionnement des globules gras du lait Fractionnement de protéines Traitement d'émulsions huile/eau | Concentration de protéines Clarification et stabilisation de moûts, jus, vins Fabrication de préformage liquide Traitement des effluents (saumure) | Séparation et concentration d'antibiotiques Fractionnement d'acides aminés Adoucissement d'eau potable- Concentration et déméralisation du lactosérum | Concentration de lactosérum, de sang, de blanc d'œuf, de sève d'érable Dé-alcoolisation des vins et de la bière Dessalement des eaux |

II.7. Domaines d'applications des membranes :

- L'industrie agroalimentaire (stabilisation, clarification, extraction/concentration de produits),
- La pharmacie, les biotechnologies et le traitement de l'eau (potable, de procédé ou ultrapure).
- Le traitement des effluents et des eaux usées, en particulier par bioréacteur à membrane (réacteur couplé avec un procédé membranaire), est en pleine expansion.
- La chimie et les industries de traitement de surface (huile de coupe par exemple) sont également utilisateurs de ces techniques.

Les avantages de ces procédés, comparés aux techniques conventionnelles, sont :

- Réalisés à température ambiante,
- Fractionnement sans changement de phase,
- Sans ajout de tiers corps
- Faible consommation d'énergie.

II.8. Modes de filtration : [20]

Deux principales modes de filtrations existent : frontale ou tangentielle qui est le plus utilisé.

II.8.1. Filtration frontale :

Dans ce mode de filtration frontale, le flux et la pression exercés de façon frontale conduisent à l'accumulation des particules à filtrer à la surface de la membrane ce qui peut entraîner une chute du flux de perméation causée par le colmatage de la membrane. Cette technique est utilisée pour le traitement des eaux à probabilisé et pour éliminer les traces de virus ou de bactéries dans le secteur médical.

II.8.2. Filtration tangentielle :

Dans ce cas, l'écoulement et la pression exercée se font de façon tangentielle à la surface de la membrane. Cette circulation du liquide à filtrer (retentât) empêche l'accumulation des particules à filtrer à la surface de la membrane, elle est très utilisée en industrie, avec les conditions opératoires principales :

- Débit de filtration
- Pression
- Débit de circulation

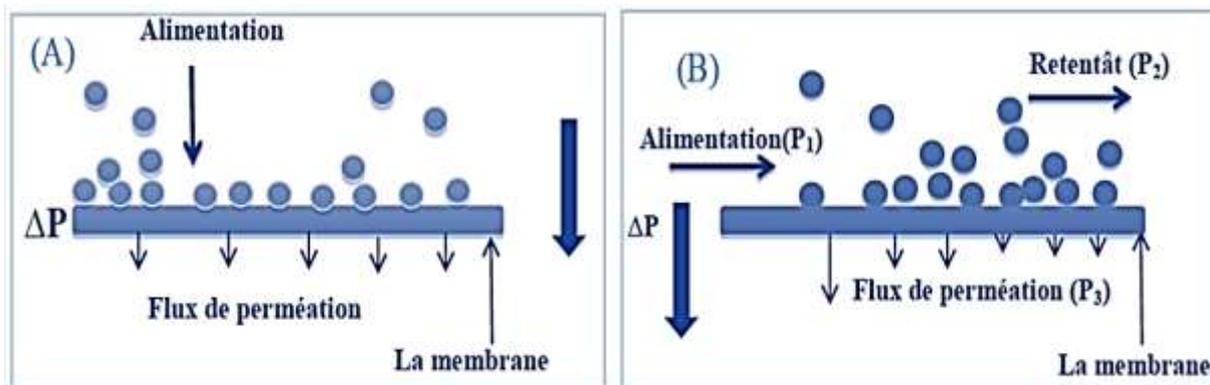


Figure II. 6: Modes de filtrations frontale (A) et tangentielle (B).

Dans le cas de la filtration tangentielle, la pression transmembranaire (PTM) est calculée de la façon suivante :

$$\Delta P = PTM = \left(\frac{P_1 + P_2}{2} \right) - P_3$$

Avec :

ΔP : la pression transmembranaire,

P_1 : la pression en entrée de module s'appliquant sur la membrane,

P_2 : la pression en sortie de module

P_3 : la pression dans le compartiment retentât souvent égale à la pression atmosphérique.

II.9. Les matériaux membranaires [11] :

Deux grandes catégories existent : les membranes organiques ou polymères et les membranes minérales.

II.9.1. Les matériaux organiques :

Il s'agit de polymères d'origine synthétique ou naturelle, réticulés ou non, représentent plus de 80 % du marché [7], [8]

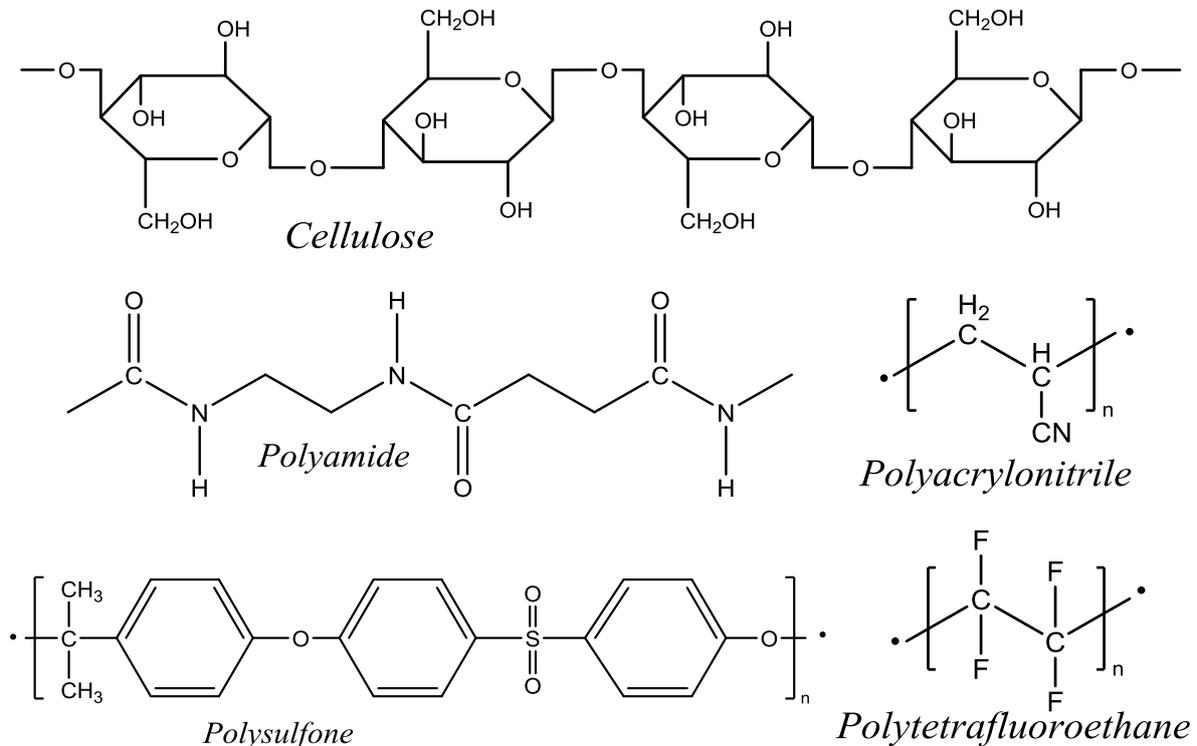


Figure II. 7: Structure chimique des quelques polymères organiques usuels.

Les premières membranes synthétiques étaient à base de dérivés de cellulose ; par la suite, des polymères organiques de base : polysulfones, polyamides, polyimides, polymères acryliques qui trouvent beaucoup d'applications dans le domaine de la membrane.

Tableau II. 3: Avantages et inconvénients des matériaux organiques.

| Avantages | Inconvénients |
|---|--|
| - La grande variété de la nature chimique | - La faible résistance mécanique |
| - La large gamme de taille de pores | - La résistance limitée aux pH extrêmes et aux solvants organiques |
| - La facilité de mise en forme | - La résistance thermique limitée |
| - La déformation élastique | - La faible durée de vie |
| - Le faible coût de fabrication | |

II.9.2. Les matériaux minéraux :

Les céramiques composent la majorité de membranes minérales, on trouve également du carbone poreux, des métaux ou du verre. Bien souvent, il s'agit de membranes composites où le matériau composant le support est différent de la couche active.

Tableau II. 4: Avantages et inconvénients des matériaux minéraux.

| Avantages | Inconvénients |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> ➤ La grande résistance thermique ➤ La grande résistance chimique ➤ La grande résistance mécanique ➤ (1 à 100bars) | <ul style="list-style-type: none"> ➤ La grande rigidité. ➤ Des formes disponibles limitées (plane ou tubulaire seulement) ➤ Les faibles tailles de pore ne sont pas disponibles. ➤ Ils sont fragiles et cassent facilement ➤ Coût de fabrication élevée ➤ Domaines d'applications limitées |

Tableau II. 5: Matériaux minéraux formant les membranes minérales.

| Membrane | Support | Diamètre de pore moyen (nm) | Géométrie de la membrane |
|--------------------------------|--------------------------------|-----------------------------|--------------------------|
| Ni, Au | | > 500 | Tubulaire |
| Ag, Pt, Ag/Pd | | 0 | Tubulaire |
| ZrO ₂ | C | 4 | Tubulaire |
| ZrO ₂ | C | 4 à 14 | Tubulaire |
| ZrO ₂ | Métal | dynamique | Tubulaire |
| ZrO ₂ | Al ₂ O ₃ | 10 | Tubulaire |
| SiC | SiC | 150 à 8 000 | Tubulaire |
| SiO ₂ (verre) | | 4 à 120 | Capillaire |
| Al ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | 4 à 5 000 | Tubulaire / multicanaux |
| Al ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | 200 à 1 000 | Tubulaire |
| Al ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | 200 à 5 000 | Tubulaire |
| Al ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | 200 | Tubulaire |
| Al ₂ O ₃ | Al ₂ O ₃ | 25 à 200 | Tubulaire |

II.9.3. Les matériaux céramiques :

Les membranes céramiques sont principalement synthétisées à partir d'oxydes réfractaires simples (Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 , SiO_2 , ...) ou d'oxydes mixtes, ils sont utilisés seulement en microfiltration ou ultrafiltration :

Tableau II. 6: Avantages et inconvénients des matériaux céramiques.

| Avantages | Inconvénients |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none">➤ La grande résistance thermique➤ La grande résistance chimique➤ La grande résistance mécanique➤ Leur aptitude au nettoyage par pression➤ Leur tenue à la stérilisation➤ Leur insensibilité aux attaques bactériennes. | <ul style="list-style-type: none">➤ La grande rigidité.➤ Des formes disponibles limitées (plane ou tubulaire seulement)➤ Les faibles tailles de pore ne sont pas disponibles.➤ Ils sont fragiles et cassent facilement➤ Coût de fabrication élevée➤ Le seuil de coupure minimal est de 1 000 Da |



Figure II. 8: Membranes minérales (métallique, céramique, en verre et en charbon).

II.9.3. Les matériaux hybrides :

Les matériaux hybrides organiques-inorganiques offrent des avantages spécifiques pour la préparation de membranes exigeant une sélectivité importante et des débits élevés, ou une résistance chimique et thermique considérable.

Chapitre III : Les Argiles

III.1. Introduction :

Les matériaux céramiques sont élaborés à partir de différents types d'argiles traitées thermiquement à différentes températures.

- ✚ La porcelaine se compose de feldspaths, kaolin, quartz cuite à 1300° - 1400°C ;
- ✚ La faïence, est une pâte d'argile cuite en dessous de 1000°C avant émaillage ;
- ✚ Poterie et briques sont fabriquées à partir de l'argile de terre cuite.

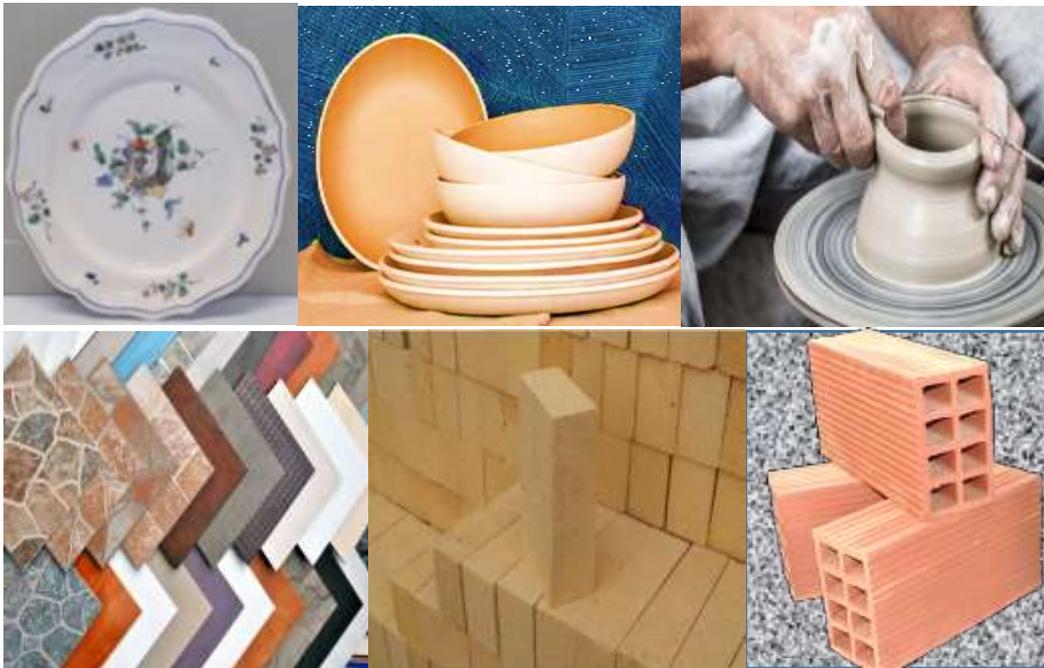


Figure III. 1: Produits élaborés à partir des argiles (porcelaine, poterie, faïence et briques)

Définition :

Les argiles, sont des aluminosilicates hydratés de la famille des phyllosilicates avec des grains de taille inférieure à 2 μ m, présentant diverses propriétés telles que le gonflement, la plasticité, et les propriétés d'adsorption [14]. Ils sont très nombreux et diffèrent par leur structure cristalline : kaolinite, illite, smectites (montmorillonite, nontronite, beidellite...).

III.2. Origine géologique :

L'argile provient généralement des roches altérées, l'argile se forme là où l'eau réagit à l'état liquide avec des minéraux silicatés. Il évolue constamment sur une échelle de temps géologique, passant d'un minéral argileux à un autre et changeant ses principales propriétés en fonction de l'environnement. Les minéraux argileux régénèrent les principaux éléments chimiques de la croûte terrestre

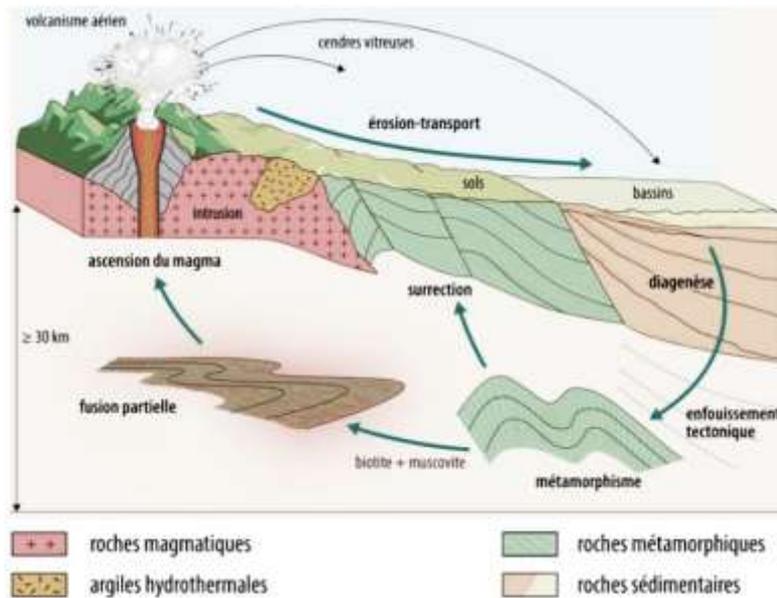


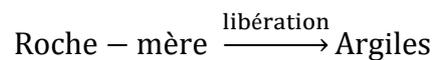
Figure III. 2: Représentation schématique du cycle des argiles dans la croûte continentale[15]

III.3. Les mécanismes généraux de formation des argiles.

Les minéraux argileux sont obtenus par trois voies :

III.3.1. L'héritage.

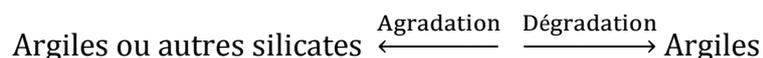
Où les minéraux argileux présents dans une roche sont simplement libérés sans modification dans le sol ou les formations détritiques résultantes.



Cependant, il est rare que les minéraux argileux n'aient réellement subi aucune modification, même limitée.

III.3.2. Les transformations.

Dans ce cas - ci, des minéraux formés auparavant, ou apportés d'ailleurs, subissent des réarrangements de leurs réseaux silicatés, sans destruction complète de leur organisation précédente. Ils évoluent ainsi vers un nouvel état d'équilibre, avec les conditions locales du milieu dans lequel ils sont inclus. On distingue, dans ces transformations, la dégradation, c'est-à-dire les processus allant dans le sens de l'altération, autrement dit de l'apparition d'une structure cristalline moins régulière, et d'une perte de substance. C'est un processus commun dans les sols, le processus inverse porte le nom d'agradation, et se rencontre dans les systèmes sédimentaires.



III.3.3. Les néogènes.

La néogénèse est un processus géologique qui implique la création de nouvelles structures, il correspond à une réorganisation complète de la structure cristalline. Elle intervient forcément quand une argile est formée à partir de certains silicates, comme les amphiboles, les péridots, ou les feldspaths.

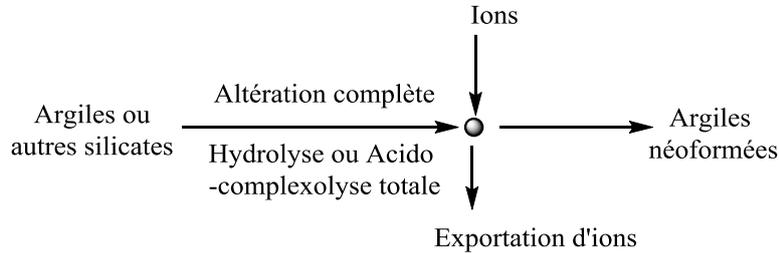


Figure III. 3: Représentation schématique du processus de la néogénèse.

Les argiles à partir d'argiles supposées essentiellement composées de kaolinite, subissent d'autres transformations selon les conditions : milieu, température, pression et profondeur, les minéraux argileux disparaissent aux profits d'autres phyllosilicates et de silicates d'alumines (andalousite, sillimanite, disthène), argilites, ou schistes phylliteux.

| PROF. | LITHOLOGIE | POROSITE | ZONE | M I N É R A U X | | | |
|-------|---------------------|----------|--------------------------------------|------------------------------|--------------|--------------------|--|
| 1km | BOUE ARGILEUSE | 90-70% | DIAGENÈSE PRÉCOCE | ILLITE (I) | CHLORITE (C) | KAOLINITE (K) | SMECTITE (Sm) VERMICULITE (V) |
| 2 | ARGILE PLASTIQUE | 80-40 | | | | | INTERSTRATIFIÉS IRRÉGULIERS Mg (C-V) (I-V) K, Na (C-Sm) (I-Sm) |
| 3 | ARGILE COMPACTE | 40-25 | DIAGENÈSE PROFONDE (Temp. >100°C) | CRISTALLINITÉ CROISSANTE | | DICKITE NACRITE | INTERSTRATIFIÉS RÉGULIERS CORRENSITE ALLEVARDITE C-Sm I-Sm |
| 4 | ARGILITE (MUDSTONE) | 7 | | | | | CHLORITE ILLITE |
| 5km | ARGILITE FISSILE | 4 | ANCHIZONE | ILLITE MUSCOVITE | CHLORITE | | |
| | SCHISTE | 3% | EPIZONE | M I C A S, C H L O R I T E S | | | |

Figure III. 4 : Evolution d'ensemble des argiles au cours d'enfouissement [16]

III.4. Principaux groupes de minéraux argileux [17] :

Parmi les principaux minéraux argileux, on trouve

III.4.1. Kaolinite :

C'est une phyllite 1/1 sans substitution sa formule est : $\text{Si}_2 \text{Al}_2 \text{O}_5 (\text{OH})_4$ ou $\text{Si}_4 \text{Al}_4 \text{O}_{10} (\text{OH})_8$.

La distance de la surface d'un feuillet à celle du feuillet suivant est de 7 Å ;

III.4.2. Illites

Sa composition est riche en calcium (14%), en fer (9) et pauvre en magnésium, elle présente un bon pouvoir d'absorption (environ 25 % de son poids) et un faible pouvoir d'adsorption.

III.4.3. Vermiculites

Les vermiculites sont des argiles ayant une origine volcanique, riches en magnésium, elles sont fréquentes dans les sols de la zone tempérée. La couche octaédrique contient du Fe et du Mg. La vermiculite est proche des illites et chlorites mais montre des propriétés gonflantes.

III.4.4. Chlorites

Des chlorites de couleur jaune, rouge ou blanche sont également retrouvés avec une structure similaire aux illites et smectites. L'espace entre leurs feuillets abrite une couche supplémentaire d'hydroxyde de magnésium, de fer ou d'aluminium.

III.4.5. Smectites :

Ce type de phyllosilicates est constitué de deux couches tétraédriques encadrant une couche octaédrique (phyllosilicates 2 :1). Les minéraux le plus importants de cette famille sont la montmorillonite qui possède des capacités de gonflement et d'échange importantes.

III.5. Structures et classification des argiles

Il existe différentes classifications des argiles, selon la structure du feuillet, on distingue trois groupes :

III.5.1. Les minéraux argileux dits TO : Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T- O ou de type 1 :1. Son épaisseur est d'environ 7 Å ;

III.5.2. Les minéraux argileux dits TOT : Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T-O-T ou de type 2 :1. Son épaisseur est d'environ 10 Å ;

III.5.3. Les minéraux argileux dits TOTO : Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T-O-T-O et de couches octaédriques interfoliaires.

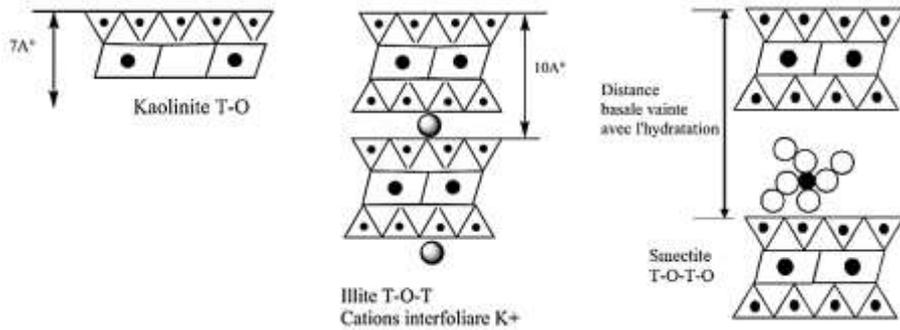


Figure III. 5: Classifications des argiles selon l'épaisseur et la structure du feuillet

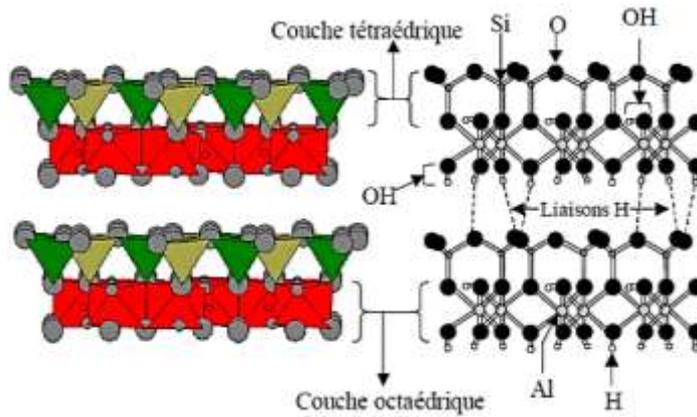


Figure III. 6: Représentation des empilements de tétraèdres siliceux et d'octaèdres alumineux (cas de la kaolinite).[18]

Les argiles sont aussi connues par la présence de charge électrique sur leurs surfaces et surtout l'échange des cations inter foliaires. Ce qui nous permet de définir deux grandes classes d'argiles : les argiles cationiques et les argiles anioniques.

Tableau III. 1: Les différents types d'argiles et leurs caractéristiques

| Espèce minérale | Nombres de couches | Espace interfoliaire | Surface spécifique (m ² /g) | CEC* | Type |
|--|--------------------|----------------------|--|---------|---------------|
| Kaolinite $Si_2Al_2O_5(H_2O)_2$ | 2 couches | 7 Å | 10-30 | 5-15 | Non gonflante |
| Illite $KAl_2(OH)_2.(AlSi_3(O.OH)_{10})$ | 3 couches | 10 Å | 100-175 | 10-40 | Non gonflante |
| Smectite ou montmorillonite $Si_8Al_4O_{22}(H_2O)_2 (H_2O)_n$ | 3 couches | 10 et 17,5 Å | 700-800 | 80-150 | Gonflante |
| Chlorite $(Fe,Mg,Al)_6(Si,Al)_4O_{10}(OH)_8$ | 3 couches | 14 Å | 100-175 | 10-40 | Gonflante |
| Vermiculite $(Mg,Ca)_{0,7}(Mg,Fe,Al)_6(Al,Si)_8O_{22}(OH)_4.8H_2O$ | 2 couches | 14 à 10 Å | 760 | 100-150 | Gonflante |
| Bentonite $(Na,Ca)_{0,33}(Al,Mg)_2Si_4O_{10}(OH)_2(H_2O)_n$ | 3 couches | | | | Gonflante |

*CEC :capacité d'échange cationique (En milli-équivalent/100g)

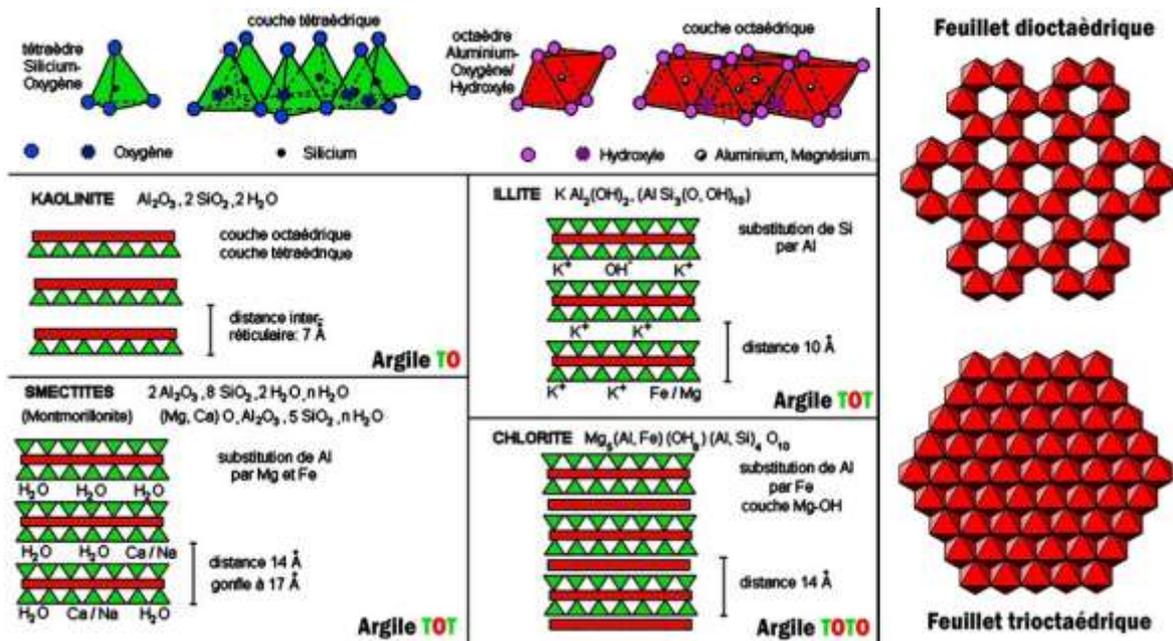


Figure III. 7: Représentation schématique de quelques groupes de minéraux argileux.

III.6. Intérêts des argiles [16] :

Les argiles sont utilisées dans beaucoup de domaines :

III.6.1. Dans l'industrie pétrochimique : la localisation des gisements de pétroles ou de gaz peut être facilité par la connaissance de la géologie du terrain étudié par exemple l'argile de schiste renferme ce qu'on appelle le gaz de schiste, en plus on utilise la bentonite comme boue de forage.

III.6.2. Pour élimination des polluants : avec une grande surface spécifique et un grand pouvoir d'adsorption, les argiles sont utilisés pour adsorber de nombreux éléments (Cuivre, zinc, ou métaux lourd) en plus ils sont utilisés pour le stockage de déchets toxiques et comme agent de confinement des déchets radioactifs.

III.6.3. Fabrication de la poterie et des briques de construction.

Dans les industries pharmaceutiques et cosmétiques : pour traitements cosmétiques de la peau (hydratation de la peau, etc...), ou des "pansements gastriques" constitués de smectites.

III.6.4. L'industrie agro-alimentaire : utilise aussi des argiles comme agents de texture de certains aliments.

Partie expérimentale

Chapitre IV : Partie expérimentale :

Objectifs :

Notre travail vise à utiliser les argiles locales pour élaborer des membranes qui seront utilisées pour la filtration des eaux usées.

IV.1. Préparation des argiles :

IV.1.1 Au niveau de la briqueterie El Riad- Bendjerrah :

Zone du gisement :

Les argiles utilisées dans ce travail sont obtenues à partir du gisement de la briqueterie el Riad–Bendjerrah qui se situe à côté de la briqueterie à environ 9 Km au sud-ouest de la ville de Guelma.



Figure IV. 1: Situation géographique du gisement d'argile.

Préparation de la pâte d'argile :

La préparation des argiles est effectuée au niveau de la briqueterie **El Riad- Bendjerrah**. Elle se fait selon les étapes suivantes [21] :

- ✚ Collecte des argiles à partir du gisement
- ✚ Broyage avec le broyeur à marteaux pour obtenir la finesse voulue
- ✚ Mélange des argiles broyées avec une petite quantité d'eau chaude pour obtenir une pâte homogène ;
- ✚ Passage du produit dans le laminoir à froid afin de contrôler finition de l'argile.

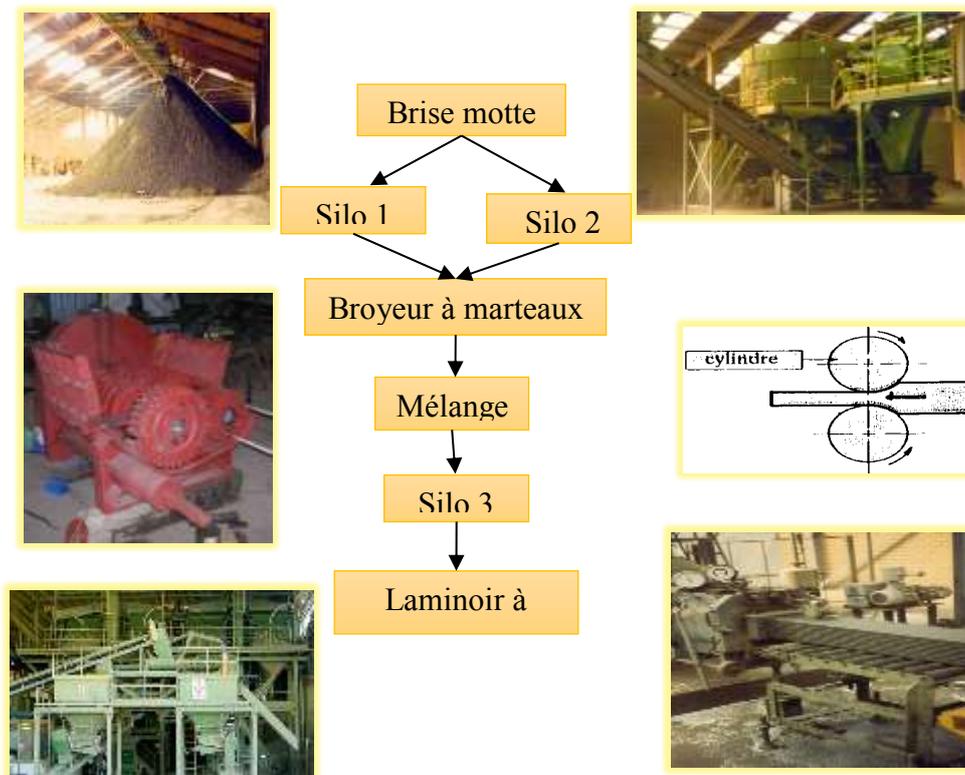


Figure IV. 2: Etapes de préparation des argiles au niveau de la briqueterie El-Riad.

Passé par une machine qui s'appelle BRISE MOTTE ; à l'aide d'un chargeur et stocké dans des silos 1 et 2, en suit c'est la phase de broyage ou l'argile sera broyé par un broyeur a marteau afin d'avoir une argile finie (poudre).

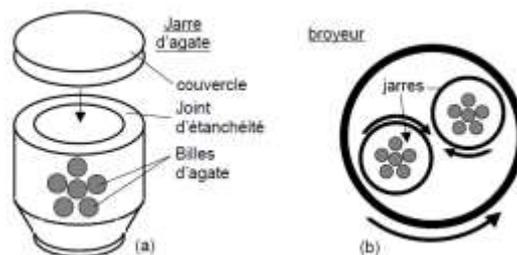


Figure IV. 3: Schéma d'un système de broyage en jarres

Toute cette opération se déroule par des tapis de transmission. Après et à l'aide toujours des tapis cette matière finie arrive au mélangeur pour la mélanger avec un peu d'eau, à l'aide d'un autre tapis, l'argile mouillée passe au silo 3 du tapis du silo 3, l'argile passe directement par deux gros cylindres qui s'appellent LAMINOIRE a froid pour contrôler finition d'argile.

.IV.1.2. Au niveau des laboratoires pédagogiques Génie des procédés :

Les étapes suivantes sont effectuées au niveau des laboratoires pédagogiques du département Génie des procédés de l'université 8 Mai 1945 – Guelma.

Le tamisage des pâtes d'argiles :

La préparation des argiles au niveau du labo-GP, commence par le séchage des pâtes dans une étuve à une température de 120°C pendant 24 heures, puis broyées avec un mortier et tamiser pour séparer les différentes fractions selon la granulométrie des poudres utilisées pour la préparation des membranes.



Figure IV. 4: Broyage et tamisage des pâtes séchées.

Les fractions granulométriques obtenues après tamisage pour la fabrication des membranes tubulaires plusieurs tests ont été effectués :

Tableau IV. 1: Fractions granulométriques obtenues

| N° | Intervalle |
|----|----------------|
| 1 | < 0,5 mm |
| 2 | 0,5<x<0,45 mm |
| 3 | 0,45<x<0,40 mm |
| 4 | 0,40<x<0,35 mm |
| 5 | 0,35<x<0,25 mm |
| 6 | <0,25 mm |

IV.2. Fabrication des membranes tubulaires :

IV.2.1. À partir de la barbotine de l'argile :

Cette opération s'effectue en faisant couler une barbotine d'argile dans des moules poreux en plâtre qui absorbe par capillarité la plus grande partie de l'eau de barbotine en provoquant la solidification de la pâte, après séchage la pièce est démoulée.

IV.2.1.1. Préparation des moules :

- On fait couler un mélange homogène (plâtre 50% + l'eau 50%) dans la partie inférieure du porte-moule qui contient l'empreinte (la pièce à couler -tube, cylindre), on laisse le mélange séché pendant plus de 30 mn ;
- On dépose un plastique sur la face supérieure (empreinte+ plâtre) pour séparer les deux parties constituant le moule et éviter que la pièce reste collée au plâtre ;
- Avec la même technique précédente, on prépare la deuxième partie (partie supérieure) du moule ;
- On laisse le moule séché à l'air ambiant puis dans une étuve à température 120°C.



Figure IV. 5: Etapes de préparation des moules de plâtre.

IV.2.1.2. Préparation de la barbotine d'argile :

La barbotine d'argile est préparée par délayage des poudres d'argiles et le sable avec de l'eau en utilisant la fraction fine de l'argile avec une granulométrie inférieure à 0,25 mm avec une spatule puis par agitation continue pour obtenir un mélange homogène.

Tableau IV. 2: Composition de la barbotine d'argile.

| Matière première | Echantillon 1 | Echantillon 2 |
|-----------------------|---------------|---------------|
| Argile Jaune % w | 71,25 | 67,5 |
| Argile Bleu % w | 23,75 | 22,5 |
| dégraissant sable % w | 5 | 10 |
| Quantité d'eau % w | 20 | 20 |



Figure IV. 6: Etapes de préparation de la barbotine d'argile.

IV.2.1.3. Préparation des membranes tubulaires :

- La barbotine délayée est coulée dans des empreintes cylindrique du moule de plâtre poreux qui absorbent par capillarité la plus grande partie de l'eau de suspension en provoquant la solidification de la pâte ;
- On ajuste le niveau supérieur avec la barbotine lors de la diminution du niveau quand le moule absorbe l'eau de la barbotine, on attend 2 à 3 minutes, selon l'épaisseur voulu ;
- On vide la barbotine qui se trouve encore à l'état liquide dans partie intérieure du cylindre ;
- La membrane cylindrique qui se trouve dans le moule en plâtre est séchée à l'air libre pendant plus de 6 heures, puis à l'étuve à 40°C pendant 48h.



Figure IV. 7: Séchage des échantillons à l'air et à l'étuve.



Figure IV. 8 : Aspect des membranes tubulaires élaborées à partir de la barbotine d'argile.

Discussions :

On remarque que toutes les membranes élaborées à partir des barbotines préparées sont fissurées après séchage à l'étuve, ceci peut être dû à l'absence de matière défloculantes qui stabilise la suspension des barbotines élaborés.

IV.2.2. À partir de la pâte d'argile :

La préparation des pâtes utilisées pour la fabrication des membranes tubulaires s'effectue comme suit :

- Les poudres obtenues précédemment par tamisage, sont mélangées avec de l'eau, bien malaxées manuellement pour obtenir des pâtes homogènes et bien dégazées ;
- On les laisse reposées dans des sacs hermétiques en plastiques pendant 3 jours (pour faciliter la formation des membranes tubulaires) ;

Deux techniques ont été utilisées pour la fabrication de ces membranes :

IV.2.2.1. Par Extrusion de la pâte :

La pâte obtenue est extrudée manuellement en utilisant une extrudeuse fabrication maison, des problèmes de malformation de la forme cylindrique des membranes après plusieurs tests nous ont conduits à renoncer à l'utilisation de cette méthode.



Figure IV. 9: Etapes d'extrusion de la pâte.

IV.2.2.2. Par étalage et enrobage de la pâte :

- La pâte obtenue est étalée en utilisant un cylindre pour obtenir une forme plane avec une épaisseur moyenne de 1mm ;
- Elle est ensuite enroulée sur le tube cylindrique de diamètre extérieur correspondant au diamètre intérieur exigé pour préparer une membrane cylindrique de diamètre extérieur maximale de 16mm et d'une épaisseur moyenne de 2mm en prenant en considération les retraits au séchage et au traitement thermique.



Figure IV. 10 : Etapes de fabrication des membranes tubulaires par étalage et moulage.

IV.2.3. Séchage et traitement thermique des échantillons élaborés :

Pour le séchage des échantillons, on utilise une étuve de type Memmert avec une température maximale de 250°C et pour le traitement thermique, on a utilisé un ancien four de type Contrelab avec une température maximale de 1200°C.



Figure IV. 11: Photos de l'étuve de type Memmert et du four de type Contrelab utilisés.

Les membranes obtenues sont séchées à l'air libre pendant 3 jours puis à l'étuve à 120°C pendant 24h, en fin traitées thermiquement jusqu'à (1000°C ou 1100°C) selon le diagramme suivant [22-23]:

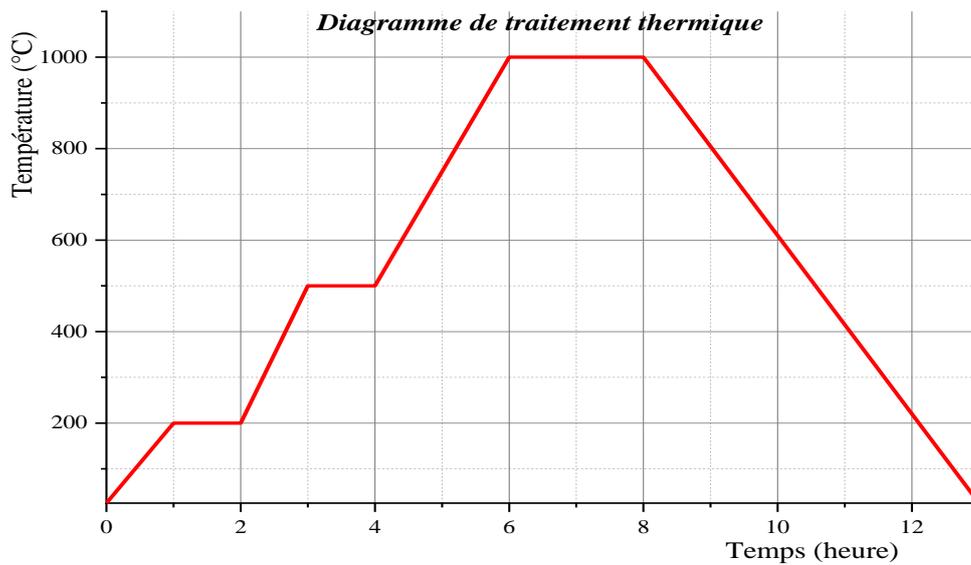


Figure IV. 12: Diagramme du traitement thermique.



Figure IV. 13: Aspect des échantillons lors du séchage et du traitement thermique.

Discussions :

- Le séchage à l'air libre et à l'étuve vise à éliminer complètement l'eau qui se trouve dans la pâte en vue de préparation des échantillons au traitement thermique, le séchage à l'air libre se fait pour éviter un séchage rapide qui engendre la fissuration des échantillons ;
- Le traitement thermique des pâtes séchées se fait progressivement jusqu'à la température maximale de 1000°C ou 1100°C pour leur donner le temps nécessaire aux transformations thermiques qui se déroulent à différentes températures ;
- Pour éviter le choc thermique et la fissuration des échantillons après traitement thermique, on fait un refroidissement lent des échantillons durant 24 heures avant de les faire sortir du four ;
- Le traitement thermique des échantillons s'accompagne de transformations minéralogiques et de réactions chimiques profondes où les produits obtenus perdent leur plasticité et deviennent durs et se transforment en terre cuite ;
- La majorité des membranes traitées 1100°C présentent des malformations ce qui les rend inutilisables dans notre cas ;
- La finition des membranes se fait par pansage avec du papier verre.
- Les supports tubulaires peuvent aussi être préparés par frittage des grains de matière première sous très haute pression qui nécessite un système de compression adapté aux membranes à élaborer ;
- L'oxyde de fer présent dans les argiles donne la coloration brune aux membranes.

IV.2.4. Aspect de membranes élaborées :

Les dimensions des membranes élaborées c.à.d. un diamètre extérieur de 16 mm et une longueur de 93 mm sont exigées pour pouvoir les utiliser dans le montage de l'unité pilote qui se trouve au niveau du laboratoire pédagogique du département GP.

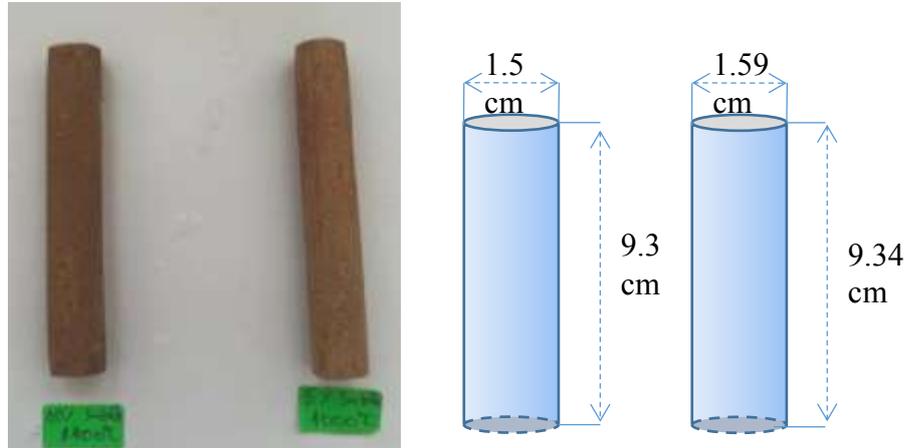


Figure IV. 14 : Les dimensions des membranes de 10S1100 et 5S1000.



Figure IV. 15: Photos de la porte membrane utilisée dans le montage.

IV.2.5. Propriétés physique des échantillons élaborés :

La détermination des propriétés physiques des échantillons élaborés est essentielle pour l'élaboration et l'utilisation des membranes dans la filtration des eaux usées avec le montage de l'unité pilote qui se trouve au niveau du laboratoire pédagogique du département de génie des procédés.

- ✚ Le retrait : nous permet la prévision des dimensions des membranes élaborées qui sont limités par les dimensions du port-membrane du montage ;
- ✚ La porosité : nous permet de prévoir et d'expliquer la perméabilité ou la sélectivité des membranes qui est dû à la dimension des particules se trouvant dans la solution à traiter ;
- ✚ La densité : les échantillons plus denses ont tendance à résister à une plus grande pression transmembranaire exercée.

IV.2.5.1. Les retraits :

La détermination des retraits linéaires de la matière argileuse se fait par mesure des dimensions avant et après séchage et après traitement thermique ;

➤ **Retrait au séchage :** C'est la réduction des dimensions linéaires des échantillons façonnés pendant le séchage.

Mode opératoire :

On trace deux repères éloignés d'une distance L_0 sur la surface de l'échantillon de pâte d'argile ;
On sèche à 80°C dans l'étuve pendant quelque jour. Après refroidissement on mesure l'écartement entre les repères.

Le retrait au séchage est exprimé par : $R_s = \frac{L_0 - L_1}{L_0} \times 100$

➤ **Retrait à la cuisson :** C'est le changement des dimensions linéaires que subit la pâte sec lors du frittage après traitement thermique, il est exprimé par la relation : $R_c = \frac{L_1 - L_2}{L_1} \times 100$

➤ **Retrait total :** Il représente la somme des retraits de séchage et de cuisson :

$$R_{Tot} = R_s + R_c \text{ Ou : } R_{Tot} = \frac{L_0 - L_2}{L_0} \times 100$$

Avec :

R_s : Retrait de séchage.

R_c : Retrait de cuisson.

R_{Tot} : Retrait total.

L_0 : Écartement avant séchage (mm)

L_1 : Écartement après séchage (mm) (avant cuisson).

L_2 : Écartement après cuisson (mm).

IV.2.5.2. Détermination de la densité :

La densité représente le rapport de la masse de l'échantillon au volume absolu de la matière.

Mode opératoire :

Deux techniques sont utilisées pour la détermination de la densité :

La première technique : qui est plus simple consiste à mesurer la masse de l'échantillon m (g) et son volume V (cm^3) (dans le cas de dimensions régulières) ou en plongeant l'échantillon préalablement imprégné dans l'eau jusqu'à saturation et à mesurer la différence du volume d'eau :

$$d = \frac{m/V}{\rho_{eau} \left(\frac{1g}{cm^3}\right)} = m/V$$

IV.2.5.3. La porosité :

Ils existent deux types de porosité : la porosité ouverte et la porosité fermée. La porosité ouverte représente le rapport du volume de l'ensemble des pores ouverts au volume apparent du produit, elle s'exprime en pourcentage (%) de volume apparent, il est déterminé par la quantité d'eau qui pénètre dans cette porosité, tandis que, la porosité fermée, c'est le rapport des pores fermés au volume apparent ne peut pas être déterminé de façon direct. La porosité totale c'est la somme des deux porosités ouverte et la porosité fermée.

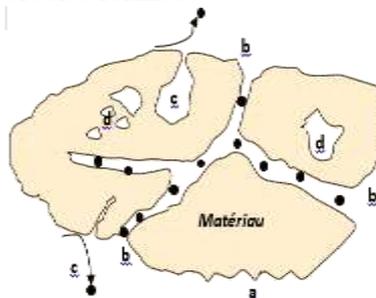


Figure IV. 16: Schéma d'un grain de matériau poreux : contenant des pores ouverts (a), latents (b) et fermés (c).

Mode opératoire :

On pèse l'échantillon sec après traitement thermique P1.

On imprègne l'échantillon dans un bassin d'eau pendant 48 heures, puis on le pèse P2.

La porosité ouverte est calculée par la formule : $P\% = \frac{P_2 - P_1}{P_2} \times 100$



Figure IV. 17: Les échantillons utilisés pour l'étude des propriétés des membranes.

IV.2.5.4. Résultats et discussions :

Pour la détermination des propriétés physique des membranes à élaborer des échantillons d'argile sous formes de parallélépipède ont été préparée à partir de deux types d'argiles extraites du gisement de l'usine El Riad- Bendjerrah avec des proportions : 75% d'argile jaune et de 25% d'argile bleue et traités thermiquement jusqu'à 1000°C pendant 2 heures.

1. La porosité :

Tableau IV. 3: résultats de la porosité.

| La masse \ | P ₁ | P ₂ | La porosité |
|------------|----------------|----------------|-------------|
| ArL1 | 76,04 | 84,96 | 11,73 |
| Arl2 | 70,18 | 77,72 | 10,74 |
| ArJ | 80,37 | 92,03 | 11,66 |
| Arb | 81,63 | 89,52 | 9,66 |

- Les deux échantillons d'argile traités thermiquement jusqu'à 1000°C pendant 2 heures présentent une porosité entre (10,74 et 11,73 %).
- On remarque que la porosité calculée est proche de la porosité moyenne des deux échantillons.

2. Retraits et densité :

Les résultats obtenus pour les retraits, densités et la porosité des échantillons élaborés sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau IV. 4: Résultats obtenus des retraits, densités et la porosité des échantillons élaborés.

| Echantillons | ArJ | ArB | ArL1 75J/25B | ArL2 75J/25B |
|--|-------|-------|--------------|--------------|
| Masse après traitement thermique (gr) | 80,37 | 81,63 | 76,04 | 70,18 |
| Longueur (mm) après séchage | 96,4 | 107,1 | 104,0 | 104,3 |
| Longueur (mm) après séchage | 90,0 | 102,1 | 97,0 | 97,0 |
| Longueur (mm) après traitement thermique | 89,0 | 101,0 | 96,0 | 96,0 |
| Retrait au séchage R _s (%) | 4,56 | 5,60 | 6,73 | 7,00 |
| Retrait à la cuisson R _c (%) | 1,11 | 1,07 | 1,03 | 1,03 |
| Retrait total R _T (%) | 5,67 | 6,67 | 7,76 | 8,03 |
| La densité après traitement thermique | 1,90 | 1,86 | 1,88 | 1,85 |
| La porosité après traitement thermique (%) | 11,66 | 9,66 | 11,73 | 10,74 |

3. Discussions :

- On a élaboré deux échantillons à partir de l'argile jaune et l'argile bleue avec le même pourcentage en vue de comparaison ;
- Le retrait des échantillons élaborés sont très proches : le retrait au séchage est de l'ordre de 7% tandis que le retrait à la cuisson est de 1,03% ce qui nous donne un retrait total de 8% ;
- La densité moyenne après traitement thermique des échantillons élaborés est de 1,86 ;
- La porosité moyenne est de l'ordre de 11%.

IV.3. Tests de filtration des eaux usées :

IV.3.1. Le montage de filtration :

Le montage pilote utilisé pour les tests de filtration des eaux usées est constitué de :

- D'un réservoir sous forme de bombonne, ayant une contenance d'environ 12 L. Il est mené d'une vanne à la sortie, d'un clapet anti-retour à l'entrée et une vanne pour l'air comprimé pour contrôler la pression exercée dans le circuit, ce réservoir est monté de telle façon à ce qu'il soit facile à être démonté pour un nettoyage ou changement de l'eau à traiter ;
- D'une pompe de recirculation. Cette pompe de recirculation du liquide est une pompe centrifugeuse avec servomoteur, de gamme de fonctionnement de 40 L/min, T max de 60°C.
- D'un compresseur muni d'un réservoir de 50 litres équipé d'un manomètre avec une pression maximale de 10 bars.
- Le circuit fermé du montage est constitué de tubes en cuivre, d'une porte membrane (avec sortie latérale de l'eau filtrée), de vannes d'arrêts, clapet anti-retours et d'un manomètre pour indiquer la pression à l'intérieur du circuit ;



Figure IV. 18: Photo du montage de filtration.

Principe de fonctionnement du montage :

L'eau usée à traiter est stockée dans le réservoir cylindrique d'une capacité de 12 litres (1), la membrane élaborée est mise dans la porte membrane (2). En s'assurant de l'étanchéité du circuit, on fait la circulation de l'eau usée à l'aide de la pompe de recirculation (3) puis on impose une pression transmembranaire en utilisant le compresseur (4).

L'essai de séparation membranaire se fait par filtration tangentielle en utilisant les membranes tubulaires à base d'argile, le perméat est récupéré par une sortie latérale tandis que le retentât retourne avec la solution d'alimentation dans le réservoir d'alimentation en boucle fermée.

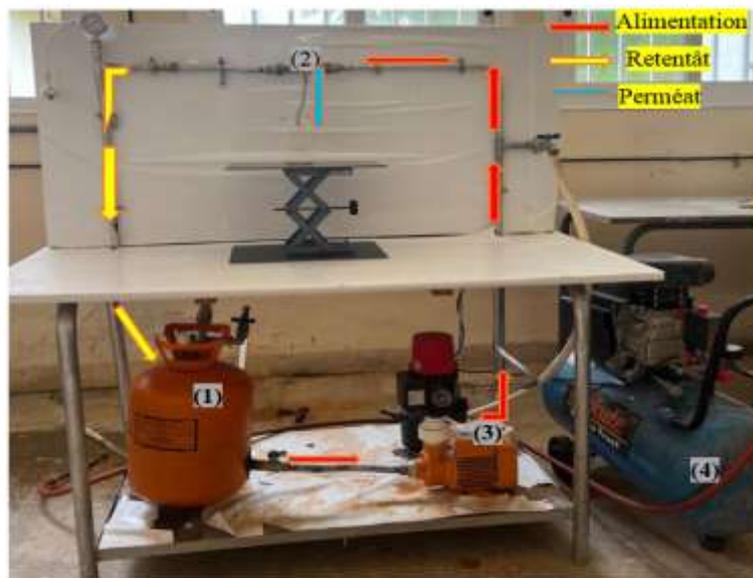


Figure IV. 19: Principe de fonctionnement du montage.

IV.3.2. Choix de la solution de départ :

Plusieurs solutions ont été testées :

- En premier lieu, on a utilisé une solution de bleue de méthylène pour voir la possibilité de séparation des colorants et pour le faire on doit mesurer la coloration de la solution étudiée avec un colorimètre. Le problème qu'on a rencontré c'est que le circuit contient un réservoir métallique en acier qui dégage des ions de fer formant des complexes brun et avec la couleur bleue de la solution étudiée on aura un mélange de couleur verte-brun ce qui nous empêche de déterminer les concentrations de la solution après et avant filtration avec un colorimètre.



Figure IV. 20: Aspect d'eau initiale et de l'eau issue du réservoir du montage.

- En deuxième lieu, on a utilisé un mélange de sels qu'on a dissous dans 5 litres d'eau distillée, les caractéristiques de la solution de départ sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau IV. 5: Caractéristiques de la solution de départ.

| Sels | Masse g | TDS mélange g/l | Conductivité mS/cm | pH |
|--------------------------------------|---------|-----------------|--------------------|------|
| CuSO ₄ | 6,24 | 7,30 | 14,61 | 5,90 |
| Na ₂ SO ₄ | 16,11 | | | |
| Zn(CH ₃ COO) ₂ | 5,48 | | | |
| Ni(CH ₃ COO) ₂ | 5,77 | | | |

IV.3.3. Étude de la perméation des membranes élaborées lors du traitement de l'eau usée :

La variation des flux transmembranaire et la perméance des membranes élaborées en fonction du temps et de la pression exercée sont représentés dans les figures suivantes :

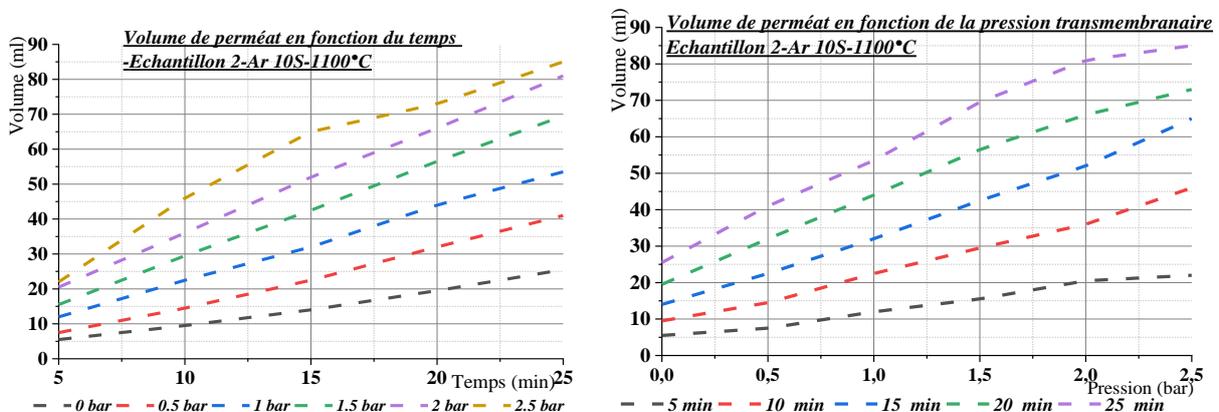


Figure IV. 21: La variation du volume de perméat en fonction de la pression et du temps -Échantillon 2-Ar 10S-1100°C.

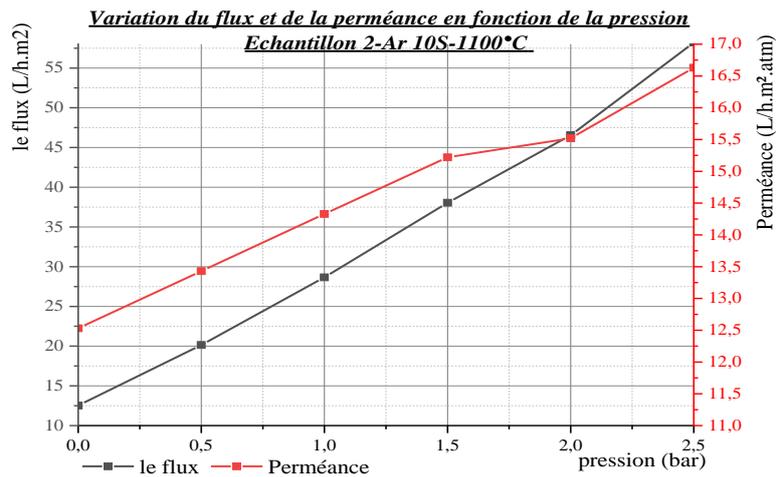


Figure IV. 22: La variation du volume et de la perméance en fonction de la pression à 15min Échantillon 2-Ar 10S-1100°C.

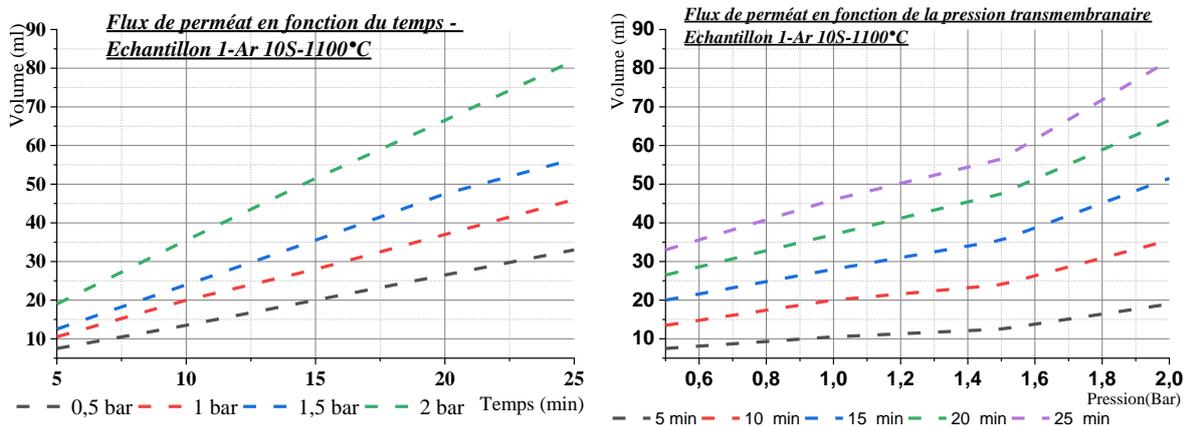


Figure IV. 23: La variation du volume de perméat en fonction de la pression et du temps Échantillon 1-Ar 10S-1100°C.

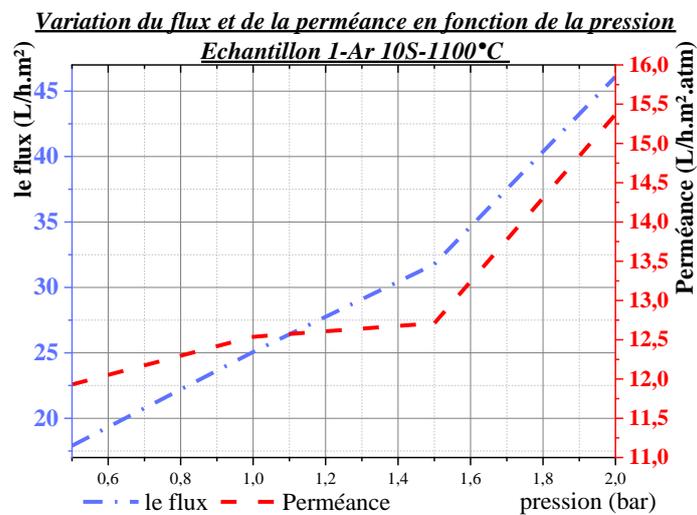


Figure IV. 24: La variation du volume de perméat et de la perméance en fonction de la pression à 15min Échantillon 1-Ar 10S-1100°C.

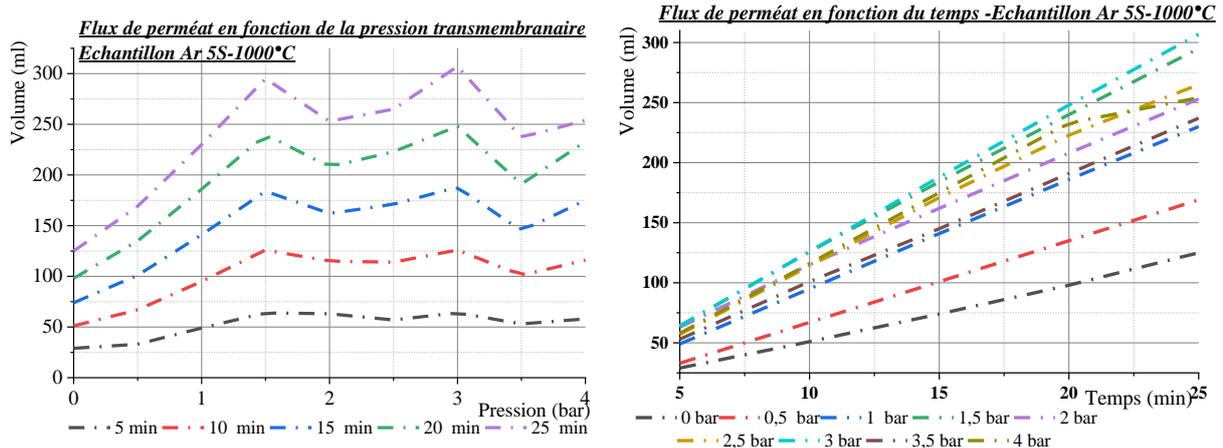


Figure IV. 25: La variation du volume de perméat en fonction de la pression et du temps Échantillon -Ar5S-1000°C.

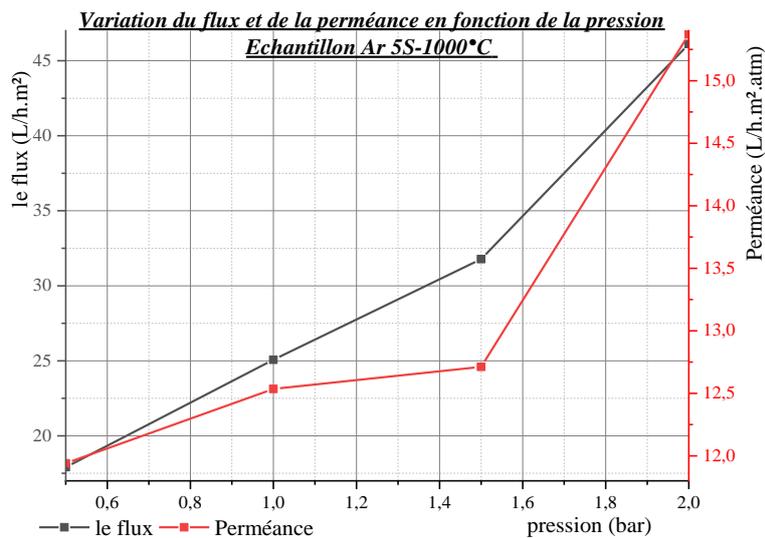


Figure IV. 26: La variation du volume de perméat et de la perméance en fonction de la pression à 15min Échantillon Ar 5S-1000°C.

Discussions :

- ✚ Les membranes avec 10% Sable traitées à 1100°C présentent une faible résistance à la pression transmembranaire par rapport aux membranes 5% Sable traitées à 1000°C ce qui explique la pression transmembranaire maximale avant fissuration des membranes ;
- ✚ Le flux du perméat augmente linéairement en fonction du temps et de la pression transmembranaire exercée ;
- ✚ En ce qui concerne l'échantillon avec 5% sable à 1000°C, qui supporte une pression transmembranaire supérieure à celle des échantillons 10%S 1100°C ceci peut être dû au pourcentage de sable ajouté et/ou la température de traitement thermique.
- ✚ La fluctuation du flux pour l'échantillon 5%S 1000°C est due à l'ajout de l'eau usée à traiter après diminution du niveau de ce dernier dans le réservoir du montage (le temps d'équilibre pour la séparation de la membrane) ;

- ✚ Le flux des membranes 5% sable à 1000°C est très supérieur par rapport aux membranes 10% sable à 1100°C ceci est dû à la porosité élevée des membranes traitées à 1000°C et contenant une quantité inférieure de sable par rapport aux membranes 10%S 1100°C ;
- ✚ La perméance qui représente le flux/ la pression exercée, augmente avec l'augmentation de la pression transmembranaire exercée en même temps que le flux pour les trois membranes élaborées.

IV.3.4. Caractéristiques des eaux de filtration par les membranes élaborées :

IV.3.4.1. Aspect de l'eau :

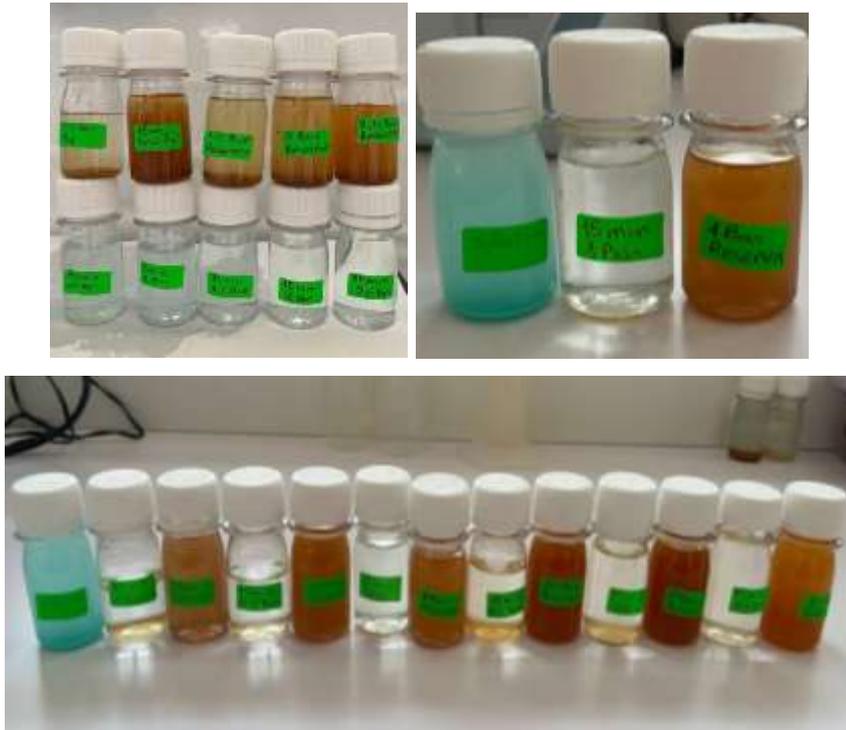


Figure IV. 27: aspect des eaux avant et après traitement membranaire.

Discussion :

- ✚ L'aspect visuel des eaux avant et après filtration (Figure IV.27) montre que l'eau filtrée est très claire par rapport à l'eau usée utilisée, elle est assez proche à l'aspect de l'eau de robinet ;

IV.3.4.2. Caractéristiques des eaux avant et après filtration :

Nous avons mesuré la conductivité, TDS, Salinité et pH des solutions avant (Retentât) et après filtration (Filtrat), les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

Tableau IV. 6: Les résultats obtenus de la conductivité, TDS, Salinité et pH.

| Echantillon | Retentât | | | | Filtrat | | | |
|-------------------------|----------------------|---------|----------|------|----------------------|---------|----------|------|
| | Conductivité (ms/cm) | TDS g/l | Salinité | pH | Conductivité (ms/cm) | TDS g/l | Salinité | pH |
| Echantillon 1Ar-10S1100 | 10,58 | 5,29 | 7 | 5,96 | 6,17 | 3,09 | 3,92 | 5,6 |
| Echantillon 2Ar-10S1100 | 12,46 | 6,23 | 8,33 | 5,28 | 11,45 | 5,73 | 7,61 | 5,24 |
| Echantillon Ar-5S1000 | 13,6 | 6,8 | 9,18 | 5,30 | 12,02 | 6,01 | 8,04 | 5,26 |
| Eau de robinet | / | / | / | / | 6,41 | 3,21 | 4,00 | 7,96 |

Discussions :

- ✚ On remarque les valeurs des conductivités, Salinité et TDS du filtrat sont inférieures aux valeurs du retentât ce qui nous indique que les membranes utilisées ont retenues certaines quantités de sels se trouvant dans la solution de départ ;
- ✚ La conductivité TDS et la salinité de l'eau obtenue après filtration des trois échantillons est très proche de l'eau de robinet ;
- ✚ Les valeurs de des conductivités, Salinité et TDS du filtrat de l'échantillon 1Ar-10S1100 sont semblables à celui de l'eau de robinet tandis que le pH est inférieur ;
- ✚ Le pH de toutes les eaux filtrées est faiblement acide entre (5,2 – 5,6) puisqu'on a utilisé différents sels acides pour la préparation de la solution de départ : acétates de zinc, acétates de nickel...etc.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce travail on a préparé des membranes tubulaires, à partir des argiles de terres cuites locales qui ont été utilisées pour la filtration des eaux usées.

➤ Les différentes techniques utilisées pour l'élaboration des membranes tubulaires :

✚ Par coulage de la barbotine d'argile dans des moules en plâtre

✚ Par extrusion de la pâte d'argile

✚ Par étalage et enrobage de la pâte sur des supports tubulaires

Seulement la troisième technique qui nous permis d'obtenir des membranes utilisables ; ceux de la barbotine présentent des fissurations, l'extrusion conduit à une malformation de la pâte.

On a élaboré deux échantillons à partir de l'argile jaune et l'argile bleue avec le même pourcentage en vue de comparaison, les paramètres physiques tels que : la densité, la porosité et retraits ont été déterminés en utilisant des échantillons de forme parallélépipède :

➤ Le retrait des échantillons élaborés sont très proches : le retrait au séchage est de l'ordre de 7% tandis que le retrait à la cuisson est de 1,03% ce qui nous donne un retrait total de 8% ;

➤ La densité moyenne après traitement thermique des échantillons élaborés est de 1,86 ;

➤ La porosité moyenne est de l'ordre de 11% ;

➤ Les deux échantillons présentent une porosité entre (10,74 et 11,73 %), on remarque que la porosité calculée est proche de la porosité moyenne des deux échantillons.

Les résultats de la filtration de l'eau usée par le montage de filtration qui se trouve au niveau du laboratoire pédagogique –GP montrent :

1- Pour la perméation des membranes

➤ Les membranes 10% Sable traitées à 1100°C présentent une faible résistance à la pression transmembranaire par rapport aux membranes 5% Sable traitées à 1000°C ce qui explique la pression transmembranaire maximale avant fissuration des membranes.

➤ Le flux du perméat augmente linéairement en fonction du temps et de la pression transmembranaire exercée.

➤ En ce qui concerne l'échantillon 5% sable à 1000°C, qui supporte une pression transmembranaire supérieure à celle des échantillons 10%S 1100°C ceci peut être dû au pourcentage de sable ajouté et/ou la température de traitement thermique.

- La fluctuation du flux pour l'échantillon 5%S 1000°C est due à l'ajout de l'eau usée à traiter après diminution du niveau de ce dernier dans le réservoir du montage (le temps d'équilibre pour la séparation de la membrane).
- Le flux des membranes 5% sable à 1000°C est très supérieur par rapport aux membranes 10% sable à 1100°C ceci est dû à la porosité élevée des membranes traitées à 1000°C et contenant une quantité inférieure de sable par rapport aux membranes 10%S 1100°C
- La perméance qui représente le flux/ la pression exercée, augmente avec l'augmentation de la pression transmembranaire exercée en même temps que le flux pour les trois membranes élaborées.

2- Concernant les caractéristiques des eaux filtrées :

- L'aspect visuel des eaux avant et après filtration (Figure RRR) montre que l'eau filtrée est très claire par rapport à l'eau usée utilisée, elle est assez proche à l'aspect de l'eau de robinet ;
- On remarque les valeurs des conductivités, Salinité et TDS du filtrat sont inférieures aux valeurs du retentât ce qui nous indique que les membranes utilisées ont retenues certaines quantités de sels se trouvant dans la solution de départ ;
- La conductivité TDS et la salinité de l'eau obtenue après filtration des trois échantillons est très proche de l'eau de robinet ;
- Les valeurs de des conductivités, Salinité et TDS du filtrat de l'échantillon 1Ar-10S1100 sont semblables à celui de l'eau de robinet tandis que le pH est inférieur ;
- Le pH de toutes les eaux filtrées est faiblement acide entre (5,2 – 5,6) puisqu'on a utilisé différents sels acides pour la préparation de la solution de départ : acétates de zinc et l'acétates de nickel.

Références bibliographiques

- [1] USGS Georgia Water Science Center Illustration by John M. Evans, Howard Perlman, USGS French translation by Monika Michel, Agence de l'Eau Artois-Picardie, France : <http://ga.water.usgs.gov/edu/watercyclefrenchhi.html>
- [2] Rapport mondial des Nations Unies sur la mise en valeur des ressources en eau 2019 http://unesdoc.unesco.org/ark:/48223/pf0000367276_fre
- [3] Le centre d'information sur l'eau <https://www.cieau.com/eau-transition-ecologique/enjeux/quest-ce-que-le-stress-hydrique-comment-y-repondre/>
- [4] Article Publié le 22 mars 2021 à l'occasion de la Journée mondiale de l'eau sous le thème « la valeur de l'eau ». 2 World Ressources Institute. 2019.
- [5] Article des Nations Unies sur la crise de l'eau Archivé le 22 janvier 2016
- [6] World Resources Institute: <https://www.wri.org/insights/17-countries-home-one-quarter-worlds-population-face-extremely-high-water-stress>
- [7] AQUASTAT - FAO's global water information system <https://www.fao.org/aquastat/en/>
- [8] Jean-Marc BERLAND et Catherine JUERY « Les procédés membranaires pour le traitement de l'eau » Office International de l'Eau SNIDE N°14 Décembre 2002.
- [9] S. Baumont et al. 2004 « Réutilisation des eaux usées épurées : risques sanitaires et faisabilité en Île-de-France », École nationale supérieure agronomique de Toulouse (ENSAT) 2004
- [10] <http://www.universalis.fr/>
- [11] Éditions techniques de l'ingénieur articles : « J2790, J2791, J2792 »
- [12] Jorgen WAGNER, « Membrane Filtration Handbook Practical Tips and Hints » by B. Sc. Chem. Eng Second Edition, Revision 2. November 2001
- [13] ADEME/ DABEE « rapport sur les techniques membranaires à gradient de pression » Agence de l'environnement et de la maîtrise de l'énergie - Département Industrie et Agriculture 16/06/2006
- [14] AIPEA – Association Internationale pour l'Étude des Argiles <https://aipea.org>
- [15] <https://www.universalis.fr/encyclopedie/argiles/2-les-argiles-dans-le-cycle-geologique-de-l-ecorce-terrestre/>
- [16] Chamley H., Bases de sédimentologie, Dunod 2000
- [17] https://fr.wikipedia.org/wiki/Minéral_argileux#:~:text=Ce%20sont%20les%20minéraux%20phylliteux,en%20très%20petits%20morceaux%20souvent

- [18] http://www.normalesup.org/~clanglois/Sciences_Terre/Argiles/Argiles0.html
- [19] Brahiman Traore. Elaboration et caractérisation d'une structure composite (sable et déchets plastiques recyclés) : Amélioration de la résistance par des charges en argiles. Matériaux. Université Bourgogne Franche-Comté ; Université Félix Houphouët-Boigny (Abidjan, Côte d'Ivoire), 2018.
- [20] ZERAOULIA Fariha et TEBBAH Sara « Influence de l'ajout des non-liants sur la fissuration des briques rouges », mémoire de Master Université 8 Mai 1945 - Guelma, Juin 2011.
- [21] CHERAITIA Abdallah « Membranes et procédés membranaires », Polycopie de cours Université 8 Mai 1945 -Guelma, Année universitaire 2014/2015.
- [22] Maizi Samia « Elaboration des membranes céramiques pour microfiltration de l'eau », mémoire de Master Université 8 Mai 1945 -Guelma, Juin 2012.
- [23] RIGHI Kawtar « Préparation des membranes de micro et ultrafiltration : Influence de l'ajout d'agent porogène et du traitement thermique », mémoire de Master Université 8 Mai 1945 -Guelma, Juin 2013.