

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

~~M540.076~~

UNIVERSITE DE GUELMA

M540.076

Faculté des mathématiques et de l'informatique et des sciences de la matière
Département des sciences de la matière

Mémoire de fin d'études
Master II



Spécialité : Chimie Physique et Analytique

Présenté par :
ZERDOUM Radia



*Valorisation des boues des stations d'épuration des eaux
urbaines dans l'adsorption des colorants textiles*

Sous la Direction de :
Pr MAOUI

Juin 2015

Dédicaces

A mes parents

A mes frères

A tous ceux qui me sont chers

Remerciements

Avant tout, je dois remercier Dieu tout puissant qui m'a donné la force pour mener à terme ce travail ;

Je tiens à remercier très sincèrement le président de jury et les membres de jury ayant acceptés d'évaluer ce travail ;

Je tiens à remercier mon encadreur M^{me} MAOUI professeur au département des Sciences de la Matière , pour son soutien tout au long de mon travail ainsi que son aide documentaire et ses encouragements. Ce fut un grand plaisir de travailler avec elle ;

Je tiens aussi à exprimer mes gratitudes à M^r MECHAY , responsable à l'Office National d'Assainissement de la zone de Annaba et M^{elle} ZINEB ingénieure au niveau de laboratoire de la STEP de Annaba ;

Je remercie Messieurs BOUOUD et MERAZIG , professeurs au niveau de l'unité de recherche de Chimie de l'Environnement et Moléculaire Structurale CHEMS à l'université Mentouri-Constantine pour la caractérisation en FRX .

Remerciement spécial adressé à mon amie, ma sœur et ma collaboratrice M^{elle} FERDJAOUÏ Houda pour son aide et son soutien durant toute cette période du mémoire, vous avez su réveiller ma curiosité et orienté mon travail aux bons moments . Merci pour la confiance que vous m'avez accordé malgré toutes les difficultés rencontrées .Qu'elle trouve ici le témoignage de ma profonde reconnaissance .Je vous remercie vivement .

Je n'oublie pas tous mes chers amis que j'ai croisé lors de cette aventure et que j'ai partagé avec eux des bons moments , autour du café ou d'un repas . Je vous remercie pour votre sympathie et vos encouragements ;

Enfin , mes réflexions vont vers moi – même mais comment puis - je m'exprimer ? Alors je dis juste un mot : Le mémoire c'est déjà du passé ? Et la suite ???????

Sommaire

INTRODUCTION GENERALE	1
CHAPITRE I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	
PARTIE I Traitement des eaux usées et valorisation des boues	
I.1 Généralités sur les eaux usées	4
I.1.1 Rappel historique	4
I.1.2 Définition des eaux usées	
I.1.3 Les eaux usées en Algérie	5
I.1.4 Catégories des eaux usées	5
I.2. Phases de traitement des eaux usées	5
I.2.1 Traitement primaire	6
I.2.2 Traitement secondaire	6
I.2.3 Traitement tertiaire	7
I.3 Caractéristiques des eaux usées.....	7
I.4 Origine et types des boues	11
I.4.1 Boues primaires	11
I.4.2 Boues secondaires	11
I.4.3 Boues mixtes	11
I.5 Etapes de traitement des boues	12
I.6 Composition des boues en matières organiques et fertilisant.....	12
I.7 Facteurs caractérisant les boues	15
I.8 Destination finale des boues des stations d'épuration	15
<i>A</i> La mise en décharge	16
<i>B</i> Valorisation énergétique	16
B.1 Incinération	16
B.2 Oxydation humide	17
B.3 La bio méthanisation	17
<i>C</i> Valorisation agricole	17
C.1 Epannage des boues	18
C.2 Compostage	18
I.9 Perspectives de valorisation des boues en Algérie	20

PARTIE II Propriétés physico-chimiques des argiles et phénomène d'adsorption

I.1	Généralités sur les argiles	21
I.1.1	Définition et caractéristiques des argiles.....	21
I.1.2	Structure cristallographique des argiles	22
I.1.3	Méthodes d'analyses minéralogiques	22
I.1.4	Principaux minéraux argileux	23
I.2	Adsorption	25
I.2.1	Définition d'adsorption	25
I.2.2	Mécanisme d'adsorption	26
I.2.3	Types d'adsorption	26
I.2.4	Principaux facteurs influant sur l'adsorption	27
I.2.5	Cinétique d'adsorption	27
I.2.6	Isothermes d'adsorption	28
I.2.7	Classification des isothermes d'adsorption	28
I.2.8	Théorie d'échange d'ions	31
I.2.9	Les applications de l'adsorption.....	31
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	33

CHAPITRE II ETUDE EXPERIMENTALE

II.1	Introduction	38
II.2	Lieu de prélèvement de la boue urbaine.....	38
II.3	Localisation de la boue dans la station	39
II.4	Destination finale de la boue	40
II.5	Présentation des adsorbants	40
II.6	Préparation des adsorbants	41
a-	Traitement préliminaire	41
b-	Traitement thermique	42
II.7	Le colorant	42
II.8	Méthode de caractérisation des adsorbants	43
1.	Par fluorescence à rayons X	43
2.	Par diffraction X (DRX)	45
3.	Spectrophotométrie d'absorption Ultra-Violet(UV-Visible).....	46
II.9	Analyses physico-chimiques de la boue urbaine	47
II.10	Methodologies des expériences d'adsorption	49
II.11	Optimisation des conditions d'adsorption du colorant	50
II.12	Modélisation des résultats	50

CHAPITRE III RESULTATS ET DISCUSSIONS

III.1	Introduction	51
III.2	Analyses quantitatives de boue et d'argile DD ₃ activées et non activées.. par FRX	51
III.2.1	Etude de la composition des éléments majeurs dans la boue urbaine activée et non activée	52
III.2.2	Etude de la composition des éléments majeurs dans la DD ₃ activée et non activée	53
III.3	Analyse minéralogique de la boue et de l'argile DD ₃ activée et non activée par DRX	53
III.4	Analyses physico chimiques de la boue urbaine	55
III.5	Dosage par spectrophotométrie UV-Visible	55
III.6	Facteurs influençant sur le phénomène d'adsorption	57
III.7	Modélisation des isothermes d'adsorption	63
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	68
	CONCLUSION GENERALE.....	69

Liste des acronymes et abréviations

AFNOR	Association Française de NORmalisation
AGV	Acide Gras Volatil
ATG	Analyse Thermique Gravimétrique
CE	Conductivité Electrique
CT	Couche Tétraédrique
CO	Couche Octaédrique
DBO₅	Demande Biochimique d'oxygène pendant cinq jours
DCO	Demande Chimique d'Oxygène
DRX	Diffraction à rayons X
HAP	Hydrocarbure Aromatique Polyclinique
K	Coefficient de biodégradabilité
MEB	Microscope électronique à balayage
MES	Matières en Suspension
MET	Microscope électronique en transmission
MMS	Matières Minérales en Suspension
MO	Matières Organiques
MVS	Matière Volatile en Suspension
ONA	Office National de l'Assainissement
PCB	PolyChloroBiphényles
PCI	Pouvoir Calorifique Inférieur
STEP	STation d'EPuration des eaux usées

Liste des figures

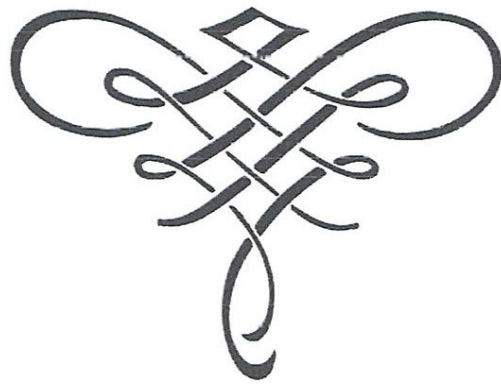
N°	Titre	Page
Figure 1	Descriptif de l'origine des boues primaires et secondaires	11
Figure 2	Critères influant sur le choix de la distribution finale des boues	16
Figure 3	Processus de compostage	18
Figure 4	Structure générale des phyllosilicates	21
Figure 5	Eléments structuraux : les tétraèdres	22
Figure 6	Eléments structuraux : les octaèdres	22
Figure 7	Modèle structural de Kaolonite	23
Figure 8	Modèle structural l' Illite	24
Figure 9	Représentation d'une Smectite	24
Figure 10	Représentation de la Chlorite	25
Figure 11	Phénomène d'adsorption	26
Figure 12	Classes des isothermes	30
Figure 13	localisation de la station d'épuration de l'AALALIK El Boumi - Annaba -	39
Figure 14	Schéma descriptif de traitement des eaux usées et boues	39
Figure 15	localisation de la boue urbaine dans la station	39
Figure 16	Boue urbaine déshydratée	40
Figure 17	Argile Kaolinite DD ₃ séchée à 105 °C	41
Figure 18	Four à Moufle électrique KR 170 E	42

Liste des tableaux

N°	Titre	Page
I.1	Evolution des volumes d'eaux usées rejetées en Algérie	5
I.2	Paramètres physico-chimiques des eaux usées épurées utilisées à des fins d'irrigation	10
I.3	Composition moyenne des boues urbaines	13
I.4	Valeurs limites des constituants toxiques fixées par la norme AFNOR U44-0441	14
I.5	Paramètres caractéristiques des types d'adsorption	27
III.1	Analyse quantitative élémentaire de la <i>Boue urbaine</i> activée et non activée	51
III.2	Analyse quantitative élémentaire de l'argile <i>DD3</i> activée et non activée par FRX	52
III.3	Paramètres physico-chimiques de la boue urbaine	55
III.4	Valeur de λ_{\max} du colorant Bemacron Bleu (PBG)	55
III.5	Valeurs d'étalonnage du colorant Bemacron Bleu (PBG)	56
III.6	Quantités et pourcentages d'adsorption au temps d'équilibre sur la Boue et DD ₃ activées et non activées	62
III.7	Paramètres équationnels des modèles de Freundlich et de Langmuir pour l'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur boue urbaine et DD ₃ activées et non activées	66

Figure 19	Schéma d'un spectrofluorimètre	43
Figure 20	Spectrophotomètre PANalyticalMagix PRO e à Fluorescence X	44
Figure 21	Spectres de DRX de la Boue brute séchée à 105°C	53
Figure 22	Spectre de DRX de la Boue calcinée à 700°C	53
Figure 23	Spectre de DRX de la DD₃ naturelle	54
Figure 24	Spectres de DRX de la DD₃ calcinée à 700°C	54
Figure 25	Courbe Absorbance = f(λ) pour le colorant testé :Bemacron Bleu (PBG)	55
Figure 26	Courbe d'étalonnage du spectrophotomètre « colorant Bemacron Bleu (PBG) »	56
Figure 27	Cinétique d'adsorption du colorant sur boue activée et non activée	57
Figure 28	Cinétique d'adsorption du colorant sur DD₃ activée et non activée	57
Figure 29	Cinétique d'adsorption du colorant sur boue et DD₃ activées et non activées	58
Figure 30	Cinétique d'adsorption du colorant sur la boue et DD₃ activées	59-60
Figure 31	l'influence du traitement sur l'adsorption du colorant par la boue et l'argile DD₃ activées	61-62
Figure 32	Isotherme d'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur les boues urbaines et DD₃ activées et non activées à l'équilibre	63
Figure 33	Isothermes de Freundlich et de Langmuir pour l'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur la Kaolinite DD₃ de Djebel Debegh et sur la Boue Urbaine Brute	64
Figure 34	Isothermes de Freundlich et de Langmuir pour l'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur la Kaolinite DD₃ de Djebel Debegh et sur la boue urbaine calcinées à 500°C	64
Figure 35	Isothermes de Freundlich et de Langmuir pour l'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur la Kaolinite DD₃ de Guelma et sur la boue urbaine calcinées à 700°C	65
Figure 36	Isothermes de Freundlich et de Langmuir pour l'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur la Kaolinite DD₃ de Guelma et sur la boue urbaine calcinées à 1000°C	65

INTRODUCTION GENERALE



Introduction générale

Les accroissements démographiques, économiques et urbains sont à l'origine de différentes sources de pollution environnementale (pollution atmosphérique, pollution des eaux de surfaces et profondes, pollution du sol...), et ce, en particulier dans les pays en voie de développement moins préoccupés et moins sensibilisés par les risques sanitaires concomitants. Parmi ces sources de pollution la production d'eaux usées souvent rejetées dans le milieu récepteur (mer, rivières, sols) sans traitement préalable génère de nombreuses maladies hydriques et une propagation des épidémies.[1]

En Algérie, les volumes d'eaux usées rejetés ont été estimés à 200 millions de m³ par an en 2000 et atteindront 1.150 milliards de m³ par an à l'horizon 2020.[2] À l'instar des pays en développement, l'essentiel des eaux usées sont déversées dans le milieu naturel sans traitement. Néanmoins, ces dernières années, l'accroissement de la demande en eau pour la consommation humaine, industrielle, agricole et les sécheresses répétées qui sévissent ont sensibilisé les décideurs à considérer les eaux usées comme une ressource hydrique appréciable, d'où la nécessité de réfléchir à élaborer un programme national d'épuration des eaux usées.

En Algérie, l'ONA (L'office national de l'assainissement) a mis en place d'un réseau d'épuration des eaux usées. A ce jour, ce dernier gère 165 stations d'épurations à travers le territoire national. [2] Quelque soit le système d'épuration adopté, le traitement des eaux usées s'accompagne d'une production de quantités de boues non négligeables (250.000 T/an) et d'ici 2020 atteindra les 400.000 T/an dont il faut se débarrasser.[2]

Plusieurs filières existent pour l'élimination de ces boues, mais le choix doit être tributaire du coût d'installation, de l'origine de boues, de la valeur ajoutée du produit qui en résulte et de l'impact que pourrait avoir la filière retenue sur l'environnement. La mise en décharge (appelée aussi stockage) s'avère une technique peu valorisante et est légalement interdite dans de nombreux pays directive du conseil (1999/31/CE) du 26 Avril 1999 concernant la mise en décharge des déchets. L'incinération de boues a un coût prohibitif et présente un risque lié à l'impact de gaz toxiques sur l'environnement tel que celui de la dioxine.[3]

La valorisation énergétique (production de biogaz comme source de chaleur et d'électricité) et la valorisation biologique ou agricole (production d'engrais et de compost)

constituent des technologies vertes permettant de transformer les boues en produits à haute valeur ajoutée en minimisant les risques de pollution .

Le recyclage ou valorisation agricole des boues après compostage contribue à une réintégration des éléments minéraux et organiques dans les sols, ce qui permet de se rapprocher des cycles naturels. Néanmoins, l'épandage des composts obtenus ne doit pas se faire sans être assuré de leur hygiénisation, de leur stabilisation et de leur maturité. De plus, le compost de boues doit être exempt de phytotoxicité, avec des teneurs en métaux lourds (Cu, Zn, Cd, Hg, Cr...) et des teneurs en micro-polluants organiques (phthalates, PCB, HAP...) inférieures aux normes internationales en vigueur.

Afin d'approfondir les connaissances sur la composition chimique des boues résiduaire d'épuration d'origines variées (domestiques et agroalimentaires) , ce travail a été initié en collaboration avec l'ONA de la wilaya de Annaba qui est divisé en deux chapitres : C'est dans ce contexte que nous nous sommes proposé de valoriser les boues des stations d'épuration des eaux urbaines et les tester dans l'adsorption des eaux usées. Des argiles qui ont démontré une grande efficacité en adsorption et disponibles en grande quantité dans notre pays du fait de leur exploitation facile et peu coûteuse seront les matériaux de comparaison par rapport aux boues traitées.

Le présent travail a pour but de :

- ✓ Valoriser les boues de stations d'épuration des eaux usées urbaines
- ✓ Traitement des boues par activation thermique ou chimique.
- ✓ Application dans l'adsorption des eaux usées.

Dans ce contexte, le travail intitulé «*Valorisation des boues des stations d'épuration des eaux urbaines et leur application dans l'adsorption des colorants textiles* », est divisé en trois grands chapitres :

Chapitre I : s'articule sur une étude bibliographique qui contient deux parties :

- La première présentera une synthèse générale sur l'étude des eaux usées urbaines et boues ; elle part du fonctionnement d'une station d'épuration vers une présentation des voies possibles de traitement et des réglementations en vigueur qui définissent les teneurs limites de la composition des eaux usées traitées.
- La deuxième concernera les propriétés physico-chimiques des argiles et phénomène d'adsorption

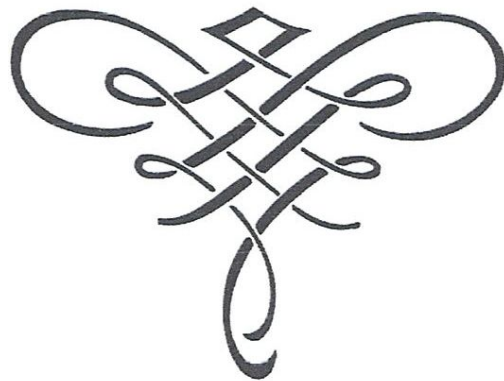
Chapitre II : Nous abordons la partie expérimentale qui est consacrée à la présentation des méthodes utilisées dans la caractérisation physico-chimique des boues avant et après traitement.

Chapitre III : La troisième grande partie est consacrée à la discussion des différents résultats obtenus lors de la caractérisation des boues ainsi que l'argile Kaolinite DD₃ et leur application dans l'adsorption des eaux usées textiles .

En dernier, nous clôturons ce travail par une conclusion générale qui regroupe les principaux résultats trouvés lors de cette étude et les perspectives envisagés à réaliser.

CHAPITRE I :

**ETUDE
BIBLIOGRAPHIQUE**



I.1 Généralités sur les eaux usées :

I.1.1 Rappel historique

La gestion des excréments, des eaux résiduaires et autres déchets générés par les activités humaines a nécessité l'élaboration de systèmes d'assainissement. L'utilisation des eaux usées et des boues résiduaires s'est logiquement mise en place.

L'Inde et la Chine avaient depuis longtemps compris l'avantage de cette réutilisation pour la fertilisation. Il faudra attendre le 16^{ème} siècle pour que les premières expériences soient développées en Europe : d'abord en Allemagne (1531), puis en Ecosse (1650).

De nombreux projets sont alors mis en place, essentiellement aux alentours de grandes agglomérations. Mais les problèmes d'odeurs et de transmissions de parasites seront à l'origine de leur déclin. C'est seulement à partir de la deuxième moitié du 20^{ème} siècle que la valorisation agronomique des déchets sera remise à l'ordre du jour. Les communes et les groupements de communes ont ainsi mis en place des stations d'épuration pour le traitement des eaux usées dans le cadre de la politique publique de préservation de la qualité de l'eau et des milieux aquatiques. Ces stations génèrent un sous-produit inévitable : les boues d'épuration.[4]

I.1.2 Définition des eaux usées

Les eaux usées sont des eaux chargées de différents éléments provenant de la population, des activités commerciales et industrielles du fait qu'elles ont été utilisées pour le lavage ou les toilettes. Ces eaux sont de nature à polluer les milieux dans lesquelles elles seront déversées.

Dans la plupart des pays et en particulier dans les milieux urbanisés, les eaux usées sont collectées et acheminées par un réseau d'assainissement.

I.1.3 Les eaux usées en Algérie

En matière d'assainissement et d'épuration des eaux usées, l'Algérie disposait jusqu'au 2000, de 48 stations d'épuration pour un volume épuré de 200 millions de m³. Le volume rejeté, à l'époque était de 600 millions de m³. Il passera en 2020 à 1,15 milliard de m³. Un tel volume, une fois épuré, pour des considérations écologiques ou de protection des ressources en eau, sera très apprécié quant à son utilisation par l'agriculture ou l'industrie..

Le tableau suivant démontre l'évolution des volumes d'eaux rejetées à travers les différentes agglomérations :

Tbleau I.1 :Evolution des volumes d'eaux usées rejetées en Algérie

Type d'agglomération	Volume d'eau usée rejeté (Hm ³)			
	1995	Taux (%)	2020	Taux(%)
Côtière	169	31	282	25
Amont barrages	48	09	122	11
Proximité des périmètres	62	11	143	12
Autres	149	27	352	30
> 20000 <50000 hab	122	22	251	22
Total	550	100	1150	100

Source [2]

I.4 Catégories des eaux usées : Elles sont de plusieurs types :

- a- **Eaux usées domestiques** : Ces eaux proviennent des habitations.
- b- **Eaux usées industrielles** :Elles sont produites par les industries, elles contiennent des produits toxiques.
- c- **Eaux pluviales** : L'eau de pluie se charge d'impuretés au contact de l'air qui transporte les fumées industrielles et les gaz d'échappement des voitures. Aussi, en ruisselant, elle entraîne des particules polluantes, comme des traces d'huile de vidange ou de carburant, du zinc , du cadmium , du plomb par lessivage des conduits galvanisés et des chaussées .

I.2. Phases de traitement des eaux usées :

Il existe plusieurs filières, mais le choix d'un procédé de traitement doit être adéquat du point de vue climatique, des applications attendues et de l'investissement. [5]

Ce procédé nécessite un ensemble cohérent de traitements effectués après des prétraitements tels que le dégrillage, le dessablage et le dégraissage. Parmi ces filières, on trouve :

1.2.1 Traitement primaire : Décantation simple.

Ce traitement est indispensable dans toutes les stations d'épuration, il consiste à éliminer les matières susceptibles de gêner l'exploitation du réseau d'égouts de la station [6] (les feuilles, les morceaux de papier et de plastique, les graisses, le sable,)

Un certain nombre d'opérations mécaniques ou physiques destinées à extraire le maximum d'éléments sont : le dégrillage, le tamisage, le dessablage, le déshuilage et le dégraissage.

- a. **Dégrillage** : retient les éléments les plus volumineux : (morceaux de bois, objets divers) qui seront évacués vers le centre de traitement de l'ordure ménagère [7]
- b. **Dessablage** : Le dessablage consiste à retirer de l'effluent les sables et les particules minérales plus ou moins fines, afin de protéger les conduites et pompes contre la corrosion et éviter même le colmatage des canalisations par les dépôts à la cour de traitement [8]
- c. **Déshuilage** : C'est un procédé destiné à éliminer les graisses et les huiles dans les eaux résiduaires.

1.2.2 Traitement secondaire : Dans ce traitement on passe par le :

- a. **Traitement physico-chimique** : Utilisation d'adjuvants chimiques pour éliminer les matières en suspension. Il comporte une phase de coagulation (agglomération des colloïdes par addition par exemple de sels de fer ou d'aluminium), une phase de floculation et une phase de décantation pour assurer la séparation entre solide et liquide suite à l'injection des agents **floculant et adjuvants** tel le **charbon actif** en poudre. Ces traitements acceptent les variations brutales de charges polluantes, mais ils sont très coûteux en exploitation .

Les boues ainsi obtenues après floculation et coagulation sont des boues fraîches, non stabilisées : elles sont fermentescibles et sont donc **instables**. A cet effet il est nécessaire de passer au traitement secondaire.

- b. Traitement biologique :** Il permet la biodégradation des matières organiques des eaux usées grâce à des bactéries **aérobies** ou **anaérobies**.

II.2.3. Traitement tertiaire ou les traitements complémentaires: désinfection, dénitrification, déphosphatation

Ce traitement vise à améliorer la qualité de l'eau épurée en vue de leur rejet dans le milieu naturel ou de leur réutilisation.

Plusieurs techniques peuvent être appliquées telles que : [9]

- a. Désinfection Ultra Violet :** C'est l'étape où il y a l'élimination de tous les micro-organismes présents dans l'eau.
- b. Chloration :** Cette étape a pour but d'assurer l'épuration de l'eau des micro-organismes, également pour la rendre plus claire.

I.3. Caractéristiques des eaux usées

Les normes des rejets des eaux usées, fixent des indicateurs de qualité physico-chimique et biologique. Ce potentiel de pollution généralement exprimé en mg/l, est quantifié et apprécié par une série d'analyses. Certains de ces paramètres sont indicateurs de modifications que cette eau sera susceptible d'apporter aux milieux naturels récepteurs.

Pour les eaux usées urbaines on peut retenir les analyses suivantes :

1.3.1 paramètres physico-chimiques :

- a- La température :** joue un rôle important dans la nitrification et dénitrification biologique.

La nitrification est optimale pour des températures variant de 28 à 32 °C, par contre, elle est diminuée pour des températures de 12 à 15°C et elle s'arrête pour des températures inférieures à 5°C [10]

- b- Le potentiel hydrique (pH) :** le pH peut :

- Diminuer ou augmenter la mobilité et toxicité des métaux lourds
- Epurer l'effluent et développer les bactéries

c- **La turbidité** :indique la présence de la matière organique ou minérale sous forme colloïdale en suspension dans les eaux usées. Elle varie suivant les matières en suspension (MES) présentes dans l'eau.

d- **Les matières en suspension** : elles représentent, la fraction constituée par l'ensemble des particules, organiques(MVS) ou minérales (MMS) , non dissoutes de la pollution . Les MES s'expriment par la relation suivante :

$$\text{MES} = 30\% \text{ MMS} + 70\% \text{ MVS}$$

e- **La conductivité électrique (CE)** : elle fournit une indication précise sur la teneur en sels dissous (salinité de l'eau). Sa mesure permet d'évaluer la minéralisation globale de l'eau et utile car au-delà de la valeur limite de la salinité correspondant à conductivité de 2500 micro siemens, la prolifération de microorganisme peut être réduite d'où une baisse de rendement **épuration**.

f- **La demande biochimique d'oxygène (DBO₅)** : c'est la quantité d'oxygène consommée par les bactéries, à 20° C pendant 5 jours .

Ce paramètre mesure la quantité d'oxygène à la destruction des matières organiques grâce aux paramètres d'oxydation par voie aérobie



g- **La demande chimique d'oxygène (DCO)** : est la mesure de la quantité d'oxygène nécessaire pour la dégradation chimique de toute la matière organique biodégradable ou non, continue dans l'eau.

La valeur du rapport DCO/DBO indique le coefficient de biodégradabilité d'un effluent, il peut aussi définir son origine. [11]

Généralement la valeur de la DCO est :

- DCO = 1,5 à 2 fois DBO pour les eaux usées urbaines
- DCO = 1 à 10 fois DBO pour tout l'ensemble des eaux résiduaires
- DCO > 2,5 fois DBO pour les eaux usées industrielles

La relation empirique de la **matière organique** en fonction de la DBO₅ et la DCO est donnée par l'équation suivante :

$$MO = (2DBO_5 + DCO) / 3$$

h- La biodégradabilité : traduit l'aptitude d'un effluent à être décomposé ou oxydé par les microorganismes qui interviennent dans le processus d'épuration biologique des eaux.

La biodégradabilité est exprimée par un coefficient K tel que :

$$K = DCO / DBO_5$$

- Si **K < 1,5** cela signifie que les matières oxydables sont constituées en grande quantité de la matière fortement biodégradable.
- Si **1,5 < K < 2,5** cela signifie que les matières oxydables sont moyennement biodégradables .
- Si **2,5 < K < 3** les matières oxydables sont peu dégradables
- Si **K > 3** les matières oxydables sont non biodégradables

La valeur de K détermine le choix de la filière de traitement à adopter, si l'effluent est biodégradable on applique un traitement biologique ,sinon on applique un traitement physico-chimique

Tableau I.2 Paramètres physico-chimiques des eaux usées épurées utilisées à des fins d'irrigation

Paramètres		Unités	Concentration maximale admissible
Physiques	pH	–	6,5-8,5
	MES	mg/l	30
	CE	ds/m	3
Chimiques	DBO5	mg/l	30
	DCO	mg/l	90
	Chlorure (Cl)	mg/l	10
	Azote (NO ₃ -N)	mg/l	30
	Bicarbonate (HCO ₃)	mg/l	8,5
Eléments toxiques	Aluminium	mg/l	20,0
	Arsenic	mg/l	2,0
	Béryllium	mg/l	0,5
	Bore	mg/l	2,0
	Cadmium	mg/l	0,05
	Chrome	mg/l	1,0
	Cobalt	mg/l	5,0
	Cuivre	mg/l	5,0
	Cyanures	mg/l	0,5
	Fluor	mg/l	15
	Fer	mg/l	20
	Phénols	mg/l	0,002
	Plomb	mg/l	10,0
	Lithium	mg/l	2,5
	Manganèse	mg/l	10,0
	Mercur	mg/l	0,01
	Molybdène	mg/l	0,05
	Nickel	mg/l	2,0
	Sélénium	mg/l	0,02
	Vanadium	mg/l	1,0
Zinc	mg/l	10,0	

Source [12]

I.4. Origine et types des boues :

Les traitements réalisés en station d'épuration consistent à dégrader et à séparer les polluants de l'eau (particules, substances dissouts, microorganismes) par des procédés physiques, chimiques et biologiques pour ne restituer au milieu naturel qu'une eau de qualité suffisante au regard du milieu récepteur.

Le résultat de ces opérations est la production de **boue** qui est le principal sous-produit du cycle de traitement de l'eau. On distingue :

I.4.1 *Boue primaire* :

Désigne une boue qui provient de la décantation primaire, composée principalement de matière organique. Il s'agit de boues fraîches, c'est-à-dire non stabilisées (forte teneur en matière organique) et fortement fermentescibles

I.4.2 *Boue secondaire* :

Ce sont des boues activées issues d'un traitement secondaire, essentiellement composées de biomasse présente en excès dans le système et par la matière réfractaire à l'épuration biologique. Elles sont récupérées après la décantation secondaire (clarificateur), ce sont des boues fraîches biologiques, sous forme de floccs de bactéries. Leur pouvoir fermentescible dépend du temps de séjour dans le système d'aération-décanteur secondaire.

I.4.3 *Boue mixte* :

Constituées d'un mélange de boues primaires et secondaires, leur composition est dépendante de la quantité de boues primaires et secondaires produites. Très fermentescibles, ces boues subissent un traitement de stabilisation.

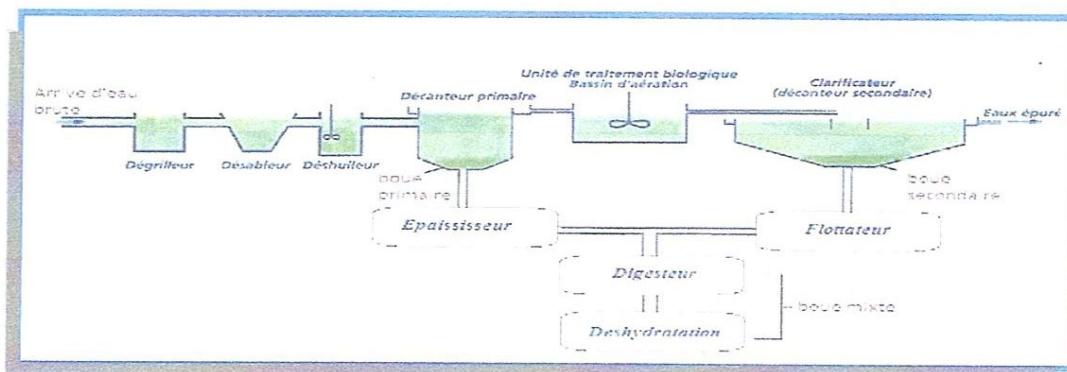


Figure 1 : Descriptif de l'origine des boues primaires et secondaires.

I.5. Etapes de traitement des boues :

Les boues résiduairees se présentent sous forme liquide et avec une forte charge en matière organique hautement fermentescible .Ces deux caractéristiques sont gênantes et posent beaucoup de problèmes techniques pour leur évacuation « quelle que soit la destination », parmi lesquels leur transport et leur stockage qui conduisent souvent à des problèmes de manipulation et des nuisances olfactives .Ceci impose le choix d'une filière de traitement.

Généralement, le traitement des boues a **deux objectifs**:

1.5.1 La stabilisation : pour empêcher ou réduire les problèmes de fermentation et d'éviter ainsi les nuisances olfactives. La stabilisation peut être **biologique** par voie aérobie (compostage) ou anaérobie(méthanisation) ou **chimique** (chaulage ou autres traitements) [13].

1.5.2 La déshydratation : pour objectif de réduire leur volume (plus de 97% d'eau) par épaissement et /ou par déshydratation pour faciliter par la suite leur transport et leur stockage .Un conditionnement est souvent utilisé en amont pour favoriser la séparation liquide- solide à l'aide de flocculant organiques de synthèse ou minéraux .Selon la puissance du procédé de séchage utilisé , épaissement ,déshydratation ou séchage thermique , on obtient des boues à différents pourcentages de siccité : boues **liquides** (4 à 10 %) , boues pâteuses (10 à 25%) Boues solide (25 à 50%) et boues granulées ou en poudre pour une siccité supérieure à 85% [14] .

I.6. Composition des boues en matières organiques et fertilisants

La composition des boues varie en fonction de l'**origine** des eaux usées, de **la période** de l'année et **de type** de traitement et de conditionnement pratiqué dans la station d'épuration [15].

Tableau I.3 : Composition moyenne des boues urbaines

Eléments majeurs	Boue liquide urbaine stabilisée aérobie mg/Kg de matière sèche
Matière sèche %	6
Matière organique	450-600
Azote totale	45-60
Acide phosphorique	40-85
Potasse	5-15

Eléments secondaire	Boue liquide urbaine stabilisée aérobie (6% de matière sèche) mg/Kg de matière sèche
Ca	1 – 250
Mg	2-13
Fe	5-15
Mn	0,1-0,5
B	0,2-1,5
Zn	1-3
Cu	0,1-1,5

Source [16 ; 17]

A la sortie de la station, les boues liquides renferment 94 à 98 % d'eau, et après déshydratation 50 à 80 %. La matière sèche des boues stabilisées contient 45 à 60 % de matière organique, surtout constituée de corps microbiens et des produits de leur métabolisme (polysaccharides) ainsi que de la matière organique hétérogène retenue au cours de la décantation primaire.

La teneur en azote des boues (4 à 6 % de la matière sèche) est un des éléments principaux qui favorisent leur valorisation. L'azote contenu dans la phase liquide est essentiellement sous forme minérale et directement assimilable (nitrate et ammonium), celui

de la matière solide est sous forme organique et n'est assimilable qu'après décomposition partielle.

Les boues renferment également du phosphore, de 4 à 8 % d'acide phosphorique, ainsi que du potassium, du magnésium et du calcium

L'analyse des boues d'épuration montre donc qu'elles contiennent des quantités appréciables de matières organiques et d'éléments fertilisants qui justifient leur **utilisation en agriculture**

Cependant, les boues renferment également des éléments chimiques à de faibles teneurs, notamment des métaux lourds qui peuvent être toxiques au-delà d'un certain seuil.

Tableau I.4 Valeurs limites des boues fixées par la norme **AFNOR U44-041** :

Constituent	Valeur limite dans les boues mg/Kg de matière sèche
Cd	20
Cr	200
Hg	15
Ni	100
Pb	300

Source : [16 ; 17]

Les origines des métaux lourds sont diverses : les eaux pluviales entraînent du zinc, du cadmium et du plomb par lessivage des conduites galvanisées et des chaussées; de nombreuses activités industrielles se traduisent par des déversements d'éléments métalliques (traitements de surface, fabrication de peinture, d'accumulateurs, etc).

Il est possible de distinguer deux niveaux de contamination assez différents concernant, l'un des boues issues du traitement d'effluents d'origine strictement domestique, et l'autre, des boues issues du traitement d'effluents mixtes urbains et industriels qui sont, en général, plus chargées en éléments métalliques

Certains métaux constituent des oligo-éléments indispensables à la nutrition des plantes jusqu'à un certain seuil et sont toxiques au-delà : c'est le cas du zinc, du cuivre, du manganèse, du bore. ...

Le plomb, le cadmium et le mercure sont par ailleurs toxiques pour les organismes animaux qu'ils atteignent à travers la chaîne alimentaire.

I.7. Facteurs caractérisant les boues

Ces boues sont caractérisées par un certain nombre de critères définissant leur composition physico-chimique :

- Leur *siccité* c'est-à-dire leur taux de matière sèche.
- Leur teneur en *matière volatile ou matières organiques*, par opposition aux matières minérales . Elle s'exprime en pourcentage du poids des matières sèches et elle permet d'évaluer le degrés de stabilisation des boues et leur aptitude à subir divers traitements (digestion, incinération.....)
- Leur *teneur en matière minérale* : différence entre matière sèche et matière volatile
- Leur *pouvoir calorifique inférieur PCI* qui permet d'évaluer leur aptitude à l'incinération .Il correspond à la qualité de chaleur pouvant être dégagée par une certaine masse.
- Leur composition en *matières fertilisantes*(carbone organique , phosphore , azote , oligo-éléments) , en éléments indésirables (traces métalliques et en composés traces organiques) .

I.8. Destination finale des boues et finalité de leur traitement :

La destination finale de ces boues est orientée vers trois filières principales : la mise en décharge l'épandage agricole et l'incinération.

Le choix de la destination finale s'effectue après analyse de trois types de critères :

- Les critères environnementaux (règlements, aspects sanitaires...),
- Les critères techniques liés aux exigences des utilisateurs finaux,
- Les critères liés à l'épuration des eaux usées : réseaux, qualité de l'eau brute, objectif de traitement.

Schématiquement, ces trois critères sont illustrés dans la figure ci-dessous

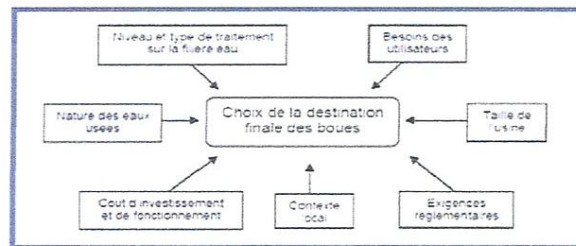


Figure 2 : Les critères influant sur le choix de la destination finale des boues. Source [18]

A. La mise en décharge contrôlée :

La mise en décharge contrôlée consiste en un enfouissement des boues (souvent mélangées avec les ordures ménagères) .Les boues doivent être préalablement stabilisées et déshydratées (humidité maximale de 70%).

Cette solution a perdu progressivement de son intérêt et se trouve actuellement interdite pour des raisons financières et environnementaux : odeurs nauséabondes, prolifération de moustiques, et de ruissellement de produits toxiques par des eaux superficielles qui contaminent des nappes d'eaux souterraines [16].

B. Valorisation énergétique

B.1 . L'incinération : elle réalise la destruction de la matière organique des déchets par combustion à haute température (+de 500°C) produisant des fumées et des matières minérales résiduelles nomées **cendre** , la chaleur produite est récupérée sous forme de **vapeur** ou d'**électricité** pour le chauffage urbain ou industriel [19] et les résidus de l'incinération sont utilisables pour les **travaux publics** .

En France , 14 à 16 % des boues urbaines sont incinérées, par contre en Algérie , un traitement par incinération n'a pas encore été effectué .

B.2 L'oxydation humide : c'est une technique qui consiste à chauffer les boues en solution au dessus des conditions critiques de l'eau (374 °C et 22×10^3 KPa) .

Après traitement ,on peut récupérer des inorganiques des boues pour les réutiliser dans la production du papier et obtenir des résidus minéraux à 97 % pouvant être recyclés dans les bétons ou la fabrication de tuiles .

B.3 La bio- méthanisation des boues : consiste à générer le bio- méthane au moyen de la digestion anaérobie où ce dernier conduit à la formation d'un **biogaz** riche en méthane et dioxyde de carbone et d'un résidu liquide , le **digestat** .

La digestion des boues comporte quatre phases de fermentation :

1. **Hydrolyse**: Matières organiques complexes transformées en substances simples (acides aminés, acides gras...). Bactéries hydrolytiques

2. **Acidogénèse**: Obtention de composés neutres (alcools, glycérols) et d'acides organiques (lactate,... sauf acétate). Bactéries fermentatives.

3. **Acétogénèse** : une grande partie des acides gras volatils (AGV) et des alcools est assimilée par les bactéries acétogènes autotrophes pour former de l'acétate. Une autre partie est convertie en hydrogène et dioxyde de carbone ;

4. **Méthanogénèse** : le méthane est produit soit à partir de l'acétate (bactéries méthanogènes acétoclastes), soit à partir du dioxyde de carbone et de l'hydrogène (bactéries méthanogènes hydrogénophiles).

Le biogaz issu de la digestion anaérobie contient principalement du méthane et du gaz carbonique.

C. Valorisation agricole

La valorisation agricole des boues résiduelles peut être considérée comme le mode de recyclage le plus adapté pour rééquilibrer les cycles biogéochimiques (C,N,P.....), pour la protection de l'environnement et d'un très grand intérêt économique .Elle vise à ménager les ressources naturelles et à éviter tout gaspillage de matière organique dû à l'incinération ou à l'enfouissement dans les décharges [19].Les boues résiduelles peuvent ainsi remplacer ou réduire l'utilisation excessive d'engrais coûteux .

C.1 Epannage des boues

C'est une pratique très ancienne permettant de profiter des capacités biologiques naturelles des sols à digérer les boues et en réintroduire leurs éléments dans le cycle naturel. Cette pratique permet également de valoriser **les propriétés fertilisantes** des boues pour les cultures agricoles.

C.2 Le compostage

Le compostage est un processus contrôlé de dégradation biologique par transformation aérobie des déchets organiques apportés en mélange équilibré de matières azotées et carbonées. Ce procédé conduit à la production de gaz (dioxyde de carbone CO_2 , ammoniac NH_4 ,...), de chaleur, d'électricité et d'un produit fini : **le compost**.

Le compostage permet de poursuivre plusieurs objectifs en même temps :

- Stabilisation du déchet pour réduire les pollutions ou nuisances associées à son évolution biologique ,
- Diminution du volume des boues dues à la dégradation des composés organiques
- Fertilisation et équilibrage du sol ;
- Il combat l'érosion et le lessivage des éléments fertilisants en reconstituant la structure de la terre grâce à sa composition en humus qui lui confère à la fois la fonction d'amendement organique et d'engrais minéral [20]

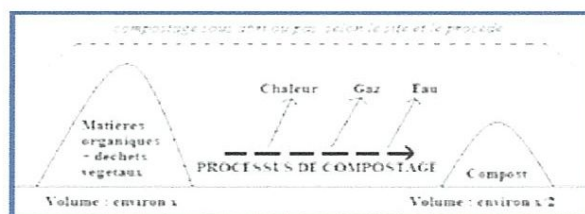


Figure 3 : Processus de compostage

C.2.1 Paramètres du compostage

a. Le rapport C/N :

La composition chimique du substrat à composter doit avoir un équilibre tropique estimé généralement par le rapport carbone sur azote C/N en début de compostage qui se situe dans l'intervalle 20 à 30 .

- Le rapport C/N élevée lié à la teneur faible de N conduit à un ralentissement de l'activité ou de la croissance des populations microbiennes.
- Le rapport C/N très bas lié à un excès d'azote conduit à une production d'azote ammoniacal caractérisé par une odeur nauséabonde

b. Le pH :

Le PH optimale est de 5,5 – 8,0 [20]

Ce dernier peut subir des modifications , soit une acidification par formation de certains acides organiques liés à la dégradation des sucres simples et la production de CO₂ en début du compostage , soit une alcalinisation par production du gaz ammoniac [21].

Une déviation du PH vers des valeurs acides peut être corrigée par l'ajout de chaux ou de magnésie peut contrôler l'acidité , alors que l'ajout de soufre peut corriger l'alcalinité [22]

c. L'oxygène :

La présence d'oxygène à un seuil minimal de l'ordre 5% d'oxygène est indispensable au bon déroulement du compostage[23]. Il est en effet consommé d'une part par les micro-organismes au cours de leur respiration et d'autre part par les réactions d'oxydation [24].

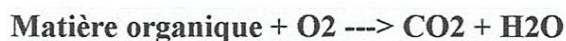
Le taux d'oxygène est directement lié au pourcentage d'espaces lacunaires (porosité ou vides) dans les matières à composter , à la granulométrie est trop fine , elle provoque un étouffement, si elle est trop grossière elle provoque un dessèchement dû à des circulations d'air importantes .

d. La teneur en eau :

Une teneur en eau trop faible limite le développement microbien ; dans le cas d'une humidité trop élevée l'eau sature les espaces lacunaires et étouffe les micro-organismes dans le tas du mélange à composter [25].

En règle générale, l'humidité des déchets à composter doit être ajustée à une valeur comprise entre 50 et 70 % selon la nature des déchets.

L'évolution de l'humidité au cours du processus est variable [26]. Elle peut augmenter suite à la production d'eau liée aux réactions d'oxydation de la matière organique :



Elle peut diminuer suite au dessèchement associé aux températures atteintes lors de la phase de stabilisation, et suite à l'évaporation par aération forcée .

Un compostage bien mené avec une température élevée située entre 40 et 70°C sur tout le produit pendant un temps suffisant.

I.9. Perspectives de valorisation des boues en Algérie : [27]

En matière de qualité et quantité de boues, l'Algérie a mis en place un schéma directeur de traitement et de valorisation des boues issues des stations d'épuration afin de les exploiter dans d'autres secteurs telle l'agriculture en les transformant en fertilisants et engrais agricoles .

Une étude menée conjointement par un bureau d'étude sud-coréen pour le compte de l'Office National de l'Assainissement (ONA) , ce système vise à réduire le volume des boues qui en un impact néfaste sur l'être humain et l'environnement , à limiter l'enfouissement , à proposer des lignes directrices destinées à orienter la politique de promotion de la valorisation et à fournir un cadre légal et réglementaire .

L'étude envisage un traitement des boues issues de différentes stations d'épuration à travers l'implantation de sept centres régionaux de recyclage dont chacun chapeautera plusieurs wilayas .

En fonction de la localisation des STEP , des quantités des boues produites et de leur condition géographique , plusieurs sites sont proposés pour implanter ces centres , à savoir Alger ,Oran , Annaba , Sétif ,Tiaret ,Tlemcen et Batna , tandis que des petits centres de recyclage propres à chaque station d'épuration sont envisagées dans les wilayas du sud.

Outre ce programme , deux autres études similaires sont en cours de finalisation en collaboration avec l'Union Européenne ; la première étude devrait définir des normes spécifiques en matière de qualité des boues susceptibles d'être valorisées dans le domaine agricole , quant à la seconde étude , elle consiste à définir les stations d'épuration susceptible d'être valorisées en énergie électrique .

I.1 Généralités sur les argiles :

I.1.1 Définition et caractéristiques des argiles :

Le mot argile vient du grec "argilos" dérivé de "argos" qui veut dire blanc, ou du latin "argila"; c'est la couleur du matériau utilisé en céramique qui a conduit les anciens à lui donner ce nom.

Le terme argile définit un domaine granulométrique comprenant des particules minérales, dont leur diamètre est inférieur à deux micromètres ($< 2 \mu\text{m}$) qui sont composées de silicium, aluminium, oxygène et ions hydroxyle. Ce sont des phyllosilicates d'aluminium hydratés qui prennent des formes de feuillets [28].

L'argile est une roche tendre, fragile à l'état sec et douée d'un grand pouvoir absorbant. Dans l'eau elle gonfle, devient plastique avant de perdre sa cohésion, pour finalement une suspension colloïdale (particules très fines, chargée électriquement dispersées). Elle ne se déforme pas à la cuisson, mais elle durcit et perd ses propriétés par rapport à l'eau. Les minéraux argileux sont de très petites tailles, invisible à l'œil nu, à la loupe et même en microscope optique. Leur structure cristalline, parfaitement organisée, ainsi tous les éléments chimiques constitutifs (sous forme d'ions), permettent de distinguer environ 50 espèces de minéraux argileux divisés en sept grands groupes : 6 groupes en feuillets (phyllosilicates) et 1 groupe en lattes.

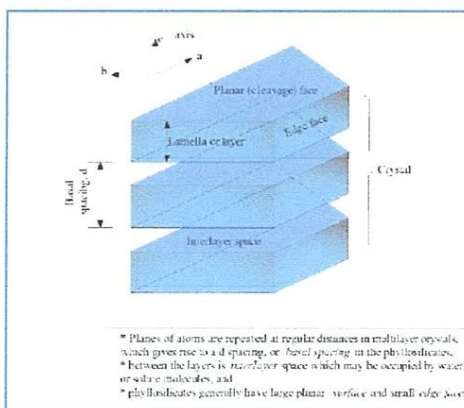


Figure 4 : Structure générale des phyllosilicates [29]

I.1.2 Structure cristallographique des argiles

La structure cristallographique de ces feuillets est caractérisée par la superposition de deux types de couches :

- Couche tétraédrique (Couche T), formée de tétraèdres de quatre atomes d'oxygène avec un atome de silicium au centre.
- Couche octaédrique (Couche O) à base d'octaèdres de gibbsite $\text{Al}(\text{OH})_3$, octaèdre de 6 hydroxyles OH^- avec un ion aluminium au centre

Les argiles sont des empilements de couches O et T qui se lient en feuillets («layer» en anglais) dont ces derniers sont de deux types :

1. Type O-T (argile de type 1:1) qui associent deux couches : O gibbsite/ T silice
2. Type T-O-T (argile de type 1:2) qui contiennent trois couches : T silice / O gibbsite/T silice. La couche O est entourée de deux couches T .

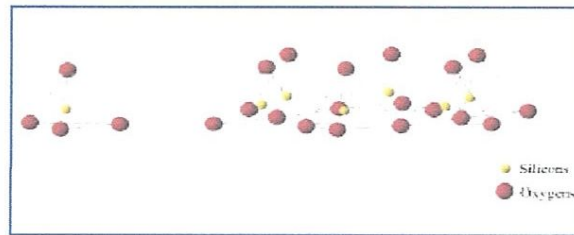


Figure 5 :Eléments structuraux : les tétraèdres [30]

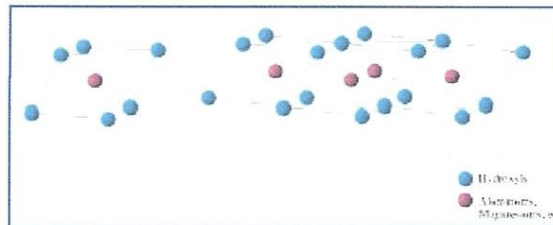


Figure 6 : Eléments structuraux : les octaèdres [30]

I.1.3 Méthodes d'analyses minéralogiques : [31]

a- La microscopie électronique (M.E.T. & M.E.B.) Elle permet d'étudier la morphologie des minéraux , une analyse du réseau cristallin par microdiffraction, et une analyse chimique du cristal par spectrométrie X.

b- La diffraction des rayons X (D.R.X.) Elle fournit un diffractogramme : un ensemble de raies qui manifestent les réflexions des Rayons X sur les plans d'organisation des éléments Al, Si, O, OH dans le réseau cristallin.

c- Analyse thermique différentielle : On mesure la variation du comportement de l'argile pendant sa cuisson de 0 à 1000°C, soit en analyse thermique gravimétrique (A.T.G.), soit en analyse thermique différentielle (A.T.D.).

d- La spectrométrie d'absorption infrarouge : Certaines bandes (fréquences) des rayons infrarouges sont absorbés par certains éléments du réseau cristallin.

1.1.4 Principales minéraux argileux : [32]

a- La kaolinite : de Kao ling, lieu géographique de Chine , minéral à deux couches **T-O**

Elle est composée de silica (SiO₂) et d'alumine Al(OH)₃. Sa formule est :



- L'épaisseur de son feuillet est de 7 Å°
- Surface spécifique varie entre 5-20 m²/g
- Capacité d'échange cationique : 3-15 m_{eq}/ 100g

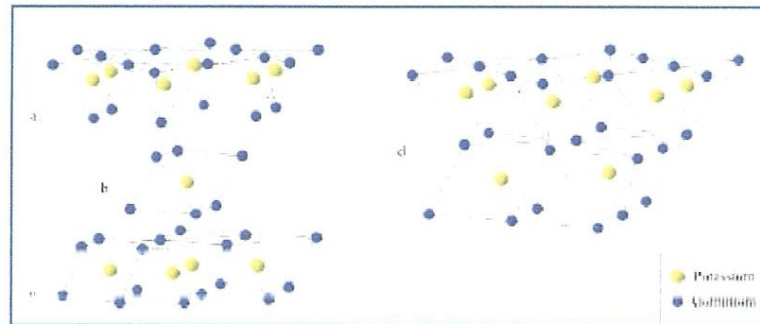


Figure 7 : Modèle structural de Kaolinite **a :** feuillet tétraédrique **b :** Octaèdre les atomes coordonnés peuvent être Al, Fe ou Mg **c :** feuillet octaédrique , **d :** modèle schématisé de la couche de Kaolinite

- b- Illite** : sa formule générale $K Al_2(OH)_2, (Al, Si)_3(O,OH)_{10}$ (de l'état de l'Illinois)
- Minérale de 3 couches TOT
 - L'épaisseur du feuillet est de 10 \AA et d'une surface spécifique qui varie entre $100-800 \text{ m}^2/\text{g}$
 - Capacité d'échange $10-40 \text{ m}_{\text{eq}} / 100\text{g}$

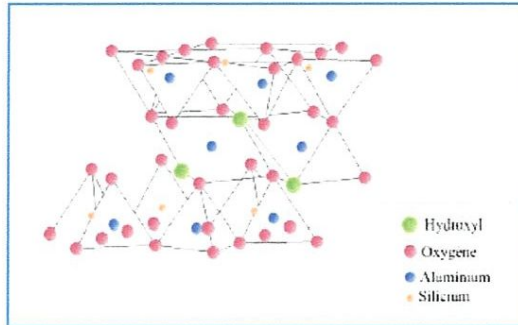


Figure 8 : Modèle structural l'Illite [29]

- c- Smectite**: (anciennement *montmorillonite*), sa formule générale $2Al_2O_3, 8SiO_2, 2H_2O, nH_2O$.

Du grec « smektikos » qui nettoie appelé aussi Bentonite aux USA (de fort Benton) .

- Il est composé de 3 couches T.O.T , sa surface spécifique entre $700-800 \text{ m}^2/\text{g}$
- L'épaisseur du feuillet est de $10-20 \text{ \AA}$
- Capacité d'échange $10-40 \text{ m}_{\text{eq}} / 100\text{g}$

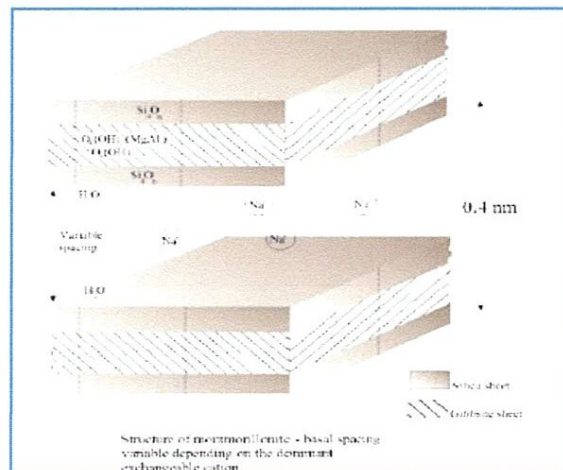


Figure 9 : Représentation d'une Smectite [29]

- d- **Chlorite** : Les chlorites (du grec « khlôros »), sa formule générale $Mg_5(Al,Fe)(OH)_8(Al,Si)_4O_{10}$, sont des composés à trois couches T.O.T .
- L'épaisseur du feuillet est 14,1 Å et d'une surface spécifique qui varie entre 5-20 m^2/g
 - Capacité d'échange 10-40 $m_{eq}/100g$

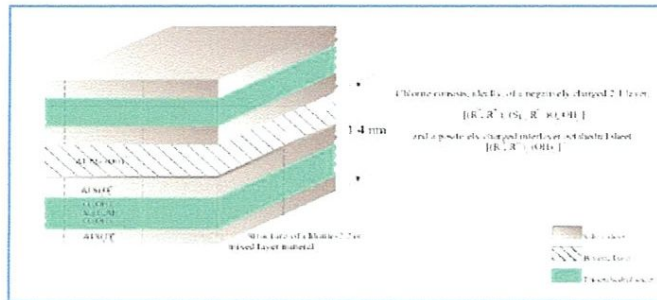


Figure 10 : Représentation de la Chlorite [29]

I.2 Adsorption

I.2.1-Définition d'adsorption

L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des atomes ou des molécules d'un fluide (adsorbats) se fixent sur une surface solide (adsorbant) selon divers processus plus ou moins intenses grâce aux interactions physiques et/ou chimiques.

Le phénomène inverse, par lequel les molécules adsorbées sur une surface s'en détachent, notamment sous l'action de l'élévation de la température, ou de la baisse de pression est nommé désorption [33].

Le terme adsorption a été proposé pour la première fois par KAYSER, en 1881, pour différencier entre une condensation de gaz à la surface et une absorption de gaz.

1.2.2-Mécanisme d'adsorption

L'adsorption est un phénomène de surface universel. Aux interfaces, les attractions intermoléculaires ne sont pas compensées dans toutes les directions, et il subsiste des forces résiduelles dirigées vers l'extérieur. Ces forces sont neutralisées lorsque des particules mobiles d'un fluide se fixent en surface: on dit qu'elles s'adsorbent.

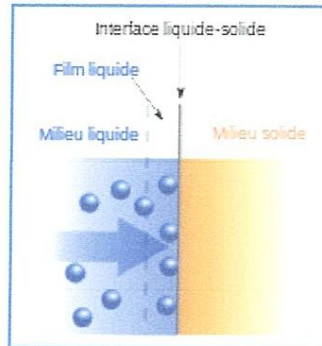


Fig 11 Phénomène d'adsorption

1.2.3-Type d'adsorption

Sur la base des interactions existantes entre l'adsorbat et l'adsorbant, on distingue deux types d'adsorption :

- A. Adsorption physique :** est caractérisée par des faibles forces d'interaction, la liaison adsorbat-adsorbant sont de type Van Der Waals ou pont hydrogène. La physisorption est un processus qui ne requiert que des énergies de l'ordre 10 Kcal par mole, il est réversible et favorisé par l'abaissement de température . [34]
- B. Adsorption chimique :** est caractérisée par des liaisons adsorbat-adsorbant de forte intensité. En effet, ce sont des liaisons de type covalent ou ionique semblables aux liaisons chimiques. L'énergie de processus est généralement comprise entre 10 et 100 Kcal par mole. Cette adsorption irréversible est favorisée par un accroissement de température[35-36].

Les principales différences entre ces deux types d'adsorption sont regroupées dans le tableau I.5

Tableau I.5: Les paramètres caractéristiques des types d'adsorption [36-37]

Paramètres	Physisorption	Chimisorption
Type de liaison adsorbant adsorbé	Vander Waals ou pont d'hydrogène	Covalence
Nombre de couches adsorbées	Une ou plusieurs couches superposées	Souvent une monocouche
Domaine de température	Relativement faible	Plus élevée
Spécificité	Processus non spécifique	Dépend de la nature de l'adsorbé
Cinétique d'absorption	Rapide	Très lente, en particulier en dessous de la température d'activation

1.2.4-Principaux facteurs influençant sur l'adsorption

L'équilibre d'adsorption dépend de plusieurs paramètres, notamment :

- **Surface spécifique** : l'adsorption est directement proportionnelle à la surface spécifique [38].
- **Nature de l'adsorbé** : moins une substance est soluble dans un solvant, mieux elle est adsorbée.
- **pH** : ce paramètre détermine la solubilité d'un constituant dans l'eau et par conséquent sa mobilité qui influe sur son adsorption.
- **Température** : l'adsorption physique est exothermique d'où, les résultats sont meilleurs à froid. Par contre, la chimie sorption est endothermique [39].

1.2.5-Cinétique d'adsorption

La connaissance de la cinétique de l'adsorption présente un intérêt pratique considérable pour la mise en œuvre d'un adsorbant dans une opération industrielle. En effet, il est admis que l'adsorption d'un composé sur un solide poreux a lieu selon un processus comportant 03 étapes:

- a- Le transfert de masse externe, impliquant le transfert et la diffusion de l'adsorbât à travers le film liquide vers la surface de l'adsorbant.
- b- Le transfert de masse interne, impliquant la diffusion de l'adsorbât dans les pores de l'adsorbant vers les sites actifs.
- c- L'adsorption proprement dite.

Généralement, c'est l'étape de transfert interne qui limite la vitesse d'adsorption dans le cas d'un solide poreux. Si l'adsorbant n'est pas poreux, c'est l'étape du transfert de masse externe qui contrôle la vitesse d'adsorption.

1.2.6-Isotherme d'adsorption

Plusieurs auteurs ont proposé des modèles , théoriques ou empiriques , pour décrire la relation entre la masse d'adsorbât à l'équilibre (Q_e) et la concentration sous laquelle elle a lieu (C_e) . Il s'agit de relation non cinétique $Q_t = f(C_e)$ que l'on nomme isotherme. [40]

En général, la concentration de l'adsorbât retenue par l'adsorbant est calculée par la différence entre la concentration initiale et la concentration finale du soluté C . La quantité du soluté adsorbée à l'équilibre Q_e est donnée par l'équation suivante [41]

$$Q_t = (C_o - C_e) \times V/m$$

Où

- Q_t : Quantité de soluté adsorbée par gramme d'adsorbant (mg/g ou mol/g) ;
- C_o : Concentration initiale du soluté (mg/l ou mol/l) ;
- C_e : Concentration du soluté à l'équilibre d'adsorption (mg/l ou mol/l) ;
- V : Volume de la solution (l) ;
- m : Masse de l'adsorbant (g) [42].

1.2.7 Classification des isothermes d'adsorption :

Gill et Coll (1974) ont proposé les modèles d'adsorption, dont quatre types particuliers sont considérée comme les quatre formes principales d'isothermes [41]. Ces classes sont représentées sur la **figure 13**

Le type d'Isotherme obtenu permet de tirer des conclusions quantitatives sur les interactions , entre l'adsorbât et l'adsorbant , dont les plus importantes sont les suivantes : [43]

- La forme de l'Isotherme
- L'existence de paliers sur les isothermes
- Le type d'adsorption (mono ou poly moléculaire)
- L'orientation des molécules adsorbées

1. Isotherme de type C : partition constante décrit une affinité relative constante des adsorbats pour l'adsorbant. Les courbes sont sous formes de lignes droites avec le zéro comme origine .Cela signifie que le rapport entre la concentration dans la solution aqueuse et adsorbée est le même à n'importe quelle concentration .

Cette isotherme est souvent utilisée comme une approximation de la réalité (pour les gammes de concentrations basses , comme celles généralement observées lors des pollutions des eaux naturelles et des sols.

2. Isotherme de type L : C'est le modèle de Langmuir « standard » indique une adsorption à plat de molécules bi fonctionnelles [40]

Le rapport entre la concentration du soluté augmente, décrivant ainsi une courbe suggérant une saturation progressive de l'adsorbant [41]

3. Les isothermes de type S : La courbe est sigmoïdale et elle présente un point d'inflexion . Ce type d'isotherme est toujours le résultat d'au moins de deux mécanismes opposés. Les composés organiques non polaires présentent ce type d'isotherme , ils ont une basse affinité avec les argiles , mais dès qu'une surface d'argile est couverte par ces composés , d'autres molécules organiques sont adsorbées plus facilement . Ce phénomène est appelé l'adsorption coopérative.

4. **Les isothermes H** : décrit une interaction forte entre adsorbât et adsorbant .
C'est un cas particulier de l'isotherme de type L où la pente à l'origine est très élevée .

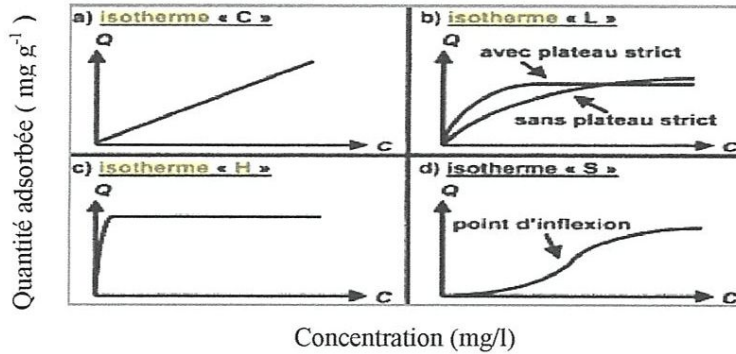


Figure 12 : Classes des isothermes d'après Gill et Coll

Les isothermes les plus employées pour la représentation des données expérimentales dans le cas d'une adsorption solide liquide, sont celles de Langmuir et Freundlich [44].

a. **-Isotherme de Langmuir** : proposée en 1918, elle repose sur les hypothèses suivantes :

- L'existence des sites d'adsorption à la surface de l'adsorbant ;
- Une seule molécule peut s'adsorber par site ;
- Chacun de ces sites a la même affinité pour le soluté en solution ;
- Les interactions entre les molécules adsorbées et leurs voisines sont négligées ;
- L'adsorption se fait en une seule couche complètement saturée.

L'équation de l'isotherme de Langmuir se présente comme suit :

$$Q_e = Q_m \times \frac{b \times C_e}{1 + b C_e}$$

Où

- Q_m : capacité maximale d'adsorption (mg/g).
- b : constante de Langmuir (l/mg)

L'équation (2) peut s'écrire sous la forme pratique suivante :

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{1}{Q_m b} + \frac{C_e}{Q_m} \quad [45]$$

- b. Isotherme de Freundlich** : proposée en 1906, elle repose sur l'équation empirique suivante

$$Q = K \times C_e^{1/n}$$

Où

- **K**: constante de Freundlich ($\text{mg}^{1-n} \text{l}^n \text{g}^{-1}$).
- **n** : constante de Freundlich

L'équation de Freundlich est cependant plus utile sous la forme logarithmique :

$$\log Q = \log k + 1/n \log C_e \quad [46]$$

Les faibles valeurs de n ($0.1 < n < 0.5$) sont caractéristiques d'une bonne adsorption, alors que des valeurs plus élevées révèlent une adsorption modérée ($0.5 < n < 1$) ou faible ($n > 1$).

1.2.8 théorie d'échange d'ions : [43]

Le phénomène d'échange d'ions peut être invoqué pour tout le système constitué d'un moins de deux phases non miscibles. La phase solide, imprégnée de liquide, développée à sa surface des charges positives ou négatives qui sont alors exactement compensées par des charges de signes opposés apportées par les ions de la solution. Les zones de surfaces où sont concentrés les charges électrostatiques constituent des sites d'échange d'ion.

La capacité d'échange des ions est exprimée en milliéquivalents par unité de masse ou de surface de l'échangeur. Ce paramètre correspond a priori à la quantité maximale d'ions de la solution pouvant être adsorbée à la surface du solide. Ainsi, par exemple la capacité d'échange cationique (CEC) permet de quantifier les propriétés d'échange d'un minéral argileux vis-à-vis des cations.

1.2.9. Les applications de l'adsorption

Les applications de l'adsorption sont multiples. On peut noter que l'adsorption permet de purifier les gaz jusqu'à des niveaux inférieurs à la partie par million (ppm). L'adsorption et les conditions de sa mise en œuvre dépendent des gaz et des impuretés à traiter. Par exemple, on élimine les vapeurs organiques présentes dans l'air par adsorption sur du charbon actif ou sur des zéolithes. Les adsorbants solides sont aussi largement utilisés dans l'industrie

électronique ou la catalyse qui permet d'améliorer le rendement ou la productivité des procédés chimiques ou pétrochimiques et certaines préparations pharmaceutiques. En ce qui concerne la purification des liquides par adsorption on trouve les applications suivantes:

- le traitement des eaux potables sur lit du charbon actif granulaire pour enlever les goûts et les odeurs résiduels.
- la **décoloration** des liquides de sucrerie pour obtenir un sucre blanc.
- l'élimination de polluants dans les eaux industrielles ou alimentaires [47]

Références bibliographiques

- [1] OMS (Organisation Mondiale de la Santé). 1989. Technical Report Series No 778. Health guidelines for the Use of Wastewater in Agriculture and Aquaculture, Rapport d'un Groupe Scientifique de l'OMS. Genève: Organisation Mondiale de la Santé, 74 p.
- [2] Rouissaut Bouchrit ., la gestion des ressources en eau en Algérie : Situation , défis et apport de l'approche systématique .pdf
- [3] ADEME, 1999. L'incinération des déchets et la santé publique : bilan des connaissances récentes et évaluation du risque - janvier, SFSP.
- [4] Karine, Marie, Béatrice PETIT « actualisation des connaissances sur les éléments biologiques et minéraux résistants dans les boues des stations d'épuration. Impact sur la santé publique » thèse de doctorat Ecole Nationale Vétérinaire d'Alfort Soutenue le 04/05/2007
- [5] ADEME, 1996. La valeur azotée des boues résiduelles des stations d'épuration urbaines, 336 p.
- [6] Koller E., traitement des pollutions industrielles eau ,air ,sol, boues .Ed . Dunod .424p
- [7] Guy A., 2003 - Les boues d'épuration Et leurs perspectives de gestion en Île-de-France p136 3.rapport Adopté par le CESR le 04/03/2003.
- [8] Haoua Amadou ., 2007-Modélisation de séchage solaire sous serre des boues des stations d'épuration urbaines . Thèse de doctorat ., Univ de Mentour constantine .
- [9] <http://www.depremont.fr/fr/savoir-faire/eaux-municipales/eaux-usees/traitement-tertiaire/procedes/> (site consulté le 22/12/2014)

- [10] Rodier J.L 'analyse de l'eau : eaux naturelles , eaux résiduaires , eaux de mer .8^{ème} édition .Dunod .paris (2005)
- [11] (SUSCHKA .J et FERREIRA E ,1986). Activated sludge respirometric measurements .Water Research , 20, 2 137 – 144 ,(1986).
- [12] Arrêté interministériel du 02 janvier 2012 fixant les spécifications des eaux usées épurées utilisées à des fins d'irrigation. Journal officiel de la république algérienne
- [13] Office International de l'Eau, 2001. développer les compétences pour mieux gérer l'eau la stabilisation des boues de station d'épuration : techniques de mesure du procédé.
- [14] ADEME, 1996. La valeur azotée des boues résiduaires des stations d'épuration urbaines,336 p..
- [15] JUSTE C. (1979), Valorisation agricole des boues issues du traitement des eaux usées urbaines, Trib. Cebedeau, 432, p. 461-467.
- [16] V E L L A U D J. P. (1981), La valorisation agricole des boues des stations d'épuration, Rev. La technique de Veau et de /'assainissement, 411, p. 27-36.
- [17] JUSTE C. (1979), Valorisation agricole des boues issues du traitement des eaux usées urbaines, Trib. Cebedeau, 432, p. 461-467.
- [18] Bonnin C., Bigot V., Guibelin E., 1999. Rôle de l'approche globale dans le choix d'une destination finale des boues, Techniques Sciences Méthodes, 5, pp. 37-40.
- [19] Lambkin, D., Nortcliff, S., White, T., 2004. The importance of precision in sampling sludges,biowastesandreated soils in a regulatory framework Trends in Analytical Chemistry, 23, 10- 11.
- [20] Sundberg, C, Smars, S. Jonsson, H. 2004. Low pH as an inhibiting factor in the transitionfrom mesophilic to thermophilic phase in composting.Bioresource Technol., 95, 145–150.

- [21] Roig, A., Cayuela, M.L., Sanchez-Monedero, M.A., 2004. The use of elemental sulphur asorganic alternative to control pH during composting of olive mill wastes. *Chemosphere*, 57 1099–1105.
- [22] Tomati, U., Galli, E., Pasetti, L. Volterra, E. 1995. bioremediation of olive-mill wastewaters by composting, *Waste Management & Research*, 13, 6, 509-518.
- [23] Tremier, A., de Guardia, A., Massiani, C., Paul, E., Martel, J.L., 2005. A respirometric method for characterising the organic composition and the temperature influence on the biodegradation kinetics, for a mixture of sludge and bulking agent to be co-composted. *Bioresource Technol.*, 96, 169–180.
- [24] Kulcu, R., Yaldiz, O. 2004. Determination of aeration rate and kinetics of composting some agricultural wastes. *Bioresource Technol.*, 93, 49–57.
- [25] MOREL R.(1996)-Les sols cultivés. Lavoisier,Paris
- [26] Inbar, Y., Chen, Y., Hadar, Y., Verdonck, O., 1988. Composting of agricultural wastes fortheir use as container media: Simulation of the composting process. *BiologicalWastes*, 26, 4,247-25.
- [27] Valorisation des boues des satations d'épuration : l'expertise sud coréenne proposée à débat . <http://www.elmoudjahid.com/fr/actualites/68737/print> (consulté le 03 janvier 2015)
- [28] www.univ-tiaret.dz/bibliotheque/theseSite/magistere (consulté le 22 Janvier 2015)
- [29] White. Principles and practice of soil science .The soil as a natural resource .Blackwell, 1999
- [30] SLINGER et PEAVER .Clay minerals for petroleum geologists and engineers ,SEPM Short course 22.Soc .Economic paleontologist and mineralogists ,Tulsa , USA, 1988

- [31] <http://www.ird.fr/fr/info/expo/atexpo/index.htm>
- [32] Celso G . VELHO J et RAMIREZC .Minerais industrias .Geologia , proprielades , trataments aplicados .Ed .Univ .De Aveiro ,1998 , 591p
- [33] S.E.Chitoure: Chimie des surfaces introduction 0 la catalyse ,2emeadition, (1981), p 27.
- [34] C.Tomlin:The pesticide manualm, 11ème edition, (1997), p28.
- [35] C.Beckman:La surface spécifique d'une poudre ou d'un solide et Caractérisation des Particules, (1999),p 28.
- [36] M.A.Slasli: Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux : Approches théorique et expérimentale. Thèse de doctoratmUniversité de Neuchâtel, (2002), p 28.
- [37] E.Slejko, M.Dekker :Adsorption Technology: a step by step approach to processevaluation and application, (1985), 135p.
- [38] D.Ruthven ; Principalfadsorption and adsorption process,(1984),135p.
- [39] N.Jozjaet al : Impacts « multi-échelle » d'un échange (Mg,Ca)–Pb et ses conséquences sur l'augmentation de la perméabilité d'une bentonite. Comptes Rendus Géoscience, (2003), pp 729–736.
- [40] X Edeline F .L'épuration Physico Chimique , théorie et technologies des eaux Ed.Cebedoc Sprl. Liège ,1998
- [41] Limoussin G ,GAUDET J.P ,CHARLET L ,SZEKNETS S ,BARTHESE V .et KRIMISSA M Sorption isotherms : a review on physical bases , modeling , and measurement ,Applied Geochemistry, vol 22 , 2007 ,pp 294- 275
- [42] E.L. SLEJKO, M.DEKKER _Adsorption Technology: a step by step approach to process evaluation and application, Ed M.DKKER, New York 1985,135p.

[43] Réactivité de surface d'argiles naturelles , étude de l'adsorption de colorant anionique , thèse de doctorat , université de Strasbourg

[44] S.Brunauer et al : Adsorption of gases in multimolecular layers. J. Am. Chem. Soc,(1938),pp 309-319.

[45] L.Langmuir: The adsorption of gass, mica and platinumium. J. Am. Chem. Soc, (1918), pp 1361-1403.

[46] H.Freundlich : Colloid and capillary chemistry, (1926), p33

[47]-M.CHARLFSWORTH JOHN, Interactions of Clay ménerals with organic netrogen compounds realised by Kerogen pyrolysis Geochim. cosmochimi, arta, Vol.50 ; N°7, (1968), p1431-1435

CHAPITRE II :
ETUDE
EXPERIMENTALE



II.1 Introduction

Cette partie a pour objectif de présenter les techniques analytiques ainsi que les protocoles expérimentaux utilisés pour caractériser la boue urbaine et le Kaolin de Djebel Debehg « DD₃ » avant et après activation lors de leur application dans l'adsorption et élimination des colorants textiles en solution aqueuse synthétique .

Nous décrivons en premier lieu les techniques de caractérisation des matériaux qui font l'objet de notre étude telles que la fluorescence à rayons X , la diffraction à rayons X ainsi la caractérisation physico-chimique : pH , Matières Organiques , siccité , Matières Volatiles et l'Humidité .

En deuxième lieu , nous citons les protocoles expérimentaux utilisés en l' occurrence la spectrophotométrie ultraviolet/visible.

II.2. Lieu de prélèvement de la Boue Urbaine

La Boue urbaine a été prélevée de la station d'épuration des eaux usées « STEP » de la ville de Annaba , cette dernière est située à (08) km de l'est d'Annaba , parallèle à la route nationale 44 à proximité de l'Oued Seybouse ,s'étend sur une superficie de 15Ha (figure 13).

La gestion de la STEP de Lallelik est confiée à l'Office National d'Assainissement (ONA), représenté par la zone d'Annaba, qui englobe également les wilayas de Souk Ahras, Guelma et Tébessa. D'une capacité de 580 700 équivalent/habitant, elle a un débit nominal de traitement de 83 620 m³/jour.

Dans une première phase, les eaux usées de la majeure partie des agglomérations de la wilaya dont le chef-lieu, El Bouni, Boukhadra, Sidi-Salem et Bouzaâroura, soit plus des deux tiers de la wilaya, sont épurées au niveau de cette station.

La STEP comprend deux filières de traitement , la première pour les eaux usées urbaines passera au niveau tertiaire afin de pouvoir mobiliser les eaux traiter pour l'irrigation et la seconde pour les boues issue des traitement secondaire et tertiaire par digestion anaérobie suivi de déshydratation.

Le volume moyen des eaux usées traitées annuellement est de l'ordre de 20 00 000 m³/an.



Figure 13 : localisation de la station d'épuration de l'AALALIK El Bouni - Annaba -

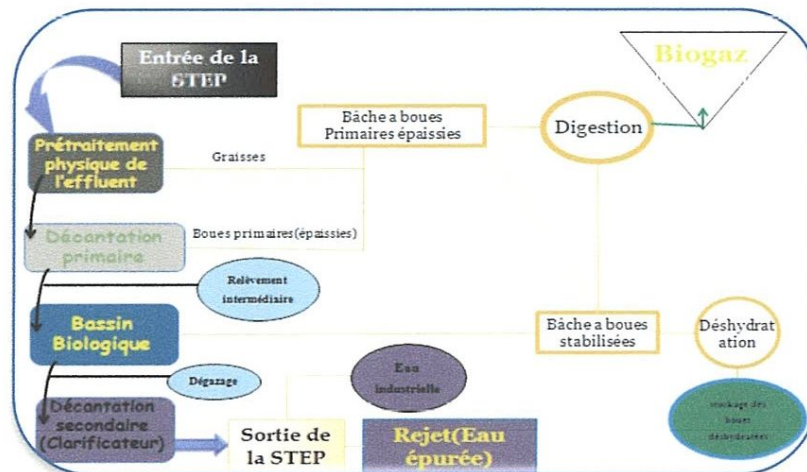


Figure 14 : Schéma descriptif de traitement des eaux usées et boues

II.3 Localisation de boue dans la station :

Les boues déshydratées sont évacuées vers une aire de stockage couverte de 3600 m².



Figure 15 : localisation de la boue urbaine dans la station

II.4. Destination finale des boues

La mise en décharge :

Les boues issues du traitement des eaux usées urbaines sont considérées comme des déchets , l'ONA de la zone de Annaba les **met en décharge** (Centre d'Enfouissement Technique), ce qui signifie que leur valorisation ou élimination ne présentait pas une préoccupation en premier lieu chez la régie , mais dans l'avenir la situation risque de changer d'une part , la commune autorise l'espace dans une décharge à 4000 DA/Tonne , sachant que la station produit presque 0,5 Tonne par jour ce qui constitue une quantité énorme que pour une mise en décharge .

Et d'autre part, de point de vue environnemental la mise en décharge des boues n'est pas une solution efficace pour se débarrasser de la pollution.

La mise en décharge des boues implique obligatoirement une étude d'impact préalable permettant une évolution des risques présentés pour l'environnement.

II.5. Présentation des adsorbants :

a. La Boue Urbaine :



Figure 16 : Boue urbaine déshydratée

b. Le kaolin DD₃ :

DD₃ est une argile kaolinitique, connue et exploitée depuis presque un siècle elle est extraite d'un gisement situé à Djebel Debagh à l'ouest de wilaya de Guelma (Algérie). Cette région est un ancien bassin d'effondrement, longtemps fermé, où s'est entassé un ensemble varié de sédiments allant des miocène au quaternaire [1].

La qualité du kaolin DD varie beaucoup avec les filons d'extraction. Certains filons donnent un kaolin pur avec une concentration d'impuretés d'oxyde métallique inférieur à 1% en poids. Les trois argiles DD₁, DD₂, DD₃ se différencient par leurs couleurs, blanche et grisâtre pour les argiles DD₁ et DD₂ et gris pour DD₃ [1].

L'argile DD₃ qui est l'objet de notre étude a été fournie par la société de la Céramique localisée à la wilaya de Guelma (ETER).



Figure 17 : Argile kaolinite DD₃ séchée à 105°C

II.6.Préparation des adsorbants

1. Traitement préliminaire

Le traitement consiste à les débarrasser de toutes les phases cristallines (quartz, calcite, feldspath...). Les argiles ont subi les opérations unitaires préliminaires suivantes :

Séchage : Le séchage des matériaux a été réalisé jusqu'à masse constante au moyen d'une étuve type MEMMERT à T=105°C pendant 5 heures

Broyage : a été réalisé en vue d'obtenir des matériaux homogènes pour le besoin des études de laboratoire. Cette opération consiste à réduire la taille des grains à l'aide d'un mortier en porcelaine .

Tamissage : au terme du broyage, les tailles des particules des boues et des argiles utilisées pour les essais d'épuration des eaux usées ont été isolés mécaniquement au moyen d'un tamis dont la dimension des mailles correspond à 0,1 mm. Seule la masse de matériau passant à travers le tamis a été considéré.

2. Traitement thermique : activation des matériaux

L'activation est un procédé qui consiste à améliorer les propriétés d'adsorption des matériaux en lui faisant subir un traitement thermique ; incinération à des températures différentes $T = 500^{\circ}\text{C}$, 700°C , et 1000°C pendant 3 heures .

Le dispositif de calcination utilisé est un four à Moufle électrique type KR 170 E où l'échantillon est calciné dans des creusets en céramique.

Le refroidissement des matériaux calcinés s'effectue à une vitesse propre du four fermé



Figure 18 : Four à Moufle électrique KR 170 E

II.7. Le colorant

Nous nous sommes intéressés à l'élimination de colorant Bemacron Bleu (PBG) .

C'est un colorant basique sous forme de sel (poudre très fine) appartenant à la catégorie des colorants solubles dans l'eau. Ils nous ont été fournis par la société Algérienne de Textile (EATIT) de Batna . Ce colorant est destiné à la teinture des fibres cellulosiques (notamment le coton), il peut également être appliqué sur des fils synthétiques

Ce colorant est produit et commercialisé par des firmes étrangères : société BEZEMA (Suisse), et porte des dénominations commerciales codées .

Avant d'effectuer les études cinétiques et d'équilibres d'adsorption du colorant sur l'argile DD₃ et la boue urbaine utilisées, la première approche consiste en la détermination des propriétés spectrophotométriques UV-visible de ce colorant c'est-à-dire la détermination de λ_{max} pour laquelle l'absorbance est maximale et la vérification de la loi de Beer-Lambert dans un domaine de concentration.

II.8 Méthodes de caractérisation des adsorbants :

1. par fluorescence X (FRX)

La fluorescence est un phénomène d'émission très important du point de vue analytique. Certains composés organiques ou minéraux, liquides ou solides, purs ou en solution, émettent de la lumière lorsqu'ils sont excités par des photons du domaine de visible ou du proche ultraviolet. .

La fluorimétrie est une méthode basée sur ce phénomène, elle est sélective et très sensible ayant une résolution de 100 à 1000 fois supérieure à celle de l'absorption. L'intensité de fluorescence est également utilisée dans la conception de détecteurs en chromatographie liquide.

Principe : Une particule (atome, ion, molécule), dans un état excité après absorption d'un rayonnement électromagnétique peut revenir vers un état plus stable en émettant un rayonnement qui porte le nom de rayonnement de fluorescence. [2].

On distingue trois éléments principaux qui composent un appareil de spectrométrie de fluorescence (figure 20) :

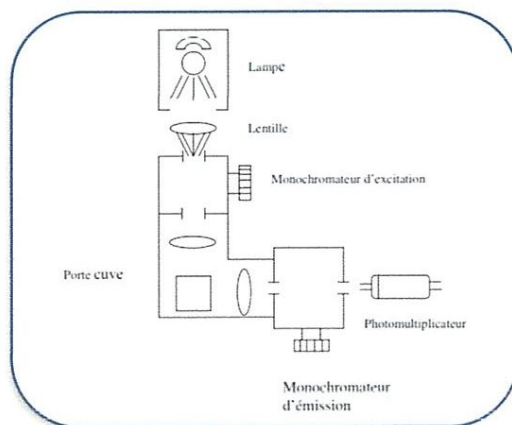


Figure 19 : Schéma d'un spectrofluorimètre [2].

1. La source d'excitation : est une lampe qui fournit le rayonnement d'excitation pour la particule à étudier.

2. La cellule de mesure : contenant l'échantillon à analyser, en générale c'est une cuve de quartz synthétique avec quatre faces polies, car dans la plupart des cas les applications analytiques concernent les solutions.

Une première lentille placée sur le trajet du rayonnement d'excitation assure sa focalisation au centre de la cuve de fluorescence, issu de la zone d'interaction laser solution, sur la fente d'entrée du monochromateur de mesure [3].

3. Détection de fluorescence : le plus souvent, le système de détection de fluorescence est un tube photomultiplicateur associé à un monochromateur. Le tube photomultiplicateur délivre un courant proportionnel à l'intensité lumineuse du rayonnement qu'il reçoit dans la bande spectrale sélectionnée par le monochromateur.

Les analyses de boue et de DD_3 activées et non activées sont effectuées à l'aide d'un appareil de Spectrophotomètre à Fluorescence X type PANalytical Magix PRO doté d'un logiciel Super Q Omnian au niveau de l'unité de recherche de Chimie de l'Environnement et Moléculaire Structurale CHEMS à l'université Mentouri- Constantine .



Figure 10 : Spectrophotomètre PANalytical Magix PRO à Fluorescence X

2. par diffraction X (DRX)

La technique de diffraction des rayons X a pour but la détermination de l'état de cristallisation des matériaux [4]. Elle consiste à irradier l'échantillon réduit en poudre avec des rayons X dont on regarde l'intensité des rayons diffusés selon l'orientation dans l'espace.

Les rayons X diffusés interfèrent entre eux si l'échantillon présente un arrangement cristallin régulier, l'intensité présente donc des maxima (appelé pics de diffraction) dans certaines directions. Ce phénomène est nommé diffraction. On enregistre l'intensité détectée en fonction de l'angle de déviation 2θ du faisceau.

A chaque angle de diffraction θ correspond une distance réticulaire exprimée par la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2d \sin\theta$$

Où :

n : nombre entier correspondant à l'ordre de la diffraction,

λ : longueur d'onde du rayonnement utilisé,

d : distance réticulaire,

θ : angle de diffraction.

Les distances mesurées sur les réflexions (001) peuvent, selon leurs valeurs, être attribuées à différentes espèces de minéraux argileux [4].

Les conditions de préparation de tous les échantillons sont identiques : les matériaux sont déposés sur des lames d'aluminium et on obtient une mince pellicule d'adsorbant à analyser d'épaisseur uniforme collée à la paroi de la lame.

L'analyse des échantillons a été réalisée au département de physique de l'université Mohamed Khider à Biskra .

Les spectres sont enregistrés sur un diffractomètre automatique X-Pert Propanalytical utilisant la radiation monochromatique $K\alpha_1$ du cuivre ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$, 30 kV, 30 mA, et monochromateur automatique) , dans la gamme $2\theta = 6-65^\circ$. La vitesse de numérisation était de $1^\circ / \text{min}$.

3. Spectrophotométrie d'absorption Ultra -Violet (UV -Visible) :

Sous l'effet des radiations ultra-violet (200 – 400 nm) ou le visible (300 –800 nm), les électrons périphériques des atomes et des molécules sont portés de leur état le plus stable (état fondamental) vers un état énergétique plus élevé (état excité). Le passage de l'électron entre ces deux états se fait en absorbant de l'énergie électromagnétique [5].

L'analyse spectrophotométrique UV-Visible est fondée sur l'étude du changement d'absorption de la lumière par un milieu, en fonction de la variation de la concentration de l'élément. Le principe d'analyse est basé sur la loi de Beer Lambert.

Principe de la loi de Beer-Lambert

Si un faisceau lumineux monochromatique traverse une solution homogène d'une substance de concentration C contenue dans une cuve de face parallèle sur une longueur l (trajet optique), nous observons que la fraction de la lumière absorbée en fonction de la concentration et de l'épaisseur du milieu.

Cette loi permet de définir deux grandeurs :

Transmittance T : exprimée en % :

$$T = \frac{I}{I_0} = e^{-\epsilon l C}$$

Absorbance A :

$$A = \text{Log} \frac{I_0}{I} = \epsilon.l.C$$

Avec :

I_0 : intensité du faisceau incident,

I : intensité du faisceau émergeant de la solution,

ϵ : coefficient d'extinction molaire (l /mole.cm),

l : longueur du trajet optique (épaisseur de la cuve) (cm),

C : concentration de la solution à analyser.

L'absorbance varie avec la longueur d'onde de la lumière : elle passe par un maximum qui correspond à une longueur d'onde pour laquelle la sensibilité est maximale [6].

L'absorbance, grandeur la plus utilisée, est proportionnelle à la concentration pour une épaisseur donnée. La linéarité de la loi de Beer-Lambert n'existe que dans un certain domaine de concentration appelé domaine de validité de la méthode, déterminé par étalonnage. Donc, il est nécessaire de connaître le domaine de la linéarité de la courbe d'étalonnage $A = f(C)$.

L'appareil utilisé pour notre travail est un spectrophotomètre UV-visible, modèle Photolab Spektral faisceau à lecture digitale avec une cellule en quartz de trajet optique de 20 mm.

II.9. Analyses physico-chimiques de la boue urbaine :

Les analyses sont effectuées au niveau de laboratoire des analyses physico-chimiques de la STEP des effluents urbaines de la Zone de Annaba.

a .Mesure de pH

3g de l'adsorbant sont placés dans une fiole munie d'un bouchon, un volume d'eau distillée a été ajouté de façon à mouiller totalement le solide. On laisse le mélange en repos pendant 24 et on mesure le pH de la solution surnageant [4].

b. Taux d'humidité

On a placé une mase (m_0) de la boue urbaine à analyser dans l'étuve à 105 °C, on a pesé la mase en fonction du temps chaque 5 minutes jusqu'à une stabilisation de mase (m_f). L'humidité (H en % maximale) est donnée alors par la formule suivante.

$$H (\%) = (m_0 - m_f) / m_0 \times 100$$

c. Matière sèche « siccité » unité : g/l ou %

Elle s'exprime généralement en g/l ou en % en points, elle est déterminée par séchage à 105°C jusqu'à poids constant.

$$MS \text{ (g/l)} = (M_1 - M_0) \times 1000 / V$$

d. Matières volatiles (MV)

Unité : en mg/l MVS et en mg/l MM

Le résidu de l'analyse de la matière est porté à 550°C pendant 2 heures. Ceci permet d'évaluer de façon approximative le taux de matière organique de la boue ainsi que la partie minérale qui était présente dans l'échantillon.

$$MV \text{ (\%)} = (M_1 - M_2) \times 100 / (M_1 - M_0)$$

e. Matière Organique (MO) : le résidu calciné à 525±25°C pendant 3 heures permet de distinguer avec une faible précision les matières organiques des matières minérales parce que la volatilisation totale des matières organiques s'accompagne de la décomposition et de volatilisation de certains sels minéraux, c'est la raison pour laquelle la mesure de la matière organique calculée est approximative

$$MO \sim MS - MV$$

V : volume de l'échantillon

M₀ : Masse en g de la capsule vide

M₁ : Masse en g de la capsule et de son contenu après étuvage à 100°- 105 °C

M₂ : Masse en g de la capsule et son contenu après calcination

II.10 .Méthodologie des expériences d'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) par la boue urbaine et DD₃ activées et non activées :

Afin de comprendre l'influence de la nature de l'argile et de la boue urbaine sur le processus d'adsorption des colorants , des expériences de différents types ont été menées . Nous avons étudié l'influence du temps de contact sur la quantité adsorbée à pH libre . Pour chaque expérience, le solide est mis en contact d'une solution d'eau distillée dans laquelle le colorant a été dissous .Nous avons traité des volumes des solutions identiques (200 ml) et de concentration de colorant égale à 25 mg /l . Le mélange est agité pendant trois heures à T° = 25±2° C et avec une vitesse égale à 400 tr/mn .

Les échantillons sont collectés à l'aide d'une micropipette à intervalle de temps prédéterminé, La manipulation s'achève lorsqu'un équilibre est atteint. Celui-ci correspond à une concentration constante des colorants en solution, soit à l'échelle de l'essai après une durée de 180 mn , puis centrifugés à l'aide d'une centrifugeuse type Hettich EBA III .

La centrifugation résiduelle du colorant a été mesurée par la spectrophotométrie UV - Visible après filtration du surnageant à l'aide d'un papier filtre. La quantité Q_t de colorant adsorbée est donnée par la formule d'isotherme suivante :

$$Q_t = (C_0 - C_t)V / m$$

$$P (\%) = (C_0 - C_t) * 100\% \quad ?$$

Q_t : la quantité fixée de métal en mg par gramme d'adsorbant (Argile DD₃ et boue) ;

C₀ et C_t : sont respectivement les concentrations initiale et instantanée du métal (mg/L),

V : volume de la solution (l)

m : masse de l'adsorbant utilisée (g)

P : pourcentage de fixation de métal (%)

II.11. Optimisation des conditions d'adsorption du colorant :

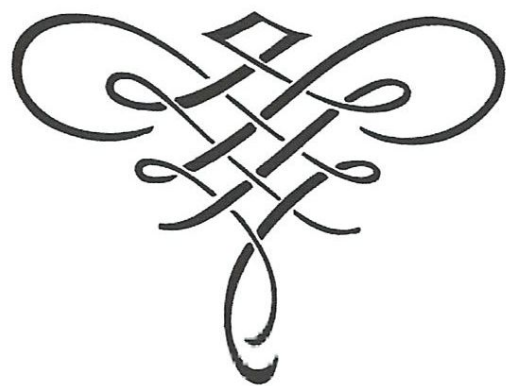
Dans le but d'optimiser les conditions en faveur d'une meilleure adsorption du colorant de cuve Bemacron Bleu « PBG » sur l'argile Kaolinite DD₃ et la boue des eaux usées urbaines activées et non activées, nous avons étudié l'effet du temps de contact sur le processus d'adsorption.

L'obtention du temps au bout duquel l'équilibre d'adsorption est atteint est nécessaire dans le but de déterminer les différents points constituant l'isotherme ainsi que sa nature.

II.12 Modélisation des résultats : En vue de la représentation des résultats expérimentaux, deux modèles ont été testés

- le modèle de Langmuir
- le modèle de Freundlich

CHAPITRE III :
RESULTATS
ET DISCUSSIONS



III.1. Introduction :

Nous avons étudié dans ce chapitre le phénomène d'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG), choisi comme élément toxique, sur la boue urbaine et la DD₃ activées et non activées

En premier lieu, cette partie vise à présenter les résultats de l'influence du temps de contact d'adsorbant – adsorbat sur le processus de rétention dans le but de comparer l'efficacité de la boue urbaine avec l'argile kaolinite DD₃ et de montrer l'effet du traitement de notre matériau par l'activation thermique.

En deuxième partie de ce chapitre, nous avons étudié la cinétique d'adsorption en définissant les isothermes d'adsorption.

III.2. Analyses quantitatives de boue et d'argile DD₃ activées et non activées par FRX

III.2.1 Etude de la composition des éléments majeurs dans la boue urbaine activée et non activée par fluorescence X :

Les résultats d'analyses obtenus sont montrés sur les tableaux suivants :

Tableau III.1: Analyse quantitative élémentaire de la *Boue urbaine* activée et non activée

	Eléments (%)	Brute	Boue des eaux usées urbaines		
			Calcinée à 500°C	Calcinée à 700°C	Calcinée à 1000°C
Al		1,512	8,284	1,606	1,725
As		0,020			0,00
Ba		0,037		0,039	0,038
C		3,116		1,832	1,881
Ca		16,980	20,543	19,232	20,55
Cl		0,503	0,669	0,565	0,172
Cr		0,012	0,783	0,015	0,012
Cu		0,034		0,032	0,038
Fe		6,860	7,441	3,630	6,383
K		1,113	0,783	1,184	0,524
Mg		0,142	0,206	0,176	0,172
Mn		0,073	0,396	0,061	0,172
N		34,102		33,630	33,522
Na		0,034		0,217	0,036
Ni		0,012		0,011	0,009
O		28,430	52,956	26,724	27,021
P		1,304	2,125	1,498	1,632
Pb		0,023		0,019	0,00
Rb		0,012		0,122	9,434
S		1,248		1,320	0,719
Si		4,259	4,738	4,558	5,091
Sr		0,028		0,030	0,027
Ti		0,332	0,692	0,327	0,326
Zn		0,139		0,066	0,027
Zr		0,012		0,012	0,017
Ce					0,024
Y					0,021

Le tableau III.1 montre les résultats d'analyses de la boue obtenus par fluorescence X. Il en ressort que l'échantillon étudié est moyennement riche en Silice et en Aluminium. Les pourcentages des métaux en cuivre, en zinc, en plomb et en chrome sont faibles. Ces résultats confirment bien la texture sableuse de la boue et son faible caractère argileux. Le taux d'Azote est remarquable atteint 34,10 % dû à l'évacuation des détergents et les eaux pluviales dans les eaux usées. Une proportion relativement importante de Fer et de Calcium due au traitement des eaux usées par le coagulant et l'adjuvant du Sulfate de Fer et la chaux.

Le pourcentage d'oxygène est élevé de 40,50%, ceci nous laisse prévoir l'existence des fonctions oxydes.

III.2.2 Etude de la composition des éléments majeurs dans la DD₃ activée et non activée par fluorescence X :

Tableau III.2 : Analyse quantitative élémentaire de l'argile DD₃ activée et non activée par FRX

Argile Kaolinite DD ₃	Eléments (%)	Brute	Calcinée à 500°C	Calcinée à 700°C	Calcinée à 1000°C
	Al	10,097	10,737	10,596	11,009
	As	1,054	1,101	1,175	0,940
	Ba	0,052	0,086	0,073	0,070
	C	4,070	3,655	4,230	3,963
	Ca	0,615	0,691	0,630	0,632
	Cl	0,034	0,040		
	Cr				0,007
	Cu	0,009	4,415	0,009	0,004
	Fe	1,743	1,786	1,826	1,792
	K	1,412	1,053	1,050	1,080
	Mg	0,112	0,062		0,050
	Mn	1,306	1,375	1,450	1,470
	N	22,450	21,940	21,890	22,301
	Na	0,0135	0,026	0,013	0,016
	Ni	0,092	0,103	0,103	0,107
	O	40,506	40,505	40,933	40,454
	P	0,356	0,364	0,370	0,347
	Pb	0,027	0,022	0,036	0,032
	Rb	0,013	0,007	0,007	0,007
S	0,353	0,390	0,358	0,009	
Si	15,324	15,755	14,940	15,335	
Sr	0,079	0,081	0,084	0,086	
Ti	0,050	0,040	0,036	0,045	
Zn	0,097	0,073	0,070	0,093	
Zr	0,056	0,073	0,089	0,041	
Ce					
Y	0,004	0,004	0,004	0,002	
Co	0,067	0,084	0,075	0,073	
Br		0,007			
Tl		0,033	0,018		

D'après les résultats de cette analyse, on remarque que les composants de l'argile Kaolinite DD₃ sont la Silice et l'Aluminium ce qui confirme bien son caractère argileux.

III.3. Analyse minéralogique de la boue et de l'argile kaolinite DD₃ activées et non activées par DRX :

Nous présentons dans les figures 17,18 ,19 et 20 les diffractogrammes des phases de la boue et de l'argile DD₃ activées et non activées.

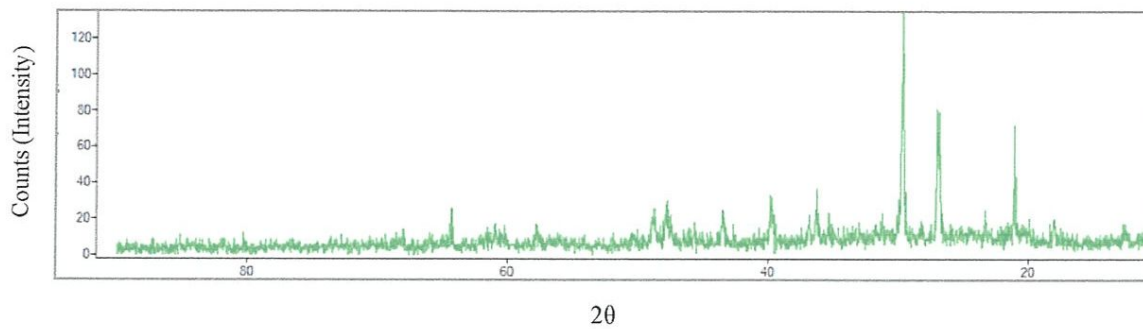


Figure 21 : Spectre DRX de la Boue urbaine brute séchée à 105°C

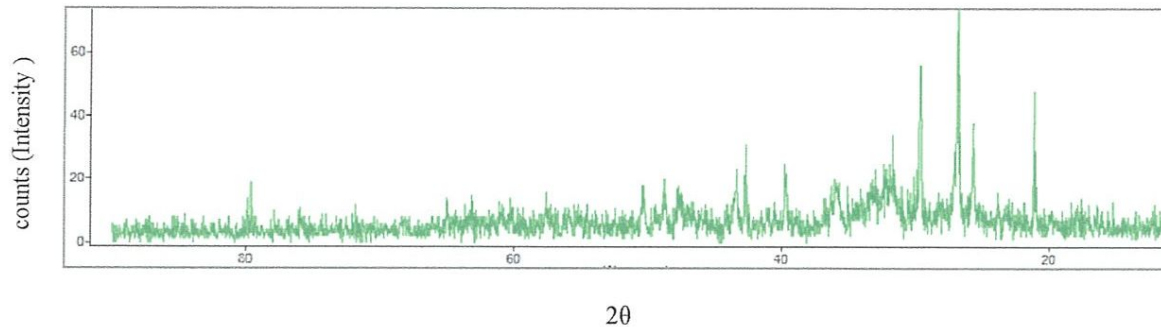


Figure 22 : Spectre DRX de la Boue urbaine calcinée à 700°C

Les spectres de diffraction de la boue urbaine séchée à 105°C et traitée thermiquement à 700°C (Figure 21 et 22) présentent la même allure. Néanmoins, nous observons la disparition du pic dans la zone ($2\theta = 25-30^\circ$) et l'apparition d'un amorphe avec l'augmentation de la température. Par ailleurs comparativement aux pics situés $2\theta = 25-30^\circ$, le spectre DRX de l'échantillon activé à 700°C montre une nette diminution de l'intensité des carbonates qui ne sont pas complètement éliminées. D'autre part le spectre DRX ne montre pas la formation de nouvelles phases par calcination à 700°C.

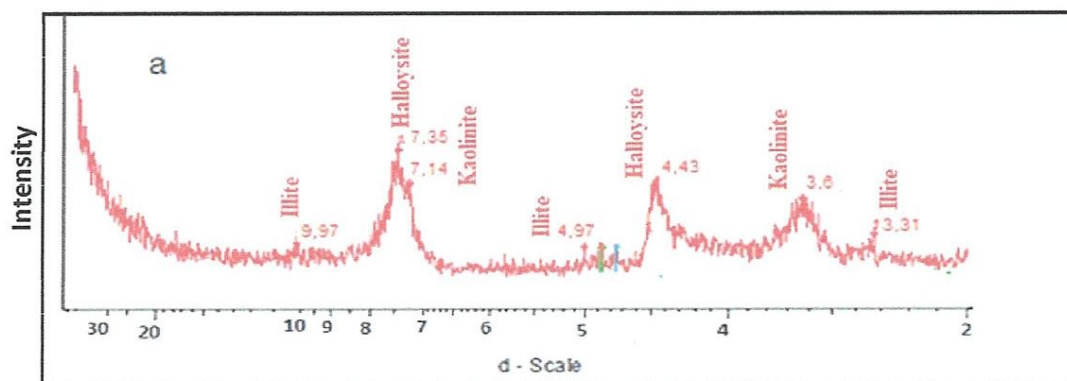


Figure 23 : Spectre DRX de la DD₃ naturelle

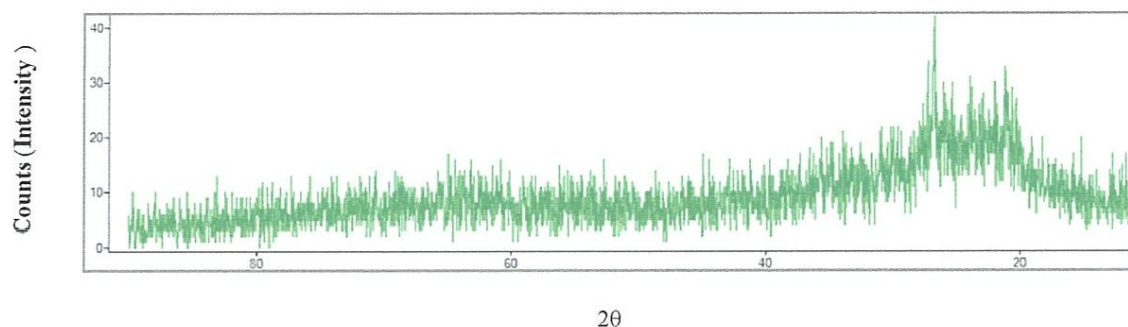


Figure 24 : Spectres DRX de la DD₃ calcinée à 700°C

Par ailleurs pour l'argile kaolinite DD₃ séchée à 105°C, nous remarquons d'après la figure 20 que le pic correspondant à la kaolinite du DD₃ calcinée à 700°C, disparaît pour se transformer en Métakaolinite. Les autres phases qui constituent la composition de la kaolinite sont amorphes.

III.4 Analyse physico- Chimiques de la boue urbaine

Les résultats obtenus sont regroupés dans le tableau suivant :

Tableau III.3 : Paramètres physico-chimiques de la boue urbaine

Adsorbant	H%	Siccité	MV	MO	pH dans les boues à 25 °C
Boue Urbaine	45,07	39,9 MB	40% MS	40 % MS	> 10

Les résultats de l'analyse ont montré que cette boue est très riche en matière organique avec une valeur de 40 %.

III.5. Dosage par spectrophotométrie UV-Visible

Tableau III.4: Valeur de λ_{\max} du colorant utilisé **Bemacron Bleu (PBG)**

Colorant	Concentration (mg/l)	λ_{\max} (nm)
Bleu Bemacron (PBG)	40	340

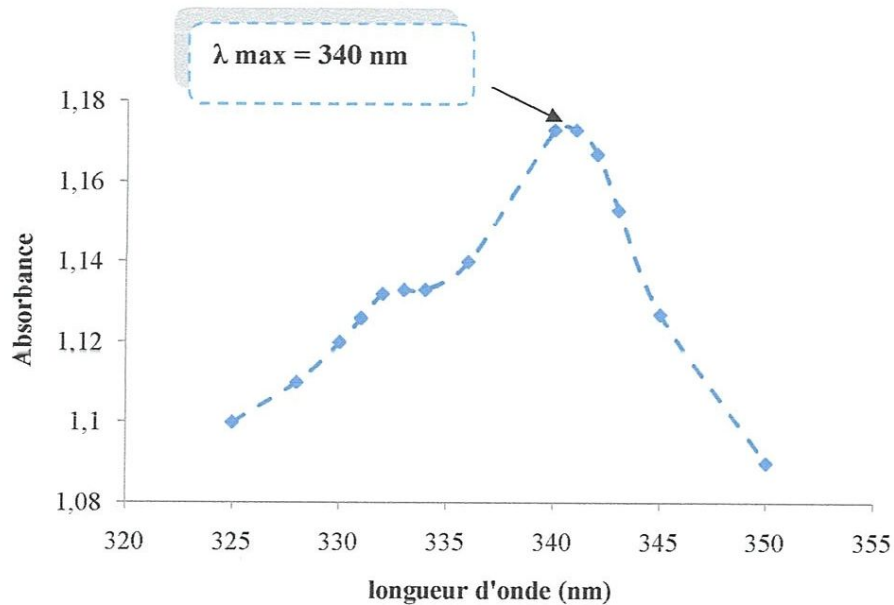


Figure 21 Courbe Absorbance = $f(\lambda)$ pour le colorant testé : **Bemacron Bleu (PBG)**

Sur la base de ces résultats, nous avons établi une courbe d'étalonnage du colorant utilisé afin de déterminer les domaines de concentrations pour lesquelles la loi de Beer-Lambert est vérifiée (obtention d'une droite).

La courbe d'étalonnage consiste à déterminer la concentration du colorant à préparer et avec laquelle nous avons réalisé notre étude.

Tableau III.5 : Valeurs d'absorbance = $f(C)$ à $\lambda_{\max} = 340$ nm

pour le Colorant Bemacron Bleu(PBG) .

C(mg/l)	5	10	15	20	25	30	35	40
Abs	0,2	0,35	0,47	0,6	0,8	1	1,1	1,3

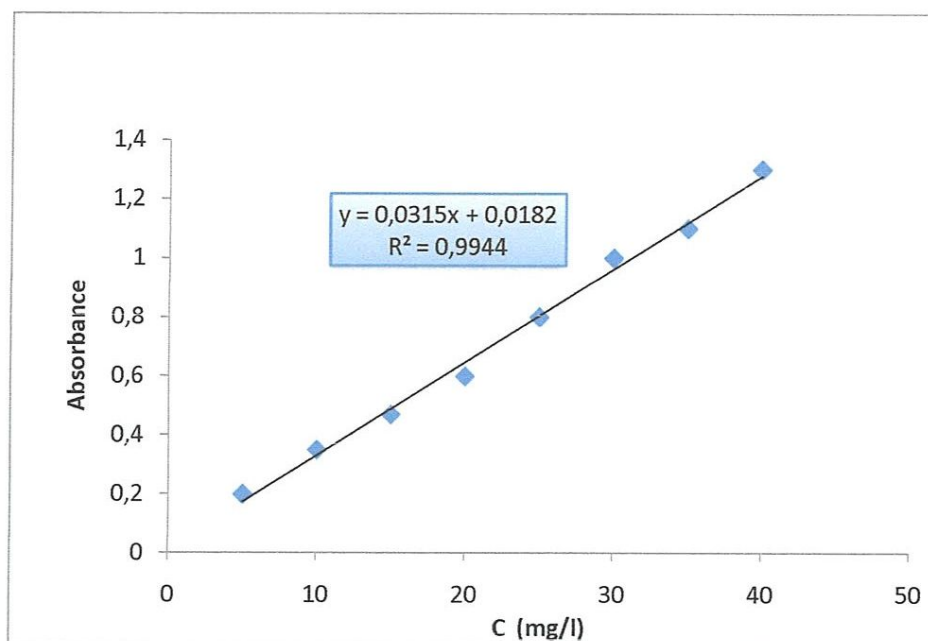


Figure 22: Courbe d'étalonnage pour le « colorant Bemacron Bleu (PBG) »

La droite $A = f(C)$ montre clairement que la loi de Beer-Lambert est vérifiée pour des concentrations en colorant Bemacron Bleu (PBG) allant de 0 à 40 mg/L

III.6. Facteurs influençant sur le phénomène d'adsorption :

Le phénomène étudié consiste en un transfert de colorant de la phase liquide vers la phase solide. L'étude consiste à la mise en contact, du colorant à étudier et l'adsorbant considéré, en suivant les variations de la concentration temporelle de la phase liquide et en étudiant les résultats pour les huit adsorbants étudiés qui sont représentés sur les figures suivantes :

1. Effet du temps de contact

a. Boue activée et non activée

La quantité d'adsorption Q , étant le rapport de la différence des concentrations aux temps $t + \Delta t$ au poids de l'adsorbant, les courbes suggèrent une forme hyperbolique de type courbe de saturation. Les résultats montrent un pourcentage d'élimination de 90,36 % pour la boue urbaine activée après un temps de contact de 100 mn et 63,72 % pour la DD_3 activée après un temps de contact de 110 mn. Les courbes montrent également que le taux d'élimination est très rapide au bout des deux premières minutes

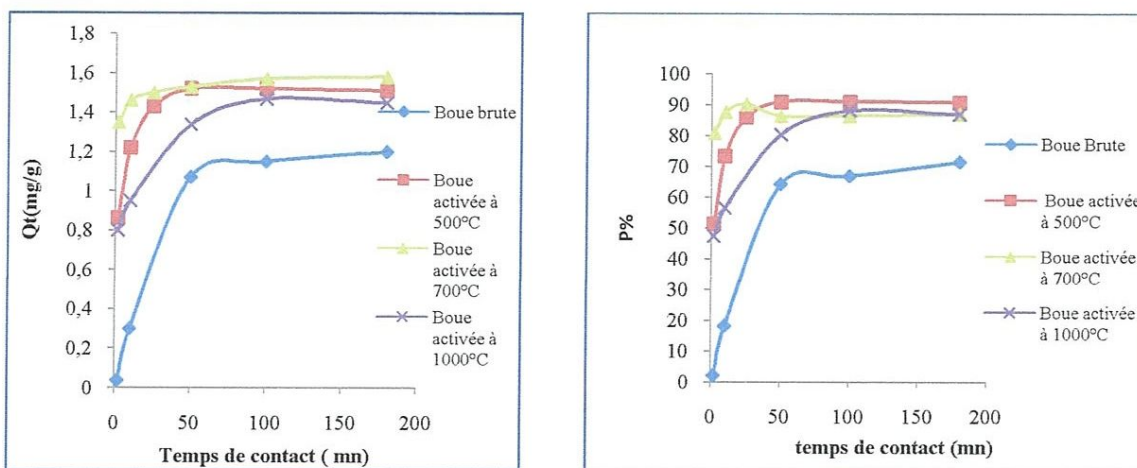


Figure 23 Cinétique d'adsorption du colorant sur boue activée et non activée
 (masse d'adsorbant =3g, $V_{\text{Colorant}}=200$ ml, vitesse d'agitation=400 tr/min, temps de contact 3 h
 Température = 25 ± 2 °C et pH libre)

b. DD₃ activées et non activées

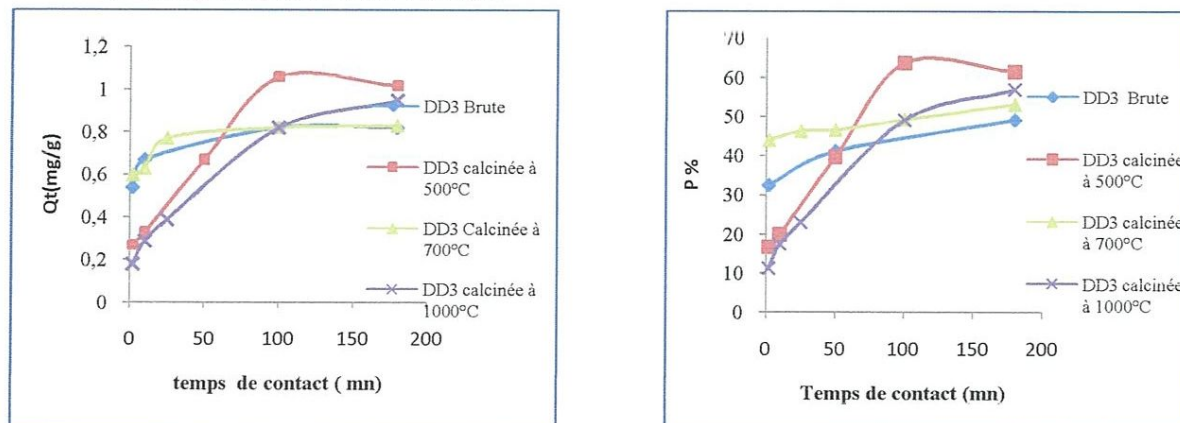


Figure 24 Cinétique d'adsorption du colorant sur DD3 activée et non activée
 (masse d'adsorbant =3g, $V_{\text{Colorant}}=200$ ml, vitesse d'agitation=400 tr/min, temps de contact 3 h
 Température = 25 ± 2 °C et pH libre)

Les résultats obtenus montrent aussi que la capacité d'adsorption de colorant augmente en fonction du temps de contact jusqu'à atteindre un palier de saturation. Ce phénomène peut être expliqué par la diffusion des ions du colorant vers les sites d'adsorption jusqu'à atteindre un équilibre d'adsorption où tous les sites deviennent occupés.

2. La nature de l'adsorbant

D'après les courbes, nous constatons que le pourcentage de décoloration par la boue brute est plus important que celui de la DD₃ brute.

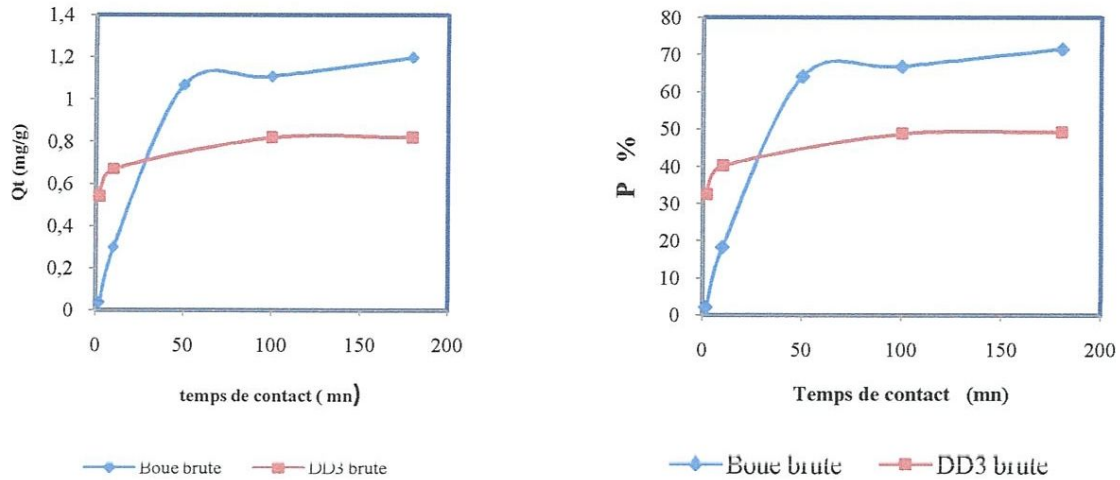
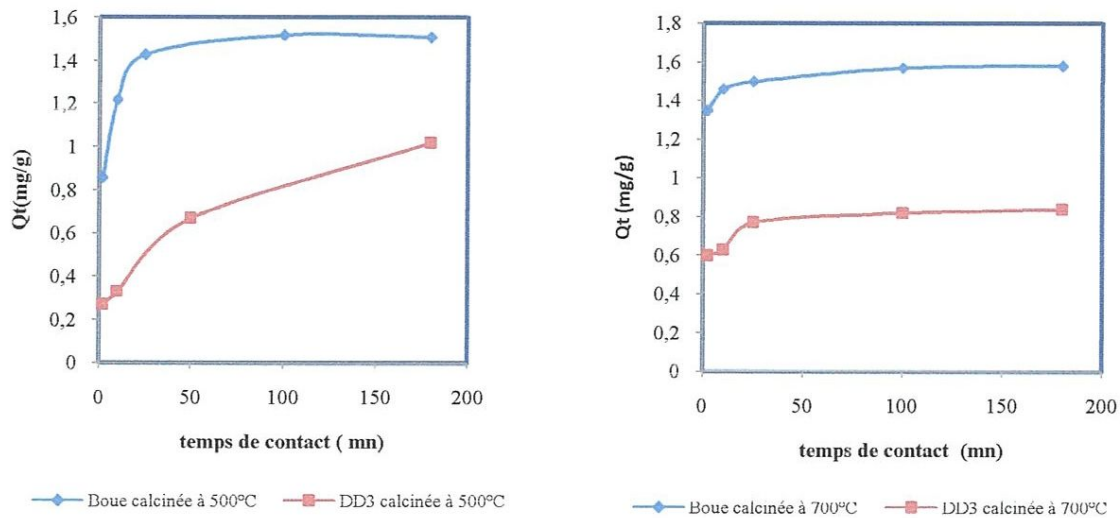
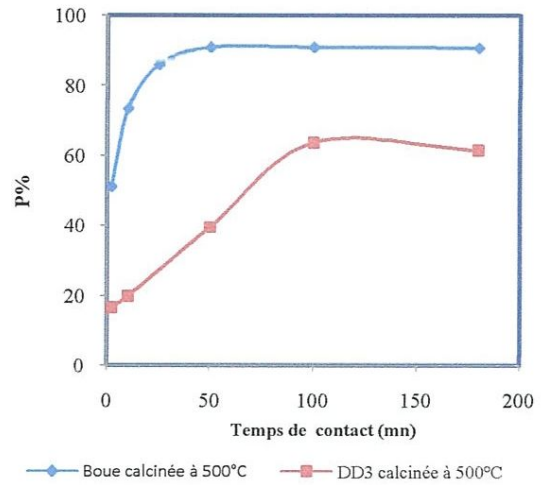
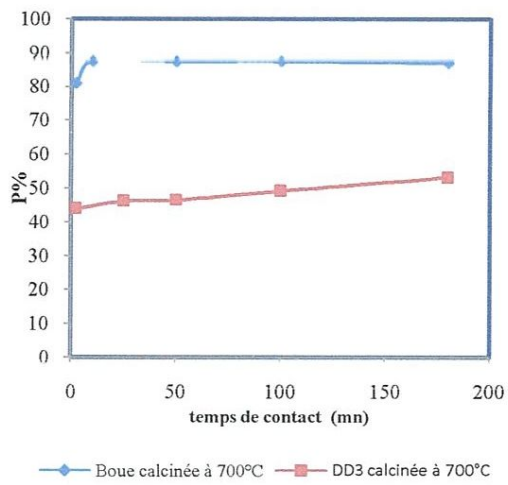
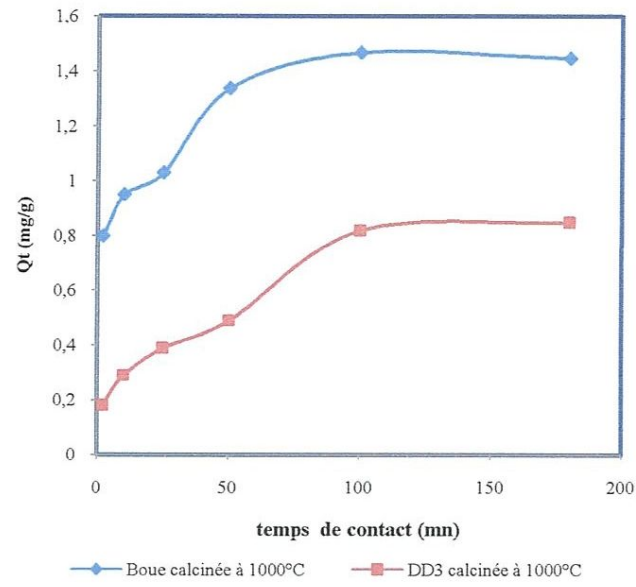


Figure 25 : Cinétique d'adsorption du colorant sur boue et DD3 activées et non activées
 masse d'adsorbant =3g, $V_{\text{Colorant}}=200$ ml, vitesse d'agitation=400 tr/min, temps de contact 3 h
 Température = 25 ± 2 °C, pH libre





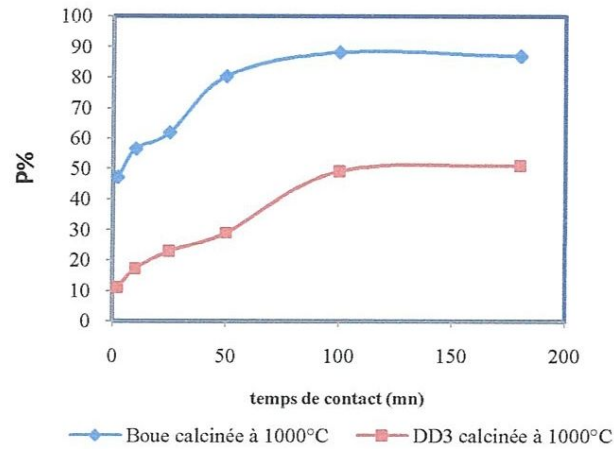
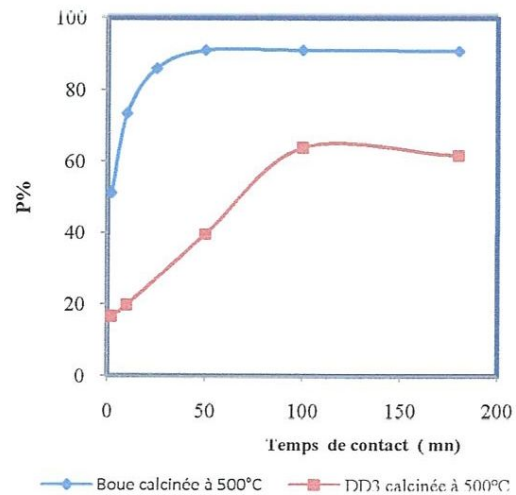
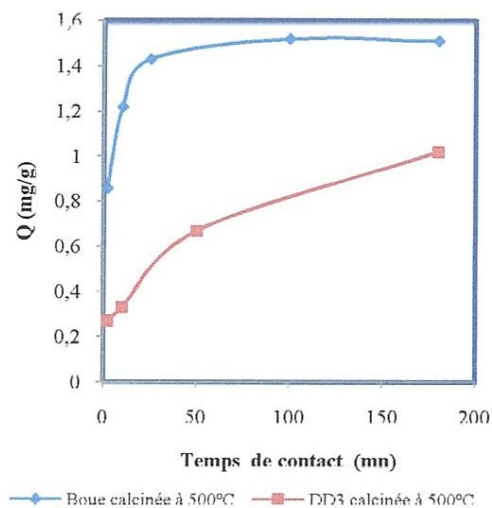


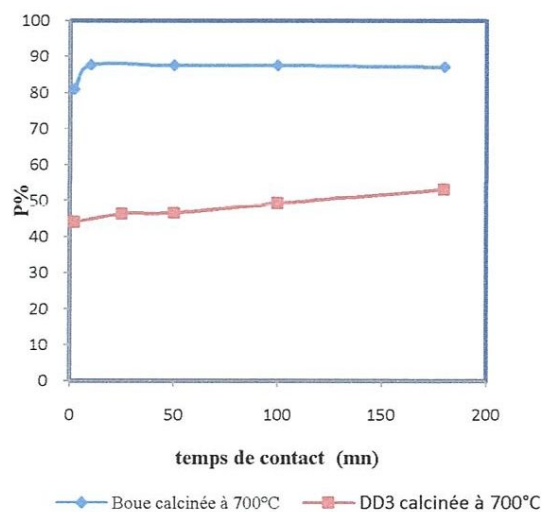
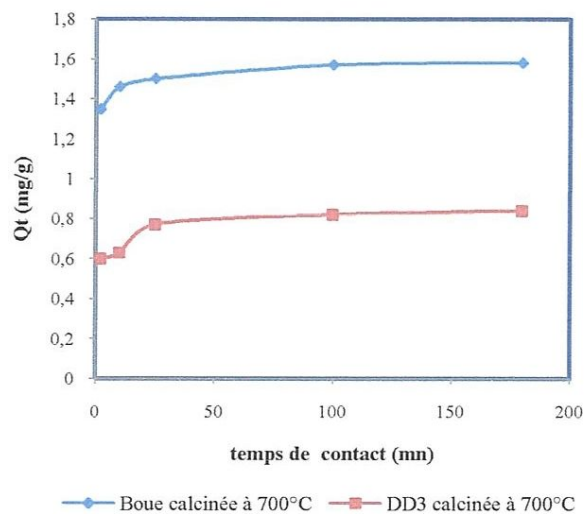
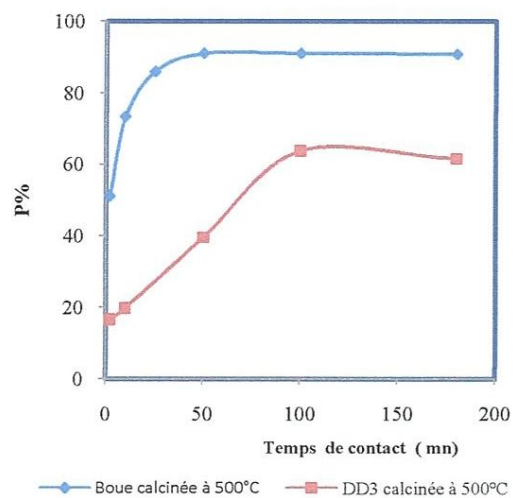
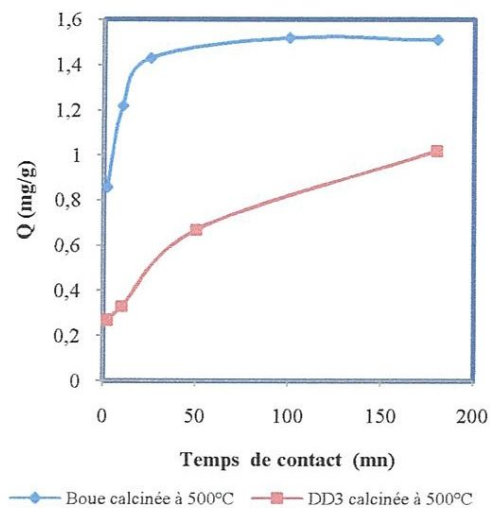
Figure 26 : Cinétique d'adsorption du colorant sur la boue et DD₃ activées
 masse d'adsorbant = 3g, V_{Colorant} = 200 ml, vitesse d'agitation = 400 tr/min, temps de contact 3 h
 Température = 25 ± 2°C, pH libre

Le pouvoir de rétention augmente en augmentant la température de calcination de 500°C à 700°C. Cependant la boue activée à 1000°C donne un pourcentage P% (Q) plus faible à ceux qui sont calcinées à 500 et 700°C, ceci est dû à la disparition de quelques phases cristallines.

3. L'influence du traitement



4. L'influence du traitement



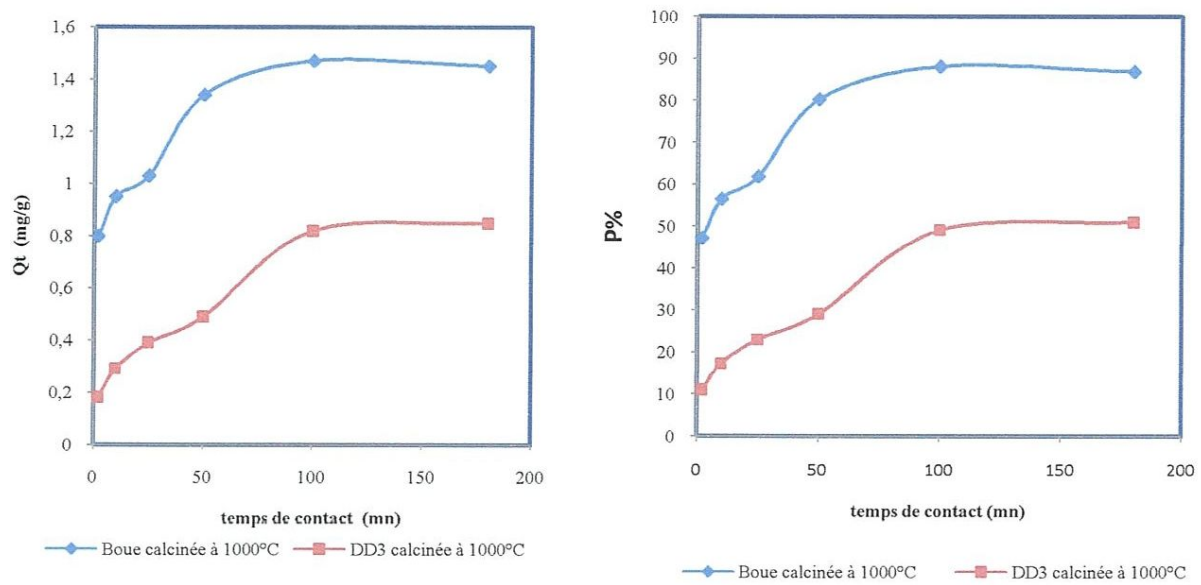


Figure 31 : l'influence du traitement sur l'adsorption du colorant par la boue et l'argile DD₃ activées
 masse d'adsorbant =3g, $V_{\text{Colorant}}=200$ ml, vitesse d'agitation=400 tr/min, temps de contact 3 h
 Température = 25 ± 2 °C et pH libre

D'après les graphes, nous remarquons que le traitement à 700°C des boues donne un résultat plus fiable que le traitement à 500° C et 1000°C .

Tableau III.6 : Quantités et pourcentages d'adsorption au temps d'équilibre sur la Boue et DD3 activées et non activées ($C_0= 25$ mg /l ; $m = 3$ g ; $T = 25 \pm 2$ °C ; pH libre).

	Boue urbaine				Argile Kaolinite			
	Séchée à 105°C	Traitée à 500°C	Traitée à 700°C	Traitée à 1000°C	Séchée à 105°C	Traitée à 500°C	Traitée à 700°C	Traitée à 1000°C
Q_e (mg/g)	1,07	1,53	1,57	1,47	0,82	1,06	0,82	0,95
% de décoloration	64,2	86	90,36	80,16	41,2	63,72	47	57,08
Temps d'équilibre (mn)	68	55	100	98	110	110	38	180

III.7. Modélisation des isothermes d'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur la boue et DD₃ activées et non activées :

Afin de tracer les isothermes d'adsorption nous avons porté l'évolution de la capacité de rétention à l'équilibre (maximal) q (mg/g), pour chaque adsorbant, de notre colorant Bemacron Bleu (PBG), en fonction des concentrations d'équilibre C_e (mg/L).

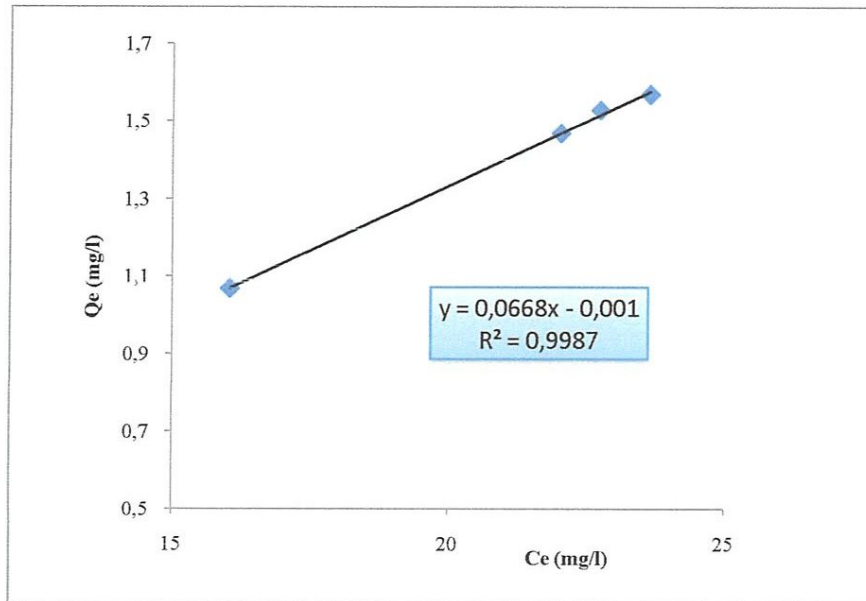
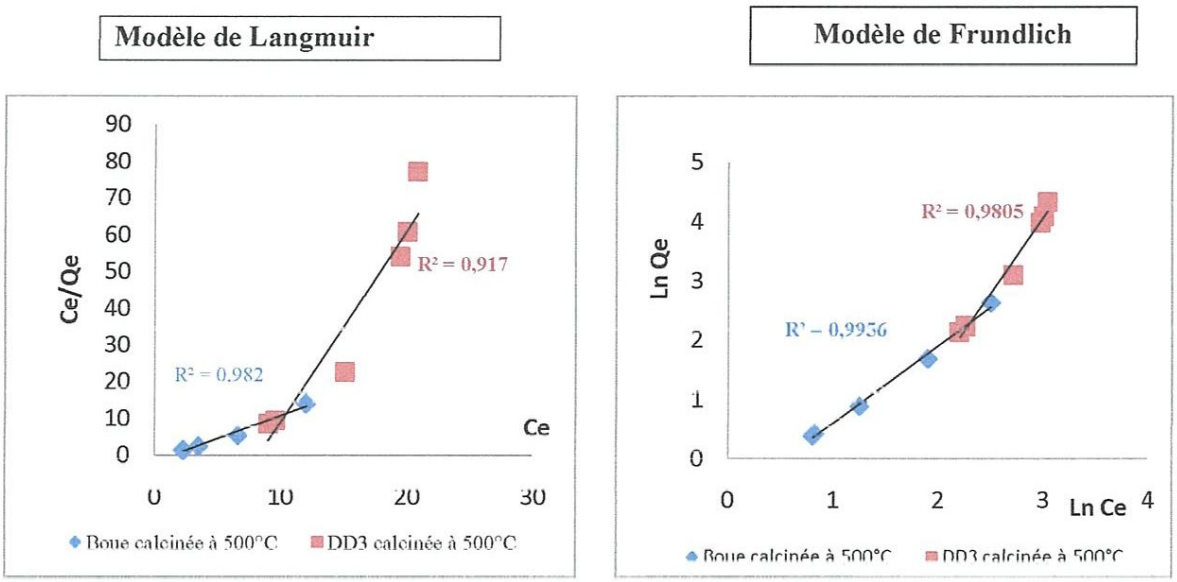
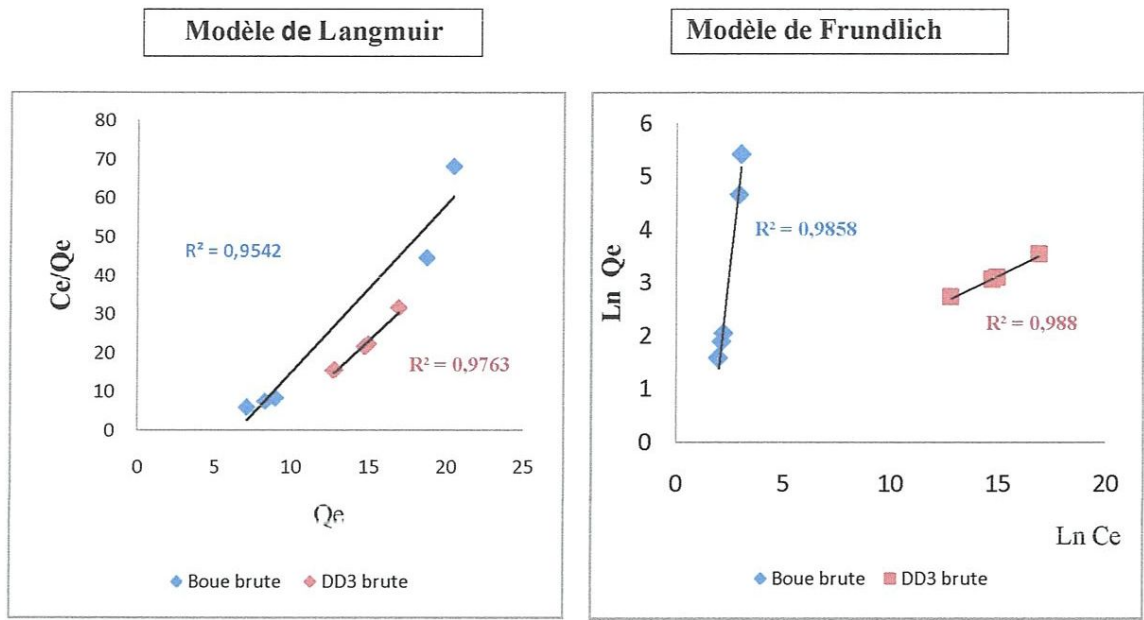


Figure 32 : Isotherme d'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur les boues urbaines et DD₃ activées et non activées à l'équilibre

Les résultats obtenus à partir des essais sur l'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur la boue urbaine et DD₃ activées et non activées à l'équilibre, comme présentés sur la figure 32, montrent une adsorption de **type C**, qui indique une adsorption à saturation.

L'étude de la modélisation des isothermes d'adsorption des colorants sur la DD₃ et boue urbaine par le modèle de Langmuir et Freundlich, a été réalisée avec la forme linéarisée $C_e/Q_e = f(C_e)$ et $\ln Q_e = f(\ln C_e)$.



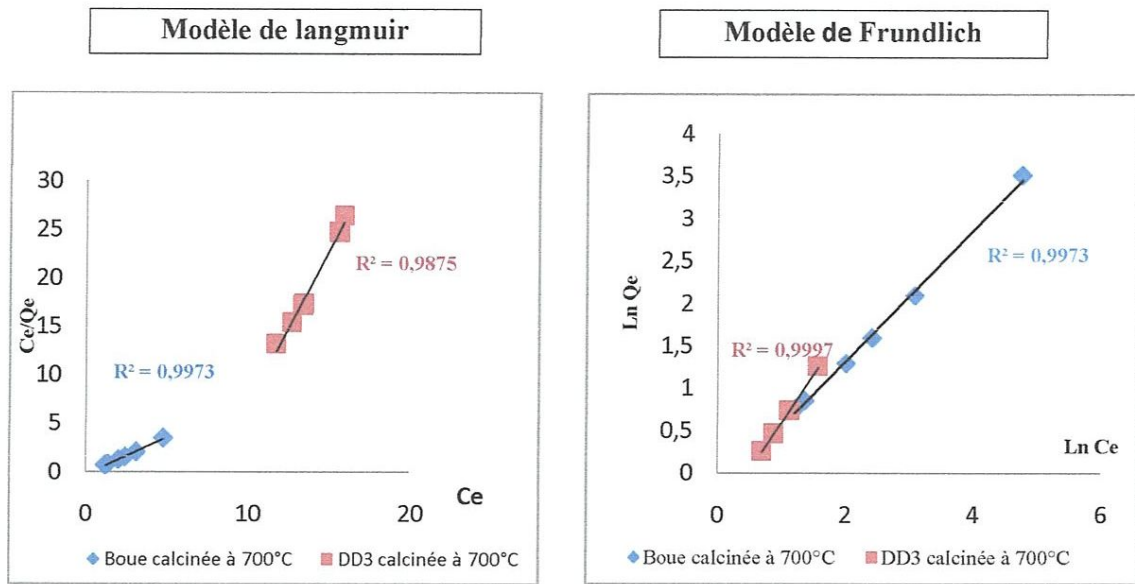


Figure 35: Isothermes de Freundlich et de Langmuir pour l'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur la Kaolinite DD₃ et sur la boue urbaine calcinées à 700°C

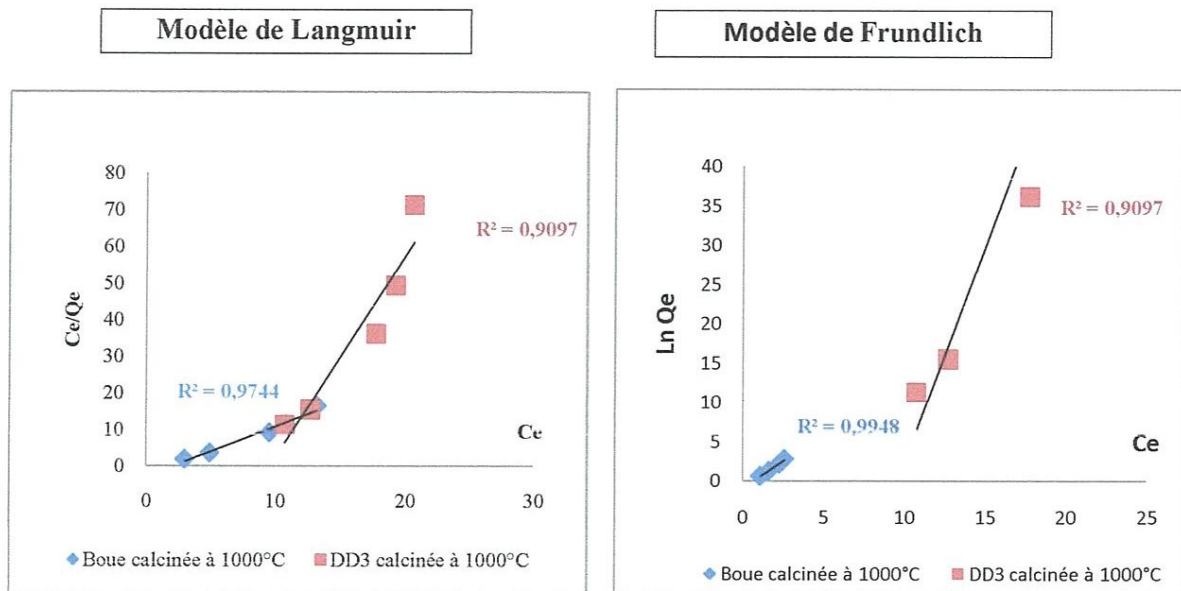


Figure 36: Isothermes de Freundlich et de Langmuir pour l'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) sur la Kaolinite DD₃ et sur la boue urbaine calcinées à 1000°C

A l'aide d'un ajustement par la méthode des moindres carrées , nous obtenons pour chaque lois étudiée et pour chaque adsorbant testé des droites avec des coefficients de corrélation proches de 1 .

Les diverses constantes déduites des équations droites obtenues sont regroupées dans le tableau III.7.

L'application des formes linéarisées des lois de Freundlich et de Langmuir a permis de vérifier que ces deux modèles sont applicables pour l'adsorption du colorant Bemacon Bleu (PBG) par la boue et la DD₃ activées et non activées (la quantité adsorbée Q(mg/g) varie dans le même sens avec les deux modèles) .

On constate également une meilleure adsorbabilité du colorant testé dans le cas de la boue par rapport à l'argile DD₃. En particulier , les valeurs des capacités maximales Q_m sont 1,30 mg /g et 0,61 mg/g respectivement pour la boue calcinée à 700°C et DD₃ calcinée à 500°C .

Tableau III.7 : Paramètres équationnels des modèles de Freundlich et de Langmuir pour l'adsorption du colorant Bemacon Bleu (PBG)sur boue urbaine et DD₃ activées et non activées à T° = 25±2°C

Adsorbant	Langmuir					Freunlich		
	T° de traitement	Q _m (mg/g)	Q _e (mg/g)	b (1/mg)	R ²	K _f	n	R ²
Boue urbaine	105°C	0,83	1,07	-0,04	0,9542	0,033	0,33	0,9858
	500°C	1,02	1,53	-0,59	0,982	0,503	0,77	0,9956
	700°C	1,30	1,57	-3,50	0,9973	0,803	1,34	0,9973
	1000°C	0,73	1,47	-0,49	0,9744	0,41	0,72	0,9948
DD ₃	105°C	0,54	0,82	-0,06	0,9763	1,22	5	0,9880
	500°C	0,61	1,06	-0,04	0,917	0,030	0,4	0,9805
	700°C	0,31	0,82	-0,12	0,9875	0,6	0,87	0,9997
	1000°C	0,40	0,95	-0,05	0,9541	0,074	0,33	0,9079

Q_m : la quantité adsorbée calculée d'après le modèle

Q_e : la quantité adsorbée expérimentale

Suivant les valeurs de **K** et **n** on peut connaître le processus de la capacité d'adsorption , à travers nos expériences. Il a été trouvé que les valeurs de **n** varient entre 0,33 et 5.

La meilleure capacité d'adsorption a été observée sur la boue calcinée à 700 °C où n atteint 1,34 ($1/n < 1$) ce qui indique que l'adsorption est favorable, la capacité d'adsorption K augmente et de nouveaux sites d'adsorption apparaissent.

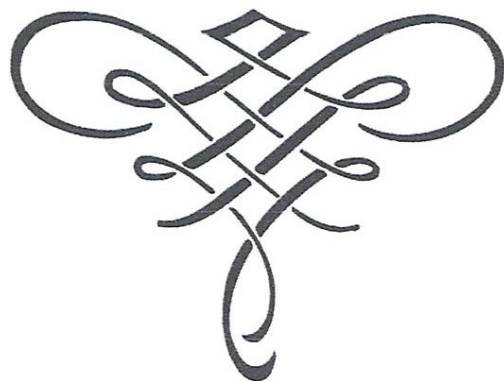
Pour les autres adsorbants il a été trouvé que $1/n > 1$, ce qui signifie que l'adsorption n'est pas favorable, les liaisons d'adsorptions deviennent faibles et la capacité d'adsorption diminue. [7]

Références bibliographiques

- [1] Benamar makhoukhi. M ; these de doctorat, Université abou beker Belkaid-Tlemcen .(2008)
- [2] F. J. Dechow. Separation and purification techniques in biotechnology. Noyes Publications. Park Ridge, New Jersey, U.S.A.(1989).
- [3] I.Kadasli. T. Oimez . O.Tunay. « Nitrogen removal from tannery wastewater by protein recovery. J. Waer science and technology vol 48 N°1. (2003).pp 215- 223..
- [4] S. Bouranene, Le Charbon Actif, document HYDROSID, Société Algérienne de Traitement des eaux, Annaba. Algérie. (2002).
- [5] Ben Rhaiem H., Tessier D., Pons C. H. (1986). Comportement hydrique et évolution structurale et texturale des montmorillonites au cours d'un cycle de dessiccation-humectation. Clay Minerals, 21, 9-29.
- [6] Dolet A. (2003). Elaboration et caractérisation de composites « Argile-Polymères ». Thèse du DEA, Université de Lille 1, France.
- [7] HASANAIN ISA M . , LE SIEWLANG , FARIDHA .A.H. ASSARI ,HAMIDI .A. AZIZ,N. AZAM RAMLI , JAYA PAUL A . DHAS . Low cost removal of disperse dyes from aqueous solution using palm ash ,Dyes and pigments , 2007, vol. 74 , n°2 , Paris , PP. 446 – 453.

CONCLUSION

GENERALE



Conclusion générale

Cette présente étude avait pour objectif , l'application des boues urbaines et argiles DD₃ activées et non activées dans l'adsorption du colorant Bemacron Bleu (PBG) présent dans les eaux de textiles .Elle nous a permis de dégager des conclusions quant à l'importance du mode de préparation de l'argile et de la boue urbaine modifiées(activées) et de montrer les domaines d'application et d'indication de leur développement possible .

A travers l'analyse élémentaire par la méthode de fluorescence X (FRX) , on a pu déterminer les éléments prédominant tels que la Silice et l'Alumine pour la DD₃ et l'Azote , le carbone , le Fer , le Calcium et le phosphore pour la boue urbaine .

L'analyse par diffraction aux rayons X (DRX) de l'argile calcinée à 700°C montre que la Kaolinite se transforme en métakaolinite ,

Après la caractérisation physico-chimique et minéralogique des matériaux , nos essais ont porté sur des solutions synthétiques . L'objectif est d'établir les lois d'équilibres de l'adsorption par le tracé des isothermes et les cinétiques de la réaction d'adsorption du colorant sur la boue urbaine et DD₃ ; les isothermes d'adsorption sont décrites de manière satisfaisante par le modèle de Langmuir et Frundlich.

Les résultats obtenus nous ont permis aussi de montrer que les possibilités de rétentions du colorant par les matériaux qui font l'objet de notre étude ne sont pas négligeables . L'efficacité de l'adsorption semble également être fortement influencée par certains paramètres tels que le temps d'agitation , traitement thermique (activation) et la nature de l'adsorbant .

Additivement à ce que a été cité avant , nos résultats montrent que la quantité adsorbée du colorant Bemacron Bleu (PBG) est importante en augmentant la température de calcination de 500°C à 700°C pour la boue et 500°C pour la DD₃ .

Dans ce travail , nous avons tenté d'apporter une contribution , en proposant un nouveau procédé de traitement des eaux colorées en utilisant des boues urbaines activées et non activées et cela dans le but de diminuer leurs effets néfastes sur le milieu aquatique et par conséquent sur l'environnement .

Résumé

Le traitement des eaux usées conduit à la production de boues, qui contiennent des composés inertes, des polluants et des pathogènes

Un traitement adapté et performant de ces boues est donc indispensable pour maîtriser de façon globale l'assainissement des eaux usées dans des stations d'épuration. Pourtant, dans un premier temps, l'objectif de ces stations a été essentiellement de garantir le rejet d'une eau de qualité définie en se préoccupant peu des boues engendrées par les procédés d'épuration.

La tendance actuelle est différente car les boues, au même titre que l'eau épurée, sont considérées comme un élément qui contribue à l'impact environnemental.

L'application des boues des stations d'épuration dans l'adsorption des colorants textiles nécessite un traitement de la boue thermiquement pour exalter son pouvoir d'adsorption. Une étude comparative avec les argiles traitées serait nécessaire pour démontrer l'efficacité de valorisation des boues.

Mots clés : *Boue urbaine , traitement thermique, colorants textiles, adsorption.*
