



UNIVERSITE ABDERAHMANE MIRA - BEJAIA
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DES MINES ET GEOLOGIE

En vue de l'obtention du Diplôme de Master en Mines et

Géologie

Option : Valorisation des Ressources Minérales

Mémoire de Master

Présenté par

Belghali Meriem

Merabti Nassima

Thème

**Traitement des eaux usées huileuse de CEVITAL
par le kaolin KT3B selon la méthode
d'adsorption**

Soutenu le 01/07 /2015 devant le jury composé de:

Présidente:	M ^{me} Souici	MCB U de Bejaia
Encadreur:	Mr. AKDIM A	MAA U de Béjaia
Examinatrice:	M ^{me} BEN ALLAOUA S	MAB U de Bejaia

Année Universitaire: 2014-2015

Remerciement

Nous rendons Grâce au Dieu le tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il nous a donné pour terminer notre travail de recherche.

On adresse notre profonde gratitude à notre encadreur Monsieur Akdim Abdelghani enseignant chercheur à l'université de Bejaia, d'avoir suivi, guidé soutenu et fait confiance à notre travail et qui nous a permis de mener à bon terme ce mémoire.

On tient à remercier Madame Bouzidi Nedjima, enseignante chercheur à l'université de Bejaia, d'avoir accepté de présider le jury de cette soutenance. On remercie, également, Madame Ben Allaoua Siham, d'avoir accepté d'examiner ce travail et faire partie de ce jury.

A Monsieur Madani, Directeur du laboratoire de recherche scientifique de Bejaia pour l'aide qui nous a apporté, en nous ouvrant les portes du laboratoire et en nous faisant parvenir les protocoles expérimentaux

Je remercie pareillement l'ensemble des membres du laboratoire 3BS de l'Université de Bejaia enseignants, chercheurs, étudiants, techniciens de laboratoire.

On ne saurait oublier tous les responsables du département Mines et Geologie, de l'université de Bejaia de nous avoir facilité l'accès aux différents laboratoires.

A tous les responsables de l'université de Bejaia enseignants et administrateurs, on leurs exprime notre profonde gratitude, et leurs grande générosité.

Et enfin on remercie nos familles pour leur soutien moral et leur aide, ainsi que tous ce qui nous ont soutenu et aidé tout au long de cette étude (Arezki,Hasen,Mahdi) et toutes les personnes qui ont contribué directement ou indirectement à ce travail .

Merci à vous tous

Dédicace

Je dédie ce modeste travail en signe de respect et de

reconnaissance à :

Ma chère mère

Mon père

Tous mes frères

ma sœur .

Toute ma famille.

Tout ceux qui m'ont aidé de près ou de loin dans ma

formation.

Tous mes amis sans exception.

Meriem

Dédicace

Avec l'aide et la grâce de Dieu on a achevé ce
modeste travail dont je le dédie
À mes très chers parents qui m'ont toujours soutenu
avec leurs encouragements et qui m'ont donné un
magnifique modèle de labeur et de persévérance
À mes chères sœurs Meriem et ma puce Katssa
À mon adorable frère Yacine qui ne cesse de me
soutenir
À mes oncles et mes tantes
À mes amis
Je ne prendrai pas le parti de vous les citer tous tant
la liste est longue mais je sais que vous vous
reconnaitrez dans ces lignes. Merci pour vos
conseils et votre soutien de tous les jours.

Nassima

Sommaire

Sommaire.....	I
Liste des figures.....	II
Liste des tableaux	III
Introduction générale	1
Chapitre I. Généralités sur les argiles, les kaolins et les eaux usées	
I.1 : Les argiles.....	2
I.1.1 : Définition des argiles.....	2
I.1.2. Minéralogie des argiles	3
I.1.3.Les principaux types des argiles	3
I.1.3.1 : La kaolinite	3
I.1.3.1 : Les illites	4
I.1.3.2 : Les smectites.....	4
I.1.3.3 : Les chlorites.....	5
I.1.3.5 : Les vermiculites.....	5
I.1.4 : Classification des argiles	6
I.1.4.1 : Minéraux de type 1 :1	6
I.1.4.2 : Minéraux de type 2 :1.....	6
I.1.4.3 : Minéraux de type 2 :1 :2.....	6
I.2 : Les kaolins.....	7
I.2.1 : Historique.....	7
I.2.2.1 : Définition.....	7
I.2.3 : Humidité du kaolin.....	8
I.2.3.1 : Eau d'absorption.....	9
I.2.3.2 : Eau de constitution.....	9
I.2.4 : Origine des kaolins	9

I.2.4.1 : Les kaolins primaires ou résiduels.....	10
I.2.4.2 : Les kaolins secondaires.....	10
I.2.4.2.1 : Eau douce.....	10
I.2.4.2.2 : Eau de mer	10
I.2.5 : Traitement du kaolin.....	11
I.2.6 : Minéraux accessoires	11
I.2.6.1 : Les composés de fer.....	12
I.2.6.2 : Les oxydes de titane.....	12
I.2.6.3 : Les feldspaths.....	13
I.2.6.4 : Les matières organiques.....	13
I.3 : Les eaux usées.....	14
I.3.1 : Définition.....	14
I.3.2 : Origine des eaux usées.....	14
I.3.2.1 : Les eaux usées urbaines	15
I.3.2.2 : Les eaux usées industrielles.....	15
I.3.3 : Le traitement des eaux usées.....	15
I.3.3.1 : Les étapes de traitement ses eaux usées.....	15
I.3.3.1.1 : Le prétraitement	16
I.3.3.1.1.a : Dégrillage.....	16
I.3.3.1.1.b : Dessablage.....	16
I.3.3.1.1.c : Dégraissage et déshuilage	17
I.3.3.1.2 :Le traitement secondaire.....	17
I.3.3.1.3 : Le traitement biologique.....	17
I.3.3.1.4 :Le traitement complémentaire.....	17
I.3.4 : Classification des techniques de traitement des eaux usées	18
I.3.4.1 : Les différentes techniques de dépollution	18
I.3.4.1.1 : En fonction de la nature des procédés employés.....	19
I.3.4.1.2 : En fonction du lieu de traitement.....	19
I.3.4.1.3 : En fonction de devenir des polluants.....	19
I.3.5 : Méthodes de traitements	20
I.3.6 :L'utilisation du kaolin dans le traitement des eaux usées	20

I.3.6.1 : Pouvoir de fixation.....	21
------------------------------------	----

CHAPITRE II : Matériels et méthodes

II.1 : Caractéristiques du kaolin de Tamazert.....	22
II.2 : Le kaolin KT3B.....	22
II.3 : Méthodes et normes d'analyse.....	23
II.4 : La préparation de KT 3B.....	23
II.4.1 : Broyage.....	23
II.4.2 : Tamisage.....	24
II.4.3 :Le pesage	24
II.5 :L'eau usée utilisée.....	24
II.5.1 : Préparation de l'eau usée	25
II.6 : La méthode d'absorption	25
II.6.1 : Définition d'absorbance.....	25
II.6.2 : Capacité d'absorbance du kaolin.....	26
II.7 : Matériels utilisé.....	26
II.7.a : Verreries.....	26
II.7.b : Matériels.....	27
II.8 : Les méthodes d'analyses utilisées.....	27
II.9 : Prélèvement.....	28
II.10 : Mesure de la température.....	28
II.11 : Mode opératoire	29
II.11.1 : Paramètre chimique	31
II.1.1.1 : Détermination de PH	33
II.11.2 :Paramètres physiques.....	34

II.1.2 : Détermination de la conductivité électrique.....	35
II.1.3 : Détermination de TDS.....	36
II.1.4 : Détermination de la turbidité.....	37
PREAMBULE.....	Erreur ! Signet non défini.
III.1 Résultats et discussions des traitements des eaux usées huileuses par le Kaolin KT3B	
Erreur ! Signet non défini.	
III.1.1.La variation de la turbidité	Erreur ! Signet non défini.
III.1.1.1 la dilution de 1/10 ^{eme}	Erreur ! Signet non défini.
III.1.2 la variation de PH.....	Erreur ! Signet non défini.
III.1.2.1 la dilution de 1/10 ^{eme}	Erreur ! Signet non défini.
III.1.2.2 la dilution de 1/15 ^{eme}	Erreur ! Signet non défini.
III.1.3 la variation de conductivité	Erreur ! Signet non défini.
III.1.3.1 la dilution 1/10	Erreur ! Signet non défini.
III.1.3.2 la dilution 1/15	Erreur ! Signet non défini.
III.1.4 la variation de TDS	Erreur ! Signet non défini.
III.1.4.1 la dilution 1/10	Erreur ! Signet non défini.
III.1.4.2 la dilution 1/15	Erreur ! Signet non défini.
III.2 la comparaison.....	Erreur ! Signet non défini.
III.2.1 Comparaison des résultats de la turbidité dans le cas d'utilisation de la dilution 1/10 et le cas d'utilisation de la dilution 1/15	Erreur ! Signet non défini.
III.2.2 Comparaison des résultats de PH dans le cas d'utilisation de la dilution 1/10 et le cas d'utilisation de la dilution 1/15	Erreur ! Signet non défini.
III.2.3 Comparaison des résultats de la conductivité dans le cas d'utilisation de la dilution 1/10 et le cas d'utilisation de la dilution 1/15	Erreur ! Signet non défini.
III.2.4 Comparaison des résultats de TDS dans le cas d'utilisation de la dilution 1/10 et le cas d'utilisation de la dilution 1/15.	Erreur ! Signet non défini.
Conclusion générale	

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction générale

L'eau est une ressource vitale pour l'homme et sa santé et son développement, mais la croissance alarmante de la pollution des eaux par des matières diverses, organiques ou non : pesticides, détergents, métaux lourds et d'autres substances toxiques, représente un réel danger pour la flore et la faune et cause de sérieux problèmes à l'humanité [1].

Le traitement ou l'épuration des eaux usées a donc pour objectif de réduire la charge polluante que ces dernières véhiculent et objectif de rejeter dans le milieu naturel des eaux d'une qualité suffisante que pour altérer le moins possible le milieu récepteur [2].

Il existe une propriété particulière qui caractérise les solides poreux en général est le kaolin en particulier. Cette propriété est la capacité d'adsorber et d'absorber les métaux lourds ainsi que les substances organiques contenues dans des solutions aqueuses. Elle serait due essentiellement à leurs surfaces spécifiques élevées.

Le kaolin de Tamazert de la région d'El-Milia est une matière première elle fait partie de cette catégorie de solides. Son abondance lui vaut actuellement d'être utilisé dans l'industrie des céramiques, mais son utilisation dans la lutte antipollution, peut également être envisagée en raison de sa non-toxicité.

Et face à tous les problèmes que connaît notre pays en matière d'assainissement et de gestion des stations d'épuration, le recours à d'autres techniques d'épuration, moins coûteuses et plus simples à gérer est devenu incontournable, si l'on veut protéger les ressources en eau, la santé publique et sauvegarder les milieux récepteurs.

L'objectif de notre travail est d'étudier la capacité d'adsorption et l'absorption d'un matériau disponible et local qui est le kaolin de Tamazert en utilisant les eaux usées huileuses de Cevital, aussi d'analyser l'efficacité de chaque phase de traitement afin de pouvoir définir le traitement le plus adéquat. Pour cela, nous nous intéresserons aux résultats obtenus, la variation de pH, TDS, Conductivité, et la turbidité avant et après le traitement.

Afin que ce travail réponde pratiquement à des questions concrètes que peuvent se poser les professionnels de la gestion de l'eau, nous considérerons les coûts et les bénéfices de ces différents systèmes. Cela nous permettra de développer des conseils en confrontant la qualité espérée d'un système et son coût ; du moins pour le type de zones étudiées.

I.1. Les argiles

I.1.1. Définition

Le terme argile vient du mot grec « argilos », dont la racine Argos signifie blanc, ce sont des aluminosilicates dont la structure est formée d'un empilement de feuillets [3].

Les argiles sont des roches sédimentaires de la couche superficielle de l'écorce terrestre, obtenus par dégradation physique (gel, cristallisation de sels...) et altération par l'hydrolyse des minéraux des roches éruptives et magmatiques (granites et basaltes) sous l'action physique et chimique des eaux de surface. [4]

I.1.2. Minéralogie des argiles

Les argiles appartiennent à la famille des phyllosilicates à structure en feuillets très étendus. Ces feuillets sont formés par la juxtaposition des couches structurales [5].

Leur structure est composée de deux unités :

- La couche tétraédrique ;
- La couche octaédrique.

Les différents groupes de minéraux argileux se différencient par l'arrangement de ces deux couches [6].

Les couches structurales sont à leur tour formées d'unités structurales de base, par empilement d'ions d'oxygènes et/ou d'hydroxyles en disposition hexagonale ou compacte.

Les particules argileuses ont un diamètre inférieure à $2\mu\text{m}$ [5].

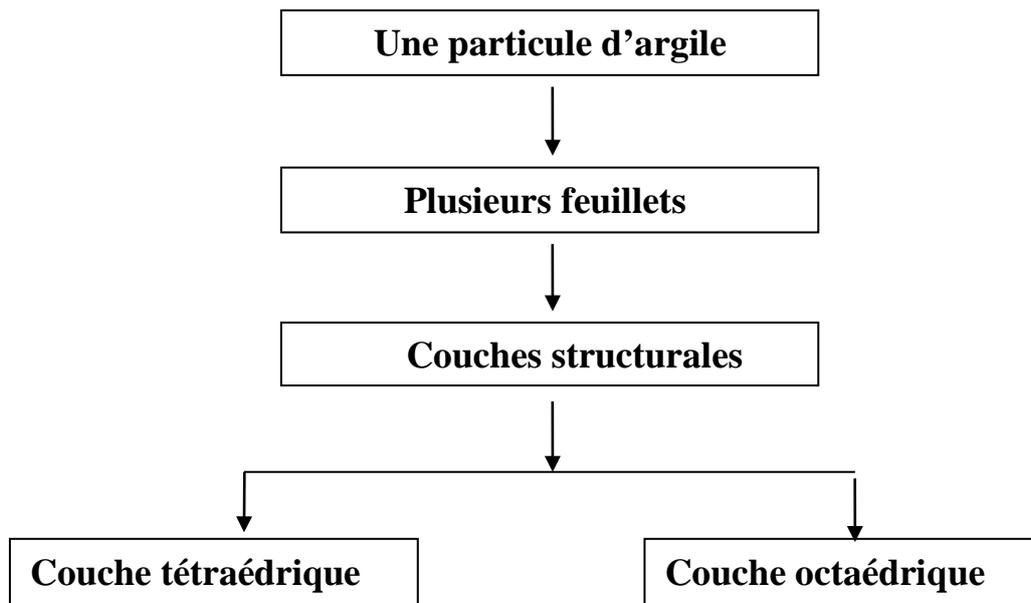


Figure I. 1 : Représentation de la structure minéralogique d'une particule argileuse [4].

I.1.3. Les principaux types des argiles

I.1.3.1. La kaolinite

À une couche d'octaèdres et une couche de tétraèdres, l'épaisseur du feuillet élémentaire est de 0.7nm. Ces feuillets élémentaires adhèrent assez fortement entre eux par leurs faces basales, des liaisons hydrogènes existantes entre les hydroxyles de la base d'un feuillet et les oxygènes du haut du feuillet en dessous [3].

I.1.3.2. Les illites

Cette argile est pauvre en magnésie, mais fortement calcique. Elle est d'une qualité inférieure à la montmorillonite, mais très efficace du fait de son pouvoir d'absorption. Elle est donc utilisée pour absorber les impuretés diverses en cataplasmes épais [7].

I.1. 3.3. Les Smectites

Ancienne famille des montmorillonites forment une famille nombreuse, bâtie sur le même modèle que les illites, mais l'empilement des feuillets élémentaires est désordonné : chaque feuillet est tourné dans son plan par rapport au précédent. Ce désordre et la faible charge des feuillets facilitent leur écartement. Peuvent se loger dans cet espace inter foliaire des cations divers. [4].

I.1.3.4. Les chlorites

Les chlorites sont connus dans les schistes cristallins, les roches hydrothermales et les altérations de nombreux silicates [7]. Il existe une grande variété, en raison des multiples substitutions homéotypiques possibles dans la structure [8].

I.1.3.5. La vermiculite

Fréquente dans les sols de la zone tempérée. La couche octaédrique contient du Fe et du Mg. La vermiculite est proche des illites et chlorite, mais montre des propriétés gonflantes [4].

Tableau I. 1. Classification des principaux types de minéraux argileux [9].

Type	groupe	Sous-groupe	Espèces
1 : 1	kaolinite	Kaolinite	Dickite,nacrite,kaolinite
			Métahalloysite , halloysite
2 : 1	Smectites	Smectites di octaédrique	Montmorillonite
		Smectites tri octaédrique	Saponite
2 : 1	Micas	Micas di octaédrique	Muscovite
		Micas tri octaédrique	Phlogofite
2 : 1 : 1	Chlorite	Chlorite di octaédrique	Sudoite
		Chlorite tri octaédrique	Espèces différentes

I.1.4. Classification des argiles :

Il existe différentes classifications des argiles, on distingue quatre groupes :

I.1.4.1. Minéraux de type 1 : 1 ou (T-O)

Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. L'équidistance caractéristique est d'environ 7.1 Å. À ce type correspond le groupe de la kaolinite [10].

I.1.4.2. Minéraux de type 2 : 1 ou (T-O-T)

La distance inter foliaire est de 10 Å, tel que le groupe des micas ou de 14 Å compte tenu des cations inter foliaires dans les smectites tétraédriques-octaédrique — tétraédrique ou 2/1 avec une couche octaédrique inter foliaire (soit 2/1/1 ou (T-O-T-O), le paramètre de feuillet est de 14 Å, tel que le groupe des chlorites [9].

I.1.4.3. Minéraux de type 2 : 1 : 1 ou (T-O-T-O)

L'argile est constituée par l'alternance de feuillets T-O-T et de couche octaédrique inter foliaire. L'équidistance caractéristique est alors d'environ 14 Å.

I.1.4.4. Minéraux inter stratifiés

Il existe bien entendu des minéraux interstratifiés formés d'un empilement régulier ou irrégulier de feuillets de deux types différents.

Lorsque l'un des feuillets est de type smectites, le comportement peut s'avérer gonflant. c'est le cas de la kaolinite montmorillonite, la saponichlorite, montmorillonite-mica, l'illite montmorillonite [10].

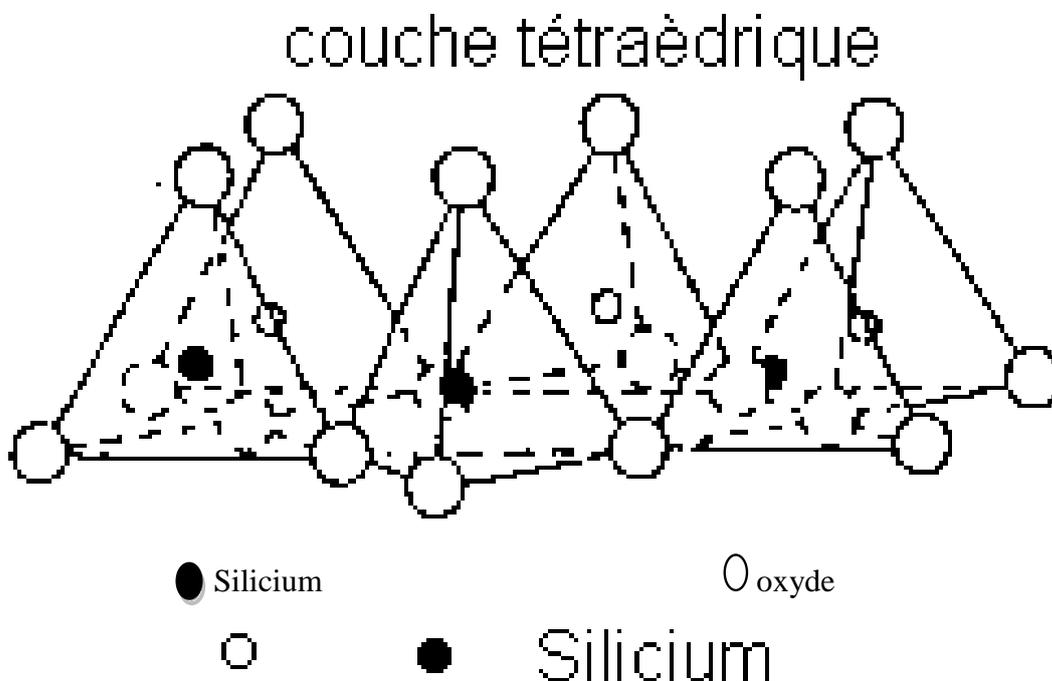


Figure I.2 : représentation schématique d'une couche tétraédrique

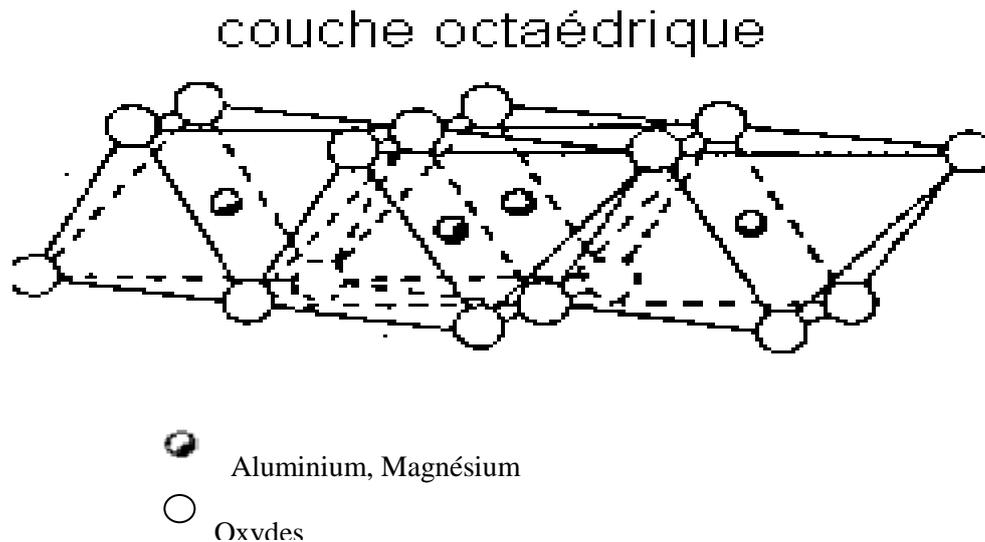


Figure I.3 : représentation schématique d'une couche octaédrique [11].

I.2. Les kaolins

I.2.1. Historique

Le mot est dérivé du mot chinois Gaoling, signifiant Collines Hautes, et qui désigne une carrière située à Jingdezhen, dans la province de Jiangxi, en Chine [12]. Le kaolin est en effet la matière première utilisée dans la fabrication de la porcelaine, découverte et invention chinoise qui a eu lieu à Jingdezhen. La technique de fabrication de la porcelaine n'a été introduite en Occident qu'au XVIII^e siècle par un jésuite français, le père d'Entrecolles, après qu'il en eut observé, à Jingdezhen, les secrets de fabrication [9].

I.2.2. Définition

Kaolin, aussi appelé l'argile blanche, friable et réfractaire, composé principalement de kaolinite [13]. C'est un **minéral naturel** de la famille des phyllosilicates. Il est composé de silicate d'aluminium hydraté, sa couleur blanche lui vient de son pourcentage élevé en alumine (environ 23%). Réputé pour son pouvoir cicatrisant [11], sa structure lamellaire (en feuillets) lui donne de **très bonnes propriétés couvrantes** [14].



Figure I.4 : kaolin

I.2.3. Humidité du kaolin

Dans le kaolin, l'eau existe sous deux formes différentes :

I.2.3.1. Eau d'absorption (eau hygroscopique)

C'est l'eau qui est retenue physiquement par adhérence aux particules argileuses. Elle ne rentre pas dans la formule du kaolin. Durant le chauffage, elle s'évapore sans aucune modification de sa forme cristalline.

I.1.3.2. Eau de constitution

C'est l'eau indiquée dans la formule du kaolin. Quand on chauffe l'argile au-dessus de 400°C, le réseau cristallin sera modifié et l'argile deviendra amorphe. [11]

I.2.4. Origine des Kaolins et minéraux associés

I.2.4.1. Les kaolins primaires ou kaolins résiduels

La plupart des argiles et minéraux argileux proviennent de la transformation de silicates primaires ou de roches volcaniques, sous l'influence de processus physiques et chimiques impliquant l'eau de la surface de l'écorce terrestre [15].

La kaolinite provient généralement de l'hydrolyse de n'importe quel minéral ou verre silicoalumineux. Par exemple la formation de kaolinite à partir de feldspath potassique peut s'écrire :



Le processus ci-dessus conduit à des kaolins dits primaires, en contact direct avec la roche silico-alumineuse qui leur a donné naissance. [16]

La kaolinisation des minéraux silico - alumineux suppose un lessivage total des éléments alcalins et alcalino-terreux (K, Na, Ca), du fer et le départ d'une partie de la silice ; on estime à environ 30 % la diminution de volume liée à ces lessivages deux fluides peuvent être à l'origine des phénomènes de kaolinisation :

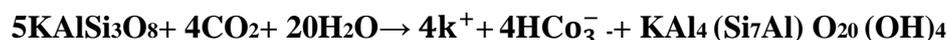
- ✓ Les eaux de surface (ou météoriques), en milieu tropical (< 40 °C)
- ✓ Les fluides hydrothermaux de température inférieure à 300°C (au-delà desquels la kaolinite n'est pas stable) qui donnent lieu à un lessivage supergène ou hypogène.[9]

Les kaolins résiduels sont généralement situés à la surface de la roche mère. Ils sont relativement purs, avec peu d'intrusion en leur sein [15].

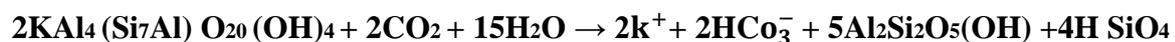
Si le drainage de ces roches par l'eau est abondant, ce processus géochimique naturel conduit directement à la formation de la kaolinite suivant la réaction :



En revanche, si le drainage est faible, le transfert de potassium est incomplet et il se forme de l'illite selon la réaction :



Lors d'un drainage ultérieur, cette illite peut poursuivre son hydrolyse, en expulsant le potassium, pour conduire alors à la kaolinite :



Des réactions analogues permettent de décrire l'hydrolyse de l'albite (feldspath sodique) directement en kaolinite ou en un composé intermédiaire (montmorillonite sodique). D'après Helgeson et Mackenzie toujours, dans les mêmes conditions d'hydrolyse, la formation de la kaolinite est dix fois plus rapide à partir de l'albite que des feldspaths potassiques. La figure 2.12 représente la coupe schématique d'un gisement de kaolin primaire [10].

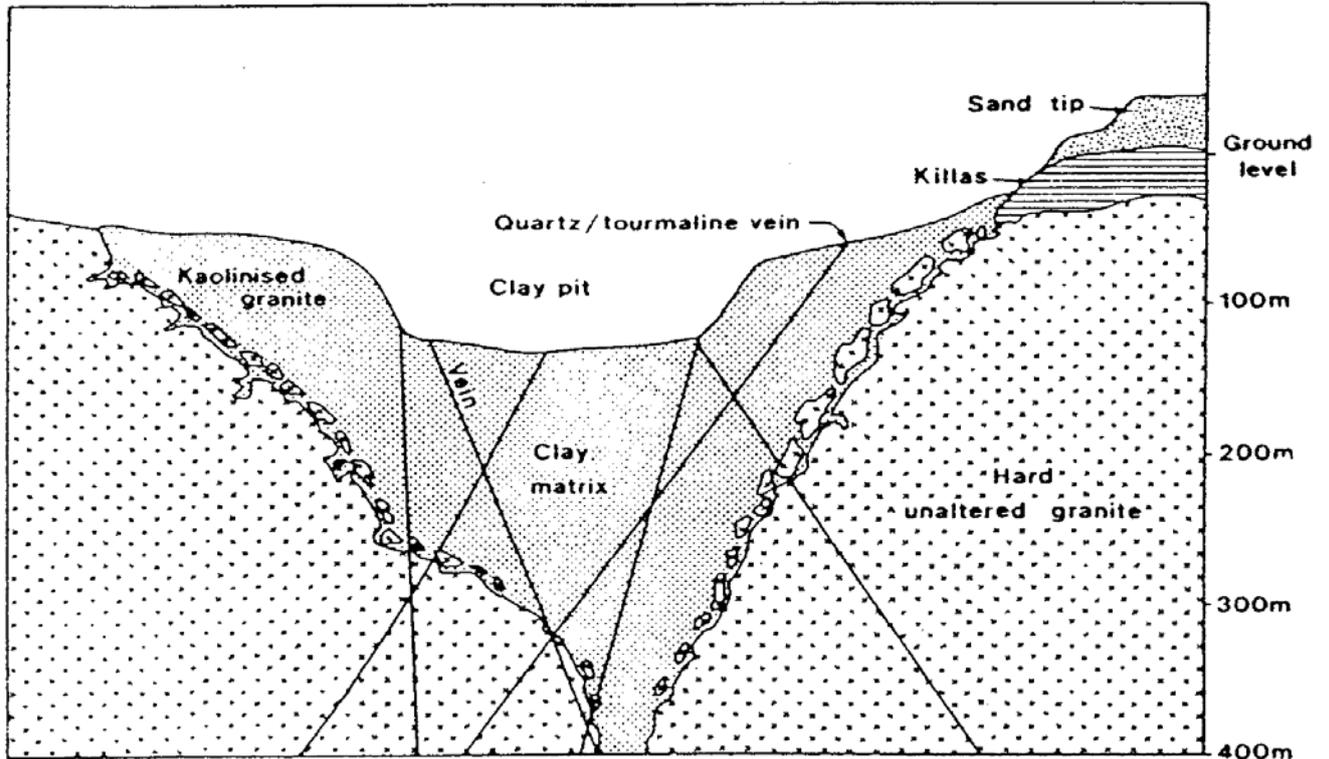


Figure I.5 : Coupe schématique d'un gisement de kaolin [10].

Tableau I.2 : la teneur massique d'un kaolin brut

Teneur massique En %	MgO	Fe ₂ O ₃	MnO	TiO ₂	CaO	K ₂ O	SiO ₂	Al ₂ O ₃	PAF	H ₂ O
Kaolin brut	Trace	0.450	0.028	0.45	0.1	00.85	30	12	41	45

I.2.4.2. Kaolins secondaires

Les kaolins dits secondaires ont pour origine les kaolins primaires pouvant être entraînés par les eaux de ruissellement. Ils se mélangent alors au sable et se déposent dans des fosses. Ils constituent alors des kaolins dits secondaires ou sédimentaires.

Il existe deux zones possibles pour la formation de ces dépôts :

I.2.4.2.1. En eau douce

Si les argiles, généralement chargées négativement dans l'eau, ne rencontrent pas de cations susceptibles de favoriser leur floculation, elles restent longtemps en suspension. Il s'ensuit un tri sélectif des éléments indésirables en fonction de leur aptitude à sédimenter. Les particules les plus lourdes, qui se déposent en premier, sont ainsi recouvertes par un kaolin riche en kaolinite. Les micas, formés de feuillets qui flottent également longtemps sur l'eau, se retrouvent alors généralement mélangés à la kaolinite [16].

I.2.4.2.2. En eau de mer

Au contact de l'eau de mer, riche en cations, près de 90% des argiles chargées négativement flocculent. Ces dépôts, qui forment alors des bouchons constitués de kaolinite, impure, sont communément appelés argiles kaolinitiques (mélange avec d'autres éléments tels que les micas, quartz, pyrites, etc.) [15].

I.2.5. Traitement du kaolin

Compte tenu, de la sensibilité du processus de kaolinisation à la modification des niveaux de circulation hydrothermale, aux variations de température dans la masse granitique et aux hétérogénéités de composition du granite, un kaolin présente généralement des caractéristiques différentes dans un même gisement. Pour avoir un produit commercialisable, aux propriétés constantes, il faut donc lui faire subir après extraction toute une série de traitements [16].

Un kaolin commercialisé satisfait généralement les conditions suivantes :

- rester blanc après cuisson à 1400°C ;
- présenter un diamètre maximum des grains (généralement de 20 µm), qui n'excède pas 50-63 µm.
- contenir au moins 80% en poids de kaolinite.

Plusieurs études ont été faites au sujet du comportement du kaolin au cours d'un traitement thermique. La première étape dans cette série de transformation est la réaction endothermique située dans le domaine de température entre 450-600°C chez la majorité des auteurs, elle est due en effet au dégagement de la totalité de l'eau de structure, comprise dans la kaolinite contenue dans le kaolin avec la formation d'une kaolinite déshydroxylée définie comme la métakaolinite ($Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$). S'agissant de la réaction exothermique située dans la limite du 980°C, elle représente un point d'inflexion chez les différents chercheurs, le

premier groupe suppose que cette réaction est due à la formation de l'alumine phase spinelle ($Al_2O_3\gamma$) [17], mais d'autres supposent la nucléation de la mullite et spinelle en même temps, le deuxième groupe suppose uniquement la nucléation de la mullite mais la supposition du premier groupe est prédominante.

Donc la transformation entre 1100-1200 °C est due à la formation du mullite ($3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$), cela ne traduit pas que la formation du mullite commence à partir de 1100°C, mais peut être à des températures inférieures de 1100°C [18].

I.2.6. Minéraux accessoires

Du fait de leur genèse, les kaolins contiennent divers minéraux accessoires, en diverses proportions selon leur origine directe ou indirecte. Parmi ceux-ci :

I.2.6.1 Les composés du fer :

Le fer présent dans le kaolin est essentiellement sous forme d'oxyhydroxyde et/ou d'oxyde sauf en présence de matières organiques. Le tableau 2.1 indique les différentes formes de fer dans les kaolins. Ces espèces minérales se transforment durant le traitement thermique ou se combinent partiellement avec les phases silico-alumineuses majoritaires. L'influence et la présence de ces minéraux sur la mullitisation des kaolins a été étudiées [16].

Tableau I.3 : Minéraux ferreux principaux pics en diffraction X.

Non	Goethite	Lépidocrocite	Akaganéite	Magnétite	Hématite
formule	$FeOOH\alpha$	$FeOOH\gamma$	$FeOOH\beta$	$Fe_3O_4\gamma$	$Fe_3O_4\alpha$

I.2.6.2. Les oxydes de titane

L'oxyde de titane TiO_2 se présente sous trois formes cristallines : l'anatase, le rutile et le brookite qui se retrouvent dans la nature altérée pouvant contenir diverses impuretés, Fe, Cr, V...etc. L'anatase et le rutile cristallisent dans le système quadratique (tétragonal), le brookite est orthorhombique. L'Anatase existe sous forme de particules fines qui donnent aux kaolins une couleur grise jaunâtre, elle se trouve généralement dans la roche en particules

individualisées libre de kaolinite. Les propriétés cristallines des trois variétés de titane sont regroupées dans le tableau.

Tableau I.4 : Les propriétés cristallines des trois variétés d'oxyde de titane

		Anatase	Brook ite	Rutile
Structure cristalline		Quadratique uni- axe (négatif)	Orthorhombique biaxe (positif)	Quadratique uni- axe (positif)
Densité (g/cm³)		3.9	4.1	4.23
Dureté de Mohs		5.5à6	5.5à6	7à7.5
Dimension maille en (nm)	de a	0.3758	0.9166	0.4584
	b	0.5436
	c	0.9514	0.5135	2.953

Dans les kaolins sédimentaires, les oxydes de titane peuvent atteindre 3,5 % en poids. Les kaolins primaires en contiennent beaucoup moins : environ 0,5 %. Les oxydes de titane existant dans la fraction d'argile du kaolin sédimentaire ont été identifiés principalement sous forme d'anatase, bien qu'un peu d'autres espèces telles que le leucoxene et le brookite également aient été détectées (Weaver, 1968). Ces oxydes de titane sont habituellement fortement souillés par le fer et en conséquence varient de jaune au brun foncé [9]

I.2.6.3. Les feldspaths

Les feldspaths résiduels sont les feldspaths qui ont résistés aux différents facteurs d'altération physico-chimiques externes. Les kaolins primaires contiennent presque toujours des feldspaths résiduels.

À l'inverse, ils sont inconnus dans les kaolins secondaires. Ils sont porteurs de potasse et/ou de soude et ont donc tendance à abaisser les températures d'apparition du verre.

I.2.6.4. Les matières organiques

Les matières organiques sont l'ensemble des constituants organiques d'un sol, morts ou vivants, d'origine végétale, animale ou microbienne, fortement transformés ou non. Les matières organiques qui ne représentent que quelques pourcents du poids du sol peuvent être divisées en trois fractions principales qui sont en constante évolution, interagissant les unes avec les autres :

- ✓ Les constituants vivants ;
- ✓ Les débris constitués de morceaux de racines, d'animaux, de feuilles ;
- ✓ L'humus, constitué de composés organiques issus de la dégradation des résidus précédents.

Dans les kaolins les matières organiques ne représentent qu'un très petit pourcentage. Elles participent à la coloration des kaolins crus. Elles disparaissent en général à des températures variant entre 400°C et 550°C. La présence de matières organiques s'accompagne d'un milieu réducteur dans lequel se développent fréquemment des sulfures.

I.3. Les eaux usées

I.3.1. Définition

Les eaux usées appelées eaux polluées souillées. chargées de différents éléments du fait qu'elles ont déjà été utilisées dans une activité [1]. Elles sont constituées d'eau à 99 %, le reste étant composé de matières de vidange, de déchets organiques et de détergents [19].

I.3.2. Origine des eaux usées :

Suivant l'origine des substances polluantes on distingue deux grandes catégories des eaux usées :

I.3.2.1. Eaux usées urbaines :

Elles proviennent des différents usages domestiques de l'eau. Elles sont essentiellement porteuses de pollution organique. Elles se répartissent en eaux ménagères, qui ont pour origine les salles de bains et les cuisines et sont généralement chargées de détergents, de graisses, de solvants, de débris organiques [20]... etc. Les eaux de vanne sont les rejets des toilettes, chargées de diverses matières organiques azotées et de germes fécaux [1].

Le tableau suivant regroupe certains paramètres indicateurs de pollution des eaux résiduaires urbaines en Algérie.

Tableau I.5 : Caractéristiques des eaux résiduaires urbaines en Algérie [21].

Paramètre	Valeurs
PH	7.5-8.5
Résidu sec (mg/l)	1000-2000
MES totales (mg/l)	150-500
DBO5 (mgO ₂ /l)	100-400
DCO (mgO ₂ /l)	300-1000
COT (mg/l)	100-300
NTK (mg/l)	30-100
N-NH ₄ ⁺	20-80
N- NO ₂ ⁻	< 1
N- NO ₃ ⁻	< 1
P (mg/l)	10-25
Détergents (mg/l)	6 - 13

I.3.2.2. Les eaux industrielles :

Elles sont très différentes des eaux usées domestiques. Leurs caractéristiques varient d'une industrie à l'autre. En plus des matières organiques azotées ou phosphorées [20]. Il apparaît difficile de classer les eaux usées industrielles en raison de la diversité des activités industrielles ainsi que la grande différence qui existe entre les rejets d'eaux usées de même activité [22]. Les principaux polluants transitant dans les eaux usées d'origine industrielles sont :

- ✓ Les métaux toxiques,
- ✓ Les toxines organiques,
- ✓ Les matières colorées,
- ✓ Les huiles et graisses,
- ✓ Les sels,
- ✓ La pollution organique [21].

En raison de leurs spécificités, certaines d'entre elles doivent faire l'objet d'un prétraitement de la part des industriels avant d'être rejetées dans les réseaux de collectes, elles ne sont mêlées aux eaux domestiques que lorsqu'elles ne présentent plus de danger pour les réseaux de collecte et ne perturbent pas le fonctionnement des stations d'épuration ou du milieu récepteur. [1]

I.3.2.3. le traitement des eaux usées :

En général, le traitement des eaux usées suppose une connaissance et une analyse des différents ensembles représentés par ses composantes physiques, chimiques et biologiques. [22]

Le traitement des eaux usées se fait en plusieurs étapes. Il a pour objectif de débarrasser l'eau de certaines matières organiques, matières solides, nutriments, organismes pathogènes et autres polluants, ou d'en réduire la quantité, avant d'être rejetées dans l'environnement ou d'être réutiliser [19].

I.3.3.1 Etapes de traitement des eaux usées :

Il existe plusieurs filières de traitements des eaux usées :

I.3.3.1.1. Le prétraitement :

a) Dégrillage :

Les eaux usées en provenance des égouts passent entre les barreaux métalliques d'une grille (ou d'un tamis) qui retiennent les déchets volumineux (papiers, feuilles matières plastiques...)

b) Dessablage

Les sables et graviers susceptibles d'endommager les installations en aval (ensablement de conduites, des bassins...) se déposèrent au fond de bassins conçus à cet effet, ils sont récupérés de différentes façons.

c) Dégraissage-déshuilage

l'injection de fines bulles d'air dans un bassin permet de faire remonter les huiles et les graisses en surface ou elles sont raclées selon le principe de l'écumage [24].

I.3.3.1.2. Les traitements primaires

Traitement physicochimique : 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 floculants tel le charbon actif en poudre [25].

I.3.3.1.3. les traitements secondaires

Recouvrent les techniques d'élimination des matières polluantes solubles (carbone, azote, et phosphore). Ils constituent un premier niveau de traitement biologique. Pour satisfaire la réglementation actuelle, les agglomérations de plus de 2 000 équivalents-habitants devront être raccordées à des stations d'épuration permettant un traitement secondaire des eaux usées. [19].

I.3.3.1.4. Le traitement biologique

Ce traitement consiste à une consommation de la matière organique contenue dans les eaux usées et d'une partie des matières nutritives (azote et phosphore) par des microorganismes.

Les techniques de traitement biologique les plus couramment employées sont :

- ✓ Les boues activées ;
- ✓ Les lits bactériens (bactéries fixées) ;
- ✓ Les biofiltre (bactéries fixées) ;

Des procédés membranaires sont utilisés depuis quelques années [24].

I.3.3.1.5. les traitements complémentaires :

Les traitements tertiaires ont pour but d'améliorer les caractéristiques d'une eau résiduaire après un traitement biologique .selon le niveau du rejet final recherché, ou la réutilisation envisagée, la gamme des traitements mis en jeu est plus ou moins étendue [25].

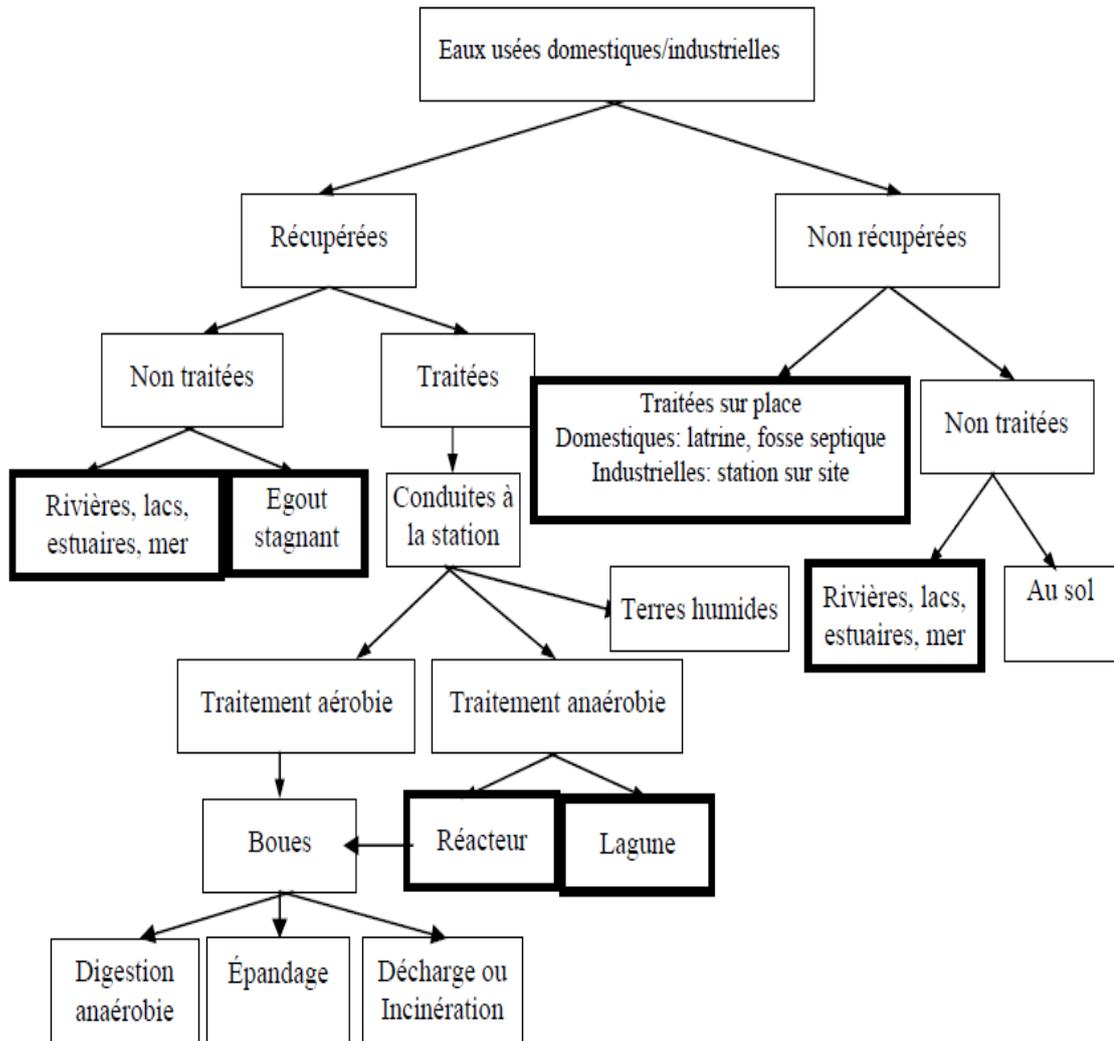


Figure I. 6 : Systèmes d'épuration et voies d'évacuation des eaux [26].

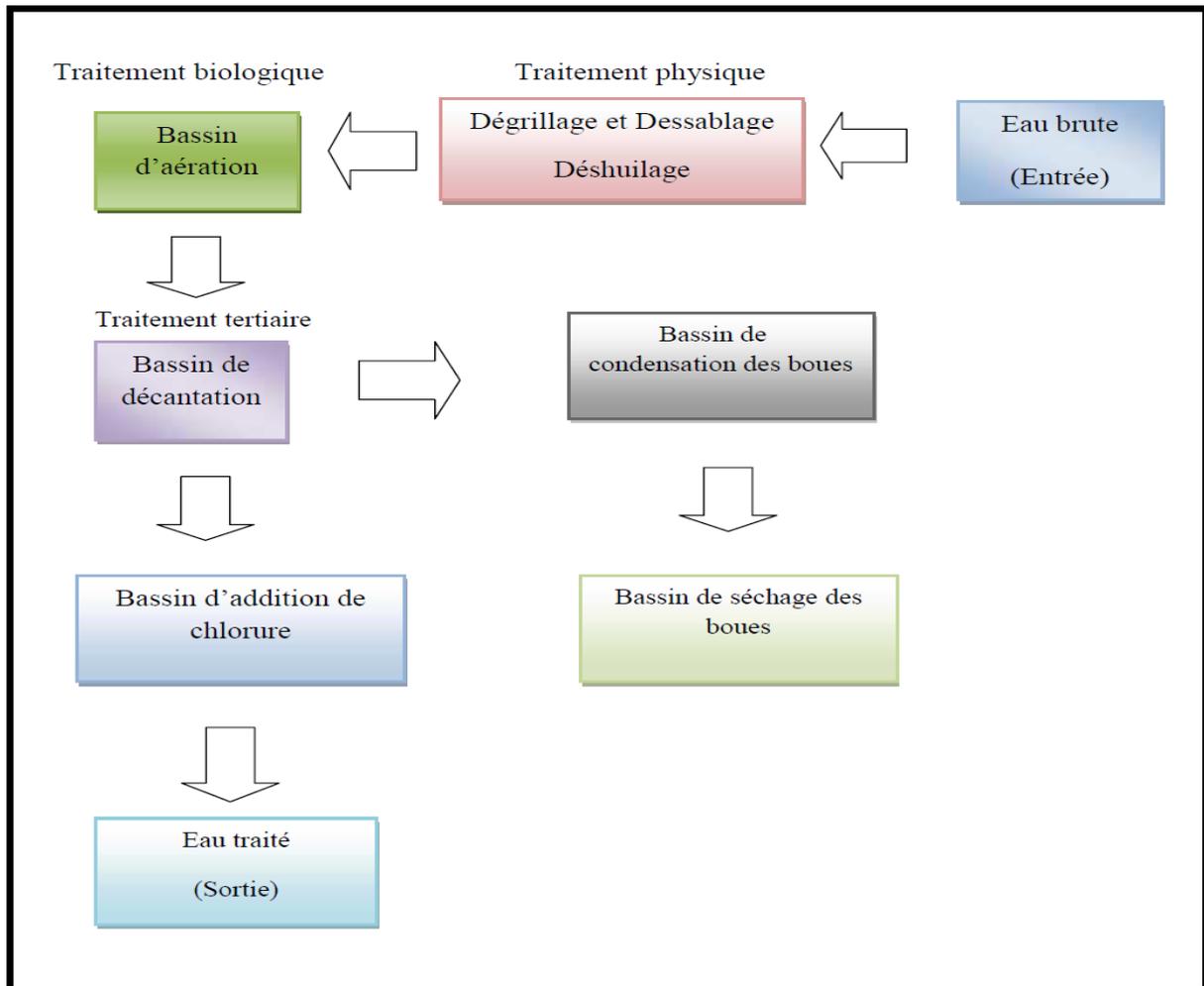


Figure I.7 : les filières de traitement des eaux usées [26].

I.3.4. Classification des Techniques de traitement des eaux usées

I.3.4.1 Les différentes techniques de dépollution

Elles peuvent être classées :

- ✓ en fonction de la nature des procédés employés,
- ✓ en fonction du lieu de traitement,
- ✓ en fonction du devenir des polluants.

Il faut noter que la réhabilitation d'un site mettra souvent en œuvre différentes techniques [27].

I.3.4.1.1. En fonction de la nature des procédés employés à savoir

✓ Les procédés physiques : le principe consiste à utiliser des fluides (eau ou gaz), présents dans le sol ou injectés, comme vecteur pour transporter la pollution vers des points d'extraction ou pour l'immobiliser.

✓ Les procédés biologiques : ils consistent à utiliser des micro-organismes, le plus souvent des bactéries (mais aussi des champignons et des végétaux), pour favoriser la dégradation totale ou partielle des polluants.

✓ Les procédés thermiques : ils utilisent la chaleur pour détruire le polluant (ex. : incinération), l'isoler (ex. : désorption thermique, thermolyse, etc.), ou le rendre inerte (ex. : vitrification, etc.).

✓ Les procédés chimiques : ils utilisent les propriétés chimiques des polluants pour, mieux orienter le processus de dépollution [25].

I.3.4.1.2. Classement en fonction du lieu de traitement

Les techniques de dépollution peuvent aussi être classées en fonction du lieu de traitement.

On distingue les traitements suivants :

✓ Traitements hors site (ou *ex-situ*) : ils supposent l'excavation/extraction du milieu pollué (déchets, terre, eau) et son évacuation vers un centre de traitement adapté (incinérateur, centre d'enfouissement technique, etc.).

✓ Traitements sur site (ou *on site*) : ils consistent à excaver les terres ou les eaux polluées et à les traiter sur le site même.

✓ Traitements in situ (ou en place) : ils correspondent à un traitement sans excavation : le sol et les eaux souterraines sont laissés en place. Il s'agit alors soit d'extraire le polluant seul, soit de le dégrader ou de le fixer dans le sol.

✓ Confinement : il consiste à empêcher / limiter la migration des polluants.

I.3.4.1.3 Classement en fonction du devenir des polluants

Les techniques de réhabilitation peuvent être classées en fonction du devenir des polluants. Il existe deux possibilités :

✓ L'immobilisation : elle met en jeu des techniques qui permettent de modifier la mobilité et/ou la toxicité des polluants par deux types de processus :

- Modification du polluant (changement du comportement, de la toxicité) en agissant sur le niveau d'oxydoréduction, la complexation, la précipitation ;
 - Modification du milieu récepteur : réduction de la perméabilité et de la porosité :
 - ✓ par solidification ou stabilisation,
 - ✓ par confinement,
 - ✚ La destruction (totale ou partielle) par les procédés chimiques, thermiques, physiques et biologiques précédemment cités. [26]
 - ✚ Parmi les méthodes de la dépollution des eaux, on trouve :
 - ✓ Les techniques visant à former une phase concentrée en polluant. Parmi les techniques reposant sur ce principe, on trouve par exemple l'évaporation, l'osmose inverse, ou la filtration.
 - ✓ Les techniques reposant sur l'extraction du polluant de la phase liquide : électrodéposition, électrolyse, adsorption, extraction liquide-liquide, échange ionique sur résines ou précipitation, floculation coagulation, décantation.
 - ✓ Les techniques entraînant la minéralisation des composés organiques par incinération, pyrolyse, biodégradation ou dégradation catalytique [28].

I.3.6 Utilisation du kaolin dans le traitement des eaux usées

La kaolinite est formée de l'empilement d'une couche de cations tétraédriques et d'une couche de cations octaédriques. Il résiste jusqu'à une température avoisinant les 1 750 °C sans se ramollir ni se déformer ; le kaolin n'est pas attaqué par les acides et les bases diluées, mais il se décompose sous l'action de l'acide sulfurique concentré.

Notre objectif est d'étudier le traitement des eaux usées à partir du kaolin nous allons chercher dans notre travail un nouveau procédé qui ne nécessite pas la séparation du sulfate d'alumine et de la silice pour l'application en traitement des eaux du fait que la silice aide à la floculation.

Pour mesurer l'efficacité des nouveaux produits obtenus, des essais avec la méthode d'adsorption seront effectués sur l'eau usée du complexe CEVITAL.

I.3.6.1 Pouvoir d'absorption

Cette capacité d'absorption ou d'attraction est très forte, puisqu'elle se manifeste non seulement sur les substances avec lesquelles elle est en contact direct, mais également sur celles qui sont à distance [26].

I.3.6.2 Pouvoir de fixation

Le kaolin a le pouvoir de lier à lui les substances avec lesquelles il entre en contact. Cette propriété est couramment utilisée pour purifier l'eau. Certains peuples d'Afrique utilisent cette propriété afin de purifier l'eau qu'ils puisent.

Pour réaliser notre travail, Nous avons utilisé le kaolin de Tamazert provenant de la région d'El-Milia à Jijel dans l'objectif est de traiter les eaux usées huileuses du complexe agroalimentaire CEVITAL en utilisant la méthode d'adsorption et d'absorption.

La démarche expérimentale adoptée par notre travail, consiste à effectuer des manipulations dans le sens suivant :

- Préparer mécaniquement le Kaolin ;
- Broyer et tamiser le Kaolin puis obtenir les fractions choisies et retenues pour notre expérimentation ;
- Peser les quantités exactes pour chaque manipulation ;
- Préparer les dilutions de l'eau usée ;
- Procéder aux analyses en suivant le protocole choisi.

II.1 Caractéristique du kaolin de Tamazert

Le kaolin de Tamazert est situé dans la région d'El-Milia (Nord Est algérien) [29]. Découvert en 1925, il est exploité depuis 1932 [30], c'est un gisement primaire, la roche brute est si pauvre en kaolinite (~ 20%) que certains n'hésitent pas à l'appeler sable de Tamazert, précisément à cause de la concentration très élevée en quartz [29]. La roche primaire de feldspath orthose s'est décomposée en donnant différents minéraux, principalement de la silice libre, du mica, de la kaolinite et des impuretés d'oxydes métalliques avec une proportion appréciable d'oxyde de fer. Il est exploité à ciel ouvert. Le kaolin est surtout utilisé dans l'industrie des céramiques. Il est caractérisé par sa blancheur et une bonne cristallinité [30].



Figure II.1: Photo du gisement de kaolin (Tamazert, NE Algérie) en cours d'exploitation [33].

II.1.1 Le KT3B

Le KT3B est le Kaolin de Tamazert 3^{ème} nuance enrichi et blanchi à l'aide de l'acide sulfurique [29]. Ce kaolin enrichi est de meilleure qualité et traité chimiquement pour éliminer les oxydes et hydroxydes de fer libre.

Ils sont composés principalement de kaolinite, de minéraux de mica et de quartz. Leur grain est grossier et ils ne sont pas plastiques en les comparants à la plupart des argiles sédimentaires [30].



Figure II.2. : Le KT3 (photo prise le 01/4/2014)

Tableau II.1 : les principales raies de la kaolinite, du mica et du quartz observées sur le diffractogramme du kaoli KT3 [30]

	<i>Kaolinite</i>	<i>micas</i>	<i>quartz</i>	<i>Feldspath</i>
%	77	7	6	<2

II. 1. 1. 1. Caractérisation du KT3B

a) Analyse par DRX

Une analyse au DRX permettra de mettre en évidence les phases cristallines du Kaolin retenu pour notre étude

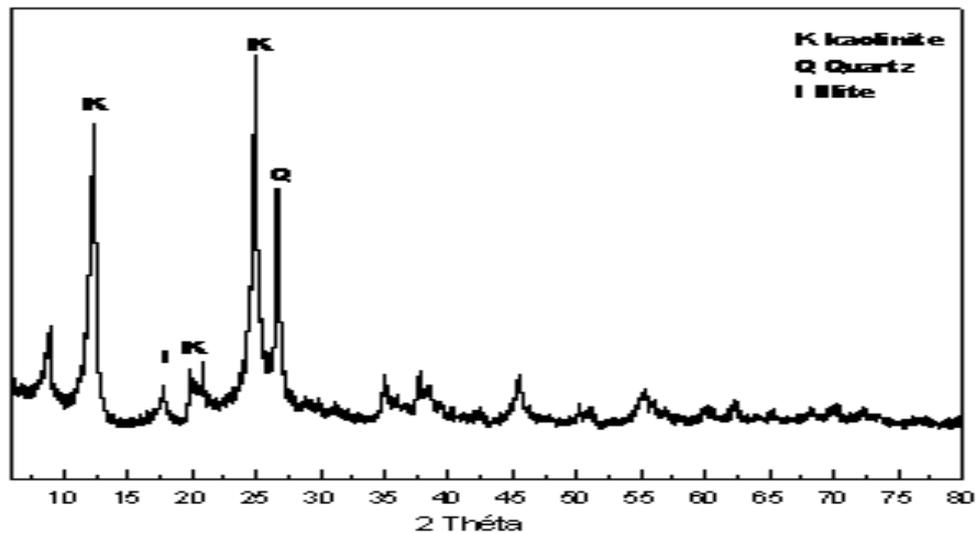


Figure II.3. : diagramme de la DRX pour le Kaloin KT3B

L'identification de ce minéral par DRX se fait essentiellement par l'observation de l'équidistance principale (7\AA) et de celle des raies intenses.

La Figure représente le diffractogramme de l'échantillon KT3B. Trois phases cristallines, sont identifiées : la kaolinite, le quartz et l'illite.

b) Observation sous MEB



Figure II.4. : kaolin de tamazert vue sous MEB

Selon l'origine minéralogique de la substance kaolinique et le mode de broyage subi pour la réduire en poudre, les particules auront des formes très différentes.

Le kaolin de Tamazert (Figure II.4) se présente sous forme de plaquettes hexagonales, parfois remarquablement bien développées, cependant, on constate une certaine disparité dans les tailles des particules. Les dimensions des cristaux sont de l'ordre de μm .

II.2 La préparation de l'échantillon KT3B

II.4.1 Le broyage

Le KT3B doit être séché dans l'étuve pendant 24h pour éviter l'absorbance de l'humidité par ce dernier, puis il doit être broyé à l'aide d'un broyeur. (Dans notre travail nous avons utilisé le broyeur manuel).

II.4.2 Le tamisage

Cette phase permettra l'obtention des différentes fractions. Cette opération est effectuée grâce à une colonne de tamis (1mm ; 250 μm et 63 μm) emboîtés, les uns sur les autres dans un ordre de progression croissante des ouvertures des mailles du bas en haut.



Figure II.5. : le tamisage du kaolin KT3B (photo graphique originale 04/04/2014)

II.4.3 la pesée

Afin de préparer les différentes fractions, on pèse des quantités de 5mg ; 10mg ; 20mg ; de chaque fractions à l'aide d'une balance à précision.



Figure II.6 : balance de précision (photo prise le 04/ 04/2015)

II.5 L'eau usée utilisée :

Les eaux traitées sont les eaux usées huileuse de CEVITAL. Nos prélèvements sont effectués sur des rejets.



Figure II.7 : eaux usées huileuse de CEVITAL (.photo prise le 04/2015)

II.5.1 Préparation de l'eau usée

A partir de l'eau usée huileuse de CEVITAL on prépare les dilutions de $1/10^{\text{ème}}$ et de $1/15^{\text{ème}}$

- ✓ Une dilution de $1/10^{\text{ème}}$ est obtenue en utilisant 1ml d'eau usée huileuse de CEVITAL ajoutée et mélangée avec 9ml de l'eau de robinet.
- ✓ Pour avoir un litre d'eau diluée à $1/10^{\text{ème}}$ on prend 100ml de l'eau usée de CEVITAL on la mélange avec 900ml de l'eau de robinet
- ✓ Pour une dilution de $1/15^{\text{ème}}$ on utilise 1ml d'eau usée huileuse de CEVITAL, qu'on mélange avec 14ml de l'eau de robinet.
- ✓ Pour obtenir un litre d'eau diluée à $1/15^{\text{ème}}$ on prend 100ml de cette eau usée on ajoute 1400 ml de l'eau de robinet on va avoir 1.5L.



Figure II.8 : dilution 1/15(photo prise le 04/2015)

On prépare les dilutions avec l'eau de robinet.

II.6 La méthode d'adsorption

II.3.1 Définition d'adsorption

L'adsorption est un phénomène physico-chimique interfacial et réversible provoquant l'accumulation des molécules de soluté dans l'interface solide-liquide ou solide-gaz [33].

La capacité d'adsorption de l'adsorbant dépend de la surface développée ou surface spécifique du matériau [34]. Certains adsorbants ont la surface des pores comprenant des

fonctions organiques tels que les groupements hydroxyles permettant la formation de liaison hydrogène, tandis que d'autres substances possèdent une structure ionique qui conduit à la présence de champs électrique intense dans les pores [11].

De nombreuses études ont abordé le principe de l'adsorption comme technique d'élimination des métaux en solution.

L'isotherme d'adsorption est une courbe qui représente la relation entre la quantité adsorbée par unité de masse de solide et la concentration de la phase fluide. On obtient une telle courbe à partir des résultats d'essais de laboratoire effectués à une température constante. Pour ce fait, on introduit des quantités connues de solide dans des volumes de solution à traiter, et après un temps de contact donné, et la fraction qui convient.

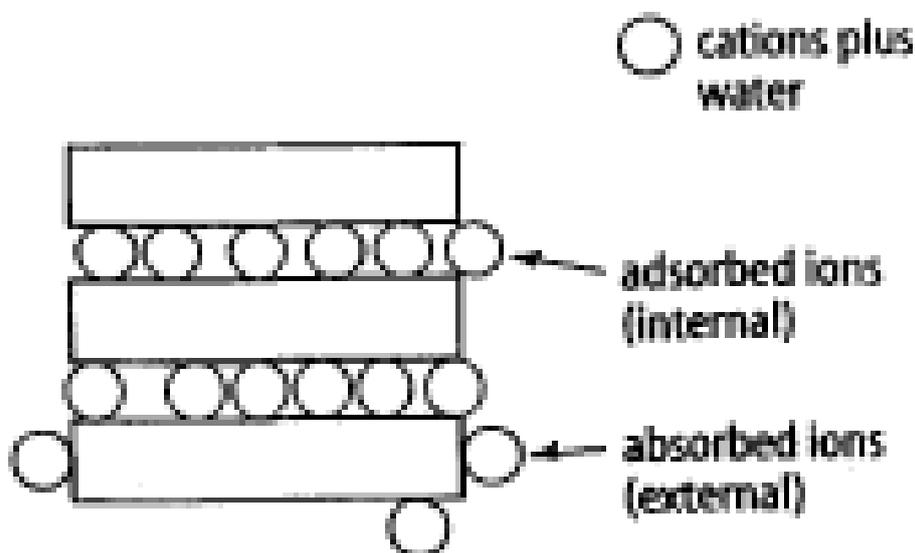


Figure II.9. :le phénomène d'adsorption et d'adsorption

II.6.2 Capacité d'adsorption du kaolin

Le kaolin appartenant à la famille halloysite, utilisé comme adsorbant pour éliminer les métaux lourds [11], il est activé par traitement à l'acide pour être utilisé comme un adsorbant alternatif à faible coût efficaces et prometteur pour l'élimination des colorants anioniques de tannerie. Les Kaolins de Tamazert activés ont un bon potentiel élevé pour le retrait [35].

a) Capacité d'échange cationique

La capacité d'échange de cation (CEC) est définie par le nombre de charges échangeables par une masse donnée d'argile. Elle s'exprime en milléquivalent par 100 g

d'argile. Cette caractéristique est fonction de la nature de l'argile (type d'argile), de ses caractéristiques cristallographiques, de ses cations et du pH du milieu. La C.E.C du kaolin est assez basse, elle dépasse rarement 20mécq/100g, elle correspond aux effets de bords des feuillets

b) Surface spécifique

L'aire spécifique d'un matériau argileux est une propriété essentielle et est mesurée par l'isotherme d'absorption de l'azote ce qu'on appelle BET. Le kaolin a une valeur théorique de surface spécifique de 20 m²/g de environ.

c) Substitution dans la kaolinite

Par rapport aux autres phyllosilicates, la composition des minéraux de la famille de la kaolinite est relativement constante [10]. Ce qui indique que les kaolinites naturelles présentent relativement peu de substitutions. Range et al. (1969) signalent de faibles échanges Si⁴⁺/Al³⁺ en couche tétraédrique.

En ce qui concerne les substitutions octaédriques, il est prouvé grâce aux techniques spectrométriques (RPE, Mössbauer) que le fer peut se substituer à l'aluminium.

La substitution octaédrique par le titane est supposée mais n'est pas prouvée. Weaver (1976) a montré que le titane pouvait se présenter sous forme d'amorphes de petite taille intimement associés à la surface de la kaolinite.

La présence de chrome substitué à l'aluminium a été mise en évidence par Macksimovic et al. (1981) par spectrométrie infrarouge puis par spectrométrie RPE par Mosser et al. qui montrent une possible substitution octaédrique par des ions Cu²⁺.

II.7 Matériels utilisés

Au cours de notre travail nous avons utilisé un ensemble d'ustensiles et d'équipements, à savoir de la verrerie et des appareils de mesure, dont on cite :

a. Verreries

- Béchers de 100 et 250 ml.
- Pipettes de 10 et de 2 ml.
- Spatule.
- L'erlenmeyer de 1L

- Papier aluminium
- Une bouteille pour l'eau distillé
- Un Baro mgnétique.
- Un agitateur

b. équipements

- Turbidimètre.
- pH-mètre
- Conductimètre
- Multi paramètre (mesure le TDS et la conductivité)
- Thermomètre

II.8 Les analyses instrumentales

Au cours de notre expérimentation nous avons utilisés des équipement de mesure afin d'enregistrer les résultats obtenus et l'ensemble de ces appareils est représentés dans le tableau II.2.

Tableau II.2 : Les méthodes d'analyse utilisées

Paramètres mesuré	Méthodes utilisées ou Appareils
La température	Thermomètre
pH	pH-mètre
La conductivité	Conductimètre multi paramètre
TDS	Multi paramètre conductimètre
Turbidité	Turbidimètre

II.9. Compagne de prélèvement

Le prélèvement s'est effectué de manière manuelle dont les informations sont les suivantes

- ✓ Identité des préleveurs ; étudiants

- ✓ Date et heure de prélèvement ; 28/03/2015 à 10 :00 du Motif de la demande : d'analyse Pédagogique dans le cadre de la réalisation d'un projet de fin d'étude
- ✓ Point de prélèvement d'eau ; cevital (unité de raffinage, atelier de traitement des eaux)
- ✓ Conditionnement de l'eau (bouteille en verre)
- ✓ Origine de l'eau : rejet des eaux huileuse de Cevital.

II.10 Mesure de la température

La température de l'eau joue un rôle non négligeable dans l'intensité de la sensation de l'eau. Elle est le facteur le plus apprécié pour une eau destinée à l'irrigation, elle est mesurée par un thermomètre, nous avons immergé le thermomètre dans l'eau, après un temps de stabilisation, il nous a été permis de lire la valeur de 23°C.

II.11 Mode opératoire

Pour tester l'effet d'absorption des polluants sur le Kaolin, des essais au laboratoire ont été réalisés avec un turbidimètre, un multi paramètre et un pH-mètre pour mesurer la turbidité, la conductivité, les TDS le pH respectivement et cela avant et après le traitement. Suivant le protocole nous avons mené nos manipulations dans l'ordre suivant:

- 1- Dans un erlenmeyer, on verse 1L d'échantillon d'eau usée de dilution 1/10^{ème},
- 2- On prend un sous échantillon d'un volume de 50ml dans un bécher à l'aide d'une pipette.
- 3- On mesure son PH, sa turbidité, ses TDS et sa conductivité avant le traitement.



Figure II.10. : l'analyse de l'eau usée avant le traitement (photo prise le 04/2015)

4-On prend une quantité du kaolin de fraction et de quantité définis on le mélange avec notre échantillon d'un volume de 1 L de l'eau usée d'une dilution de $1/10^{\text{ème}}$.

5-On place l'erlenmeyer sur un agitateur rotatif pendant 20min avec une vitesse d'agitation de 200 tours/minute.

6- on prélève des quantités de 50ml de cet échantillon pour les analyser selon des pas de temps de 5min, 10min et 20min,

7-On mesure le PH, la turbidité, les TDS et la conductivité à l'aide des appareils mentionné au-dessus.

8-Dans chaque essai on prend un litre de l'eau usée (volume à respecter).

9-Après l'arrêt de l'agitation et l'analyse on enregistre les résultats obtenus dans un tableau.

Remarque : la manipulation sera refaite selon le même mode opératoire pour une dilution de $1/15^{\text{ème}}$, pour des fractions de 1mm, $250\mu\text{m}$ et $63\mu\text{m}$, pour des temps d'agitation de 5, 10 et 15 minute.

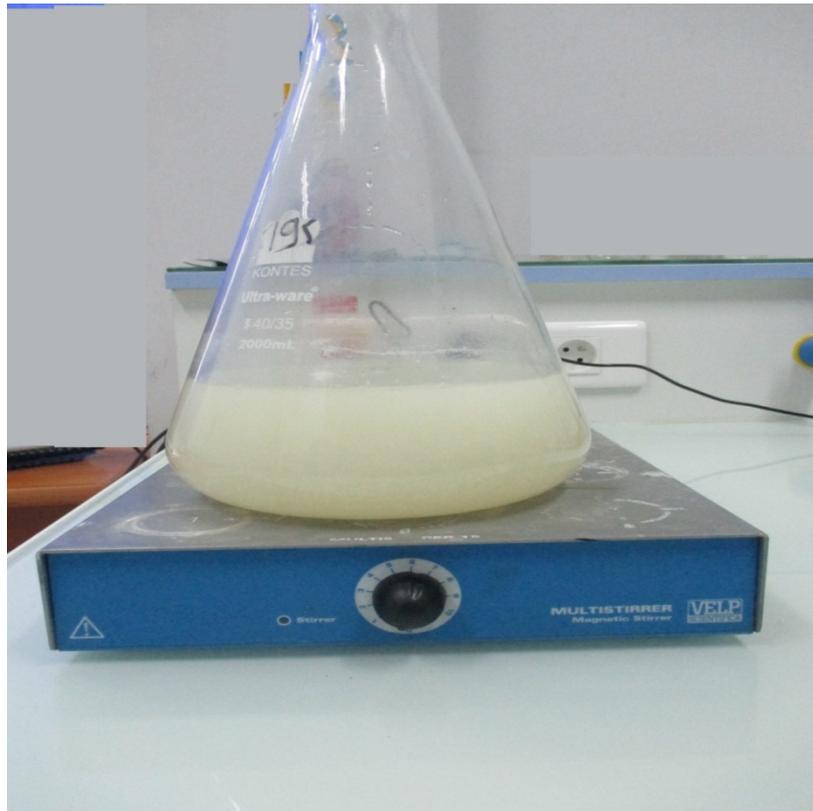


Figure II.11. : L'agitation lors du traitement de l'eau usée (photo originale 04/2015)

II.11 Paramètres physiques

II.11.1 Potentiel Hydrogène (pH) :

Le pH est déterminé à l'aide d'un pH- mètre. Le pH donne une indication sur l'acidité d'une substance. Il est déterminé à partir de la quantité d'ions d'hydrogène hydronium (H^+) ou d'ions hydroxyde (OH^-) contenus dans la substance [36].

On prend environ ≈ 100 ml d'eau à analyser et on met un agitateur avec une faible vitesse d'agitation, on trempe l'électrode dans le bécher et on le laisse se stabiliser un moment avec une faible vitesse d'agitation, la valeur du pH d'eau est inscrite sur l'appareil.



Figure II.12: PH-mètre (photo originale04/2015)

II.11.2- Conductivité électrique :

La conductivité est la capacité d'une solution, d'un métal ou d'un gaz –autrement dit de tous les matériaux – à faire passer un courant électrique. Dans une solution, ce sont les anions et les cations qui transportent le courant alors que dans un métal ce sont les électrons [37].

On immerge le multi paramètre dans l'échantillon. La valeur de la conductivité est inscrite directement sur l'afficheur de l'appareil.

II.11.3 Détermination des TDS

TDS signifie total des solides dissous et représente la concentration totale des substances dissoutes dans l'eau. Le TDS est composé de sels inorganiques et de quelques matières organiques [38].

On prend environ ≈ 100 ml d'eau à analyser et on immerge le multi paramètre dans l'échantillon, on laisse stabiliser un moment puis on lit la valeur du TDS.



Figure II.13 : Multi paramètre utilisé dans notre étude (photo originale 04/2015)

II.11.4 La Turbidité

La turbidité est la mesure de l'aspect plus ou moins trouble de l'eau; c'est l'inverse de la limpidité. Techniquement, la turbidité correspond à la propriété optique de l'eau permettant à une lumière incidente d'être déviée (diffraction) ou être absorbée par des particules plutôt que transmise en ligne droite [39].

On Rempli le tube de mesure avec l'échantillon environ 10ml ;
On sèche le tube de mesure puis on l'introduit dans la chambre ;
On la Ferme un instant on lit directement la valeur de la turbidité.



Figure II.14 : Turbidimètre utilisé dans le cadre de notre étude (photo originale 04/2015)

PREAMBULE

Dans notre étude nous avons utilisé les eaux usées huileuses, la composition et la quantité de ces dernières sont liées à divers facteurs notamment aux substances des rejets du complexe CEVITAL.

Les représentations graphiques utilisées montrent les résultats d'adsorption des éléments existant dans les eaux usées par le kaolin en utilisant la méthode d'adsorption.

Dans chaque essai, on varie les paramètres suivants : la quantité du Kaolin, la fraction du kaolin ainsi que le temps d'agitation selon deux dilutions différentes à une température ambiante égale à 23°.

III.1 Résultats et discussions des traitements des eaux usées huileuses par le Kaolin KT3B

Le traitement par le kaolin se fait durant 20minutes avec une agitation à 200tours/minutes. Nous effectuons des prélèvements périodiques toutes les 5minutes, 10minutes et 20minutes (prélèvement d'eau pour analyse). La manipulation se fait pour deux dilutions différentes à savoir pour le 1/10^{ème} et 1/15^{ème}.

Les résultats obtenus sont représentés graphiquement comme suite :

Type de graphique : Histogramme.

✓ Classes d'Histogramme : représente l'ensemble des résultats obtenus en fonction de la variation des quantités de Kaolin injectées dans l'eau à traiter (5 mg, 10 mg, 20 mg) et en fonction des temps d'agitation pour une même fraction.

✓ Bouquets : représente l'ensemble des résultats obtenus en faisant varier juste le temps (avant le traitement, après le traitement : 5min, 10min, 20 min), mais appartenant à une seule quantité et une seule fraction de Kaolin utilisé.

✓ La barre : représentée en couleur, renvoie aux résultats obtenus par l'utilisation d'une seule fraction, une seule quantité et un seul temps d'agitation.

Remarque : la barre bleue représente la valeur enregistrée avant l'ajout du kaolin, considéré comme référence de la comparaison (le témoin).

III.1.1. La variation de la turbidité

III.1.1.1 la dilution de 1/10^{ème}

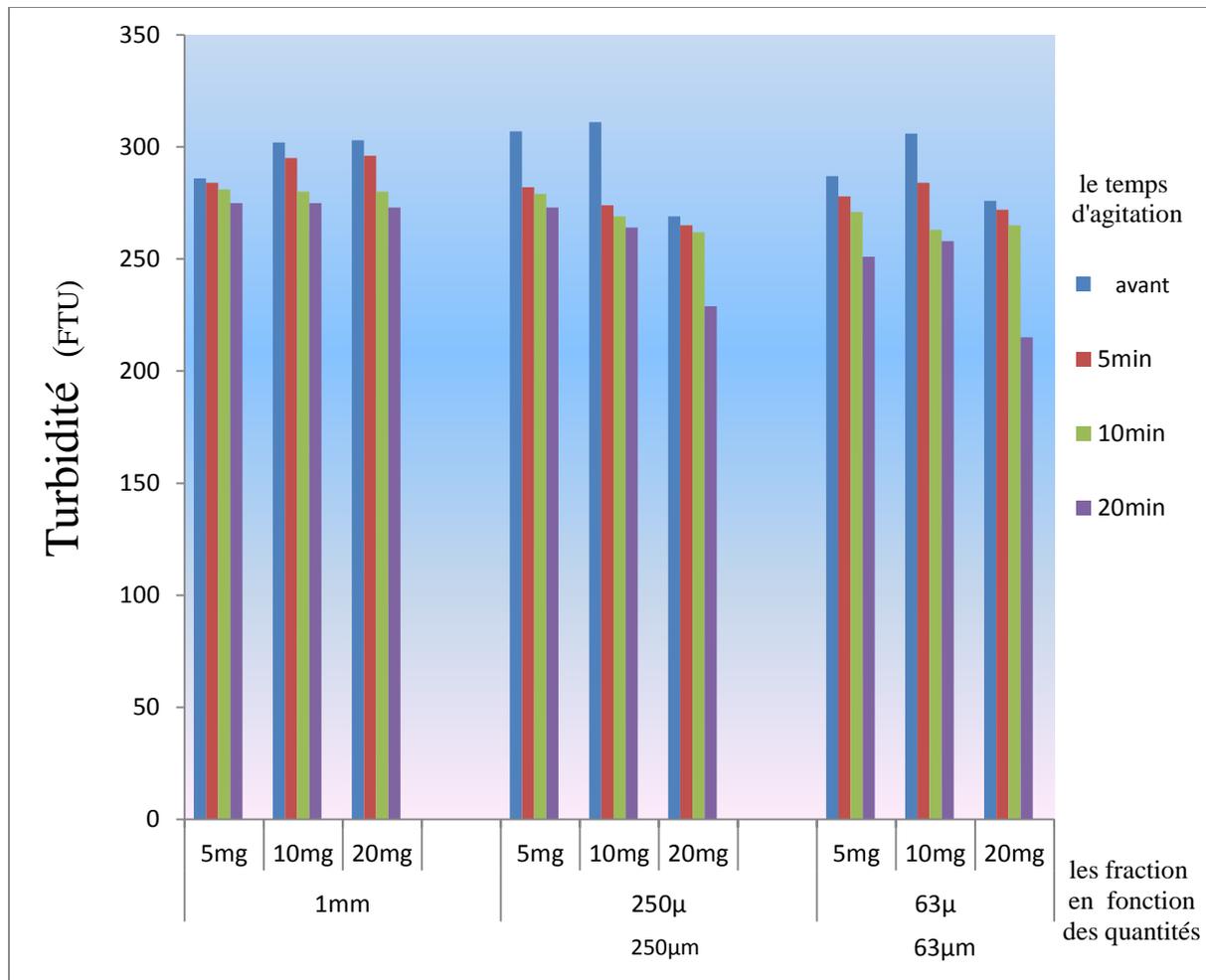


Figure III.1. : La variation de la turbidité de l'eau usée à une dilution de 1/10 traitée par le kaolin.

a) présentation des résultats

a.1) La première classe

✓ La plus grande valeur égale à 296 FTU est représentée par la barre rouge de 3^{ème} bouquet correspond à une manipulation réalisée avec quantité de 20 mg et une fraction de 1 mm, pour un temps d'agitation de 5 min.

Bilan : La turbidité a diminué par rapport au témoin qui est égal à 303FTU, la différence est de 7 FTU.

✓ La plus petite valeur qui est égale à 273 FTU est représentée par la barre violette du 3ème bouquet correspondant à une manipulation réalisée avec une quantité de 20 mg d'une fraction de 1 mm pour un temps d'agitation qui est égale à 20 min.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin qui est égal à 303FTU d'un taux de 30 FTU.*

a.2) La deuxième classe

✓ La plus grande valeur qui est égale à 282 FTU est représentée par la barre rouge du 1er bouquet qui correspond à une manipulation réalisée avec une quantité de 5 mg et une fraction de 250 µm durant 5 min de temps d'agitation.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin qui est égal à 307FTU d'un taux de 25 FTU.*

✓ La plus petite valeur enregistrée est 229 FTU représentée par la barre violette du 3ème bouquet correspondant à une manipulation réalisée avec une quantité de 20 mg et de fraction de 250 µm et un temps d'agitation égalant à 20 min.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin de 269FTU de turbidité d'un taux de 40 FTU.*

a.3) **La troisième classe**

✓ La plus grande valeur est de 284 FTU est représentée par la barre rouge du 2^{ème} bouquet relative à une manipulation réalisée avec une quantité de 5 mg de kaolin et une fraction de 63 µm pendant un temps d'agitation qui égale à 5 min.

Bilan : *La turbidité est diminuée par rapport au témoin qui égale à 307FTU d'un taux de 22 FTU.*

✓ La plus petite valeur qui égale à 215 FTU est représentée par la barre violette du 3ème bouquet, elle est obtenue avec l'utilisation d'une quantité de 20 mg d'une fraction de 63 µm durant 20 min d'agitation.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin qui est égale à 76FTU donnant un taux de diminution de 61 FTU.*

b) Interprétation :

Le meilleur résultat offre une réduction de 61FTU, obtenu par le triplet représenté par la barre violette du troisième bouquet, ce résultat est obtenu par l'utilisation d'une quantité de 20 mg de Kaolin et une fraction de 63 µm pendant un temps d'agitation de 20minutes.

On observe une diminution de la turbidité dans les eaux usées de dilution 1/10^{ème} :

✓ lorsqu'on augmente le temps d'agitation, on remarque que la turbidité diminue de plus en plus.

✓ Lorsqu'on diminue la granulométrie du kaolin, on remarque la diminution de la turbidité.

✓ Lorsqu'on augmente la quantité du kaolin, on remarque la diminution de la turbidité

Une diminution de la turbidité signifie que l'eau usée se clarifie et que les éléments qui turbinent l'eau diminuent [29], ce qui confirme l'absorption des polluants et des métaux existants dans cette dernière par le kaolin [40].

III.1.1.2 la dilution de 1/15^{ème}

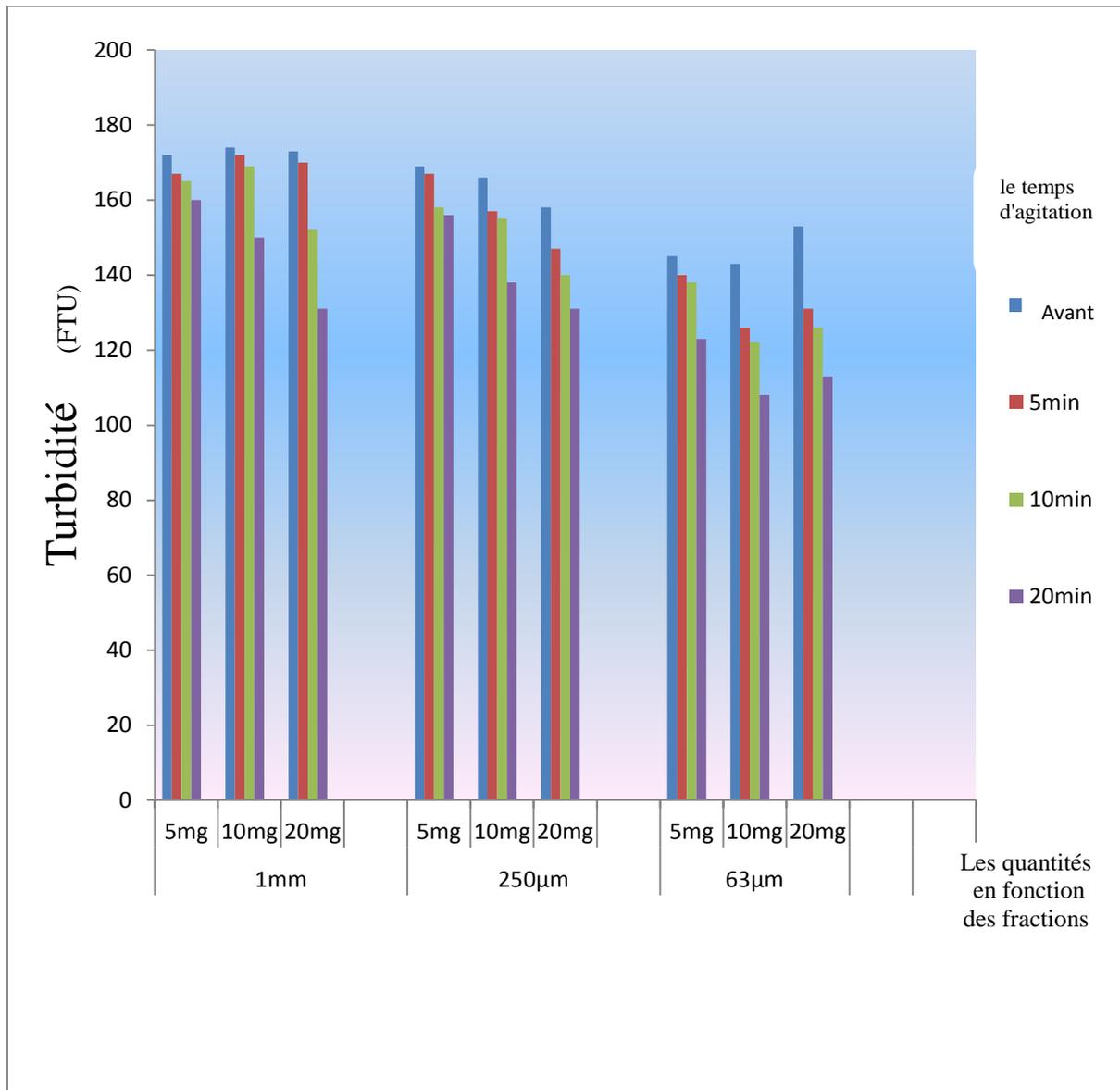


Figure III.2 : La variation de la turbidité de l’eau usée de dilution 1/15 traitée par le kaolin.

a) **Présentation des résultats :**

a.1) La première classe :

✓ La plus grande valeur est égale à 172 FTU, elle est représentée par la barre rouge du 1^{er} bouquet, elle correspond à une manipulation réalisée à avec une quantité de 10 mg de Kaolin d’une fraction de 1 mm pendant un temps d’agitation de 5 min.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin qui égale à 174FTU voir taux de diminution de 2 FTU .*

✓ La plus petite valeur enregistrée est de 131 FTU, elle est représentée par la barre violette du 3^{ème} bouquet correspondant à une manipulation réalisée avec l'ajout de 20 mg de Kaolin d'une fraction de 1 mm, agitée pendant 20min.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin marquant une baisse de 41 FTU.*

a.2) La deuxième classe :

✓ La plus grande valeur est de 167 FTU, représentée par la barre rouge du 1^{er} bouquet qui correspond à une manipulation réalisée avec 5 mg de Kaolin de 250 µm de taille pendant à 5 min d'agitation.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin affichant 169 FTU, d'un taux de 2 FTU.*

✓ La plus petite valeur est 131 FTU, représentée par la barre violette du 3^{ème} bouquet obtenue avec une quantité de 20 mg d'une fraction de 250 µm et un temps d'agitation qui est égale à 20 min.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin d'un taux de 27 FTU.*

a.3) La troisième classe :

✓ 140 FTU est la plus grande valeur obtenue, représentée par la barre rouge du 1^{er} bouquet après l'utilisation de 5 mg de Kaolin d'une taille de 63 µm agiter durant un temps de 5 min.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin d'un taux de 5 FTU.*

✓ La plus petite valeur égale à 108 FTU, représentée par la barre violette du 3^{ème} bouquet correspondant ainsi à une manipulation réalisée avec un ajout de Kaolin a une quantité de 20 mg d'une fraction granulométrique de 63 µm pendant un temps d'agitation de 20 min.

Bilan : *La turbidité a diminué par rapport au témoin qui affiche une valeur de 73FTU, ce paramètre a diminué d'un taux de 35 FTU.*

b) Interprétation

✓ la plus grande baisse est de 35FTU, ce résultat est obtenu dans le 3^{ème} bouquet de l'histogramme, représenté par la barre violette, suite à une manipulation réalisée en utilisant une quantité de 20 mg de Kaolin d'une fraction de 63 μm pendant 20minute d'agitation.

Bilan : La turbidité diminue dans tous les essais en variant le temps de contact (eau usée + kaolin) et le temps d'agitation. On augmentant la quantité du kaolin, la turbidité diminue encore, en diminuant la fraction, elle diminue de plus en plus, et cela explique la caractéristique du Kaolin à adsorber les éléments qui polluent cette eau [40].

III.1.2 la variation de PH

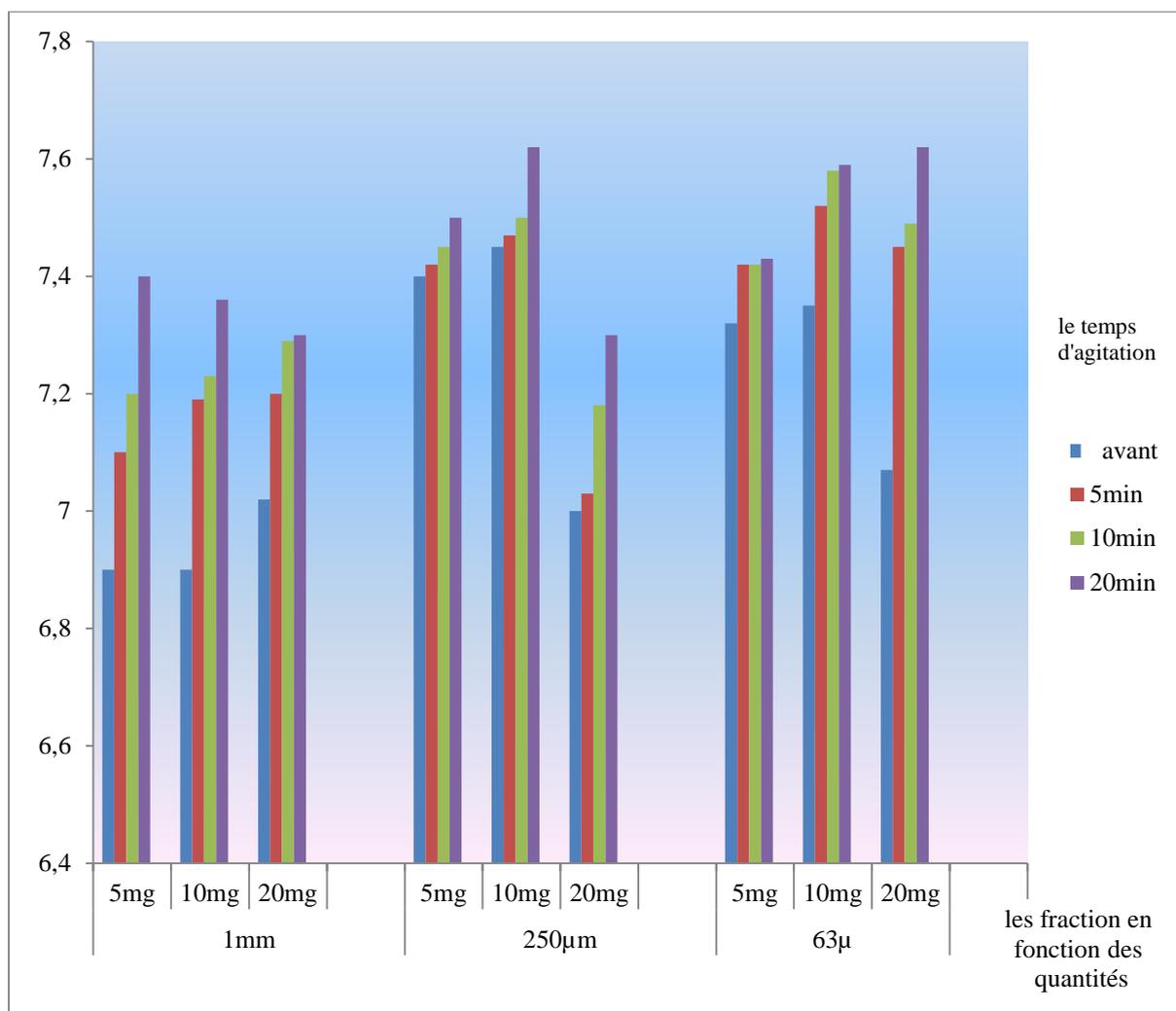
III.1.2.1 la dilution de 1/10^{ème}

Figure III.3 : La variation du pH de l'eau usée diluée à 1/10^{ème} traitée par le kaolin.

c) Prestation des résultats

c.1) La première classe

✓ La plus petite valeur du pH est égale à 7.1, représentée par la barre rouge du 1^{er} bouquet correspondant à une manipulation réalisée avec une quantité de 5 mg d'une fraction de 1mm durant 5 min d'agitation.

Bilan : *Le pH a diminué par rapport au témoin d'un taux de 0,19.*

✓ La plus grande valeur du pH est de 7,4 elle est représentée par la barre rouge du 1^{er} bouquet obtenu par l'addition d'une quantité de Kaolin de 5 mg d'une fraction de 1 mm pendant 20 min d'agitation.

Bilan : *Le pH augmente par rapport au témoin affichant un pH de 6,9 d'un taux de 0,5.*

c.2) La deuxième classe

✓ La plus petite valeur du pH qui égale à 7,03 données par la barre violette du 3^{ème} bouquet après une manipulation réalisée avec une quantité de 20 mg de Kaolin d'une fraction de 250 µm agiter pendant 5 min.

Bilan : *Le pH a augmenté par rapport au témoin qui égale à 7 d'un taux de 0,3 ?*

✓ La plus importante du pH qui égale à 7,62 données par la barre rouge du 2^{ème} bouquet correspondant à une manipulation réalisée avec une quantité de 10 mg d'une fraction de 250 µm et un temps d'agitation de 20min.

Bilan : *Le pH augmente par rapport au témoin d'une valeur de 0 , 7.*

c.3) La troisième classe

✓ La valeur réduite du pH égal à 7.4, elle est représentée par la barre rouge du 1er bouquet qui illustre une manipulation réalisée avec une quantité de 5 mg de Kaolin d'une fraction de 63 µm pendant 5min.

Bilan : *Le pH augmente par rapport au témoin d'une valeur qui égale à 7.32 d'un taux d'augmentation de 0,10.*

✓ La plus grande valeur du pH égale à 7.62 est représentée par la barre violette du 3^{ème} bouquet, suite à l'utilisation de 20 mg de Kaolin à une fraction de 63 µm et un temps d'agitation de 20 min.

Bilan : *Le pH a augmenté par rapport au témoin qui d'un taux de 0,55.*

d) **Interprétation**

✓ On constate que le meilleur triplet est celui de la barre violette du 3^{ème} bouquet appartenant à la 3^{ème} classe, correspondant à une fraction de 63 μm et une quantité 20 mg agitée pendant 20 min, offrant une diminution du pH d'un taux de 0,55.

Bilan : On remarque une légère augmentation du pH dans toutes les fractions, avec toutes les quantités utilisées, qui va atteindre la valeur de l'eau de robinet.

✓ La variation du pH est influencée par la matrice minérale qui essaie couramment de tamponner le milieu, et cela veut dire une neutralisation du pH grâce à l'addition d'une base [41].

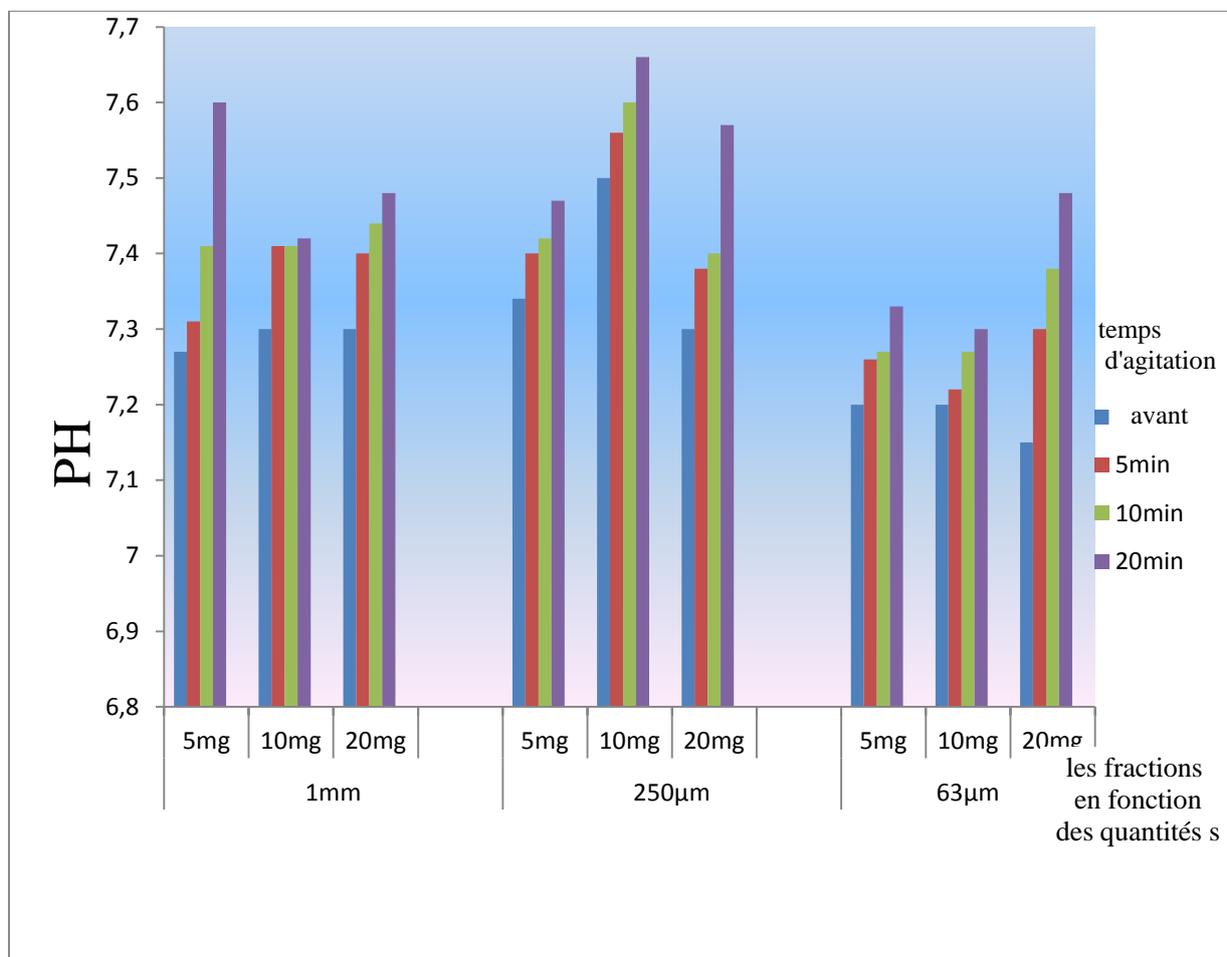
III.1.2.2 la dilution de 1/15^{ème}

Figure III.4: la variation de PH de l'eau usée de dilution 1/15 traité par le kaolin.

d) Présentation des résultats

d.1) La première classe

✓ La valeur inférieure du pH est égale à 7,31 elle est donnée par barre rouge du 1er bouquet correspondant à une manipulation réalisée par l'ajout d'une quantité de 20 mg d'une fraction de 1 mm pendant une agitation de 5 min.

Bilan : *Le pH augmente par rapport au témoin de valeur 7,27 d'un taux de 0,04.*

✓ La valeur supérieure du pH est égale à 7,6 elle est donnée par la barre rouge du 1er bouquet, après une utilisation d'une quantité de 20 mg de fraction de 1 mm pendant 20min d'agitation.

Bilan : *Le pH a augmenté par rapport au témoin d'un taux de 0,33.*

d.2) La deuxième classe

✓ La plus petite valeur du pH qui égale à 7,38 données par la barre rouge du 3ème bouquet, obtenue après une manipulation réalisée avec une quantité de 20 mg de fraction de 250 μ pendant 5min d'agitation.

Bilan : *Le pH augmente par rapport au témoin qui affiche une valeur de 7,3 et cela d'une différence de taux de 0,08.*

✓ La plus grande valeur du pH est 7,66 elle est représentée par la barre violette, du 2^{ème} bouquet suite à une utilisation de 10 mg de Kaolin d'une fraction de 250 μ pendant 5min d'agitation.

Bilan : *Le pH a augmenté par rapport au témoin d'unité 0,16.*

d.3) La troisième classe

✓ La plus petite valeur enregistrée est de 7,22 donnée par la barre rouge du 2^{ème} bouquet correspondant à une manipulation réalisée avec une quantité de 10 mg de Kaolin et de fraction de 63 μ m pendant une agitation de 5min.

Bilan : *Le pH a augmenté par rapport au témoin qui est égal à 7,2 d'un taux de 0,02.*

✓ La plus grande valeur du pH est de 7,48 elle est représentée par la barre violette du 3^{ème} bouquet qui correspond à une manipulation réalisée avec une quantité de 20 mg de Kaolin de fraction de 63 μ m et un temps d'agitation de 20 min.

Bilan : *Le pH a augmenté par rapport au témoin qui égale à 7,2 d'un taux de 0,33.*

d) Interprétation

✓ On constate que le meilleur triplet est celui de la barre violette de la 3^{ème} classe du 3^{ème} bouquet, ce résultat est obtenu suite à l'utilisation de 20 mg de Kaolin de fraction de 63 μm pendant 20 min d'agitation, ainsi nous avons obtenu un plus grand taux de diminution du pH qui est de 0,33.

✓ On observe une augmentation du pH avec l'augmentation du temps de contact, le pH qui se produit est presque le même dans toutes les conditions utilisées (lors de changement de fraction, quantité et le temps).

✓ On remarque que les valeurs du pH des eaux usées diluées traitées par le kaolin sont comprises entre 7 et 7.66. Ces valeurs confirment la légère alcalinité de ces eaux grâce à l'addition d'une base qui est l'eau de robinet utilisée pour obtenir les dilutions [41].

III.1.3 la variation de conductivité

III.1.3.1 la dilution 1/10

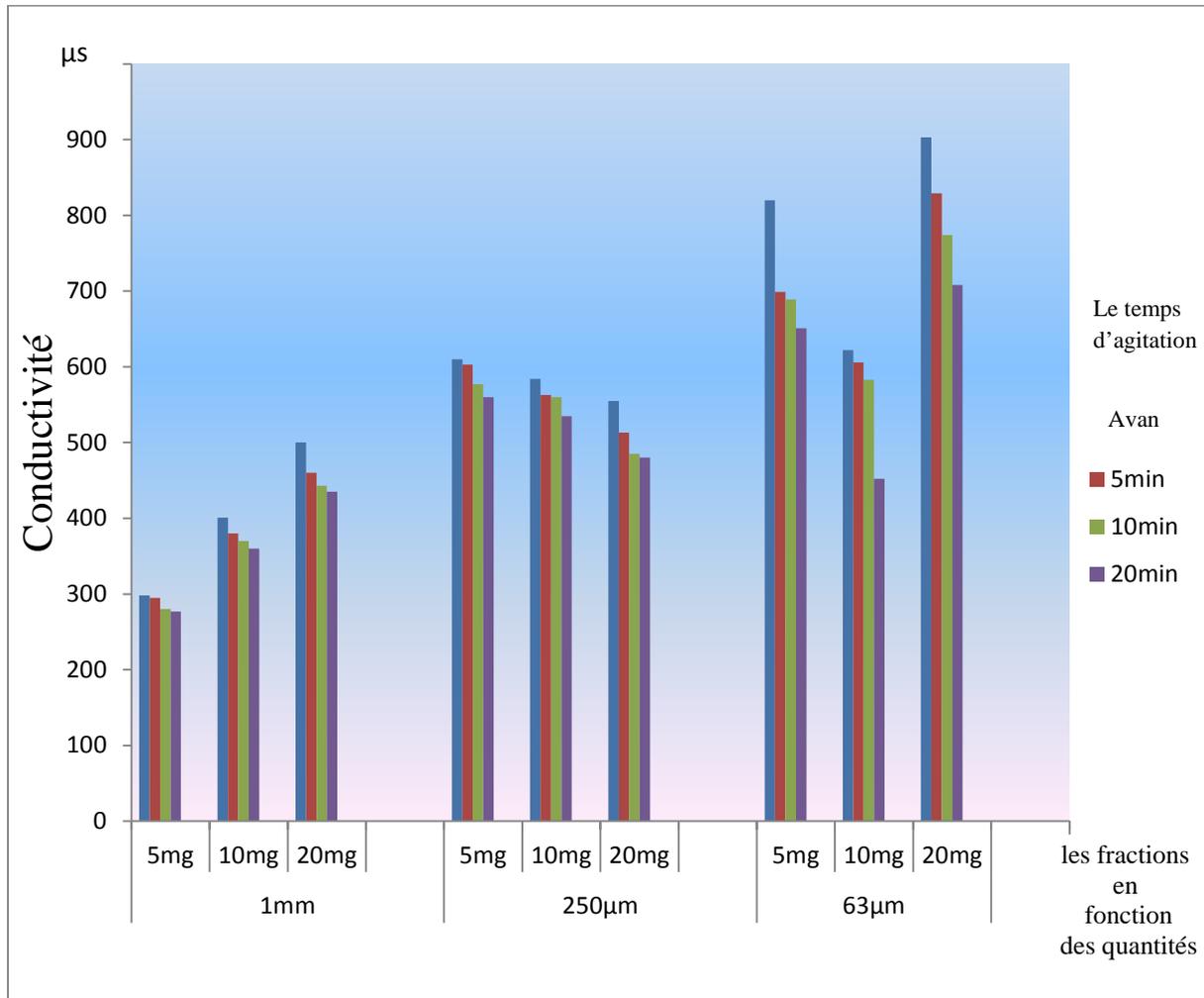


Figure III.5 : La variation de la conductivité de l'eau usée de dilution 1/10 traité par le kaolin

e) Présentation des résultats :

e.1) La première classe :

✓ La plus grande valeur la conductivité qui est égale à 460 µs est représentée par la barre rouge du 3^{ème} bouquet correspond à une quantité de 20 mg de Kaolin, d'une fraction de 1 mm et du temps d'agitation égale à 5 min.

Bilan : La conductivité est diminuée par rapport au témoin qui affiche une valeur de 500 µs/cm, et un taux de 40 µs.

✓ La plus petite valeur de conductivité est égale à 277 μs , elle est représentée par la barre violette du 1er bouquet correspond à une manipulation réalisée avec une quantité de 5 mg et de fraction de 1 mm et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan la conductivité est diminuée par rapport au témoin qui est égal à 298 μs d'un taux de 21 μs

e.2) la deuxième classe :

✓ La plus grande valeur de la conductivité est égale à 603 μs , représentée par la barre rouge du 1er bouquet correspond à une manipulation réalisée avec une quantité de 5 mg de fraction de 250 μm et du temps d'agitation de 5 min.

Bilan : La turbidité est diminuée par rapport au témoin qui égale à 610 μs d'un taux de 50 μs .

✓ La plus petite valeur de la conductivité qui égale à 480 μs est représentée par la barre violette du 3ème bouquet correspond à une manipulation réalisée avec une de quantité de 20 mg et de fraction de 250 μm et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan : La conductivité est diminuée par rapport au témoin qui égale à 555 μs d'un taux de 75 μs

e.3) La troisième classe :

✓ La plus grande valeur de la conductivité qui est égale à 829 μs est représentée par la barre rouge du 3^{ème} bouquet correspond à une manipulation réalisée avec une quantité de 20 mg, de fraction de 63 μm et du temps d'agitation de 5 min.

Bilan : La turbidité est diminuée par rapport au témoin qui égale à 903 μs d'un taux de 74 μs .

✓ La plus petite valeur de la conductivité qui égale à 452 μs est représentée par la barre violette du 2^{ème} bouquet correspond à une manipulation réalisée avec une quantité de 10 mg, de fraction de 63 μm et du temps d'agitation de 20 min.

La conductivité est diminuée par rapport au témoin qui égale à 622 μs d'un taux de 170 μs .

f) Interprétation :

✓ On constate que le meilleur triplet est celui de la 3^{ème} classe et du 3^{ème} bouquet de barre violette, or une manipulation est faite à une fraction de 63 μm , de quantité 20 mg et 20 min du temps d'agitation qui a le plus grand taux de diminution qui est égale à 170 μs

✓ lorsqu'on augmente la quantité du kaolin, la conductivité diminue avec le temps de contact et l'agitation.

✓ L'adsorption des cations et des anions à la surface du kaolin sont sans doute à l'origine de cette diminution. [11]

✓ l'augmentation du pH comme indique les histogrammes du PH dans la dilution 1/10 et dilution 1/15 peut influencer sur la conductivité dont le milieu devient moins conducteur en milieu basique ce qui signifie qu'il devient moins chargé en sels [19].

III.1.3.2 la dilution 1/15

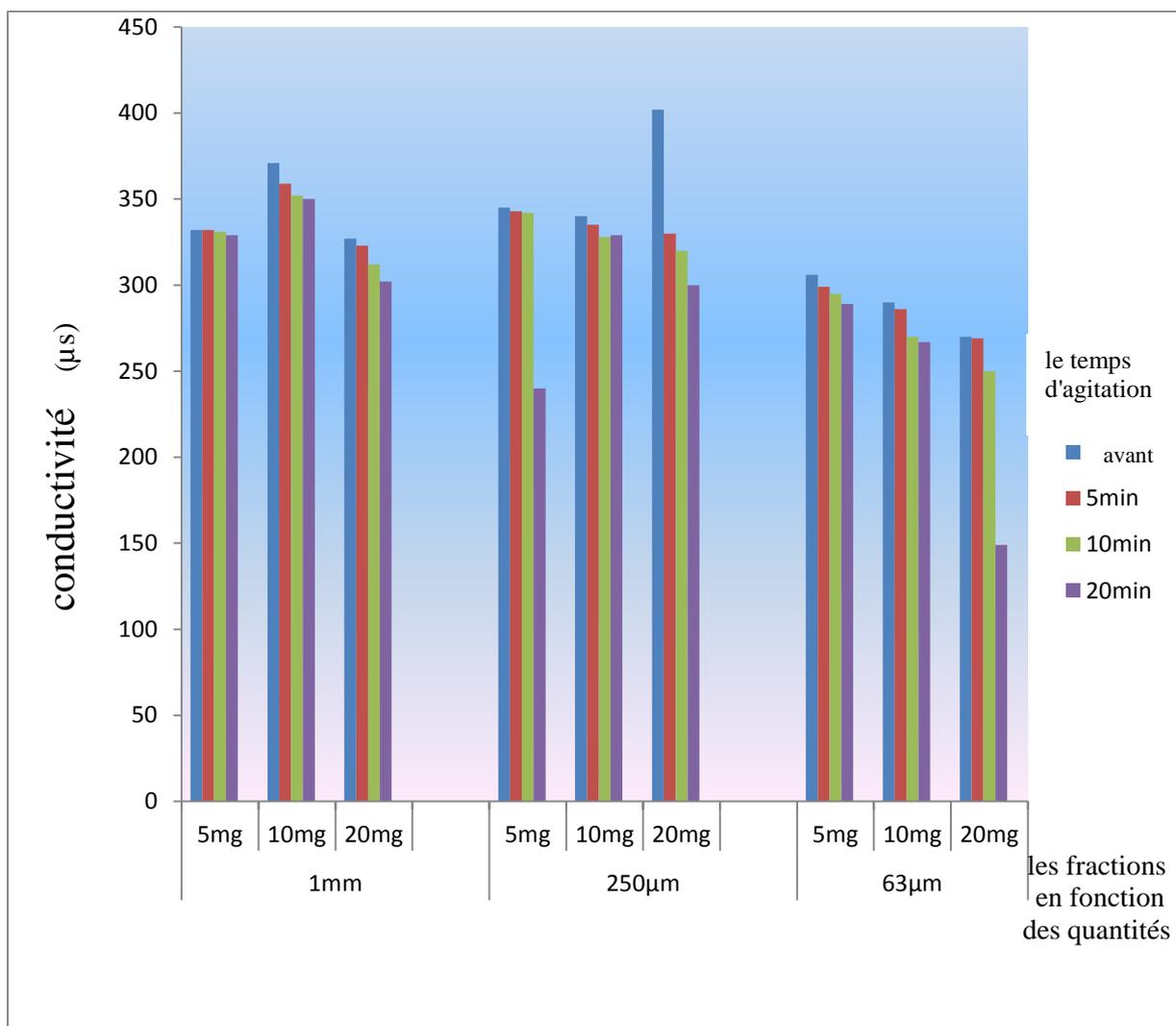


Figure III.6 : La variation de la conductivité de l'eau usée de dilution 1/15 traité par le kaolin

e)Présentation des résultats :

e.1) La première classe :

✓ La plus grande valeur qui est égale à $359 \mu\text{s}$ est représentée par la barre rouge du 2^{ème} bouquet correspond à la manipulation d'une quantité de 10 mg, de fraction de 1 mm et du temps d'agitation qui est égale à 5 min.

Bilan : *La conductivité est diminuée par rapport au témoin qui égale à $371 \mu\text{s}$ d'un taux de $12 \mu\text{s}$.*

✓ La plus petite valeur de conductivité qui égale à $302 \mu\text{s}$ est représentée par la barre violette du 3^{ème} bouquet qui correspond à une quantité de 20 mg, de fraction de 1 mm et du temps d'agitation est égale à 20 min.

Bilan : *La conductivité est diminuée par rapport au témoin qui égale à $327 \mu\text{s}$ d'un taux de $25 \mu\text{s}$*

e.2) La deuxième classe :

✓ La plus grande valeur qui égale à $343 \mu\text{s}$ est représentée par la barre rouge du 1er bouquet correspond à une quantité de 5 mg et de fraction de $250 \mu\text{m}$ et du temps d'agitation égale à 5 min.

Bilan : *La conductivité est diminuée par rapport au témoin qui égale à $345 \mu\text{s}$ d'un taux de $2 \mu\text{s}$.*

✓ La plus petite valeur qui égale à $240 \mu\text{s}$ est représentée par la barre violette du 1er bouquet correspond à une quantité de 5 mg et de fraction de $250 \mu\text{m}$ et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan : *La conductivité est diminuée par rapport au témoin qui égale à $345 \mu\text{s}$ d'un taux de $105 \mu\text{s}$*

e.3) La troisième classe :

✓ La plus grande valeur qui égale à $299 \mu\text{s}$ est représentée par la barre rouge du 1er bouquet correspond à une quantité de 5 mg et de fraction de $63 \mu\text{m}$ et du temps d'agitation égale à 5 min.

Bilan : *La conductivité est diminuée par rapport au témoin qui égale à $306 \mu\text{s}$ d'un taux de $6 \mu\text{s}$.*

✓ La plus petite valeur qui égale à 149 est représentée par la barre violette du 3^{ème} bouquet correspond à une quantité de 20 mg et de fraction de $63 \mu\text{m}$ et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan : *La conductivité est diminuée par rapport au témoin qui égale à $270 \mu\text{s}$ d'un taux de $121 \mu\text{s}$.*

f) Interprétation :

✓ On constate que le meilleur triplet est celui de 3^{ème} classe et 3^{ème} bouquet de la barre violette, or une manipulation qui est faite à une fraction de 63 µm et de quantité 20 mg et 20 min du temps d’agitation qui a le plus grand taux de diminution qui est égale à 120 µs.

✓ On observe une diminution de la conductivité électrique avec le temps de contact et d’agitation, une fois on augmente la quantité, la conductivité se diminue, et aussi lorsqu’on diminue la fraction la conductivité se diminue aussi de plus en plus

✓ le milieu devient moins conducteur en milieu basique ce qui signifie qu’il devient moins chargé en sels [19].

✓ L’adsorption des cations et des anions à la surface du kaolin sont sans doute à l’origine de cette diminution [11].

III.1.4 la variation de TDS

III.1.4.1 la dilution 1/10

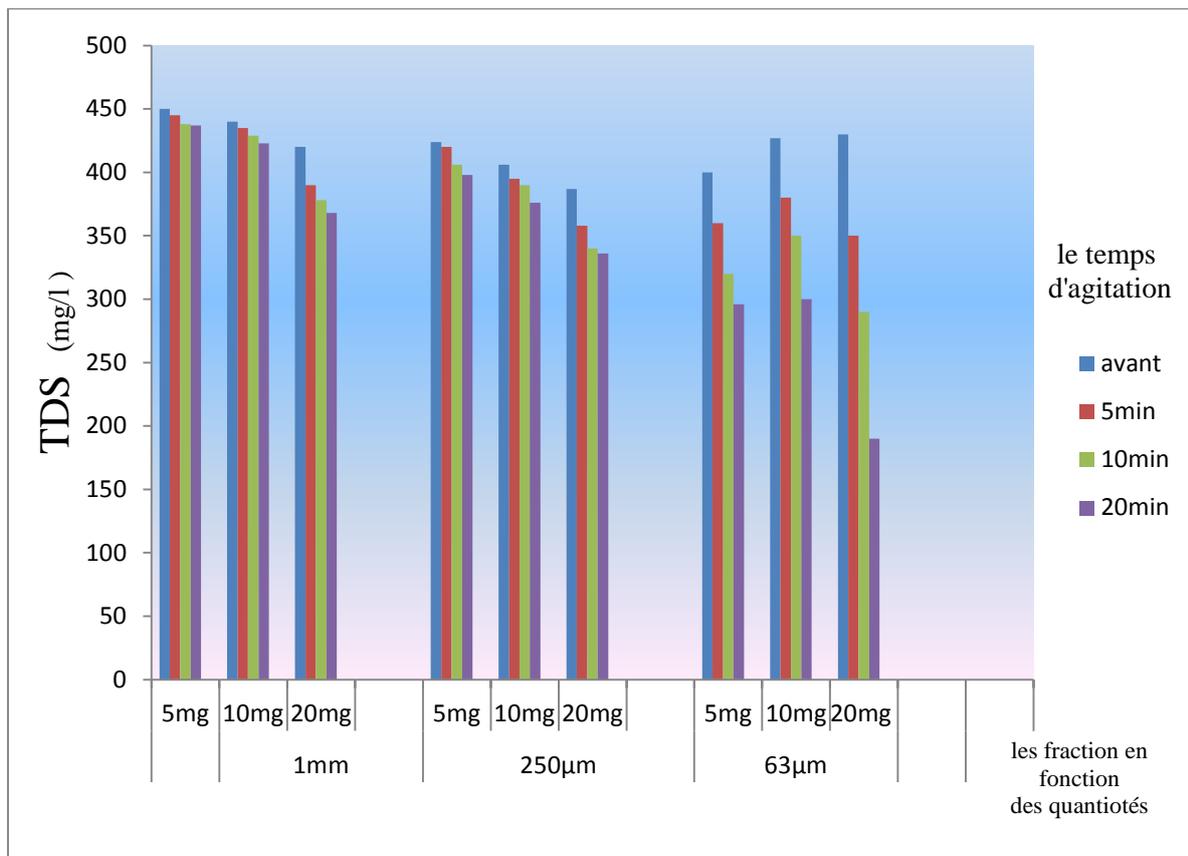


Figure III.7 : La variation de TDS de l’eau usée de dilution 1/10 traité par le kaolin.

g) Présentation des résultats

g.1) La première classe :

✓ La plus grande valeur de TDS est égale à 445 mg/l est représenté par le 1er bouquet de la barre rouge correspond à une quantité de 20 mg, de fraction de 1 mm et du temps d'agitation égale à 5 min.

Bilan : *La TDS est diminué par rapport au témoin qui est égal à 450 mg/l d'un taux de 5 mg/l.*

✓ La plus petite valeur de TDS qui égale 368 mg/l est représentée par le 3^{ème} bouquet de barre violette correspond à une quantité de 5 mg et de fraction de 1 mm et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan : *Le TDS est diminuée par rapport au témoin qui est égal à 300 mg/l d'un taux de 68 mg/l.*

g.2) La deuxième classe :

✓ La plus grande valeur de TDS qui est égale à 420 mg/l est représentée par la barre rouge du 1er bouquet correspond à une quantité de 5 mg, de fraction de 250 μm et du temps d'agitation égale à 5 min.

Bilan : *Le TDS est diminué par rapport au témoin qui est égal à 424 mg/l d'un taux de 4 mg/l.*

✓ La plus petite valeur de TDS qui est égale à 336 mg/l est représentée par la barre violette du 3^{ème} bouquet correspond à une quantité de 20 mg, de fraction de 250 μm et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan : *La turbidité est diminuée par rapport au témoin qui est égal à 387 mg/l, d'un taux de 51 mg/l.*

g.3) La troisième classe :

✓ La plus grande valeur de TDS qui est égale à 380 mg/l est représentée par la barre rouge du 2^{ème} bouquet correspond à une quantité de 20 mg, de fraction de 63 μm et de temps d'agitation égale à 5 min.

Bilan : *Le TDS est diminué par rapport au témoin qui égale à 427mg/l d'un taux de 47mg/l.*

✓ La plus petite valeur de TDS qui est égale à 190 mg/l, représentée par la barre violette du 2^{ème} bouquet correspond à une quantité de 10 mg, de fraction de 63 μm et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan : *La turbidité est diminuée par rapport au témoin qui égale à 430 mg/l d'un taux de 240 mg/l.*

h) Interprétation

✓ le plus grand taux est égal à 240 mg/l qui est le meilleur triplet qui se trouve dans le 3^{ème} bouquet de barre violette, or une manipulation qui est faite à une quantité de 20 mg, de fraction de 63 µm et de temps d'agitation égale à 20minute.

✓ On observe une diminution de TDS avec le temps de contact. Lorsqu'on augmente la quantité du kaolin le TDS diminue, aussi de plus en plus la fraction est fine le TDS est plus petit.

✓ Le TDS est composé de sels inorganiques et de quelques matières organiques [38], lorsqu'il diminue cela signifie que les concentrations de sels et de matière organique diminuent, qui explique le phénomène d'adsorption de ces derniers par le kaolin [42].

III.1.4.2 la dilution 1/15

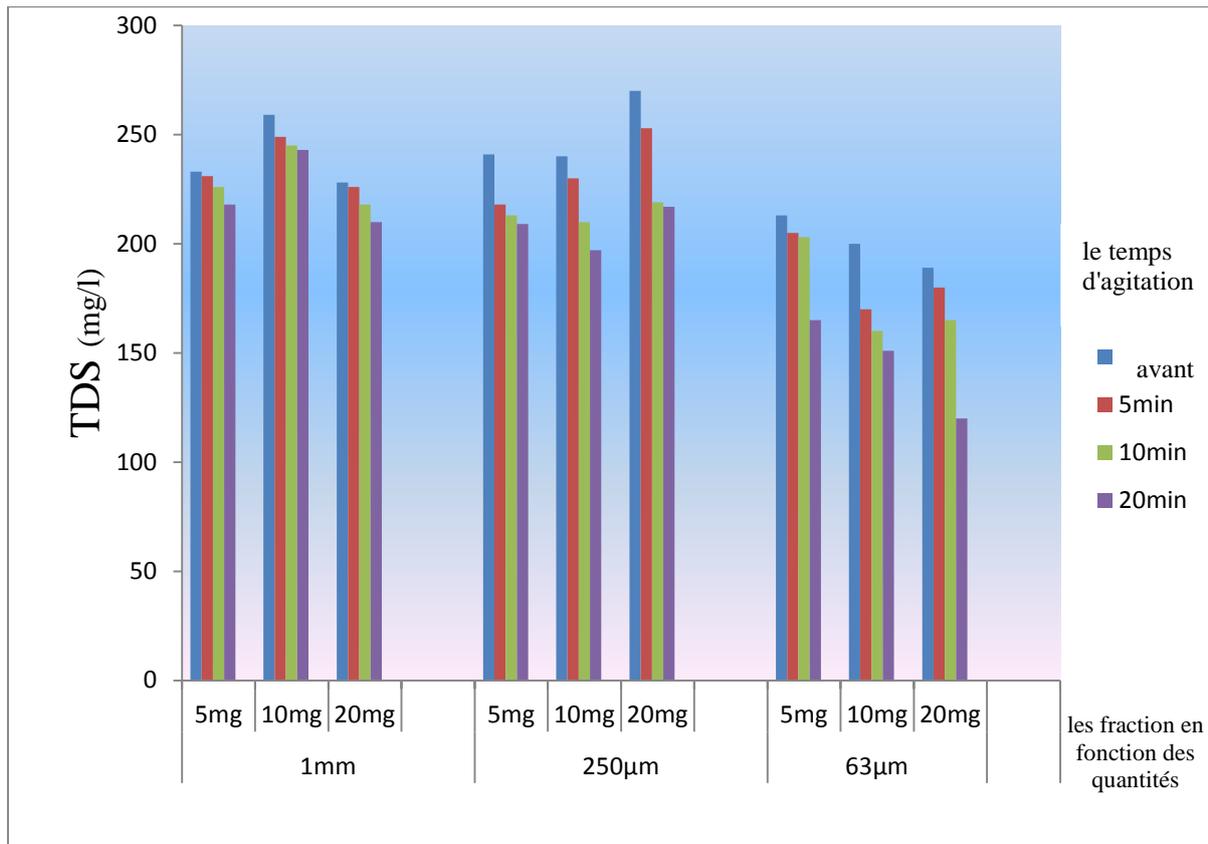


Figure III. 8 : La variation de TDS de l'eau usée de dilution 1/15 traité par le kaolin.

g) Présentation des résultats

g.1) La première classe :

✓ La plus grande valeur de TDS est égale à 249 mg/l, elle est représentée par la barre rouge du 2^{ème} bouquet correspond à une quantité de 10 mg et de fraction de 1 mm et du temps d'agitation égale à 5 min.

Bilan : Le TDS est diminué par rapport au témoin qui égale à 259 mg/l d'un taux de 16 mg/l.

✓ La plus petite valeur de TDS est égale à 210 mg/l, elle est représentée par la barre violette 3^{ème} bouquet correspond à une quantité de 20 mg et de fraction de 1 mm et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan : Le TDS est diminué par rapport au témoin qui est égal à 228mg/l, et d'un taux de 78 mg/l.

g.2) La deuxième classe :

✓ La plus grande valeur de TDS qui égale à 253 mg/l est représentée par la barre rouge du 3^{ème} bouquet correspond à une quantité de 20 mg et de fraction de 250 μ m et du temps d'agitation égale à 5 min.

Bilan : *Le TDS est diminué par rapport au témoin qui égale à 197 mg/l d'un taux de 17 mg/l.*

✓ La plus petite valeur de TDS qui égale à 197 mg/l est représentée par la barre violette du 2^{ème} bouquet correspond à une quantité de 10 mg et de fraction de 250 μ m et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan : *Le TDS est diminué par rapport au témoin qui égale à 240 mg/l d'un taux de 43 mg/l.*

g.3) La troisième classe :

✓ La plus grande valeur de TDS est égale à 205 mg/l, elle est représentée par la barre rouge du 1^{er} bouquet correspond à une quantité de 5 mg et de fraction de 63 μ m et du temps d'agitation égale à 5 min.

Bilan : *Le TDS est diminué par rapport au témoin qui est égal à 213 mg/l d'un taux de 8 mg/l.*

✓ La plus petite valeur de TDS qui est égale à 120 mg/l est représentée par la barre violette du 3^{ème} bouquet correspond à une quantité de 10 mg, de fraction de 63 μ m et du temps d'agitation égale à 20 min.

Bilan : *Le TDS est diminué par rapport au témoin qui égale à 189mg/l d'un taux de 69 mg/l.*

h) Interprétation :

✓ Le plus grand taux égal à 69 mg/l qui est le meilleur triplet qui se trouve dans le 3^{ème} bouquet de barre violette, or une manipulation qui est faite à une quantité de 20 mg et de fraction de 63 μ m et de temps d'agitation égale à 20 min.

✓ On augmente la quantité et on diminue la fraction le TDS se diminue de plus en plus avec le temps de contact et le temps d'agitation. Ce qui explique aussi le phénomène l'adsorption des sels et de la matière organique. [42]

III.2 la comparaison

III.2.1 Comparaison des résultats de la turbidité dans le cas d'utilisation de la dilution 1/10 et le cas d'utilisation de la dilution 1/15

On remarque que la turbidité diminue plus dans le cas d'utilisation de la dilution 1/10 que dans le cas d'utilisation de la dilution 1/15.

La dilution 1/15 n'est pas trop turbide que la dilution 1/10, or ils existent peut de polluants qui turbide cette eau par rapport à 1/10, dans le cas de son traitement avec le kaolin, sa turbidité va atteindre une valeur limite ça veut dire le kaolin va adsorber les espèces existantes.

III.2.2 Comparaison des résultats de PH dans le cas d'utilisation de la dilution 1/10 et le cas d'utilisation de la dilution 1/15

Dans la dilution 1/15 la variation du pH est influée par la matrice minérale qui essaie couramment de tamponner le milieu est plus rapide que le ph de dilution 1/10 dans le temps. Et le phénomène de neutralisation de pH or l'addition avec l'eau de robinet l'explique.

N.B : Dans la dilution 1/15 on utilise plus d'eau de robinet que la dilution 1/10.

III.2.3 Comparaison des résultats de la conductivité dans le cas d'utilisation de la dilution 1/10 et le cas d'utilisation de la dilution 1/15

La conductivité diminue plus dans la dilution 1/10 que dans la dilution 1/15 et cela parce qu'ils existent peut de polluants qui turbide cette eau dans la dilution 1/15 par rapport à 1/10

L'adsorption des cations et des anions à la surface de kaolin est plus forte dans la dilution de 1/10 que la dilution 1/15.

III.2.4 Comparaison des résultats de TDS dans le cas d'utilisation de la dilution 1/10 et le cas d'utilisation de la dilution 1/15.

Le TDS se diminue plus dans la dilution 1/10 que la dilution 1/15.

L'absorption des sels et les matières organiques est plus fortes dans la dilution 1/10 que dans la dilution 1/15 à cause de la forte présence des ces éléments polluants.

Conclusion générale

Ce travail nous a permis de mettre en évidence les performances épuratoires d'un matériau naturel abondant et à faible coût de revient à savoir le kaolin.

Plusieurs techniques ont été employées pour l'élimination des polluants et des éléments des effluents industriels. L'adsorption est l'une des techniques les plus utilisées pour cette élimination.

Notre étude qui a été portée sur l'épuration des eaux usées huileuses de Cevital par le kaolin KT3B, kaolin de Tamazert d'El-Milia a permis à travers l'étude de l'influence du temps d'agitation, la fraction et la quantité du kaolin utilisé : qui a donné des résultats satisfaisants. Ces derniers ont montré une efficacité d'élimination des impuretés et cela par :

- ✓ Une diminution de la valeur de turbidité, TDS, conductivité ;
- ✓ Une neutralisation du pH de milieu.

Pour déterminer le bon mode d'adsorption et d'absorption, nous avons comparé les résultats obtenus par l'utilisation des différentes fractions (de la plus grosse à la plus fine fraction) et les différentes quantités (l'augmentation de quantités dans chaque essai) avec le temps d'agitation, on a trouvé que le meilleur triplet contient :

- ✓ la meilleure fraction est la plus fine qui est $63\mu\text{m}$;
- ✓ la meilleure quantité c'est la plus grande qui est 20 mg ;
- ✓ le temps d'agitation plus long qui est 20minutes.

Les résultats obtenus lors de cette étude à l'échelle du laboratoire confirment la possibilité d'utiliser le kaolin de Tamazert comme adsorbant et absorbant dans le domaine de dépollution des eaux usées, dans des conditions économiquement acceptables.

Liste tableaux :

Tableau I. 1. Classification des principaux types de minéraux argileux.....	6
Tableau I.2 : la teneur massique d un kaolin brut.....	2
Tableau I.3 : Minéraux ferreux principaux pics en diffraction X.....	14
Tableau I.4 : Les propriétés cristallines des trois variétés d'oxyde de titane.....	15
Tableau I.5: Caractéristiques des eaux résiduaires urbaines en Algérie.....	17
Tableau II.1 :les principales raies de la kaolinite,du mica et du quartz observées sur le diffractogramme du kaoli KT3.....	27
Tableau II.2 : Les méthodes d'analyse utilisées	34

Liste des figures

Figure I .1: Représentation de la structure minéralogique d'une particule argileuse.....	5
Figure I.2 : représentation schématique d'une couche tétraédrique	7
Figure 3: représentation schématique d'une couche octaédrique.....	8
Figure I.3 : kaolin.....	9
Figure I.4 : Coupe schématique d'un gisement de kaolin.....	11.
Figure I. 6 : Systèmes d'épuration et voies d'évacuation des eaux	20
Figure I.7 : les filières de traitement des eaux usées.....	21
Figure II.1: Photo du gisement de kaolin de Tamazert en cours d'exploitation	24
Figure II.2. : Le KT3 (photo graphique originale	25
Figure II.3 : Diffraction des rayons X (DRX) du KT3B	26
Figure II.4 :kaolin de Tamazert vue sous MEB.....	26
Figure II.5 : le tamisage du kaolin KT3B	27
Figure II.6 : balance de précision	28
Figure II.7 : eaux usées huileuse de cevital.....	28
Figure II.8 : dilution 1/15.....	29
Figure II.9 :Le phénomène d'adsorption et d'absorption.....	30
Figure II.10:l'analyse de l'eau usée avant le traitement	34
Figure II.11: L'agitation lors du traitement de l'eau usée.....	35
Figure II.12: PH-mètre	34
Figure II.11 : Un multi paramètre.....	35
Figure II.12 : Un turbidimètre	37
Figure III.1. : La variation de la turbidité de l'eau usée traité par le kaolin en utilisant la dilution 1/10.....	43

Figure III.5 : La variation de la turbidité de l'eau usée de dilution 1/15 traitée par Kaolin.....	45
Figure III.2 : La variation de PH de l'eau usée de dilution 1/10 traité par le kaolin.....	46
Figure III.2 : La variation de PH de l'eau usée de dilution 1/15 traité par le kaolin	48
Figure III.5 : La variation de la conductivité de l'eau usée (1/10) traité par le kaolin.	49
Figure III.6 : La variation de la conductivité de l'eau usée de dilution 1/15 traité par le kaolin.....	52
Figure III.7 : La variation de TDS de l'eau usée de dilution 1/10 traité par le kaolin.....	53
Figure III. 8: La variation de TDS de l'eau usée de dilution 1/15 traité par le kaolin.	54

Références bibliographiques :

- [1] Belhamid Mohamed, Seddik Oussama. "Étude De La Biodégradation Du 2,4-Dichlorophénol Par Le Microbiote Des Effluents d'entrée Et De Sortie De La Station d'épuration Des Eaux Usées d'ibn Ziad".Mémoire de magister de l'université De Mentouri-Constantine.P 10-12 ,2011.
- [2] Sophie Vandermeersch.. "Etude Comparative De l'efficacité Des Traitements d'épuration Des Eaux Usées Pour l'élimination Des Micro-organismes Pathogènes". Thèse de doctorat de l'université Libre de Bruxelles P 1,2006.
- [3] Harrat Mohamed. "Contribution A l'amélioration Du Procédé De Fabrication De La Céramique Etude Sur Site : Unité Maghreb Céramique De Touggourt ".Thèse de magister de l'université de Kasdi Merbah Ouargla. P 5,9.
- [4] Bouaziz Ala-Eddine. "Contribution A L'étude Géologique Des Argiles Maestrichtiennes Le Long De La Limite Nord Ouest De l'Oued Bou Sellem, Sétif, Algérie". Mémoire de magister de l'université de Badji Mokhtar Annaba 2-10-11.2012.
- [5] Lamia Kateb. " Production Des Epoxydes A Partir Des Alcènes En Utilisant Un Support D'argile». Mémoire de magister de l'université de Ouargla 66-67-68-69, 2004.
- [6] Meriam El Ouahabi. " Valorisation industrielle et artisanale des argiles du MAROC". Thèse de doctorat de l'université de Liege.p6, 7.2013.
- [7] Ihadjadene virginie. "Utilisation de l'argile Dans un service de soins Hospitalier". Formation Hippocratus Phyto-aromathérapie. p5-6 2012.
- [8] Souiki Souheila. " Les argiles du bassin de Mila – constantine: Composition minérale, chimique, caractéristiques géotechniques Et répartition des gisements". Mémoire de magister de l'université de Mentouri Constantine 42.2007.
- [9] Nedjima Bouzidi. Influence des impuretés des kaolins sur les propriétés des produits de cuisson .Thèse de doctorat entre l'université de Bejaia, Algérie et l'École Supérieure des Mines de Saint. P4-5-6-, 2012
- [10] Amirouche Laila. "Etude du pouvoir de sorption du cuivre (II), du Zinc(II)et des polyphénols par les bentonites sous l'effet des irradiation micro-ondes". Mémoire de magister de l'université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou.p 5-, 2011
- [11] DJEFFAL Lemya. " Elimination, par adsorption sur argile locale, des ions métalliques contenus dans les eaux de rejet industriel de la région d'Annaba". Mémoire de magister de l'université Badji- Mokhtar, Annaba.P 13-25-35-36,2008.

- [12] Mohammad Koneshloo. " Caract_Erisation, Estimation Et Valorisation De Gisements D'argiles Kaoliniques Du Bassin Des Charentes".Engineering Sciences.thèse de doctorat d'École Nationale Sup_Erieure Des Mines De Paris, France .P 15- 2007.
- [13] Etienne Rakotomaria, Marie Hanitriniaina Ratsimba Et Pierre Rakotomamonjy. "Valorisation Chimique Du Kaolin Dans Le Traitement Des Eaux : Préparation De Nouveaux Coagulants Minéraux". Article de l'université d'Antananarivo, École Supérieure Polytechnique, BP 1500, 101 Antananarivo, Madagascar 439, 2011.
- [14] Mohammed Laraba . "Chemical Analyses With X-Ray Diffraction, X-Ray Fluorescence and the Influence of the Impurities on the Quality of Kaolin of Tamazert El-Milia, Algeria". Article 1-2-3, 2006.
- [15] Belamri Zehira. "Elaboration et caractérisation des matériaux polycristallins à base de kaolin DD et KT2 ".Mémoire de Master de l'universite Mentouri-Constantine.p10-11 ,2008.
- [16] Nafissa KESRI. "Contribution à l'étude minéralogique du gisement de kaolin de Jijel" Mémoire de magister de l'université de Mouhamed Boudiaf –Usto- Oran .p14-15-16-17,2014.
- [17] Caillere S, Minéralogie des argiles, Tome I et II, Ed. Article de Masson . P6-7, 1982.
- [18] S. Rebouh, Mémoire de Magister, Université Mentouri Constantine.p 5-6-8,2011
- [19] Kir Oussama Lechelch Ahmed Fawzi. "caracterisation des eaux usees urbaines de la ville d'el oued et élimination de leur pollution a l'aide de matériaux a base d'argile". Thèse de magister de l'université Kasdi Merbah Ouargla. P2-3-4 ,2013
- [20] Lakhdari bouazza. " Effet de la coagulation-floculation sur la qualité des eaux épurées de la STEP de Ain El Houtz".Mémoire de magister de l'université Abou Bekr Belkaid – Tlemcen P 23-24,2011.
- [21] Benyoub Assia. "Traitements des eaux usées urbaines par Coagulation-floculation et décantation" .Memoire de doctorat de l'université des sciences et de la technologie D'Oran 'Mohamed Boudiaf. P51-52-,2014.
- [22] Jean-Louis Bandu. Centre universitaire de Moncton. "Étude des options de traitement secondaire des eaux usées pour la région du Grand Moncton ".Article de Moncton 19,1991.
- [23] Tfyeché Lyes. "Suivi de la qualité physico-chimique et bactériologique des eaux usées de Ouargla au cours de leur traitement". Mémoire de master de l'université de Kasdi Merbah Ouargla 15,2014.

- [24] Henri Aussel et Colette Le Baclet et Graziella Domier. "Le traitement des eaux usées". Article p1,2, novembre 2004.
- [25] Soumia AMIR. "Contribution A La Valorisation De Boues De Stations D'épuration Par Compostage : devenir des micropolluants Métalliques et organiques et bilan humique du compost". Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de Toulouse. P4-, 2005.
- [26] Kafi Nassima. "Traitement des eaux usées de Touggourt par l'argile de Bildet Omar". Mémoire de magister de l'université Kasdi Merbah Ouargla 6-7-8, 2013.
- [27] Michiel R. J. Doorn (Pays-Bas), et Sirintornthep Towprayoon (Thaïlande) et Sonia Maria Manso Vieira (Brésil) et William Irving (Etats-Unis) et Craig Palmer (Canada) et Riitta Pipatti (Finlande) et Can Wang (Chine). "Traitement et rejet des eaux usées". Article ,p 6.7, 2006.
- [28] S. Colombano et A. Saada et V. Guerin et P. Bataillard et G. Bellenfant et S. Beranger et D. Hube et C. Blanc et C. Zornig et I. Girardeau. "Quelles techniques pour quels traitements - analyse coûts-bénéfices". Article BRGM/RP - 58609 – Fr. p 4-5,25, juin 2010.
- [29] Tizaoui Khadidja. Elimination des métaux lourds en solution aqueuse par des argiles algériennes. Mémoire de Magister de l'université Abou berk belkaid i– TLEMCEN. p 14-15-16-17, 2013.
- [30] L. Rebiai et A. Bouyoucef et N. Boukheit et S. Hamamda. "Caractérisation de la kaolinite et du mica dans un kaolin enrichi. Laboratoire thermodynamique et traitements de surfaces des matériaux (LTTSM)". Article de l'université Mentouri Constantine Algérie. P 21-22, 2010.
- [31] Rebiai Lakhdar. Etude thermodynamique de matériaux frittés à base de kaolin Tamazert. Université Mentouri – Constantine. p 64, 65, 66, 2006.
- [32] Nora Ouis et Nassira Benharrats et Mohamed Belbachir. "Synthèses de polytétrahydrofurane catalysées par le kaolin de Tamazert". Mémoire de magister de l'université des sciences et technologie, BP 1505, Al M'Naouer, Oran 31000, Algérie. p 956-957, 2004.
- [33] Mechaty A. "Caractérisation du Kaolin de Tamazert". Revue scientifique p 2, 2012.
- [34] Olav Bolland. "L'absorption". Article de Norwegian University of Science and Technology. p 2-3, 2013.
- [35] F.Z. El Berrichi et S. Zen. "Removal of Anionic Dyes from Aqueous solutions using local activated kaolins as adsorbents". Article University 8 Mai 45, BP 401, Guelma, Algérie. p 192-193-194, 2014.

Références bibliographiques

- [36] Cheick Tidiane TANDIA. "Contrôle et suivi de la qualité des eaux usées protocole de détermination des paramètres Physico-chimiques et bactériologiques". Article 2-3,2007.
- [37] G.F. Hewitt. "Chemical Engineering Division, Conductivité théorie et pratique. UKAEA Research Group Atomic Energy Research Establishment, HARWELL", Article de U.K., p 5-6, 2004.
- [38] Bouaroudj Sara. " Evaluation de la qualité des eaux d'irrigation". Thèse doctorat de l'université de Mentouri Constantine 33-34, 2012.
- [39] Pierre Chevalier. " Fiche Turbidité". Article de l'Institut national de santé publique du Québec. P 1-2, Juin 2003.
- [40] Choufa Nassima. " Epuration des eaux usées: l'élimination des micropolluants dans les eaux usées par un matériau argileux". Mémoire de magister de l'université de Mohammed Cherif Messaadia Souk Ahras. p 35-38, 2013.
- [41] Elias Assaad. " Etude du processus de coagulation-floculation du système montmorillonite-chitosane dans l'élimination de métaux de transition". Mémoire de doctorat de l'université du Québec à Montréal. p 70-73-75, mai 2006
- [42] H. Berdai, N. Jellal Et B. El Hamouri. "Traitement des eaux usées domestiques dans un chenal algal a haut rendement et leur réutilisation pour l'irrigation du chou". article de direction De L'équipement Rural Et L'institut Agronomique Et Vétérinaire Hassan II. P 30.31.1990.

Résumé :

Dans ce travail nous nous sommes proposés d'étudier une méthode d'adsorption pour le traitement des eaux usées , en particulier des eaux usées huileuse de Cevital pour l'élimination des polluants existants, en utilisant de préférence un matériau local peu onéreux et bon adsorbant et absorbant qui est le kaolin de Tamazert KT3B.

A travers cette étude nous montrons la haute capacité d'adsorption de kaolin vis-à-vis des éléments polluants.

Ce travail est suivie par l'influence des paramètres expérimentaux (le temps d'agitation, la variation de la quantité, la variation de la fraction)

.Les résultats obtenues en laboratoire ont montrés que le kaolin KT3B est très efficace dans le domaine de traitement des eaux usées.

Mots clés: argile, kaolin, KT3B, eaux usées, traitement, adsorption.

Abstract :

In this work we proposed to study a method of absorption and adsorption for the wastewater treatment, especially oily wastewater Cevital for the removal of existing pollutants, preferably using a local little material expensive and good absorbent and adsorbent is kaolin Tamazert KT3B.

Through this study we demonstrate the high adsorption capacity of kaolin against the pollutants. This work is followed by the influence of the experimental parameters (stirring time, the variation of the quantity, the variation of the fraction).

The Results obtained in the laboratory have shown that the kaolin KT3B is very effective in the field of wastewater treatment.

Keywords: clay, kaolin, KT3B, wastewater treatment, adsorption.