

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
Ministre de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

**UNIVERSITE de BLIDA 1**

**Faculté de Technologie**

**Département de Génie des Procédés**



**Mémoire de Master**

En vue de l'obtention de diplôme de Master

**EN GENIE DES PROCEDES**

**Spécialité : Génie de l'Environnement**

**Thème**

*Etude de l'élimination simultanée de plusieurs  
polluants à partir de l'eau par adsorption sur une  
argile naturelle*

**Réalisé par :**

M<sup>elle</sup> SERIR Wissem

M<sup>elle</sup> AMBAREK CHERIF Hazar

**Encadré par :**

Dr. DADOU Salima

Année universitaire 2022/2023

## Remerciements

---

Avant tout, nous remercions Dieu le tout puissant pour tout le courage et la force qu'il nous a donnés pour achever ce travail.

Nos remerciements spéciaux vont à notre promotrice, Mme Dadou Salima, Maître de Conférences (B) à l'université Blida 1, pour sa disponibilité, son savoir-faire, ses conseils et son guide.

Nous remercions aux membres de notre jury, pour le grand honneur qu'ils nous font en acceptant d'étudier et de juger ce mémoire.

Ce travail a été effectué au laboratoire de chimie des solutions du département de génie des procédés, Faculté des Sciences et technologies de l'Université de Blida 1.

Nous exprimons nos respectueux remerciements à Mr Dahmouche Rachid ingénieur de laboratoire de l'Université, d'avoir bien accueillie dans son laboratoire et d'avoir facilitée l'intégration au sien de son équipe. Sa disponibilité, son curieux et son intérêt. Qu'il trouvera ici nos plus grandes reconnaissances d'avoir donnée l'opportuns de bénéficier de sa grande expérience scientifique.

Nous remercions les ingénieurs de laboratoire de la STEP de beni mered ; Mme Benamirouche Ouissem , Mme Boudarbala Ichrak et Mr chadouli Mohamed .

Nous remercions également les ingénieurs du laboratoire pharmacie et le laboratoire des matériaux et méthodes physiques d'analyses, Mme Ait Ali Yahia Karima et Mme Tiradi el Kebir Nafissa.

Nous exprimons notre gratitude à l'ensemble des enseignants et l'ensemble du personnel du Département de Génie des procédés de l'université Blida 1.

# *Dédicace*

*Je dédie ce modeste travail à mes chers parents. À ma merveilleuse mère au cœur bienveillant et une personne pas comme les autres au monde, sans qui je ne serais pas là aujourd'hui. Je lui dois une fière chandelle. Et à l'homme le meilleur et le plus pur du monde, mon cher père J'espère toujours rester fidèle aux valeurs morales que Vous m'avez apprises.*

*A mes chéris sœurs **Mahdia** et **Dounia** et mon cher frère **Ahmed** et mes chéris tantes « **Hazar** et **Yamina** et **cheriffa** » et ma famille.*

*A tous mes amies et ma binôme **wissem** et mes collègues plus particulièrement les étudiants de génie de l'environnement*

*Souvenir de notre sincère et profonde amitié et des moments agréables que nous avons passés Ensemble.*

*A toutes les personnes qui ont participé à l'élaboration de*

**HAZAR**

# *Dédicace*

*Je dédie ce travail*

*Aux deux personnes que j'aime, ma raison de vivre qui méritent  
tout le respect du monde qu'ils trouvent ici le témoignage de mon  
profond amour et mon dévouement infini*

*À ma mère, pour son amour, ses encouragements et ses sacrifices*

*À mon père, pour son soutien, son affection et la confiance qu'il  
m'a accordé*

*Que ALLAH les protège et leur réserve une longue vie pleine de  
bonheur et de santé.*

*À tous les membres de ma familles, à mes sœurs sarah et hanan et  
amira , à tous mes amis et bien sûr yasmine et hanan et nadjet et  
ma binôme hazar*

*À tous mes collègues de génie de l'environnement et génie de  
procédés.*

*À tous ceux qui me sont chers*

*WISSEM*

## Résumé

### ملخص

تلوث المياه مشكلة خطيرة. يعد الامتزاز من أكثر الأساليب فعالية لإزالة الملوثات العضوية. الهدف من هذا العمل هو تقييم فعالية عملية الامتزاز على الطين الطبيعي، لمعالجة مياه الصرف الصحي. تم إجراء تجارب الامتزاز على دفعات، بتطبيق التصميم المركزي المركب لـ 20 تجربة مع الأخذ بعين الاعتبار ثلاث معاملات وهي الأس الهيدروجيني ووقت التلامس وكتلة الطين.

مكننا التحليل الإحصائي من تطوير نموذج يجمع معاً أهم المعايير. الظروف المثلى هي الرقم الهيدروجيني = 9، الوقت = 10 دقائق؛ جنون = 2 جم / 100 مل. يُقترح الطين لدينا كمتناز قابل لإعادة التدوير وتنافسي وسهل إعادة الاستخدام لامتصاص الملوثات العضوية. لقد لوحظ أن مياه الصرف الصحي المعالجة بالامتزاز على الطين لدينا تفقد طبيعتها السامة، والتي يمكن أن تسمح بالنمو الطبيعي للنبات

**الكلمات المفتاحية:** مياه الصرف الصحي، الطين، الامتزاز، التحسين، المركب المركزي. الري

### Abstract

Water pollution is a serious problem. Adsorption is one of the most effective techniques for removing organic pollutants. The aim of this work is to evaluate the effectiveness of the adsorption process on a natural clay, for the treatment of wastewater. Adsorption experiments were carried out in batch, applying the composite central design of 20 experiments taking into consideration three parameters, namely pH (X1), contact time (X2) and clay mass (X3). Statistical analysis enabled us to develop a model grouping together the most significant parameters. Optimum conditions are pH = 9, time = 10 min;  $m_{ad} = 2 \text{ g}/100\text{mL}$ . Our clay is proposed as a recyclable, competitive and easy-to-reuse adsorbent for the adsorption of organic pollutants. It has been observed that wastewater treated by adsorption on our clay loses its toxic nature, which can allow normal plant growth.

**Keywords:** Wastewater, Clay, Adsorption, Optimization, Central composite. Irrigation

### Résumé

Le problème de la pollution de l'eau est très préoccupant. L'adsorption est l'une des techniques les plus efficaces pour éliminer les polluants organiques. Ce travail a pour objectif d'évaluer l'efficacité du procédé d'adsorption sur une argile naturelle, pour le traitement de l'eau usée. Les expériences d'adsorption ont été effectuées en batch, l'application du plan de central composite de 20 expériences en prenant en considération trois paramètres, à savoir le pH (X<sub>1</sub>), le temps de contact (X<sub>2</sub>) et la masse d'argile (X<sub>3</sub>). L'analyse statistique a permis d'élaborer un modèle regroupant les paramètres les plus significatifs. Les conditions optimales sont pH = 9, temps = 10 min ;  $m_{ad} = 2 \text{ g}/100\text{mL}$ . Notre argile est proposée comme un adsorbant recyclable, compétitif et facile à réutiliser pour l'adsorption des polluants organiques. IL a été observé que l'eau usée traitée par adsorption sur notre argile, elle perd sa nature toxique, ce qui peut permettre une croissance normale des plantes.

**Mots-clés :** Eau usée, Argile, Adsorption, Optimisation, Central composite. Irrigation

## Liste des abréviations

---

**Al-OH** :Aluminol

**CT** : Couche tétraédrique

**CO** : Couche octaédrique

**CCD** : Plan central composite

**Cl** : Chlorures

**Ca<sup>2+</sup>** : Calcium

**DBO<sub>5</sub>** : Demande biologique en oxygène

**DCO** : Demande chimique en oxygène

**DRX** : Diffraction des rayons X

**EB** : Eaux brutes

**IRTF** : Infrarouge à transformée de Fourier

**K<sup>+</sup>** : Potassium

**K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>** : dichromate de potassium

**MES** : Matière en suspension

**Mg<sup>2+</sup>** : Magnésium re en suspension

**Na<sup>+</sup>** : Sodium

**P** : Phosphore

**PZC** :point zéro charge

**PIE** :point isoélectrique

**PE** : Plan d'expérience

**pH** :Potentiel d'hydrogène

**RSM** : La méthodologie de la surface des réponses

**SO<sub>4</sub><sup>-2</sup>** : Sulfates

**STEP** : Station d'épuration

**Si-OH** : Silanols

## Liste des tableaux

---

### Chapitre I Art d'état

<b>Tableau I.1</b>	Charges polluantes entrant à la station d'épuration.....	06
<b>Tableau I.2</b>	Charges hydrauliques entrant à la station d'épuration.....	07
<b>Tableau I.3</b>	Caractéristiques générales de la physisorption et chimisorption.....	15

### Chapitre II Matériels et Méthodes

<b>Tableau II.1</b>	Domaine expérimental et niveaux des facteurs étudiés.....	26
<b>Tableau II.2</b>	Matrice du plan central composite.....	27

### Chapitre III Résultats et discussion

<b>Tableau III.1</b>	Données de base de la STEP de Béni Mered.....	28
<b>Tableau III.2</b>	Analyse chimique de l'argile brute (% en poids) .....	29
<b>Tableau III.3</b>	Adsorption d'azote sur l'argile.....	31
<b>Tableau III.4</b>	Matrice du plan central composite avec les réponses obtenues : %DCO et % DBO <sub>5</sub> .....	33
<b>Tableau III.5</b>	Estimation des effets et des paramètres statistiques correspondant cas ou la réponse est la demande chimique en oxygène % DCO.....	36
<b>Tableau III.6</b>	Estimation des effets et des paramètres statistiques correspondant cas ou la réponse est demande biologique en oxygène (% DBO <sub>5</sub> ).....	36
<b>Tableau III.7</b>	Conditions optimales en valeurs codées et valeurs réelles.....	43

## Liste des figures

---

### Chapitre I Art d'état

<b>Figure I.1</b>	Schéma de la structure de gestion d'eau usée.....	03
<b>Figure I.2</b>	Représentation schématique d'une structure en couches de l'argile.....	09
<b>Figure I.3</b>	Représentation des tétraèdres et des octaèdres.....	10
<b>Figure I.4</b>	Représentation schématique de la structure de l'illite. ....	11
<b>Figure I.5</b>	Représentation schématique de la structure d'une smectite.....	12
<b>Figure I.6</b>	Structure multi-échelle de la montmorillonite.....	13

### Chapitre II Matériels et Méthodes

<b>Figure II.1</b>	Préleveur automatique.....	20
<b>Figure II.2</b>	Prélèvements d'eau usée à l'entrée de la station.....	20
<b>Figure II.3</b>	Dispositif expérimental.....	23
<b>Figure II.4</b>	Incubateur.....	24
<b>Figure II.5</b>	(a) Bloc de chauffage à 150°C ; (b) Spectrophotomètre .....	25

### Chapitre III Résultats et discussion

<b>Figure III.1</b>	Diffractogramme de l'argile brute.....	30
<b>Figure III.2</b>	Spectre infrarouge de l'argile. ....	31
<b>Figure III.3</b>	a) Détermination de $\text{pH}_{\text{PZC}}$ ; b) Évolution du potentiel zêta en fonction du pH en ions $\text{H}_3\text{O}^+$ ou $\text{OH}^-$ pour l'argile. ....	32
<b>Figure III.4</b>	Réponses expérimentales du plan Central composite.....	34
<b>Figure III.5</b>	Diagramme de Pareto comparant les paramètres sur les deux réponses...	34
<b>Figure III.6</b>	Valeurs des réponses expérimentales en fonction des valeurs estimées a) % DCO b) % $\text{DBO}_5$ .....	37



## Liste des figures

---

<b>Figure III.7</b>	Courbes de surfaces de réponse (A: pH-Temps); B: (pH- $m_{ads}$ ); C: ( $m_{ads}$ -Temps) .....	39
<b>Figure III.8</b>	Courbes iso-réponse à $X_1 = +1$ .....	39
<b>Figure III.9</b>	Courbes de surfaces de réponse (A: pH-Temps); B: (pH- $m_{ads}$ ); C: ( $m_{ads}$ -Temps).....	41
<b>Figure III.10</b>	Courbes iso-réponse à $X_1 = +1$ .....	42
<b>Figure III.11</b>	Profils des réponses et fonction de désirabilité globale tracée à l'aide de logiciel JMP 13.....	43
<b>Figure III.12</b>	Réutilisation de l'argile.....	44
<b>Figure III.13</b>	Images montrant la croissance comparée de l' <i>Allium Cepa</i> .....	45

## Sommaire

---

Introduction générale.....	01
<b>Chapitre I Art d'état</b>	
I.1.Introduction.....	03
I.2.Généralité sur les eaux usées.....	03
I.2.1 Origine des eaux usées .....	03
I.2.1.1.Origine domestique .....	04
I.2.1.2.Origine industrielle.....	04
I.2.1.3.Origine agricoles .....	04
I.2.2.Caractéristique des eaux usées .....	04
I.2.2.1.Paramètres physiques .....	04
I.2.2.2Paramètres chimiques .....	05
I.2.2.3.Paramètres bactériologiques .....	05
I.3 Description générale sur la STEP .....	05
I.3.1.1 Stations de relèvement .....	06
I.3.1.2 Données de base de la STEP.....	06
I.3.2. Description des ouvrages de traitement des eaux .....	07
I.3.2.1. Prétraitement .....	07
I.3.2.2. Traitement primaire.....	07
I.3.2.3. Traitement biologique .....	08
I.4.Traitement des eaux usées par adsorption sur les argiles.....	08
I.4.1.Généralités sur l'argile.....	08
I.4.1.1. Minéralogie et cristallographie des argiles .....	09
I.4.1.2. Classification des argiles selon la structure chimique.....	10
I.4.1.3. Morphologie du système argile-eau.....	13
I.4.1.4. Description de l'adsorption sur la surface argileuse.....	13
I.4.1.5. Charges électriques de surface.....	14

## Sommaire

---

I.4.2. Phénomènes d'adsorption.....	14
I.5. Paramètres influençant le processus d'adsorption.....	15
I.5.1 Surface spécifique .....	15
I.5.2 Nature de l'adsorbat .....	15
I.5.3 pH .....	15
I.5.4 Température .....	16
I.6. Méthodologie des plans d'expérience.....	16
I.6.1. Définition.....	16
I.6.1.1. Facteur .....	16
I.6.1.2. Réponse .....	16
I.6.1.3. Erreur.....	16
I.6.1.4. Interaction .....	16
I.6.1.5. Domaine expérimental et domaine d'étude .....	16
I.6.1.6. Variables codées et variables naturelles .....	17
I.6.1.7. Matrice d'expérience .....	17
I.6.1.8. Courbes d'iso réponses .....	17
I.6.2. Plan central composite.....	17
I.6.3. Analyse statistique des résultats.....	17
I.7. Conclusion.....	18

## Chapitre II Matériels et Méthodes

II. 1. Introduction.....	19
II.2. Origine des effluents étudiés.....	19
II.3. Méthode de prélèvement.....	19
II.3. Cartérisation de l'argile.....	21
II.3.1. Analyse de la composition chimique par spectrométrie de fluorescence X .....	21
II.3.2. Composition minéralogique par la Diffraction des rayons X (DRX) .....	21

## Sommaire

---

II.3.3. Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) .....	22
II.3.4. Zétamétrie .....	22
II.4. Protocole expérimental .....	23
II.5. Méthodes d'analyses .....	23
II.5.1. Demande biologique en oxygène (DBO <sub>5</sub> ) .....	23
II.5.2. Demande chimique en oxygène (DCO) .....	25
II.6. Application du central composite (CCD) .....	26
II.7. Conclusion .....	27

### Chapitre III Résultats et discussion

III. 1. Introduction .....	28
III.2. Caractérisation physico-chimique de l'eau usée à l'entrée de STEP .....	28
III.3. Caractérisation de l'argile .....	28
III.3.1. Analyse de la composition chimique par spectrométrie de fluorescence X .....	28
III.3.2. Composition minéralogique par la Diffraction des rayons X (DRX) .....	29
III.3.3. Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF) .....	30
III.3.4. Mesures texturales (Méthode BET) .....	31
III.3.5. Zétamétrie .....	31
III.4. Modélisation et optimisation .....	33
III.4.1. Présentations des résultats du plan central composite .....	33
III.4.2. Analyse des effets des différents paramètres et leurs interactions .....	34
III.4.3. Développement et validation des modèles de régression .....	35
III.4.4. Détermination des conditions optimales .....	37
III.4.4.1. Cas de la réponse % DCO .....	38
III.4.4.2. Cas de la réponse % DBO <sub>5</sub> (Y2) .....	40
III.5. Réutilisation de l'argile .....	43

## Sommaire

---

III.6.Irrigation avec des eaux traitées par l'adsorption sur une argile naturelle .....	44
III.7.Conclusion.....	46
Conclusion générale.....	47

# *Introduction générale*

## Introduction générale

---

Un environnement de vie hygiénique et de l'eau potable sont les conditions de base d'un mode de vie sain. L'eau propre est un élément essentiel pour l'usage domestique et est nécessaire pour les applications industrielles et agricoles. L'augmentation de la consommation d'eau générerait en fin de compte des effluents d'eaux usées plus importants. De nos jours, les eaux usées peuvent constituer un moyen de valorisation en ressources non conventionnelles afin de pallier les besoins de l'irrigation en cette conjoncture de déficit du stress hydrique que traverse les pays africains, compte tenu de la rareté de la ressource en eau.

Le contexte climatique accroît la tension sur les ressources en eau, l'urbanisation croissante et l'essor de l'agriculture irriguée ont conduit à la mise en œuvre des techniques de traitement efficaces pour garantir la réutilisation des eaux usées traitées.

À ce jour, plusieurs stratégies ont été élaborées pour réduire les rejets d'eaux usées et atténuer les risques liés aux polluants, notamment l'adsorption, la filtration sur membrane, la coagulation/floculation, l'oxydation, le traitement biologique, etc [1].

Le traitement des eaux usées entraîne généralement des coûts élevés car il est nécessaire d'éliminer efficacement les polluants présents dans les eaux usées pour rendre l'eau propre et réutilisable. Cependant, ces techniques de traitement des eaux usées sont conçues en tenant compte des exigences de caractérisation et d'épuration des effluents. Parmi toutes les autres techniques, l'adsorption est considérée comme l'une des techniques les plus efficaces pour le traitement des eaux usées en raison de plusieurs caractéristiques, qui sont moins efficaces dans les autres méthodes comparables [2].

L'Agence américaine pour la protection de l'environnement (USEPA) a déclaré que le processus d'adsorption était l'une des techniques de traitement des eaux usées les plus excellentes et les meilleures, entre autres [3]. Plusieurs chercheurs ont récemment consacré leurs efforts à la recherche d'adsorbants à grande surface, à faible coût et écologiques. Les chercheurs ont trouvé des adsorbants efficaces dans des matériaux de taille nanométrique, qui ont été observés comme des matériaux essentiels pour éliminer les colorants, les métaux lourds, les composés organiques, etc. des eaux usées [4].

En outre, le fait que les minéraux argileux soient chimiquement et physiquement stables et qu'ils puissent être facilement régénérés en font des adsorbants adéquats pour des applications à grande échelle. Dans le présent travail, nous avons appliqué le procédé d'adsorption sur une argile naturelle pour le traitement des eaux usées de l'aire urbaine de Blida-Beni Mered.

La planification d'expériences est choisie comme méthodologie expérimentale pour réaliser une bonne partie de ce travail.

## Introduction générale

---

Le choix judicieux des paramètres à étudier et leur domaine, est une étape importante, car le nombre d'expériences peut être sensiblement réduit.

La méthodologie des surfaces de réponse (en anglais : Response surface methodology : RSM) est un ensemble de méthodes statistiques et mathématiques utilisées pour développer une relation fonctionnelle entre une réponse d'intérêt et un certain nombre de variables d'entrée.

Ce travail est présenté sous forme de trois chapitres :

Le premier chapitre, a pour objectif l'introduction à la problématique des eaux usées ainsi qu'une description sur la STEP de Beni Mered. Les généralités sur les argiles, leurs structures et la description de l'adsorption sur leur surface seront développées.

Les différents aspects relatifs à la technique séparative choisie, qui est l'adsorption, seront détaillés dans ce chapitre ainsi que la présentation de la méthodologie utilisée pour réaliser cette étude, à savoir les plans d'expériences :

Ensuite nous détaillerons le matériel et les méthodes expérimentales que nous avons utilisées dans ce travail, ceci fera l'objet du deuxième chapitre.

Par ailleurs, nous étalerons nos résultats dans le troisième chapitre, pour mettre en évidence l'importance de l'argile utilisée dans ce travail et son efficacité dans la dépollution de l'eau.

Enfin nous avons terminé le manuscrit par une conclusion générale relatant les principaux résultats de cette étude.



# *Chapitre I Art d'état*

## I.1.Introduction

Au cours des années, la qualité de l'eau se détériore, principalement en raison des activités anthropiques, de la croissance démographique, de l'urbanisation non planifiée, de l'industrialisation rapide et de l'utilisation non rationnelle des ressources naturelles en eau. La station d'épuration rassemble une succession de mécanisme pour traiter des eaux usées. Chacune de ces dispositifs est conçue pour extraire un ou plusieurs polluants. Cette étude a exploré la réutilisation des eaux usées de la station d'épuration de Blida-Beni Mered. A travers ce chapitre, nous essayerons d'offrir un aperçu général sur la provenance, les caractéristiquement ainsi que le traitement des eaux usées. Les généralités sur les argiles, leurs structures et la description de l'adsorption sur leur surface seront développées.

La modélisation et l'optimisation est une étape importante dans le domaine des sciences expérimentales ou la méthodologie expérimentale doit être bien choisie et adaptée. Dans ce contexte, la méthodologie des plans d'expérience est appliquée dans ce travail, et ce à chaque fois qu'il est jugé judicieux, notamment pour des objectifs de modélisation et d'optimisation.

## I.2.Généralité sur les eaux usées

En parlant de l'eau usée il apparaît important d'avoir une idée sur sa définition, son origine et ses caractéristiques, ainsi que les différentes méthodes utilisées pour son épuration.

### I.2.1. Origine des eaux usées

On appelle eaux usées toutes eaux polluées. Polluées dans ce contexte veut dire souillées par des activités humaines. Les eaux usées sont toutes les eaux des activités domestiques, agricoles, industrielles englobent également les eaux de pluies chargées en substances toxiques qui parviennent dans les canalisations d'assainissement (Figure I.1).

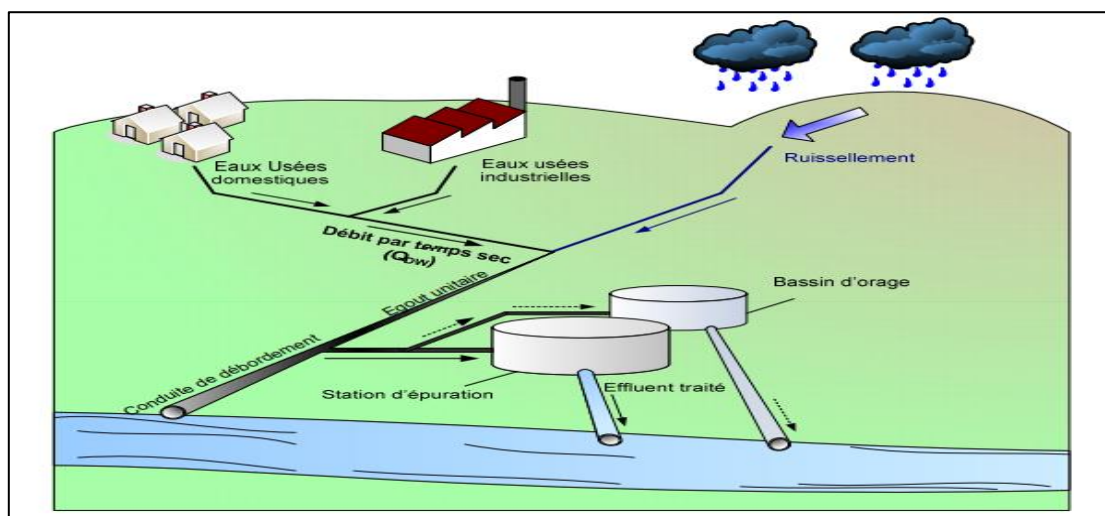


Figure I.1. Schéma d'une structure de gestion d'eau usée

### I.2.1.1. Origine domestique

Comme vous pouvez le deviner au nom, il s'agit des eaux polluées par toutes les activités domestiques, c'est-à-dire à la maison. On peut y distinguer :

- **Les eaux grises** : il s'agit des eaux de douche et de cuisine. Elles contiennent généralement chargées de graisses, de tensioactifs (savons, lessive), de solvants, de restes alimentaires, etc.
- **Les eaux noires** : il s'agit des eaux des toilettes. Elles sont composées de matières fécales, d'urine et de papier.

### I.2.1.2. Origine industrielle

Tous les rejets résultant d'une utilisation de l'eau autre que domestique sont qualifiés de rejets industriels. Leurs caractéristiques sont très variables puisque la pollution produite dépend de l'activité de l'industrie : Agroalimentaire ; Métallurgie ; Papeterie ; Pétrochimie ; Textile ; etc. Ainsi on peut y retrouver des hydrocarbures, des composés organiques, des graisses, des micropolluants, des métaux lourds, etc... [5].

Les rejets industriels peuvent donc suivre trois voies d'assainissement :

- ✚ Soit ils sont directement rejetés dans le réseau domestique ;
- ✚ Soit ils sont prétraités puis rejetés dans le réseau domestique ;
- ✚ Soit ils sont entièrement traités sur place et rejetés dans le milieu naturel.

### I.2.1.3. Origines agricoles

Ce sont les eaux issues d'une utilisation faite en agriculture. Le ruissellement agricole est une source majeure de pollution. En exemple d'eaux usées agricoles, l'on peut citer : les eaux de drainage ; les eaux blanches de laiterie ; les eaux de fumier ; etc.

## I.2.2. Caractéristique des eaux usées

Dans cette partie nous passerons en revue les principaux paramètres physicochimiques analysés au cours de la partie expérimentale ainsi que les paramètres bactériologiques les plus rencontrés dans les eaux usées.

### I.2.2.1. Paramètres physiques

- **Couleur** : Les eaux usées fraîches sont normalement brunes et jaunâtres, mais avec le temps, elles deviennent noires.
- **Matières en suspension** : ce sont des matières solides insolubles en suspension dans un liquide et visibles à l'œil nu.

- **Température** Il est important de connaître la température de l'eau avec une bonne précision. En effet, celle-ci joue un rôle dans la solubilité des sels et surtout des gaz, dans la dissociation des sels dissous donc sur la conductivité électrique, dans la détermination du pH, pour la connaissance de l'origine de l'eau et des mélanges éventuels [6].
- **Turbidité** : En raison des matières en suspension, les eaux usées auront une turbidité plus élevée.

### I.2.2.2. Paramètres chimiques

Les eaux usées contiennent différents produits chimiques sous diverses formes, comme indiqué ci-dessous.

- **Demande chimique en oxygène (DCO)**: C'est une mesure de la quantité de matières organiques dans les eaux usées en fonction de l'oxygène nécessaire pour les oxyder.
- **Azote** : Il est mesuré sous ses différentes formes : nitrite, nitrate, ammoniac, et azote organique (qui est la quantité d'azote présente dans les composés organiques).
- **Phosphore** : On le mesure généralement sous sa forme minérale et organique, le phosphore total ;
- **Chlorures** ( $\text{Cl}^-$ )
- **Sulfates** ( $\text{SO}_4^{2-}$ )
- **Métaux lourds**

### I.2.2.3. Paramètres bactériologiques

- **Demande biochimique en oxygène (DBO)** : La DBO est la quantité d'oxygène nécessaire pour stabiliser la matière organique au moyen de micro-organismes.
- **Huile et graisse** : L'huile et la graisse proviennent de déchets alimentaires et de produits pétroliers.
- **Vie microbienne dans les eaux usées** : Les eaux usées contiennent les microbes suivants : Bactéries ; Protozoaires ; Champignons ; Virus ; Algues ; Rotifères ; Nématodes.

## I.3 Description générale sur la STEP

La station traitera les eaux usées de l'aire urbaine de Blida-Beni Mered, et des industries connectées. Elle est implantée sur 06 hectares, située à l'Est de la route nationale N°1 à proximité d'Oued Béni Azaa. Environ 05 km au nord-est de Blida et à environ 40 km au sud-ouest d'Alger et à environ 30 km au nord-est de Médéa.

Elle traite les eaux usées issue de grand Blida :

Commune de Beni Mered ;

Commune de Blida ;

Commune d'Ouled yaich ;

Commune de Bouarfa

### **I.3.1.1. Stations de relèvement**

Les stations de relevage permettent de transférer les eaux usées vers la station d'épuration. L'opération de transfert se fait à l'aide des pompes submersibles au nombre de deux.

#### **➤ Poste de relevage N°18**

Il est destiné à recevoir les eaux usées de la station de relevage central et la station de Bouarfa afin de les acheminer vers la station d'épuration de Beni Mered.

#### **➤ Poste de relevage N°22**

Il reçoit les eaux usées envoyées par la station de relevage N°22 bis et les acheminer vers la station d'épuration.

Au niveau de chaque poste de relevage les effluents sont dégrillés pour permettre la protection des groupes de pompage.

#### **➤ Ouvrage de réception**

Les effluents arrivent à la station via trois collecteurs dont deux collecteurs du PRN°18 et un collecteur du PRN°22. Cet ouvrage est équipé d'un déversoir by-pass général de la station, la mesure des débits des effluents by-passés est réalisée à l'aide d'une sonde ultrasons qui mesure la hauteur d'eau sur une lame déversant.

### **I.3.1.2 Données de base de la STEP**

#### **➤ Charges hydrauliques**

La station d'épuration a été dimensionnée pour une capacité de 383000 équivalents habitants, dont une proportion d'effluents industriels représentant 40 000 équivalents habitants.

**Tableau I.1. Charges polluantes entrant à la station d'épuration [STEP Beni Mered]**

<b>Paramètres</b>	<b>Unité</b>	<b>Valeurs</b>
Demande biologique en oxygène (DBO <sub>5</sub> )	kg/j	21065
Demande chimique en oxygène (DCO)	kg/j	52563
Matière en suspension (MES)	kg/j	25278
Azote (NTK)	kg/j	3830
Phosphore (P)	kg/j	766

**Tableau I. 2 .Charges hydrauliques entrant à la station d'épuration [STEP Beni Mered]**

Paramètres	Unité	Valeurs
Pollution domestique	Eq.H	343000
Pollution industrielles	Eq.H	40 000
Capacité de traitement	Eq.H	383 000
Débit moyen journalier	m <sup>3</sup> /j	51560
Débit moyen horaire	m <sup>3</sup> /h	2148
Débit de pointe temps sec	m <sup>3</sup> /h	3310
Débit de pointe temps pluie	m <sup>3</sup> /h	4800

L'objectif de la station était le traitement du flux par temps sec, le prétraitement été conçu pour traiter le flux estimé par temps de pluie et par temps sec à l'horizon 2030. Le niveau minimal de traitement exigé est repris dans le tableau suivant :

### **I.3.2. Description des ouvrages de traitement des eaux**

La filière de traitement des eaux s'effectue en trois fils, et actuellement une seule file est en service, et comprend donc en totalité et successivement :

#### **I.3.2.1. Prétraitement**

Les effluents sont collectés en amont de l'ouvrage de prétraitement. Cet ouvrage composé de 3 lignes qui assurent les étapes de traitement suivant :

##### **a) Dégrilleur fin**

La STEP de Beni Mered est équipée de quatre dégrilleur automatique fin, d'une largeur entre deux barreaux de la grille de 10 mm dont un en secours. Les déchets extraits sont recueillis dans une vis convoyeuse puis dans une vis compacteuse à déchets.

##### **b) Dessablage et déshuilage**

La station d'épuration est équipée de trois lignes de dessableurs-déshuileurs. Les effluents sortant des dégrilleurs fin sont transités vers les ouvrages de dessablages déshuilages qui permettent la décantation des résidus les plus denses transportés par l'effluent (sables et matières lourdes dont la granulométrie est supérieure à 200 microns) et la flottation des déchets plus légers (graisses).

#### **I.3.2.2. Traitement primaire**

En amont du traitement biologique, les effluents transitent dans trois ouvrages de décantation primaire de caractéristique unitaire, dont actuellement une seule ligne qui est en service.

Le décanteur primaire a pour but d'effectuer un premier abattement sur les paramètres MES (55%), DCO (30%) et DBO<sub>5</sub> (30%). Cela se traduit par l'accumulation de boues en fond de décanteur.

Ces boues sont raclées vers un puits central, puis elles sont alors extraites vers la file de traitement des boues via la bêche de mélange des boues mixtes (biologiques et primaires). Les eaux en surface passent à travers une lame déversant crénelée en périphérie du bassin. Après cette étape, les eaux sont dirigées vers les bassins d'aération.

### **I.3.2.3. Traitement biologique**

En aval des décanteurs primaires, les effluents sont dirigés vers le traitement biologique. Le bassin biologique se considère autant que le cœur de la STEP dont l'épuration des eaux usées s'effectue grâce à une population spécifique de bactérie. Cette population bactérienne appelée biomasse ou une boue activée dégrade et assimile la pollution. Ce mécanisme génère une croissance bactérienne qui permet un renouvellement et un développement continu des bactéries. Le bassin biologique présente 3 objectifs :

- ✓ Oxydation des produits carbonés.
- ✓ Oxydation et réduction des produits azotés.
- ✓ Oxydation et réduction du phosphore.

Et pour atteindre ces trois (03) objectifs, trois actions sont nécessaires :

- ✓ Aération du bassin ;
- ✓ Recirculation des boues ;
- ✓ Extraction des boues en excès.

La station d'épuration de Beni Mered est constituée de trois ouvrages de bassin d'aération. L'oxygénation de chaque bassin est assurée par quatre aérateurs de surface d'une puissance nominale unitaire de 55 kw. La valeur d'apport spécifique brute en oxygène maximale est de 1.6 kg d'O<sub>2</sub> /kwh.

## **I.4.Traitement des eaux usées par adsorption sur les argiles**

### **I.4.1.Généralités sur l'argile**

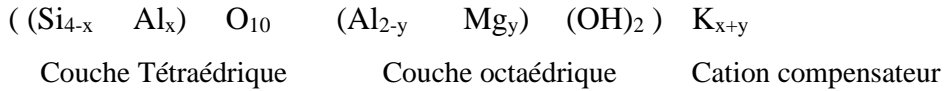
Les minéraux argileux proviennent de l'érosion de roches silicatées en particulier de la désagrégation des minéraux composants du granite (mica et feldspath).

Les minéraux argileux les plus communs sont la kaolinite, l'halloysite, la montmorillonite, l'illite et la vermiculite. Ils se présentent sous forme de très fines particules, de taille inférieure à 2 µm.

**I.4.1.1. Minéralogie et cristalochimie des argiles**

Les minéraux argileux sont caractérisés par leur unité structurale ou cellule de base (cristallite) qui est constituée d'un feuillet et d'un interfeuillet appelé aussi espace interfoliaire (Figure I.2) [7]. Quatre ions principaux forment la structure des feuillets : les ions  $Si^{4+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $O^{2-}$  et  $OH$ . De Plus, selon le type d'argile, d'autres ions sont également rencontrés, tels que  $Fe^{3+}$ ,  $Ca^{2+}$  et  $Mg^{2+}$  [8].

La formule générale conventionnelle des minéraux argileux est du type :

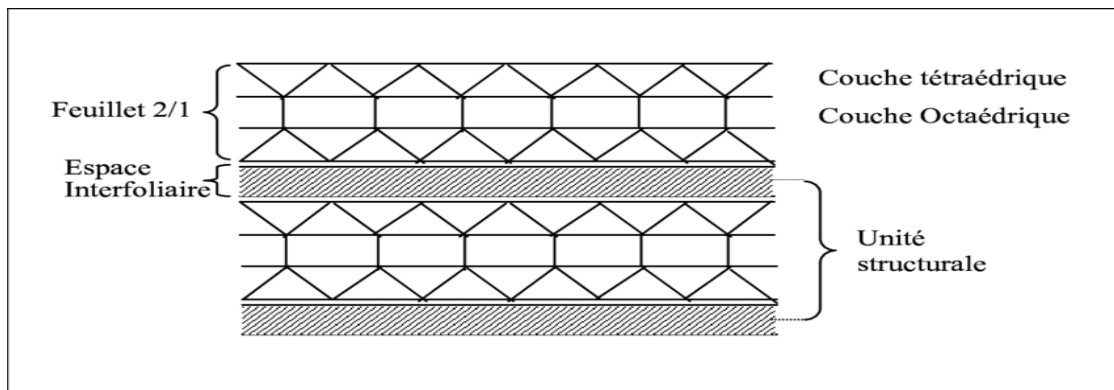


Les différentes notions précitées peuvent être définies comme suit :

- Les **plans** : sont constitués par les atomes ;
- Les **couches** : association de deux plans d'atomes d'oxygène et/ou d'hydroxyle formant des couches de tétraèdre ou des couches d'octaèdre ;
- Les **feuillets** : empilement articulé de couches.

On distingue trois types d'accolement :

- Feuillet 1/1 TO : une couche tétraédrique (CT) + une couche octaédrique (CO) (famille de la kaolinite) ;
- Feuillet 2/1 TOT : une couche octaédrique (CO) insérée entre deux couches tétraédriques (CT) (famille des micas) ;
- Feuillet de type 2:1:1 ou TOTOT: ce type est issu de la combinaison de deux couches octaédriques avec deux couches tétraédriques (famille des chlorites).



**Figure I.2.** Représentation schématique d'une structure en couches de l'argile [7].

**L'espace interfoliaire** : c'est le vide séparant deux feuillets de même structure, il peut être occupé par des cations (éventuellement hydratés) ;

**Unité structurale** : association d'un feuillet et d'un espace interfoliaire.



L'interfeuillet est constitué de fluide d'eau assurant une liaison électrochimique entre les feuillets. Il existe différents types de liaisons interfeuillet, liées notamment à des phénomènes de substitutions isomorphiques à la surface des cristallites.

Une particule d'argile résulte de l'empilement de quelques cristallites élémentaires face à face. Le feuillet est formé de deux ou trois couches cristallisées.

On distingue deux types de couches:

- Une couche tétraédrique, chaque tétraèdre étant occupé par un atome de silicium  $\text{Si}^{4+}$  [9], géométriquement, encadré par quatre atomes d'oxygène; les tétraèdres, assemblés par leurs sommets, forment un réseau hexagonal (figure I.3). Électriquement, les quatre charges positives de l'ion silicium sont neutralisées par quatre charges négatives appartenant aux quatre ions d'oxygène, il reste quatre charges négatives libres; compensées par les charges positives des cations voisins [10].
- Une couche octaédrique (figure I.3), formée d'octaèdres, occupés par des atomes d'aluminium  $\text{Al}^{3+}$  [9] et encadrés par des groupements  $(\text{OH}^-)$  (la liaison avec les tétraèdres étant assurée par les oxygènes). Électriquement, les trois charges positives de l'ion aluminium sont neutralisées par trois charges négatives des anions de l'octaèdre; pour utiliser complètement leurs charges négatives [11].

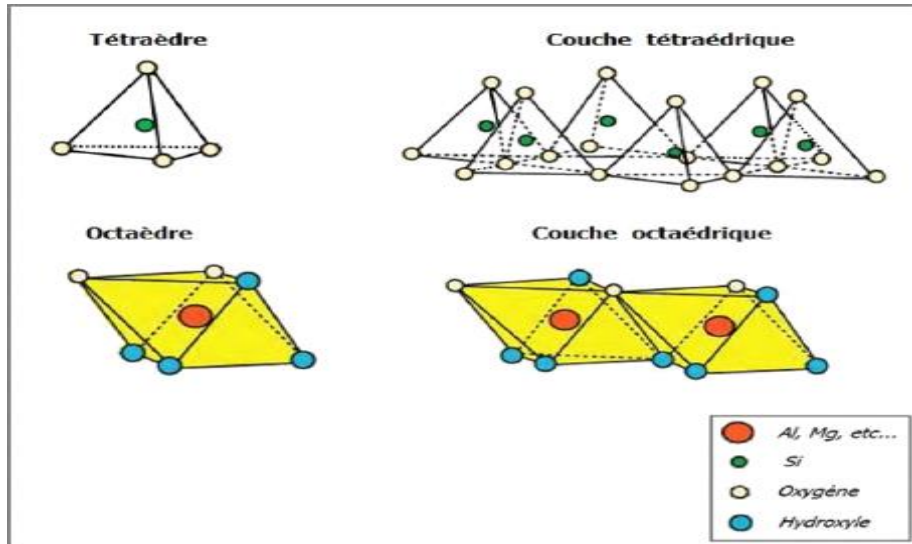


Figure I.3.Représentation des tétraèdres et des octaèdres [12].

#### I.4.1.2. Classification des argiles selon la structure chimique

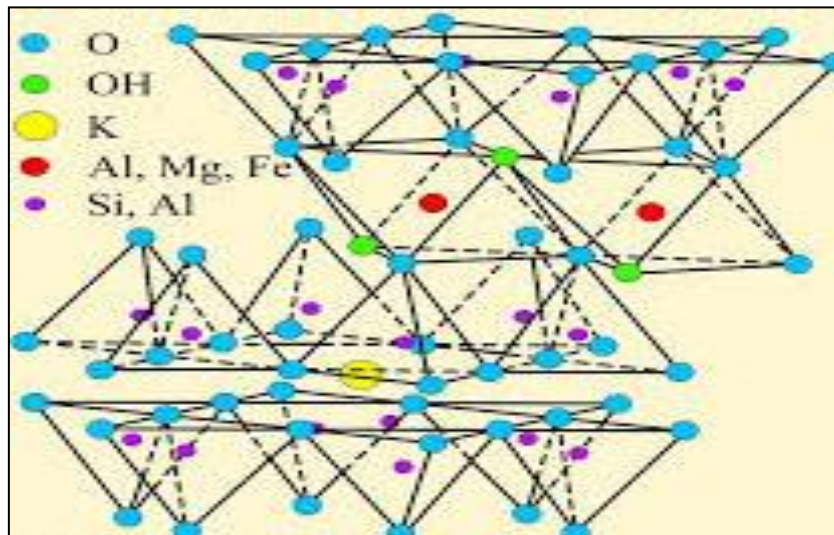
##### A. Kaolinite ou série 1/1 (T.O) : minéraux à $7\text{A}^\circ$

C'est la plus simple des argiles ; feuillet de type 1/ 1 dioctaédrique. Le feuillet est neutre. La distance entre les feuillets est de 0,7 nm, sa formule est  $\text{Si}_2 \text{Al}_2 \text{O}_5 (\text{OH})_4$  ou  $\text{Si}_4 \text{Al}_4 \text{O}_{10} (\text{OH})_8$ . [48].

Une combinaison de quelques cents feuillets est requise à la constitution d'une particule d'argile pouvant alors atteindre 0,1µm. La famille des kaolinites se distingue ainsi selon sa faible surface spécifique, comprise entre 5 et 20 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>, sa faible plasticité et son caractère non gonflant.

### B. Illites ou série 2/1 (T.O.T) : minéraux à 10 Å°

Ce sont des argiles dites 2 : 1. Le feuillet primaire est constitué d'un feuillet octaédrique entouré de deux feuillets tétraédriques, avec des substitutions foliaires, compensées électriquement par des ions K<sup>+</sup> en position interfoliaire. L'équidistance moléculaire est de 1 nm. La formule générale est (Si<sub>4-x</sub> Al<sub>x</sub>)(Al,M1,M2)<sub>2</sub> O<sub>10</sub> (OH)<sub>2</sub> K. L'illite a une capacité d'échange cationique faible (de 20 à 40 meq /100g). Les nombreuses substitutions parmi le minéral argileux entraînent toutefois de grandes capacités d'échange cationique et une importante surface spécifique de 200 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>[13].



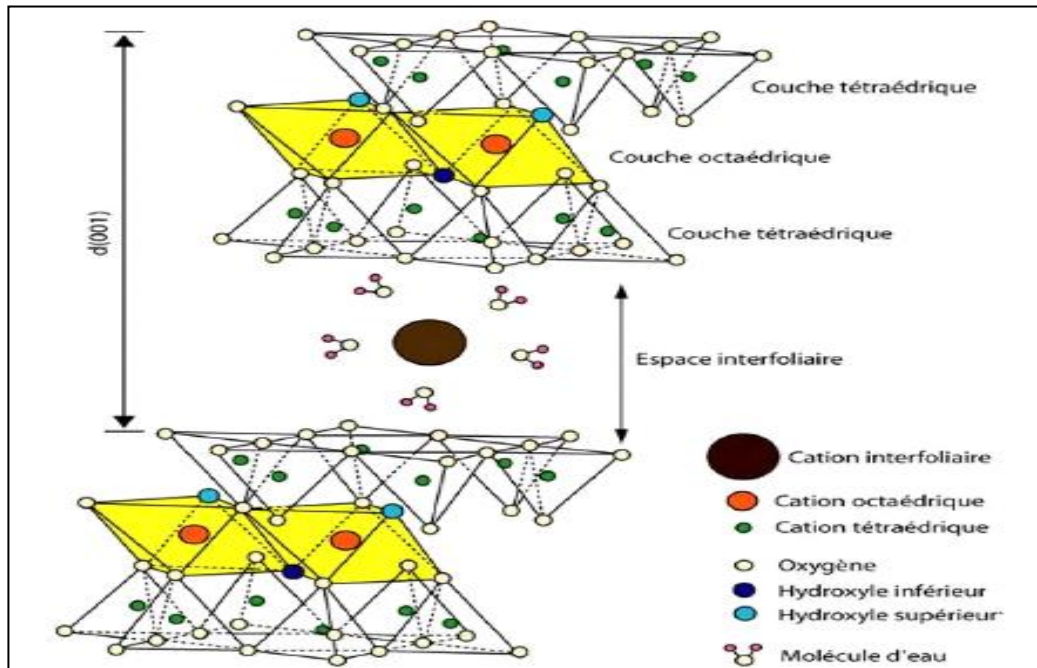
**Figure I.4.** Représentation schématique de la structure de l'illite.

### C. Smectites ou série 2/1 (T.O.T): minéraux à 10Å°

Le mot "smectite" dérive du mot grec "Smectos" qui signifiait le savon dans l'antiquité grecque. Les smectites sont également des argiles de type 2 : 1, les substitutions octaédriques dominantes dans ces argiles dioctaédriques laissent aux feuillets un grand pouvoir d'écartement, et ne permettent qu'une fixation temporaire d'ions K<sup>+</sup>. Plusieurs couches d'eau peuvent s'insérer entre les feuillets, dont l'espace dépasse souvent 20 Å en milieu humide. La figure (I.5) représente la structure d'une smectite. Les cations interfoliaires que l'on retrouve le plus souvent à l'état naturel (principalement Na<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, K<sup>+</sup> et Mg<sup>2+</sup>) sont généralement échangeables et plus ou moins hydratés.

Cette famille d'argile regroupe les montmorillonites, les bentonites, les saponites, les nontronites, les beidelites [14].

Ces différentes argiles sont connues pour leur capacité à piéger les molécules d'eau (figure I.5). Elles sont appelées argiles gonflantes. Les smectites portent une charge négative à la surface, neutralisée par des cations dits compensateurs, la principale origine de cette charge de surface provient de substitutions isomorphiques résultant du remplacement des cations métalliques du réseau par des cations de la même taille mais de charge inférieure (la plus fréquente est la substitution d' $\text{Al}^{3+}$  par  $\text{Mg}^{2+}$ ). Ces charges entre les feuillets sont responsables à 80% de la capacité d'échange cationique (CEC) [15].



**Figure I.5.** Représentation schématique de la structure d'une smectite [12]

Les smectites tri-octaédriques sont appelées saponite avec  $\text{Mg}^{2+}$  en couche octaédrique, les substitutions sont alors majoritairement tétraédriques :  $\text{Si}^{4+}$  remplacé par  $\text{Al}^{3+}$  ou  $\text{Fe}^{3+}$ . Les smectites di-octaédriques sont les beidellites, les nontronites et les montmorillonites.

Dans l'idéal, les beidellites et les nontronites ont un déficit de charge tétraédrique comme les saponites ( $\text{Si}^{4+}$  substitués par  $\text{Al}^{3+}$ ), alors que les montmorillonites ont un déficit de charge octaédrique ( $\text{Al}^{3+}$  substitué par  $\text{Mg}^{2+}$  essentiellement).

En fait, les smectites dioctaédriques possèdent le plus souvent à la fois des déficits de charges tétraédriques et octaédriques et c'est leur tendance qui les classe parmi les montmorillonites ou les beidellites [16].

#### **D. Chlorites ou série 2/1/1 (T.O.T.O) : minéraux à 14A°**

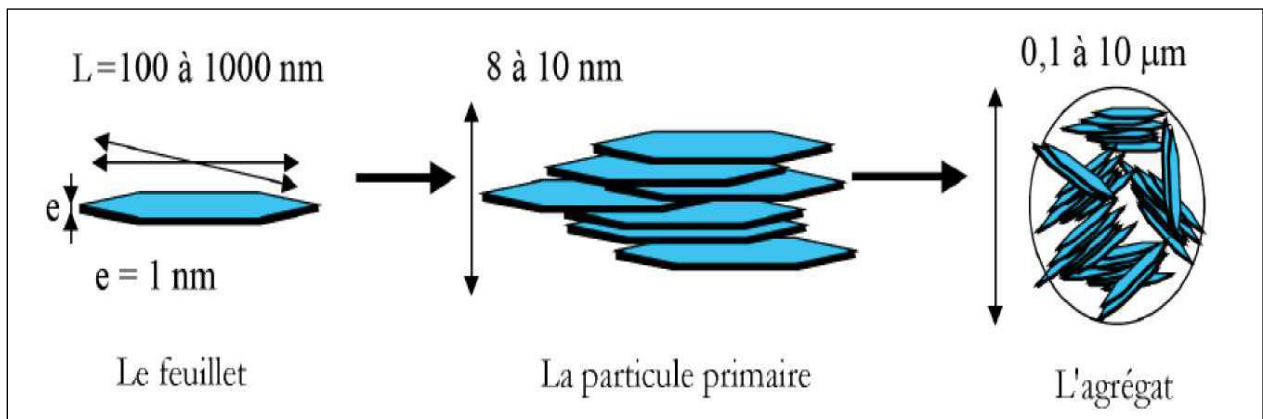
Ce nom leur a été attribué pour leur couleur verdâtre, du grec « chloros » signifiant vert. Des chlorites de couleur jaune, rouge ou blanche sont également retrouvés.

L'espace interfoliaire des chlorites n'est pas occupé par un cation compensateur comme dans les cas précédents, mais par un feuillet d'hydroxydes chargé positivement, l'espace basal caractéristique atteint

714 Å, la surface spécifique, généralement inférieures à  $20 \text{ m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ . Les chlorites sont stables à haute température [17].

#### I.4.1.3. Morphologie du système argile-eau

La phase solide du système argileux peut-être décrite à partir de trois unités structurales et de l'arrangement mutuel de ces unités : le feuillet, la particule et l'agrégat (Figure. I.6) [18].



**Figure I.6.** Structure multi-échelle de la montmorillonite [19].

La première de ces unités est le feuillet. C'est l'unité structurale de base définissant la nature minéralogique, l'appartenance au type d'argile, les propriétés physico-chimiques ainsi que le comportement macroscopique.

La seconde unité est la particule qui résulte de l'empilement de feuillets identiques parallèlement à leur plan de base. Le nombre de feuillets par particule ainsi que les distributions de distances séparant les feuillets dépendent à la fois de la nature des cations, de l'humidité relative et de la nature de l'électrolyte entourant la particule. L'agrégat est un assemblage désordonné de ces particules dont la forme et les dimensions peuvent être variées. L'arrangement est gouverné par le type de forces résultant des interactions entre particules et du degré de compaction. En effet, lorsque les forces répulsives sont dominantes, les particules s'orientent parallèlement et la structure est dite dispersée. Les agrégats sont plus ou moins denses selon la texture et le nombre de particules, ainsi que les distances entre celles-ci [20].

#### I.4.1.4. Description de l'adsorption sur la surface argileuse

Elle peut se dérouler en surface des particules d'argile, sur les faces latérales ou encore dans l'espace interfoliaire. Dans la montmorillonite, la présence de cations interfoliaires favorise d'ailleurs les phénomènes d'intercalation. Les modes d'interaction entre les smectites et les molécules organiques sont complexes et de diverses natures.

Plusieurs mécanismes d'adsorption ont été suggérés pour expliquer les liaisons: la formation de liaisons hydrogènes, l'échange de cations, les interactions ion-dipôle, avec ou sans formation de ponts cationiques, les réactions acide-base par échange de protons ou encore les interactions de type Van der Waals.

Les composés organiques peuvent être adsorbés à partir de phases vapeur, liquide ou solide.

### **I.4.1.5. Charges électriques de surface**

Les charges électriques de surface, responsables du phénomène de rétention d'ions, ont trois origines principales : les substitutions isomorphiques et les lacunes à l'intérieur du réseau, qui sont à l'origine de la charge permanente du feuillet, et les phénomènes de bordure de feuillet, qui créent des sites réactionnels dont la charge dépend du pH.

- Une charge permanente ou structurelle liée aux substitutions ioniques ( $Al^{3+}$  pour  $Si^{4+}$  dans le tétraèdre,  $Mg^{2+}$  ou  $Fe^{2+}$  pour  $Al^{3+}$  dans l'octaèdre), de signe négatif [21] ;
- Aux bordures d'un feuillet, les valences du silicium et de l'oxygène en couche tétraédrique d'une part, de l'aluminium et de l'oxygène en couche octaédrique, d'autre part, ne sont pas saturées. Pour compenser ces valences, des molécules d'eau s'hydrolysent et il y a apparition de groupes silanols (Si-OH) ou aluminol (Al-OH) qui en fonction du pH peuvent capter ou libérer des protons.

### **I.4.2. Phénomènes d'adsorption**

L'adsorption est un phénomène dans lequel un composé est retenu par la surface d'un solide.

On distingue deux types d'adsorption :

- Adsorption physique (ou physisorption)

Elle est due à l'existence de charges électriques non neutralisées à la surface, et/ou à l'intérieur de certains minéraux ou colloïdes. Dans le cas des argiles du type 2/1, des substitutions isomorphiques ( $Si^{4+}$  est remplacé par  $Al^{3+}$  en position tétraédrique) entraînant l'apparition de charges permanentes sur les surfaces basales de ces minéraux argileux [22].

La fixation des molécules d'adsorbat sur la surface adsorbante s'établit par des forces physiques faibles (forces de Van der Waals, interactions électrostatiques, etc.). La physisorption est rapide, réversible et n'entraînant pas de modification des molécules adsorbées.

- Adsorption chimique (ou chimisorption)

La fixation des molécules d'adsorbat sur l'adsorbant se réalise en établissant des liens chimiques, qui peuvent être des liaisons covalentes ou ioniques très fortes. La chimisorption est généralement irréversible, produisant une modification des molécules adsorbées.

La distance entre la surface et la molécule adsorbée est plus courte que dans le cas de la physisorption [23]. Le tableau (I.4) résume les différentes caractéristiques de ces deux types d'adsorption

**Tableau I.3.** Caractéristiques générales de la physisorption et chimisorption [23].

<b>Physisorption</b>	<b>Chimisorption</b>
Faible interaction : liaison électrostatique, liaison Van der Waals, liaison hydrogène	Forte interaction : liaison covalente, liaison de complexation, échange d'ions
Réaction rapide	Réaction lente
Favorisée à des faibles températures	Favorisée à des hautes températures
Énergie d'activation faible	Énergie d'activation élevée
Réversible	Irréversible / difficilement réversible

### **I.5. Paramètres influençant le processus d'adsorption**

Ces paramètres peuvent influencer le processus d'adsorption et notamment la capacité et la cinétique de rétention des adsorbats. Nous pouvons citer :

#### **I.5.1 Surface spécifique**

L'adsorption est proportionnelle à la surface spécifique de l'adsorbant. La dépendance de la cinétique d'adsorption et la dimension de la surface externe des particules est fondamentale pour le choix de l'adsorbant, pourtant cette surface externe ne représente qu'une portion minime de la surface totale apte à adsorber.

La taille des particules, la surface spécifique et la porosité sont les principales propriétés qui affectent l'affinité d'un adsorbant vis-à-vis du soluté. La structure de l'adsorbant peut jouer un rôle déterminant dans la fixation du substrat, en effet plus la taille est petite de l'adsorbant, plus la surface de contact sera grande; ce qui va donc augmenter son pouvoir de rétention [24].

#### **I.5.2 Nature de l'adsorbat**

La nature chimique des molécules de l'adsorbat, leurs formes, leurs concentrations, ainsi que leurs poids moléculaires peuvent influencer sensiblement le processus d'adsorption, en influençant leur disposition sur la surface de l'argile [25].

#### **I.5.3 pH**

Paramètre important dans le processus d'adsorption. Aux bordures d'un feuillet, les valences du silicium et de l'oxygène en couche tétraédrique d'une part, de l'aluminium et de l'oxygène en couche octaédrique, d'autre part, ne sont pas saturées.

Pour compenser ces valences, des molécules d'eau s'hydrolysent et il y a apparition de groupes silanol (Si-OH) ou aluminol (Al-OH), en fonction du pH, peuvent capter ou libérer des protons.

Ces derniers peuvent être échangés avec d'autres cations, le nombre et la nature des charges de bordure de feuillet seront directement liés au pH [26].

### **I.5.4 Température**

Le phénomène d'adsorption est endothermique ou exothermique suivant la nature du matériau. De nombreuses valeurs d'enthalpie d'adsorption sont présentées dans la littérature qui atteste de la variabilité des processus thermodynamiques lors de l'adsorption [26].

### **I.6.Méthodologie des plans d'expérience**

La méthode des plans d'expériences cherchera à déterminer et à établir les liens existants entre 2 types de variables : la réponse et les facteurs. Plus précisément, elle vise aussi bien à comprendre les relations liant la réponse avec les facteurs, que les facteurs entre eux. Pour cela, la solution proposée consiste dans tous les cas à établir un modèle, exprimant la réponse en fonction des facteurs. Pour bâtir ce modèle, il faut appréhender ces variations. Celles-ci sont déduites des résultats de séries d'expériences, c'est-à-dire de plusieurs configurations pour lesquelles les valeurs des facteurs sont différentes. Un plan d'expérience (PE) est un objet mathématique présenté sous forme de matrice comportant autant de colonnes que de facteurs (n), et autant de lignes que d'expériences (N), de niveaux ou de modalités retenus pour l'expérimentation. La réalisation d'un plan revient à déterminer la valeur de la fonction réponse (y) pour ces N configurations. Une relation de modélisation en est alors déduite.

Parmi les objectifs de l'application d'un PE :

- Détermination des conditions opérationnelles optimales pour un système donné ;
- Réduction du nombre d'essais, donc minimiser les dépenses ;
- Identifier les facteurs les plus influents, les interactions éventuelles entre les facteurs.

#### **I.6.1.Définition**

**I.6.1.1.Facteur :** En général, au lieu de variable, on utilise facteur. Un facteur peut être qualitatif ou quantitatif, il peut avoir une relation directe avec le phénomène étudié.

**I.6.1.2.Réponse :** Une réponse expérimentale ou variable dépendante, est une manifestation mesurable que l'on observe lorsqu'on fait varier les facteurs étudiés. L'ensemble des réponses forme la surface de réponse [27].

**I.6.1.3.Erreur :** Variation non expliquée d'un ensemble d'observations [27].

**I.6.1.4.Interaction :** Lorsque l'effet d'un facteur dépend de la valeur prise par un autre facteur cela se traduit par une interaction entre les deux facteurs. On appelle interaction d'ordre « m » une interaction entre m facteurs [27].

**I.6.1.5.Domaine expérimental et domaine d'étude :**

Le domaine expérimental est l'espace défini par la variation des facteurs quantitatifs et/ ou par les combinaisons des modalités des facteurs qualitatifs.

Un domaine d'étude est défini comme l'ensemble de tous les points de la surface de réponse délimitée par les niveaux bas et haut de chaque facteur ; c'est donc un espace m-dimensionnel.

**I.6.1.6. Variables codées et variables naturelles :** Les variables naturelles « xi » sont les valeurs qui correspondent à chaque niveau d'une variable explicative. Pour comparer les effets des variables naturelles sur la réponse, il est nécessaire de les remplacer par les variables codées « Xi » qui sont sans unité.

**I.6.1.7. Matrice d'expérience :** Matrice d'expérience est un tableau de n lignes et k colonnes, regroupant les conditions expérimentales d'un plan d'expériences. n et k correspondent, respectivement, au nombre d'expériences et au nombre des variables codées.

**I.6.1.8. Courbes d'iso réponses :** Après la détermination du modèle et la vérification de sa validité, les courbes d'iso réponses peuvent être tracées à l'intérieur du domaine expérimental. Ces courbes représentent des plans pour surfaces de réponse, c'est à dire la représentation graphique des résultats (modèle estimé) pour pouvoir déterminer les optimums.

### **I.6.2. Plan central composite**

Le plan central composite s'avère très intéressant d'un point de vue expérimental, car il est basé sur un plan factoriel ( $2^k$ ) complété par un plan en « étoile » où chaque facteur varie à une distance  $\pm \alpha$  du centre (les autres facteurs sont au centre du domaine d'étude). Il permet ainsi, à partir d'un plan factoriel, d'évoluer progressivement vers un plan en surface de réponse. La partie centrale constituée par  $n_0$  expériences au centre du domaine. Le nombre total de N essais à réaliser pour «k» facteur est donné par la relation suivante [28] :

$$N=2^k +2 f+n_0 \quad (\text{eq.I.1})$$

La valeur de  $\alpha$  doit être égale à :  $\alpha = (2^k)^{1/4}$  . Ces plans présentent l'avantage de se prêter au déroulement séquentiel d'une étude et d'exiger un nombre d'expériences relativement peu élevé [29].

### **I.6.3. Analyse statistique des résultats**

Afin de vérifier si le modèle mathématique obtenu ajuste convenablement les résultats expérimentaux, une analyse statistique est effectuée, elle permet une meilleure visibilité des résultats d'essais, cette analyse peut être réalisée à l'aide de logiciels spécialisés.

L'analyse de la variance dans la littérature anglo-saxonne (analysis of variance) souvent abrégé par le terme ANOVA, propose des indicateurs numériques permettant de quantifier la qualité d'ajustement d'un modèle [30].



## **I.7. Conclusion**

Ce chapitre a trait aux quatre aspects suivants, les données de base des eaux usées, l'adsorption comme phénomène et procédés de traitement et les argiles, comme support d'adsorption. De point de vue notions de base, nécessaires à la compréhension des phénomènes liés à l'adsorption, l'essentiel est présenté. En ce qui concerne les argiles, leur diversité, disponibilité, capacité d'adsorption et de traitement des eaux polluées par divers types de contaminants, sont tous des atouts et des avantages (présentées dans ce chapitre), motivant leur utilisation comme adsorbant dans ce travail.

La méthodologie des plans d'expériences, qu'on a opté dans la réalisation de ce travail. À travers cet aperçu, les avantages de cette méthodologie sont présentés, d'ailleurs ce sont les principaux arguments justifiant sa sélection comme approche expérimentale. Les différentes considérations présentées constituent un fondement théorique pour mieux appréhender la démarche expérimentale et l'exploitation des résultats pour une éventuelle modélisation et optimisation.

*Chapitre II*  
*Matériels et Méthodes*

### II. 1.Introduction

Le traitement de nos eaux usées est désormais indispensable pour protéger le patrimoine naturel et la qualité de la vie. C'est Grâce au traitement des eaux usées, les rivières et les nappes phréatiques ne se transforment pas en égouts.

L'utilisation d'un matériau local, tel que l'argile, pour traitement de l'eau usée est une technique prometteuse et alternative pour l'épuration de cette eau.

L'objectif de cette étude est d'exploiter une argile locale brute pour traiter les eaux usées en vue de leur réutilisation. L'application de ce type de procédé aux eaux usées nécessite une recherche des coûts les plus faibles en tenant compte de la spécificité des matières organiques contenues dans ces effluents. Le procédé d'adsorption est influencé par plusieurs paramètres, tels que le pH, la dose de l'adsorbant, le temps de contact et la température du mélange réactionnel.

### II.2. Origine des effluents étudiés

Les échantillons sont prélevés juste à l'entrée de la station d'épuration Beni Merad, située à l'Est de la route nationale N°1 à proximité d'Oued Béni Azaa. Environ 05 km au nord-est de Blida et à environ 40 km au sud-ouest d'Alger et à environ 30 km au nord-est de Médéa. Les prélèvements sont effectués au mois février 2023 et sont conservés selon la norme française AFNOR (1994) pour qualité de l'eau. L'échantillon doit être homogène, représentatif et obtenu sans modifier les caractéristiques physico-chimiques de l'eau.

### II.3. Méthode de prélèvement

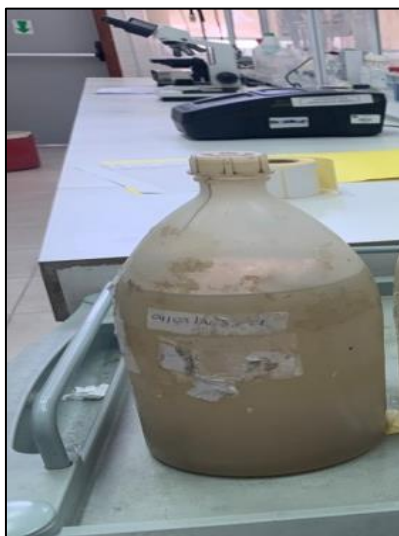
Le préleveur automatique (Figure II.1) permettant de constituer un échantillon composite de 24 h de l'effluent à analyser aux différentes étapes du traitement des eaux usées.



**Figure II.1.**Préleveur automatique

Chaque préleveur est composé d'une enceinte réfrigérée qui contient 24 bouteilles de prélèvement. Le préleveur prend des échantillons de 1000 ml chaque 60 min durant toute la journée (au total 24l). Après 24 heures, le personnel chargé du prélèvement reconstitue un échantillon moyen de 2 L en mélangeant les 24 flacons pour l'acheminer au laboratoire de la station chargée de l'exploitation de la STEP. Les prélèvements s'effectuent au niveau de :  
Eaux brutes (à l'entrée de la station), **EB**.

Une quantité de 5 litres ont été prise puis conservées dans des flacons au réfrigérateur à 4°C pour réaliser une série d'essais. En effet, les phénomènes biologiques susceptibles de modifier certaines caractéristiques sont très ralentis au-dessous de 5°C. Après homogénéisation manuelle, des prélèvements sont effectués pour suivre les cinétiques d'adsorption.



**Figure II.2.** Prélèvements d'eau usée à l'entrée de la station

### II.3. Caractérisation de l'argile

L'argile, qui fait l'objet de ce travail, provient de l'est de l'Algérie, et prélevée de gisement de Hammam N'bails (Guelma). C'est une argile de couleur grise, elle est utilisée dans ce travail à l'état brut sans aucun traitement.

La caractérisation de l'argile nécessite une fraction relativement pure pour obtenir des résultats relativement précis. Il faut éliminer les impuretés liées à la fraction argileuse, pour cela, on procède à une sédimentation naturelle (24 heures), et la récupération du surnageant qui contient la fraction argileuse.

Plusieurs méthodes physico-chimiques d'analyse sont appliquées sur l'argile brute afin de caractériser au mieux ce matériau, nous citerons en particulier :

- La fluorescence X pour la composition chimique ;
- La diffraction des rayons X pour les différentes phases cristallines présentes ;
- La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) pour identifier les différents groupements de la surface ;
- Le pH à charge nulle pour identifier la nature ionique de la surface.
- La surface spécifique

#### II.3.1. Analyse de la composition chimique par spectrométrie de fluorescence X

La spectrométrie de fluorescence X à dispersion de longueurs d'ondes (WD-XRF) est une technique d'analyse non destructive. Cette méthode permet de déterminer avec précision la composition chimique globale d'un échantillon solide, en éléments majeurs et en éléments traces jusqu'au niveau du  $\mu\text{g/g}$ , car le spectre de fluorescence X obtenu dépend très peu de l'arrangement chimique des éléments. Son domaine d'investigation s'étend du Bore (N=5) à l'Uranium (N=92). Les mesures sont effectuées avec un spectromètre séquentiel à dispersion de longueurs d'ondes « MAGIXpro », avec un tube à fenêtre frontale (anode Rh). L'instrument est piloté par un micro-ordinateur qui supporte également le logiciel d'analyse.

#### II.3.2. Composition minéralogique par la Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X est une technique puissante pour l'étude des cristaux à l'état solide. Elle permet d'accéder à leur structure cristalline. Elle est indispensable à l'identification des minéraux argileux, des argiles naturelles, ainsi que des minéraux « impuretés » associés. Le principe de cette technique est basé sur la diffusion des rayons X par la matière.

L'analyse minéralogique du sédiment total et de la fraction argileuse a été réalisée au niveau du laboratoire de « Argiles, Géochimie, et environnements sédimentaires » de l'université de Liège (Belgique). Pour la minéralogie des argiles, des particules orientées sur la plaque en verre ont été préparées à partir de la fraction  $< 2 \mu\text{m}$ , obtenue par la suspension en eau distillée de 1 - 2 g de sédiment brut tamisé à  $63 \mu\text{m}$  [31].

Les prétraitements nécessaires sont réalisés en fonction de l'analyse du sédiment total, ça dépend de la présence de carbonates (attaque par HCl), la présence de sulfates (l'eau chaude pour éliminer le gypse) et la présence de matière organique (attaque  $\text{H}_2\text{O}_2$ ). Après les prétraitements éventuels, la fraction argileuse (particules  $< 2 \mu\text{m}$ ) est prélevée de suspension en enfonçant la pipette jusqu'au trait noir de pilulier (le 1er cm de solution ne contient plus que des particules  $< 2 \mu\text{m}$  selon la Loi de Stokes) et déposée délicatement sur une plaque en verre (lame) et séchée à une température ambiante durant 24 h.

Pour un même échantillon trois spectres dans des conditions expérimentales différentes sont réalisés, le premier spectre à l'état naturel (spectre N), le second après solvatation dans éthylène-glycol pour 24h (spectre EG) et le troisième après chauffage à  $500^\circ\text{C}$  pendant 4 h (spectre H) : L'enregistrement et le traitement des spectres sont effectués à l'aide du logiciel de traitement « DIFFRAC plus XRD Commander », sous deux formats : « RAW » avant le traitement et format « EVA » après le traitement. L'identification qualitative des phases minéralogiques est effectuée à l'aide du logiciel, à partir de la comparaison entre les spectres de l'échantillon traité et des fiches connues des bases de données existantes.

### II.3.3. Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

L'appareillage utilisé est un spectroscope infrarouge à transformée de Fourier. Il est constitué de quatre éléments fondamentaux : la source infrarouge, un interféromètre, un détecteur et l'électronique de calcul. C'est un spectroscope de la marque Perkin Elmer, type Spectrum One accompagné du logiciel d'acquisition et de traitement des données. Sa gamme spectrale s'étend de  $4000\text{cm}^{-1}$  à  $400 \text{cm}^{-1}$  en réflexion avec une résolution de  $2 \text{cm}^{-1}$ .

### II.3.4. Zétamétrie

Le potentiel électrocinétique zêta ( $\zeta$ ) correspondant au potentiel mesuré à l'interface entre la couche compacte de Stern et la couche diffuse. Il est assimilé à la charge de surface des particules. Le potentiel zêta ( $\zeta$ ) des particules d'argiles permet une estimation de la charge de surface portée par ceux-ci et par conséquent, peut conduire à une interprétation des résultats obtenus lors de l'adsorption des colorants textiles.

Les dispersions argileuses sont d'abord agitées pour quelques minutes et leur pH est ajusté à partir de la valeur initiale ( $\approx 7,5$ ) à une valeur désirée dans l'intervalle (1-9) par ajout de quantité bien déterminée de HCl ou de NaOH.

Cette grandeur est mesurée à l'aide d'un zétamètre de marque Zetasizer 2000. Ces mesures sont effectuées en absence d'électrolyte, puisque nos études visent à examiner l'effet du pH plutôt que celui du sel sur la mobilité électrophorétique des particules d'argile.

### II.4. Protocole expérimental

L'étude est menée à l'échelle de laboratoire, en phase liquide, dans une cuve agitée, fonctionnant en batch (Figure II.3). Il s'agit d'un réacteur à double enveloppe, de volume de 250mL maintenu à température constante, et muni d'un agitateur magnétique. Une masse connue de l'argile est ajoutée soigneusement dans 100 mL de l'eau usée.

Avant chaque expérience, le pH de la solution est ajusté à la valeur désirée du pH (acide ou basique), en ajoutant, selon le cas, du HCl ou de la NaOH à 0,1M.



Figure II.3. Dispositif expérimental

### II.5. Méthodes d'analyses

#### II.5.1. Demande biologique en oxygène ( $DBO_5$ )

La  $DBO_5$  est la mesure de la consommation d'oxygène d'un effluent après cinq jours d'incubations à 20 °C.

La consommation d'oxygène de l'échantillon provient de la dégradation des molécules organiques et de l'oxydation des molécules inorganiques comme les sulfures, les ions ferreux et les différentes formes de composés azotés.

## Chapitre II Matériels et Méthodes

---

L'oxydation complète des matières organiques nécessite de 21 à 28 jours, mais la mesure de la DBO est limitée à 5 jours, car au-delà, débute le processus aérobie de nitrification (oxydation des matières azotées). La  $DBO_5$  est également exprimée en mg / L d'oxygène.

On verse dans un flacon un volume de l'eau traitée. On Ajoute un inhibiteur de nitrification qui permet d'inhiber la demande d'oxygène dans le test de  $DBO_5$  car les bactéries nitrifiantes consomment l'oxygène pour transformer l'ammonium  $NH_4$  en nitrate  $NO_3$ .

Ensuite, On inséré un barre au magnétique dans chaque flacon afin d'assurer une bonne agitation de l'échantillon pendant les cinq jours, puis ajouter 3 pastilles de KOH dans le godet en caoutchouc avec lequel on referme le flacon (a pour rôle de piéger le  $CO_2$  dégagé pendant la respiration) et on ferme hermétiquement chaque flacon avec l'Oxitop, et on commence à lancer la mesure et mettre le flacon dans l'incubateur réglé à  $20^\circ C$ , faire la lecture après 05 jours d'incubation.



**Figure II.4.** Incubateur

La  $DBO_5$  est une expression pour indiquer la quantité d'oxygène qui est utilisée pour la destruction de matières organiques.

Elle est calculée à partir de la relation (eq II.1) :

$$\%DBO_5 = \frac{DBO_0 - DBO_t}{DBO_0} * 100 \quad (\text{eq II.1})$$



### II.5.2. Demande chimique en oxygène (DCO)

La demande chimique en oxygène (DCO) est la mesure de la quantité d'oxygène requise pour oxyder la matière organique et inorganique oxydable contenue dans un échantillon.

Ce paramètre donne une estimation de la quantité de polluants présents dans une eau usée. Elle permet de mesurer la teneur en matières organiques totales (excepté quelques composés qui ne sont pas dégradés), y compris celles qui ne sont pas dégradables par les bactéries.

Il s'agit donc d'un paramètre important permettant de caractériser la pollution globale d'une eau par des composés organiques. La mesure de la DCO se fait par oxydation au dichromate de potassium ( $K_2Cr_2O_7$ ). Elle est exprimée en mg / L d'oxygène. La valeur de la DCO peut également servir d'indicateur pour les dilutions nécessaires lors de la mesure de la demande biochimique en oxygène.

La différence entre la DCO et la DBO est due aux substances qui ne peuvent pas être décomposées biologiquement.

La méthode d'analyse utilisée est la Demande Chimique en Oxygène (DCO) pour le suivi de la minéralisation totale de l'eau usée.



**Figure II.5.** (a) Bloc de chauffage à 150°C ; (b) Spectrophotomètre

Afin de vérifier, si les polluants organiques ont subi une adsorption partielle ou totale, la variation de la demande chimique en oxygène (DCO) des mélanges réactionnels, contenant les polluants organique est suivie en fonction du temps. Elle est calculée à partir de la relation (eq II.2) :

$$\%DCO = \frac{DCO_0 - DCO_t}{DCO_0} * 100 \quad (\text{eq II.2})$$

### II.6.Application du central composite (CCD)

Le plan central composite (CCD) est une matrice expérimentale très employée pour modéliser une surface de réponse de second ordre. Dans ce cas, chaque paramètre est étudié à trois niveaux différents (-1, 0, +1). Les gammes et les niveaux de ces paramètres sont représentés dans le tableau (II.1). Lorsque trois (03) variables sont pris en compte, 20 expériences sont requises. Les trois paramètres sélectionnés sont le pH (X<sub>1</sub>), le temps(X<sub>2</sub>) et la masse d'argile (X<sub>3</sub>). Dans le tableau (II.1), les niveaux bas (-1) et hauts (+1) sont mentionnés pour les paramètres étudiés. Ces gammes de variation des variables sont fixées à la suite des expériences préliminaires effectuées.

**Tableau II.1.** Matrice du plan central composite

Essais	pH X1		Temps d'agitation (min) X2		La dose de l'argile (g/100mL) X3	
	Valeur réelle	Valeur Codée	Valeur réelle	Valeur codée	Valeur réelle	Valeur codée
1	3	-1	120	1	5	1
2	7	0	65	0	3	0
3	3	-1	10	-1	3	0
4	11	1	120	1	5	1
5	7	0	65	0	5	1
6	11	1	10	-1	5	1
7	7	0	65	0	1	-1
8	7	0	120	1	3	0
9	7	0	65	0	3	0
10	7	0	65	0	3	0
11	3	-1	10	-1	1	-1
12	11	1	10	-1	1	-1
13	7	0	120	0	3	0
14	7	0	120	0	3	0
15	11	1	10	-1	1	-1
16	3	-1	120	1	5	1
17	3	-1	65	0	3	0
18	7	0	65	0	3	0
19	11	1	65	0	3	0
20	3	-1	10	-1	1	-1

**Tableau II.2.** Domaine expérimental et niveaux des facteurs étudiés.

Paramètres	Niveaux			
		-1	0	+1
pH	X <sub>1</sub>	3	7	11
Temps (min)	X <sub>2</sub>	10	65	120
m <sub>ads</sub> (g/100mL)	X <sub>3</sub>	1	3	5

Dans le cas de ce plan, une équation polynomiale de second ordre (eq.II.3) est souvent utilisée dans les études d'optimisation des processus [32].

$$\hat{Y}_e = b_0 + \sum_{i=1}^n b_i x_i + \sum_{i=1}^n b_{ii} x_i^2 + \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n b_{ij} x_i x_j \quad (\text{eq. II.3})$$

Où  $Y_e$  est la réponse,  $b_0$  est une constante (moyenne),  $b_i$  sont les coefficients linéaires,  $b_{ij}$  sont les coefficients d'interaction,  $b_{ii}$  sont les coefficients quadratiques,  $x_i$  et  $x_j$  sont les valeurs des variables codées. Chaque paramètre peut être exprimé à la fois en valeur codée et en valeur réelle.

## II.7. Conclusion

Le contenu de ce chapitre a permis de présenter les méthodes de caractérisation utilisées pour identifier l'adsorbant utilisé dans ce travail l'argile brute.

Le protocole expérimental du procédé d'adsorption est présenté. Plusieurs objectifs ont été fixés, ce qui a généré une grande variété en terme méthodologie expérimentale ainsi qu'en terme d'analyse quantitative.

*Chapitre III*  
*Résultats et discussion*

### III. 1.Introduction

Nous décrivons dans ce chapitre, le traitement d'une eau usée par le procédé d'adsorption sur une argile locale brute.

Le procédé d'adsorption est influencé par plusieurs paramètres, tels que le pH, le temps de contact et la dose de l'adsorbant.

La méthodologie de la surface des réponses (RSM) est appliquée, il faut rappeler que cette méthodologie permet d'organiser les expériences, d'évaluer les effets des paramètres opérationnels individuels et de leurs effets d'interaction, et d'optimiser les paramètres, avec une réduction significative du nombre d'expériences.

Un bref aperçu sur la caractérisation et les techniques d'identification de l'argile brute sont présentés.

### III.2.Caractérisation physico-chimique de l'eau usée à l'entrée de STEP

Les eaux usées utilisées lors de ce travail proviennent l'aire urbaine de BLIDA-BENI MERED, et des industries connectées. Les eaux usées à épurer ont les caractéristiques physique-chimique résumées dans le tableau suivant.

**Tableau III.1.** Données de base de la STEP de Béni Mered

Paramètres	Valeurs	Paramètres	Valeurs	Paramètres	Valeurs
Débit moyen journalier	51560 m <sup>3</sup> /j	MES (mg/L)	662	Cond (ms)	2008
Débit moyen horaire	2148 m <sup>3</sup> /h	DBO <sub>5</sub> (mg/L)	480	NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> (mg/L)	1,61
Débit de pointe temps sec	3310 m <sup>3</sup> /h	DCO (mg/L)	1120	PT (mg/L)	43,8
Débit de pointe temps pluie	4800 m <sup>3</sup> /h	O <sub>2</sub> (mgO <sub>2</sub> /L)	4,74	NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (mg/L)	76
Température (° C)	18,9	pH	7,1	PO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> (mg/L)	14,3

### III.3.Caractérisation de l'argile

#### III.3.1.Analyse de la composition chimique par spectrométrie de fluorescence X

Les analyses chimiques permettent de connaître la composition du matériau, de déterminer, d'une part les impuretés et les oxydes naturellement associés, et d'autre part la nature des cations interfoliaires.

Les résultats de l'analyse de l'argile sont représentés dans le tableau (III.2) :

**Tableau III.2.** Analyse chimique de l'argile brute (% en poids).

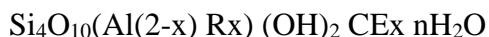
Composant et le pourcentage % en poids											
<b>B<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>CO<sub>2</sub></b>	<b>Na<sub>2</sub>O</b>	<b>MgO</b>	<b>Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>SiO<sub>2</sub></b>	<b>P<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	<b>SO<sub>3</sub></b>	<b>Cl</b>	<b>K<sub>2</sub>O</b>	<b>CaO</b>	<b>TiO<sub>2</sub></b>
2,6	18,2	0,240	5,233	11,101	32,248	0,163	0,322	0,032	1,553	22,175	0,528
<b>V<sub>2</sub>O<sub>5</sub></b>	<b>Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>MnO</b>	<b>Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>ZnO</b>	<b>As<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>Rb<sub>2</sub>O</b>	<b>SrO</b>	<b>Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub></b>	<b>BaO</b>	<b>PbO</b>	
0,018	0,024	0,061	4,286	0,392	0,017	0,013	0,343	0,134	0,040	0,224	

La silice, l'alumine et la chaux sont les oxydes constitutifs majoritaires de l'argile. Le rapport silice/alumine (**SiO<sub>2</sub>/ Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**) est égal à **2,9**. Cela s'explique par la forte teneur en silice libre (supérieure à 30%).

Les teneurs en CaO et CO<sub>2</sub> sont aussi élevées, >20% et 18 %, respectivement, puis MgO avec plus de 5%. Le magnésium et le calcium pouvant faire partie respectivement de la structure et de l'espace interfoliaire de la montmorillonite. Ces éléments suggèrent aussi la présence de calcite, de CaCO<sub>3</sub>, et de dolomite, Mg Ca (CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>. L'analyse chimique de l'échantillon de l'argile brute montre aussi une teneur en trioxyde de soufre SO<sub>3</sub> due à la présence de gypse.

Notons aussi la présence de l'oxyde de fer (>4 %), d'après la littérature, le fer peut se trouver sous forme d'oxy-hydroxydes, à savoir la goéthite (FeOOαH), et/ou d'oxydes tels que l'hématite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>α) et la maghémite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>γ) [1][2].

La formule chimique proposée pour l'argile utilisée est :



Où CE sont les cations échangeables et R, représente le magnésium.

On trouve de très nombreuses variétés chimiques où R est remplacé par différents cations divalents.

### III.3.2.Composition minéralogique par la Diffraction des rayons X (DRX)

L'identification qualitative des minéraux argileux est réalisée à partir de la superposition des trois spectres (Figure III.1) acquises des procédures (spectre N, spectre EG et spectre H).

Elle est basée sur la position relative et la réflexion spécifique de l'intensité du pic : la fraction illite est identifiée à une intensité de 10 Å en condition naturelle (N passages) ; il ne change pas dans les cycles EG et après chauffage (cycles H). Les chlorites sont identifiés à une intensité de 7,15 Å dans les conditions naturelle (N passages), ils ne changent pas sur les passes EG et H. Les smectites sont identifiées à une intensité de 15,4 Å dans des conditions naturelles, à une intensité de 17 Å dans le cycle EG et à une intensité de 10 Å en cycles H. Les résultats de l'analyse minéralogique des échantillons montrent la présence de smectite, illite et chlorite avec un pourcentage de 48, 40 et 12%, respectivement.

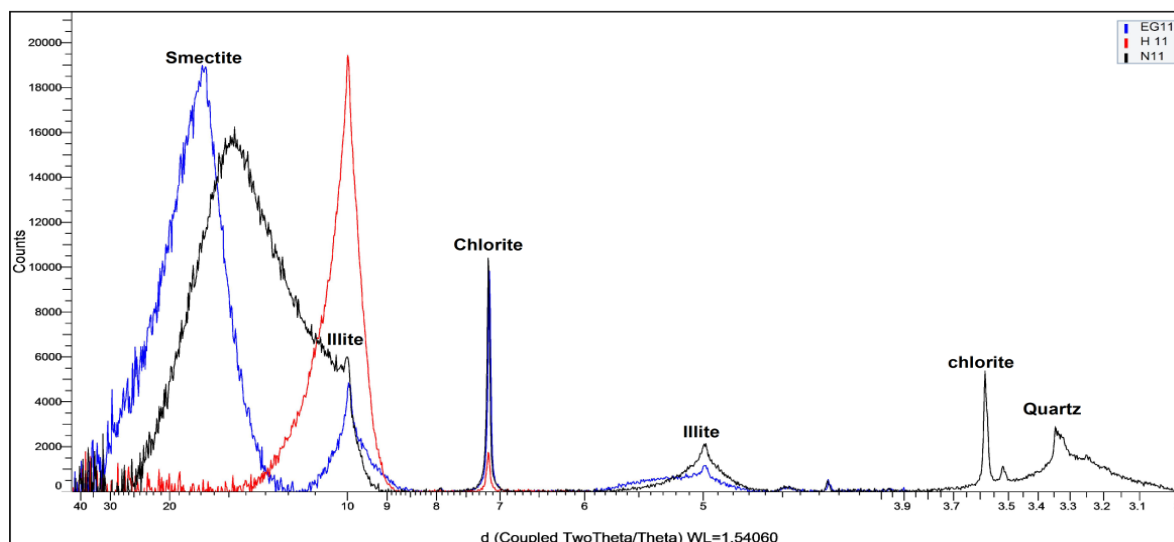


Figure III.1. Diffractogramme de l'argile brute.

### III.3.3. Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Le but est de déterminer les différentes fonctions chimiques présentes à la surface de ce solide. Le spectre IR de l'argile brute utilisée (Figure III.2) est caractérisé par deux zones de vibrations distinctes, des vibrations de valence et des vibrations de déformation. La bande de vibration de valence, située vers  $3623\text{ cm}^{-1}$ , correspond au groupement (OH), auxquelles s'associent les bandes de vibration de déformation vers  $3389$  et  $1625\text{ cm}^{-1}$  de l'eau d'hydratation des cations interfoliaires liées aux groupements Si-O du réseau argileux [33].

Les bandes de vibration d'élongation, vers  $1436$ ,  $873$  et  $713\text{ cm}^{-1}$ , correspondent à la calcite [34]. Le spectre présente une bande d'absorption intense entre  $900$ - $1200\text{ cm}^{-1}$ . Cette bande est centrée vers  $1030\text{ cm}^{-1}$ , elle caractérise les vibrations d'allongement de la liaison Si-O. Habituellement, dans les montmorillonites, cette bande apparaît à  $1100\text{ cm}^{-1}$ . Ce léger déplacement vers les basses fréquences serait dû à la présence d'ions trivalents ( $\text{Al}^{3+}$ ), en sites tétraédriques, substitués au silicium et aux ions ferriques, en sites octaédriques [35]. Une bande de vibration de valence vers  $3623\text{ cm}^{-1}$  est une autre déformation vers  $945\text{ cm}^{-1}$ , propre aux groupements Al-OH, ce qui confirme le caractère dioctaédrique et plus précisément qu'il s'agit d'une smectite dioctaédrique [36].

Les bandes de vibrations de déformation vers  $469$  et  $523\text{ cm}^{-1}$  correspondent respectivement aux groupements Si-O-Mg et Si-O-Al (octaédral), l'apparition de ces bandes justifiant la substitution de  $\text{Al}^{3+}$  par  $\text{Mg}^{2+}$  dans les sites octaédriques [35].

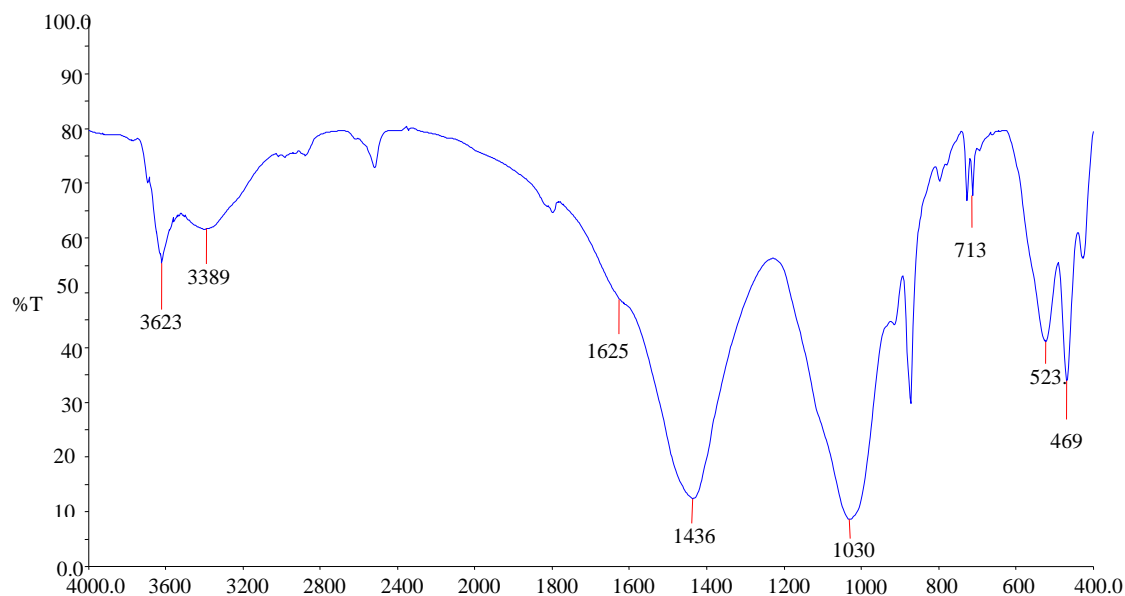


Figure III.2. Spectre infrarouge de l'argile.

### III.3.4. Mesures texturales (Méthode BET)

Cette technique est basée sur l'isotherme d'adsorption/désorption de l'azote gazeux à une température voisine de son point d'ébullition (-195 °C). Les mesures texturales sont effectuées à l'aide d'un appareil volumétrique d'adsorption d'azote automatisé de type Micromeritics ASAP 2000.

La surface spécifique ( $S_{BET}$ ), ainsi que les autres paramètres caractéristiques sont regroupés dans le tableau III.3.

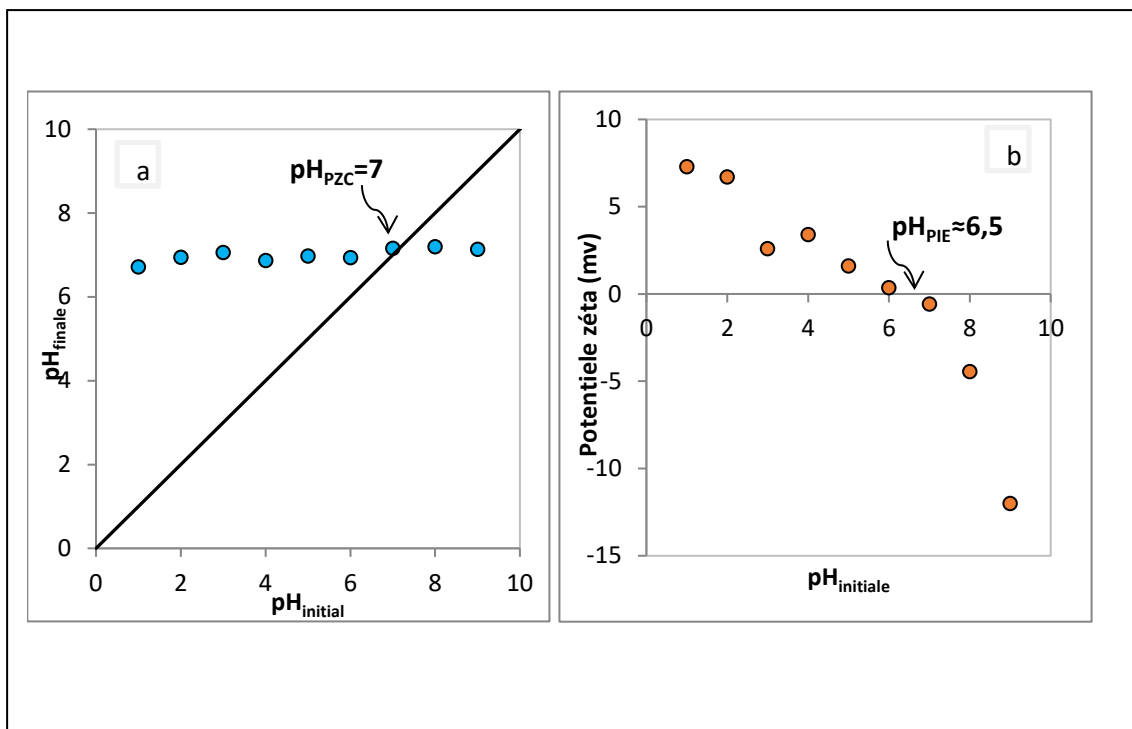
Tableau III.3. Adsorption d'azote sur l'argile.

Grandeurs	Argile
Surface spécifique BET ( $m^2.g^{-1}$ )	73
Surface spécifique Langmuir ( $m^2.g^{-1}$ )	113
Surface spécifique externe ( $m^2.g^{-1}$ )	58
Diamètres des pores par adsorption BJH ( $A^\circ$ )	64

### III.3.5. Zétamétri

Les résultats trouvés (Figure III.3-b) montrent que l'argile étudiée possède une charge superficielle positive en milieu acide et une charge négative en milieu basique, ce qui est en bon accord avec plusieurs études antérieures [37].





**Figure III.3.** a) Détermination de  $\text{pH}_{\text{PZC}}$  ; b) Évolution du potentiel zéta en fonction du pH en ions  $\text{H}_3\text{O}^+$  ou  $\text{OH}^-$  pour l'argile.

La charge superficielle négative de l'argile devient de plus en plus importante avec l'augmentation du pH. Ce résultat est en bon accord avec d'autres travaux cités dans la littérature [38]. L'excès de charges négatives est lié aux substitutions isomorphiques dans les couches des argiles et aux groupements hydroxyles de faces latérales.

Pour déterminer les propriétés d'adsorption de l'argile, il est intéressant de connaître le point zéro charge qui correspond à l'état d'égalité entre les charges positives et les charges négatives à la surface de l'argile (figure III.3-a). La présence des ions  $\text{OH}^-$  et  $\text{H}^+$  dans la solution peut modifier ce potentiel de charges à la surface. Ici, il faut différencier entre le point zéro charge et le point isoélectrique, le point isoélectrique (PIE) représente les charges de la surface externe des particules, alors que le point zéro charge (PZC) varie selon la charge nette de la surface totale (interne et externe).

### III.4. Modélisation et optimisation

#### III.4.1. Présentations des résultats du plan central composite

Le plan appliqué étant celui de central composite, avec 20 expériences et de réponses, à savoir La demande chimique en oxygéné et la demande biologique en oxygéné les résultats obtenus pour chaque essai sont illustrés dans le Tableau III.4.

**Tableau III.4.** Matrice du plan central composite avec les réponses obtenues : %DCO et % DBO<sub>5</sub>

Essais	pH X1		Temps d'agitation (min) X2		La dose de l'argile (g/100mL) X3		Réponse	
	Valeur réelle	Valeur codée	Valeur réelle	Valeur codée	Valeur réelle	Valeur codée	% DCO	% DBO <sub>5</sub>
1	3	-1	120	1	5	1	81,5	83
2	7	0	65	0	3	0	86,5	87,6
3	3	-1	10	-1	3	0	87,6	88,6
4	11	1	120	1	5	1	81,2	82,7
5	7	0	65	0	5	1	70,7	73
6	11	1	10	-1	5	1	91,4	92
7	7	0	65	0	1	-1	87,8	88,8
8	7	0	120	1	3	0	91,3	92
9	7	0	65	0	3	0	86,5	87,6
10	7	0	65	0	3	0	85,95	87
11	3	-1	10	-1	1	-1	91,5	92,2
12	11	1	10	-1	1	-1	87,8	88,8
13	7	0	120	0	3	0	88,1	89
14	7	0	120	0	3	0	86,15	87,3
15	11	1	10	-1	1	-1	96,1	96,4
16	3	-1	120	1	5	1	84,96	86,2
17	3	-1	65	0	3	0	78,83	80,5
18	7	0	65	0	3	0	86,74	87,8
19	11	1	65	0	3	0	82,4	83,8
20	3	-1	10	-1	1	-1	90,1	90,9

La figure (III.4) permet de visualiser les valeurs des deux réponses expérimentales obtenues pour chaque essai.

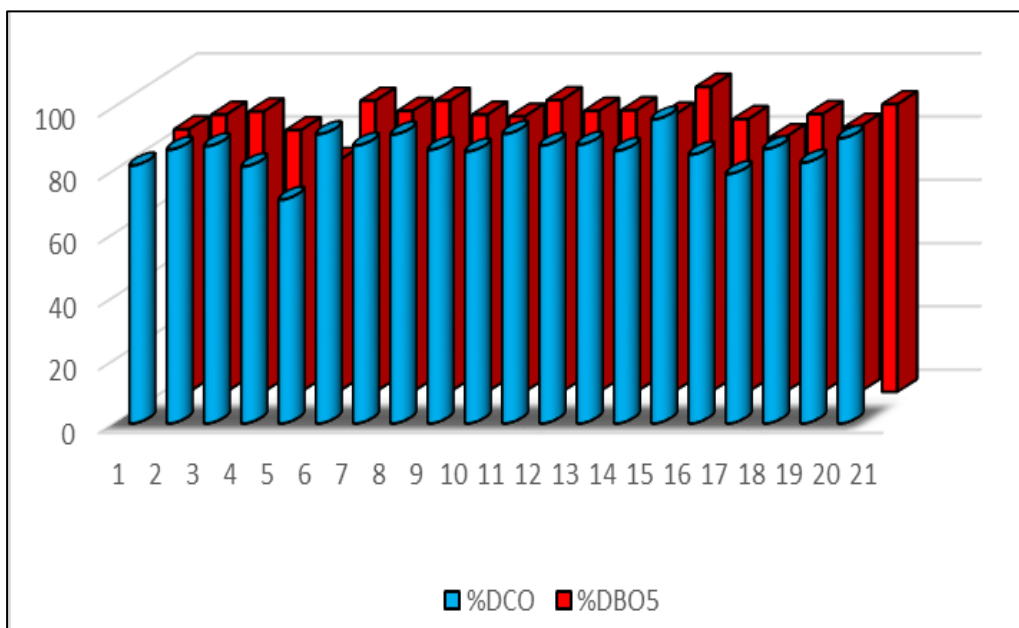


Figure III.4. Réponses expérimentales du plan Central composite

( $DCO_0 = 1120\text{mg/L}$  ,  $(DBO_5)_0 = 480\text{ mg/L}$  ,  $T = 19 \pm 2^\circ\text{C}$  ,  $v = 300\text{tr.min}^{-1}$  )

### III.4.2. Analyse des effets des différents paramètres et leurs interactions

L'effet des trois paramètres étudiés, cités précédemment, ainsi leurs interactions, sont évalués en calculant leurs valeurs, Ces valeurs sont présentées sous forme d'histogrammes « diagrammes de Pareto » (Figure III.5), qui permettent de les comparer.

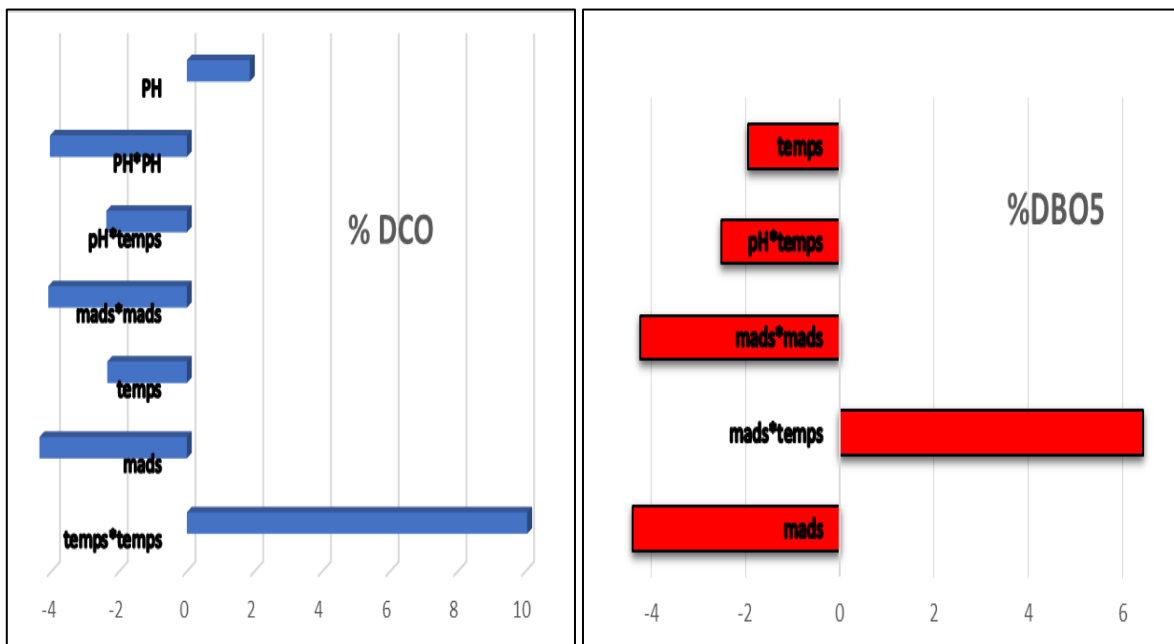


Figure III.5. Diagramme de Pareto comparant les paramètres sur les deux réponses

En considérant les facteurs principaux, la dose d'argile est le facteur le plus influent, puis le pH de la solution et en fin le temps de contact.

Nous remarquons que l'adsorption des polluants sur l'argile est caractérisée par une adsorption rapide, dès les premières minutes de contact polluants–argile. L'adsorption des molécules des polluants est attribuée à l'existence d'un grand nombre de sites libres pendant les premières minutes, mais au fur et à mesure que les sites sont occupés, le nombre de sites libres sera réduit. Donc pour améliorer le processus d'adsorption, une diminution de temps de contact ou de la masse d'argile peut être envisagée, même les deux en même temps.

Selon la figure III.5, l'adsorption sur l'argile est influencée par le pH de la solution ( $b_{pH} = +1,86$ ), notamment aux fortes valeurs. Le  $pH_{pzc}$  de l'argile est de 7,0, la surface de l'argile est chargée négativement aux pH de la solution  $>pH_{pzc}$  et positivement aux pH  $<pH_{pzc}$ . Le rendement le plus élevé d'abattement de la % DCO est obtenu à un pH basic, ceci est dû, probablement, à l'effet d'attraction entre les sites de l'argile chargés négativement et les polluants chargés positivement.

Parmi les coefficients quadratiques, trois sont significatifs, il s'agit du pH, le temps et de la dose de l'argile. Pour ce qui est des interactions d'ordre deux, on a l'interaction (pH \*Temps) qui a un effet négatif sur les deux réponses et l'interaction ( $m_{ads}$ \*temps) à un effet positif seulement sur la réponse %DBO<sub>5</sub>.

### III.4.3. Développement et validation des modèles de régression

Pour déterminer le modèle final, une analyse statistique est effectuée, en appliquant le test t-Student et l'analyse de la variance (ANOVA), L'exploitation des résultats expérimentaux, dans le cadre de l'analyse statistique, est exécutée par le logiciel JMP 13.

La première étape consiste à calculer les valeurs " ti " des paramètres de Student (faites par le logiciel) pour chaque coefficient du modèle " bi ", et à les comparer aux valeurs de probabilité (p) pour un niveau donné de significativité ( $\alpha = 5\%$ ). Un coefficient "bi" est significatif, si sa valeur de probabilité(p) est inférieure à 5% (0,05), sinon, il est considéré comme non significatif. Dans la deuxième étape, l'ANOVA est effectuée, le logiciel donne la valeur du paramètre de Fischer (test F) et sa probabilité sera comparée à ( $\alpha$ ). Le modèle proposé est validé si la valeur de la probabilité est inférieure à (5 %).

Les estimations des coefficients, représentant les effets principaux et les interactions pour les deux réponses sont rapportées dans les tableaux (III.5) et (III.5).

**Tableau III.5.** Estimation des effets et des paramètres statistiques correspondant cas où la réponse est la demande chimique en oxygène % DCO.

Coefficient	Valeur	p-value	Coefficient	Valeur	p-value
<b>Termes principaux et termes quartiques</b>			<b>Termes d'interaction de premier ordre</b>		
b <sub>0</sub>	85,6	<0,0001	b <sub>11</sub> (pH,pH)	-4,044	0,0426*
b <sub>1</sub> (pH)	1,86	0,0498*	b <sub>12</sub> (pH . temps )	-2,38	0,025
b <sub>2</sub> (temps)	-2,35	0,0209*	b <sub>22</sub> (temps.temps )	10,05	0,0002*
b <sub>3</sub> ([m <sub>ad</sub> ] <sub>0</sub> )	-4,35	0,0003*	b <sub>33</sub> ([m <sub>ad</sub> ] <sub>0</sub> .[m <sub>ad</sub> ] <sub>0</sub> )	-4,09	0,0232*
Analyse de la variance					
Source	Df <sup>(1)</sup>	SS <sup>(2)</sup>	MS <sup>(3)</sup>	F-vlue	Prob.>F
Modèle	7	473,55	67,65	9,06	0,0006*
Résiduel	12	89,63	7,46	R <sup>2</sup> = 0,84	
Totale	19	56318		R <sup>2</sup> <sub>adj</sub> =0,74	

**Tableau III.6.** Estimation des effets et des paramètres statistiques correspondant cas où la réponse est demande biologique en oxygène (% DBO<sub>5</sub>).

Coefficient	Valeur	p-value	Coefficient	Valeur	p-value
<b>Termes principaux et termes quartiques</b>			<b>Termes d'interaction de premier ordre</b>		
b <sub>0</sub>	86,4	<0,0001	b <sub>22</sub> (temps. temps )	6,4	0,0008*
b <sub>2</sub> (temps)	-1,94	0,0378*	b <sub>33</sub> ([m <sub>ad</sub> ] <sub>0</sub> .[m <sub>ad</sub> ] <sub>0</sub> )	-4,23	0,0142*
b <sub>3</sub> ([m <sub>ad</sub> ] <sub>0</sub> )	-4,38	0,0001*			
b <sub>12</sub> (pH . temps)	-2,51	0,0156*			
Analyse de la variance					
Source	Df <sup>(1)</sup>	SS <sup>(2)</sup>	MS <sup>(3)</sup>	F-vlue	Prob.>F
Modèle	5	387,52	77,50	10,82	0,0002*
Résiduel	14	100,20	7,16	R <sup>2</sup> = 0,79	
Totale	19	487,73		R <sup>2</sup> <sub>adj</sub> =0,7	

(1) Df : Degré de liberté. (2) SS : Somme des carrés. (3) MS : Moyenne de la somme des carrés. En basant sur l'analyse statistique l'ANOVA (Tableau III.5 et Tableau III.6), les formes finales des modèles pour les deux réponses sont données par les équations III.1 et III.2 qui correspondre aux deux réponses étudiées, la capacité d'adsorption et le rendement d'élimination.

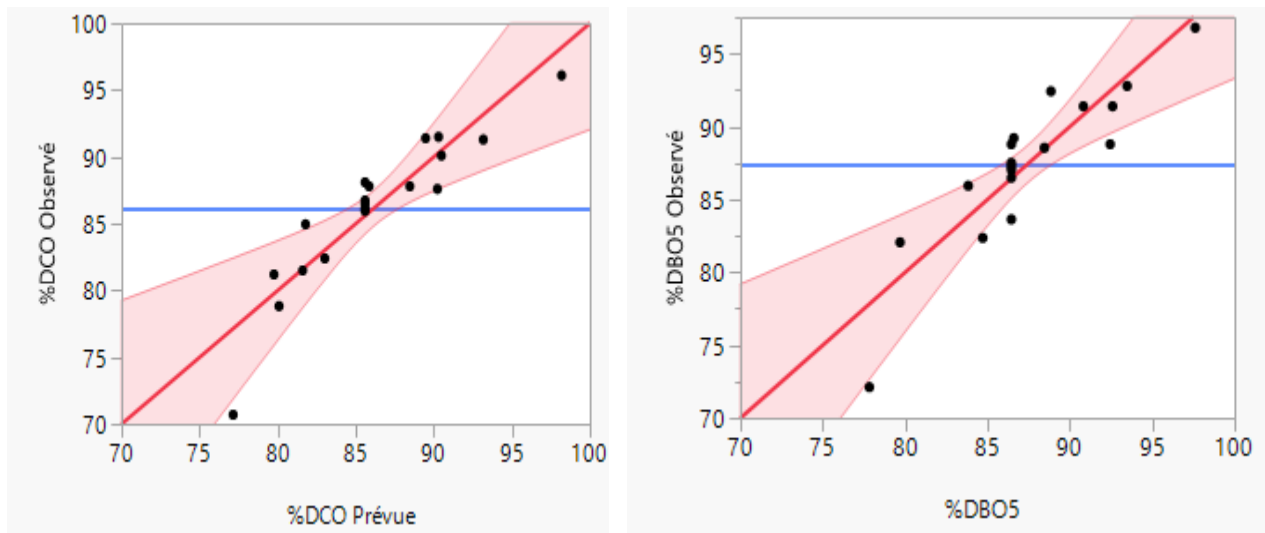
$$\% DCO = 85,60 + 1,86 * pH - 2,35 * t - 4,35 * (m_{ad}) - 4,04(pH * pH) - 2,38 * (pH * t) + 10,05 * (t * t) - 4,09 * (m_{ad} * m_{ad}) \quad (\text{eq III.1})$$

$$Y_e = 86,44 - 1,94 * t - 4,38 * (m_{ad}) - 2,51 * (pH * t) + 6,44 * (t * t) - 4,23 * (m_{ad} * m_{ad}) \quad (\text{eq III.2})$$

Les figures III.6-(a) et III.6-(b) montrent les corrélations existantes entre les valeurs des réponses expérimentales et des réponses estimées calculées avec les modèles mathématiques précédents pour les deux cas, à savoir la demande chimique en oxygène et la demande biologique en oxygène (%DBO<sub>5</sub>), respectivement.

Les valeurs de R<sup>2</sup> obtenues sont 0,84 et 0,79 pour les réponses « % DCO » et « %DBO<sub>5</sub> », respectivement.

Ainsi, ces résultats confirment que les deux modèles quadratiques suggérés par rapport aux données expérimentales sont satisfaisants.



**Figure III.6.** Valeurs des réponses expérimentales en fonction des valeurs estimées

a) % DCO b) %DBO<sub>5</sub>

#### III.4.4. Détermination des conditions optimales

L'estimation des valeurs optimales maximisant la DCO est différente de celles maximisant DBO<sub>5</sub>, par conséquent l'approche multi-objective a été appliquée pour déterminer les conditions optimales globales. Pour déterminer les conditions optimales, plusieurs méthodes existent. Pour ce faire, dans un premier temps, les conditions optimales ont été déterminées pour chaque réponse, puis les deux en même temps, les conditions optimales globales.

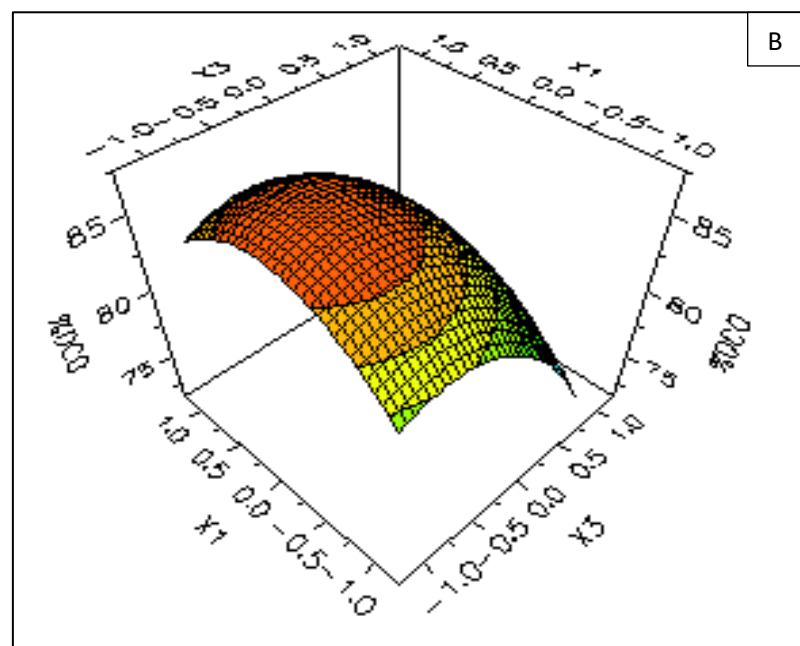
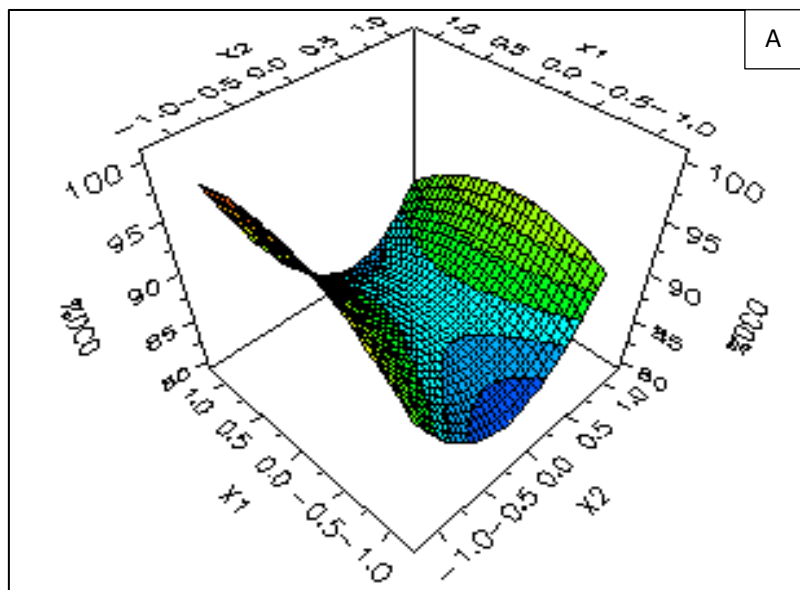
A l'aide du logiciel JMP, l'analyse des résultats a montré que les deux modèles finaux n'ont pas un point critique, ce qui signifie qu'aucun optimum n'a pu être trouvé dans les intervalles d'étude. Dans ce cas le théorème des valeurs extrêmes (théorème de Weiestrass) a été appliqué pour résoudre ce problème [39].

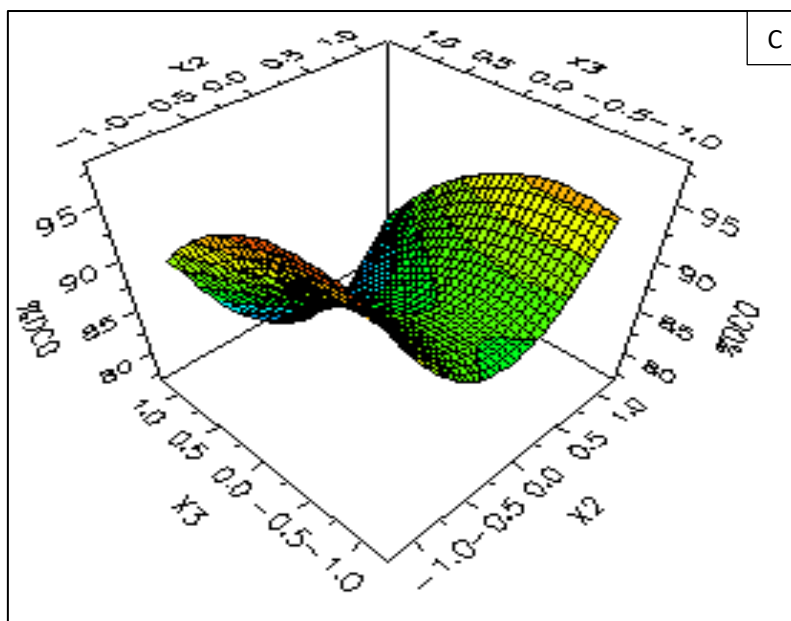
Afin de confirmer ce résultat, nous avons utilisé le logiciel Modde 6.

#### III.4.4.1. Cas de la réponse % DCO

Dans ce cas, le modèle à prendre en considération est celui donné par l'équation (eq.III.1).

Les différentes surfaces de réponse possibles entre les facteurs principaux pris deux à deux sont tracées dans les figures (III.7 A-C).





Figures III.7 A-C. Courbes de surfaces de réponse

(A: pH-Temps); B: (pH- $m_{ads}$ ); C: ( $m_{ads}$ -Temps)

Il est clair qu’aucune surface ne présente un maximum, par conséquent le théorème des valeurs extrêmes [40] est appliqué. Le maximum d’élimination est recherché parmi les résultats expérimentaux (matrice d’expérience), dans ce cas l’adsorption quasi-totale de la matière organique est obtenue dans les conditions de l’expérience N°15 (voir tableau III.3) (pH = 11 ( $X_1 = +1$ ); Temps = 10 min ( $X_2 = -1$ ) et  $m_{ads} = 1\text{g}/100\text{mL}$  ( $X_3 = -1$ )). Pour mieux visualiser ces conditions optimales, nous avons élaboré les courbes iso-réponse (figure III.8) à l’aide du logiciel Modde 6. Pour ce faire, nous avons maintenu  $X_1$  à son niveau haut, et on fait varier les deux autres paramètres  $X_2$  et  $X_3$ . Cette figure montre bien que les rendements les plus élevés (> 96 %) sont obtenus dans la région où le temps et la masse d’argile sont à leur faible valeur.

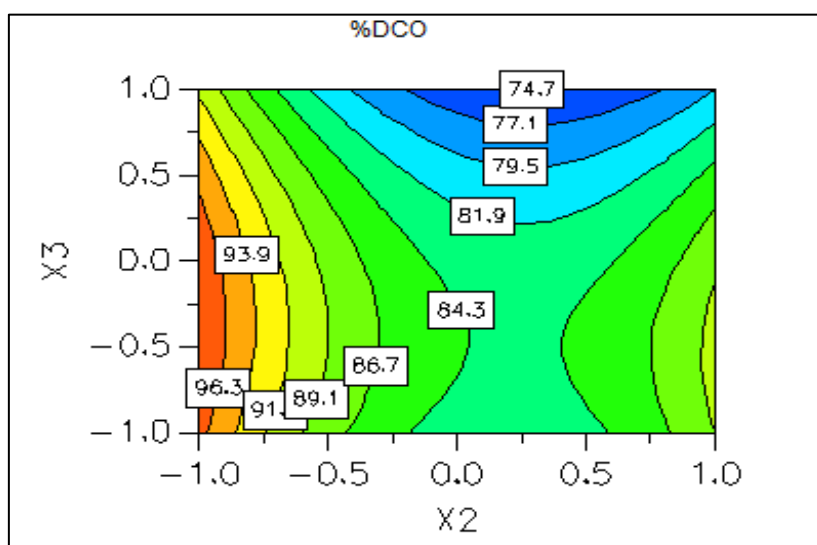


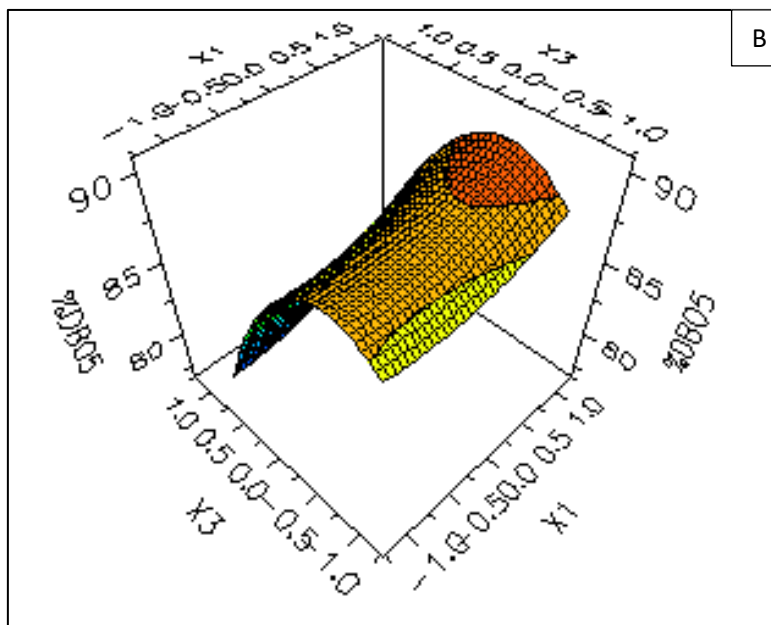
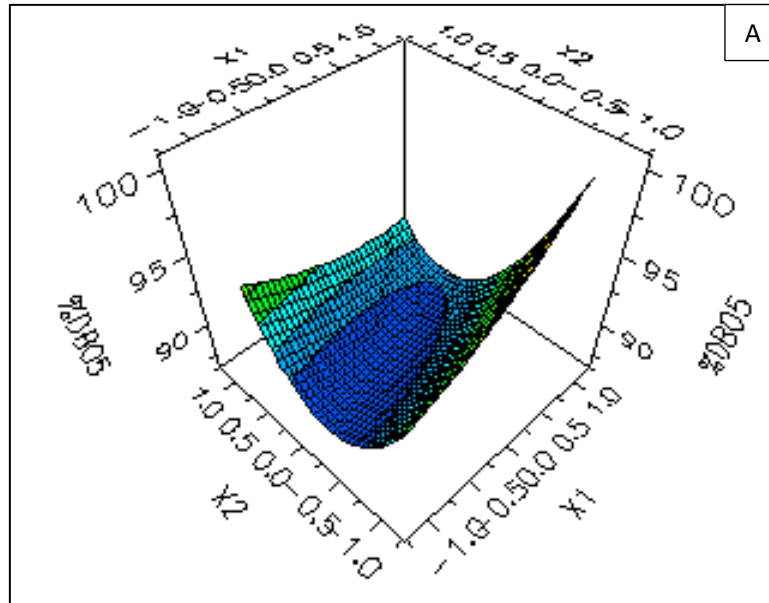
Figure III. 8. Courbes iso-réponse à  $X_1 = +1$

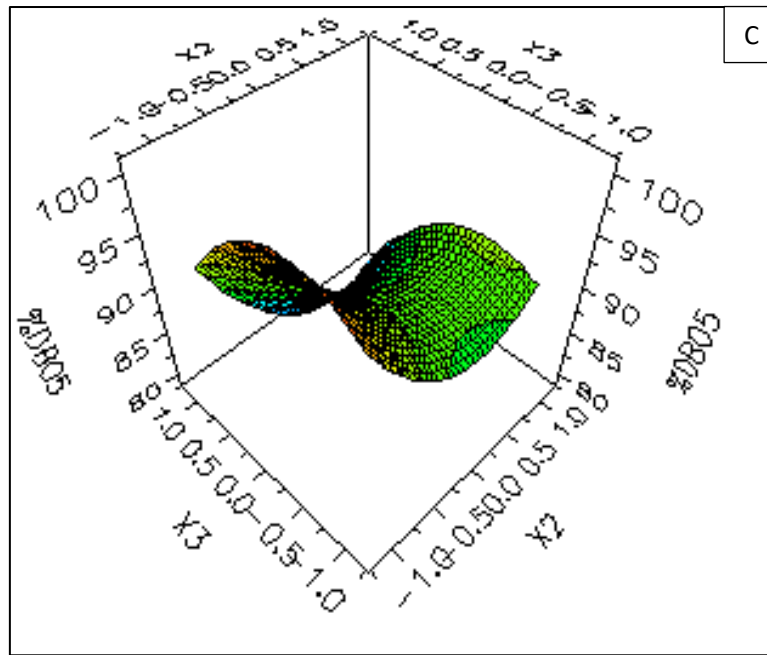


III.4.4.2. Cas de la réponse % DBO<sub>5</sub> (Y2)

Dans ce cas, le modèle à prendre en considération est celui donné par l'équation (eq.III.2).

Les différentes surfaces de réponse possibles entre les facteurs principaux pris deux à deux sont tracées dans les figures III.9 A-C.





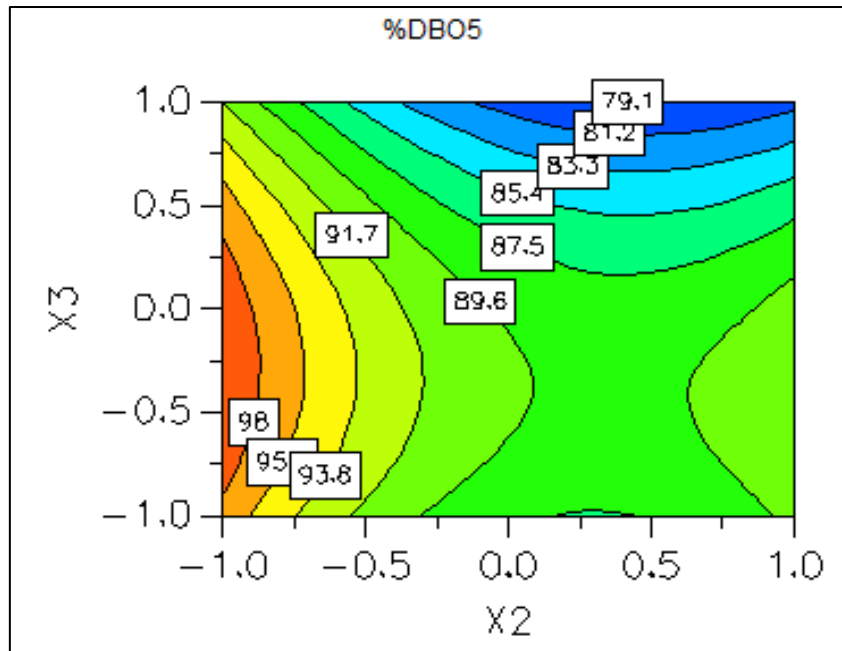
**Figures III.9 A-C.** Courbes de surfaces de réponse  
(A: pH-Temps); B: (pH- $m_{ads}$ ); C: ( $m_{ads}$ -Temps)

De la même manière, on constate qu'aucune surface ne présente un maximum, par conséquent le théorème des valeurs extrêmes [40] peut être appliqué.

Le maximum d'abattement est recherché parmi les résultats expérimentaux (matrice d'expérience), qui est dans ce cas égal à 96 %.

Ces conditions sont les mêmes, à savoir ceux de l'expérience N°15 (voir tableau III.3) (pH = 11 ( $X_1 = +1$ ); Temps = 10 min ( $X_2 = -1$ ) et  $m_{ads} = 1\text{g}/100\text{mL}$  ( $X_3 = -1$ )).

Pour mieux visualiser ces conditions optimales, nous avons élaboré les courbes iso-réponse (figure III.10) à l'aide du logiciel Modde 6. Pour ce faire, nous avons maintenu  $X_1$  à son niveau haut, et on fait varier les deux autres paramètres  $X_2$  et  $X_3$ . Cette figure montre bien que les rendements les plus élevés (> 98 %) sont obtenus dans la région où le temps et la masse d'argile sont à leur faible valeur.



**Figure III. 10.** Courbes iso-réponse à  $X_1 = +1$

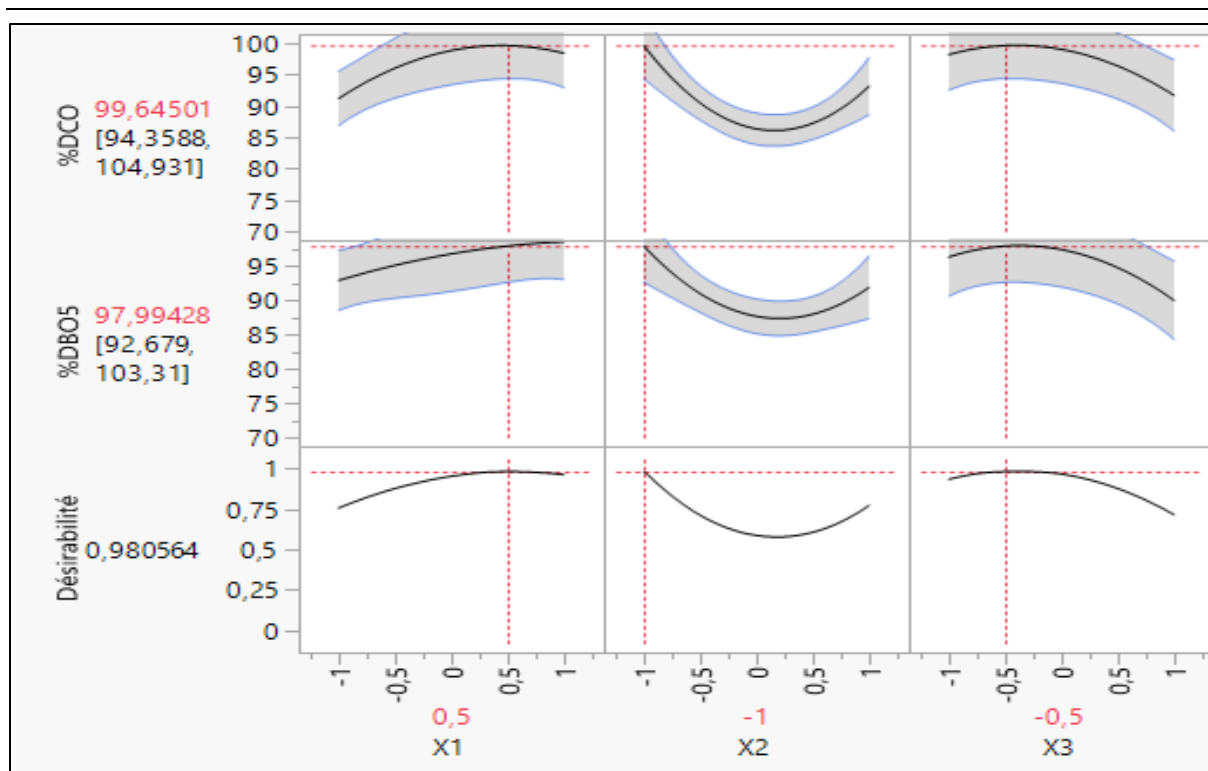
Par conséquent il faut trouver une solution de compromis satisfaisante, qui correspond aux valeurs les plus élevées possible de % DCO et %DBO<sub>5</sub> en même temps.

Pour atteindre cet objectif, les fonctions de la désirabilité sont tracées à l'aide de logiciel JMP simultanément avec les différents profils des deux réponses par rapport des paramètres étudiées (Figure III.11).

On parle d'effet principal, lorsque les différents niveaux d'un facteur ont une incidence sur la réponse. Un graphique des effets principaux permet d'examiner la moyenne de la réponse à chaque niveau de facteur, reliés (les niveaux) par une ligne.

La figure (III.11) représente l'effet principal de chaque paramètre quand les autres variables sont maintenues à un niveau constant. Ce niveau constant est le niveau central de chacun des variables.

Lorsque la ligne est horizontale (parallèle à l'axe des X), aucun effet principal n'est présent. Lorsque la ligne n'est pas horizontale, il existe un effet principal. Différents niveaux d'un facteur affectent différemment la réponse. Plus la pente de la ligne est élevée, plus la valeur de l'effet principal est importante.



**Figure III.11.** Profils des réponses et fonction de désirabilité globale tracée à l'aide de logiciel JMP 13.

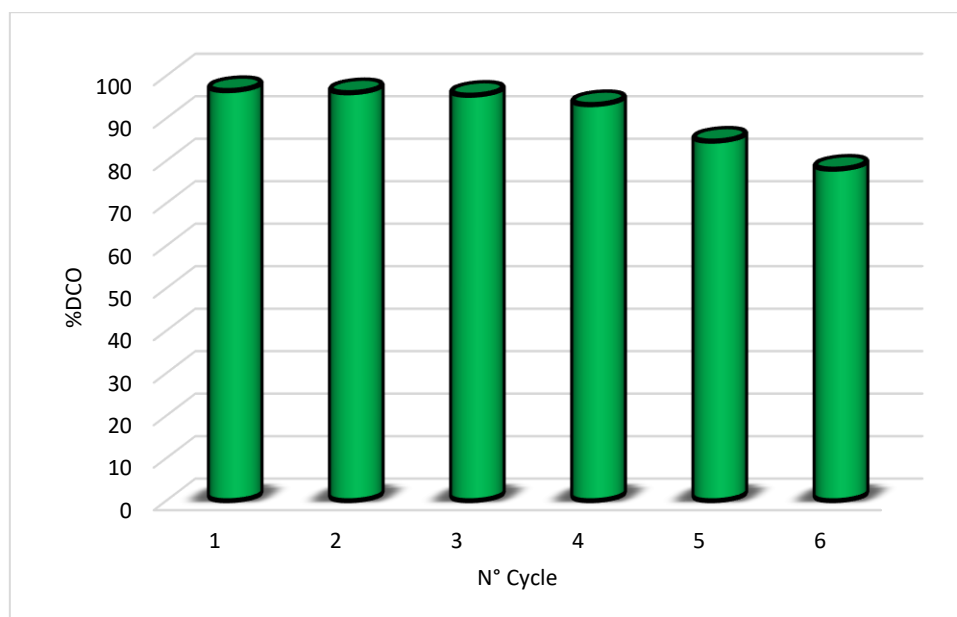
On peut noter que la valeur de désirabilité globale obtenue  $D = 0,98$  pour les taux d'abattement de la DCO et  $DBO_5$  sont de 99,6 % et 97,9 % respectivement. Les conditions optimales, données en valeur codées et réelles, sont regroupées dans le tableau (III.6).

**Tableau III.7.** Conditions optimales en valeurs codées et valeurs réelles.

Conditions optimales			
Valeurs codées	X1 = +0,5	X2 = -1	X3 = -0,5
Valeurs réelles	pH=9	temps= 10 min	$m_{ads}=2g/100mL$

### III.5. Réutilisation de l'argile

La réutilisabilité de notre argile pour le traitement des eaux usées pourrait être confirmée par des cycles d'adsorptions répétés. Donc, pour chaque cycle un abattement initial de l'eau usée est d'environ  $DCO = 1100 \text{ mg/L}$ , puis l'argile utilisée a été séchée et réutilisée. Les tests de réutilisation ont été effectués jusqu'à 6 cycles, et les résultats acquis sont présentés dans la figure III.12. Nous avons observé qu'au premier cycle d'adsorption, les taux d'abattement de la DCO est de 96%. Légèrement diminuées après le 5ème cycle d'adsorption en atteignant un taux de 84,6% et de 78% pour le sixième cycle. Suite à ces résultats, notre argile est proposée comme un adsorbant recyclable, compétitif et facile à réutiliser pour l'adsorption des polluants organique.



**Figure III.12.** Réutilisation de l'argile

( $[DCO]_0 = 1100\text{mg/L}$  ;  $\text{pH} = 9$  ;  $m_{\text{ads}} = 2\text{g}/100\text{mL}$  ; temps de contact = 10min)

### **III.6. Irrigation avec des eaux traitées par l'adsorption sur une argile naturelle : son influence sur la croissance de l'allium cepa (Oignon)**

La réutilisation des eaux usées traitées pour irriguer les cultures est une solution locale pertinente pour économiser et préserver la qualité des eaux.

Les eaux usées traitées proviennent de nos usages domestiques, industriels, agricoles. Leur réutilisation pour l'irrigation des cultures est encore peu développée en Algérie. C'est pourtant une solution prometteuse pour valoriser les nutriments présents dans ces eaux en tant qu'engrais, tout en économisant les ressources en eau. C'est aussi un défi réglementaire, sanitaire, environnemental et technique, car ces eaux nécessitent d'être épurées avant leur réutilisation.

La recherche manque encore de données pour comprendre les mécanismes et impacts induits. Les bactéries pathogènes et les polluants médicamenteux peuvent-elles survivre et se concentrer sur la plante ? Quel est l'effet à long terme sur la qualité du sol et les rendements agricoles ? La longévité des systèmes d'irrigation va-t-elle être maintenue au contact des eaux usées ? Est-il possible d'adapter le traitement des eaux usées à l'usage agricole, c'est-à-dire en préservant les nutriments ?

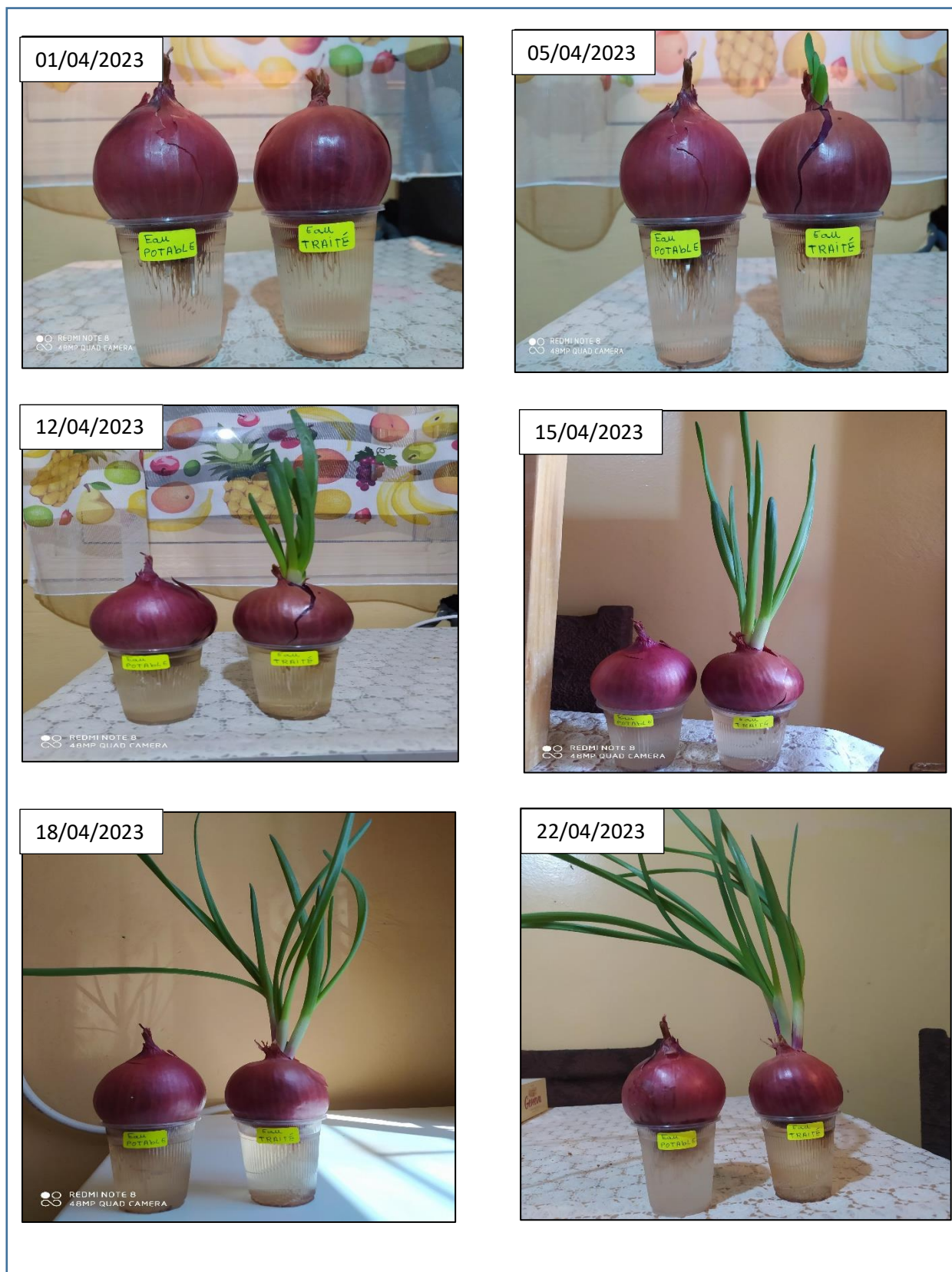


Figure III.13. Images montrant la croissance comparée de l'Allium Cepa

Il a été observé qu'il y a une différence importante dans la croissance d'*Allium Cepa* cultivé dans différentes solutions de l'eau usée traitées et l'eau usées non traitées.

Il n'y a pas eu de croissance de racines ou de pousses dans l'oignon cultivé dans l'eau usée pendant les premiers jours, et après six jours, le bulbe de l'oignon commence à se détériorer alors qu'une racine et une pousse proéminentes sont apparues dans l'oignon cultivé dans l'eau traitée. Ces observations suggèrent que l'eau usée contient des caractéristiques toxiques qui inhibent la croissance de l'oignon (*Allium cepa*).

Lorsque l'eau usée a été traitée par adsorption, elle perd sa nature toxique, ce qui peut permettre une croissance normale des plantes. Il a également été observé que la croissance dans l'eau usée traitée était plus importante que la croissance dans l'eau normale.

Cela peut être attribué au fait que la teneur en azote de l'eau traitée est supérieure, ce qui favorise la croissance [41]. Ceci est également confirmé par les travaux de Mehta et al. [42,43].

La quantité d'eau d'irrigation et l'application d'azote dans les oignons n'affectent pas seulement la performance, mais aussi leurs qualités biochimiques [44].

### III.7.Conclusion

L'application du procédé d'adsorption pour épurer l'eau usée par une argile naturelle à montrer qu'il est possible d'atteindre un taux d'élimination presque totale.

Le plan central composite est appliqué pour modéliser et optimiser les paramètres significatifs de ce procédé. Dans les conditions optimales, les taux d'abattement de la DCO et DBO<sub>5</sub> sont de 99,6 % et 97,9 % respectivement.

# *Conclusion générale*



## Conclusion générale

---

Le traitement des eaux usées occupe une place importante dans les soucis environnementaux de notre pays car les rejets d'eaux résiduaires ont fortement évolué en quantité et qualité depuis quelques décennies. Les pollutions présentes dans sont d'origines diverses : domestique et industrielle.

C'est pour cette raison que l'épuration de nos eaux usées est désormais indispensable pour protéger le patrimoine naturel et la qualité de la vie. C'est Grâce au traitement des eaux usées, les rivières et les nappes phréatiques ne se transforment pas en égouts. L'utilisation des eaux usées dans l'agriculture comprend l'apport d'eau et de nutriments pour les cultures et la garantie d'un approvisionnement en eau suffisant pour les villes.

Après le traitement primaire, qui élimine 50 à 70 % des solides en suspension tels que les gravillons, les huiles, les débris et les huiles, les eaux usées doivent subir un traitement secondaire afin de séparer les biosolides dissous.

Ces méthodes de traitement peuvent améliorer la qualité des eaux usées, mais elles ne sont pas suffisantes pour garantir une irrigation sûre des cultures. Les agents pathogènes peuvent également être transportés par l'irrigation par aspersion sur des cultures fraîches comestibles. Il existe également un risque de contamination croisée entre l'eau potable et les eaux usées insuffisamment traitées.

Ces risques peuvent être éliminés par un traitement tertiaire qui utilise le procédé d'adsorption par une argile naturelle et des traitements de désinfection supplémentaires pour éliminer les contaminants microbiologiques. L'eau peut ensuite être distribuée au secteur agricole pour l'irrigation des cultures maraîchères, ainsi qu'à d'autres industries qui ont besoin d'une eau propre, comme la fabrication de papier et de textiles. Pour en savoir plus sur le traitement des eaux usées. L'adsorption est l'une des techniques les plus utilisées pour le traitement des eaux usées. Les recherches sont alors orientées vers des procédés de traitement faisant appel à des matériaux naturels moins coûteux tels que les argiles, car ce sont les plus attractives économiquement dans le traitement des rejets textiles, grâce à leurs propriétés intrinsèques, leur abondance et leur faible coût.

L'argile utilisée est originaire de la région de Guelma, sa caractérisation par différentes techniques d'analyse (XRF, FTIR et DRX,) a révélé que la smectite (48%), l'illite et le chlorite représentent respectivement 40 et 12%.

Cette étude confirme que l'argile locale brute, pourrait être utilisée comme support alternatif à plusieurs adsorbants pour le traitement des eaux usées réelles provenant directement à l'entrée de la station de Beni mered.

## Conclusion générale

---

L'application du plan Central Composite a permis de rassembler les paramètres les plus significatifs, dans un modèle de régression quadratique, présentant un point critique du type selle de cheval . Les taux d'abattement de la DCO et DBO<sub>5</sub> sont de 99,6 % et 97,9 % respectivement. Les conditions optimales sont pH = 9, temps = 10 min; m<sub>ad</sub> = 2 g/100mL. Notre argile est proposée comme un adsorbant recyclable, compétitif et facile à réutiliser pour l'adsorption des polluants organiques. IL a été observé que l'eau usée traitée par adsorption sur notre argile, elle perd sa nature toxique, ce qui peut permettre une croissance normale des plantes.

Les travaux menés dans le cadre de cette étude peuvent ouvrir d'autres axes de recherche. On peut citer:

- Tester le procédé de couplage de l'adsorption et la désinfection par le procédé photo-Fenton.
- Désinfection solaire comme traitement tertiaire direct d'une station d'épuration à l'aide d'un système hybride photochimique-photovoltaïque.
- Tester des procédés hybrides incluant l'adsorption par l'argile et la photodégradation,

# *Références bibliographiques*

## Références bibliographiques

---

- [1] Xu Z, Wei C, Jin J, Xu W, Wu Q, Gu J, Ou M, Xu X .Development of a novel mixed titanium, silver oxide polyacrylonitrile nanofiber as a superior adsorbent and its application for MB removal in wastewater treatment. *J Braz Chem Soc* 29:560–571. 2018.
- [2] Slatni I, Elberrichi FZ, Duplay J, Fardjaoui NEH, Guendouzi A, Guendouzi O, Gasmi B, Akbal F, Rekkab I . Mesoporous silica synthesized from natural local kaolin as an effective adsorbent for removing of Acid Red 337 and its application in the treatment of real industrial textile effluent. *Environ Sci Pollut Res Int* 27:38422–38433. 2020.
- [3] Anil I, Gunday ST, Bozkurt A, Alagha O . Design of crosslinked hydrogels comprising poly (Vinylphosphonic Acid) and bis 2- (Methacryloyloxy) Ethyl] phosphate as an efficient adsorbent for wastewater dye removal. *Nanomaterials* 10:131. 2020.
- [4] Nassar MY, Ali EI, Zakaria ES .Tunable auto-combustion preparation of TiO<sub>2</sub> nanostructures as efficient adsorbents for the removal of an anionic textile dye. *RSC Adv* 7:8034–8050.2017
- [5] K. Sathya, K. Nagarajan, G. Carlin Geor Malar, S. Rajalakshmi & P. Raja Lakshmi .A comprehensive review on comparison among effluent treatment methods and modern methods of treatment of industrial wastewater effluent from different sources. *Applied Water Science*.2022. <https://doi.org/10.1007/s13201-022-01594-7>.
- [6] Rodier, J., Legube, B. and Merlet, N. L'analyse de l'eau, eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer, chimie, physico-chimie, microbiologie, biologie, interprétation des résultats. Ed. Dunod, Paris, 1384 p. 2005
- [7] F.Bergaya, L.Gerhard. "Handbook of Clay Science (developments in clay science) part A- Fundamentals". Elsevier, 1752. 2013.
- [8] M.J. Wilson. "Rock-forming Minerals: Clay Minerals". Sheet silicates. Geological Society of London, Volume 3C - 724. 2013.
- [9] A. Decarreau, "Matériaux argileux, structure, propriétés et applications", Edition Masson, Paris, 1990.
- [10] F. Bergaya, B. K. G. Theng, G. Lagaly, "Handbook of Clay Science (developments in clay science)". Elsevier, 1224.2006.
- [11] Meunier Alain. "Argiles". Collection géosciences. 435. 2013.
- [12] M. Gautier, "Interactions entre argile ammonium et molécules organiques dans le contexte du stockage des déchets. Cas de molécules à courtes chaînes". Thèse de doctorat .École Doctorale Sciences et Technologies Université d'Orléans. P .24, 2008.

## Références bibliographiques

---

- [13] G. Sposito, D. Grasso, "Surfactant Science Series", 85, 207-249 . 1999.
- [14] D. M. Moore, R. C. Reynolds, "X-ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals". Vol. 378. Oxford: Oxford university press, 1989.
- [15] R.E.White, "Principles and practice of soil science. The soil as a natural resource". Blackwell, 1999.
- [16] P. Leroy, "Transport ionique dans les argiles. Influence de La microstructure et des effets d'interface. Application aux argilites du site de bure (Meuse/haute marne) ". Thèse de doctorat, université Paul Cézanne, France, 216 p. 2005.
- [17] J. Orcel, S. Caillère, S. Hénin, "Nouvel essai de classification des chlorites", Mineralogical Magazine and Journal of the Mineralogical Society, Vol 29, Issue 211, 1950. DOI: <https://doi.org/10.1180/minmag.1950.029.211.09>.
- [18] O. Touret, C.-H.Pons, D.Tessier and Y.Tardy, "Étude de la répartition de l'eau dans des argiles saturées  $Mg^{2+}$  aux fortes teneurs en eau". Clay Minerals, 25, 217-233. 1990.
- [19] L. Le Pluart, "Nanocomposites epoxyde/amine/montmorillonite: Rôle des interactions sur la formation, la morphologie aux différents niveaux d'échelle et les propriétés mécaniques des réseaux". Thèse de l'INSA de Lyon. 252 p. 2002.
- [20] G. Montes-Hernandez, " Etude expérimentale de la sorption de l'eau et du gonflement des argiles par microscopie électronique à balayage environnementale (ESEM) et l'analyse digitale d'images", Thèse de l'Université Louis Pasteur, Strasbourg. 151 p. 2002.
- [21] L. Sigg, W. Stumm and P. Behra, "Chimie des milieux aquatiques". Masson, Paris, 391p. 1992.
- [22] G.Pedro. " Les minéraux argileux: pedologie, constituant et propriétés du sol ", Tome II paris France, 2<sup>ème</sup> édition Masson. 1994.
- [23] S. Chitour, "Chimie des surfaces", Volume 2, édition OPU. 1992.
- [24] F. Edeline, " L'équation physico-chimique, Théorie et technologie des eaux " Ed. Cebedoc Sprgl.Liège, 1998.
- [25] A. W. Adamson and A. P. Gast. "Physical Chemistry of Surfaces", Sixth Edition Wiley-Interscience Publication. Surface & Colloid Chemistry. John Wiley & Sons, Inc. 808 Pages.1997.
- [26] S. Shoukat, H.N. Bhatti, M. Iqbal, S. Noreen, "Mango stone biocomposite preparation and application for crystal violet adsorption: a mechanistic study", Microporous Mesoporous Mater. 239, 180–189. 2017.
- [27] W. Tinsson, "Plan d'expériences : constructions et analyse statistique". Berlin Heidelberg London : Springer.1st Edition., Collection : Mathématiques et applications (Paris) ; 67. Sujets : Analyse numérique. XV, 532 p. 38 ill.2010.

## Références bibliographiques

---

- [133] J. Goupy, "Plans d'expériences." Techniques de l'ingénieur, Nov-2015.
- [28] Y. Ono, T. Shikata. "Dielectric behavior of aqueous micellar solutions of betaine-type surfactants". Journal of Physical Chemistry B, 109, 7412-7419. 6. 2005. <https://doi.org/10.1021/jp044237j>.
- [29] A. Dong, Z.Xiaohui, Y. Zhiwen. "Enzymatic synthesis and characterization of galactosyl monoesters". Carbohydrate Research, 414, 32-38. 2015.DOI: 10.1016/j.carres.2015.05.0.
- [30] P.L, Dawson. R.M. Dawson, Using response surface analysis to optimize the quality of ultrapasteurized liquid whole egg, Poultry. Science. 77, 468–474. 1998. <https://doi.org/10.1093/ps/77.3.468>.
- [31] D.M. Moore, R.C. Reynolds, X-ray Diffraction and the Identification and Analysis of Clay Minerals. Oxford University Press, Oxford. 332 pp. 1989.
- [32] D.Bas, and I.H.Boyaci, Modeling and I. optimization, Usability of response surface methodology. Journal of Food Engineering.78: 836–845.2007.
- [33] M.S.U.Rehman, M M.unir, M.Ashfaq, N.Rashid, M.F.Nazar, M.Danish, J.Han, Adsorption of Brilliant Green dye from aqueous solution onto red clay. Chemical engineering journal.228, 54–62.2013.
- [34] A.Sdiri, T.Higashi, R.Chaabouni, F.Jamoussi, Competitive removal of heavy metals from aqueous solutions by montmorillonitic and calcareous clays. Water Air Soil Pollution. 223, 1194–1204.2012.
- [35] G.A.Ikhtiyarova, A.S.Özcan, Ö.Gök, A.Özcan, Characterization of natural- and organobentonite by XRD, SEM, FT-IR and thermal analysis techniques and its adsorption behaviour in aqueous solutions. Clay Miner. 47, 31–44. 2012.
- [36] S.Caillère, S.Hénin & M.Rautureau, Minéralogie des argiles : Structure et propriétés physico chimiques Tome II, p 184. Edition Masson. Paris. 1982.
- [37] Y. Yukselen, A. Kaya, Zeta potential of kaolinite in the presence of alkali, alkaline earth and hydrolyzable metal ions. Water, Air, and Soil Pollution; 145: 155-168.2003.
- [38] A. Gücek, S. Şener, S. Bilgen, MA. Mazmancı, Adsorption and kinetic studies of cationic and anionic dyes on pyrophyllite from aqueous solutions. Journal of Colloid and Interface Science; 286:53-60.2005.
- [39] Martiez-legaz, J.E., 2014. On weierstrass externe value theorem optim.lett.8,391-393.<https://doi.org/10.1007/s11590-012-0587-0>.
- [40] J.E.Martínez-Legaz, On Weierstrass extreme value theorem. Optimization Letters. 8.1, 391–393 .2014.
- [41] Chunxiang Li, Pengwei Huo, Songtian Li and Yongsheng Yan, Int. J. Mater. Product Technol., 39(3-4), 330-338 .2010.

## Références bibliographiques

---

- [42] Mayank R. Mehta, Noopur Goyal and Vipul P. Prajapati, *Adv. Appl. Sci. Res.*, 2(2), 315-320 .2011.
- [43] N. R. Goyal, R. P. Patwa, M. R. Mehta and V. P. Prajapati, *Proceedings of International Conference - Life Science Leaflets*, 1-8 .2012.
- [44] Piri, H.; Naserin, A. Effect of different levels of water, applied nitrogen and irrigation methods on yield, yield components and IWUE of onion. *Sci. Hortic.* **2020**, *268*, 109361.