

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République Algérienne Démocratique et Populaire

Ministère de l'Enseignement Supérieur  
et de la Recherche Scientifique

Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira -  
X•O٧•EX •KIIÉ C:K:IA :II•X - X:OEO:t -



وزارة التعليم العالي والبحث العلمي  
جامعة أكلي محمد أولحاج  
- البويرة -

Faculté des Sciences et des Sciences Appliquées

كلية العلوم والعلوم التطبيقية

*DEPARTEMENT DE CHIMIE*

**MEMOIRE**

*Présenté pour l'obtention du diplôme de Master*

**En CHIMIE**

*Spécialité : Chimie durable et environnement*

**Par: Mr ABAD Boualem**

**Mr BENNAI Rachid**

**Sujet :**

***Valorisation de l'argile de la région d'Aomar  
(Bouira) dans l'élaboration des membranes  
tubulaires***

*Soutenu publiquement le 06/09/2016.*

*Devant le jury composé de :*

<b>Mr. M. FERHAT</b>	<b>MAB, Université de Bouira</b>	<b>Président</b>
<b>Mr. L. BERRICHE</b>	<b>MAA, Université de Bouira</b>	<b>Examinateur</b>
<b>M<sup>me</sup>. F. TEDJANI</b>	<b>MAA, Université de Bouira</b>	<b>Examinatrice</b>
<b>Mr. A. BESTANI</b>	<b>MAA, Université de Bouira</b>	<b>Promoteur</b>
<b>M<sup>me</sup>. L. HAMOUDI</b>	<b>Doctorante, USTHB</b>	<b>Co-promotrice</b>



## REMERCIEMENTS

Ce travail a été effectué au laboratoire de procédés pour matériaux, énergie, eaux, environnement (LPM3E) de la faculté des sciences et des sciences appliquées de l'université de Bouira sous la direction de Monsieur **BESTANI**.

Nous remercions tout d'abord Monsieur **BENABBAS Abderrahim**, Professeur à l'UAMOB, de nous avoir accueillis au sein de son laboratoire.

Nos remerciements s'adressent tout particulièrement à Monsieur **BESTANI Amar**, Maître Assistant classe 'A' à l'UAMOB, d'avoir accepté de nous encadrer, pour avoir inspiré et de suivi avec intérêt ce travail. Qu'il trouve ici, l'expression de notre gratitude pour nous avoir fait confiance de mener à terme cette recherche. C'est grâce à lui que nous avons pu découvrir le monde de la recherche et vivre cette expérience très riche sur le plan scientifique et humain. Nous sommes très reconnaissants de sa disponibilité, son aide et à sa méthode attentive et à ses qualités qui nous ont été d'un grand soutien moral.

Nos remerciements s'adressent aussi à Madame **HAMOUDI Leyla** épouse **BESTANI**, d'avoir acceptée d'être Co-promotrice, pour avoir inspiré et de suivi tous les jours avec intérêt ce travail.

Nous voudrions remercier Monsieur **FERHAT Mourad**, Professeur à l'Université AMO de Bouira, de nous avoir fait l'honneur d'accepter la présidence du jury de ce mémoire.

Nous exprimons notre profonde gratitude à Monsieur **BERRICHE Lakhdar**, Maître assistant classe A à l'Université de AMO de Bouira, Pour l'intérêt qu'il a porté à ce travail en acceptant de l'examiner.

Nous tenons à témoigner notre profonde reconnaissance à **Madame TEDJANI Fatiha**, Maître assistante classe B à l'Université de AMO de Bouira, pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Nos remerciements s'adressent aussi à tous les membres de notre famille, qui nous a toujours soutenus, encouragés et qui nous a poussés à découvrir tellement de chose ; merci pour tout cela.

Nous tenons à remercier profondément l'ensemble des membres de l'équipe des techniciens des laboratoires de la faculté des sciences et des sciences appliquées, et surtout les technicien responsables de Labo N°2, pour leur grande amabilité.

Nos plus vifs remerciements vont également à nos collègues de chimie durable et environnement.

# *Sommaire*

## SOMMAIRE

<b>Introduction générale</b> .....	1
------------------------------------	---

### CHAPITRE I

#### *Aspect Bibliographique*

I-1) Définition des argiles.....	3
I-2) Composition chimique.....	3
I-3) Structures minéralogiques.....	4
I-3-1) L'unité structurale tétraédrique.....	4
I-3-2) L'unité structurale octaédrique .....	4
I-4) Classification des argiles.....	5
I-4-1) Minéraux de type 1:1 (une unité tétraédrique et une unité octaédrique T-O).....	5
I-4-2) Minéraux de type 2:1 (deux unités tétraédriques et une unité octaédrique T-O-T) ...	6
I-4-4) Minéraux de type inter stratifiés.....	6
I-4-3) Minéraux de type 2:1:1 (alternance de feuillet T-O-T).....	6
I-5) Propriétés des argiles.....	7
I-5-1) Capacité d'échange ionique.....	7
I-5-1-1) La capacité d'échange cationique.....	7
I-5-1-2) La capacité d'échange anionique.....	8
I-5-2) La surface Spécifique.....	8
I-5-3) La capacité d'adsorption de l'eau et le gonflement .....	8
I-6) Domaine d'application des argiles.....	9
I-7) L'argiles et environnement .....	9
I-8) L'objectif de ce travail.....	10
I-9) Généralités sur les membranes.....	10
I-9-1) Définition.....	10
I-9-2) Procédés de filtration membranaires.....	11
I-9-2-1) L'osmose.....	11
I-9-2-2) L'osmose inverse.....	11
I-9-2-3) La nanofiltration.....	12
I-9-2-4) L'ultrafiltration.....	12
I-9-2-5) Microfiltration .....	12
I-9-3) Géométrie des membranes.....	13

I-9-4) Caractéristiques des membranes.....	14
I-9-4-1) La perméabilité.....	14
I-9-4-2) Résistivité.....	14

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

### CHAPITRE II

#### *Techniques expérimentales*

II-1) Les produits chimiques utilisés.....	15
II-1-a) L'amidon (amidon de pomme de terre) .....	15
II-1-b) Le Méthocel.....	15
II-1-c) L'Amijel.....	15
II-2) Les Support membranaires poreux.....	15
II-2-1) Le solvant.....	16
II-2-2) Le séchage.....	16
II-2-3) Le Frittage.....	16
II-3-1-1) Principes de base.....	17
II-3) Techniques physico-chimiques de caractérisations.....	17
II-3-1) Caractérisation par fluorescence X (FX) .....	17
II-3-2) Caractérisation par diffraction des rayons x (DRX) .....	18
II-3-2-1) Principe de la méthode de diffraction des rayons x.....	18
II-4) Caractérisation par granulométrie laser.....	20
II-4-1) appareillage et équipement utilisés .....	20
II-4-2) Méthodologie	
II-5) Caractérisation par microscopie électronique à balayage .....	21
II-5-1) Principe générale de la méthode.....	22
II-5-2) Interactions du faisceau électronique avec l'échantillon.....	22
II-5-3) appareillage .....	23
II-6) Caractérisation par la résistance mécanique (la flexion) .....	23

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

## CHAPITRE III

### *Résultats et disc discussion*

III-1) Broyage de l'argile.....	25
III-2) Caractérisation de l'argile brute par spectroscopie de fluorescence X.....	25
III-3) Traitement de l'argile brute.....	26
III-3-1) Principes de la méthode de traitement de l'argile brute.....	26
III-4) Caractérisation par la FX de l'argile traitée et calcinée.....	27
III-5) Caractérisation de l'argile brute par DRX.....	28
III-6) Elaboration des supports membranaires tubulaires.....	30
III-6-1) Préparation de la pâte.....	30
III-6-2) Extrusion de la pâte.....	32
III-7) Détermination de la meilleure température du frittage des supports élaborés.....	33
III-7-1) Test de résistance à la flexion.....	35
III-7-2) Teste de perméabilité pour les supports.....	35
III-7-2-1) Résultats du teste de perméabilité de support membranaire fritté à 1000°C.....	36
III-7-2-2) Résultats du test de perméabilité du support membranaire fritté à 1100°C.....	38
III-8) Elaboration de la membrane.....	39
III-8-1) Préparation de gel l'alcool polyvinylique (APV).....	39
III-8-2) Préparation de La barbotine.....	40
III-9) Dépôt de la membrane.....	41
III-9-1) Détermination de la meilleure température du frittage de la membrane.....	41
III-9-1) Résultats du teste de perméabilité réalisé sur la membrane fritté à 900°C.....	43

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

<b>Conclusion générale.....</b>	<b>45</b>
---------------------------------	-----------

*Introduction*  
*générale*



### **Introduction générale**

La filtration membranaire est une technologie essentielle pour la clarification, la concentration, la purification, la séparation de sels et le recyclage dans l'industrie agro-alimentaire, pharmaceutique et de traitement de surface. En biotechnologie, l'utilisation de techniques membranaires performantes permet la récolte cellulaire et la séparation de protéines ou d'endotoxines.

Depuis le début des années 1980, les membranes céramiques dites inorganiques ont été développées. Ces membranes minérales possèdent une meilleure stabilité mécanique, chimique et elles sont généralement obtenues à partir d'oxydes métalliques contenus dans les argiles naturelles.

En raison de la recherche énormément riche dans le domaine des argiles, notre travail a pour objectif, la Valorisation de l'argile de la région d'Aomar (Bouira) dans la filtration des eaux usées industriels sur des membranes tubulaires. Ce dernier, il consiste dans un premier lieu à fabriquer une pâte céramique à partir d'un mélange constitué d'une argile algérienne et des additifs organiques qui jouent différents rôles dans cette pâte, et en seconde lieu ; à l'extrusion de la pâte pour obtenir des supports sous forme tubulaire ensuite, une membrane de filtration à base de la même argile traitée, sera déposée à l'intérieur de ces derniers dans le but de l'utiliser dans la filtration des eaux usées industriels.

L'argile utilisée est une argile Algérienne de couleur grise extraite du gisement de la région d'Aomar de la wilaya de Bouira (nord d'Algérie). La première étape de notre travail, consiste à sa purification par lavage en suspension dans l'eau suivi par un séchage et calcination dans un four. Les échantillons obtenus sont caractérisés par différentes méthodes physico-chimiques. La deuxième étape consiste l'élaboration d'une pâte céramique et l'élaboration des supports membranaires tubulaires à base de l'argile purifiée.

Les supports ainsi obtenus sont frités à différentes températures puis soumis à des tests de résistance mécanique, de perméabilité et par microscopie électronique à balayage (MEB) et ceci dans le but de sélectionner la meilleure température de frittage. En suite une fois que la meilleure température de frittage est sélectionnée, une membrane à base d'une poudre fine d'argile d'Aomar, sera déposée sur ces supports, cette dernière fera l'objet d'une filtration des eaux usées industriels.

## *Introduction générale*

---

Ce mémoire est structuré en trois chapitres : Le premier chapitre est une étude bibliographique axée, dans un premier lieu, sur la description des principales propriétés des argiles minérales, type de classification et leur domaine d'application. En second lieu, nous présentons des généralités sur les technologies membranaires, types de membrane et leurs Procédés de filtration.

Dans le deuxième chapitre, on décrit les différentes techniques expérimentales et les moyens utilisés pour l'ensemble des expériences effectués. Et pour finir, le troisième chapitre est consacré à la discussion des résultats obtenus. Il est divisé en deux parties, dont la première consiste à la caractérisation de l'argile de la région d'Aomar de la willaya de Bouira, par différentes techniques d'analyses, et la deuxième partie, à la discussion des résultats de la caractérisation des supports membranaire élaborées ainsi que leurs résultats des tests de perméabilité. Enfin, une conclusion générale sera établie.

# Chapitre I

## *Etude Bibliographique*

La science des argiles a révélée une grande importance pour laquelle les géologues, les minéralogistes, les physiciens et les chimistes trouvent les sujets extraordinaires pour la recherche dans le domaine de protection de l'environnement. Cependant, elles tiennent un endroit spécial dans la recherche scientifique à cause de leur environnement qui est croisé, d'une manière continue, en divers sens et à plusieurs reprises par des activités humaines à cause de son occupation des sols et les roches.

### **I-1) Définition des argiles**

Les argiles sont des aluminosilicates dont la structure est formée d'un empilement de feuillets et de diamètre des grains inférieurs à quatre micromètres quelque soit sa nature minéralogique. Elles sont considérées comme étant un minéral de la famille des phyllosilicates (silicates en feuillets), issus de la dégradation chimique des composants des roches magmatiques originelles en particulier les micas des granites, les basaltes et les Feldspaths (constituant essentiel des roches magmatiques et métamorphiques) [1], d'où ; Ce sont des roches sédimentaires constituées par des silicates d'aluminium plus ou moins hydratées et elles présentent une structure en feuillets (phyllosilicates). En effet, ces silicates sont connus sous le nom des minéraux argileux constitués d'un mélange de minéraux argileux et d'impuretés cristallines sous forme de débris rocheux de composition infiniment diverse [2].

### **I-2) Composition chimique**

Les argiles sont formées d'un mélange de silicates, dits minéraux argileux (kaolinite, illite, montmorillonite), contiennent, en outre, des constituants fins comme : la silice, les minéraux micacés, le calcaire, les composés ferrugineux et les matières organiques. Ils peuvent aussi contenir des métaux alcalins et alcalinoterreux anhydres ou hydratés [3].

Les principaux composés associés à ces minéraux argileux (phyllosilicates) sont :

- le quartz : jusqu'à 30 % de la roche ;
- la calcédoine, l'opale : formes peu cristallisées et hydratées de la silice, souvent sous la forme de silex ;
- les oxydes et hydroxydes de fer (hématite, goethite) ;
- le sulfure de fer (pyrite) ;
- la gibbsite (hydroxyde d'aluminium) ;
- les carbonates (calcite, dolomie) ;
- les matières organiques : pollens, spores, débris ligneux et matières amorphes.

### I-3) Structures minéralogiques

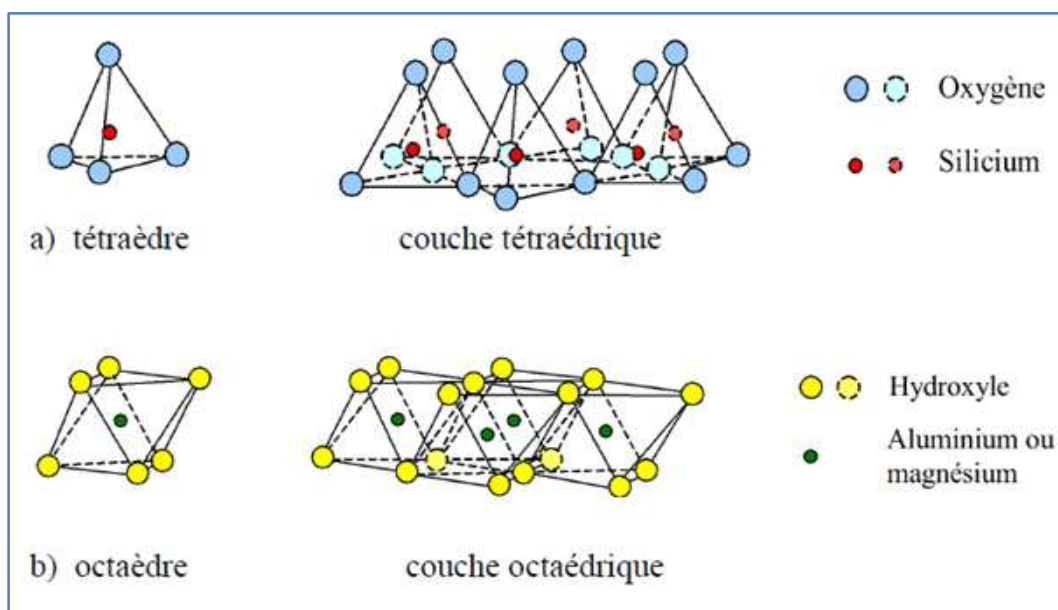
Les matériaux argileux sont des minerais d'argile appartiennent au groupe de phyllosilicate qui ont une structure de couches, où chaque couche est composée de deux feuillets tétraédriques plus ou moins continue (composé de  $(\text{SiO}_4)^{4-}$ ) et de feuillets octaédriques (composé de  $(\text{AlO}_6)^{3-}$ ) [4]. Les atomes des tétraèdres de  $\text{SiO}_4$  sont liés par le partage des électrons dans une structure fortement covalente et forment des feuillets infinis bidimensionnels.

#### I-3-1) L'unité structurale tétraédrique

L'unité structurale tétraédrique est formée d'un tétraèdre au sommet duquel quatre anions d'oxygène ( $\text{O}^{2-}$ ) entourent un cation de silicium ( $\text{Si}^{4+}$ ), équidistant de chacun d'eux. Ce tétraèdre est matérialisé par la présence d'une cavité comprise entre trois sphères en contact.

#### I-3-2) L'unité structurale octaédrique

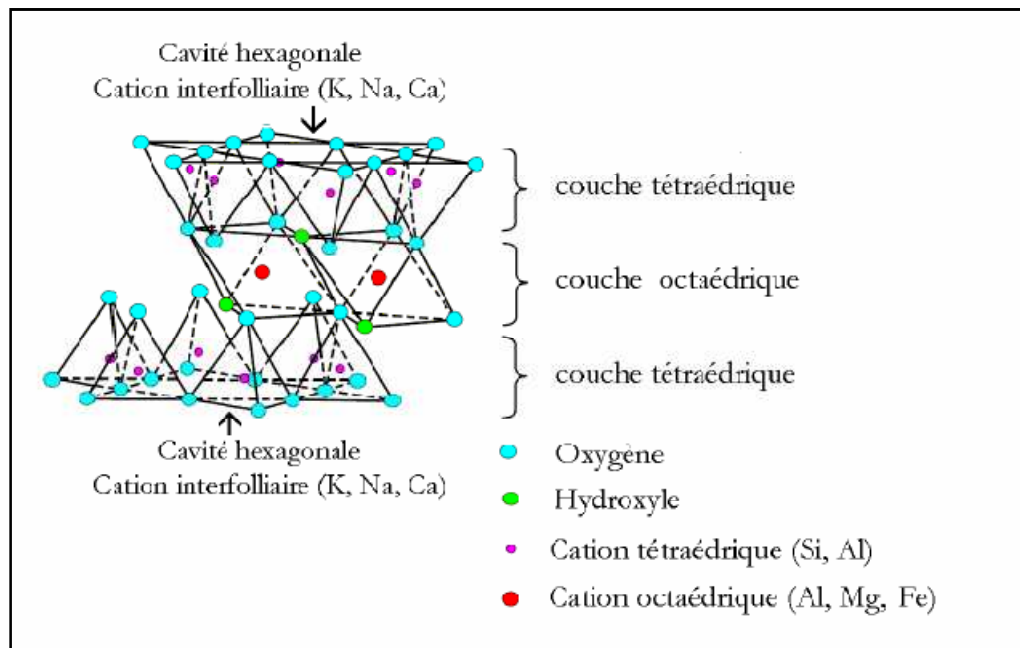
L'unité structurale octaédrique est formée d'un octaèdre au centre duquel un ion d'aluminium ( $\text{Al}^{3+}$ ) ou de magnésium ( $\text{Mg}^{2+}$ ) est équidistant aux six hydroxydes ( $\text{OH}^-$ ) aux sommets. Ces octaèdres se combinent pour former des couches planes dites couches octaédriques et la liaison avec la couche tétraédrique se fait au niveau des oxygènes.



**Figure (I-1) :** couches tétraédriques et octaédriques [5]

Les minéraux argileux se différencient par l'arrangement de leurs couches tétraédriques et octaédriques représentés sur la Figure (I-1). Ces feuillets sont condensés avec des octaèdres

d'oxydes métalliques dans un rapport 2:1 ou 1:1



**Figure (I-2) :** Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicate 2:1 [6].

Dans les cavités de ces unités structurales élémentaires, viennent se loger des cations de tailles variables ( $\text{Si}^{4+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ) en position tétraédrique ou octaédrique. Ces éléments s'organisent suivant un plan pour constituer des couches octaédriques et tétraédriques. L'espace entre deux feuillets parallèles s'appelle espace interfoliaire. Lorsque deux cavités sur trois de la couche octaédrique sont occupées par  $\text{Al}^{3+}$  (ou un autre ion métallique trivalent), la structure est dénommée di-octaédrique. Quand la totalité des cavités octaédriques est occupée par des ions métalliques bivalents, la structure s'appelle tri-octaédrique.

#### I-4) Classification des argiles

La classification des argiles est basée sur l'épaisseur et la structure des feuillets [7]. En effet, les types les plus importants des minéraux argileux sont : les illites, kaolinites, chlorites et smectites. On distingue ainsi quatre groupes [8].

##### I-4-1) Minéraux de type 1:1 (une unité tétraédrique et une unité octaédrique T-O)

Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique qui ont un espacement entre eux d'environ de 7,2 Å. Ceci indique la présence d'une couche de silice, et dans la plupart des sols c'est la présence d'une couche d'alumine avec des ions d'hydroxyle sur la surface, ce qui donne le minéral de kaolinite de formule générale

$\text{Si}_4\text{Al}_4\text{O}_{10}(\text{OH})_8$  [4]. En général, la composition chimique est presque constante, plusieurs cations sont présentés, et dans certains cas une hydratation des minerais peut se produire. Ici l'espacement est plus proche de 10 Å, mais le minerai est instable lors du chauffage à environ 200°C.

#### **I-4-2) Minéraux de type 2:1 (deux unités tétraédriques et une unité octaédrique T-O-T)**

Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques séparées par une couche octaédriques. Ces feuillets sont séparés d'environ 10 à 15 Å selon le contenu de l'inter feuillet (cation liés aux molécules d'eau qui rempli la couche intercalaire). Les ions de  $\text{Si}^{4+}$  occupent les emplacements tétraédriques, tandis que, les emplacements octaédriques contiennent de  $\text{Al}^{3+}$ . Ces cations sont facilement échangeables par des substitutions isomorphes dans la couche tétraédrique (remplacement des ions de  $\text{Si}^{4+}$  par  $\text{Al}^{3+}$ ) et/ou dans la couche octaédrique ( $\text{Al}^{3+}$  par  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$  par  $\text{Li}^+$ ) qui produisent une charge électrique négative sur les surfaces des feuilles. Pour la compensation de charge, des cations ( $\text{M}^+$ ) comme  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$  ou  $\text{Mg}^{2+}$  sont attirés dans l'espace de couche intercalaire. Ces cations sont échangeables et peuvent être hydratés, ce qui permet au système de se gonfler avec de l'eau. Ce type correspond au groupe des smectites de composition commune [7] tel que :  $\text{M}_x^+ (\text{Al}, \text{Fe}^{3+})_{4-y} (\text{Fe}^{2+}, \text{Mg})_y (\text{Si}_{8-x}, \text{Al}_x) \text{O}_{20} (\text{OH})_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

#### **I-4-3) Minéraux de type 2:1:1 (alternance de feuillet T-O-T)**

Le feuillet est constitué d'une alternance de feuillet T-O-T et d'une couche octaédrique. L'espacement de couche intercalaire demeure de 14.2 Å. Ce type correspond au groupe des chlorites.

#### **I-4-4) Minéraux de type inter stratifiés**

Il existe des minéraux qui se présentent en couches superposées, formés d'un empilement régulier ou irrégulier de feuillet de deux types différents. Lorsque l'un des feuillets est de type smectites, le comportement peut s'avérer gonflant, c'est le cas de la kaolinite-montmorillonite, la saponite-chlorite, la montmorillonite mica, l'illite-montmorillonite. Lorsque le comportement des feuillets présentent un bas potentiel de gonflement, il s'agit de type illite. Elle est structurellement semblable aux smectites, mais le remplacement de  $\text{Si}^{4+}$  par  $\text{Al}^{3+}$ , dans le tétraèdre, crée une grande insuffisance de charge. Cette insuffisance est équilibrée par des cations de  $\text{K}^+$  dans l'espace de couche intercalaire. Sa formule idéale est  $\text{K}_{<2} \text{Al}_4 [\text{Si}_{>6}\text{Al}_{<2}] \text{O}_{20}(\text{OH})_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  [4].

La différence fondamentale entre ces types d'argiles minérales est la quantité de cations échangeables présente dans l'espace de couche intercalaire. La propriété de l'échange ionique est d'une grande importance près de la surface des minerais d'argile (capacité d'échange cationique et surface spécifique).

### I-5) Propriétés des argiles

Les propriétés physico-chimiques des minéraux argileux se caractérisent par trois propriétés principales : la capacité d'échange ionique, leurs surfaces spécifiques et la capacité d'adsorption de l'eau. Le gonflement résulte de l'assemblage électrostatique fort entre les surfaces d'argile et leurs polarisations ioniques, ou polarisabilité intercalaire.

#### I-5-1) Capacité d'échange ionique

On distingue deux types d'échanges ioniques des argiles, la capacité d'échange cationique (CEC) et la capacité d'échange anionique (CEA).

##### I-5-1-1) La capacité d'échange cationique

Les argiles ont la propriété de fixer de manière réversible quelques cations contenus dans les solutions environnantes. La capacité d'échange cationique (CEC) correspond au nombre de charges négatives éventuellement pour fixer des cations métalliques dont la fixation s'exprime en centi-moles par kilogramme, qui est traduit dans le système international par des unités des milliéquivalents par 100 g d'argile (meq / 100g).

La capacité d'échange cationique totale est égale à la somme des charges de la CEC<sub>variable</sub> et les charges de CEC<sub>permanent</sub>. La contribution des charges variable est faible pour les smectites et forte pour les kaolinites et les illites. Les mesures effectuées à pH = 7 sont données dans le Tableau ci-dessous [9].

Argile minérale	CEC (cmol.kg <sup>-1</sup> )
Kaolinite	5–15
Illite	25–40
Montmorillonite	80–120
Chlorite	5–15

**Tableau (I-1) :** Valeurs de la CEC pour les principales argiles minérales.

La capacité d'échange cationique de la montmorillonite est plus importante parmi tous les minerais d'argiles, en raison de leur substitution isomorphe élevée dans les couches octaédriques et tétraédriques qui a comme conséquence une grande insuffisance ionique [10].

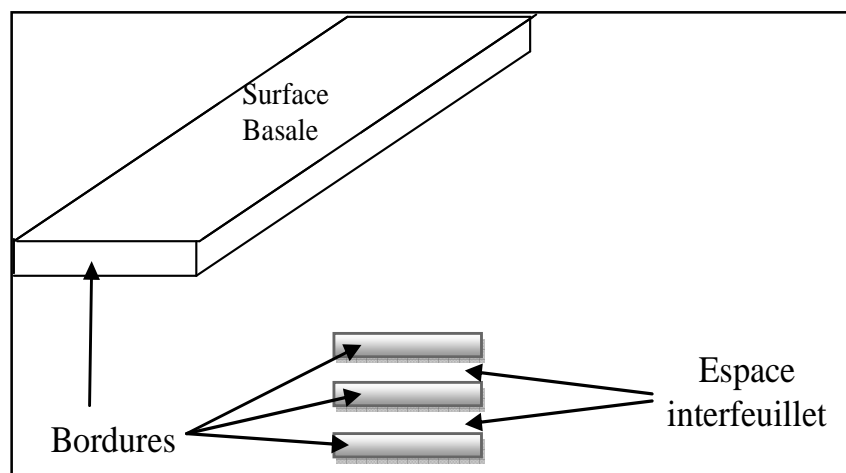


### I-5-1-2) La capacité d'échange anionique

La capacité d'échange anionique des argiles implique seulement ces emplacements sur les limites des surfaces des cristaux, où les groupes d'hydroxyle ne peuvent pas totalement compenser leur valence. Ces emplacements sont situés sur les liens interrompus entre les cations structuraux ( $M^{+x}$ ) et les feuilles des groupes oxygènes ou d'hydroxyle tétraédrique et octaédrique. Cette capacité est favorisée par les basses valeurs du pH qui permettent la liaison d'un proton aux groupes d'hydroxyle pour former une molécule d'eau plus facile à déplacer (très faiblement collée sur le cation structural) [9].

### I-5-2) La surface Spécifique

Les propriétés mécaniques des argiles sont, la plupart du temps, commandées par les caractéristiques des surfaces internes et externes des phyllosilicates de petite taille. La surface spécifique d'une argile correspond à la somme des surfaces de tous les emplacements échangeables accessibles à un ion ou à une molécule donnée (Figure I.3). Ces emplacements sont situés le long des bordures des cristaux et des espaces inter-feuillets qui ont une signification différente selon l'espèce minérale considérée. Ainsi, les surfaces de ces feuillets inter-feuillets sont négligeables pour les smectites dont les cristallites ont une épaisseur très réduite, tandis qu'elles sont beaucoup plus grandes pour la kaolinite, le chlorite et l'illite [9].



**Figure (I-3) :** Illustration de l'empilement des feuillets d'argile, montrant la surface basale, les bordures des particules et les espace inter feuillets [10].

### I-5-3) La capacité d'adsorption de l'eau et le gonflement

Dans les processus d'altérations chimiques, la présence d'eau a une grande importance. Cependant, étant donné que les minéraux ont des susceptibilités à l'eau différentes dont les quantités d'eau adsorbées, à différentes humidités relatives, sont contrôlées par un ensemble de facteurs qui caractérisent la nature de l'argile, notamment la nature des cations interfoliaire

( $\text{Li}^+$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ), la nature du cation octaédriques, dioctaédrique ( $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ), ou trioctaédrique ( $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$ ) et la charge interfoliaire [11]. Certains minéraux argileux ont la capacité d'incorporer, dans leur structure, des molécules d'eau. Cette eau modifie la dimension de la couche en provoquant son gonflement.

### I-6) Domaine d'application des argiles

Selon sa variété, l'argile se révèle être un minéral très utile dans le domaine de la céramique. Cependant, on peut fabriquer des briques et du ciment destiné au domaine du biton en jouant sur sa capacité de modelage une fois mélangé à l'eau. Sa capacité d'absorption est utilisée pour la réalisation des cosmétiques et de médicaments (Smectites du Smecta et l'attapulгите) [11]". De plus, l'industrie minière utilise les argiles dans le cadre de l'épuration des eaux usées, elles peuvent être employées comme dépolluant. En effet elle donne d'excellents résultats en ce qui concerne l'adsorption des métaux lourds.

### I-7) L'argiles et environnement

Dans le domaine environnemental, les argiles ont un rôle important dans divers problèmes environnementaux et leur utilisation augmente de plus en plus (Figure I-4):

- rôle des argiles dans les sols contaminés dans le transport des isotopes radioactifs et leur réactivité vis-à-vis de ceux-ci (exp. rétention du Cs 137 après l'accident de Tchernobyl) ;
- rôle vis-à-vis des pesticides et des éléments métalliques dans les sols ;
- rôle de barrière d'étanchéité dans les décharges ;
- rôle dans la santé.

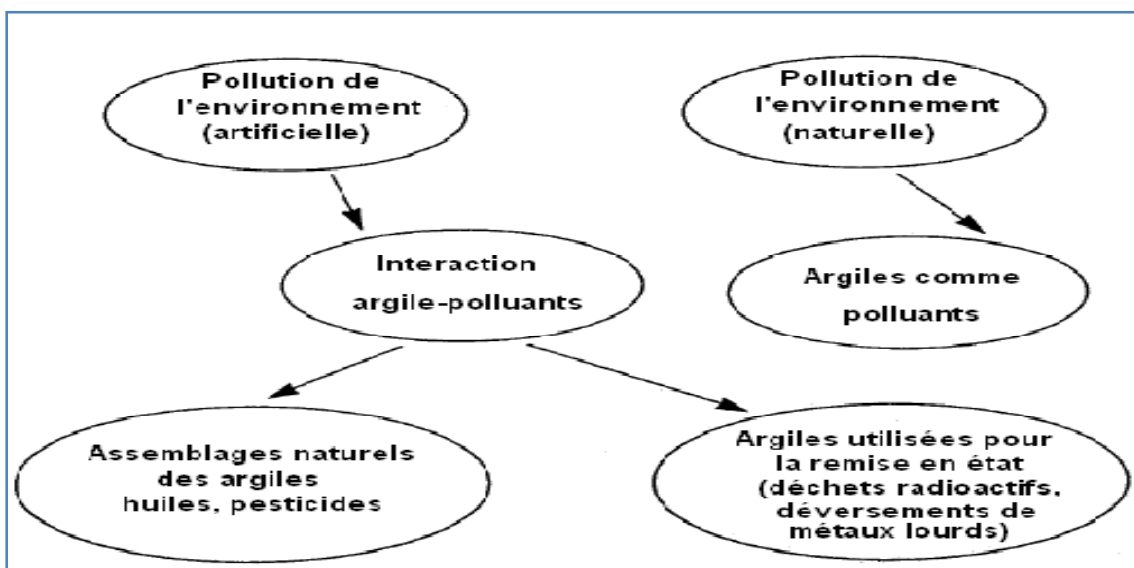


Figure (I-4) : Rôle des argiles dans l'environnement [12]

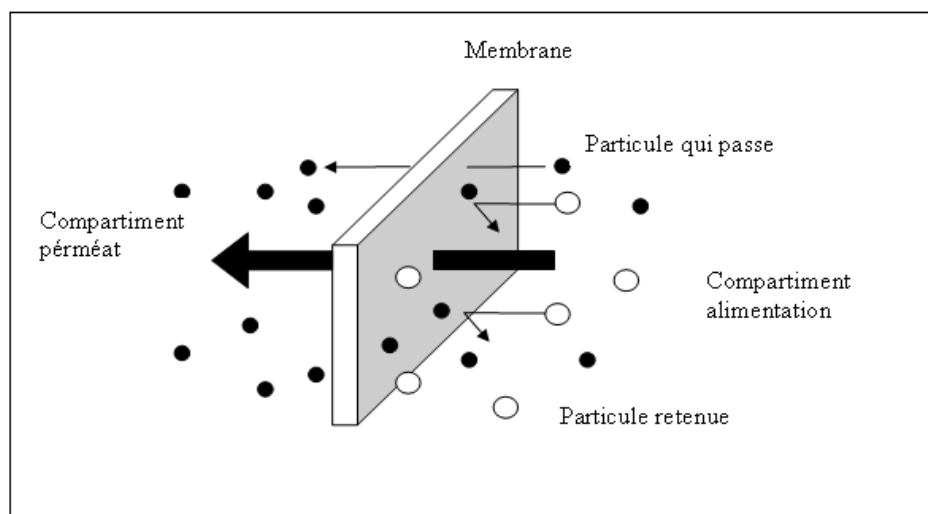
### I-8) L'objectif de ce travail

Ce travail, a pour objectif, la valorisation d'une argile algérienne dans l'élaboration des membranes tubulaires destinées aux traitements des eaux usées industriels. Ce dernier, il consiste dans un premier lieu à fabriquer une pate d'argile à partir d'un mélange constitué d'une argile algérienne (région d'Aomar de la willaya de Bouira) et des additifs organiques qui joues différents rôles dans cette pate, et en seconde lieu ; à l'extrusion de la pate pour avoir des supports sous forme tubulaire ensuite, une membrane de filtration à base d'argile traitée sera déposée à l'intérieur de ces derniers dans le but de l'utiliser dans la filtration des eaux usées industriels.

### I-9) Généralités sur les membranes

#### I-9-1) Définition

La membrane est définie comme une couche mince semi-perméable qui joue le rôle d'une barrière sélective (Figure I-5) qui sépare les substances dissoutes ou non, elle permet le passage préférentiel d'une espèce par rapport aux autres sous l'action d'une force de transfert qui peut être chimique (concentration) ou physique (pression) [13]. Les procédés membranaires permettent donc de concentrer, de purifier ou de fractionner une solution.



**Figure (I-5) :** représentation d'une membrane sélective

En général, les constituants qui sont plus petits que les pores de la membrane sont capables de passer à travers la membrane sous l'effet d'une pression appliquée tandis que les substances et les molécules de taille plus importante sont retenues par la membrane. La technologie de la filtration sur membrane peut être appliquée pour la séparation fluide / fluide ou particules / fluide en vue de récupérer les espèces valorisables (eau, lactose, sels minéraux... etc) [14].

### I-9-2) Procédés de filtration membranaires

Les procédés membranaires utilisent un gradient de pression hydrostatique comme force de transfert, ils sont qualifiés de procédés baro-membranaires ou mécano-membranaires. Ils sont au nombre de quatre : microfiltration (MF), ultrafiltration(UF), nanofiltration(NF), et osmose inverse (OI). Ces quatre procédés sont en générale classées en fonction de la taille des espèces à séparer [15].

#### I-9-2-1) L'osmose

L'osmose est un phénomène de diffusion des molécules de solvant à travers une membrane semi-perméable qui sépare deux solutions dont les concentrations en produits dissous sont différentes. La différence de concentration provoque une différence de pression osmotique qui engendre un déplacement du solvant à travers la membrane, le solvant passe de la solution la moins concentrée vers la solution la plus concentrée pour équilibrer les concentrations. Cette différence de concentration joue le rôle de force motrice de transport.

#### I-9-2-2) L'osmose inverse

L'osmose est le transfert d'un solvant à travers une membrane sous l'effet d'un gradient de concentration. On considère un système à deux compartiments séparés par une membrane semi-sélective et contenant deux solutions de concentrations différentes, l'osmose se traduit par un flux d'eau dirigé de la solution diluée vers la solution concentrée. Si on applique une pression sur la solution concentrée, la quantité d'eau transférée par osmose va diminuer. Avec une pression suffisamment forte le flux d'eau va même s'annuler : cette pression est nommée la pression osmotique  $\Pi$ . Si on dépasse la valeur de la pression osmotique, on observe un flux d'eau dirigé en sens inverse du flux osmotique : c'est le phénomène de l'osmose inverse. La figure (I-6), montre le lien entre l'osmose et l'osmose inverse.

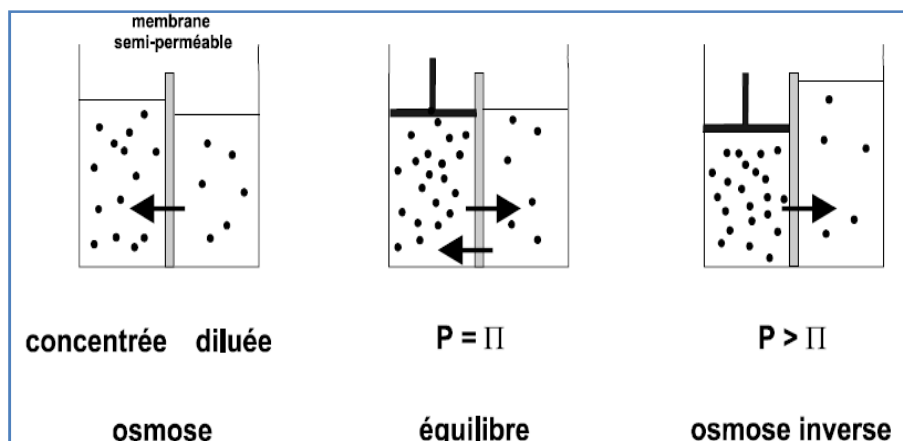


Figure (I-6) : Images représentatives de l'osmose et l'osmose inverse.

**I-9-2-3) La nanofiltration**

La nanofiltration est un procédé de séparation effectué sur une membrane semi-perméable par l'application d'une différence de pression. Elle permet la séparation des composants ayant une taille en solution voisine de celle du nanomètre d'où son nom.

**I-9-2-4) L'ultrafiltration**

L'ultrafiltration est une filtration où le liquide traverse une membrane semi-perméable grâce à une différence de pression. Les particules en solution ou en suspension de haut poids moléculaire sont retenues tandis que l'eau et les molécules de faible poids moléculaire passent à travers la membrane. Elle utilise des membranes dont le diamètre des pores est compris entre 1 et 100 nm.

**I-9-2-5) Microfiltration**

C'est un procédé de séparation solide-liquide à travers des membranes poreuses dont le diamètre des pores est compris entre 0,1 et 10 µm. Elle utilise une différence de pression comme force motrice et permet la rétention des bactéries et des particules en suspension. Le tableau ci-dessous, résume les principales caractéristiques des différents procédés de séparation membranaire et leurs applications [16].

	Microfiltration	Ultrafiltration	nanofiltration	Osмосe inverse
<b>Caractéristiques de la membrane</b>	Poreuse Convection 100 à 10000 nm	Poreuse Convection 1 à 100 nm	Poreuse Solubilisation / diffusion + Convection 1 à 10 nm	Dense Solubilisation/diffusion
<b>Perméation de</b>	Solvants et espèces dissoutes	Solvants, sels et petites molécules	Solvants, ions monovalents et petites molécules	Solvants
<b>Rétention de :</b>	Particules, colloïdes	Macromolécules, colloïdes	Petites molécules (M > 300 g/mol) Ions	Sels
<b>Pression d'opération usuelle et débit/bar à travers la membrane</b>	0,2 à 2 bar (3 à 30 psi) 150 à 1500 l/h.m <sup>2</sup>	2 à 10 bar (30 à 150 psi) 50 à 300 l/h.m <sup>2</sup>	7 à 40 bar (100 à 600 psi) 50 à 100 l/h.m <sup>2</sup>	30 à 80 bar (450 à 1200 psi) 10 à 60 l/h.m <sup>2</sup>
<b>Applications</b>	- Épuration bactérienne du lait - Fractionnement des globules gras du lait - Fractionnement de protéines - Traitement d'émulsions huile/eau	Concentration de protéines Clarification et stabilisation de moûts, jus, vins Fabrication de préformage liquide	Séparation et concentration d'antibiotiques Fractionnement d'acides aminés Adoucissement d'eau potable Concentration et déminéralisation du lactosérum	Concentration de lactosérum, de sang, de blanc d'œuf, de sève d'érable Dé-alcoolisation des vins et de la bière Dessalement des eaux

Colloïdes –agrégats de molécules ayant une taille de 0,2 à 0,002 µm

**Tableau (I-2) :** Principales caractéristiques des différents procédés de séparation membranaire.

**I-9-3) Géométrie des membranes**

Les appareils unitaires de séparation appelés << modules >>, Sur le marché, on trouve quatre grands types de modules : tubulaires, Tubulaire Multi-canal, à fibres creuses, planes et spiraux, mais en traitement des eaux 95%, des installations de MF ou UF sont réalisées en << fibre creuses >> et la même proportion en module spiraux en ce qui concerne la NF ou l'OI [17]. Le tableau ci-dessous, résume les principales caractérisations de ces modules [18].

Module	Description	Caractéristiques	Matériau
Tubulaire	Membranes sous forme de tubes jusqu'à 13 mm de diamètre)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Le fluide à traiter peut circuler à l'intérieur ou à l'extérieur des tubes</li> <li>- Peut traiter tous types de produits (fluides visqueux, chargés), supporte 80 bars</li> <li>- Coûts d'installation relativement importants</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Organique (rare)</li> <li>-Minéral</li> </ul>
Tubulaire Multi-canal	Barreau percé de plusieurs canaux (3 à 30)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Peut traiter tous types de produits (fluides visqueux, chargés), supporte 80 bars</li> <li>- Coûts d'installation relativement importants</li> </ul>	-Minéral
Spirale	Membranes planes roulées en spirale	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Difficultés possibles au nettoyage</li> <li>- Réservé aux produits peu concentrés et au traitement d'eau</li> <li>- Capacité de filtration élevée avec un coût moindre.</li> <li>- Sensibilité au colmatage (prétraitement nécessaire)</li> </ul>	-Organique
Plans	Membranes planes	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Système plus souple et plus modulable</li> <li>- Visualisation du perméat produit par chaque élément</li> <li>- Très bien adapté à certaines applications ne nécessitant pas de pression de fonctionnement trop élevées</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>-Organique</li> <li>-Minéral (rare)</li> </ul>
Fibre creuse	Membranes sous forme de capillaire (tube de 1 à 2 mm de diamètre)	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Canaux très fins de l'ordre d'un cheveu- Fragile</li> <li>- Sensibilité au colmatage</li> <li>- Inapplicable hors traitement de l'eau</li> </ul>	-Organique

**Tableau (I-3) :** Différentes géométries membranaires et quelques-unes de leurs caractéristiques

Dans le cas des modules spiraux, mettant en œuvre les membranes, sont conçus de façon à faciliter le montage, le démontage et d'assurer une circulation suffisante du liquide à traiter au

niveau de la membrane pour limiter les phénomènes de polarisation de concentration (membranes de dessalement), ou de dépôts de particules (membranes de clarification);

#### I-9-4) Caractéristiques des membranes

##### I-9-4-1) La perméabilité

La perméabilité ( $A$ ) d'une membrane est une caractéristique intrinsèque de la membrane qui dépend de sa structure. De façon pratique, la perméabilité peut être définie comme étant le rapport entre le flux du perméat ( $J_p$ ) et la différence de pression transmembranaire effective ( $\Delta P_m$ ) [19]:

$$A = \frac{J_p}{\Delta P_m} \quad \text{Relation (I.1)}$$

La densité du flux du perméat (appelée aussi de perméation) est un débit de perméation unitaire, c'est-à-dire, le rapport entre le débit volumétrique de perméation ( $Q_p$ ) et la surface effective de la membrane ( $S$ ) :

$$J_p = \frac{Q_p}{S} \quad \text{Relation (I.2)}$$

Avec :

$$Q_p = \frac{V}{t} \quad \text{débit volumique}$$

$J_p$ : Flux du perméat

##### I-9-4-2) Résistivité

La résistance hydraulique ( $R_m$ ) d'une membrane peut être définie comme étant sa résistance à l'écoulement du fluide à travers cette membrane. La résistance d'une membrane est l'inverse de sa perméabilité [19] :

$$R_m = \frac{1}{A} = \frac{S \Delta P}{Q_p} \quad \text{Relation (I.3)}$$

## **Références Bibliographiques**

- [1] : Futura- sciences. Mercredi 21 octobre 2009. *Le magazine de l'innovation, de la science et de la découverte*
- [2] O. Bouras, « Propriétés adsorbantes d'argiles pontées organophiles: Synthèse et caractérisation », thèse pour l'obtention du grade de docteur, Université de Limoges, 2003.
- [3] Nourddine BELAIDI, « Préparation de la bentonite de maghénia intercalée au titane et/ou vanadium. Application à la réaction d'oxydation de cyclohexane », thèse de Magister, Université ABOU BEHR BELKAID, Tlemcen, 2010.
- [4] S. Laribi, M. Audiguier, R. Cojean, « Assessing shrink/swell properties of two argillaceous soils from the Paris Basin: a comparison of cation exchange determination methods », *Bull Eng Geol Environ* (2008) 67:415–424.
- [5] : Cuisinier, O. (2002). " Comportement hydromécanique des sols gonflants compactés ". Thèse de Doctorat de l'I.N.P.L, France, soutenue le 31.10.2002. 172p.
- [6] P. F. Luckham, S. Rossi, « The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions », *Advances in Colloid and Interface Science* 82 (1999) 43-92
- [7] B. Velde, P. Barré, « Soils, Plants and Clay Minerals, Mineral and Biologic Interactions », Springer Heidelberg Dordrecht London New York, Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2010.
- [8] TALIDI Abdellah, « Etude de l'élimination du chrome et du bleu de méthylène en milieux aqueux par adsorption sur la pyrophyllite traitée et non traitée », thèse pour l'obtention du grade de docteur, Université de MOHAMAD V - AGDAL, Faculté des sciences Rabat ,30 juin 2006.
- [9] A. Meunier, « Clays », Springer Berlin Heidelberg New York, Springer is a part of Springer Science+Business Media springeronline.com, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Printed in Germany, 2005.
- [10] L. Amirouche, « Etude du pouvoir de sorption du cuivre (II), du Zinc (II) et des polyphénols par les bentonites sous l'effet des irradiations micro-ondes », Mémoire de Magister, Université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou, 2011.
- [11] Y. Tardy, J. Duplay, Arnault Lassin, « Énergies d'hydratation et stabilité thermodynamique des minéraux argileux. I. Cas d'une argile fictive moyenne », *Earth and Planetary Sciences* 332 (2001) 251–257.
- [11] NATO Science for Peace and Security-B : Physics and Biophysics, « Smart Materials for Energy, Communications and Security », Edited by Igor A. Luk'yanckuk Daoud Mezzane, publication supported by the NATO Science for Peace and Security programme, Published Springer Heidelberg Dordrecht London New York, December 2007.



- [12] Meryeme IBN GHAZALA « Synthèse des complexes organo et inorgno-pyrophyllite et leur application dans le traitement des eaux chargées en métaux lourds », thèse pour l'obtention du grade de docteur, Université de MOHAMAD V - AGDAL, Faculté des sciences Rabat ,11 juillet 2009.
- [13] P. Fievet, A. Szymczyk , « Caractérisation des propriétés électriques des parois de pores d'une membrane », C. R. Chimie 5 (2002) 493–505.
- [14] Htim EL KHABBAZE, « Traitement des solutions modèles du lait par membranes de nanofiltration et d'osmose inverse », thèse pour l'obtention du grade de docteur, Université de MOHAMAD V - AGDAL, Faculté des sciences Rabat ,2008.
- [15] Grégorio Crini et Pierre-Marie Badot, (Traitement et épuration des eaux industrielles polluées, procédés membranaires, bioadsorption et oxydation chimique), universitaires de Franche-Comté (2007) P 67-79
- [16] Alfa Arzat, Ph D, « Procédés de séparation membranaire et leur application dans l'industrie alimentaire », 30 Mai 2008, ACER (centre de recherche, de développement et de transfert technologique acéricole inc).
- [17] Degrémant, (Memento technique de l'eau – Tomes 2), 10<sup>ème</sup> édition, 17 mai 2005.
- [18] ADEME/DABEE/Département Industrie et Agriculture, « Les techniques membranaires a gradient de pression », 16/06/2006.(ADEME : Agence de l'environnement et de la matière de l'Energie).
- [19] A. Nechad, « Elaboration d'une membrane de filtration d'eau à base de polyéthylène basse densité et de gypse de Bouzggaiä », thèse de Magister, Université Hassiba Benbouali, Chlef, 2009.

# Chapitre II

## *Techniques Expérimentales*

Ce chapitre est consacré dans un premier lieu, à la description des produits chimiques utilisés dans cette étude et le protocole expérimentale d'élaboration des supports membranaires tubulaires. Dans un deuxième lieu; à la description des Techniques physico-chimiques de caractérisation des échantillons de point de vue définition, principe et conditions d'analyses utilisées pour chacune d'elles.

### **II-1) Les produits chimiques utilisés**

Les différents produits chimiques utilisés pour la préparation d'une pâte céramique sont des composés organiques appelés dans notre cas 'Additifs organiques'. La quantité d'ajout de ces additifs au sein de la poudre d'argile destinée à la fabrication de la pâte céramique est très importante; si la quantité est trop faibles, la plasticité et la solidité de la pâte sera insuffisante, mais, si elle est en excès la pâte sera trop fluide et la mise en forme du support ne peut s'effectuer [1]. Ces produits sont les suivants :

#### **II-1-a) L'amidon (amidon de pomme de terre),**

Il est de formule brute  $(C_6H_{10}O_5)_n$  hydraté de 8-10%, qui joue le rôle d'un liant et d'un agent de porosité. En effet, les liants organiques ont la propriété d'assurer la tenue mécanique des supports avant et même lors du traitement thermique (frittage). De plus, il permet à la pâte de conserver un certain volume poreux lors du traitement thermique.

#### **II-1-b) Le Méthocel**

C'est un dérivé cellulosique, utilisé comme plastifiant. Il assure à la pâte, une bonne capacité de déformation et permet de limiter la fragilité des supports.

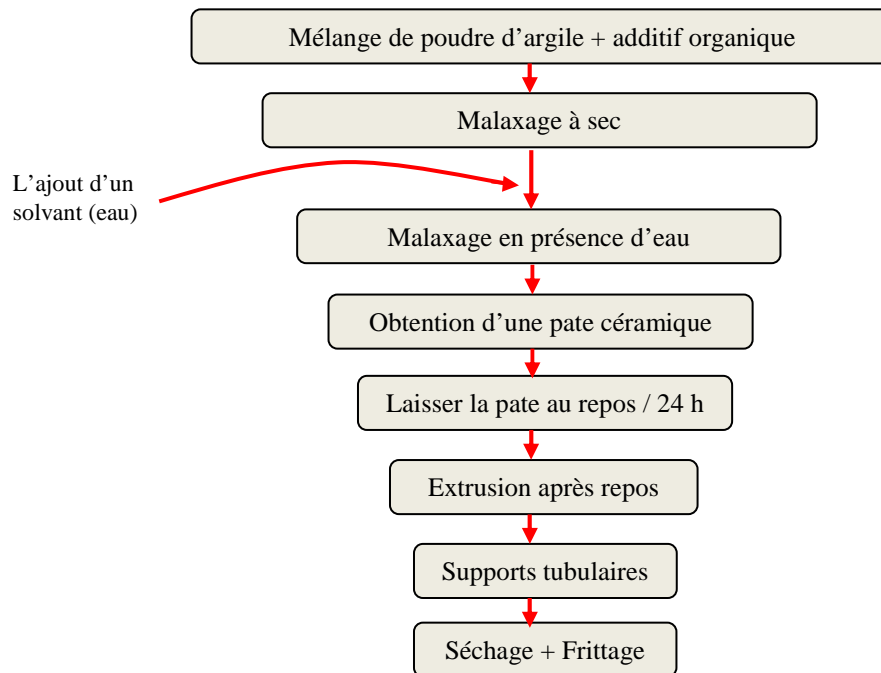
#### **II-1-c) L'Amijel**

C'est un produit dérivé constitué d'amidon pré gélifié. Il présente une meilleure solubilité en milieu aqueux. Il est utilisé comme gélifiant, il limite l'agglomération des particules et permet de conserver un mélange poudre/solvant de viscosité modérée.

### **II-2) Les Support membranaires poreux.**

Les membranes céramiques ont généralement une structure composite, composée au moins de deux couches, un macroporeux qui constitue le support et une couche active mince. L'élaboration d'un support céramique, implique en premier lieu la préparation d'une pâte céramique qui exige l'utilisation d'additifs organiques pour permettre la dispersion de la poudre et l'ajustement du comportement rhéologique de la pâte. Ces additifs assurent une résistance mécanique significative après un séchage à l'air libre, avec un avantage principal

de leur élimination par combustion pendant le traitement thermique (le frittage). Les principales étapes de préparation d'un support céramique présentant une structure tubulaire sont résumées sur l'organigramme de la figure (II-1).



**Figure (II-1):** organigramme des principaux processus pour la préparation d'un support céramique tubulaire.

### II-2-1) Le solvant

L'eau, est le solvant le plus couramment utilisé pour des raisons de sécurité, mais sa vitesse d'évaporation comparée à celle des solvants organiques est plus faible, d'où le désavantage s'accumule lors du séchage des pièces qui sera plus long et nécessite plus d'énergie.

### II-2-2) Le séchage

Le séchage des céramiques est généralement caractérisé par la mesure de la perte de masse en fonction du temps. En générale le séchage correspond à l'élimination du solvant.

### II-2-3) Le Frittage

Le frittage est la dernière étape effectuée pour l'élaboration d'une pièce céramique, il peut être considéré comme le phénomène qui permet de passer d'une masse de poudres liées entre elles par un solvant (eau), à une pièce dense et cohérente sous l'effet d'un traitement thermique tout en restant en dessous de la température de fusion du constituant principale. Le frittage est d'autant plus rapide que la granulométrie des poudres est petite [2], lorsque la

température atteint un niveau suffisamment élevé les points de contact entre les particules individuelles fusionnent, les interfaces solides-vapeurs se transforment en solides -solides.

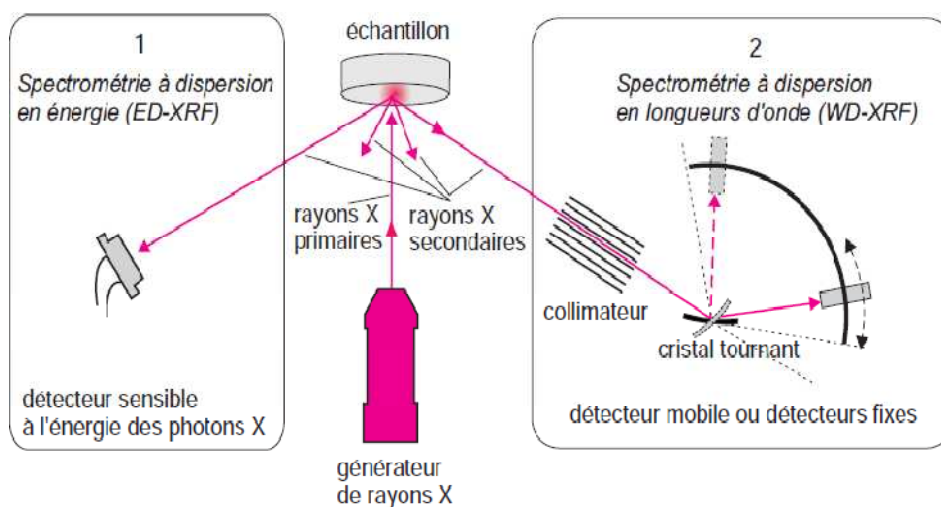
### II-3) Techniques physico-chimiques de caractérisations

#### II-3-1) Caractérisation par fluorescence X (FX)

La fluorescence X est une méthode non destructive exploitée couramment en analyse pour obtenir des renseignements qualitatifs ou quantitatifs sur la composition élémentaire de toutes sortes de mélanges. Le principe consiste à sécher et réduire en poudre, un échantillon mélangé avec le tétraborate de lithium, puis fondu à 1200°C afin d'obtenir un verre transparent homogène (perle boratée) qui sera utilisée pour l'analyse des éléments majeurs. Cette dernière est irradiée soit par un faisceau de rayons X, soit par bombardement avec des particules, généralement des électrons ayant suffisamment d'énergie, pour que les atomes ainsi ionisés émettent un rayonnement de fluorescence également dans le domaine des rayons X [3].

##### II-3-1-1) Principes de base

Quand on irradie un matériau avec des photons ou qu'on le bombarde avec des particules de grande énergie (entre 5 et 100 keV), celui-ci émet une fluorescence située dans le domaine des rayons X (figure II-2) [4]. Le spectre de cette photoluminescence comporte des radiations dont les longueurs d'ondes caractéristiques des atomes de ce matériau, les modes d'excitation pour provoquer ce qu'on appelle la fluorescence X des atomes sont nombreux : photons ou particules (électrons rapides, protons, rayonnement  $\alpha$ ...). Quelle que soit la méthode choisie, le rayonnement produit conduit néanmoins à des spectres faisant apparaître les mêmes radiations de fluorescence X.



**Figure (II-2) :** Principe de base de la Fluorescence X.

L'appareil utilisé pour l'analyse de nos échantillons par la Fluorescence X, est de de type S8 TIGER BRUKER (figure ci-dessous).



**Figure (II-3) :** appareil de fluorescence X de type S8 TIGER BRUKER

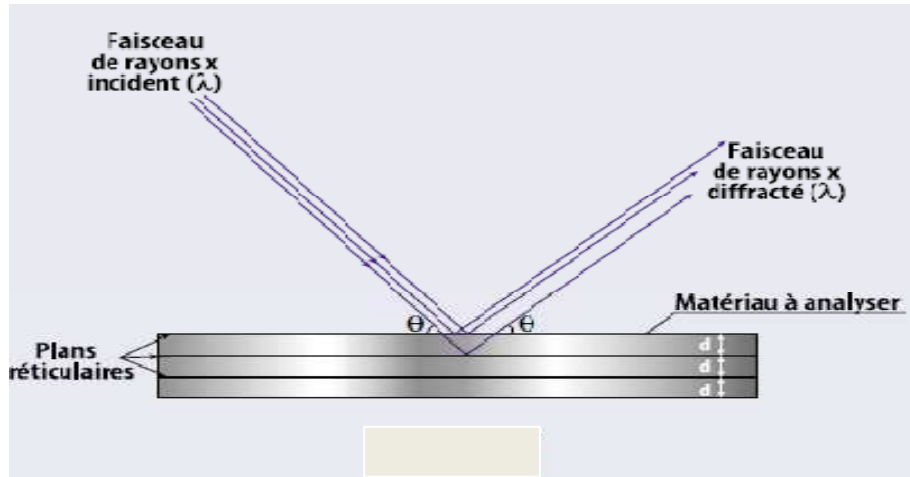
### **II-3-2) Caractérisation par diffraction des rayons x (DRX)**

La diffraction des rayons X, est une méthode universelle utilisée pour identifier la nature et la structure des produits cristallisés. Elle ne s'applique qu'à des milieux cristallins (roches, cristaux, minéraux, argiles...etc) présentant les caractéristiques de l'état cristallin, c'est-à-dire l'arrangement périodique des atomes constitutifs des plans réticulaires tridimensionnels. Les atomes s'organisent donc en plans réticulaires plus ou moins denses, qui sont désignés par leurs coordonnées (h, k, l) dans un système de repérage dans l'espace.

#### **II-3-2-1) Principe de la méthode de diffraction des rayons x**

Le principe de cette technique, consiste à éclairer une surface d'analyse par un faisceau monochromatique de rayons X et récupérer le signal diffracté par les structures de chacune des phases cristallines du matériau à analyser. L'échantillon solide finement broyé est placé sur un port échantillon adéquat, puis soumis à un faisceau de rayons X pour être diffractés par les plans réticulaires des phases cristallines présentes.

Le faisceau de rayons X incident est réfléchi partiellement par le premier plan tandis que le faisceau non réfléchi "tombe" sur le deuxième plan pour être à nouveau partiellement réfléchi. Et ainsi de suite (figure II-4).



**Figure (II-4) :** réflexion des rayons X entre deux plans

Pour que les ondes diffusées par les différents plans soient en phase et que l'intensité totale de l'onde diffusée soit importante, il faut que la loi de Bragg soit vérifiée (Relation II-1) qui montre qu'il suffit de mesurer les angles de Bragg ( $\theta$ ) pour déterminer les dimensions et la forme de la maille élémentaire du cristal [5].

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad \text{Relation (II-1)}$$

Avec

$d$ ,  $\theta$ ,  $n$  et  $\lambda$  correspondent à la distance entre deux plans cristallographiques (distance inter-réticulaire  $hkl$ ), l'angle d'incidence, l'ordre de diffraction (nombre entier) et longueur d'onde des rayons X, respectivement.

L'interprétation des diffractogrammes ainsi obtenus, à l'aide d'un diffractomètre à rayons X, est basée sur la comparaison des positions et les intensités des pics observés aux fichiers de référence *PDF-ICDD* (Powder Diffraction File - International Center for Diffraction Data) dans le but d'identifier les phases minéralogiques présentes. Et éventuellement l'utilisation de *RIR* (Reference Intensity Ratio) inclus dans le logiciel *HighScore*. De Plus, le fichier *PDF-ICDD* permet l'estimation semi quantitative des phases correspondantes détectées quand celle-ci est requise et/ou possible.

Nos mesures ont été effectuées sur un diffractomètre D8- Advanced, Beuker-Siemant de type Philips P analytique (figure II-5). Les rayons X incidents proviennent de l'émission  $K_{\alpha}$  d'une anticathode du cuivre, de longueur d'onde  $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$  filtrée par un monochromateur en graphite fonctionnant sous 45 kV – 40 mA.



**Figure II-5** : DRX de type PANALYTICAL XDR. X Pert PRO

#### **II-4) Caractérisation par granulométrie laser**

La granulométrie laser est une technique qui mesure la taille des particules ou plus exactement, la détermination de leurs rayons. Elle permet la mesure de tailles comprises entre 0,05 et 900  $\mu\text{m}$ , ce qui est bien plus précis qu'avec la technique par tamis; elle convient donc particulièrement aux suspensions de tout type de poudre (minérale ou non).

Cette technique est basée sur la théorie de la diffraction de Fraunhofer qui est valable une fois le diamètre des particules est supérieur à cinq fois la longueur d'onde du faisceau incident. La détection des ondes diffractées se fait au moyen de trente deux photodiodes maintenues sur le détecteur en arcs de cercle concentriques déterminant trente deux classes de taille [6].

##### **II-3-1) appareillage et équipement utilisés**

L'analyse des échantillons a été réalisée à l'aide d'un granulomètre à laser de type LA 950 (figure II-6) qui est un kit composé des éléments suivants :

- Un analyseur, comprenant principalement un générateur de source laser, deux possibilité d'analyses (voie humide et voie sèche), une façade de convergence de lumière, 87 détecteurs (capteurs) et une carte électronique d'interface.
- La voie liquide avec une gamme granulométrique de 0.01 microns jusqu'à 3000 microns
- La voie sèche avec une gamme granulométrique de 0.1 microns jusqu'à 3000 microns
- Deux échantillonneurs (voie humide et voie sèche)



- Un logiciel de calcul de conception OPEXCEL



Figure (II-6): Granulométrie a laser de type LA 950.

### II-3-2) Méthodologie

Les statistiques de la distribution sont calculées d'après les résultats, en utilisant les dérivés  $D [m,n]$  soient :  $D(v,0.1)$ ,  $D(v,0.5)$  et  $D(v,0.9)$  qui sont des mesures standards de percentiles de l'analyse avec .

**D (v,0.5)** : est la taille des particules pour laquelle 50% de l'échantillon à une taille inférieure et 50% de l'échantillon à une taille supérieure. A cette taille et également connue sous le nom de MMD (*Mass Median Diameter*).

**D (v,0.1)** : est la taille des particules pour laquelle 10% de l'échantillon se trouve en dessous de cette dimension.

**D (v,0.9)** : est la taille des particules pour laquelle 90% de l'échantillon se trouve en dessous de cette dimension.

### II-4) Caractérisation par microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de microscopie électronique, permet d'obtenir des images en haute résolution de la surface d'un échantillon, à des échelles allant de celle de la loupe (x10) en utilisant le principe des interactions électrons-matière.

### II-4-1) Principe générale de la méthode

Le pouvoir de résolution (capacité à distinguer des détails fins) de l'œil humain avec un microscope optique est limité par la longueur d'onde de la lumière visible (photons) ainsi que par la qualité des lentilles grossissantes. Les plus puissants microscopes optiques peuvent distinguer des détails de 0,1 à 0,2  $\mu\text{m}$ . Dans le cas des microscopes électroniques à balayage, on n'utilise pas des photons, mais des électrons, dont les longueurs d'ondes associées sont beaucoup plus faibles [7].

Le principe du balayage consiste à explorer la surface de l'échantillon par lignes successives et à transmettre le signal du détecteur à un écran cathodique dont le balayage est exactement synchronisé avec celui du faisceau incident. Les microscopes à balayage utilisent un faisceau très fin qui balaie point par point la surface de l'échantillon.

### II-4-2) Interactions du faisceau électronique avec l'échantillon

Lorsque un faisceau d'électrons primaires vient frapper la surface de l'échantillon, les photons réémis sont remplacés par tout un spectre de particules ou rayonnements : électrons secondaires, électrons rétrodiffusés, électrons Auger ou rayons X. Ces différentes particules ou rayonnements apportent différents types d'informations sur la matière dont est constitué l'échantillon.

En pénétrant dans l'échantillon, le fin pinceau d'électrons diffuse peu et constitue un volume d'interaction (poire de diffusion) dont la forme dépend principalement de la tension d'accélération et du numéro atomique de l'échantillon. Dans ce volume, les électrons et les rayonnements électromagnétiques produits sont utilisés pour former des images micrographiques. Pour être détectés, les particules et les rayonnements doivent pouvoir atteindre la surface de l'échantillon.

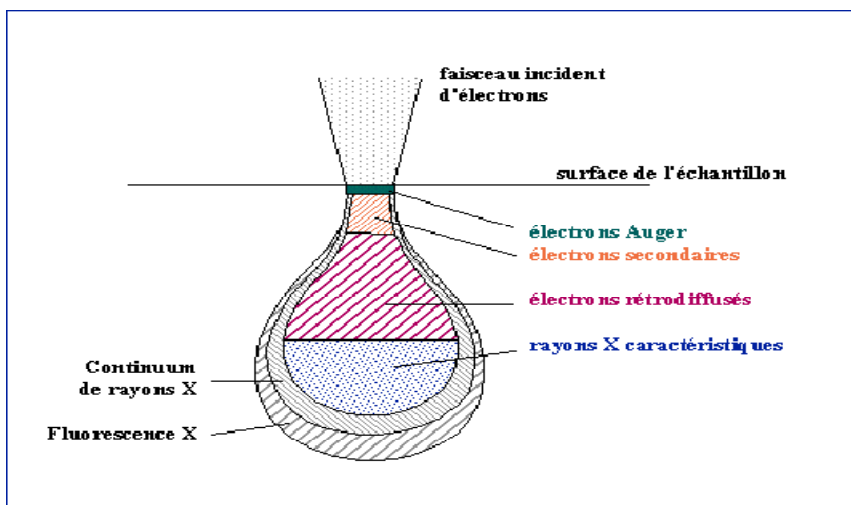


Figure (II-6) : Poire de diffusion

Le signal obtenu est ramifié par un photomultiplicateur, puis visualisé à l'écran [8]. Le phénomène de visualisation observé à l'écran s'explique, par la croissance du nombre d'électrons secondaires lorsque l'angle d'incidence des électrons sur la surface de l'échantillon diminue [9].

#### II-4-3) appareillage

L'appareil utilisé est QUANTA 650.



**Figure (II-7):** Microscope électronique à balayage de type QUANTA 650

#### II-6) Caractérisation par la résistance mécanique (la flexion)

La flexion est la déformation d'un objet qui se traduit par une courbure. Dans le cas d'une poutre, elle tend à rapprocher les deux extrémités de la poutre. Dans le cas d'une plaque, elle tend à rapprocher deux points diamétralement opposés sous l'action.

L'essai de flexion d'une poutre est un essai mécanique utilisé pour tester la résistance en flexion. On utilise la flexion dite « trois points ».

Nous éprouvettes ont été testées par un appareil de marque TLS Techlab système (figure 16)



**Figure (II-8) :** appareil de résistance à la flexion à trois points

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] M. Khemakhem, S. Khemakhem, S. Ayedi, R. Ben Amar, « Study of ceramic ultrafiltration membrane support based on phosphate industry subproduct: Application for the cuttlefish conditioning effluents treatment », *Ceramics International* 37 (2011) 3617-3625.
- [2] K. Khider née Moulti, «Elaboration de supports membranaires à base d'argile Algérienne et étude comparative de membranes minérales en ultrafiltration», Thèse de doctorat, Université M'Hamed Bougara, BOUMERDES, 2005.
- [3] Livret de renseignements sur la certification et la préparation relatives aux évaluations de RNCAN – Opérateur d'analyseurs portatifs à fluorescence X -Version 3 - Révisé 17 Décembre 2010.
- [4] Francis Rouessac et Annick Rouessac (ANALYSE CHIMIQUE) Méthodes et techniques instrumentales modernes 6<sup>ème</sup> édition DUNOD, Paris, 2004
- [5] N. Broll, « Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X », *Technique de l'ingénieur P1080*, 1996.
- [6] Meryem IBN GHAZALA «Synthèse des complexes organo et inorgano-pyrophyllites et leur applications dans le traitement des eaux chargées en métaux lourds», thèse de doctorat, université mohammed v - agdal rabat . maroc faculté des Sciences 2009
- [7] J. Faerber, « Microscopie électronique à balayage, Microanalyse X par sonde électronique », *Institut de Physique et Chimie des Matériaux de Strasbourg (IPCMS)*; 2004.
- [8] : D. David, R. Caplain » *Méthodes usuelles de caractérisation des surfaces* » Ed. Eyrolles: avril 1998.
- [9] : Jones ; A :Mcnicol, B. D. *Chemical Industries series, Vol.24 .Marcel Dekker (1986)*.

# Chapitre III

*Résultats  
et  
discussion*

Ce chapitre consiste dans un premier lieu, à l'élaboration d'un support tubulaire à base d'une argile Algérienne de couleur grise extraite du gisement de la région d'Aomar de la willaya de Bouira (nord d'Algérie), utilisée dans la fabrication de la brique rouge à la Zone Industrielle de la Gare Aomar. Elle nous a été fournie directement de ce gisement sous forme des blocs (roches). En second lieu, à la déposition d'une membrane à base de la même argile à l'intérieur de ces supports ainsi que des tests de perméabilité feront l'objet de cette étude.

### III-1) Broyage de l'argile

Avant toute manipulation, l'argile fournie du gisement de la gare Aomar sous forme de roches est broyée manuellement dans un mortier puis tamisée dans un tamis de 200  $\mu\text{m}$ .



**Figure (III-1) :** figure représentative des étapes d'obtention d'une poudre de l'argile d'Aomar brute

### III-2) Caractérisation de l'argile brute par spectroscopie de fluorescence X

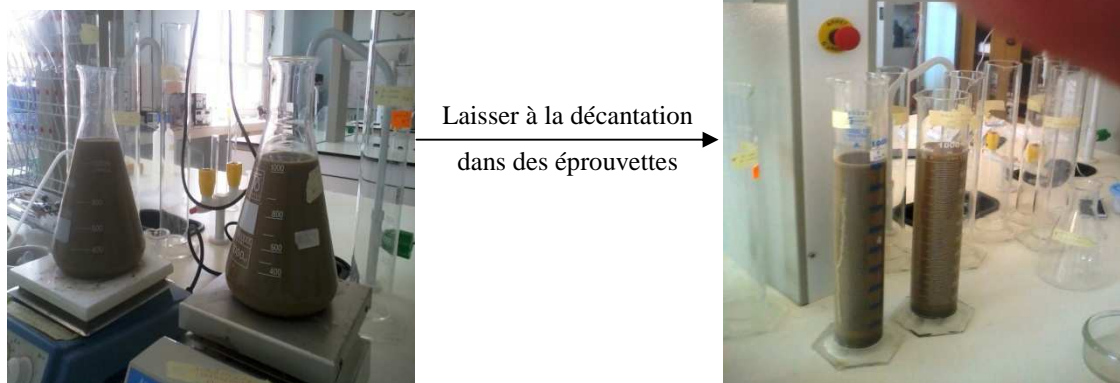
Dans le but de déterminer la composition chimique de la poudre d'argile brute obtenue précédemment, cette dernière est soumise à une analyse par la spectroscopie de fluorescence X par un spectroscope de type S8 TIGER BRUKER. Les résultats obtenus pour cet analyse sont donnés sur le tableau (III-1).

**Tableau (III-1):** Composition chimique de la brute (%)

Les résultats obtenus montrent que cette argile brute est principalement composée de silicate et d'alumine dont le rapport  $\text{SiO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$

### III-3) Traitement de l'argile brute

Dans l'objectif d'éliminer les grosses particules ainsi que des matières organiques présentes dans cette argile, nous avons procédé à son traitement en suivant les étapes ci-dessous.

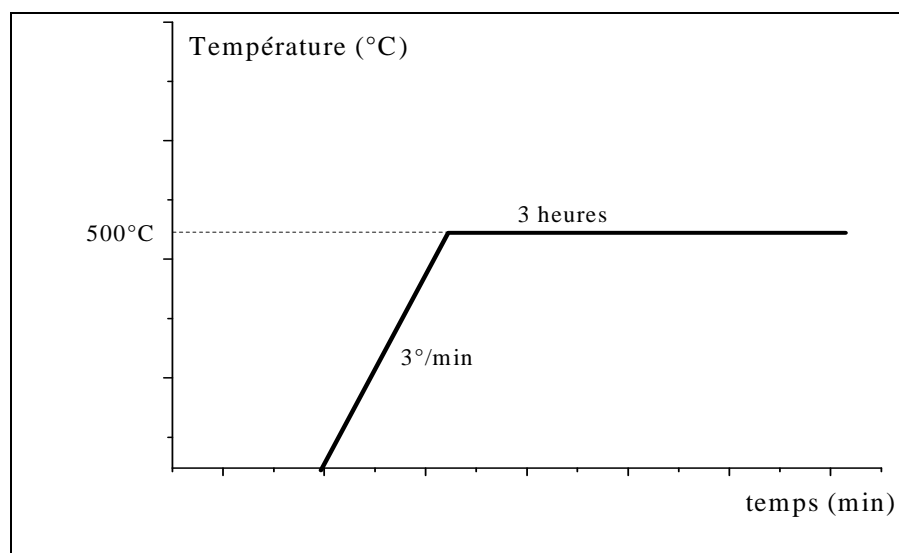


**Figure (III-2) :** Lavage de l'argile brute

a) Après décantation, la suspension qui contient les fines particules est versée dans des cristallisoirs, puis séchée à une température de  $80^{\circ}\text{C}$  dans l'étuve pendant 2 à 3 jour jusqu'au séchage total.

b) le solide obtenu après trois jours du séchage, est broyé, puis tamisé sur un tamis de  $100\ \mu\text{m}$

c) pour éliminer les matières organiques présentent dans la poudre obtenue après tamisage, cette dernière est calcinée dans un four à  $500^{\circ}\text{C}$  pendant 3 heures avec une montée de température de  $3^{\circ}/\text{min}$  (figure III-3).



**Figure (III-3) :** programme thermique suivi pour la calcination de l'argile lavée

d) Après calcination, un deuxième broyage à été effectué suivi par un tamisage sur un tamis de  $75\ \mu\text{m}$ .



#### III-4) Caractérisation par la FX de l'argile traitée et calcinée.

Le tableau (III-3), montre la composition chimique obtenue de l'analyse par FX réalisée sur les échantillons de cette argile brute (AB) et celle de l'argile traitée et calcinée (ATC).

**Tableau (III-3) :** Composition chimique de la l'argile brute (%) comparée à celle traitée et calcinée

D'après ces résultats obtenus après l'étape de traitement et de calcination à 500°C, cette argile renferme toujours plus de la silice et de l'alumine avec une légère diminution de la proportion de la calcite et de la silice ont été observé,

#### III-5) Caractérisation de l'argile brute par DRX

La Diffraction des rayons X permet d'identifier les différentes phases minéralogiques par comparaison avec les données disponibles dans la littérature. Le tableau (III-4) montre les angles de diffraction et les distances réticulaires de quelques phases minéralogiques [2].

L'exploitation des spectres et l'identification des phases a été effectuée à l'aide du logiciel X'pert High Score menu d'une base de données (fiches A.S.T.M), associée au programme Search dont les phases minéralogique sont confirmées par l'utilisation du tableau (III-4). Les diffractogrammes obtenus sont illustrés sur la figure (III-4).

**Figure (III-4):** spectre de DRX de l'argile d'Aomar brute et celle traitée et calcinée

Il est très important de signaler ici que les phases minéralogiques majoritaires sont celle de la Montmorillonite et le Quartz. Cette observation confirme le caractère de l'aluminosilicate des argiles. De plus, le traitement et la calcination de l'argile brute conduit à l'élimination de quelques impuretés ceci est confirmé par la diminution remarquable de leur intensité des raies, avec les phases majoritaires sont toujours du quartz et de la montmorillonite.

#### III-6) Elaboration des supports membranaires tubulaire

##### III-6-1) Préparation de la pâte

Pour la préparation de la pâte, l'argile lavée, séchée, calcinée, broyée et de granulométries citées sur le tableau ci-dessus, à été mélangée avec des proportions différentes d'additifs organiques (Amijel, Méthocel, Amidon), qui régissent le façonnage et la solidité des supports.

Des travaux de recherche, ont été réalisés dans le but de déterminer la meilleure proportion pour obtenir une pâte adéquate possédant de meilleures caractéristiques de point de vue porosité, résistance mécanique et de bonnes capacités de déformation pour l'extrusion. Ces proportions sont généralement au voisinage des valeurs représentées ci-dessous [1].

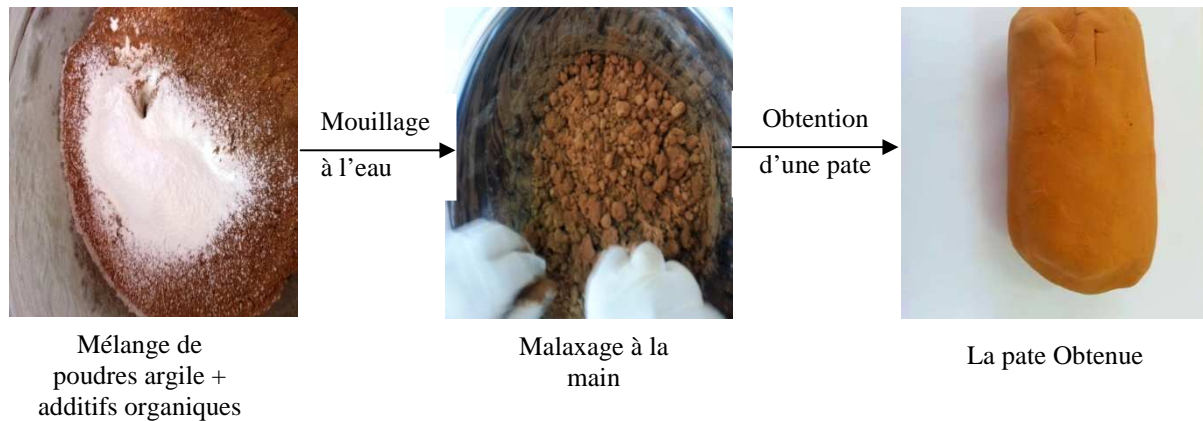
- 84 % de l'argile.
- 4 % amijel (lubrifiants).
- 4 % méthocel (plastifiants).
- 8 % amidon (un agent de porosité et un liant).

Nous avons utilisé les mêmes proportions citées ci-dessus pour la préparation de notre pâte à base d'argile Traitée et calcinée. Les calculs suivants montrent les quantités utilisées pour la préparation de 450g d'une pâte céramique.

$$\begin{array}{l}
 \text{Argile lavée et calcinée : } \begin{array}{l} 450\text{g} \longrightarrow 100\% \\ m \longrightarrow 84\% \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 450\text{g} \\ m \end{array}} \right\} m=378 \text{ g d'argile lavée et calcinée} \\
 \\
 - \text{ Amijel : } \begin{array}{l} 450\text{g} \longrightarrow 100\% \\ m \longrightarrow 4\% \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 450\text{g} \\ m \end{array}} \right\} m=18 \text{ g d'Amijel} \\
 \\
 - \text{ Méthocel : } \begin{array}{l} 450\text{g} \longrightarrow 100\% \\ m \longrightarrow 4\% \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 450\text{g} \\ m \end{array}} \right\} m = 18 \text{ g de Méthocel} \\
 \\
 - \text{ Amidon : } \begin{array}{l} 450\text{g} \longrightarrow 100\% \\ m \longrightarrow 8\% \end{array} \left. \vphantom{\begin{array}{l} 450\text{g} \\ m \end{array}} \right\} m = 36 \text{ g d'amidon}
 \end{array}$$

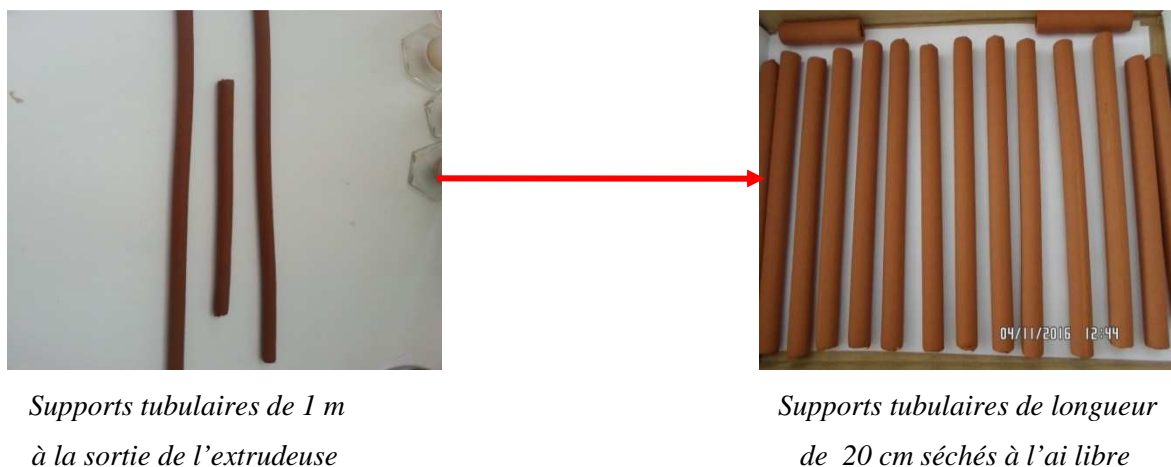
La pâte céramique, à été réalisée en mélangeant 378g d'une poudre d'argile dont le diamètre des grains est inférieur à 40  $\mu\text{m}$  (tableau III-5) avec les quantités d'additifs organiques trouvées ci-dessus (mélange à sec pendant 15 minutes (Figure III-6), suivi par l'ajout de petites quantités d'eau et un malaxage à la main, jusqu'à l'obtention d'une pâte

malléable. Notons ici que la quantité d'eau mesurée est égale à 210 ml, en suite ; la pate est laissée au repos dans un sac en plastique fermé pendant 24 heures.



**Figure (III-6) :** Images représentatives des étapes de Préparation de la pate destinée à l'extrusion

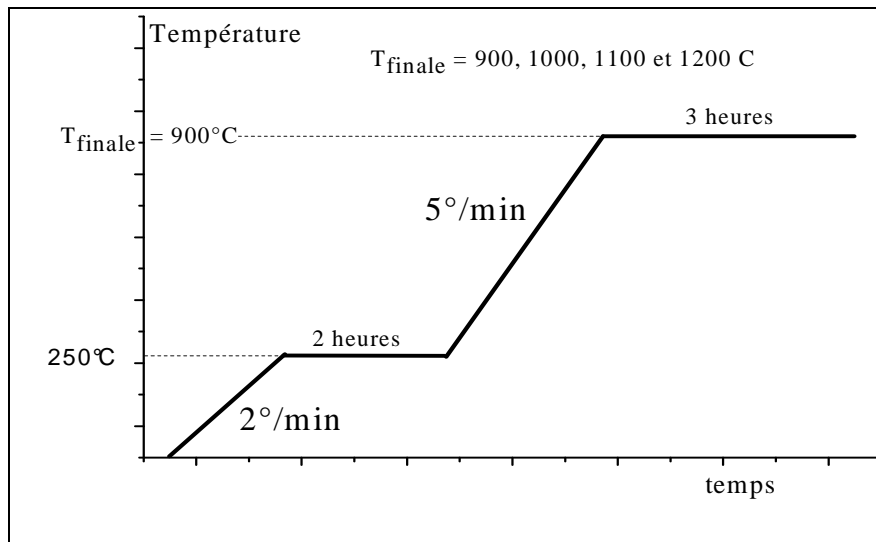
### III-6-2) Extrusion de la pâte



**Figure (III-8) :** Images des tubes à la sortie d'extrusion.

### III-7) Détermination de la meilleure température du frittage des supports élaborés

A fin de déterminer la meilleure température du frittage des supports, nous avons préparé des éprouvettes rectangulaires de longueur de 45 mm et d'épaisseur de 4 mm, à partir de la quantité de la pate restée dans l'extrudeuse, ces dernières sont séchées à l'air libre puis frittées dans un four à différentes températures soient : à 900°C, à 1000°C, à 1100°C, et à 1200°C. La figure (III-9) montre le programme thermique suivi [2] dans cette étape.



**Figure (III-9) :** le programme thermique du frittage des éprouvettes rectangulaires.

Les éprouvettes frittées à différentes températures ont été observées à l'œil nu. Ce dernier, la longueur obtenue est de 40 mm d'épaisseur de 2mm, ceci est dû au retrait des éprouvettes après séchage et frittage. De plus, la température de frittage à 1200 °C a été éliminée à cause d'une fusion et un changement de couleur observés au niveau de l'éprouvette calcinée à cette température, ces dernières sont collées sur la plaque du four.

Dans le but de déterminer la meilleure température du frittage, les trois autres éprouvettes frittées à 900, 1000 et 1100 ont été soumises à un test de résistance mécanique (résistance à la flexion), ainsi que des tests de perméabilité à l'eau pure ont été effectués.

### III-7-1) Test de résistance à la flexion

Cette analyse a été réalisée à l'aide de l'appareil citée dans le chapitre (II). Les résultats obtenus sont regroupés sur le tableau suivant :

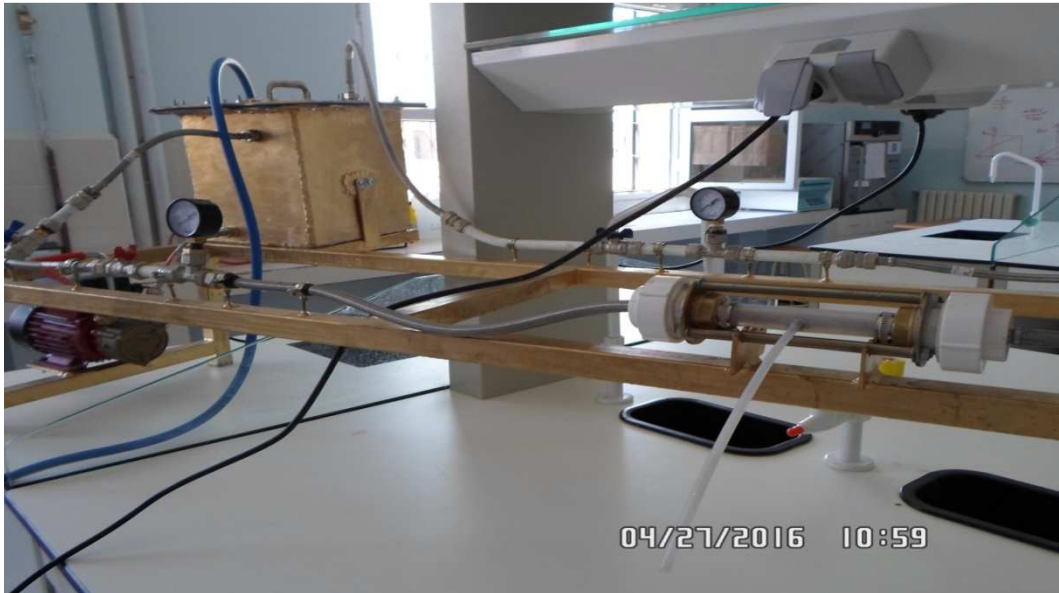
**Tableau (III-6):** valeurs de résistance mécanique de différentes éprouvettes

Il est bien clair que ces résultats obtenus, montrent que l'éprouvette frittée à 900°C possède une faible résistance mécanique par rapport aux deux autres frittées à 1000°C et à 1200°C, d'où ; cette température de frittage a été éliminée.

### III-7-2) Teste de perméabilité pour les supports

Pour le test de perméabilité, nous avons pris quatre tubes extrudés et séchés à l'air libre (tubes séchés précédemment). Deux ; ont été frittés à 1000°C et les deux autres à 1200°C

suivant le programme thermique cité sur la figure (III-9) [2]. Après frittage, ces tubes ont été soumis à des tests de perméabilité à l'aide d'un pilote de filtration à circuit fermé, comprenant une cuve d'alimentation, une pompe à eaux, un compresseur servant à l'application de différentes pressions ainsi que deux régulateurs de pression (figure III-11).



**Figure (III-11):** Le pilote de filtration (le fil bleu est relié à un compresseur de pression)

### III-7-2-1) Résultats du teste de perméabilité de support membranaire fritté à 1000°C,

Le support tubulaire fritté à 900°C, est enrobé aux deux extrémités à l'aide d'un téflon dans le but d'éviter des fuites d'eau lors de sa circulation, la longueur mesurée entre la distance téflon-téflon est de  $L = 12$  cm et le diamètre intérieur du support utilisé est  $D = 6,5$  mm. Les résultats obtenus sont regroupés sur les tableaux ci-dessous sachant que le flux du perméat est calculé pour chaque valeur du temps en utilisant la relation (I-2) du premier chapitre, qui est analogue à :  $F = \frac{V}{S \cdot t}$ , où

F : le flux du perméat

V : le volume récupéré après chaque 10 min, il est égale à 1ml

S : surface du support avec :  $S = 2\pi rL = 2 \cdot 3,14 \cdot 3,25 \cdot 10^{-3} \cdot 12 \cdot 10^{-2} = 2,45 \cdot 10^{-3} \text{ m}^2$

L : distance entre téflon-téflon

t : temps nécessaire pour récupérer 3 ml d'eau après chaque 10 min

**Pour une pression de 0 bar (tableau III-7)**

**Pour une pression de 0.5 bar (tableau III-8)**

Pour une pression de 1 bar (tableau III-9)

Pour une pression de 1.5 bar (tableau III-10)

**Tableaux (III-7, III-8, III-9, III-10):** résultats du teste de perméabilité de support  
membranaire fritté à 1100°C

La figure (28), représente la variation du flux en fonction du temps de stabilisation  $\text{Flux} = f(t)$   
pour le support précédent

**Figure (III-12) :** Représentation graphique de la variation du flux en fonction du temps  
appliquée  $\text{Flux} = f(t)$

Les résultats de la figure III-12, montrent que le flux du perméat diminue au cours du  
temps puis, il se stabilise généralement entre 20 et 30 min. La perméabilité de support peut  
être calculée en utilisant l'équation (I-1). De ce fait ; nous avons tracé les flux les plus stables  
en fonction des pressions appliquées (figure III-13).

**Figure (III-13) :** Représentation graphique de la variation du flux en fonction de la pression  
appliquée  $\text{Flux} = f(P)$

**III-7-2-2) Résultats du test de perméabilité du support membranaire fritté à 1100°C**

Le même test de perméabilité dont les mêmes procédures que précédemment ont été réalisées sur le support fritté à 1100°C. Notons ici que la longueur de ce support entre téflon-téflon est  $L = 12$  cm et de diamètre  $D = 7$  mm, ce qui conduit à une surface de  $2,64 * 10^{-3} \text{ m}^2$ . Les résultats de ce test sont regroupés sur les tableaux ci-dessous.

**Pour une pression de 0 bar (tableau III-11)**      **Pour une pression de 0.5 bar (tableau III-12)**

**Pour une pression de 1 bar (tableau III-13)**      **Pour une pression de 1,5 bar (tableau III-14)**

**Tableau (III-11, III-12, III-13, III-14):** Résultats du teste de perméabilité de support membranaire fritté à 1100°C

**Figure (III-14) :** Représentation graphique de la variation du flux en fonction du temps appliquée  $\text{Flux} = f(t)$

Les résultats de la figure III-14, a montré aussi que le flux du perméat diminue au cours du temps puis, il se stabilise généralement entre 20 et 30 min. De même, pour calculer la perméabilité de ce support, l'équation (I-1) a été utilisée. Pour cela ; nous avons tracé les flux les plus stables en fonction des pressions appliquées (figure III-15)

**Figure (III-15) :** Représentation graphique de la variation du flux en fonction de la pression appliquée  
 $\text{Flux} = f(P)$

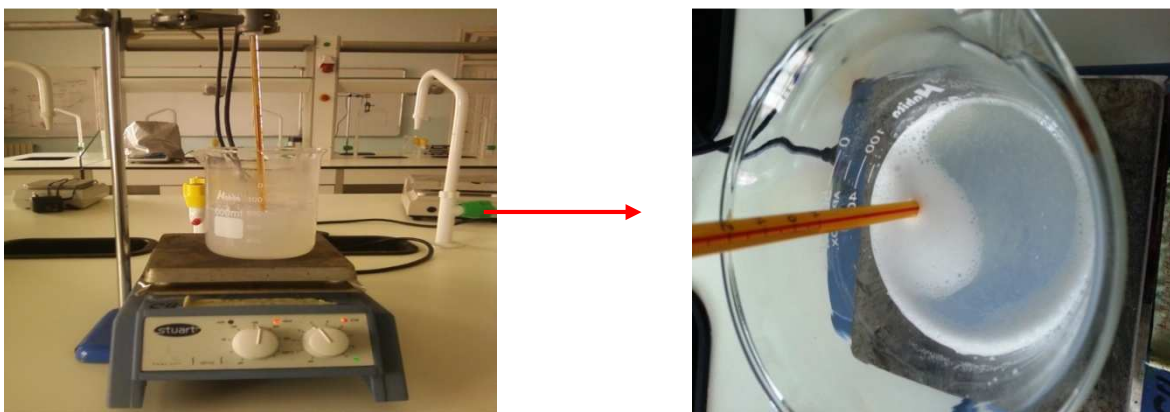
### III-8) Elaboration de la membrane

L'élaboration de la membrane, à été réalisée par la préparation d'une barbotine composée d'un mélange constitué par un gel d'alcool polyvinylique et d'une poudre fine d'argile d'Aomar, qui est traitée comme précédemment et tamisée sur un tamis de 40 $\mu$ m.

#### III-8-1) Préparation de gel l'alcool polyvinylique (APV)

nous avons préparé le gel d'APV (alcool polyvinylique), par dissolution totale de ceci dans une quantité d'eau distillée, les quantités de l'alcool polyvinylique et de l'eau nécessaires pour obtenir un gel sont basées sur des quantités déjà utilisées dans des travaux de recherche dans le domaine des argiles, qui affirment que ces quantités sont de 12 g d'APV et 88g d'eau distillée (normes générales) [3].

Dans notre étude nous avons préparé un gel d'APV en utilisant 6 g d'APV dissoutes dans 44 ml d'eau distillée sous agitation et chauffage à 50°C, jusqu'à l'obtention d'un gel.



Mélange d'eau + alcool PV  
sous agitation à 50°C

le gel obtenu

**Figure (III-16) :** Images représentatives de la préparation du gel d'APV

#### III-8-2) Préparation de La barbotine

De même, les quantités utilisées pour la préparation de la barbotine, sont basées sur des quantités rencontrées déjà dans la littérature soient ; de 30% du gel d'APV préparé, 65% d'eau et 5% d'argile [4]. De ce fait, nos quantités calculées sont : 15 g du gel d'APV, 32.5 g d'eau distillée et 2,5 g d'argile (Argile d'Aomar lavée, calcinée à 500°C et tamisée sur un tamis de 40  $\mu$ m) qui sont par la suite, mélangées dans un Becher sous agitation magnétique pendant 15 min (figure 33).



### III-9) Dépôt de la membrane

La technique utilisée pour le dépôt de la membrane, est appelée Slip-Casting (Engobage) de telle sorte que le support est mis en position verticale et bouché à une extrémité. Le support est rempli avec la barbotine préparée précédemment pendant un temps bien déterminé appelé (temps d'engobage) selon l'épaisseur désirée [5]. Puis au bout d'un temps bien déterminé, ce dernier est vidé, laissé au séchage à l'air libre en position verticale pendant 24 heures.



**Figure (III-18) :** Images représentatives des tubes bouchés, remplis de barbotine en position verticale

#### III-9-1) Détermination de la meilleure température du frittage de la membrane

**Figure (III-19) :** Images représentatives des petits tubes bouchés, remplis de barbotine en position verticale

Les membranes déposées, nous avons analysé la surface des membranes obtenus après frittage à différentes températures par la microscopie électronique à balayage, les images micrographiques ci-dessous, montrent les résultats obtenus.

**Figure (III-20) :** Images micrographiques (MEB) des membranes frittées à 700°C, à 650°C et à 900°C

**III-9-1) Résultats du teste de perméabilité réalisé sur la membrane fritté à 900°C,**

Le test de perméabilité de la membrane frittée à 900°C, à été réalisé de la même façon que les tests de perméabilités précédents, dont la longueur du support entre téflon-téflon est de 12 cm et de diamètre  $D = 6.5 \text{ mm}$  ce qui conduit à une surface de  $2,44 * 10^{-3} \text{ m}^2$ . Les résultats de ce test sont regroupés sur les tableaux ci-dessous.

*Pour une pression de 0 bar (tableau III-15)*

*Pour une pression de 1 bar (tableau III-16)*

*Pour une pression de 2 bar (tableau III-17)*

*Pour une pression de 3 bar (tableau III-18)*

**Tableau (III-15, III-16, III-17, III-18):** résultats du teste de perméabilité de la membrane déposée à l'intérieur du support et frittée à 900°C

Dans le but de déterminer le domaine d'application de cette membrane (Microfiltration, Ultrafiltration ou Nanofiltration), Nous avons calculé sa perméabilité par l'équation (I-1) en traçant les flux les plus stables en fonction des pressions appliquées (figure III-21).

**Figure (III-21) :** Représentation graphique de la variation du flux en fonction de la pression appliquée  $\text{Flux} = f(P)$  pour la de la membrane frittée à 900°C.

Par comparaison de cette valeur aux valeurs données sur le tableau (I-2) du chapitre I, on constate que notre membrane élaborée à base de cette Argile de la gare Aomar (willaya de Bouira), est une membrane classée dans le domaine d'Ultrafiltration.

### **APPLICATION DE LA MEMBRANE ELABOREE AUX TRAITEMENTS DES EAUX USEES INDUSTRIELS**

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES:

- [1] N. El Baraka, N. Saffaj, R.Mamouni, A.Laknifi (*Development and characterization of flat membrane supports based on morocan clay*) the international congress for applied mechanics, 7<sup>ème</sup> journées d'étude techniques 2012
- [2] A. Harabi, A.Guechi, S.Condon (*production of supports and filtration membranes from algerian kaolin and limestone*) *procedia engineering* 33 (2012) 220-224
- [3] S. Kkemakhem, A.Larbot, R.Benamar (*new ceramic microfiltration membranes from Tunisian natural materials*).
- [4]

# *Conclusion*

## Conclusion Générale

---

### Conclusion générale

Au cours de ce travail, nous avons réussi à élaborer des supports tubulaires à base d'une argile algérienne (l'argile d'Aomar) ainsi que l'élaboration d'une membrane de filtration sur ces supports, cette dernière est démontrée qu'elle est utilisable dans le domaine de l'ultrafiltration. De plus:

➤ Les analyses par DRX a mis en évidence les différentes phases minéralogiques présentent dans cette argile brute ainsi que celle traitée.

➤ les tests de résistance mécanique et de perméabilité ainsi que l'analyse par MEB, sont des techniques qui nous a permet de sélectionner les meilleur températures de frittage quoi que ce soit; pour les supports élaborés et pour la membrane déposée à l'intérieure. En effet,

\* Le test de résistance mécanique à montré que la résistance des supports augmente avec l'augmentation de la température du frittage.

\* De même, la perméabilité à l'eau des supports élaborés augmente aussi avec l'augmentation de la température du frittage.

\* La microscopie électronique à balayage (MEB) a révélée que la morphologie de la surface des membranes élaborées est plus homogène pour des températures plus élevées dans notre cas elle est égale à 900°C.

#### ***Les Perspectives:***

Puisque la membrane élaborée à base de la bentonite algérienne est une membrane d'Ultrafiltration, on se propose de la tester dans la filtration des effluents agroalimentaires (rétention des protéines dans les solutions aqueuses salines, clarification et stabilisation des moûts)

