

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

UNIVERSITE DE SAÏDA - Dr MOULAY TAHAR



Faculté des Sciences
Département de Chimie

MEMOIRE

Présenté par :
Mlle MEKKAOUI Imane

En vue de l'obtention du

Diplôme de Master en Chimie

Spécialité : Chimie Inorganique et Environnementale

Thème

*Elaboration et caractérisation d'un matériau appliqué à la
dépollution d'eau.*

Soutenu le 15/07/2021 devant le jury composé de :

Présidente	Mlle AYET.O	MCA	Université de Saida
Encadrante	Mme MILOUDI.S	MAA	Université de Saida
Examinatrice	Mme ZAOUI.F	MCA	Université de Saida

Remerciements

Tout d'abord je tiens à remercier **ALLAH** le tout puissant de m'avoir donné la santé, la volonté, le courage pour mener à terme mes études et pour pouvoir réaliser ce travail de recherche.

En guise de reconnaissance, je tiens à remercier très sincèrement, **Mr KAID.A** d'accepter ma demande de continuer mes études dans l'université de Moulay Taher..

Mes remerciements s'adressent particulièrement au **Mme MILOUDIS**, pour son encadrement de qualité, son motivation professionnelle, ses conseils et critiques constructives, ses corrections, sa gentillesse et sa patience ainsi pour le temps qu'elle a consacré à la réalisation de ce travail.

Je tiens à remercier, très sincèrement, **Mr KEDDACH.A** doctorant en chimie inorganique université Moulay Taher j'ai eu la chance de bénéficier de ses connaissances, Ses conseils et critiques constructives, sa gentillesse et sa patience ainsi pour le temps qu'il a consacré à la réalisation de ce travail.

Mes remerciements vont également au **Mr ALAMI.O**, **Mlle ACHRATIL.L**, **Mlle MAMMERI.S** et **Mlle RAHALI.S**, qui m'ont ouvert la porte de laboratoire de microbiologie de **Centre Universitaire Nour Bachiri D'El-Bayadh** dont ils avaient la responsabilité pour me permettre de travailler dans les meilleures conditions.

Je tiens à remercier les membres du jury **Mlle AYET.O** et **Mme ZAOUI.F** pour leur présence, pour leur lecture attentive de ce mémoire, ainsi que pour les remarques qu'elles m'ont adressé lors de cette soutenance afin d'améliorer mon travail.

J'adresse également des remerciements à tous les enseignants de la faculté des sciences-département de chimie **université Docteur Moulay Taher de Saida** en général, et à l'équipe des laboratoires de chimie en particulier, et qui ont déployé leurs efforts pour assurer que les projets de fin d'étude soient aussi complète.

De peur d'en avoir oublié, je souhaite remercier mes collègues et surtout **YOUSSEFI.W** et **DJEDDAR.A** et tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à l'élaboration de ce mémoire ainsi qu'à la réussite de cette année universitaire.

Dédicace

Avec l'expression de ma reconnaissance, je dédie ce modeste travail à ceux qui, quels que soient les termes embrassés, je n'arriverais jamais à leur exprimer mon amour sincère.

À l'âme de mes grands-pères ' **Souleymane** et **Azouz** ' et l'âme de la femme qui m'a grandi ma grand-mère ' **Fatna** '

A l'homme, mon précieux offre du dieu, qui doit ma vie, ma réussite et tout mon respect : mon cher père **Sadek**.

A la femme qui a souffert sans me laisser souffrir, qui n'a jamais dit non à mes exigences et qui n'a épargné aucun effort pour me rendre heureuse: mon adorable mère **Yamina**.

A ma chère sœur **Ghoufran** et mes chers frères **Abed El Kamel** et **Souleymane** qui n'ont pas cessée de me conseiller, encourager et soutenir tout le long de mes études. Que Allah les protège et leurs offre la chance et le bonheur.

A la joie de la maison **Yasser**, **Ishaq** et **Rihab** qui savaient toujours comment procurer la joie et le bonheur pour toute la famille.

A mes grands-mères ' **Zohra** et **Zoulika**', mes oncles et mes tantes, Que Dieu leurs donne une longue et joyeuse vie.

A mes cousins, mes cousines et mes amis que j'ai connu jusqu'à maintenant, Merci pour leurs amours et leurs encouragements et leur soutien moral.

Liste des abréviations :

MES : matière en suspension

Na⁺-montmorillonite : montmorillonite sodée.

CEC : capacité d'échange cationique.

Nont-CTAB : Nontronite intercalée par CTAB.

Mont-CTAB : Montmorillonite intercalée par CTAB.

Nont-Na : Nontronite Sodée.

Mont-Na : Montmorillonite Sodée.

Nont-B : Nontronite Brute.

Mont-B : Montmorillonite Brute.

CTAB : Bromure de Cétyltriméthylammonium.

BCPL : Pourpre de Bromocrésol Lactosé.

EPEI : Eau Peptonnée Exempte Indole.

TSE : Tryptone Sel Eau.

Å : Angström.

még : milliéquivalent

C.T : Coliformes Totaux.

C.F : Coliformes Fécaux.

E.Coli : Escherichia Coli.

NPP : Nombre Plus Probable.

IR : infrarouge.

DRX : Diffraction des Rayons X.

ADE: Algérienne Des Eaux.

APHA: American Public Health Association.

AWWA: American Water Work Association.

WEF: World Economic Forum.

OMS : organisation Mondiale de la Santé.

HBMC : Hydrobiologie Marine et Continentale.

SEPM : Le Syndicat des Editeurs de la Presse Magazine.



Introduction générale

Introduction générale

La pollution est une détérioration environnementale destructrice d'équilibre écologique. Ce danger résulte d'un développement industriel appliqué dans l'environnement. Elle affecte les milieux aquatiques à travers les déchets industriels (produits chimiques toxiques) et agricoles (engrais et pesticides agricoles) ; la santé humaine est menacée par cette contamination. Les rejets industriels contiennent des métaux lourds, des composés phénoliques, des colorants, des pesticides et des microorganismes pathogènes qui rend leur utilisation nocive pour la santé publique car la présence de ces polluants créent des maladies dangereuses peuvent être tuantes.

Dans ces dernières années les chercheurs sont intéressés plus beaucoup de trouver des matériaux dépolluants pour réaliser la décontamination des milieux pollués et rendre cet entourage moins pollué. La dépollution des eaux consiste à des analyses physico chimiques et analyse bactériologie. Cette décontamination fait par des dépolluants naturels ou synthétisés, ils sont choisis selon leur abondance et leur rendement effectif donné dans chaque utilisation. Parmi ces dépolluants le charbon actif, argile, chitosane....

L'argile est le matériau le plus utilisé dernièrement dans plusieurs études (BOURASS Omar, CADENE Anthony, BOUAZZA Faiza et *al*) à cause de ses propriétés, il possède aussi la capacité d'échange cationique et la modification par pontage et intercalation. En plus, l'abondance de ce matériau dans la nature permet de faire plusieurs études pour plusieurs résultats.

Dans notre travail nous utilisons deux différents argiles l'un de la wilaya de Saida et l'autre de la daïra de Maghnia wilaya de Tlemcen pour les élaborer et les caractériser afin de dépolluer l'eau. Après une purification des argiles et l'intercalation d'un tensioactif CTAB. Leur caractérisation est réalisée par deux méthodes spectroscopiques Infra Rouge et Diffraction de Rayons X ; terminant par une étude bactériologique afin de prévoir la rétention des microorganismes pathogènes par ces dernières argiles.

Ce mémoire de projet de fin d'études est constitué d'une introduction générale, partie de revue bibliographique, partie expérimentale et une conclusion générale. La première partie est dédiée à des : notions fondamentales sur la pollution d'eau, la dépollution d'eau, les techniques utilisées pour la décontamination, les techniques d'analyse bactériologique, des notions et des bases scientifiques sur l'argile, des notions sur les tensioactifs et les méthodes spectroscopiques infrarouges et diffraction des rayons X. La deuxième partie c'est la partie

Introduction générale

expérimentale nous exposerons les modes opératoires et Les principaux résultats, discussions et interprétations. La conclusion générale présente le résultat de ce travail par l'effet bactériologique des matériaux préparés.



Partie revue bibliographique

Revue bibliographique

Table des matières de la partie revue bibliographique

I. POLLUTION D'EAU	6
I.1 DEFINITION	6
I.2 ORIGINE DE LA POLLUTION D'EAU	6
I.2.1.1 Origine naturelle	6
I.2.1.2 Origine industriel	6
I.2.1.3 Origine agricole	6
I.3 DIFFERENTS TYPES DE POLLUTION D'EAU	6
I.3.1.1 Pollution chimique	7
I.3.1.1.1 Métaux lourds	7
I.3.1.1.2 Colorants	7
I.3.1.1.3 Pesticides	7
I.3.1.2 Pollution biologique	8
I.3.1.2.1 Coliformes totaux	8
I.3.1.2.2 Coliformes fécaux	8
I.3.1.2.3 <i>E. Coli</i>	9
I.3.1.3 Pollution physique	9
I.4 CONSEQUENCES DE LA POLLUTION D'EAU	9
I.4.1.1 Sur la santé humaine	9
I.4.1.2 Sur l'économie	9
I.4.1.3 Sur l'environnement	10
I.5 DEPOLLUTION D'EAU :	10
I.5.1.1 Définition	10
I.5.1.2 Dépolluants (agents de décontamination)	10
I.5.1.3 Adsorption physique	10
I.6 METHODES D'ANALYSE BACTERIOLOGIE	10
I.7 METHODE QUALITATIVE PRESENCE/ABSENCE	11
I.8 FILTRATION SUR MEMBRANE (METHODE QUANTITATIVE)	11
I.9 FERMENTATION SUR TUBE	11
I.9.1.1 Dénombrement des indicateurs de contamination fécale	11
I.9.1.1.1 Recherche et dénombrement des coliformes totaux et fécaux	12
I.9.1.1.2 Résultat des analyses :	12

Revue bibliographique

II. GENERALITES DES ARGILES	14
II.1.1.1 Définition de l'argile	14
II.1.1.2 Introduction	14
II.1.1.3 Morphologie des argiles	15
II.1.1.4 Structure cristallographique des argiles	16
II.1.1.5 Propriétés des minéraux argileux	18
II.1.1.5.1 Charge des surfaces argileuses	18
II.1.1.5.2 Charge permanente	18
II.1.1.5.3 Charge variable	18
II.1.1.6 Capacité d'échange cationique	19
II.1.1.7 Propriété de gonflement	19
II.1.1.8 Surface spécifique	20
II.1.1.9 Utilisation des argiles dans le domaine de l'environnement	22
II.2 BENTONITE	22
II.2.1.1 Origine de la bentonite	23
II.2.1.2 Types de bentonites	23
II.2.1.2.1 Bentonites naturelles	23
□ Les bentonites sodiques,	23
□ Les bentonites calciques,	23
II.2.1.3 Bentonites activées	24
II.2.1.4 Structure cristalline du feuillet élémentaire	24
II.2.1.5 Propriétés de la bentonite	25
II.2.1.6 Utilisation de la bentonite	26
II.3 MONTMORILLONITE	26
II.3.1.1 Structure de la montmorillonite	27
III. TENSIOACTIFS	29
III.1 DEFINITION (AGENTS DE SURFACE)	29
III.2 CLASSIFICATION DES TENSIOACTIFS	29
III.2.1.1 Tensioactifs anioniques	29
III.2.1.2 Tensioactifs cationiques	30
III.2.1.3 Tensioactifs amphotères	30
III.2.1.4 Tensioactifs non-ioniques	30

Revue bibliographique

III.3	PROPRIETES DES AGENTS TENSIOACTIFS	31
III.4	DOMAINES D'APPLICATION DES TENSIOACTIFS	31
IV.	METHODES DE CARACTERISATION.....	32
IV.1	SPECTROSCOPIE	32
IV.2	SPECTRE SPECTROSCOPIQUE	32
IV.3	TECHNIQUES D'ANALYSE SPECTROSCOPIQUE :	32
IV.3.1.1	Spectroscopie infrarouge (IR)	32
IV.3.1.1.1	Définition.....	32
IV.3.1.1.2	Principe	32
IV.3.1.1.3	Etude des principales bandes caractéristiques	33
IV.3.1.2	Spectroscopie Diffraction des Rayons X (DRX):.....	34
IV.3.1.2.1	Définition	34
IV.3.1.2.2	Principe	34

Revue bibliographique

Listes des figures de la partie revue bibliographique

Figure 1 : Recherche et dénombrement des coliformes en milieu liquide	12
Figure 2: Recherche et dénombrement des coliformes fécaux et <i>E.Coli</i>	13
Figure 3: Schéma de différentes échelles d'une particule d'argile.....	16
Figure 4: Eléments structuraux de bases des argiles lamellaires.	16
Figure 5: Distance interlamellaire pour les principales familles argileuses.....	18
Figure 6: Schéma représentant la surface interne et la surface externe des particules d'argile.	21
Figure 7: Structure de la montmorillonite.....	25
Figure 8: Représentation schématique de la structure d'une montmorillonite.	27
Figure 9: Structure multi-échelle de la montmorillonite.	28
Figure 10: Représentation de la structure d'un tensioactif.....	29

Revue bibliographique

Liste des tableaux de la partie revue bibliographique

Tableau 1 : Capacité d'échange cationique des principales familles argileuses.	19
Tableau 2 : Valeurs de surface spécifique des particules argileuses.	20
Tableau 3: Fréquences des nombres d'onde de quelques liaisons.....	33

Revue bibliographique

I. Pollution d'eau

I.1 Définition

C'est la destruction écologique des milieux aquatiques (océans, mers, rivières, pluies...) par les produits chimiques (composés organique et inorganiques toxiques, colorants, métaux lourds, hydrocarbures, phénols) ou des produits agricoles (engrais, anti-pesticides ...) qui résultent par les différentes activités humaines (l'industrie, l'agricole,...) ou parfois par phénomène naturel (les éruptions volcaniques). Cette détérioration touchante aux états naturels des eaux rende son utilisation nocive.

I.2 Origine de la pollution d'eau

I.2.1.1 Origine naturelle

Non seulement l'homme est l'origine de la pollution de l'eau mais il existe aussi des sources naturelles, comme les éruptions volcaniques et les déjections animales.

L'eau pluviale sera polluée à cause de son contact avec l'air (l'air est pollué par les gaz émis des éruptions volcaniques comme dioxyde de soufre SO_2 , monoxyde de carbone CO, sulfure d'hydrogène H_2S et chlorure d'hydrogène HCl résultantes par des explosions volcaniques).

I.2.1.2 Origine industriel

L'industrie est une activité humaine appliquée dans l'environnement pour la besoin d'homme. Les substances chimiques résultants de ces activités (les hydrocarbures, les phénols, les colorants, les métaux lourds,...) représentent une raison de la contamination d'eau.

Le transport maritime est une origine de la pollution par des rejets d'hydrocarbures dans l'océan.

I.2.1.3 Origine agricole

L'agriculture est une activité intéressante pour l'homme. Pour améliorer la production végétale, des produits phytosanitaires (engrais phosphorés et azotés, herbicides, insecticides et fongicides) sont utilisés. L'utilisation de ces produits pollue les eaux souterraines par pénétration dans le sol.

I.3 Différents types de pollution d'eau

La pollution peut classer selon le type (nature) des polluants, on distingue trois classes de pollution comme suit :

Revue bibliographique

I.3.1.1 Pollution chimique

C'est due aux rejets industriels qui transportent des produits chimiques toxiques (les matières organiques, les éléments minéraux (phosphoriques et nitriques), les hydrocarbures, les métaux lourds).

I.3.1.1.1 Métaux lourds ^(1,2)

Connus aussi sous la notion d'éléments-traces métalliques. Ce sont des matériaux naturels abondants dans l'environnement. Ils possèdent plusieurs définitions mais d'un point de vue purement scientifique et technique, les métaux lourds peuvent être définis par les propriétés suivantes :

- Tout métal ayant une densité supérieure à 5.
- Tout métal ayant un numéro atomique élevé, en général supérieur à celui du sodium ($Z = 11$).
- Tout métal pouvant être toxique pour les systèmes biologiques.

Dans l'industrie en général, on considère comme métal lourd tout métal de densité supérieure à 5 de numéro atomique élevé et présentant un danger pour l'environnement.

I.3.1.1.2 Colorants ^(3,4,5,6)

Les matières colorantes sont une combinaison de groupes de structures aromatiques conjuguées (cycles benzéniques, perylène, anthracène, etc...), auxochromes et chromophores. Ces groupements sont capables de transformer la lumière blanche dans le spectre visible (de 380 à 750 nm) en lumière colorée.

I.3.1.1.3 Pesticides ⁽⁷⁾

Ou les produits phytosanitaires, sont définis comme des substances dont les paramètres chimiques contribuent à la protection des plantes cultivées et des produits récoltés. Ce sont des formulations contenant une ou plusieurs substances chimiques organiques ou

¹ C. Bliefert, R. Perraud, Chimie de l'environnement Air, Eau, Sols, Déchets, Traduction et adaptation de l'allemand. 1re Edition de boeck. (2004) 369-388.

² M. Popescu, J. Blanchard, J. Carré, Analyse et traitement physicochimique des rejets atmosphériques industriels. Émission, fumées, odeurs et poussières, 1998, Édition Lavoisier Technique et Documentation.

³ Perrin R, pierre S.J, Chimie industrielle, 1999, 2eme édition.

⁴ Van der Zee F.P. "Anaerobic azo dye reduction". These doctorat, 2002, Wageningen University

⁵ Zille.A, "Laccase Reactions for Textile Applications ", These Doctorat, 2005, University do Minho Escola of Engenharia.

⁶ Bizani E, Fytianos KPoulios I, Tsiridis V "Photocatalytic decolorization and degradation of dye solutions and wastewaters in the presence of titanium dioxide", .Hazardous Materials 2006, 136, 85-94.

⁷ Index phytosanitaire ACTA. Association de coordination technique agricole. 2006

Revue bibliographique

inorganiques, synthétiques naturelles. La plupart de celles utilisées aujourd'hui sont de nature organique dont un petit nombre est extrait ou dérivé de plantes.

I.3.1.2 Pollution biologique

Elle est liée à des micro-organismes pathogènes (bactéries, virus, champignons) existantes dans l'eau. Cette pollution se caractérise par un taux élevé de coliformes fécaux.

I.3.1.2.1 Coliformes totaux ^(8,9,10,11,12)

Sont des entérobactéries considéré comme un indicateur de la qualité microbienne d'eau parce qu'il contient notamment des bactéries d'origine fécale. Ce sont des bactéries mobiles de gram négatif en forme de bacille, aérobies ou anaérobies facultatives. Ils possèdent l'enzyme β -galactosidase qui permet de libérer un agent chromogène utilisé dans des milieux de culture servant à les identifier.

I.3.1.2.2 Coliformes fécaux ^(13,14)

Sont un sous-groupe des coliformes totaux, connu par le terme coliformes thermotolérants car ils peuvent fermenter le lactose à une température de 44°C. Bien que la présence de coliformes fécaux témoigne habituellement d'une contamination d'origine fécale, plusieurs coliformes fécaux ne sont pas d'origine fécale, provenant plutôt d'eaux enrichies en matière organique, tels les effluents industriels du secteur des pâtes et papiers ou de la transformation alimentaire. C'est pourquoi il serait plus approprié d'utiliser le terme générique « coliformes thermotolérants » plutôt que celui de « coliformes fécaux ». ^(15,16) L'intérêt de la détection de ces coliformes, à titre d'organismes indicateurs, réside dans le fait que leur survie dans l'environnement est généralement équivalente à celle des bactéries pathogènes et que leur

⁸ CEAEQ Recherche et dénombrement simultané des coliformes fécaux et d'*Escherichia coli* dans l'eau potable; Centre d'expertise en analyse environnementale du Québec. (2015a)

⁹ Archibald, F The presence of coliform bacteria in Canadian pulp and paper mill water systems – a cause for concern? *Water Qual Res J. Canada*, (2000). 35:1-22

¹⁰ Edberg, SC, EW Rice, RJ Karlin et MJ Allen *Escherichia coli*: the best biological drinking water indicator for public health protection. *Journal of Applied Microbiology*, (2000), 88: 106S-116S

¹¹ Santé Canada Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada; document technique, les coliformes totaux. (2012).

¹² WHO Guidelines for drinking-water quality, Third edition incorporating the first and second addenda, volume 1, (2011).

¹³ Barthe, C., J. Perron et J.M.R. Perron Guide d'interprétation des paramètres microbiologiques d'intérêt dans le domaine de l'eau potable. Ministère de l'Environnement du Québec, (1998), 155 p.

¹⁴ OMS Directives de qualité pour l'eau de boisson; volume 2 – critères d'hygiène et documentation à l'appui. 2e édition, (2000), 1050 p.

¹⁵ OMS Directives de qualité pour l'eau de boisson; volume 1 – recommandations. 2e édition, (1994), 202 p.

¹⁶ Robertson, W Utilités et limites des indicateurs microbiologiques de la qualité de l'eau potable. Dans : Air intérieur et Eau potable, sous la direction de Pierre Lajoie et Patrick Levallois, Presses de l'Université Laval, (1995), p. 179-193

Revue bibliographique

densité est généralement proportionnelle au degré de pollution produite par les matières fécales. ⁽¹⁷⁾

I.3.1.2.3 E. Coli ^(14,18,19)

Est d'origine fécale humaine ou animale, car il n'existe pas dans l'environnement naturel; il peut cependant survivre quelques mois dans l'eau, le sol ou sur les plantes, bien qu'il se multiplie rarement dans ces milieux; à moins que des conditions de température élevée et la présence de nutriments le permettent. ^(20,21). Sa présence dans l'eau indique la présence de micro-organismes pathogènes d'origine fécale ou entérique. ⁽¹⁵⁾

I.3.1.3 Pollution physique

Les éléments solides emportés par l'eau sont classés selon leur nature et leur dimension : les éléments grossiers, sables et la matière en suspension (MES). Ces éléments se comptent comme des polluants de catégorie physique

Ces éléments provoquent les milieux aquatiques par la pollution, à cause des particules polluées retrouvées sur ses surfaces.

I.4 Conséquences de la pollution d'eau

I.4.1.1 Sur la santé humaine

L'existence des bactéries et des substances chimiques toxiques dans l'eau présente un danger sur la santé humaine. Les polluants cités causent des maladies dangereuses qui peuvent être tuantes (ex : choléra, cancers,...).

I.4.1.2 Sur l'économie

La pollution des milieux aquatiques (rivières, mers, océans,...) menace la pêche et la vente des huîtres, aussi la quantité des eaux utilisables diminue et les installations pour assainir l'eau coûtent chères.

¹⁷ CEAEQ Recherche et dénombrement des coliformes fécaux; méthode par filtration sur membrane. Centre d'expertise en analyse environnementale, Gouvernement du Québec, (2000), 24 p

¹⁸ Edberg, SC, EW Rice, RJ Karlin et MJ Allen *Escherichia coli*: the best biological drinking water indicator for public health protection. *Journal of Applied Microbiology*, 88, (2000). 106S-116S.

¹⁹ Santé Canada Recommandations pour la qualité de l'eau potable au Canada. *Escherichia coli*, (2012).

²⁰ Brandl, MT Multiplication of *Escherichia coli* O157:H7 on Postharvest Lettuce. *Appl. Environ. Microbiology*. 74(17), (2008), :5285-5289

²¹ Hardina, C.M. et R.S. Fujioka Soil: the environmental source of *Escherichia coli* and enterococci in Hawaii's streams. *Environmental Toxicology and Water Quality*, 6, (1991): 185-195

Revue bibliographique

I.4.1.3 Sur l'environnement

La pollution des milieux aquatiques touche la biodiversité donc la disparition des espèces qui fait le déséquilibre d'écosystème.

I.5 Dépollution d'eau :

I.5.1.1 Définition

La décontamination c'est l'élimination ou la diminution des quantités des substances et des microorganismes polluantes à l'eau pour la rendre une eau de bonne qualité et utilisable pour les organismes vivants sans danger. Il existe 3 méthodes de traitement pour la dépollution d'eau : biologique (traitement en aérobie et traitement en anaérobie), physique (coagulation, floculation et l'adsorption) et chimique (la technique complexométrique, la résine échange d'ions et l'oxydation chimique pour les composés organiques dangereux)

I.5.1.2 Dépolluants (agents de décontamination)

Sont des matériaux naturels ou synthétisés ont des propriétés physico-chimiques permet de retenir les polluants. Parmi les dépolluants utilisés : charbon actif, l'argile, le chitosane, HDL.

I.5.1.3 Adsorption physique ⁽²²⁾

Ou physisorption, c'est un phénomène de surface résulte d'un contact entre un adsorbant et un adsorbat. Elle est une réaction réversible due à la formation d'une liaison faible de Van Der Waals (physique) entre l'adsorbant et l'adsorbat. Elle est favorable dans le domaine environnemental, utilisable pour la séparation des gaz ou élimination des polluants.

I.6 Méthodes d'analyse bactériologie ⁽²³⁾

Il est possible de procéder à l'identification des coliformes totaux de trois manières :

- Méthode qualitative présence/absence;
- Filtration sur membrane (méthode quantitative);
- Fermentation en tubes (méthode semi-quantitative). (La méthode utilisée et disponible dans cette étude)

²² Pr KAID, A, cours de la Chimie de Surface, M2, Université Docteur Moulay Taher de Saida.

²³ APHA, AWWA et WEF, Santé Canada, 2012

Revue bibliographique

I.7 Méthode qualitative présence/absence

C'est une technique d'analyse qualitative base sur l'utilisation des milieux de culture et le résultat est relié au changement de couleur de ce milieu de culture si la couleur change donc ça indique la présence des bactéries, si la couleur reste la même indique l'absence des bactéries.

I.8 Filtration sur membrane (méthode quantitative)

C'est une technique d'analyse quantitative base sur la rétention des bactéries par une membrane semi perméable dont le diamètre des pores est inférieur à celui des bactéries à éliminer.

I.9 Fermentation sur tube ⁽²⁴⁾

C'est une technique indirecte de dénombrement (semi quantitative). Cette méthode se base sur des tables statistiques qui donnent le nombre le plus probable de germes dans un milieu tenant compte du nombre de tubes positifs obtenus dans l'expérience, utilisant plusieurs tubes par dilution (2,3, 4ou 5) et comparant les résultats a une table de statistique : la table de Mac Grady

Selon la table de Mac Grady, à chaque nombre caractéristique correspond un nombre plus probable de germes par le volume ensemencé de la dilution considérée.

- Les étapes de cette méthode sont détaillées au suivant à partie d'une documentation de L'ADE

I.9.1.1 Dénombrement des indicateurs de contamination fécale ⁽²³⁾

La recherche et le dénombrement des CF et des SF ont été effectués selon la méthode de dénombrement en milieu liquide par détermination du nombre le plus probable (NPP). Les résultats de dénombrement sont déterminés à partir de la table de Mac Grady ⁽²⁵⁾

²⁴ Dr. KHERRAZ-CHEMLAL Djazia, Pollution marine et continentale et impacts pour les L3 HBMC, dénombrement microbien, université Oran1.

²⁵ Jean Rodier, l'analyse de l'eau, 9e édition, 17/06/2009, Dunod.

Revue bibliographique

I.9.1.1.1 Recherche et dénombrement des coliformes totaux et fécaux ⁽²⁶⁾

La colimétrie consiste à déceler et dénombrer les germes coliformes dont les CF, Elle se réalise en deux étapes :

- ❖ La recherche présomptive des coliformes sur milieu Bouillon lactosé au pourpre de bromocrésol (BCPL).
- ❖ La recherche confirmative des CF sur milieu Schubert.

I.9.1.1.2 Résultat des analyses :

Les résultats des coliformes totaux et fécaux réalisés sur milieu BCPL sont positifs. Les résultats des différents échantillons sont très élevés.

Dans test de présomption :

- a. Dégagement de gaz dans les cloches ($1/10^{\text{ème}}$ de la hauteur de cloche)
- b. Changement de couleur (couleur jaune)

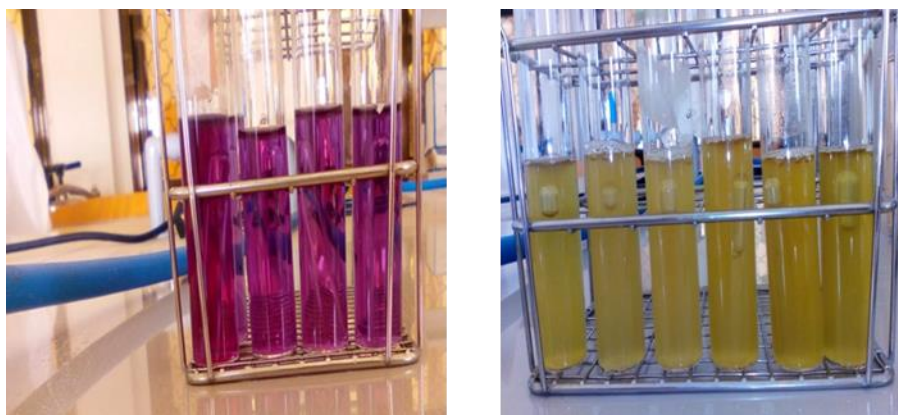


Figure 1 : Recherche et dénombrement des coliformes en milieu liquide

²⁶ ABOUELOUAFAMA, EL HALOUANI.H, KHARBOUA.M et BERRICHI.A, Caractérisation physico-chimique et bactériologique des eaux usées brutes de la ville d'Oujda: canal principal et Oued Bounaïm, Actes Éditions, Rabat, 2002, Vol. 22 (3): 143-150.

Revue bibliographique

Dans le test de confirmation :

Par Repiquage en utilisant :

1. à l'aide d'une pipette 1ml de l'échantillon dans le milieu EPEI.
2. Incuber à 24H à 44°C.
3. Lecture on ajoute 3 goutte de réactif kovacs on remarque Anneau rouge qui indique la présence d'*Escherichia coli*.



Figure 2: Recherche et dénombrement des coliformes fécaux et *E.Coli*

Revue bibliographique

II. Généralités des argiles

II.1.1.1 Définition de l'argile ⁽²⁷⁾

- Roche sédimentaire, souvent meuble (glaise), qui, imbibée d'eau, peut former une pâte plus ou moins plastique pouvant être façonnée et durcissant à la cuisson.
- Silicate d'alumine et/ou de magnésie, cristallisé en très petites particules minérales et entrant dans la composition des roches argileuses.
- Fraction fine d'un sol, constituée des particules inférieures à 2 μm .

II.1.1.2 Introduction ^(28,29)

L'argile est une roche sédimentaire, composée pour une large part de minéraux spécifiques, silicates en général d'aluminium plus ou moins hydratés, à structure feuilletée (phyllosilicates) ou structure fibreuse (sépiolite et palygorskite) qui explique leurs qualités d'absorption et leur plasticité. L'argile est essentiellement constituée de silicates d'alumine hydratés, dans lesquels sont imbriqués des éléments minéraux qui lui donnent sa coloration. Ces éléments présents en quantités réduites sont des oxydes d'alumine, de titane, de calcium, de magnésium, de potassium et de sodium. Sa formule générale ($\text{Al}_2\text{O}_3, \text{XSiO}_2, \text{YH}_2\text{O}$).

L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par ^(30,31) :

- Leur abondance dans la nature.
- L'importance des surfaces qu'elles développent.
- La présence de charges électriques sur ces surfaces.
- L'échangeabilité des cations interfoliaires responsable de l'hydratation et du gonflement, ce qui confère à ces argiles des propriétés hydrophiles.

²⁷ La Rousse français-français

²⁸ Caillère S., Henin S. et Rautureau M (1982). "Minéralogie des argiles : Classification et nomenclature (Tome 2)", Ed. Masson, pp. 9, 107 et 114, Paris.

²⁹ L'argile qui guérit-Mémento de médecine naturelle- Raymond Dextreit- Edition.

³⁰ Pédro G. (1994). Les minéraux argileux, Constituants et propriétés du sol. Edition Masson.

³¹ Michel D. (2003). Annuaire des minéraux du Canada.

Revue bibliographique

L'argile brute est constituée généralement d'un composant minéral de base (Kaolinite, montmorillonite, etc...) et de certaines impuretés. ^(32,33)

Les impuretés sont constituées de :

- Oxydes et hydroxydes de silicium : (le quartz et la cristobalite).
- Minéraux ferri-fères : l'hématite Fe_2O_3 , la magnétite Fe_3O_4 .
- Carbonates : la calcite $CaCO_3$, la dolomite $CaMg(CO_3)_2$.
- Oxydes et hydroxydes d'aluminium : La gibbsite $Al(OH)_3$.
- Matières organiques.

II.1.1.3 Morphologie des argiles ^(28,34)

A l'œil nu, l'argile se présente sous la forme d'une poudre très fine dont la taille ne dépasse pas quelques micromètres (typiquement $< 4\mu m$). Pour clarifier, nous allons utiliser le terme "agrégat" pour représenter les argiles à l'état poudreux. Les agrégats se composent, en général, de petites particules ayant une forme plus ou moins rectangulaire, appelée "particules primaires". Ces particules primaires sont elles-mêmes assemblées en "cristallites" ou "tactoides". Chaque cristallite est constituée d'un empilement de feuillets, d'une épaisseur ≤ 1 nanomètre et de plusieurs dizaines à plusieurs centaines de nanomètres d'extension latérale. Ces feuillets sont reliés entre eux par des forces électrostatiques attractives entre les ions compensateurs et les feuillets, ainsi que des forces de Van Der Waals. Nous présenterons un peu plus de détails dans le paragraphe suivant.

³² Millot G, Géologie des argiles, 1964, Edition Masson, Paris.

³³ Fabries J et Weisbord A, Détermination des minéraux des roches au microscope polarisant, 1991, Edition Lamarre.

³⁴ Mme BOUAZZA Faiza, Adsorption des polluants organiques par des argiles modifiées par la cellulose, Thèse doctorat, 19 Janvier 2019, Université de Tlemcen.

Revue bibliographique

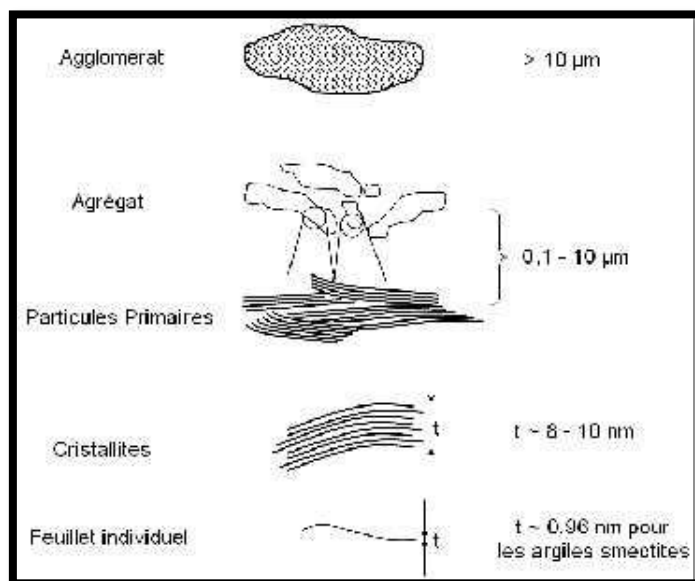


Figure 3: Schéma de différentes échelles d'une particule d'argile. ⁽³⁵⁾

II.1.1.4 Structure cristallographique des argiles

La structure des argiles a été étudiée et déterminée il y a de nombreuses années. Elles sont formées à partir d'éléments structuraux élémentaires, les tétraèdres de silice (SiO_4) et les octaèdres d'aluminium ($\text{Al}(\text{OH}_6)$). ⁽³⁴⁾

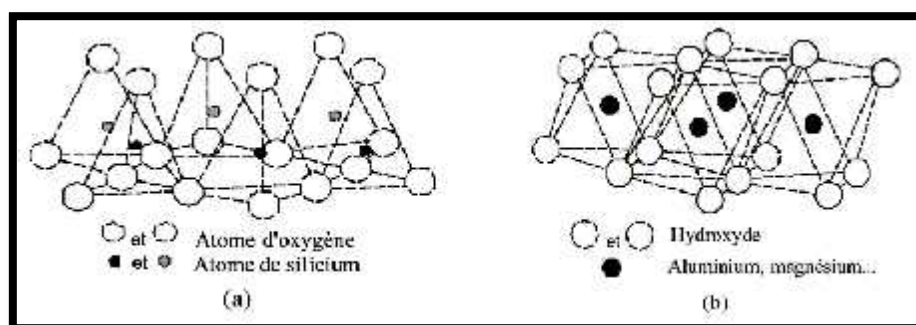


Figure 4: Éléments structuraux de bases des argiles lamellaires. ⁽³⁶⁾

Ces deux éléments sont associés pour former deux types de "couches", tétraédrique (T) et octaédrique (O), et reliées entre elles par la mise en commun d'oxygène.

³⁵ R.A. Vaia, K.D. Jandt, E.J. Karner, E.P. Giannelis, Kinetics of polymer melt intercalation, *Macromolecules*, 1995, 28, p. 8080-8085.

³⁶ F. Bultel, Prise en compte du gonflement des terrains pour le dimensionnement de revêtements des tunnels, (2001), Thèse de doctorat, Ecole nationale des Ponts et Chaussées.

Revue bibliographique

Les feuillets résultent alors d'une combinaison de la couche tétraédrique et de la couche octaédrique. Selon l'agencement des deux couches et la substitution isomorphe (Substitution isomorphe : dans un réseau cristallin, substitution d'un atome par un autre de même taille, sans briser ni modifier la structure cristalline du minéral), les argiles peuvent être dénombrées en un très grand nombre d'espèces. La classification principale, selon les minéralogistes, est la suivante : ⁽³⁷⁾

- ❖ Les minéraux argileux T-O ont une distance interlamellaire de 7 Å (kaolinite).
- ❖ Les minéraux argileux T-O-T ont une distance interlamellaire de : 9,5 Å pour les argiles n'ayant aucune substitution isomorphe (talc, pyrophyllite) donc, aucune charge ni cations compensateurs.
- ❖ Les argiles anhydres (présence principalement de cations K^+ dont la distance interlamellaire est de 10Å).
- ❖ Pour les argiles du groupe Smectite ainsi que du groupe vermiculite, la distance interlamellaire varie selon l'environnement. Dans le cas d'une montmorillonite anhydre (séchée), elle vaut environ 9,6 Å. ⁽³⁸⁾
- ❖ Les minéraux argileux T-O-T-O, comme le chlorite, présentent une distance interlamellaire de 14 Å.

Les argiles se caractérisent par une structure particulière en couches, avec parfois divers matériels remplissant l'espace entre les feuillets. Par conséquent, la distance qui sépare ces derniers, appelée la "distance interlamellaire (d 001)", varie selon le classement. Elle dépend en général du type de cation compensateur présent sur la surface et de l'état d'hydratation du silicate. La distance interlamellaire de trois structures principales est présentée sur la **Figure 6**. Ces valeurs sont désignées pour des argiles ayant une distance stable, donc indépendante de l'environnement, notamment l'humidité. ⁽²⁸⁾

³⁷ D.M. Moore, R.C. Reynolds, X-ray diffraction and the identification and analysis of clay minerals, 1997, 2nd edition, Oxford University Press.

³⁸ E. Eslinger, D. Peaver, Clay minerals for petroleum geologists and engineers, SEPM Short course, 1988, n°22, Soc, Economic paleontologists and mineralogists, Tulsa, USA.

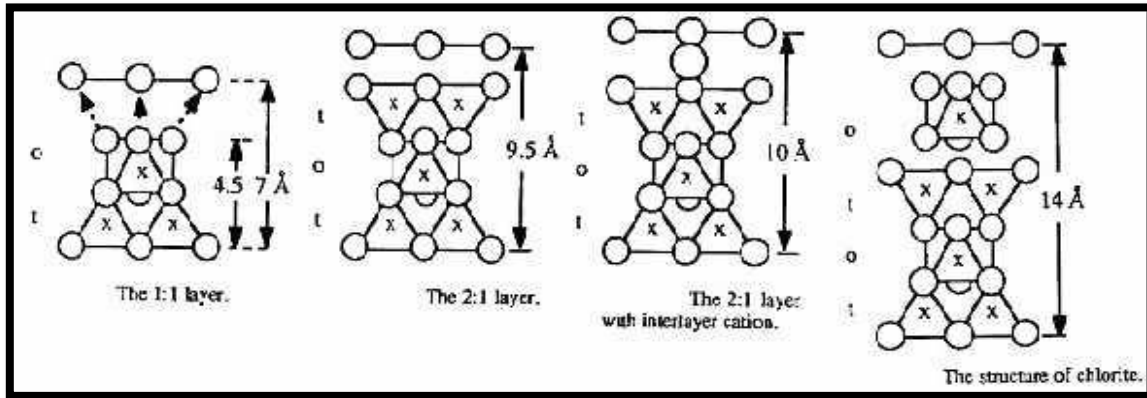


Figure 5: Distance interlamellaire pour les principales familles argileuses. ⁽²⁸⁾

II.1.1.5 Propriétés des minéraux argileux ^(39,40)

Les propriétés particulières des minéraux argileux sont dues à la petite taille des particules, à la structure en feuillet et à leur charge variable.

II.1.1.5.1 Charge des surfaces argileuses

La plupart des argiles, notamment celles du groupe Smectite, se caractérisent principalement par une surface électrique non neutre, qui est due à la fois aux substitutions isomorphiques et à l'environnement, conduisant à deux différentes Contributions: ⁽³⁰⁾

II.1.1.5.2 Charge permanente

La charge permanente est principalement négative et située à la surface. Elle provient des substitutions isomorphiques au sein du feuillet, résultant du remplacement des cations métalliques par ceux d'un autre métal, de valence plus faible. Il conduit donc à un déficit de charge en surface des feuillets, compensé par la présence des cations compensateurs tels que Li^+ , Na^+ , Ca^{2+} , K^+ ou Mg^{2+} .

II.1.1.5.3 Charge variable

Elle peut être positive ou négative et est située aux bords des feuillets. Elle n'apparaît qu'en suspension. Il s'agit donc ici d'une charge dépendant du pH de la solution. En milieu acide, l'espèce positivement chargée est prédominante, alors qu'en milieu basique, c'est l'espèce négativement chargée qui est majoritaire.

³⁹ Besson G., Decarreau A., Manceau A., Sanz J and Suquet H, Organisation interne du feuillet, Société française de minéralogie et de cristallographie, 1990, Paris.

⁴⁰ Chambley H, Clay sedimentology, 1989, Edition Springer Verlag.

Revue bibliographique

II.1.1.6 Capacité d'échange cationique ⁽²⁸⁾

La capacité d'échange cationique (CEC) est une mesure de la capacité d'une argile à échanger des cations compensateurs. Elle dépend à la fois de la charge permanente et de la charge variable. Elle mesure, en effet, le nombre de cations monovalents qu'il est possible de substituer aux cations compensateurs (Li^+ , Na^+ , Ca^{2+} , K^+ ou Mg^{2+}) afin de compenser la charge électrique de 100 g d'argile calcinée, à pH 7.

Elle s'exprime en milliéquivalents pour 100 grammes d'argile (meq/100g). En général, pour les argiles présentant des cations échangeables comme par exemple la Na^+ -montmorillonite, la CEC peut être considérée comme équivalente à la charge totale présente sur la surface. Le Tableau 1 donne les valeurs de CEC pour les principales familles argileuses.

Tableau 1 : Capacité d'échange cationique des principales familles argileuses.

Echantillons	Smectites	Vermiculites	Illites	Kaolinite	Chlorite
CEC (meq/100g)	80 -150	120 – 200	10 - 40	1 – 10	< 10

II.1.1.7 Propriété de gonflement ⁽²⁸⁾

La propriété de gonfler en présence d'eau varie d'une famille argileuse à une autre. Les minéraux argileux T-O n'ont pas normalement de charges présentes sur la surface. La couche tétraédrique est totalement occupée par Si^{4+} et la couche octaédrique, quant à elle, est totalement occupée par Al^{3+} ou Mg^{2+} . S'il y a une substitution au sein d'une couche, il y aura toujours une compensation par la substitution dans d'autres couches. Ainsi, la neutralité est toujours maintenue.

Dans le cas des minéraux argileux T-O-T, il existe deux groupes présentant les propriétés de gonflement, le groupe des vermiculites et celui des Smectites. Leurs propriétés de gonflement sont principalement gouvernées par les paramètres suivants ⁽²⁸⁾ :

- La nature des cations compensateurs. Plus les cations compensateurs ne sont petits et peu chargés, plus le gonflement est important. Le gonflement croît dans l'ordre des cations suivants : $\text{K}^+ < \text{Fe}^{2+} < \text{Ca}^{2+} < \text{Na}^+ < \text{Li}^+$.
- La localisation des substitutions isomorphiques au sein des feuillets. Les feuillets à substitution octaédrique, comme les Smectites par exemple, ont une charge nettement

Revue bibliographique

inférieure par rapport à la substitution tétraédrique, grâce à l'effet d'écran de la couche tétraédrique. Ceci réduit les interactions entre les feuillets, donc l'eau peut facilement s'immiscer dans l'espace de ces derniers.

Les charges d'origine tétraédrique comme les vermiculites sont plus fortes en surface car la substitution se localise près de la surface. Les interactions entre les feuillets sont donc plus fortes et gênent la pénétration des molécules d'eau.

La propriété de gonflement a un lien direct avec la CEC. Le gonflement passe tout d'abord par la présence des cations compensateurs, donc une valeur de CEC non nulle. Une valeur de CEC trop importante se traduit par une forte force d'attraction électrostatique qui limite le gonflement. C'est pour cette raison que les Smectites, ayant une CEC modérée, sont les argiles possédant les meilleures propriétés de gonflement. ⁽³¹⁾

II.1.1.8 Surface spécifique ⁽³⁰⁾

Le **tableau 2** donne les valeurs caractéristiques des surfaces des grandes familles argileuses. La surface totale comprend la surface externe, comprise entre les particules argileuses, et la surface interne, correspondant à l'espace interfoliaires.

Tableau 2 : Valeurs de surface spécifique des particules argileuses. ⁽³⁰⁾

Surfaces approximatives d'argiles tranchées			
Argile	Surface (m ² /g)		
	Interne	Externe	Total
Smectite	750	50	800
Vermiculite	750	<1	750
Chlorite	0	15	15
Kaolinite	0	15	15
Illite	0	25	30

Revue bibliographique

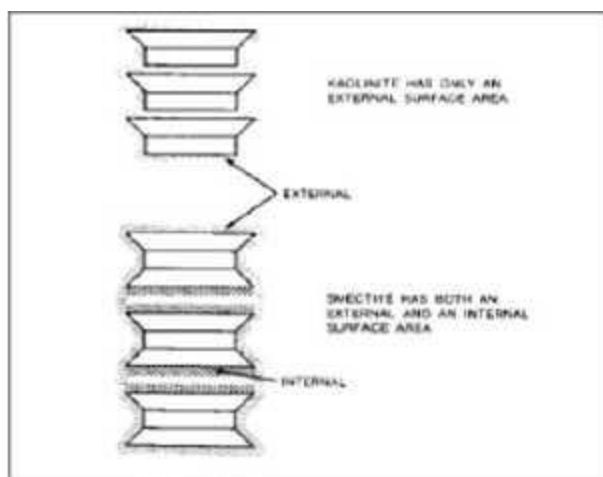


Figure 6: Schéma représentant la surface interne et la surface externe des particules d'argile.

(30)

On remarque que la surface spécifique des argiles dépend essentiellement de la surface interne. Pour les argiles gonflantes, la surface spécifique est largement supérieure à celle des argiles non gonflantes. (30)

L'ensemble des caractéristiques physique et structurelle des argiles lamellaires montre qu'il y a plusieurs types d'argiles ayant une possibilité d'être employées pour la réalisation de nanocomposites. Le premier critère est la capacité de gonflement, pour que les feuillets soient séparables. Cependant, cela n'est pas suffisant car la capacité à gonfler en présence d'eau est due à la présence de cations compensateurs hydratables, ce qui rend les argiles trop hydrophiles pour permettre l'intercalation de molécules organiques comme les polymères.

A l'heure actuelle, il existe des argiles modifiées commercialisées pour la réalisation des nanocomposites. Elles sont majoritairement réalisées à partir de l'argile de type montmorillonite, et c'est sans doute l'argile la plus utilisée dans ce domaine. En effet, le choix de l'argile de type montmorillonite est judicieux, car elle se situe dans le groupe Smectite, l'un des groupements d'argile ayant la capacité de gonflement la plus élevée. En comparant aux autres argiles Smectites, la montmorillonite présente la surface spécifique la plus importante et une force électrostatique assez faible (substitution octaédrique), rendant la modification par échange cationique facile. (34)

Revue bibliographique

II.1.1.9 Utilisation des argiles dans le domaine de l'environnement ^(41,42)

Les argiles jouent un rôle significatif pour réduire les problèmes de pollution de l'environnement et leurs applications augmentent sans cesse. Parmi celles-ci :

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

II.2 Bentonite ⁽⁴³⁾

Les bentonites sont des silicates d'alumine hydratés appartenant au groupe des Montmorillonites de formule brute: $Si_4 (Al_{(2-x)} Rx) (O_{10}, H_2O) (Cex, nH_2O)$ ou $Si_4 (Al_{(2-x)} Rx) (H_2O) n$ avec :

- R = Mg, Fe, Mn, Zn, Ni
- Ce (cations échangeables) = Ca, Na, Mg.

Les caractéristiques physico-chimiques, les propriétés clarifiantes de bentonites d'origines diverses furent l'objet de nombreuses études. En Algérie, les gisements de bentonite les plus importants économiquement se trouvent dans l'Oranie (ouest algérien). On relève en particulier la carrière de Maghnia (Hammam Boughrara) dont les réserves sont estimées à un million de tonnes et de celle de Mostaganem (M'zila) avec des réserves de deux millions de tonnes.

⁴¹ Didier G. Gonflement cristallin et macroscopique de bentonite. Thèse de Doctorat, 1972, Université Claude Bernard, Lyon, France.

⁴² Besq A, Ecoulements laminaires de suspensions de bentonite industrielles, Caractérisation rhéométrique - Ecoulements en conduites axisymétriques. Applications aux activités du Génie Civil, 2000, Thèse de Doctorat, Université de Poitiers France.

⁴³ Abdelouhab C, Ait Amar H, Fixation sur des argiles bentonitiques d'ions métalliques dans les eaux résiduaires, Revue. Int. Sci de l'Eau, 1988 ; 1987, vol 3, 33-40.

Revue bibliographique

II.2.1.1 Origine de la bentonite ⁽³⁴⁾

Les bentonites sont des argiles d'origine volcanique, constituées principalement de montmorillonite; l'altération et la transformation hydrothermale de cendres des tufs volcaniques riches en verre entraînent la néoformation des minéraux argileux, qui font partie principalement du groupe des Smectites. Les roches argileuses ainsi formées portent le nom de bentonite, d'après le gisement situé près du Fort Benton (Wyoming, Etats-Unis). Elle contient plus de 75 % de montmorillonite ; cette dernière fut découverte pour la première fois en 1847 près de Montmorillon, dans le département de la Vienne (France). La bentonite est une dénomination de la montmorillonite. Sous sa forme brute naturelle, la bentonite est une roche tendre ayant à peu près la consistance du kaolin, c'est à dire friable, onctueuse au toucher, sa teinte est blanche, grise ou légèrement teintée de jaune. Elle provient de la dévitrification des couches volcaniques sous l'influence des eaux à réaction alcaline ou acide. En plus de la montmorillonite, cette terre peut contenir d'autres minéraux argileux (kaolinite, illite,...) ainsi que des impuretés sous forme de gypses, de carbonates,...etc.

II.2.1.2 Types de bentonites ⁽³⁴⁾

On distingue trois types de bentonites par rapport à leur pouvoir de rétention de molécules organiques, qui sont :

- Bentonite sodique naturelle
- Bentonite calcique naturelle
- Bentonite activée

II.2.1.2.1 Bentonites naturelles ⁽³⁴⁾

En fonction de la nature du cation échangeable présent, il existe à l'état naturel deux types de bentonites:

- Les bentonites sodiques, où le sodium est le cation échangeable majoritaire, elles ont un fort pouvoir de gonflement et d'adsorption.
- Les bentonites calciques, où le calcium est le cation échangeable majoritaire, elles ont un pouvoir de gonflement et d'adsorption plus faible que les bentonites sodiques.

Revue bibliographique

II.2.1.3 Bentonites activées ⁽³⁴⁾

Afin d'améliorer les propriétés d'adsorption des bentonites calciques, ces dernières sont le plus souvent activées par du carbonate de sodium puis séchées et broyées; on obtient ainsi des bentonites calciques activées dont les propriétés sont égales ou supérieures à celles des bentonites sodiques. Les propriétés de ces bentonites ainsi activées ou permutées sont moins stables dans le temps (3 à 18 mois) et dépendent de l'activation et des taux de magnésium, calcium et sodium. Ces différents types de bentonites se présentent sous forme de poudre ou de granulés sphériques ou cylindriques. Elles ont des couleurs très variables allant du blanc pour les produits les plus purs au gris, beige ou vert pour les autres.

II.2.1.4 Structure cristalline du feuillet élémentaire ^(28,44,45)

Le feuillet élémentaire de la montmorillonite est formé par une couche octaédrique comprise entre deux couches tétraédriques (T-O-T) (**Figure 7**).

- Les ions Si^{4+} sont situés à l'intérieure d'un tétraèdre dont les sommets sont occupés par des atomes d'oxygènes.
- Les ions Al^{3+} sont situés à l'intérieur d'un octaèdre dont les sommets sont occupés par quatre atomes d'oxygènes et deux ions hydroxyles.
- Les feuillets élémentaires sont de type 2/1 séparés par des molécules d'eau et des cations échangeables.

⁴⁴ Mering J, Smectites, Encyclopidy of soil science U.S.A, 1975.

⁴⁵ Mering J and Pedro G. Discussion à propos des critères de classification des phyllosilicates 2/1, Bulletin du groupe français des argiles, 1969; 21, 1-30.

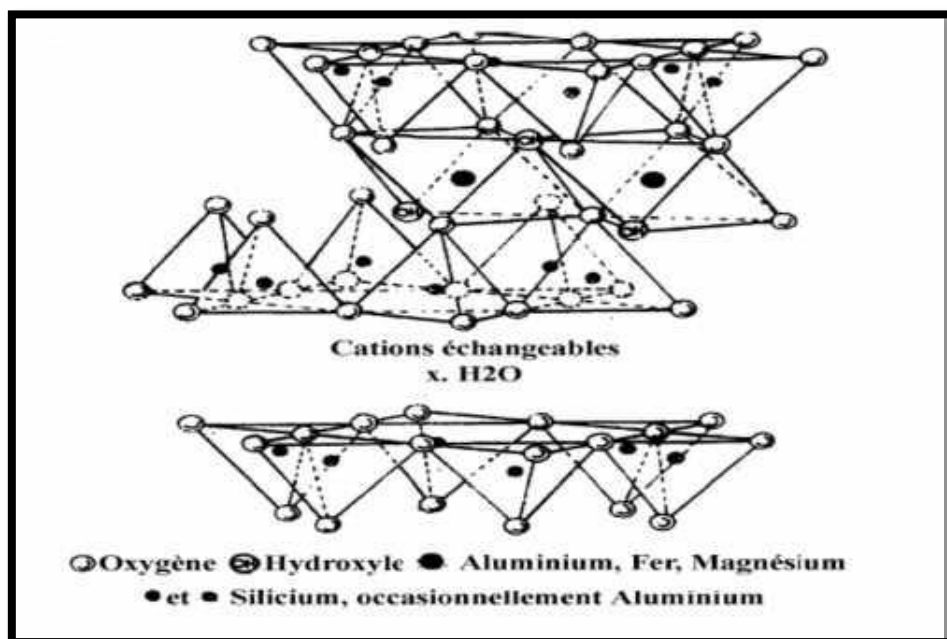


Figure 7: Structure de la montmorillonite.

II.2.1.5 Propriétés de la bentonite

La bentonite se disperse facilement dans l'eau. On obtient une suspension dont les propriétés sont en fonction des caractéristiques suivantes:

- **Aptitude au Gonflement** ^(41, 46,47, ,48)

A l'état anhydre, les feuillets argileux sont liés les uns aux autres mais ils s'écartent en présence d'eau, ce qui constitue l'une des propriétés caractéristiques des montmorillonites. Des études ont montré que l'intensité du gonflement dépend de la taille du cation compensateur et de la quantité d'eau totale. Le gonflement est illimité dans le cas des cations monovalents : Na⁺, Li⁺, H⁺ ou Ag⁺. L'hydratation dans le cas des cations divalents est généralement limitée à 3 couches d'eau.

- **Cations échangeables et adsorption** ⁽⁴⁹⁾

⁴⁶ Fabries J et Weisbord A. Détermination des minéraux des roches au microscope polarisant, 1991, Edition Lamarre.

⁴⁷ Tessier D. Etude expérimentale de l'organisation des matériaux argileux. Hydratation, gonflement et structure au cours de la dessiccation et de la réhumectation, 1984, Thèse de Doctorat, Université de Paris VII, France.

⁴⁸ Touret O., Pons C.H., Tessier D and Trady Y, Etude de la répartition de l'eau dans les argiles saturées aux fortes teneurs en eau. Clay Minerals, 1989, 25, 217-223.

Revue bibliographique

Les argiles ont la propriété d'adsorber certains anions et cations et de les retenir dans un état échangeables avec d'autres ions en solution. Dans les argiles, les cations échangeables les plus communs sont par ordre décroissant: Ca^{2+} , Mg^{2+} , H^+ , K^+ , NH_4^+ et Na^+ . Dans le cas de la montmorillonite, le motif cristallin présente une charge négative au sein du feuillet par suite de la substitution d'ions Al^{3+} par des ions Mg^{2+} , en couche octaédrique, et des ions Si^{4+} par des ions Al^{3+} en couche tétraédrique. Cette charge négative est évidemment compensée par un nombre équivalent de cations. Pour des raisons de neutralisation électrique, ces cations se logent dans les espaces inter foliaires ainsi qu'à la surface des feuillets. Le cation majoritairement représenté conditionne largement les propriétés physico-chimiques des bentonites. Le dosage des cations permet donc de déterminer la nature de l'argile: sodique, calcique ou magnésienne.

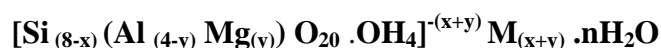
II.2.1.6 Utilisation de la bentonite ⁽³⁴⁾

Les bentonites se caractérisent par une capacité élevée d'adsorption, d'échange ionique et de gonflement, ainsi que par des propriétés rhéologiques particulières (thixotropie). Elles ont de ce fait de larges applications, toujours plus nombreuses et dans différents domaines (forage, fonderie, céramique, peinture, pharmacie, terres décolorantes, etc...). La majeure partie de la bentonite exploitée dans le monde est utilisée comme liant du sable de moulage, dans l'industrie de la fonderie et aussi pour épaissir les fluides de forage. Pour de nombreuses applications techniques, les bentonites brutes doivent être soumises à une préparation adaptée aux exigences de leur utilisation (activation).

II.3 Montmorillonite ⁽⁵⁰⁾

Parmi toutes les phyllosilicates existantes, la montmorillonite est l'une des plus répandue à la surface du globe et de ce fait également très utilisée. Elle fut découverte pour la première fois en 1847 près de Montmorillon, dans le département de la Vienne (France).

La formule idéalisée d'une maille unitaire de la montmorillonite peut décrire: ⁽⁵¹⁾



⁴⁹ Marchal R., Barret J, Maujean A. Relation entre les caractéristiques physico-chimiques d'une bentonite et son pouvoir d'adsorption, 1995, Journal. Int. Sci. Vigne et du Vin, 29,1, 27-40.

⁵⁰ M. Hamdi Karaoglu, Mehmet Dogan, Mahir Alkan. «Kinetic analysis of reactive blue 221 adsorption on kaolinite, desalination, 2010,256, 154-165 ».

⁵¹ B. Zohra, K. Aicha, K.S. Fatima, B. Nourredine, .D. Zoubir, Adsorption of Direct Red 2 on bentonite modified by cetyltrimethylammonium bromide, Chemical Engineering Journal 2008, 136, 295–305 ».

Revue bibliographique

- Le complexe entre crochets indique : la macro anion qui compose le feuillet.
- $M_{(x+y)}$: Est le cation échangeable dans l'espace interfoliaire.
- $y/8$: Est la proportion d'atome de Si substitué par Al tétraédrique.
- $x/4$: Est la proportion d'Al dans la couche octaédrique substitué par Mg.

II.3.1.1 Structure de la montmorillonite ⁽⁵²⁾

Elle a été définitivement établie à partir des travaux de Hofmant, Endel et Wilm. Marchal, la **Figure 8** représente le feuillet qui est constitué de deux couches de tétraèdres centrées sur le silicium entre les quelles se trouve une couche octaédrique centrée sur l'aluminium. Les deux couches sont séparées par l'espace interfoliaire dont l'épaisseur est de l'ordre de 14Å, selon la teneur en eau l'épaisseur peut varier (9.8Å pour une montmorillonite séchée à 110°C).

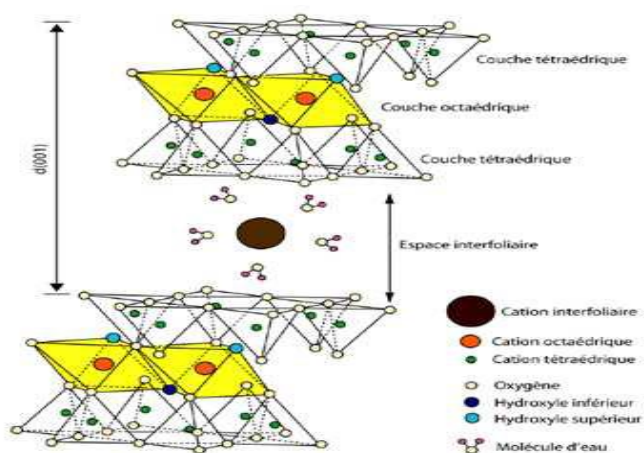


Figure 8: Représentation schématique de la structure d'une montmorillonite. ⁽⁵³⁾

La montmorillonite est une argile blanche, généralement sa densité est égale à 2,04. Elle est partiellement soluble dans l'acide chlorhydrique mais totalement détruite par l'acide sulfurique. La propriété la plus intéressante est CEC qui varie de 100 à 150 milliéquivalents pour 100g d'argile et sa surface spécifique qui est (pour la montmorillonite de Maghnia) de 90m²/g.

⁵² L. Wang, A. Wang. « Adsorption properties of Congo Red from aqueous solution onto surfactant modified montmorillonite, Journal of Hazardous Materials, 2008; 160, 173–180 ».

⁵³ M.K. Purkait, D.S. Gusain, S. DasGupta, S. De. « Adsorption behavior of chrysoidine dye on activated charcoal and its regeneration characteristics using different surfactants. 2004, Sep. Sien. Technol, 39 (10) , 2419-2440 ».

Revue bibliographique

Différents auteurs ont mis en évidence trois niveaux d'organisation dans les systèmes argileux, particulièrement les montmorillonites. Nous avons repris sur **la Figure 9** la présentation des trois différents niveaux d'organisation caractéristiques de cette structure multi-échelle de la montmorillonite.

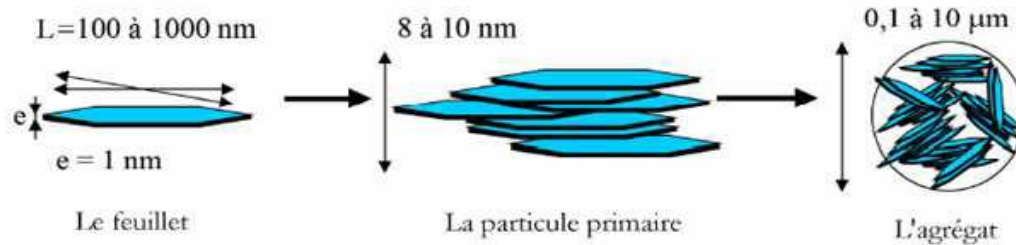


Figure 9: Structure multi-échelle de la montmorillonite. ⁽⁵⁴⁾

⁵⁴ Hasan Basri Senturk, Duygu Ozdes, Ali Gundogdu, Celal Duran, and Mustafa Soylam. «Removal of phenol from aqueous solution by onto organ modified Tirebolu bentonite: Equilibrium, Kinetic and thermodynamic study, Hazardous Materials, 2009; 172,353-362 ».

Revue bibliographique

III. Tensioactifs

III.1 Définition (agents de surface) ⁽⁵⁵⁾

Ce sont des composés qui modifient la tension superficielle entre deux surfaces. Ce sont des molécules amphiphiles (**Figure 10**) présentant deux parties, l'une lipophile et apolaire qui retient les matières grasses et l'autre hydrophile et polaire miscible dans l'eau.

La partie hydrophile d'un tensioactif peut porter une charge négative ou positive ou à la fois positive et négative, ou aucune charge.

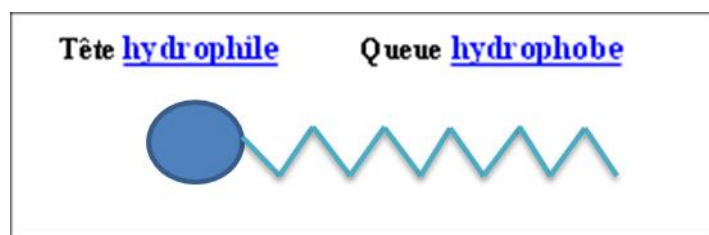


Figure 10: Représentation de la structure d'un tensioactif

III.2 Classification des tensioactifs ⁽⁵⁶⁾

Le classement des tensioactifs est couramment utilisé selon la nature du groupe hydrophile. Quatre classes d'agents de surface peuvent être distinguées, à savoir anionique, cationique, amphotère et non-ionique.

III.2.1.1 Tensioactifs anioniques ⁽⁵⁶⁾

Ils sont les plus utilisés dans les applications industrielles en raison de leur coût de fabrication relativement bas et de leur utilisation dans tous les types de détergents pratiquement, pour une détergence optimale. La chaîne hydrophobe est un groupe alkyle linéaire avec une longueur de chaîne de l'ordre de 12 à 16 atomes de carbone. Les chaînes linéaires sont préférées car elles sont plus efficaces et plus dégradables que les chaînes ramifiées.

⁵⁵ TALBI. Z, Extraction de pollution organique et métallique par tensioactifs biodégradables et liquides ioniques, 2017, thèse de doctorat, Université d'Oran - Mohamed-Boudiaf,

⁵⁶ Tadros.T.F, Applied Surfactants, Principles and Applications, Wiley-VCH, 2005.

Revue bibliographique

III.2.1.2 Tensioactifs cationiques ⁽⁵⁷⁾

Les plus courants sont les composés d'ammoniums quaternaires les amines grasses à longue chaîne et les imidazolines. Ils sont généralement stables aux variations de pH, aussi ont une capacité de tuer les micro-organismes ou au moins de retarder leur croissance. Ils sont compatibles avec les sels minéraux alcalins et les non-ioniques et sont utilisés avec eux dans les agents de nettoyage pour détergents destinés au lavage de la vaisselle. Ils sont également utilisés en tant que revitalisants pour les cheveux, car ils s'adsorbent sur ces derniers en leur conférant douceur et propriétés antistatique.

III.2.1.3 Tensioactifs amphotères ⁽⁵⁸⁾

Ce sont des tensioactifs qui ont à la fois un groupe fonctionnel anionique et un autre cationique, ils présentent une charge variable du positif au zwitterionique en passant par le négatif en fonction du pH de la solution dans laquelle ils se trouvent. Grâce à leurs capacité à supporter des charges positives et négatives ils ont généralement une grande partie hydrophile, ils sont généralement plus doux pour la peau et les yeux que les tensioactifs anioniques, cationiques et certains tensioactifs non ioniques. Les tensioactifs amphotères sont utilisés dans des formulations contenant des tensioactifs anioniques ou non ioniques pour modifier la solubilité, la taille des micelles, la stabilité des mousses et la viscosité de divers systèmes de nettoyage et émulsions.

III.2.1.4 Tensioactifs non-ioniques ⁽⁵⁹⁾

Les tensioactifs non-ioniques comportent une partie hydrophile non chargée, les groupements hydrophiles les plus courants sont le groupement hydroxyle (ROH), le groupement éther (R-OR') et ester (R-CO-O-R').

Les propriétés de solubilisation dans l'eau d'un groupe hydroxyle ou d'un groupe éther sont faibles comparées aux sulfates ou sulfonâtes, si un seul groupe hydroxyle ou un groupe éther est présent, la longueur de la chaîne de l'hydrocarbure R ne sera que de 6 à 8 atomes de carbones avant que le produit ne devienne insoluble et présente de mauvaises propriétés tensioactives.

⁵⁷ Rosen.M, Surfactants and Interfacial Phenomena, 2004, Third Edition, Wiley- Interscience

⁵⁸ Farn.R.J, Chemistry and Technology of Surfactants, 2006, Wiley-Blackwell.

⁵⁹ Porter.M.R, Handbook of Surfactants, 1991, Springer US.

Revue bibliographique

III.3 Propriétés des agents tensioactifs ⁽⁶⁰⁾

Le comportement en phase des tensioactifs est déterminant pour la formulation de produits liquides et solides et pour leurs modes d'action, ainsi il est nécessaire de connaître les propriétés essentielles de ces composés afin de déterminer leurs domaines d'application et de comprendre les phénomènes observés.

III.4 Domaines d'application des tensioactifs ⁽⁶¹⁾

Les tensioactifs jouent un rôle important dans des domaines, aussi divers que l'alimentaire, la métallurgie, la pharmacie, la médecine, les cosmétiques, l'industrie minière et bien d'autres encore utilisent les propriétés caractéristiques fournies par les tensioactifs.

⁶⁰ LARPENT.C, Tensioactifs, Techniques de l'ingénieur, Traité Constantes physicochimiques, 1995.

⁶¹ Schramm.L, Stasiuk.N and Marangoni.D, Surfactants and their applications, Annual Reports Section C (Physical Chemistry) 99: August 2003, pages 3-48.

Revue bibliographique

IV. Méthodes de caractérisation

IV.1 Spectroscopie

La spectroscopie est un domaine scientifique très vaste rassemble plusieurs techniques d'analyse chimique. Elle étudie les interactions entre les radiations électromagnétiques et les molécules constituantes de la matière. Ce domaine est utilisé pour bien identifier un composé (échantillon inconnu).

IV.2 Spectre spectroscopique ⁽⁶²⁾

Le spectre spectroscopique est la représentation graphique résultant d'une analyse chimique spectroscopique. Il fournit des informations sur l'identité, la structure et les niveaux énergétiques des atomes et des molécules du fait de l'interaction des rayonnements électromagnétiques avec la matière.

IV.3 Techniques d'analyse spectroscopique :

Parmi les techniques spectrales utilisées en laboratoire de Chimie on cite : IR et DRX.

IV.3.1.1 Spectroscopie infrarouge (IR)

IV.3.1.1.1 Définition

C'est une méthode d'analyse qualitative. Elle est utilisée plus beaucoup par les chimistes organiciens pour identifier un échantillon à partir des fonctions organiques observées par le spectre obtenu.

IV.3.1.1.2 Principe ⁽⁶³⁾

La lumière infrarouge est absorbée quand le moment dipolaire oscillant (par suite d'une vibration moléculaire) interagit avec le vecteur oscillant d'un rayon infrarouge. L'énergie de la plus part des vibrations moléculaires correspond avec celle de la région de l'infrarouge du spectre électromagnétique.

Des groupes fonctionnels ont des vibrations de fréquences caractéristiques de ce groupe fonctionnel, dans des régions bien définies de cette rangée. Le fait que beaucoup de ces groupes puissent être identifiés par leur fréquence vibrationnelle caractéristique fait du spectre IR. Le plus simple, le plus rapide et souvent le plus sûr moyen pour assigner un composé à sa classe.

⁶² Professeur Smain Hocine, Méthodes d'Analyse Spectroscopiques en chimie organique, Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou (Avril 2017)

⁶³ Abbas BOUKHARI, SPECTROSCOPIE, Université d'Annaba.

Revue bibliographique

IV.3.1.1.3 Etude des principales bandes caractéristiques ⁽⁶⁴⁾

En spectroscopie IR, les spectres représentent la transmittance (T) en fonction du nombre d'onde (ν). La transmittance est égale au pourcentage de rayonnement ayant traversé la cellule de mesure par rapport au rayonnement incident. Quant au nombre d'onde (exprimé en $[\text{cm}^{-1}]$), il est égal à l'inverse de la longueur d'onde. Pour interpréter un tel spectre, on utilise des tables indiquant les plages d'absorption caractéristiques des différentes fonctions chimiques.

On peut en fait distinguer trois régions principales dans un spectre IR:

(4000-1500 cm^{-1}): Zone des fonctions, c'est dans cette région que se trouvent les pics correspondant aux transitions vibrationnelles d'allongement de la plupart des groupes fonctionnels (R-C-H, R-OH, R-N-H, R-CH=O, R-CO-R, R-COOH,.....)

(1500-1000 cm^{-1}): Empreinte digitale, il s'agit d'une région comportant de nombreux petits pics correspondant aux transitions vibrationnelles de déformation. Cette région est totalement caractéristique de la molécule.

(1000-400 cm^{-1}): Région de faible énergie, on observe surtout des transitions vibrationnelles de déformation hors du plan des liaisons C-H des alcènes et des composés aromatiques. Il s'agit en fait d'une région moins importante que les deux précédentes.

Tableau 3: Fréquences des nombres d'onde de quelques liaisons

Liaison	Nombre d'onde (cm^{-1})
O-H	3200-36200
N-H	3100-3500
C=C	1625-1685
Si-O	994-1026
C-O	1050-1450
C-C	1000-1250
C-Cl	700-800
C-Br	600-750
C-I	500-600
C-H	1365-1385

⁶⁴ Pr HADDED.B, cours de Spectroscopie, 2021, université Docteur Moulay Taher de Saida.

Revue bibliographique

IV.3.1.2 Spectroscopie Diffraction des Rayons X (DRX):

IV.3.1.2.1 Définition ⁽⁶⁵⁾

La diffraction des rayons X est une méthode utilisable permet d'identifier la nature et la structure des produits cristallisés (minéraux, cristaux, argiles...) du fait que leurs atomes sont arrangés selon des plans cristallins spécifiques.

IV.3.1.2.2 Principe ⁽⁶⁶⁾

La diffraction sur poudres est principalement utilisée pour l'identification de phases. C'est une méthode non destructive utilisée pour l'analyse qualitative et quantitative d'échantillons polycristallins. Cette technique est basée sur les interactions de la structure cristalline d'un échantillon avec des radiations de courte longueur d'onde. Lorsque les rayons X entrent en contact avec la matière, plusieurs phénomènes peuvent se produire :

- L'absorption (transformation de l'énergie absorbée en chaleur par la vibration du réseau).
- La transmission, fraction de rayons X qui n'interagit pas avec l'échantillon (utilisée en imagerie).
- La fluorescence, émission d'un rayonnement X secondaire lors de l'excitation du matériau par le rayonnement X incident utilisé pour déterminer la composition chimique des matériaux.
- La diffusion, phénomène consistant en un changement de direction d'une particule ou en l'émission d'un photon à la suite d'une collision avec un électron d'une orbitale atomique. Cette diffusion peut impliquer ou non un changement d'énergie. S'il n'y a pas de changement d'énergie, on parle de diffusion élastique (ou diffusion Rayleigh).

Dans le cas contraire on parlera de diffusion inélastique (ou diffusion Compton).

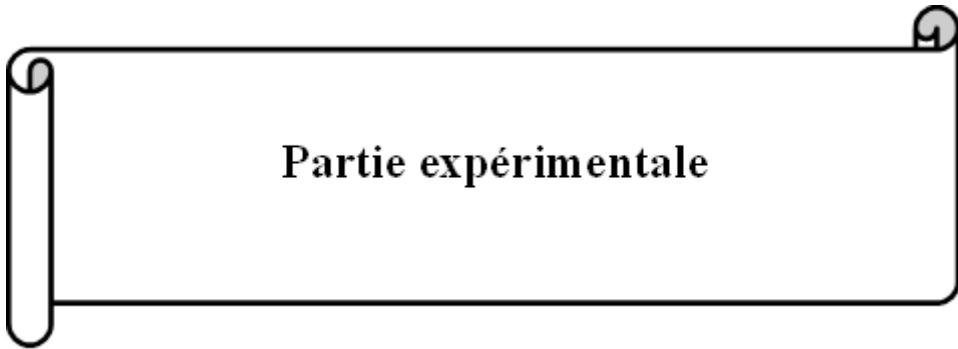
- L'interaction rayons X – matière peut s'expliquer par les équations de Maxwell décrivant le couplage entre les champs électrique et magnétique de l'onde incidente et les charges des électrons et du noyau d'un atome. L'utilisation des rayons X pour l'étude de la

⁶⁵ J.-P. Eberhart. (1989). Analyse structurale et chimique des matériaux. Edition Bordas, Paris, p 614.

⁶⁶ Frédéric SERNA (1), Jean LAGNEAU (1), Jean-Marc CARPENTIER (1), Diffraction des rayons X et Catalyse (1) Centre de Recherches de l'Industrie Belge de la Céramique, Avenue du Gouverneur Emile Cornez, 4, 7000 MONS

Revue bibliographique

matière présente plusieurs avantages, notamment, leurs longueurs d'onde sont du même ordre de grandeur que les distances interatomiques. Lorsque les rayons X atteignent les plans réticulaires des réseaux cristallins, soit ils entrent en contact avec les nuages électroniques des atomes constituant ce plan, soit ils ne rencontrent pas d'obstacle et peuvent continuer jusqu'au plan suivant. Ces plans sont séparés par des distances caractéristiques qui dépendent de la nature du matériau analysé (distances réticulaires). Les interférences des rayons vont être alternativement constructives ou destructives. Selon la direction de l'espace, le flux de photons sera plus ou moins important : ces variations selon les directions forment le phénomène de diffraction X.



Partie expérimentale

Partie Expérimentale

Table des matières de la partie expérimentale

I. INTRODUCTION.....	38
I.1 REACTIFS ET PRODUITS UTILISES :	38
I.2 APPAREILS ET INSTRUMENTS UTILISES :	38
II. PREPARATION DES MATERIAUX.....	39
II.1 PURIFICATION D'ARGILE.....	39
II.1.1 Argile sédimenté (traitement pour éliminer les grosses particules solides).....	39
II.1.2 Argile lavé par HCl (traitement pour la destruction des carbonates).....	39
II.1.3 Argile lavé par H ₂ O ₂ (traitement pour éliminer les impuretés organiques).....	39
II.1.4 Argile lavé par NaCl (traitement d'échange cationique)	39
II.1.5 Argile intercalée par CTAB (intercalation)	39
III. CARACTERISATION DES MATERIAUX	40
III.1 CARACTERISATION DES MATERIAUX PAR SPECTROSCOPIE INFRAROUGE.....	40
III.1.1 Argile de Maghnia.....	40
III.1.1.1 Interprétation des résultats.....	41
III.1.1.2 Interprétation des résultats.....	42
III.1.2 Argile de Saida	42
III.1.2.1 Interprétation des résultats.....	43
III.1.2.2 Interprétation des résultats.....	44
III.2 CARACTERISATION DES MATERIAUX PAR DRX	45
III.2.1 Argile de Maghnia.....	45
III.2.2 Argile de Saida	45
III.2.3 Interprétation des résultats	46
IV. L'ETUDE BACTERIOLOGIE.....	47
IV.1 INTRODUCTION	47
IV.2 LE MATERIEL ET PRODUITS UTILISES.....	47
<input type="checkbox"/> UN VORTEX POUR FAIRE L'HOMOGENEISATION.	47
<input type="checkbox"/> TSE : SOLUTION POUR FAIRE LA DILUTION.	47
<input type="checkbox"/> BCPL : MILIEU DE CULTURE LIQUIDE.....	47
<input type="checkbox"/> EPEI : MILIEU DE CULTURE LIQUIDE.	47
IV.3 ANALYSE PRIMAIRE.....	47
IV.3.1 Dénombrement des coliformes fécaux (Test présomptif)	47
IV.3.1.1 La dilution décimale	47
IV.3.2 Dénombrement des coliformes fécaux (Test confirmatif : Test de Mac Kenzie)	
48	
IV.4 APPLICATION.....	49
IV.4.1 Dénombrement des coliformes fécaux (Test présomptif)	50
IV.4.2 Dénombrement des coliformes fécaux (Test confirmatif : Test de Mac Kenzie)	
51	

Partie Expérimentale

Liste des figures de la partie expérimentale

Figure 1: spectre d'infrarouge pour la montmorillonite brute	40
Figure 2: spectre d'infrarouge pour la montmorillonite sodée.	40
Figure 3: spectre d'infrarouge pour la montmorillonite intercalée.....	41
Figure 4: spectre d'infrarouge pour la Nontronite brute.....	42
Figure 5: spectre d'infrarouge pour Nontronite sodée.....	43
Figure 6: spectre d'infrarouge pour la nontronite intercalée.	44
Figure 7 : spectre de DRX de la Mont-B	45
Figure 8: spectre de DRX de la Nont-B	45
Figure 9: test présomptif de dénombrement des <i>CT</i> dans un milieu liquide.....	48
Figure 10: test confirmatif pour la présence d' <i>E Coli</i>	49
Figure 11: résultat de test d' <i>E Coli</i> après application de Nont-CTAB (absence d'anneau rouge).	52
Figure 12: Résultat de test d' <i>E Coli</i> pour les différents matériaux analysés. (La présence d' <i>E.Coli</i>).....	53

Partie Expérimentale

Liste des tableaux de la partie expérimentale

Tableau 1 : tableau récapitulatif des réactifs utilisés.	38
Tableau 2: les principales bandes caractéristiques d'IR pour Mont-B et Mont-Na.....	41
Tableau 3: les principales bandes caractéristiques d'IR pour Mont-CTAB	41
Tableau 4: les principales bandes caractéristique d'IR pour Nont-B et Nont-Na.....	43
Tableau 5: les principales bandes caractéristiques d'IR pour Nont-CTAB	44
Tableau 6: les principaux pics de DRX de Mont-B et Nont-b.....	45
Tableau 7: résultat de nombre caractéristique pour l'analyse primaire.....	49
Tableau 8: Résultat des nombres caractéristiques pour chaque matériau.	50
Tableau 9: Résultat de nombre plus probable pour chaque matériau	51
Tableau 10: résultats de test d' <i>E Coli</i>	52

Partie Expérimentale

I. Introduction

Cette partie est consacrée à la description de l'ensemble des réactifs, les appareils utilisés et aussi les protocoles expérimentaux avec des résultats obtenus et leurs discussions.

Débutant cette partie par :

- La préparation des matériaux.
- La caractérisation des matériaux préparés utilisant l'IR et DRX et interprétation des résultats obtenus.
- L'étude bactériologique.

I.1 Réactifs et produits utilisés :

Les réactifs et produits utilisés dans les différentes étapes de notre étude sont récapitulés dans le tableau suivant :

Tableau 1 : tableau récapitulatif des réactifs utilisés.

Formule brute de réactifs	Nomenclature de réactifs	Fournisseurs
HCl (38%)	Acide chlorhydrique	Riedel-de Haen
H ₂ O ₂ (10V)	Eau oxygénée	SIGMA-ALDRICH
NaCl (99%)	Chlorure de sodium	BIOCHEM Chemopharma
CTAB (100%)	Bromure de Cétyltriméthylammonium	BIOCHEM Chemopharma

I.2 Appareils et instruments utilisés :

- Balance analytique électronique
- Agitateur magnétique (IKAMAG RCT)
- Centrifugeuse (SIGMA)
- Etuve de séchage

Partie Expérimentale

II. Préparation des matériaux

Ce travail est réalisé au niveau de laboratoire de chimie minérale d'université **Docteur Moulay Taher de Saida**.

II.1 Purification d'argile

II.1.1 Argile sédimenté (traitement pour éliminer les grosses particules solides)

Dans un bécher de 250 ml contenant d'eau distillée et sous agitation, ajoutant progressivement 2,5g d'argile bien broyée. Laisant pendant 90 minutes sous agitation. Après décantation de 24 heures faisant la centrifugation de cette solution et après de récupérer le précipité on le laisse sécher puis le broyé et le tamisé.

II.1.2 Argile lavé par HCl (traitement pour la destruction des carbonates)

Dans un bécher contenant 100 ml de HCl et sous agitation, ajoutant progressivement 2g d'argile sédimenté bien broyé, laissant l'agitation pendant 4 heures à température ambiante. Après centrifugation et lavage jusqu'à l'élimination des chlorures (test de AgNO_3), faisant le broyage après séchage et le tamisé.

II.1.3 Argile lavé par H_2O_2 (traitement pour éliminer les impuretés organiques)

Dans un bécher contenant 100 ml d'eau oxygénée et sous agitation, ajoutant progressivement 2 g d'argile lavé par HCl bien broyé. On laisse pendant 4 heures à température ambiante, après 4 heures d'agitation, à 70°C agitation pendant 30minutes. Après agitation, faisant la centrifugation et lavage jusqu'à l'élimination des chlorures (test de AgNO_3), et broyé après séchage et le tamisé.

II.1.4 Argile lavé par NaCl (traitement d'échange cationique)

Dans un bécher contenant 250 ml de NaCl et sous agitation on ajoute 2g d'argile lavé par H_2O_2 bien broyé progressivement. Laisant l'agitation pendant 2 heures. Après séparation faisant lavage jusqu'à l'élimination totale des chlorures, et broyé après séchage et le tamisé.

II.1.5 Argile intercalée par CTAB (intercalation)

Dans un bécher contenant 100 ml de solution de CTAB et sous agitation, ajoutant progressivement 4g d'argile sodé à température $65-70^\circ\text{C}$ pendant 4 heures. Laisant la solution sous agitation à température ambiante pendant 48 heures. Faisant la centrifugation, le précipité obtenu séché et le broyé et le tamisé.

Partie Expérimentale

Remarque : les deux argiles sont purifiées par les mêmes étapes, sauf que le temps de sédimentation d'argile de Saida est de 30 minutes et le temps de décantation est de 50 minutes.

III. Caractérisation des matériaux

III.1 Caractérisation des matériaux par spectroscopie infrarouge

III.1.1 Argile de Maghnia

Les spectres IR pour la montmorillonite brute, sodée et intercalée sont montrés sur les figures 1, 2 et 3 :

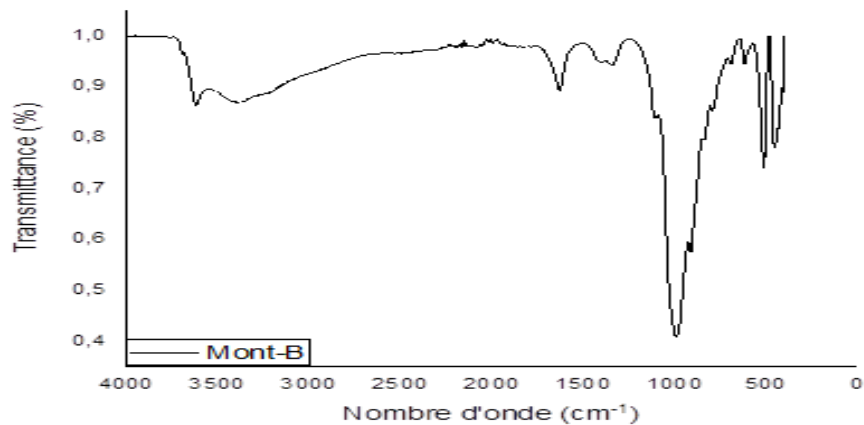


Figure 1: spectre d'infrarouge pour la montmorillonite brute

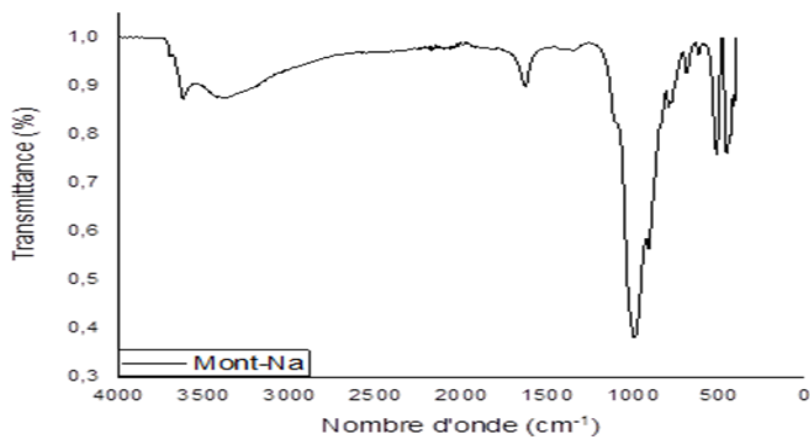


Figure 2: spectre d'infrarouge pour la montmorillonite sodée.

Partie Expérimentale

Tableau 2: les principales bandes caractéristiques d'IR pour Mont-B et Mont-Na.

Nombre d'onde (cm^{-1})	Attribution
992,04	Si-O.
1630,46	O-H
3397,29	O-H
3617,17	Smectite alumineuse

III.1.1.1 Interprétation des résultats

Les figures 1 et 2 représentent les spectres d'infrarouge de la montmorillonite brute et sodée.

- L'apparition d'une bande $992,04 \text{ cm}^{-1}$ caractérise la liaison Si-O.
- À $1630,46 \text{ cm}^{-1}$ une déformation de la liaison O-H. du groupe hydroxyle.
- La bande large due à l'eau interfoliaire à $3397,29 \text{ cm}^{-1}$.
- La bande située à $3617,17 \text{ cm}^{-1}$ due à la Smectite alumineuse.

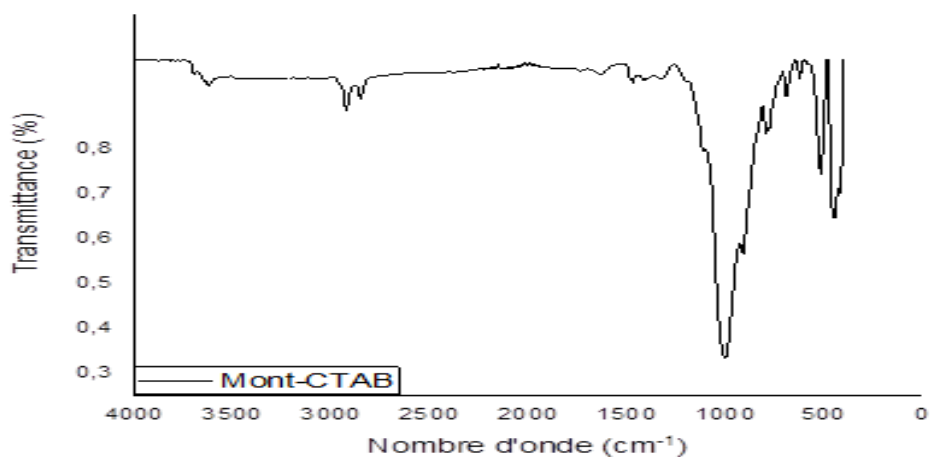


Figure 3: spectre d'infrarouge pour la montmorillonite intercalée.

Tableau 3: les principales bandes caractéristiques d'IR pour Mont-CTAB

Nombre d'onde (cm^{-1})	attribution
1002,86	Si-O
2851,11	$\text{CH}_2\text{-CH}_3$
2923,49	$\text{CH}_3\text{-N}$

Partie Expérimentale

III.1.1.2 Interprétation des résultats

La figure 3 représente le spectre d'infrarouge de la montmorillonite pontée. L'apparition de nouvelles bandes intenses observées à $2851,11 \text{ cm}^{-1}$ due aux vibrations des liaisons $\text{CH}_2\text{-CH}_3$ et à $2923,49 \text{ cm}^{-1}$ caractérise la présence de $\text{CH}_3\text{-N}$. la bande située à $1002,86 \text{ cm}^{-1}$ caractérise la liaison Si-O.

L'apparition de nouvelles indique qu'il y a un changement des propriétés de la surface de l'argile. Donc ce résultat d'IR permet de confirmer que le tensioactif est bien intercalé dans l'espace interlamellaire.

III.1.2 Argile de Saida

Les spectres IR pour la montmorillonite brute, sodé et intercalée sont montres sur les figures 4, 5 et 6 :

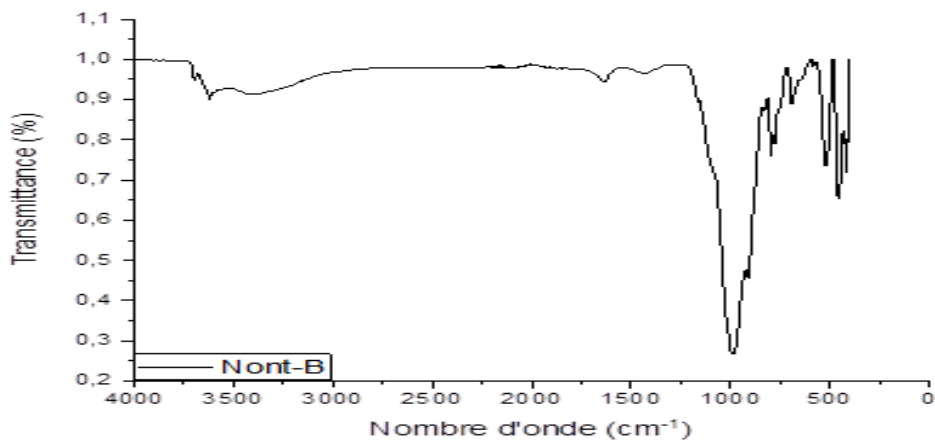


Figure 4: spectre d'infrarouge pour la Nontronite brute.

Partie Expérimentale

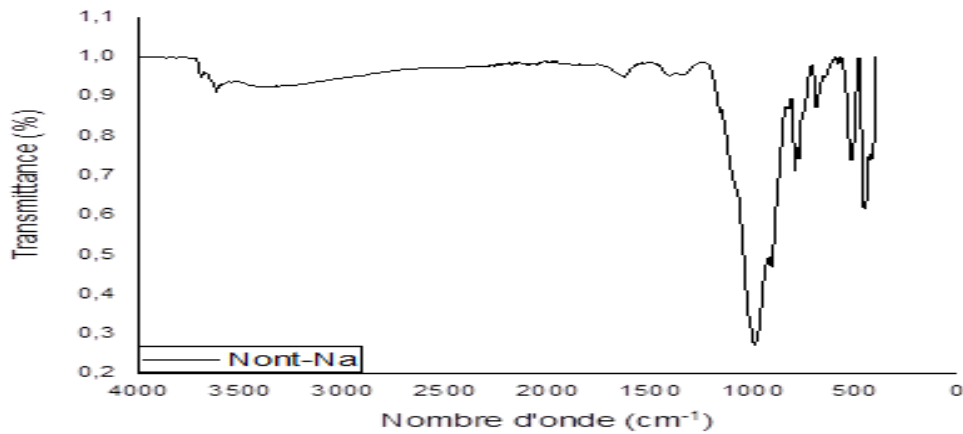


Figure 5: spectre d'infrarouge pour Nontronite sodée.

Tableau 4: les principales bandes caractéristique d'IR pour Nont-B et Nont-Na

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Attribution
994,20	Si-O.
1632,91	O-H
3405,77	O-H
3619,23	Smectite alumineuse

III.1.2.1 Interprétation des résultats

Les figures 4 et 5 représentent les spectres d'infrarouge de la Nontronite brute et sodée.

- L'apparition d'une bande 994,20 cm⁻¹ caractérise la liaison Si-O.
- À 1632,91 cm⁻¹ une déformation de la liaison O-H. du groupe hydroxyle.
- La bande large due à l'eau interfoliaire à 3405,77 cm⁻¹.
- La bande située à 3619,23 cm⁻¹ due à la Smectite alumineuse.

Partie Expérimentale

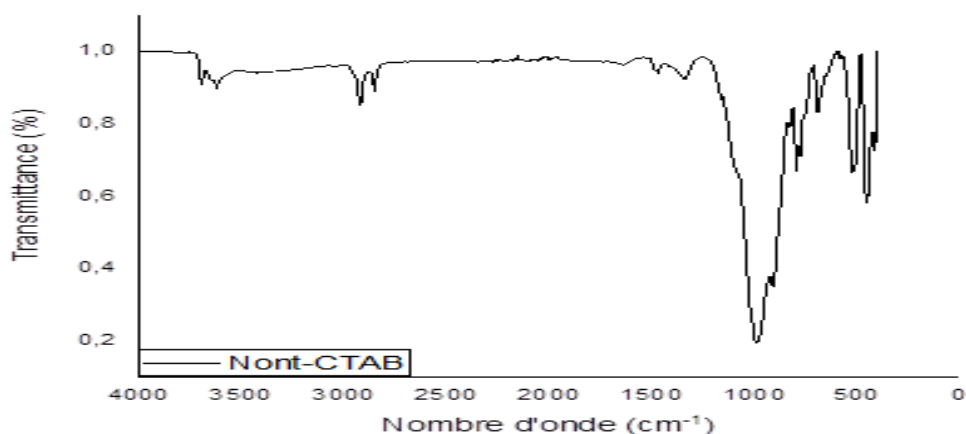


Figure 6: spectre d'infrarouge pour la nontronite intercalée.

Tableau 5: les principales bandes caractéristiques d'IR pour Nont-CTAB

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	attribution
990,99	Si-O
2851,07	CH ₂ -CH ₃
2920,75	CH ₃ -N

III.1.2.2 Interprétation des résultats

La figure 6 représente le spectre d'infrarouge de la nontronite intercalée. L'apparition de nouvelles bandes relatives aux molécules organiques confirme le changement des propriétés de la surface de l'argile. La bande intense entre 2851,07 et 2920,75 cm⁻¹ correspond aux vibrations de valence de la liaison CH₂-CH₃ et aux groupes CH₃-N. La bande située à 990,99 cm⁻¹ caractérise la liaison Si-O.

Donc le résultat d'IR permet de confirmer que le tensioactif est bien intercalé dans l'espace interlamellaire.

Partie Expérimentale

III.2 Caractérisation des matériaux par DRX

III.2.1 Argile de Maghnia

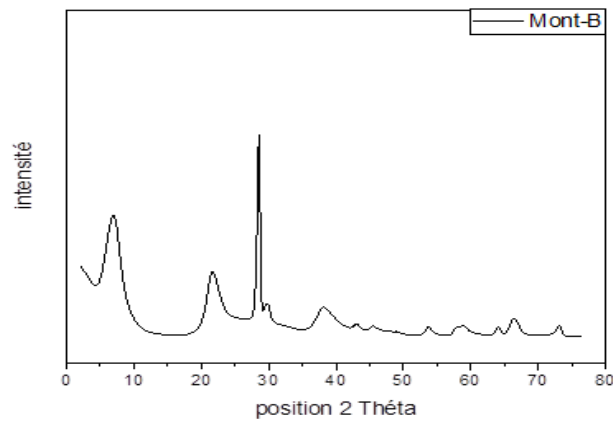


Figure 7 : spectre de DRX de la Mont-B

III.2.2 Argile de Saida

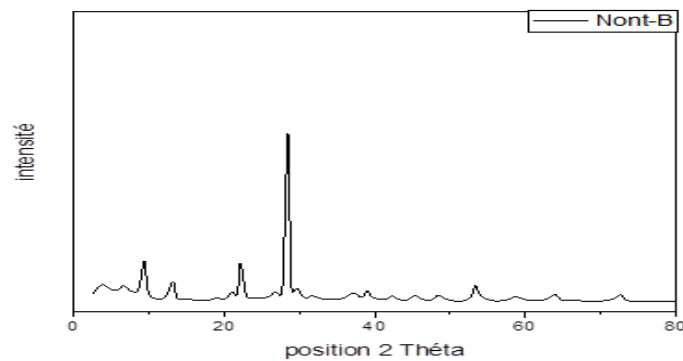


Figure 8: spectre de DRX de la Nont-B

Tableau 6: les principaux pics de DRX de Mont-B et Nont-b

2θ	Attribution
10°	L'illite
14°	La kaolinite
26°	Le quartz
31°	La calcite
32,5°	La dolomite

Partie Expérimentale

III.2.3 Interprétation des résultats

Les impuretés cristallines (minéraux non argileux) se composent principalement de quartz, de dolomite et de calcite la montmorillonite est caractérisée par un pic à $2\theta = 07,25^\circ$ ($d=13,778$ Å) et une série de pics secondaires d'intensité variables.

Comparant avec autres résultats d'analyse minéralogique à titre d'exemple la bentonite de Maghnia:

La bentonite est caractérisée par : un pic situe à $d= 15.037$ Å (001) et trois autres sont à 4.508 Å (110), 2.567 Å (200) et 1.501 Å (060). ⁽¹⁾

Ces diffractogrammes présentent que les minéraux non argileux présents en quantités variables d'un échantillon à l'autre sont essentiellement du quartz avec des réflexions caractéristiques à $d_{001}=3.35$ Å et 4.28 Å, de la calcite ($d_{001}=3.21$ Å), et des feldspaths ($d_{001}=4.06$ Å). ⁽²⁾

¹ A. Bouchet, S. Sammartino, Caractérisation minéralogique de 6 échantillons de minéraux du commerce. Rapport d'analyse ERM 02-173 AB 273, 2002.

² M. Erdemoglu, M. Sarykaya, The effect of grinding on pyrophyllite flotation. Minerals Engineering, 15, 723–725, 2000.

Partie Expérimentale

IV. L'étude bactériologie

IV.1 Introduction

Cette étude est réalisée au niveau de laboratoire de microbiologie de **Centre Universitaire Nour Bachiri D'El-Bayadh**.

La technique d'analyse bactériologique utilisée dans cette étude c'est la fermentation sur tube. Elle est une méthode semi quantitative, base sur des tables statistiques qui donnent le NPP de germes dans un milieu de culture liquide tenant compte du nombre de tubes positifs obtenus dans l'expérience, utilisant 3 tubes par dilution et comparant les résultats a une table statistique : la table de Mac Grady.

IV.2 Le matériel et produits utilisés

- Un vortex pour faire l'homogénéisation.
- TSE : solution pour faire la dilution.
- BCPL : milieu de culture liquide.
- EPEI : milieu de culture liquide.

IV.3 Analyse primaire

IV.3.1 Dénombrement des coliformes fécaux (Test présumptif)

IV.3.1.1 La dilution décimale

Dans un tube contenant 9 ml de TSE ajoutant 1 ml d'échantillon à analyser, noté S_1 faisant l'homogénéisation par Vortex.

Prenant 1 ml de la solution S_1 et versant dans un autre tube contenant 9 ml de TSE, noté S_2 faisant l'homogénéisation par Vortex.

Prenant 1 ml de la solution S_2 et versant dans un autre tube contenant 9 ml de TSE, noté S_3 faisant l'homogénéisation par Vortex.

Prenant un prélèvement de 1 ml de S_1 et l'ajoutant dans un tube de Durham contenant BCPL (milieu de culture) noté tube 1, faisant la même opération avec 2 autres tubes noté successivement 1,2 et 3. Faisant l'homogénéisation avec le chasement du gaz éventuellement présent dans la cloche de Durham puis l'incubation dans une étuve réglée à température 37°C pendant 24 à 48 h.

Partie Expérimentale

Après 24h remarquant que :

- La couleur pourpre devient jaune (changement de pH de milieu 'basique devient acide').
- Dégagement gazeux indique la formation d'acide lactique (La cloche de Durham élevée).
- Une trouble microbienne.

Résultat : Donc l'échantillon contient de *CT*.

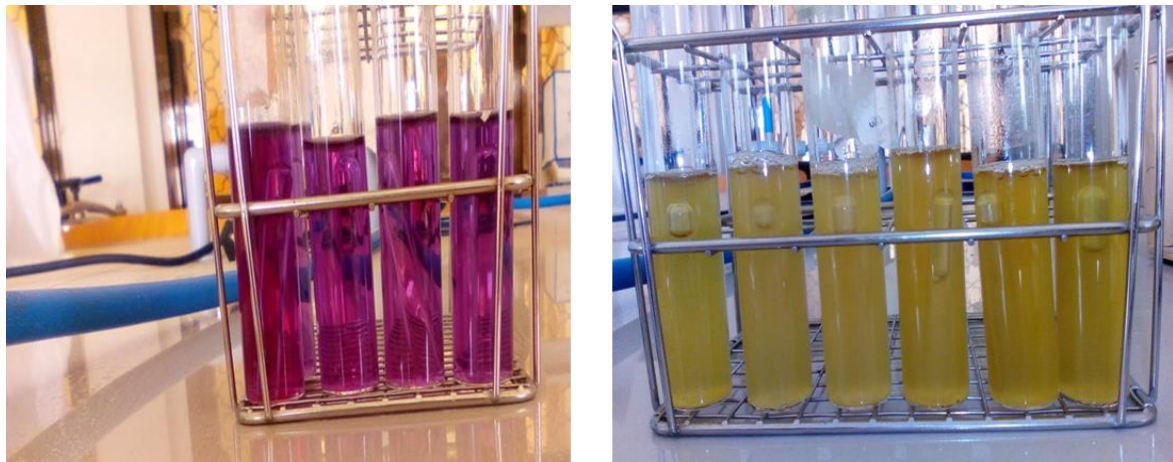


Figure 9: test présomptif de dénombrement des *CT* dans un milieu liquide.

IV.3.2 Dénombrement des coliformes fécaux (Test confirmatif : Test de Mac Kenzie)

A partir des Tubes BCPL positifs, faisant un repiquage à l'aide d'une anse à la fois :

Dans un autre tube de BCPL muni d'une cloche et un tube d'EPEI, chassant le gaz éventuellement présent dans la cloche de Durham, et bien mélanger le milieu et l'inoculum. Faisant l'incubation à 44 °C durant 24h.

Après 24h remarquant que :

La couleur pourpre devient jaune (changement de pH de milieu 'basique devient acide').

Dégagement gazeux indique la formation d'acide lactique (La cloche de Durham élevée).

Une trouble microbienne.

Partie Expérimentale

Ajoutant 2 à 3 gouttes de Kovacs dans les tubes d'EPEI. Remarquant un anneau rouge en surface indiquant la présence d'indole formé par *E Coli*.

Donc l'échantillon contenant des *CT*, *CF* et *E Coli*.

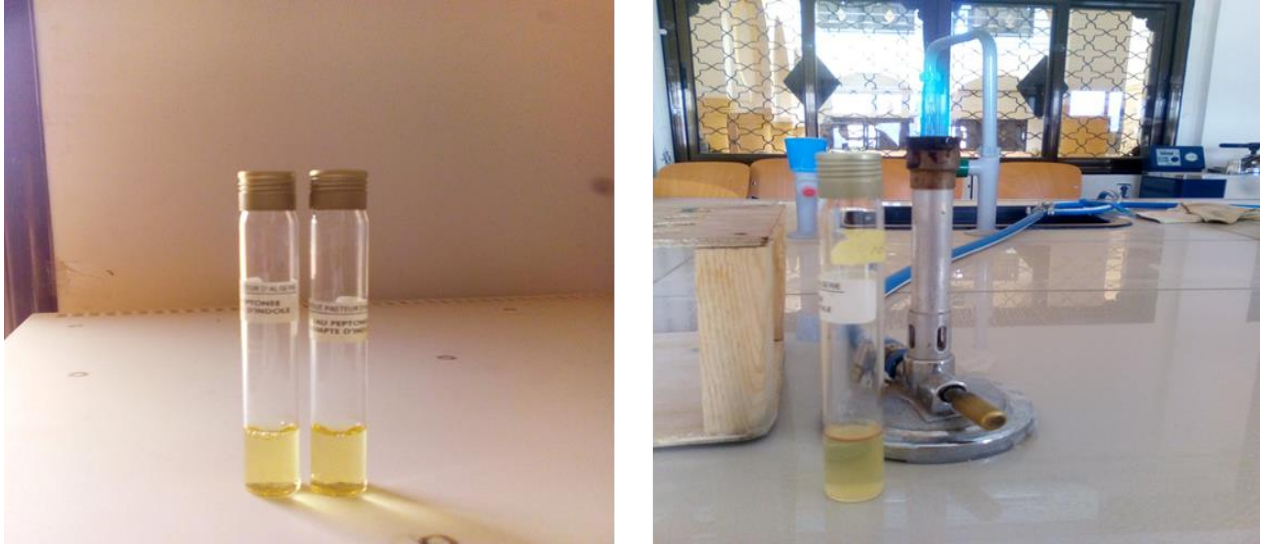


Figure 10: test confirmatif pour la présence d'*E Coli*

Tableau 7: résultat de nombre caractéristique pour l'analyse primaire

Dilutions	La dilution 10^{-1}			La dilution 10^{-2}			La dilution 10^{-3}		
	Tube1	Tube2	Tube3	Tube1	Tube2	Tube3	Tube1	Tube2	Tube3
Résultats									
Chiffre égal à la somme des tubes positifs									
Nombre caractéristique									

Se reporter à la table de Mac Grady pour 3 tubes de dilution afin de trouver le NPP (nombre de cellule /gramme)

IV.4 Application

Prenant 6 tubes contenant 10 ml d'échantillon, ajoutant dans chaque tube 1 g l'un des matériaux suivants respectivement : argile P.S, P.T, S.S, S.T, B.S et B.T et faisant une agitation durant un temps bien défini. Laissant décanter, après faisant la dilution décimale :

Partie Expérimentale

IV.4.1 Dénombrement des coliformes fécaux (Test présomptif)

- Dans un tube ajoutant 5 ml de filtrat, noté S_0 faisant l'homogénéisation par Vortex.
- Prenant 1 ml de la solution S_0 et versant dans un autre tube contenant 9 ml de TSE, noté S_1 , faisant l'homogénéisation par Vortex.
- Prenant 1 ml de la solution S_1 et versant dans un autre tube contenant 9 ml de TSE, noté S_2 faisant l'homogénéisation par Vortex.

Répétant l'opération de dilution pour les 5 tubes restants.

Prenant un prélèvement de S_0 et l'ajoutant dans un tube de Durham contenant BCPL (milieu de culture) noté tube 1, Faisant l'homogénéisation avec vaporisation du gaz éventuellement présent dans la cloche de Durham, répétant l'opération pour 2 autres tubes de Durham et pour les deux autres dilutions. Répétant la même opération pour les 5 tubes restants puis les incuber dans une étuve réglée à température 37°C pendant 24 à 48 h

Après 24h : les résultats obtenus sont résumés dans le tableau suivant :

Tableau 8: Résultat des nombres caractéristiques pour chaque matériau.

Dilutions	10^0			10^{-1}			10^{-2}		
	Tube1	Tube2	Tube3	Tube1	Tube2	Tube3	Tube1	Tube2	Tube3
Nont-CTAB									
Mont-CTAB									
Nont-Na									
Mont-Na									
Nont-B									
Mont-B									

Partie Expérimentale

Avec :

Le – signifie l'absence des coliformes totaux.

Le + signifie qu'il y a un changement de couleur et dégagement gazeux.

Tableau 9: Résultat de nombre plus probable pour chaque matériau

	Nombre de cellules	N (cellule/g)	% de réduction
Nont-CTAB	1,5	150	98,92%
Mont-CTAB	30	3000	78,57%
Nont-Na	110	11000	21,43%
Mont-Na	140	14000	0%
Nont-B	140	14000	0%
Mont-B	140	14000	0%

Pour calculer le NPP en appliquant la relation suivante :

$$N \text{ (cellule/g)} = \text{nombre de cellules} / (V * \text{dilution})$$

Avec :

- Nombres de cellules détectant du tableau de Mac Grady à partir des résultats obtenus
- V : volume pris pour faire le test
- La dilution prise c'est la plus faible dilution parmi les dilutions faites.

IV.4.2 Dénombrement des coliformes fécaux (Test confirmatif : Test de Mac Kenzie)

A partir des Tubes BCPL positifs, faisant un repiquage à l'aide d'une anse à la fois :

Dans un autre tube de BCPL muni d'une cloche et un tube d'EPEI, chassant le gaz éventuellement présent dans la cloche de Durham, et bien mélanger le milieu et l'inoculum.

Faisant l'incubation à 44 °C durant 24h.

Partie Expérimentale

Après 24h remarquant que :

- La couleur pourpre devient jaune (changement de pH de milieu 'basique devient acide').
- Dégagement gazeux indique la formation d'acide lactique (La cloche de Durham élevée).
- Une trouble microbienne.

Test d'*E Coli* : Ajoutant 2 à 3 gouttes de Kovacs dans les tubes d'EPEI, le **tableau 10** résume les résultats obtenus par l'apparition d'un anneau rouge.

Tableau 10: résultats de test d'*E Coli*

Les matériaux	Nont-CTAB	Mont-CTAB	Nont-Na	Mont-Na	Nont-B	Mont-B
Anneau rouge	-	+	+	+	+	+

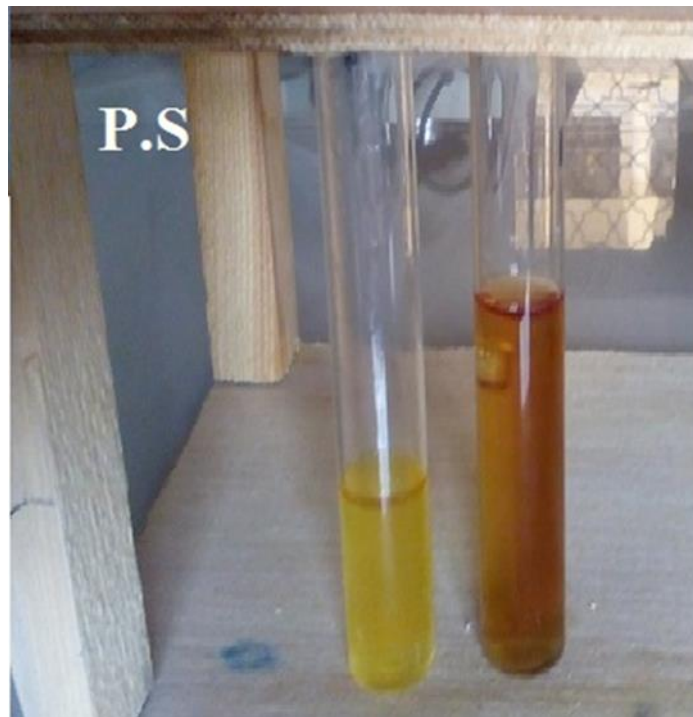
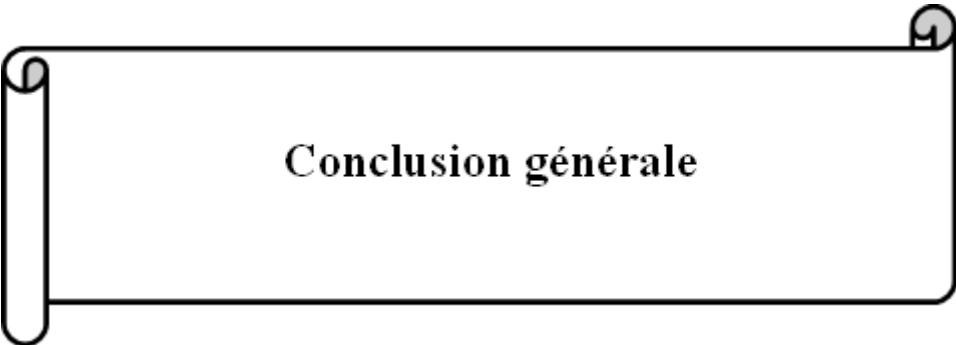


Figure 11: résultat de test d'*E Coli* après application de Nont-CTAB (absence d'anneau rouge).

Partie Expérimentale



Figure 12: Résultat de test d'*E. Coli* pour les différents matériaux analysés. (La présence d'*E. Coli*)



Conclusion générale

Conclusion générale

La contamination des milieux aquatiques diminue la quantité des eaux de bonne qualité. Pour trouver une solution de ce phénomène de dépollution des milieux contaminés, les chercheurs développent des méthodes de décontamination afin d'aboutir des moyens plus efficaces permettant de diminuer la pollution. L'adsorption physique est l'une de ces techniques, l'adsorbant le plus utilisé dernièrement c'est l'argile parce qu'il est un matériau abondant et possède des propriétés spécifique favorisant l'adsorption (méthodes d'échange cationique et modification par pontage ou par intercalation).

La préparation et la modification de nos matériaux argileux (Non-B, Nont-Na, Nont-CTAB, Mont-B, Mont-Na, Mont-CTAB) a été confirmé par spectroscopie IR (apparition d'une bande caractéristique à $2851,11 \text{ cm}^{-1}$ pour la Mont-CTAB, à $2851,07$ pour la Nont-CTAB de $\text{CH}_3\text{-CH}_2$ et $\nu_{\text{C-N}}$ à $2923,49 \text{ cm}^{-1}$ pour la Mont-CTAB, $\nu_{\text{C-N}}$ à $2920,75 \text{ cm}^{-1}$ pour la Nont-CTAB indique le phénomène d'intercalation pour Nont-CTAB et Mont-CTAB) et cela peut être mieux déterminé par DRX.

Afin d'aboutir au but essentiel de ce travail c'est de connaître l'effet bactériologique des matériaux préparés ; les résultats ont montré que la Nont-CTAB a montré une meilleure rétention des microorganismes pathogènes (*CT*, *CF* et *E Coli*), ce dernier a eu un caractère bactéricide via *E.Coli* or la Mont-CTAB présente un effet moindre que la Nont-CTAB.

L'argile de Saida a donné un effet bactériologique vis-à-vis des bactéries pathogènes trouvant dans l'eau tel que (*CT*, *CF* et *E Coli*), donc elle peut être considéré comme un matériau antibactérien pour la dépollution des eaux en général.

Annexe : Tables de Mac Grady pour 3 tubes pour chaque dilution.

3 tubes par dilution					
Nombre caractéristique	Nombre de cellules	Nombre caractéristique	Nombre de cellules	Nombre caractéristique	Nombre de cellules
000	0.0	201	1.4	302	6.5
001	0.3	202	2.0	310	4.5
010	0.3	210	1.5	311	7.5
011	0.6	211	2.0	312	11.5
020	0.6	212	3.0	313	16.0
100	0.4	220	2.0	320	9.5
101	0.7	221	3.0	321	15.0
102	1.1	222	3.5	322	20.0
110	0.7	223	4.0	323	30.0
111	1.1	230	3.0	330	25.0
120	1.1	231	3.5	331	45.0
121	1.5	232	4.0	332	110.0
130	1.6	300	2.5	333	140.0
200	0.9	301	4.0		

Résumé

Dans les dernières années l'environnement est menacé par la pollution et surtout les milieux aquatiques. Plusieurs études sont faites pour trouver des dépolluants permettent de dépolluer ou diminuer la pollution des milieux aquatiques. L'argile est parmi les dépolluants trouvés dernièrement grâce à ses différentes propriétés. Il existe plusieurs types d'argile sont différents dans leurs structures.

Dans cette étude nous avons utilisés la montmorillonite de Tlemcen (Mont) et la nontronite de Saida (Nont). Nous avons commencé par la préparation des matériaux, purification, sodification, et l'intercalation, la caractérisation des matériaux préparés par l'IR et DRX ensuite l'application de ces derniers par rétention des microorganismes pathogènes pour avoir leurs capacités d'adhésion de ces micro-organismes pathogènes par la méthode de fermentation sur tube et dénombrement en utilisant le table de Mac Grady.

Mots clés : montmorillonite, Nontronite, CTAB, activité antibactérienne.

Summary

In recent years, the environment has been threatened by pollution and especially aquatic environments. Several studies have been carried out to find depollutants that can clean up or reduce pollution in aquatic environments. Clay is one of the pollutants found recently due to its different properties. There are several types of clay that are different in their structures.

In this study we used montmorillonite from Tlemcen (Mont) and nontronite from Saida (Nont). We started with the preparation of the materials, purification, sodification, and intercalation, the characterization of the materials prepared by the IR and DRX then the application of the latter by retention of pathogenic microorganisms to have their adhesion capacities of these pathogenic microorganisms by the tube fermentation method and enumeration using the Mac Grady table.

Key words: montmorillonite, Nontronite, CTAB, antibacterial activity.

ملخص

في السنوات الأخيرة ، تعرضت البيئة للتلوث وخاصة البيئات المائية. تم إجراء العديد من الدراسات للعثور على مواد مزيله للتلوث يمكنها تنظيف أو تقليل التلوث في البيئات المائية. الطين هو أحد الملوثات التي تم العثور عليها مؤخرًا بسبب خصائصه المختلفة. هناك عدة أنواع من الطين تختلف في هياكلها.

في هذه الدراسة استخدمنا المونتموريلونيت من تلمسان (مونت) و النونترونيت من سعيدة (نونت). بدأنا بتحضير المواد وتنقيتها وتطهيرها وإقحامها ، وتوصيف المواد المحضرة عن طريق حيود الأشعة تحت الحمراء والأشعة السينية ثم تطبيق هذا الأخير عن طريق الاحتفاظ بالكائنات الحية الدقيقة المسببة للأمراض للحصول على قدرتها على الالتصاق بهذه الكائنات الدقيقة المسببة للأمراض بواسطة طريقة التخمير الأنوبي والتعداد باستخدام جدول MacGrady.

الكلمات المفتاحية: مونتموريلونيت ، نونترونيت، النشاط المضاد للبكتيريا ، CTAB