

*Centre Universitaire Abd Elhafid Boussouf Mila*  
*Département Génie Civil et Hydraulique*



*Mémoire de Fin d'Etudes*  
*En vue de l'obtention du Diplôme de*  
*Master en Hydraulique Urbaine*  
*Thème*

***PRODUCTION D'UN FILTRE D'EAUX***

***POUR LES EAUX URBAINES***

***Réalisé par***

- *BESIR INSAF*
- *BOUHENGUEL ASMA*
- *BOUCHEFIRAT MALAK*
- *FENGHOUR MOKHTAR*
- *GUERRAICHI YOUNES*
- *BOUART ABDESSAMED*

***Devant le Jury:***

- |                          |                                 |                     |
|--------------------------|---------------------------------|---------------------|
| ➤ <i>Mme L.CHEBBAH</i>   | <i>C.U. Abd ElhafidBoussouf</i> | <i>Présidente</i>   |
| ➤ <i>Mr A. MOUSSOUNI</i> | <i>C.U. Abd ElhafidBoussouf</i> | <i>Examineur</i>    |
| ➤ <i>Mme O. BOURAS</i>   | <i>C.U. Abd ElhafidBoussouf</i> | <i>Encadreur</i>    |
| ➤ <i>Mme S. MERZOUKI</i> | <i>C.U. Abd ElhafidBoussouf</i> | <i>Co-encadreur</i> |

*Promotion2022/2023*

## ***Remerciements***

Au début, nous remercions ALLAH le tout puissant qui nous a donné la volonté, la force, la patience, le courage et la santé pour accomplir ce travail.

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au laboratoire pédagogique de département de l'hydraulique du centre universitaire de Mila, sous la direction de Mme BOURAS Ouassila, enseignante au centre universitaire de Mila,

Nous tenons à la remercier pour avoir accepté de nous encadrer, pour sa disponibilité, ses conseils et discussions scientifiques, sa compétence et sa grande patience qui permis la réalisation de ce travail.

Et nous remercions Co-encadreur; Mme MERZOUKI.

Nous Remercions les membres de jury :

Mr MOUSSOUNI et Mme CHABEH.

Nous tenons à remercier tous les personnes du département d'Hydraulique Qui ont contribués directement ou indirectement à l'aboutissement de ce Travail et en particulier nos enseignants.

Nous tenons également à remercier toutes les personnes qui nous ont aidés directement ou indirectement, même si un petit mot gentil nous encourage à mettre en œuvre et après enter ce travail.

Au final, nous n'oublions pas ceux qui nous ont amenés là où nous sommes :nos familles en générale nos parents en particulier

## *Dédicace*

*Moi BESIR INSAF*

*Je dédie ce mémoire:*

*A mes parents : Salim , Radia*

*Mes sœurs: Amani, Aridj,Aya*

*Mon frère :AbdAl-Rahim*

*Mes amies: Chems elhouda ,Ahlam, Hind,*

*Bouchra.Baj,Bouchra.Bich,Aya,Farah*

*A toutes ma famille : Besir ,Touil*

*Mes partenaires du travail*

*Et à l'ensemble de mes camarades.*

*Dédicace*

*Moi BOUHENGUELASMA*

*Je dédie ce mémoire à mes chers parents qui ont été toujours  
à mes côtés et  
m'ont toujours soutenu tout au long de ces longues années  
d'études .En signe de reconnaissance, qu'ils trouvent ici,  
l'expression de ma profonde gratitude pour tout ce  
qu'ils ont consenti d'efforts et de moyens pour me voir réussir  
dans mes études.*

*A toute ma famille Et*

*A toutes mes amies*

*Et A toutes les personnes qui me connaissent, m'aiment et me  
souhaitent bonne chances.*

*Dédicace*

*Moi Mokhtar*

*Fenghour On dédie ce  
mémoire*

*A mes chers parents ma mère Malika et mon père Smaine  
Pour leur patience, leur amour, leur soutien et leurs  
Encouragements.*

*A mon seul frère Mustafa spécialement, A mes sœurs  
Ilham ;Houda*

*A tous les enfants de ma famille*

*Ryene, Israa, Abderahmen,Dawood, AlaaErahmen,Sarah  
, Chehed ,Besma ,Hadjer ,Tasnime ,Yassmine, Raid*

*A tous mes amis et mes camarades.*

*Sans oublier tout les professeurs que ce soit  
du primaire ,du moyen ,du secondaire ou de  
l'enseignement supérieur.*

*Dédicace*

*Moi Guerraichi*

*Younes On dédie ce  
mémoire*

*A mes chers parents spécialement ma mère Nadia*

*et mon père Abdelmalek*

*Pour leur patience, leur amour, leur soutien et leurs*

*Encouragements*

*A mon seul frère Oussama ,A mes sœurs*

*Marwa Fatima Zahra*

*A mon petit-neveu Mohamed Zakaria*

*A tous mes amis et mes camarades.*

*A mon oncle Adel*

*A mes collègues qui m'ont aidé Aimad ,Soufian et*

*Djouheina*

*Sans oublier tout les professeurs que ce soit*

*du primaire ,du moyen ,du secondaire ou de*

*l'enseignement supérieur.*

## *Dédicaces*

*Moi BOUARTABDESSAMED*

*Je tiens C'est avec grande plaisir que je dédie ce modeste travail:*

*À l'être le plus cher de ma vie ,ma mère.*

*À ce lui qui m'a fait de moi un homme ,mon père.*

*A Mon cher Frères Aymen et ma Sœur.*

*A mes très chers cousins Islam et Nizar*

*A Le petit enfant Mohamed Kinan*

*Et spécialement A mon cher ami Said*

*À tous mes amis de promotion de 2<sup>o</sup> année Master CE en*

*Hydraulique*

*A toute personne qui occupe une place dans mon cœur.*

*À tous les membres de ma famille*

*Et je dédie ce travail à tous ceux qui ont participé à ma réussite*

## **Résumé:**

*Les filtres d'eau, notamment les adoucisseurs d'eau, sont très importants pour réduire la dureté de l'eau. Le processus chimique effectué dans l'adoucisseur d'eau est appelé l'échange ionique.*

*L'échange d'ions s'effectue en faisant passer l'eau dure à travers un lit de résine chargée de sodium. Lorsque l'eau traverse la résine, les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  restent attachés à la résine, tandis que l'eau est modifiée par le sodium.*

*Dans cette étude, nous présentons les propriétés chimiques et physiques de cette résine cationique, ainsi que sa méthode de régénération et ses utilisations. Sur la base des résultats obtenus, nous observons que la capacité d'échange obtenue lors de l'utilisation des ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  est plus élevée que lors de l'utilisation des ions  $\text{Na}^+$ . Cette différence s'explique par le nombre d'équivalents d'ions  $\text{H}^+$  libérés lorsque la résine entre en contact avec les solutions de  $\text{CaCl}_2$  (ou  $\text{MgCl}_2$ ), supérieur à ceux libérés dans le cas du  $\text{NaCl}$ . En effet, la résine a une plus grande affinité pour les ions divalents que pour les ions monovalents.*

**MOTS CLÉS:** *Échange d'ions, capacité d'échange, résine, régénération, adoucissement.*



## **ABSTRACT:**

*Water filters (water softeners) are very important to reduce water hardness. The chemical process that takes place in a water softener is called ion exchange.*

*As the water passes through the resin,  $\text{Ca}^{+2}$  and  $\text{Mg}^{+2}$  ions remain attached to their sin, while the water becomes changed with sodium. In this study, we present the chemical and physical properties of this resin, along with its regeneration technique and applications.*

*Based on the obtained results, we observe that the exchange capacity achieved when using  $\text{Ca}^{2+}$  and  $\text{Mg}^{2+}$  ions is higher than when using Na ions. This difference is explained by the number of equivalents of  $\text{H}^{+}$  ions released when there sin comes into contact with the  $\text{CaCl}_2$  (or  $\text{MgCl}_2$ ) solutions, which is higher than those released in the case of NaCl. This is because the resin has a greater affinity for divalent ions than for monovalent ions.*

**KEYWORDS** : *Ion exchange, exchange capacity, resin, regeneration, softening*

## تلخيص

تعد فلاتر المياه، وخاصة أجهزة تنقية المياه من بين اهم العمليات للتخلص من الترسبات الجيرية الموجودة في الماء. الكالسيوم والمغنيسيوم والتي هي أصل الحجر الجيري، وتسمى بالمعادن "الصلبة" والتي تكون ضعيفة الذوبان في الماء. الهدف هو التقاط هذه المعادن و إزالتها.

تسمى هذه العملية الكيميائية التي تتم في منقي الماء بالتبادل الأيوني. يتم التبادل الأيوني عن طريق تمرير الماء العسر عبر طبقة من الراتنج المشحون بالصوديوم. عندما يمر الماء عبر الراتنج، تظل أيونات الكالسيوم والمغنيزيوم متصلة بالراتنج، بينما يتم تعديل الماء بواسطة الصوديوم.

في هذه الدراسة، نعرض الخصائص الكيميائية و الفيزيائية لهذا الراتنج، وكذلك تقنية تجديده وتطبيقاتها. وبناء على النتائج التي تم الحصول عليها، نلاحظ أن سعة التبادل التي تم الحصول عليها عند استخدام ايونات الكالسيوم والمغنيزيوم اعلى منها عند استخدام ايونات الصوديوم.

يتم تفسير هذا الاختلاف من خلال عدد مكافئات ايونات الهيدروجين التي يتم اطلاقها عندما يتلامس الراتنج مع محاليل كلوريد الكالسيوم وكلوريد المغنيزيوم

هي اعلى من تلك التي يتم اطلاقها في حالة تلامسها مع محلول كلوريد الصوديوم . في الواقع، الراتنج لديه تقارب اكبر للأيونات احادية التكافؤ .

**الكلمات المفتاحية:** التبادل الأيوني، القدرة التبادلية، الراتنج، التجدد.

## *Table des matières*

<i>Remerciements</i> .....	<i>i</i>
<i>Dédicaces</i> .....	<i>ii</i>
<i>Résumé</i> .....	<i>vii</i>
<i>Abstract</i> .....	<i>viii</i>
<i>Table des matières</i> .....	<i>x</i>
<i>Liste des notions et abréviations</i> .....	<i>xiii</i>
<i>Liste des figures</i> .....	<i>xv</i>
<i>Liste des tableaux</i> .....	<i>xvi</i>
<b>INTRODUCTION GÉNÉRALE</b> .....	<b>1</b>
<b>1 GÉNÉRALITÉS SUR LES RÉSINES ÉCHANGEUSES D'IONS</b> .....	<b>3</b>
<b>1.1 Généralité sur les résines échangeuses d'ions</b> .....	<b>4</b>
<b>1.1.1 Historique</b> .....	<b>4</b>
<b>1.1.2 Principes et définitions</b> .....	<b>5</b>
<b>1.1.3 Structures des divers types des résines</b> .....	<b>6</b>
<b>1.1.3.1 Divers types de matrices</b> .....	<b>7</b>
<b>1.1.3.2 Groupes fonctionnels</b> .....	<b>8</b>
<b>1.1.3.3 Résines adsorbantes</b> .....	<b>9</b>
<b>1.1.4 Nature des échangeurs d'ions</b> .....	<b>9</b>
<b>1.2 Propriétés physiques et chimiques des résines</b> .....	<b>10</b>
<b>1.2.1 Propriétés chimiques</b> .....	<b>10</b>
<b>1.2.1.1 Stabilité des résines</b> .....	<b>10</b>
<b>1.2.1.2 Capacité d'échange</b> .....	<b>11</b>
<b>1.2.1.3 Gonflement de la résine</b> .....	<b>12</b>
<b>1.2.1.4 Résistance au séchage</b> .....	<b>12</b>
<b>1.2.1.5 Rendement et le taux de régénération</b> .....	<b>12</b>

1.2.1.6	Rétention d'humidité .....	13
1.2.1.7	Sélectivité des résines.....	13
1.2.2	Propriétés physiques .....	13
1.2.2.1	Densité.....	13
1.2.2.1	Granulométrie .....	13
1.3	Régénération des résines.....	14
1.3.1.1	Description d'une colonne d'échange d'ions .....	14
1.3.1.2	Description du cycle complet de l'échange d'ions .....	14
1.3.3	Types de régénérations des résines.....	15
1.3.3.1	Régénération à co-courant.....	15
1.3.3.2	Régénération à contre-courant .....	15
2	ETUDE PHYSICO-CHEMIE DE LA RESINE Amberlite IR 120 .....	17
2.1	Détermination de la capacité d'échange.....	18
2.1.1	Préparation des solutions.....	18
2.1.2	Préparation d'une solution du chlorure de sodium NaCl (0.1N).....	18
2.1.3	Préparation d'une solution d'hydroxyde de sodium NaOH (0.1N) .....	18
2.1.4	Préparation d'une solution du chlorure de calcium CaCl <sub>2</sub> (0.1N).....	18
2.1.5	Préparation d'une solution du chlorure de Magnésium MgCl <sub>2</sub> (0.1N).....	19
2.1.6	Préparation d'une solution d'acide chlorhydrique HCl(5%) .....	19
2.2	Régénération de la résine cationique.....	20
2.2.a)	Identification de la résine Amberlite IR120.....	20
2.2.b)	Appareillage spécial .....	20
2.2.c)	Régénération de la résine.....	20
2.2.d)	Détermination de la capacité statique .....	21
2.2.e)	Capacité dynamique.....	24

2.3 Taux d'humidité.....	28
3. REALISATION DU FILTRE D'EAU «Aguasix» A BASE DE LA RESINE L'AMBERLITE IR120 .....	29
3. REALISATION DU FILTRE D'EAU «Aguasix» ... ..	30
3.1 Fiche technique du filtre d'eau Aguasix .....	30
3.2 Rôle de chaque composant du filtre Aguasix .....	32
3.3 Réalisation du filtre Aguasix.....	32
3.4 Fonctionnement de l'adoucisseur Aguasix.....	33
3.5 Efficacité du filtre Aguasix anticalcaire.....	34
3.5.1 Détermination de la dureté de l'eau dure.....	34
3.5.1.1 Principe et définition.....	34
3.5.1.2 Matériel et réactifs .....	34
3.5.1.3 Mode d'opérateur .....	35
3.5.2 Détermination de la dureté de l'eau traitée.....	36
3.6 Résultats et Interprétation... ..	37
CONCLUSION GÉNÉRALE.....	38
LES RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....	39

## ***Liste des notions et abréviations:***

<b><i>H<sup>+</sup></i></b>	<i>: ion hydrogène</i>
<b><i>SO<sub>3</sub>H</i></b>	<i>: acide sulfonique</i>
<b><i>NaCl</i></b>	<i>: le chlorure de sodium</i>
<b><i>AgNO<sub>3</sub></i></b>	<i>: le nitrate d'argent</i>
<b><i>AgCl</i></b>	<i>: chlorure d'argent</i>
<b><i>Met M'</i></b>	<i>: deux ions différents</i>
<b><i>OH<sup>-</sup></i></b>	<i>: ion hydroxyde</i>
<b><i>R</i></b>	<i>: le noyau organique</i>
<b><i>H</i></b>	<i>: le radical hydrogène</i>
<b><i>SO<sub>3</sub></i></b>	<i>: trioxyde de soufre</i>
<b><i>Ph</i></b>	<i>: potentiel hydrogène</i>
<b><i>DVB</i></b>	<i>: di vinylbenzène.</i>
<b><i>NaOH</i></b>	<i>: l'hydroxyde de sodium</i>
<b><i>H<sub>2</sub>O</i></b>	<i>: molécule d'eau</i>
<b><i>HCl</i></b>	<i>: chlorure d'hydrogène</i>
<b><i>CH<sub>2</sub>ClOCH<sub>3</sub></i></b>	<i>: chlorométhyléther</i>
<b><i>AlCl<sub>3</sub></i></b>	<i>: chlorure d'aluminium</i>
<b><i>SnCl<sub>4</sub></i></b>	<i>: chlorure d'étain</i>
<b><i>H<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub></i></b>	<i>: l'acide chromique</i>
<b><i>H<sub>2</sub>O<sub>2</sub></i></b>	<i>: peroxyde d'hydrogène</i>
<b><i>HNO<sub>3</sub></i></b>	<i>: l'acide nitrique</i>
<b><i>Rd</i></b>	<i>: rendement de la régénération</i>
<b><i>H</i></b>	<i>: l'humidité</i>

<b><i>ms</i></b>	<i>: matière sèche</i>
<b><i>Li<sup>+</sup></i></b>	<i>: lithium</i>
<b><i>Cs<sup>+</sup></i></b>	<i>: ion de césium</i>
<b><i>K<sup>+</sup></i></b>	<i>: ion potassium</i>
<b><i>Al<sup>+</sup></i></b>	<i>: ion Aluminium</i>
<b><i>Ag<sup>+</sup></i></b>	<i>: ion d'argent</i>
<b><i>Ca<sup>+</sup></i></b>	<i>: ion de calcium</i>
<b><i>Na<sup>+</sup></i></b>	<i>: ion de sodium</i>
<b><i>Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub></i></b>	<i>: le carbonate de soude</i>
<b><i>NH<sub>3</sub></i></b>	<i>: l'ammoniaque gazeuse</i>
<b><i>NH<sub>4</sub>OH</i></b>	<i>: l'ammoniaque hydratée</i>
<b><i>IR-120</i></b>	<i>: la résine industrielle amberlite</i>
<b><i>CE</i></b>	<i>: capacité échange</i>
<b><i>Cp</i></b>	<i>: capacité–masse</i>
<b><i>Cv</i></b>	<i>: capacité volume</i>
<b><i>BBT</i></b>	<i>: bleu de bromothymol</i>
<b><i>Cs</i></b>	<i>: la capacité statique</i>
<b><i>Mg</i></b>	<i>: magnésium</i>
<b><i>Cdy</i></b>	<i>: capacité dynamique</i>
<b><i>h(%)</i></b>	<i>: taux humidité</i>
<b><i>EDTA</i></b>	<i>: acide éthylène diamine tétra-acétique</i>
<b><i>NET</i></b>	<i>: noire ériochrome</i>
<b><i>TH</i></b>	<i>: le titre hydrotimétrique</i>

## **Liste des figures:**

<b>Figure(1.1):</b> Structure d'une résine granulaire.....	6
<b>Figure(1.2):</b> Structure de divers types des matrices.....	7
<b>Figure(1.3):</b> Structure des résines polystyrénique.....	10
<b>Figure(2.1):</b> la régénération de la résine cationique... ..	21
<b>Figure (2.2):</b> Montage de dosage .....	21
<b>Figure (2.3):</b> Montage de dosage .....	24
<b>Figure (2.4):</b> représente la concentration d'ions $H^+$ , en fonction du volume percolé( $NaCl$ ).....	27
<b>Figure (2.5):</b> représente la concentration d'ions $H^+$ , en fonction du volume percolé( $CaCl_2$ ).....	27
<b>Figure (2.6):</b> représente la concentration d'ions $H^+$ , en fonction du volume percolé( $MgCl_2$ ) .....	27
<b>Figure(3.1):</b> Réalisation du filtre Aquasix.....	34
<b>Figure(3.2):</b> Image3DdufiltreAquasix .....	33
<b>Figure(3.3):</b> Montage de dosage .....	35



## **Liste des tableaux:**

<b>Tableau(1.1):</b> La quantité de régénérant des diverses résines.....	16
<b>Tableau(2.1):</b> Représente les résultats expérimentaux.....	22
<b>Tableau(2.2):</b> Représente les résultats expérimentaux $\text{CaCl}_2$ .....	23
<b>Tableau(2.3):</b> Représente les résultats expérimentaux $\text{MgCl}_2$ .....	23
<b>Tableau(2.4):</b> valeurs de capacités dynamiques(les trois sels).....	25
<b>Tableau(2.5):</b> les résultats expérimentaux.....	26
<b>Tableau (2.6):</b> Résultats expérimentaux représentent le taux d'humidité des résines.....	28
<b>Tableau(3.1):</b> Fiche technique du filtre Aquasix.....	30
<b>Tableau(3.2):</b> Rôles des composant du filtre Aquasix.....	32
<b>Tableau (3.3):</b> les résultats réalisés .....	36
<b>Tableau (3.4):</b> les résultats expérimentaux .....	36

---

# INTRODUCTION GÉNÉRALE

---

## **Introduction:**

L'échange d'ions est un procédé dans lequel les ions contenus dans une solution (par exemple : les cations) sont éliminés de cette solution par adsorption sur un matériau solide (résine échangeuse d'ions), pour être remplacés par une quantité équivalente d'autres ions de même charge émise par le solide. Les ions de charge opposée ne sont pas affectés.

Les résines échangeuses d'ions sont utilisées dans de nombreuses applications de traitement de l'eau. Parmi ces applications : l'adoucissement et la déminéralisation de l'eau.

## **Contexte et Problématique:**

Les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  source de calcaire sont des minéraux durs et peu solubles dans l'eau. Aujourd'hui, la technologie dite propre, propose des moyens en complément aux procédés d'épurations, ils s'appellent techniques d'échanges d'ions (les résines échangeuses d'ions). Ces techniques permettent de réduire les concentrations en  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  en eau dure.

## **Objectifs:**

Aujourd'hui les résines sont utilisées pour le traitement des eaux industrielles et domestiques sous forme de filtres ou des adoucisseurs anticalcaire. Cela explique l'intérêt de nombreux fabricants, à travers le monde, à étudier ces matériaux responsables de ce phénomène (l'échange ionique).

**Organisation du mémoire:**

Le mémoire contient les chapitres suivant:

**Chapitre 1:** SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE SUR LES RESINES ECHANGEUSES

les principaux fondamentaux et les caractéristiques des résines échangeuses d'ions.

**Chapitre 2 :** ETUDE PHYSICO-CHIMIQUE LA RESINE l'Amberlite IR 120.

Nous avons effectué la mise en œuvre de la résine industrielle

**Chapitre 3:** LA REALISATION D'UN FILTRE D'EAU A BASE DELARESINE L'AMBERLITE IR 120». Nous présentons les composants du filtre et leur l'efficacité dans une très court chapitre, nous discutons les résultats obtenus, et en fin une conclusion générale.

# 1

---

## **GENERALITES SUR LES RESINES ECHANGEUSES D'IONS**

---

*L'existence des phénomènes d'échange d'ions est connue depuis le milieu du XX<sup>e</sup> siècle, mais leur application pratique à des fins industrielles ne date que des premières années du XX<sup>e</sup> siècle, Bien avant le début de l'ère industrielle, l'homme savait utiliser le principe de l'échange d'ions pour dessaler l'eau ou neutraliser certaines substances toxiques dissoutes dans celle-ci. Cela explique l'intérêt par de nombreux chercheurs à travers le monde à l'étude des matériaux responsable de ce phénomène*

---

## 1.1 Généralité sur les résines échangeuses d'ions:

### 1.1.1 Historique:

L'échange d'ions est un procédé dans lequel un ion est retiré d'une solution par un adsorbant solide et remplacé par un autre de la même charge. Dès 1850, les premières publications sur les réactions d'échange d'ions avec des solides ont concerné des matériaux inorganiques. Thomson et Way remarquent que du sulfate d'ammonium, après percolation à travers un tube rempli de terre, se transformait en sulfate de calcium. En 1905, Gans réussit à adoucir l'eau industriellement pour la première fois, en la faisant passer sur un aluminosilicate de sodium, celui-ci pouvait être régénéré avec une solution de chlorure de sodium. Ces échangeurs minéraux sont des composés à structures «lacunaire» ou «lamellaire». Malheureusement ces produits minéraux se décomposent en solution acide qui les a interdits l'usage pour l'échange de proton. En outre, on ne trouvait pratiquement pas des échangeurs minéraux anioniques [1-4].

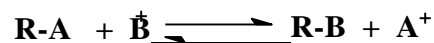
Deux ans plus tard, aux États-Unis, le belge Léo Baekeland fit l'étude systématique de la polycondensation du phénol et du formol en fonction du pH et du rapport molaire des deux réactifs. Après Follin et Cloche, d'abord appliqués une zéolite synthétique pour la collection et la séparation de l'ammoniaque à partir de l'urine en 1917. En 1935, Lidkbeeht et Smit découvrirent que certains charbons pouvaient être sulfonés pour donner un échangeur de cations insoluble, capable d'échanger les ions  $H^+$ . Cette propriété est due à un groupement  $-SO_3H$  résultant de la sulfonation. Par ailleurs, Adams et Holmes, inventèrent les premiers échangeurs de cations et d'anions synthétiques, produits de la polycondensation du phénol avec du formaldéhyde d'une part, et avec une polyamine d'autre part. En 1944, D'alelior réussit à découvrir la première résine à base de polystyrène, deux ans plus tard, McBurney produisit les échangeurs d'anions correspondant par chlorométhylation et amination du même type de squelette. Les échangeurs d'anions connus jusqu'à alors étaient faiblement basiques et ne fixaient que les acides minéraux, les nouvelles résines produites selon le procédé de McBurney, de plus fort basiques permirent l'adsorption des acides faibles tels que le dioxyde de carbone ou les acides aminés. Entre 1970-1972, un nouveau type de résine échangeuse d'anions à squelette polyacrylique apparut sur le marché, ces produits ont une très bonne stabilité mécanique due à l'élasticité du polymère. Aujourd'hui les résines organiques de synthèse sont utilisées pour le traitement de l'eau industrielle et domestique, dans les applications alimentaires et pharmaceutiques, comme catalyseur dans différents procédés industriels, etc.

D'ailleurs, la technologie de fabrications des résines a atteint une certaine maturité, l'effort des fabricants porte , maintenant , sur davantage stabilité des résines et sur l'uniformité de leur distribution granulométrie que sur la recherche de nouveaux polymères ou de groupes fonctionnels inédits. [5,6,7]

### 1.1.2 Principes et Définitions :

L'échange d'ions est un procédé dans lequel les ions contenus dans une solution (par exemple : les cations) sont éliminés de cette solution par adsorption sur un matériau solide (l'échangeur d'ions), pour être remplacés par une quantité équivalente d'autres ions de même charge émise par le solide. Les ions de charge opposée ne sont pas affectés.

Les réactions d'échange sont réversibles et sélectives : avec R le squelette de la résine



Cette technique permet de modifier la composition ionique du liquide objet de traitement, sans modification du nombre de charge existant dans ce liquide avant l'échange [3.6].

La différence entre le procédé d'échange d'ions et les réactions classiques :

✚ Dans les réactions classiques les corps mis en présence disparaissent pour être remplacés par d'autres ayant des propriétés fondamentalement différentes [8], par exemple : les précipitations entre le chlorure de sodium  $\text{NaCl}$ , et le nitrate d'argent  $\text{AgNO}_3$ , la réaction s'écrit :



Précipite blanc ↙

La réaction se déroule entre quatre ions , deux d'entre eux peuvent associer pour former une molécule insoluble (  $\text{AgCl}$  chlorure d'argent), elle est précédée du changement de l'état physique des deux sels solides qu'on met en solution. [4]

✚ Dans le procédé l'échange d'ions la réaction se déroule entre deux phases non miscible si on appelle M et M' deux ions différents, la réaction s'écrit :

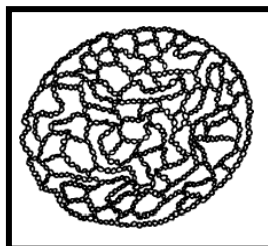


Elle a pour résultat de remplacer un ion M en solution par un autre M' introduit par un solide qu'on appelle échangeur [4]. Ceci support de la réaction, ne subit aucune modification de sa structure et les concentrations ioniques de la solution traitée reste identique avant et après la réaction d'échange. Il en résulte que, pour être défini comme échangeur ionique un corps doit donc :

- Posséder dans sa structure des éléments cationiques /ou anioniques permutables.

- Echanger ces éléments permutable sans aucune modification de sa structure physique
- Etre rigoureusement insoluble dans l'eau.

En outre, les éléments fixés au cours d'une première permutation doivent pouvoir être éliminés à leur tour et remplacés par les éléments initiaux, phénomène qui constitue la régénération. [8]



**Figure (1.1):** Structure d'une résine granulaire. [8]

En outre, les éléments fixés au cours d'une première permutation, doivent être éliminés à leur tour et remplacés par les éléments initiaux. Ce phénomène constitue la régénération. [9,10]

### 1.1.3 Structures des divers types d'échangeurs d'ions :

Tout échangeur d'ion, comporte deux parties qui sont: les groupes fonctionnels (ils sont toujours monovalents), qui lui confèrent ces propriétés et la matrice sur laquelle ces derniers sont greffés. [11,12]

La plupart des résines échangeuses d'ions courantes reposent sur un polystyrène réticulé. Les sites d'échanges des ions se forment après polymérisation. De plus, dans le cas du polystyrène, la réticulation est réalisée par copolymérisation du styrène avec quelques pourcents de divinylbenzène. La réticulation a pour effet de réduire à la fois la capacité et la vitesse d'échange des ions mais accroît leur résistance mécanique. La taille des billes influence également les paramètres des résines : plus ces billes sont petites, plus leur surface spécifique est élevée ; des billes trop petites peuvent cependant augmenter significativement la perte de charge dans les procédés en colonne [13,7,14]

### 1.1.3.1 Divers types de matrices :

#### a) Matrice polystyrénique:

La structure et la porosité du squelette d'un échangeur d'ions sont déterminées principalement par les conditions de la réaction de polymérisation. La porosité détermine la taille et la diffusion des ions qui peuvent pénétrer à l'intérieure de la résine. La porosité des résines préparées par la copolymérisation du styrène et du divinylbenzène, dépend du degré de réticulation (c'est à dire le pourcentage de divinylbenzène), d'ailleurs les pores d'une résine microporeuse ont un diamètre variant entre (10 à 15Å), alors que les résines macroporeuses ont un diamètre jusqu'à 100Å.

#### b) Matrice polyacrylique :

En polymérisant un acrylate (ou un méthacrylate), que l'on peut réticuler avec un monomère fonctionnel (divinylbenzène), on obtient le squelette de la figure (1.2). [15]

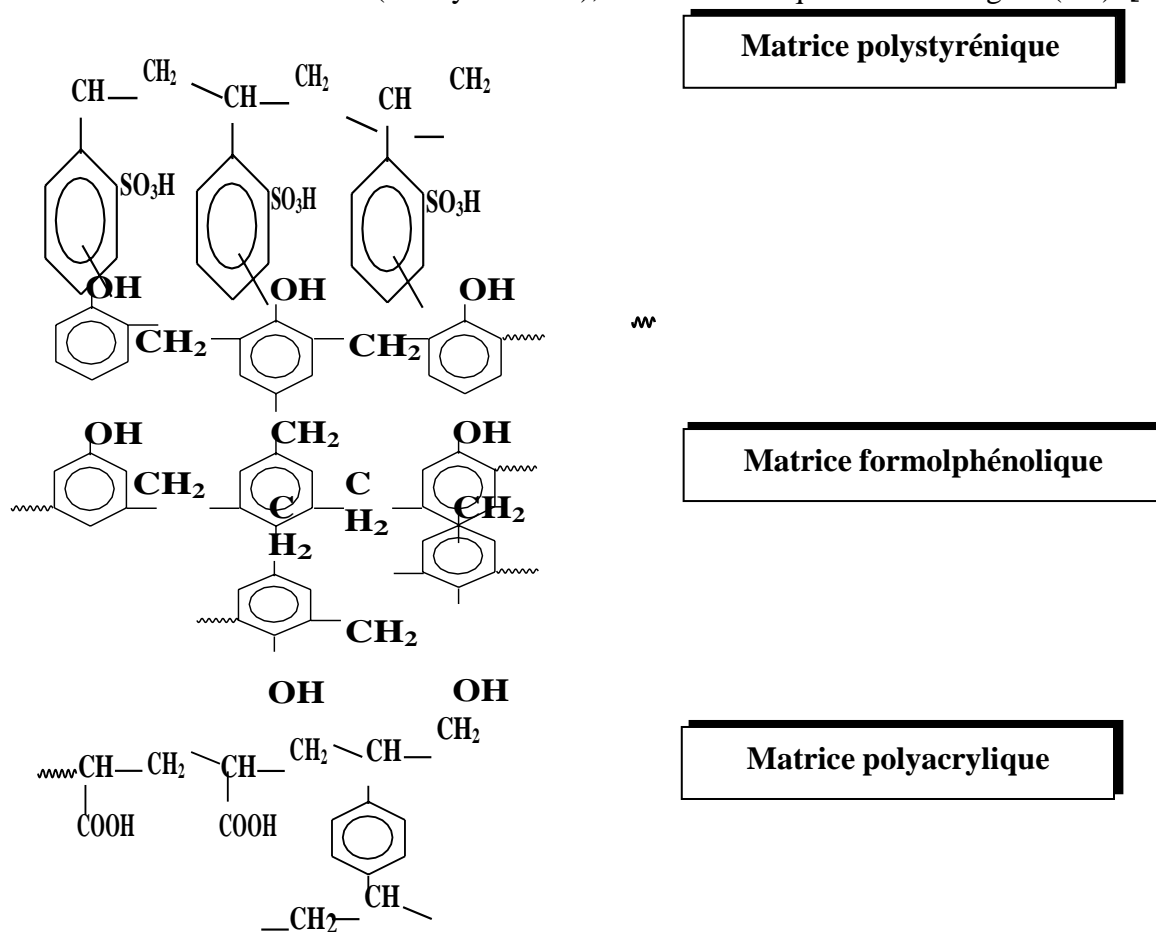


Figure (1.2) : Structure de divers types des matrices. [16,17]



### c) La matrice formol phénolique :

Le phénol et ses dérivés réagissent avec des aldéhydes pour former des copolymères, très employés en tant que résines; la plus connue est la **bakélite**.

La polycondensation des phénols avec les aldéhydes donne deux types de résines :

- ☒ Les résines thermoplastiques.
- ☒ Les résines phénol formaldéhydes thermo réactif. [18,19]

#### 1.1.3.2 Groupes fonctionnels :

Les groupements fonctionnels sont fixés par des liaisons covalentes sur la matrice, ils sont de deux types :

- ☒ Echangeurs de cations portant des groupements chargés négativement.
- ☒ Echangeurs d'anions portant des groupements chargés positivement.

La nature de l'ion échangeable est variable; par exemple une résine cationique peut être utilisée sous forme hydrogène (liée à  $\text{H}^+$ ) ou sous forme sodium (liée à  $\text{Na}^+$ ). [20]

#### ❖ Echangeurs de cations :

On peut subdiviser les résines échangeuses de cations en deux groupes :

Résine : sulfonique  $\text{R-SO}_3^- \text{H}^+$  (acide fort); et carboxylique  $\text{R-COOH}^+$  (acide faible).

**a) Les échangeurs fortement acides** sont caractérisés par la présence de groupements sulfoniques ( $-\text{SO}_3^-$ ), dont les acidités sont voisines de celles de l'acide sulfurique. Ces résines peuvent briser les liaisons des sels neutres et en libérer les acides associés.

**b) Les échangeurs faiblement acides**, quant à eux, sont caractérisés par la présence de groupements carboxyliques ( $-\text{COO}^-$ ). Ces résines peuvent attirer les cations associés à l'alcalinité de l'eau et libérer de l'acide carbonique. La capacité d'échange d'une résine sous la forme sodium est environ la moitié de celle sous la forme hydrogène. [21-23]

#### ❖ Echangeurs d'anions :

On peut subdiviser les résines échangeuses d'anions en deux groupes :

Résine : Aminés  $\text{R-NH}_3^+ \text{OH}^-$  (base forte); et ammonium quaternaire :  $\text{R-(R')}_3\text{N}^+ \text{OH}^-$  (base faible).

**a) Echangeurs d'anions fortement basiques** : l'existence dans la molécule de groupe d'ammonium quaternaire est la caractéristique de ces produits. Toutes les résines fortement basiques, utilisées en déminéralisation, dérivent de deux schémas généraux,

appelés communément type **I** et type **II** : le premier comporte des radicaux ammoniums quaternaires simples, le second des radicaux ammoniums quaternaires alcoylés.

**b) Echangeurs d'anions faiblement basiques**, comportent un mélange d'amine primaires, secondaires, tertiaires et parfois quaternaires. [23.24]

### 1.1.3.3-Les résines adsorbants:

Le principe des résines adsorbants est basé sur la fixation des acides minéraux et l'élimination des sels métalliques. [25]

### 1.1.4- Nature des échangeurs d'ions:

#### ❖ Echangeurs Minéraux :

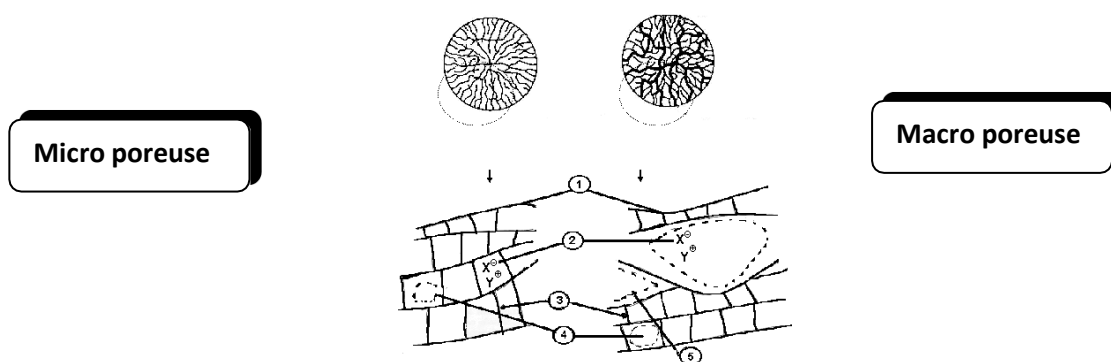
Le terme zéolite est dérivé du grec « **zéine et lithos** » c'est à dire les roches qui bouillent .Les zéolites naturelles sont des aluminosilicates hydratés cristallisés, constituées par les tétraèdres  $[\text{SiO}_4]^{4-}$  et  $[\text{AlO}_4]^{5-}$ . Ils sont reliés par des ponts d'oxygène; ceux-ci constituent une structure d'arrangement tridimensionnelle avec des canaux et des orifices de la taille 7-4A°. [23-25]

Aujourd'hui, des nouveaux types des zéolites synthétiques sont utilisés dans diverses applications (Raffinage de pétrole, agriculture, traitement de l'eau potable).

Ils sont sous la forme suivante :  $\text{M}_2/\text{nAl}_2\text{O}_3 \cdot \text{xSiO}_2 \cdot \text{yH}_2\text{O}$

Avec **M**: l'ion échangeable; **n** : le nombre de valence des ions; **x** : le nombre de mole des molécules  $\text{SiO}_2$  ( $\text{x} \geq 2$ ); **y** : est le nombre de mole des molécules ( $\text{H}_2\text{O}$ ). [26.27]

❖ **Echangeurs organiques** : ce sont des résines synthétiques constituées par un réseau macromoléculaire sur lequel sont greffés des groupements ionisés exemple:  $\text{RSO}_3^- \text{H}^+$ . Il existe deux classes d'échangeurs d'ions : ceux qui échangent des cations et ceux qui échangent des anions. La plus part des résines organiques sont synthétisées à partir de la polymérisation du styrène, puis la chaîne du polystyrène résultante réagit avec le di vinylbenzène. Le taux de la réticulation a une influence sur les propriétés physiques et chimiques de la résine. En générale, les résines macro poreuses, ont un diamètre de l'ordre de 100A° alors que ceux des résines de type micro poreuses (ou type gel) sont de l'ordre du nanomètre. [28.29]



1-chaîne polymérique formé avec le

styrène; 2- groupe fonctionnel; 3-

réticulations avec

Le di vinylbenzène; 4-micropore; 5- macropore.

Figure (1.3) : Structure des résines polystyrénique. [30]

## 1.2 Propriétés physiques et chimiques des résines

### 1.2.1 Propriétés chimiques des résines.

#### 1.2.1.1 Stabilité des résines:

◆ **Stabilité thermique:** les résines sont utilisées dans les opérations à température limitées. Les températures les plus élevées conduisent à la dégradation des groupes fonctionnels.

◆ **Stabilité mécanique** : (ou physique) des résines, c'est l'aptitude d'une résine à supporter l'abrasion due aux frottements entre les billes de résine, et celle due à la combinaison du débit élevé et des lits profonds de résine. D'ailleurs, les grandes particules sont sujettes plus à l'usure mécanique que les petites.

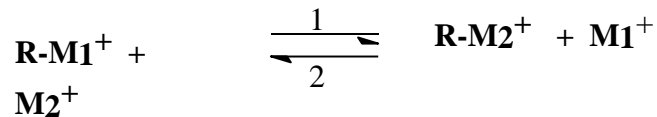
◆ **Stabilité chimique** : le milieu fortement oxydant attaque la matrice et la dé-réticule, et il peut diminuer le temps de vie de la résine. Les oxydants les plus connus sont:  $\text{H}_2\text{O}_2$ , l'acide chromique ( $\text{H}_2\text{CrO}_4$ ), l'acide nitrique ( $\text{HNO}_3$ ) et l'acide chlorhydrique.

◆ **Stabilité osmotique** : l'exposition alternative des résines aux électrolytes concentrées et diluées, cause la contraction et l'expansion alternatives. Ces mouvements vont créer des tensions pouvant amener la rupture de la résine. Ainsi les résines de plus petites dimensions ( $\Phi=0,6$  millimètres environ) sont plus résistantes à la rupture que celles ayant des dimensions plus grandes. [31]

### 1.2.1.2 Capacité d'échange (CE)

#### ◆ Rappel théorique :

Le contact d'un échangeur d'ions (exemple : cationique), sous forme  $M_1^+$  avec une solution aqueuse contenant des ions  $M_2^+$ , provoque un échange d'ions entre la résine et la solution traitée, la résine libère les ions  $M_1^+$  pour capter les ions  $M_2^+$  de la solution; on explique cet équilibre par l'équation suivante :



Cet équilibre est décalé vers le sens 1, si la concentration des ions  $M_2^+$  dans la solution traitée est élevée, il se réalise un échange total des ions  $M_1^+$  (fixé sur la résine) avec les ions  $M_2^+$  qui existent dans la solution. La capacité d'échange (ou le pouvoir d'échange), est le nombre d'équivalent gramme d'ions susceptibles d'être fixé, par unité de masse de l'échangeur d'ions. Il existe deux types de capacité, le premier résulte de l'équilibre statique (capacité statique), le deuxième dans l'état d'un équilibre dynamique (la capacité dynamique). [32.33.34]

#### ◆ L'équilibre statique :

L'équilibre statique réalisé dans le cas du contact d'une quantité d'échangeurs d'ions avec une quantité d'une solution contenant des concentrations définies de l'ion échangeable. Le processus d'échange d'ions s'établit et s'arrête si l'égalité de la vitesse de fixation des ions sur la résine avec la vitesse de libération de ces ions, est réalisée. Pour ce cas, nommé l'équilibre Statique, on applique la loi de masse ci-dessous:

$$K' = \frac{(M_2^+)_R (M_1^+)_S}{(M_1^+)_R (M_2^+)_S} \dots\dots (1)$$

Avec : **R** : la r

**S** : solution traitée.

( ) : L'activité de chaque espèce.

On développant l'équation (1), on obtient :

$$K' = \frac{[M_2^+]_R \cdot \gamma_{R2} \cdot [M_1^+]_S \cdot \gamma_{S1}}{[M_1^+]_R \cdot \gamma_{R1} \cdot [M_2^+]_S \cdot \gamma_{S2}} \dots\dots (2)$$

Donc :

$$K' \cdot \frac{\gamma_{R1}}{\gamma_{R2}} = \frac{\gamma_{S1}}{\gamma_{S2}} \cdot \frac{[M_2^+]_R [M_1^+]_S}{[M_1^+]_R [M_2^+]_S}$$

Avec  $\gamma$  : coefficient d'activité ( $\gamma \rightarrow 1$  si la solution diluée et  $\gamma_{R1} / \gamma_{R2} = C$  te

Donc on aura l'équilibre suivant :

$$K = \frac{[M_2^+]_R [M_1^+]_S}{[M_1^+]_R [M_2^+]_S} \dots\dots\dots(3)$$

Avec  $K$  : Coefficient de sélectivité de la résine; Si la valeur de  $K > 1$ , donc tous les ions  $M_2^+$  vont remplacer les ions  $M_1^+$  sur la résine.

#### ◆ L'équilibre dynamique :

On remarque dans l'état de l'équilibre statique, que la quantité des ions échangeable s'arrête, si l'équilibre s'établit. Pour cela, leur application dans le domaine pratique est très limitée. Pour établir un échange plus efficace, il y a une autre méthode nommée: le processus des couches susceptible de l'échange d'ions; alors que l'état d'équilibre se réalise dans chaque couche du lit de la résine. En revanche la concentration va diminuer dans le milieu aqueux, Jusqu'à leur élimination presque totale, où ils vont être remplacés dans la solution traitée, par les ions qui sont fixées auparavant sur la résine.

L'étude de concentration de la solution traitée percolé à travers une colonne remplie de résine, en fonction du volume de liquide traité, permet de déterminer la capacité d'échange utile de l'échangeur d'ions.

**La capacité utile** est la partie de la capacité totale réellement utilisée au cours de l'échange d'ions. [32.33]

#### 1.2.1.3 Gonflement de la résine:

La connaissance précise du gonflement des résines est important, lorsqu'il s'agit de construire des installations dites à lit compact; c'est-à-dire à colonnes pleines, sans espace libre pour détasser la résine par soulèvement.

#### 1.2.1.4 Résistance au séchage :

Le séchage et la réhydratation répétés conduisent à des tensions (analogues à celles dues aux chocs osmotiques) et à la rupture de la plupart des résines de type gel. Il y a donc lieu de conserver les résines toujours à l'état humide.

#### 1.2.1.5 Rendement de la régénération:

Il est défini comme étant le rapport de la capacité utile à la quantité de régénérant. L'inverse du rendement est appelé, taux de régénération; il est toujours supérieur à 1. [35.36]

$$R_d = \frac{\text{Capacité utile}}{\text{Quantité de régénérant}}$$

**1.2.1.6 Rétenion d'humidité h** est : ce paramètre nous a permis d'évaluer l'humidité intérieure de la résine

$$h = \frac{\text{Masse de la résine hydratée} - \text{Masse de la résine séchée}}{\text{Masse de résine hydratée}}$$

**1.2.1.7 Sélectivité des résines :** [37]

En règle générale, l'échangeur d'ions marque une préférence sélective pour les ions porteurs, de plus petites dimensions et de charge plus grande.

A titre d'exemple : Pour les résines cationiques du type polystyrène sulfoné, l'ordre d'affinité croissante, pour les ions monovalents, est le suivant :  $\text{Li}^+ < \text{Na}^+ < \text{K}^+ < \text{Cs}^+ < \text{Ag}^+$  ; alors que pour les ions polyvalents; l'affinité de la résine est d'autant plus grande que la charge de l'ion est plus importante :  $\text{Na}^+ < \text{Ca}^{+2} < \text{Al}^{+3}$ .

**1.2.2 Propriétés physiques :**

**1.2.2.1 Densité :** [38]

La densité des résines (ou masse volumique des grains) est une caractéristique importante, car elle conditionne leur comportement hydraulique dans le cas de flux ascendant.

Les échangeurs de cations fortement acides: 1,18 à 1,38

Les échangeurs de cations faiblement acides: 1,13 à 1,20

Les échangeurs d'anions fortement basiques: 1,07 à 1,12

Les échangeurs d'anions faiblement basiques: 1,02 à 1,10

**1.2.2.2 Granulométrie:**

Lors de la polymérisation, la vitesse d'agitation conditionne la taille des gouttelettes des polymères et donc celle des billes des résines, qui est d'autant plus élevée, autant les billes sont fines. Les résines courantes ont des particules de diamètre de 0.3 à 1.2mm. En général les résines de diamètre de 0.029 à 0.074mm devraient être employées pour les colonnes chromatographiques. En pratique, on obtient toujours une certaine granulométrie polydisperse, et non pas des billes mono disperse. [35,39]

### 1.3 Régénération des résines :

#### 1.3.1 Description d'une colonne d'échange d'ions:

La solution à traiter est introduite dans la colonne par un distributeur, elle percole au travers de la résine et sort à travers un collecteur. La résine ne remplit que la moitié de l'espace disponible, afin que l'on puisse détasser le lit par un courant d'eau ascendant, en maintenant la résine en expansion pour éliminer les matières en suspension, et les brisures de résines accumulées pendant le cycle précédent.

La plupart des colonnes échangeuses d'ion ont un diamètre compris entre 0.5 et 3.2 mètres. Parfois des colonnes plus grandes sont faites, jusqu'à 4.0 mètres de haut, mais le rapport d'aspect du lit de résine (largeur/hauteur) devient défavorable, et des systèmes de distribution et de collecte très précis doivent être installés pour assurer un écoulement régulier de l'eau pendant le service et la régénération. [40.31]

#### 1.3.2 Description du cycle complet de l'échange d'ions (Cycle de traitement)

Un cycle complet de traitement comprend quatre phases :

- **Saturation** : La solution à traiter passe à travers le lit de résine, et sature cette dernière, au moment où la quantité d'ions fixés atteint la capacité utile c'est à dire au point de percement; où la fuite atteint une valeur limite fixée à l'avance.
- **Soulèvement**: Durant laquelle un courant d'eau débarrasse la résine d'éventuelles particules. L'expansion du lit doit être de (50 à 100%) en volume et on laisse ensuite décanter le lit.
- **Régénération** : On introduit alors la solution régénérant (pour la résine cationique, HCl est recommandé, et pour les résines anioniques on prend la soude caustique), en la faisant percoler lentement. La durée de cette opération ou temps de contact du régénérant, varie de 15 à 60 minutes environ.
- **Rinçage** : On déplace ensuite le régénérant par de l'eau, à faible débit, jusqu'à ce que le lit de résine n'en contienne plus, c'est la phase de déplacement ou rinçage lent. Ensuite, on procède à un rinçage rapide à un débit plus élevé de façon à éliminer les dernières traces de régénérant.

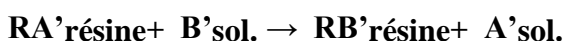
Par ailleurs, il est important de souligner que les procédés, décrits précédemment, ne doivent être mis en œuvre qu'après traitement, comptant trois phases :

- ✓ **Floculation** : On peut aussi éliminer en partie les matières organiques solubles en les précipitant par addition d'un réactif chimique: le floculant par exemple le chlorure ferrique

- ✓ **Filtration** : Avant de percoler sur une colonne d'échange d'ions, la solution à traiter doit être limpide, débarrassée des matières en suspension.
- ✓ **Décarbonation** : Lorsque l'eau brute a une alcalinité élevée, on peut précipiter les carbonates à l'aide de lait de chaux et réduire ainsi partiellement la salinité de l'eau. [31.41]

### 1.3.3-Types de régénération des résines:

**Principe** : Soit, par exemple une résine qui contient des ions échangeables  $A'$ . Si on met à son contact une solution régénérant disposant d'ions  $B'$ , on aura la réaction entre la résine et le régénérant :



Le sens de percolation du régénérant détermine le type de la régénération, si en faisant percoler le régénérant de haut au bas de la colonne, on obtient le type co-courant ; alors que dans le cas dans le sens, de bas à haut de la colonne, on obtient le type contre-courant.

#### 1.3.3.1 Régénération à co-courant:

Soit par exemple un échangeur de cations disposant des ions  $A'$ , si en faisant percoler une solution régénérant saturée en ions  $B'$ , les premières couches de la résine se chargent peu à peu de  $B'$ , et quand elles sont saturées, un profil stationnaire de concentration constituant la zone d'échange s'établit. Il progresse en arrière du front de la solution et le liquide qui s'écoule de la colonne ne contient plus que des ions  $A'$ , puisque la quantité de régénérant est limitée, voir le tableau (1.1). Les ions  $A'$  ne sont pas totalement élués de la résine et les couches inférieures ne sont pas parfaitement régénérés.

#### 1.3.3.2 Régénération à contre-courant:

Les phénomènes sont différents lorsqu'on injecte les réactifs de régénération de bas en haut, en effet dans ce cas les ions  $B'$  sont refoulés progressivement du bas vers le haut; de plus dans les couches supérieures saturées, les ions  $A'$  ne peuvent pas se refixer. Deux avantages importants du principe de la régénération à contre-courant doivent être soulignés :

- ✓ Amélioration du rendement par conséquent, diminution de consommation des réactifs, à capacité égale.
- ✓ Amélioration de la qualité de l'eau traitée, lorsque les couches de sortie sont régénérées totalement. [42.43]



Tableau (1.1) : La quantité de régénérant des diverses résines. [44]

Type d'échangeurs d'ions	Volume de régénérant $\Leftrightarrow$ Volume de Résine
Echangeurs cationiques fortement acide.	3 Volume $\Leftrightarrow$ 1 Volume
Echangeurs cationiques faiblement acide.	1.5 Volume $\Leftrightarrow$ 1 Volume
Echangeurs anioniques fortement basique.	2 Volume $\Leftrightarrow$ 1 Volume
Echangeurs anioniques faiblement basique.	4 Volume $\Leftrightarrow$ 1 Volume

# 2

---

## ETUDE PHYSICO-CHIMIQUE DE LA RESINE

### Amberlite IR120

---

*Dans ce chapitre nous présentons les techniques pratiquées dans notre laboratoire. Nous avons effectué la mise en œuvre de la résine industrielle **Amberlite IR120**.*

---

## 2.1. Détermination de la capacité d'échange:

### 2.1.1 Préparation des solutions :

-solution d'acide chlorhydrique HCl (5%)

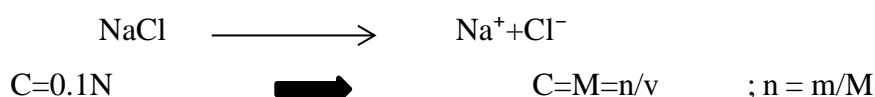
-solution chlorure de sodium NaCl (0,1N ; 0,05N)

= soude caustique NaOH (0,1N)

= chlorure de calcium CaCl<sub>2</sub> (0,1N ; 0,05N)

= chlorure de magnésium MgCl<sub>2</sub> (0,1N ; 0,05N)

### 2.1.2 Préparation d'une solution du chlorure de sodium NaCl (0.1N) :

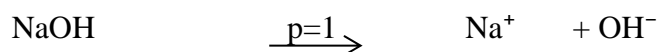


M (NaCl) = 23+35, 5=58, 5 g/mole

$$\text{C}=\text{m}/\text{M} \cdot \text{V} \quad \xrightarrow{\quad\quad\quad} \quad \text{m}=\text{C} \cdot \text{V} \cdot \text{M}=0, 1 \cdot 58, 5 \cdot 0, 5 = 2,93 \text{ g}$$

1. A l'aide de balance, Nous pesons précisément m, en prélevant le solide avec une spatule propre sèche et en plaçant dans un verre de montre.
2. Dans une fiole jaugée de 500 ml, à l'aide la spatule et l'entonnoir, on introduit la masse nécessaire m du chlorure de sodium, puis nous remplissons la fiole aux trois quarts avec de l'eau distillé
3. Nous agitons la solution pour dissoudre le sel.
4. Une fois la dissolution terminée, à l'aide la pissette d'eau distillé, nous complétons le volume jusqu'au trait jaugé.

### 2.1.3 Préparation d'une solution d'hydroxyde de sodium NaOH (0.1N) :



M = 23 + 17 = 40 g/mol

m = 0,1. 0,5. 40 = 2g

Nous avons réalisé les mêmes étapes précédentes (voir le paragraphe 2.1.2 )

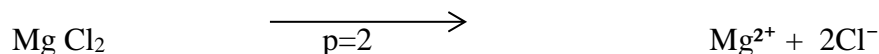
### 2.1.4. Préparation d'une solution du chlorure de calcium CaCl<sub>2</sub> (0.1N) :



m = 0, 05. 147. 0, 5 = 3,68g

Nous avons réalisé les mêmes étapes précédentes (paragraphe 2.1.2)

### 2.1.5. Préparation d'une solution du chlorure de Magnésium $MgCl_2$ (0.1N) :



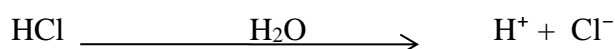
$$M = 203,31 \text{ g/mol} \quad ; \quad C = 0,05 \text{ M}$$

$$m = 0,05 \cdot 203,31 \cdot 0,5 = 5,08 \text{ g}$$

Nous avons réalisé les mêmes étapes précédentes (voir le paragraphe 2.1.2)

### 2.1.6. Préparation d'une solution d'acide chlorhydrique HCl (5%) :

$$d = 1,18 \quad ; \quad p = 37\% \quad ; \quad C_2 = 0,5 \text{ M} \quad ; \quad V_2 = 500 \text{ ml}$$



$$d = \rho(\text{solution}) / \rho(H_2O) = p(\text{solution}) / \rho(H_2O) = 1 \text{ g/ml}$$

$$M_{HCl} = 36,5 \text{ g/mol}$$

$$\rho = m(\text{solution}) / v(\text{solution}) \quad \longrightarrow \quad m(\text{solution}) = \rho(\text{solution}) \cdot V(\text{solution})$$

$$m(\text{solutions}) = 1,18 \cdot 1000 = 1180 \text{ g}$$

$$37\% \text{ (en poids)} \quad 37 \text{ g} \quad \longrightarrow \quad 100 \text{ g (solution)}$$

$$m(HCl) \quad \longrightarrow \quad 1180 \text{ g (solution)}$$

$$m = 37 \cdot 1180 / 1000 = 436,6 \text{ g}$$

$$n = m / M = 436,6 / 36,5 = 11,96 \text{ mol}$$

$$\text{Molarité } C_1 = n / v = 11,96 / 1 = 11,96 \text{ M}$$

$$n_1 = n_2$$

$$c_1 \cdot V_1 = c_2 \cdot v_2$$

$$V_1 = \frac{c_2 \cdot v_2}{c_1} = \frac{500 \cdot 0,5}{11,96} = 20,90 \text{ ml}$$

$$c_1 = 11,96$$

1. Sous l'hôte, dans une fiole jaugé de 500 ml, on introduit un quart d'eau distillée, puis à l'aide l'éprouvette on verse 20,90 ml d'acide chlorhydrique HCl concentré.
2. Avec agitation, nous ajoutons progressivement l'eau distillée aux trois quarts
3. Avec la pissette d'eau distillée, ajuster la fiole au trait jaugé

## 2.2. Régénération de la résine cationique:

### 2.2. a) Identification de la résine l'Amberlite IR 120. [45]

L'Amberlite IR 120 est une résine de type gel, elle est synthétisée par la polymérisation du styrène avec addition de 8% en masse, de divinylbenzène. Par ailleurs, elle est appliquée dans le traitement de l'eau, la séparation des métaux lourds, la séparation des amines acides, etc.

#### Propriétés :

Squelette..... Copolymère ( Styrène – divinylbenzène).

Groupements fonctionnels .....SO<sub>3</sub>H .

Aspect .....Billes translucides marron claire.

Densité réelle .....1.27 sous forme Na.

Humidité.....44 - 48% sous forme Na.

La granulométrie.....0.45-0.60 mm.

Capacité d'échange totale .....4.4még/g.

PH utilisée..... 0-14.

Température maximum..... 120°C.

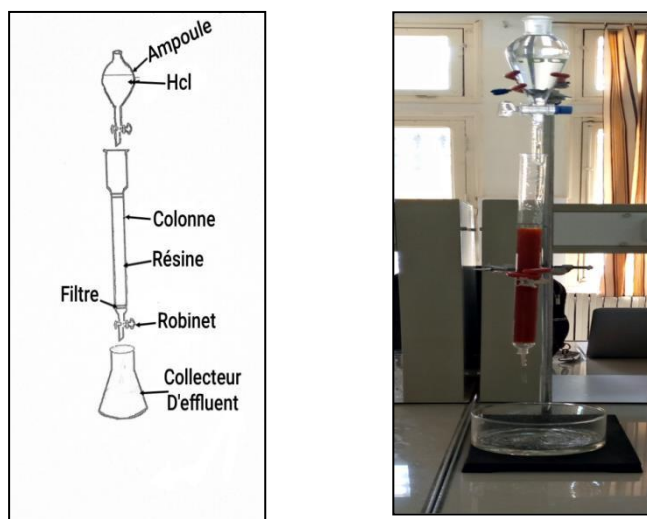
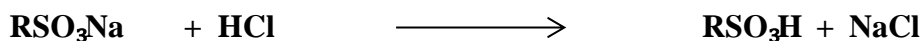
### 2.2. b) Appareillage spécial :

Dans notre étude, l'instrument expérimentale est constitué d'une colonne en verre, figure (2.1), de diamètre 2,5 cm est de capacité 100 ml, équipé d'un tampon de la laine de verre à pour but de retenir la résine. L'ampoule à décanter joue le rôle de réservoir pour les solutions traitées qui sont percoler à travers la résine.

### 2.2.c) Régénération de la résine

Environ 70 ml de résine échangeuse d'ions sont introduit dans la colonne, on fait percoler 210 ml d'acide chlorhydrique HCl (5%) à travers le lit de résine. Ce contact provoque un échange d'ions entre la résine et l'acide, alors que la résine libère les ions Na<sup>+</sup> pour capter les ions H<sup>+</sup> de l'acide, d'ailleurs le débit de l'effluent à raison millimètre par seconde, puis on fait le rinçage de la résine à l'eau distillée jusqu'à PH neutre

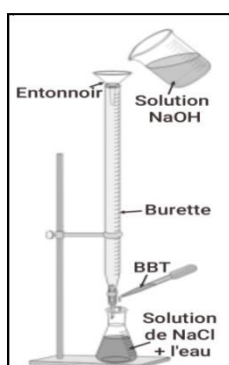
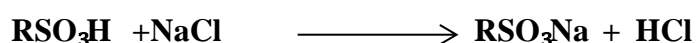
Cette étape a été présentée par l'équation suivante :



**Figure(2.1): Régénération de la résine cationique**

### 2.2.d) Détermination de la capacité statique [46]

Mesurons exactement dans une éprouvette à pied, remplie d'eau, 20 ml de résine, la résine gonflé au contact de l'eau, transversons les 20 ml de résine dans un bêcher de 500ml, ajoutons 270ml de la solution de *NaCl* (0.1N), on agitions pendant 30 minute, on décante et on recueille le liquide surnageant , on rince deux fois avec l'eau distillée, on ajoute cette eau à la solution acide. L'acidité est titrée par la soude caustique *NaOH* (0.1N), en présence de BBT. Pour mesurer la capacité de résine sèche, on prend 20 ml de résine régénérée, on les filtre puis on les sèche dans l'étuve à 105°C et on détermine leur poids. Le tableau (2.1) représente les résultats expérimentaux. Cette étape a été simulée par l'équation suivante :



**Figure (2.2) : Montage de dosage**

La capacité statique est exprimée par l'équation suivante:

$$C_s = \frac{n_e}{m_{\text{sec}}} \quad , \text{ Avec: } n_e = n_{e(H^+_{\text{tot}})} = N_e \cdot V_T$$

$$C_s = \frac{N_e \cdot V}{m_{\text{sec}}} \quad , \text{ Avec: } N_e \cdot V_e = N_b \cdot V_b$$

$$(N_b \cdot V_b)$$

$$C_s = \frac{e}{m_{\text{sec}}} V_T$$

Avec:

$n_e$ : Le nombre d'équivalents gramme totale d'ions  $H^+$ .

$C_s$ : La capacité statique de la résine (en méq/gr).

$N_b$ : La normalité de la base NaOH.

$V_b$ : Le volume de la base NaOH.

$m_{\text{sec}}$ : La masse de la résine sèche = 7.3gr

$V_T$ : Le volume total de la solution.

$V_e$ : Le volume de l'échantillon titré.

$N_e$ : La normalité de l'acide HCl.

**Tableau (2.1) :** Représente les résultats expérimentaux

RSO <sub>3</sub> H/NaCl							
Essais	Volume de l'échantillon (ml)	Volume de NaOH (ml)		Volume totale (ml)	Volume moyen NaOH (ml)	masse Sec (g)	Capacité statique
1	10ml	3,2	Vert	370	3,36	7,3	1.7
2	10ml	3,6	Vert				
3	10ml	3,3	Vert				

$$C_s = \frac{\left( \frac{0.1 \times 3.36}{10} \right)}{7.3} \times 370 \times 10^{-3} = 1.710^{-3} \text{ éq/gr} = 1.7 \text{ méq/gr}$$

- ❖ De la même façon, on pourra également calculer la capacité d'échange de cations en utilisant à la place de  $NaCl$ , le  $CaCl_2(0.1N)$

**Tableau (2.2):** Représente les résultats expérimentaux  $CaCl_2$ .

RSO <sub>3</sub> H/CaCl <sub>2</sub>							
Essais	Volume de l'échantillon (ml)	Volume de NaOH (ml)		Volume totale (ml)	Volume moyen de NaOH (ml)	Masse Sec (g)	Capacité statique méq/gr
1	10ml	7.8	Vert	370	6.6	7.3	3.34
2	10ml	6.6	Vert				
3	10ml	6.6	Vert				

$$C = \left( \frac{0.1 \times 6.6}{7.3} \right) \times 370 \times 10^{-3} = 3.340^{-3} \text{ éq/gr} = 3.34 \text{ méq/gr}$$

- ❖ De la même façon, on pourra également calculer la capacité d'échange de cations en utilisant à la place de  $NaCl$ , le  $MgCl_2(0.1N)$

**Tableau(2.3):** Représente les résultats expérimentaux(Cas:  $MgCl_2$ )

RSO <sub>3</sub> H/MgCl <sub>2</sub>							
Essais	Volume de l'échantillon (ml)	Volume de NaOH (ml)		Volume totale (ml)	Volume moyen de NaOH(ml)	Masse Sec (g)	Capacité statique
1	10ml	7.8	Vert	370	7.8	7,3	3,95
2	10ml	7.8	Vert				
3	10ml	7.8	Vert				



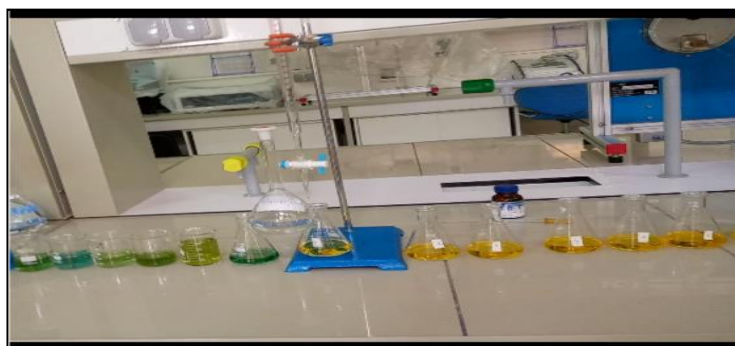
$$C = \frac{\left( \frac{0.1 \times 7.8}{10} \right)}{7.3} \times 370 \times 10^{-3} = 3.95 \times 10^{-3} \text{ éq/gr} = 3.95 \text{ méq/gr}$$

**2.2.e) Capacité dynamique [46]**

**Protocole de travail:**

Environ 30 ml de résine sont introduit dans la colonne, à conditions le niveau d'eau à quelque millimètres de la surface de lit du résine puis à l'aide d'une ampoule à décanter, on fait percoler la solution de chlorure de sodium (N/20 ). On ouvre le robinet et on recueille dans un bêcher les effluents de la percolation, le débit est réglé à raison d'une goutte par seconde.

On titre à chaque essai tous les 30 ml de l'effluent à l'aide de la soude caustique(0.1 N) en ajoutant quelques gouttes de l'indicateur BBT. On continue les mesures jusqu'à obtenir une acidité presque nulle (voisine de 0.1 ml de NaOH) voir la figure3. Le tableau (2.4) représente les résultats expérimentaux.



**Figure(2.3):Montage de dosage**

**❖ Principe de calcul de la capacité dynamique:**

La capacité d'échange comme elle a été définie eau par avant est le nombre d'équivalents grammes des sites actifs par gramme de résine, elle est exprimée par l'équation suivante:

$$C_{dy} = \frac{n_e}{m_{sec}} \text{ , Avec } n_e = n_{e(H^+_{tot})} = \sum_i n_{e(H^+)} \text{ , et } i \geq 1$$

Pour chaque fraction on a une neutralisation:  $N_e \cdot V_e = N_b \cdot V_b \dots\dots\dots(*)$

Titration N°1 :  $\frac{N_{e_1} \cdot V_{e_1}}{N_{b_1} \cdot V_{b_1}} = 1$

:  $\frac{N_{e_2} \cdot V_{e_2}}{N_{b_2} \cdot V_{b_2}} = 1$

Titration N°2 : . . . . .

Titration N°i :  $\frac{N_{e_i} \cdot V_{e_i}}{N_{b_i} \cdot V_{b_i}} = 1$

On a :  $N_{b_1} = N_{b_2} = \dots = N_b = 0.1N$

A partir de l'équation (\*) :

$$(N_{e_1} \cdot V_{e_1} + N_{e_2} \cdot V_{e_2} + \dots + N_{e_i} \cdot V_{e_i}) = N_b \cdot (V_{b_1} + V_{b_2} + \dots + V_{b_i})$$

$$\sum_i n_{e(H^+)} = N_b \cdot (V_{b_1} + V_{b_2} + \dots + V_{b_i})$$

$$n_e = N_b \cdot \sum_i V_{b_i}$$

$$C_{dy} = \frac{n_e}{m_{sec}} = \frac{\sum_i n_{e(H^+)}}{m_{sec}} = \frac{N_b}{m_{sec}} \cdot \sum_i V_{b_i}$$

$$C_{dy} = \frac{N_b}{m_{sec}} \cdot \sum_i V_{b_i} \dots \dots \dots (2)$$

❖ De la même façon, on pourra également calculer la capacité d'échange de cations, en utilisant à la place de *NaCl*, le *CaCl<sub>2</sub>*, et le *MgCl<sub>2</sub>*. Les résultats sont regroupés dans le tableau (2.4)

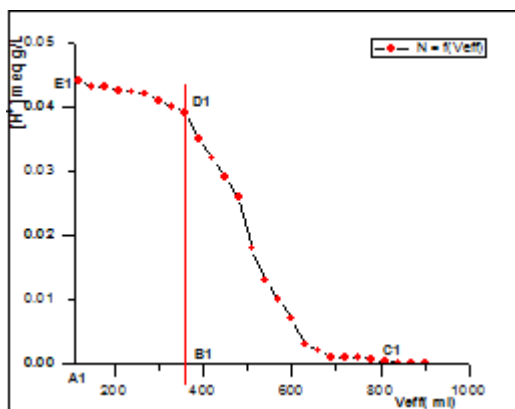
Pour NaCl			Pour CaCl <sub>2</sub>			Pour MgCl <sub>2</sub>		
Masse sec	ΣV <sub>i</sub> (ml)	Capacité dynamique	Masse sec	ΣV <sub>i</sub> (ml)	Capacité dynamique	Masse sec	ΣV <sub>i</sub> (ml)	Capacité dynamique
7.3	155.5	2.13	7.3	246.1	3.37	7.3	232.4	3.18

**Tableau (2.4): valeurs de capacités dynamiques (les trois sels)**

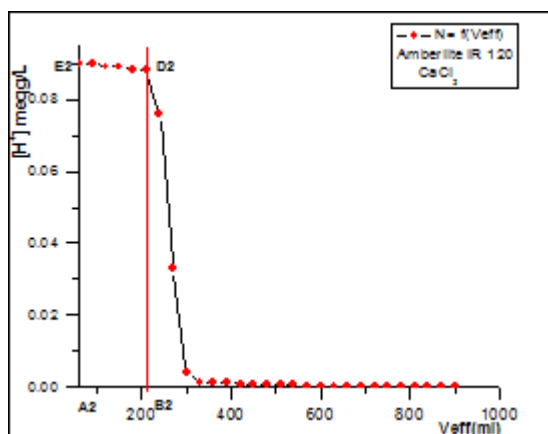
- ❖ **Pour calculer la capacité utile** de la résine, on fait tracer la courbe qui représente les concentrations des ions **[H<sup>+</sup>]** à la sortie de la colonne d'échange, en fonction du volume de liquide percolé, on a obtenu les courbes qui ont les allures des figures (2.4),(2.5),(2.6)
- ❖ **La capacité dynamique utile:** est donnée par le nombre de milliéquivalents des ions **H<sup>+</sup>** par gramme de résine, correspondant au début de fuite en ions **Na<sup>+</sup>** (ou **Ca<sup>2+</sup>** ou **Mg<sup>2+</sup>**)

Tableau(2.5):les résultats expérimentaux

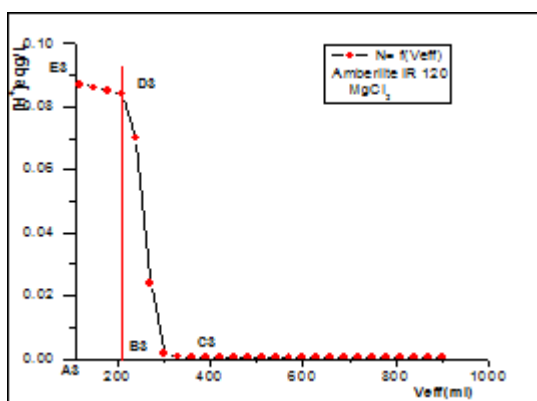
essa i	Volume de l'échantillon (ml)	Volume de la base NaOH(ml) /AmberliteIR120								
		Sel NaCl			Sel CaCl <sub>2</sub>			Sel MgCl <sub>2</sub>		
		Vb	[H <sup>+</sup> ]	Couleur	Vb	[H <sup>+</sup> ]	Couleur	Vb	[H <sup>+</sup> ]	Couleur
1	30ml	35,1	0,12	Vert	47,8	0,16	Vert	36	0,12	Vert
2	30ml	21,1	0,07	Bleu	27	0,09	Vert	35,8	0,11	Vert
3	30ml	14	0,047	Vert	27	0,09	Vert	28,5	0,095	Vert
4	30ml	13,1	0,044	Vert	26,9	0,089	Vert	26,2	0,087	Vert
5	30ml	13	0,043	Vert	26,8	0,089	Vert	25,9	0,086	Vert
6	=	12,9	0,043	Vert	26,6	0,088	Vert	25,7	0,085	Vert
7	=	12,8	0,0424	Vert	26,5	0,088	Vert	25,4	0,084	Vert
8	=	12,7	0,0423	Vert	22,9	0,076	Vert	21	0,07	Vert
9	=	12,6	0,042	Vert	10	0,033	Bleu	7,1	0,024	Vert
10	=	12,5	0,041	Vert	1,3	0,0043	bleu	0,5	0,0016	Bleu
11	=	11,9	0,04	Bleu	0,5	0,0016	Vert	0,2	0,0006	Bleu
12	=	11,2	0,039	Vert	0,4	0,0013	Vert	0,1	0,0003	Vert
13	=	10,4	0,035	Vert	0,4	0,0013	Vert	0,1	0,0003	Vert
14	=	9,7	0,032	Vert	0,3	0,001	bleu	0,1	0,0003	Vert
15	=	8,7	0,029	Bleu	0,3	0,001	Bleu	0,1	0,0003	Vert
16	=	7,8	0,026	Vert	0,3	0,001	Bleu	0,1	0,0003	Vert
17	=	5,5	0,018	Vert	0,2	0,0006	Bleu	0,1	0,0003	Vert
18	=	3,8	0,013	Vert	0,2	0,0006	bleu	0,1	0,0003	Vert
19	=	3	0,01	Vert	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
20	=	2,2	0,007	Vert	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
21	=	0,9	0,003	Vert	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
22	=	0,5	0,002	Vert	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
23	=	0,4	0,001	Vert	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
24	=	0,35	0,001	Vert	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
25	=	0,3	0,001	bleu	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
26	=	0,2	0,0006	bleu	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
27	=	0,1	0,0003	Vert	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
28	=	0,05	0,0001	bleu	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
29	=	0,05	0,0001	Bleu	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert
30	=	0,0	0,0001	Bleu	0,05	0,0001	Vert	0,1	0,0003	Vert



Figure(2.4):représente la concentration d'ions  $H^+$ , en fonction du volume percolé(NaCl)



Figure(2.5):représente la concentration d'ions  $H^+$ , en fonction du volume percolé( $CaCl_2$ )



Figure(2.6):représente la concentration d'ions  $H^+$ , en fonction du volume percolé( $MgCl_2$ )

**A partir des figures(2.4),(2.5),(2.6):**

Au début, les premières couches de la résine se chargent peu à peu de Na<sup>+</sup> (ou Ca<sup>2+</sup> ou de Mg<sup>2+</sup>), et quand elles sont saturées, un profil stationnaire de concentration constituant la zone d'échange, progresse du front de la solution et le liquide qui s'écoule de la colonne ne contient plus que des ions H<sup>+</sup>. Au point **D** appelé point de percement, où les ions à fixer(Na<sup>+</sup>, Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>), percent en sortie de colonne, à ce point on a percolé un volume **V<sub>B</sub>**desolution. Au point **C** l'acidité de l'effluent est presque nulle, la capacité utile est mesurée par la surface **ABDE**..

**□ Cas du NaCl:**

- Capacité utile est représentée par l'aire A<sub>1</sub>B<sub>1</sub>D<sub>1</sub>E<sub>1</sub>,

	<b>AmberliteIR120</b>
Capacité utile mécq/gr	1.92

**□ Cas du CaCl<sub>2</sub>:**

- Capacité utile est représentée par l'aire A<sub>2</sub>B<sub>2</sub>D<sub>2</sub>E<sub>2</sub>,

	<b>AmberliteIR120</b>
Capacité utile mécq/gr	2.59

**□ Cas du MgCl<sub>2</sub>:**

- Capacité utile est représentée par l'aire A<sub>3</sub>B<sub>3</sub>D<sub>3</sub>E<sub>3</sub>,

	<b>AmberliteIR120</b>
Capacité utile mécq/gr	2.61

**2.3Tauxd'humidité:**

Le séchage de la résine, à l'air n'élimine pas la totalité de l'eau à l'intérieur de chaque grain, cette quantité résiduelle peut être calculée par pesée avant et après séchage à l'étuve à105°C.Cettevaleur estcalculéedelarelation suivante:

$$h (\%) = \left( \frac{m_{hydratée} - m_{sec}}{m_{hydratée}} \right)$$

**Tableau(2.6):Résultatsexpérimentauxreprésententletauxd'humiditédelarésine.**

<i>m<sub>hydratée</sub></i> (gr)	<i>m<sub>sec</sub></i> (gr)	<i>h</i> (%)
2.637gr	2.079gr	21.16%

# 3

---

## REALISATION DUFILTRED'EAU

«Aquasix»

### ABASEDELARESINEL'AMBERLITEIR120





---



- *Dans ce chapitre nous présentons la composition de notre filtre et son efficacité*
  - *Méthode d'estimer l'efficacité de filtre anticalcaire*
-

### 3 REALISATION D'UN FILTRE «Aquasix»:

#### 3.1 Fiche technique du filtre d'eau « Aquasix »:

Tableau(3.1) :Fiche technique du filtre Aquasix

	Les composants	Dimensions	Quantité	Matière
1	Conduit: 	Diamètre=3 cm Hauteur=50cm	1	Plastique
2	Résine cationique Amberlite IR120 	Diamètre=1 à 2mm	2kg	Amberlite IR120 PS/DVB
3	Vanne de régulation automatique: 	Diamètre=3cm	1	
4	Bouteilles: 	Diamètre=15cm Hauteur=40cm	1	Inox, fer, PVC

5	<p>Filtre : distributeur d'adoucisseurs d'eau à haut rendement:</p> 	Distributeur inférieur	Diamètre=2.7cm Hauteur=12.2cm	1	Plastique
Distributeur supérieur	Longueur=7.6cm largeur=6cm				
6	<p>Filtre anti-sédiment à 20 microns</p> 	Diamètre entrée/Sortie: 3/4 Pouce Insert+ Eventail Largeur filtration: 133mm Hauteur cartouche: 355mm Profondeur cartouche: 130mm	1	Polypropylène	

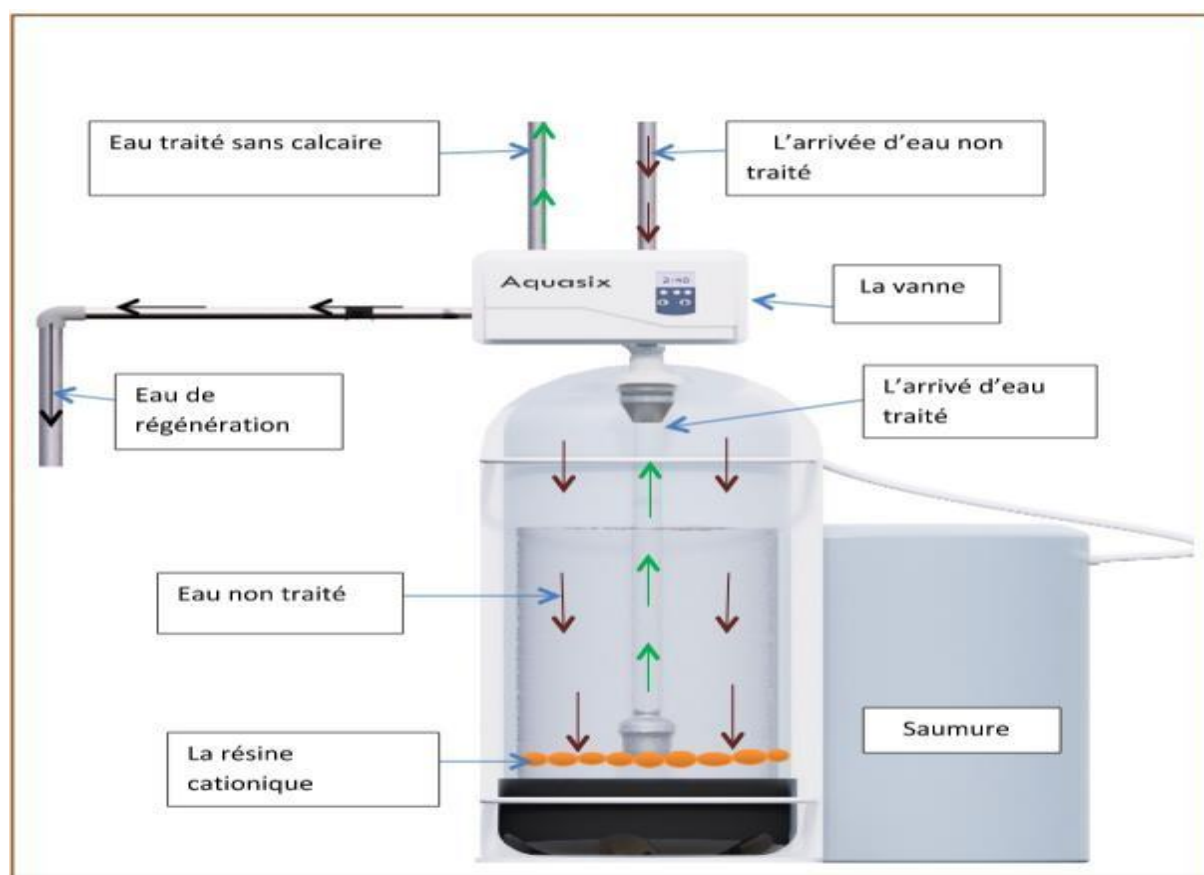


### 3.2 Rôle de chaque composant du filtre Aquasix :

Tableau(3.2) :les rôles des composant du filtre Aquasix

Les composants	Le rôle de chaque composant
Conduit :	Transférer l'eau de l'extérieur du filtre vers l'intérieur et Inversement
Résine cationique AmberliteIR120	Capter les ions produits du calcaire dans l'eau dure
Vanne de régulation automatique :	L'utilisateur doit simplement ajuster les paramètres, notamment le volume de la résine, la dureté de l'eau d'origine et le facteur de régénération.
Bouteille	Protéger le filtre
Filtre : distributeur d'adoucisseurs d'eau à haut rendement :	Pour éviter le passage de résine à l'extérieur du filtre
Filtre anti-sédiment à 20microns	Eviter le passage des grosses impuretés dans le filtre

### 3.3 Réalisation du filtre « Aquasix »:



Figure(3.1) : Réalisation du filtre Aquasix



Figure(3.2): Image 3D du filtre Aquasix

### 3.4 Le fonctionnement de l'adoucisseur "Aquasix":

Les filtres d'eaux en particulier les adoucisseurs sont les seules solutions pour supprimer le calcaire présent dans l'eau. Le  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  source de calcaire sont des minéraux durs peu solubles dans l'eau, l'objectif est de capter ces minéraux et l'évacuer, cette opération chimique réalisée dans l'adoucisseur est appelée échange ionique.

L'échange ionique est réalisé par le passage de l'eau dure sur un lit de résine chargé en sodium lorsque l'eau passe à travers la résine, les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  restent accrochés à la résine, alors que l'eau se charge au sodium (on dit que l'eau adoucit). Quand la résine soit saturée en il faut régénérer en  $\text{Na}^+$ , cette opération est régénération.

L'adoucisseur est constitué d'une vanne hydraulique, et un lit de résine. Il va combiner avec un filtre anti-sédiment et installer proche des appareils: lave-linge, machine à café, bouilloire, chauffe bain, chaudière. Il va protéger ces appareils et aussi prolonger leur durée de vie, par élimination des dépôts calcaires.

### 3.5 Efficacité de l'adoucisseur "Aquisix" anti calcaire

Le paramètre responsable de l'efficacité du filtre est le titre hydrotimétrique, ou la dureté de l'eau. Donc pour cela on doit mesurer la dureté de l'eau avant et après l'usage du filtre

#### 3.5.1. Détermination de la dureté de l'eau dure :

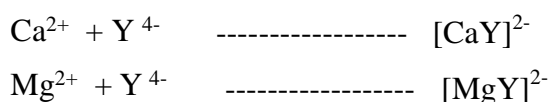
Dans cette partie, nous avons calculé la dureté de l'eau par un dosage complexométrique par l'EDTA

##### 3.5.1.1 Principe et définition :

La dureté de l'eau ou titre hydrotimétrique de l'eau est une grandeur qui traduit la teneur globale des cations métalliques  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$

On effectue un dosage complexométrique par l'E.D.T.A, c.à.d. l'acide éthylène-diamine –titra-acétique, ou par le sel di-sodique de l'E.D.T.A.

L'anion  $\text{Y}^{4-}$  (ions complexe forme avec de nombreux cations des complexes stables), les réactions sont:



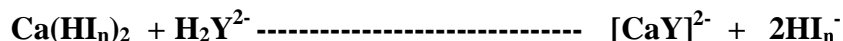
Le dosage de ces ions nécessite les conditions opératoires suivantes:

La réaction doit s'effectuer dans une solution dont le pH est voisin de 10

Les produits formés étant colorés, on doit utiliser un indicateur coloré: l'indicateur NET, ctd: Noir Eriochrome



A PH= 10 , dans un mélange composé d'un indicateur coloré et les ions noté  $\text{X}^{2+}$ , il se forme un complexe  $[\text{XIn}]^-$  rouge, moins stable. L'ajout d'EDTA forme un complexe plus stable à une couleur bleu



##### 3.5.1.2 Matériel et réactifs :

- Burettes étrières
- Pipette automatique
- Echantillon d'eau
- Flacon erlenmeyer
- éprouvette

- solution tampon 10
- EDTA
- Noir ériochrome (NET)
- Chlorure d'ammoniaque  $\text{NH}_3$

Nous avons fait le test de la dureté pour trois échantillons d'eaux provenant de différent endroit de la wilaya de Mila (Tassala, Oued el Atmania, Chelghoum el aide)

➤ **Préparation de la solution EDTA :**

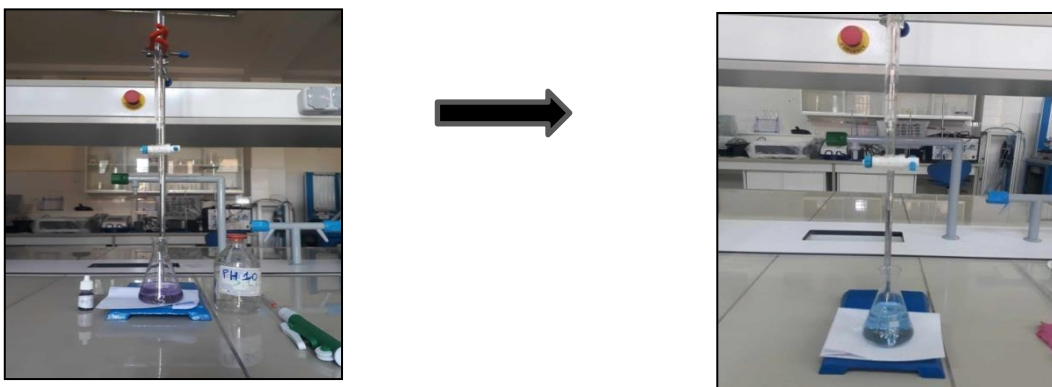
$M = 292,24 \text{ g/mol}$  ;  $C = 0,01\text{M}$

$m = 0,01. 0,5. 292,24 = 1,46\text{g}$

Nous avons réalisé les mêmes étapes précédentes (voir le paragraphe 2.1.2)

**3.5.1.3 Mode d'opérateur :**

Dans un erlenmeyer 100ml, à l'aide l'éprouvette, on introduit 50 ml de l'échantillon d'eau à traité et on ajoute 1 ml d'une solution tampon et 1 ml d'une solution d'ammoniac  $\text{NH}_3$  et d'environ 3 gouttes de l'indicateur NET, le mélange prend une couleur rouge. Ensuite on titre cette solution avec le sel de l'EDTA. A l'équivalence, la couleur de la solution vire au bleu clair nous notons le volume consommé.



**Figure(3.3) :** Montage de dosage

$$TH = \frac{1000 \cdot (C_{\text{edta}} \cdot V_{\text{edta}})}{V_{\text{échantillon}}}$$

**Tableau(3.3):** les résultats réalisés

	V <sub>1</sub> (ml)	V <sub>2</sub> (ml)	V <sub>e</sub> (ml)	C <sub>(Ca<sup>2+</sup> et Mg<sup>2+</sup>)</sub> (mol/l)	TH
Tassala	4,4	4,3	4,3	8,6x10 <sup>-3</sup>	8,6
Oued el Atmania	34,5	34,8	34,6	6,9x10 <sup>-3</sup>	6,92
Chelghoum El Aid	19	18,6	18,8	3,7x 10 <sup>-3</sup>	3,76

### 3.5.2 Détermination de la dureté de l'eau traitée

Après le passage de l'eau à travers le lit de la résine cationique l'Amerlite IR 120:

Dans une colonne spécifique, on introduit un volume adéquat de la résine échangeuse d'ions, puis on percole l'échantillon d'eau à traiter.

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on recueille l'effluent puis nous effectuons les mêmes étapes mentionné au paragraphe 3.3

On a :  $n_{EDTA} = n_{(Ca^{2+} \text{ et } Mg^{2+})}$

$$N_{EDTA} = N_{(Ca^{2+} \text{ et } Mg^{2+})}$$

C<sub>1</sub> : la concentration de solution EDTA

$$CV_{EDTA} = CV_{(Ca^{2+} \text{ et } Mg^{2+})}$$

V<sub>1</sub> : le volume de solution d'EDTA

$$C_1 V_1 \text{ éq} = C_2 V_2 \text{ (eau)}$$

C<sub>2</sub> : la concentration totale de calcium et magnésium

$$C_{(Ca^{2+} \text{ et } Mg^{2+})} = \frac{C_1 V_1 \text{ éq}}{V_{\text{eau}}}$$

V<sub>2</sub> : le volume de l'échantillon d'eau

Les résultats sont regroupés dans le tableau suivant :

**Tableau(3.4):** les résultats expérimentaux

	V <sub>1</sub> (ml)	V <sub>2</sub> (ml)	V <sub>e</sub> (ml)	C <sub>(Ca<sup>2+</sup> et Mg<sup>2+</sup>)</sub> ( Mol/l)	TH
Tassala	3,5	3,4	3,4	6,8x10 <sup>-4</sup>	0,68
Oued el Atmania	3,2	3,2	3,2	6,4x10 <sup>-4</sup>	0,64
Chelghoum el aide	4,2	4,8	4,5	9x10 <sup>-4</sup>	0,9

D'après ces résultats, on conclut que les eaux domestiques de Tassala, Chelghoum el Aid et Oued el Atmania sont douce.

### 3.6 Résultats et Interprétation:

❖ L'objectif de ce travail est l'étude physico-chimique de la résine cationique industrielle "

#### *Amberlite IR 120''*

❖ La capacité d'échange (statique et dynamique) pour les ions divalents est supérieure de celle pour les ions monovalents, car le nombre d'équivalents des ions  $H^+$  libérant lors de contacts résine/sol.  $CaCl_2$  (ou  $MgCl_2$ ) est supérieure celle dans le cas résine/sol.  $NaCl$ .

Ce qui explique que l'affinité de la résine est d'autant plus grande que la charge de l'ion est plus important :  $Na^+ < Ca^{2+}$  et  $Mg^{2+}$

❖ La capacité d'échange statique est inférieure à la capacité dynamique car, en équilibre statique tous les ions sont toujours dans le milieu réactionnel et en conséquence, ils peuvent agir sur l'équilibre en le faisant déplacer dans le sens inverse d'augmentation (loi de le Chatelier), ce qui affecte donc la capacité d'échange va être diminuée, par contre dans le cas de la capacité dynamique, les ions libères par la résine sont éliminés du milieu réactionnel par simple écoulement et ne peuvent donc agir sur l'équilibre d'échange d'ions.

❖ Lorsque la résine est épuisée ou saturée, la capacité d'échange de la résine est alors nulle.

❖ La dureté de l'eau (ou le titre hydrotimétrique) est un indicateur de la minéralisation de l'eau en cations divalents calcium et magnésium.

❖ La méthode de titrage complexométrique par l'EDTA est une méthode standard pour la détermination de la dureté de l'eau. L'EDTA est un agent complexant qui forme des complexes stables avec les ions calcium et magnésium. Le volume d'EDTA nécessaire pour complexer tous les ions calcium et magnésium présents dans un échantillon d'eau est proportionnel à la dureté de l'eau.

❖ On utilise un adoucisseur (un lit de la résine) pour traiter trois échantillons de l'eau

❖ Aussi, l'objectif de cette étude est d'évaluer la performance de la résine cationique industrielle, Amberlite IR 120, pour l'adoucissement de l'eau. L'étude a été menée sur trois échantillons d'eau domestique provenant de la wilaya de Mila: Tassala, Chelghoum el Aid et Oued el Atmania. L'étude a montré que les eaux domestiques de Tassala, Chelghoum el Aid et Oued el Atmania sont douces. Cependant, l'efficacité de l'adoucisseur dépend de la dureté initiale de l'eau.

---

## ***CONCLUSION GENIRALE***

---

### **CONCLUSION GENIRALE :**

L'échange d'ions est un processus qui permet de réduire la dureté de l'eau en remplaçant les ions calcium et magnésium par des ions sodium.

L'adoucisseur d'eau utilisant une résine échangeuse d'ions est une solution efficace pour prévenir l'accumulation de dépôts minéraux dans les appareils ménagers, améliorer la qualité de l'eau pour divers usages domestiques et prolonger la durée de vie des équipements des et les circuits d'eau chaude.

L'étude comparative de l'affinité de la résine pour les ions sodium ( $\text{Na}^+$ ), calcium ( $\text{Ca}^{2+}$ ) et magnésium ( $\text{Mg}^{2+}$ ), montre que l'affinité de la résine pour les ions  $\text{Ca}^{2+}$  et  $\text{Mg}^{2+}$  est supérieure à celle pour les ions  $\text{Na}^+$ , c'est à dire que l'affinité de la résine pour les ions est d'autant plus grande que la charge de l'ion est plus importante.

La capacité d'échange statique est mesurée lorsque tous les ions sont présentent dans le milieu réactionnel, alors que a capacité d'échange dynamique est mesurée lorsque les ions libérés par la résine sont éliminés du milieu réactionnel. La capacité d'échange statique est inférieure à la capacité d'échange dynamique

La dureté de l'eau (ou le titre hydrotimétrique) est un indicateur de la minéralisation de l'eau en cations divalents calcium et magnésium. L'efficacité de l'adoucisseur varie en fonction de la dureté initiale de l'eau

La méthode de titrage par l'EDTA est une méthode couramment utilisée pour mesurer la dureté de l'eau.

La performance de l'adoucisseur est plus importante pour les eaux dures que pour les eaux douces

On utilise un adoucisseur (un lit de la résine) pour traiter trois échantillons de l'eau, domestique provenant de Tassala, Chelghoum el Aid et Oued el Atmania.

Les eaux domestiques de Tassala, Chelghoum el Aid et Oued el Atmania sont douces.

## LES REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES:

- [1] -J. Proot; Les technologies propres appliquées aux industries agroalimentaires; Ed. Arist Bourgogne; France; 2001 ; Pp.08.
- [2] -T. Arden ; L'échange d'ions ; Séminaire sur la technologie appropriée à la déminéralisation de l'eau potable; Algérie; 1981; Pp.1.
- [3] -H. Walton; Ion-Exchange chromatography; Ed. Dowden and Hutchinson & Ross, Inc; USA. Pp.; 1976.
- [4] -G. Champetier, R. Buvet, J. Néel, P. Sigwalt; Chimie macromoléculaire; Ed. Hermann; Paris; Vol.1; 1970; Pp.533-534.
- [5] -R. Perrin et J. P. Scharef. ; Chimie industrielle ; 2<sup>e</sup>éditions; Ed. Dunod; Paris; 1999;Pp.10-30.
- [6] -R. Seymour; Introduction to polymer chemistry; Ed. Mc Graw- Hill. Inc ; USA; 1971; Pp.341.
- [7] -Z. Andrei A. Ion exchange materials: properties and applications. Elsevier, 2006.
- [8] -Pure . Water Handbook; 2<sup>e</sup> Edition; Ed. Osmonics, Inc. ; USA; 1991; Pp.42.
- [9] -J. Bouchard ; Les traitements des eaux dans l'industrie pétrolière, publications de l'institut française du pétrole, Ed. Technip; Paris; 1972; Vol.24 ; Pp.14-15.
- [10] -M. Degrez ; Industrie et environnement ; Ed. IGTAT ; France 2002 ; Pp.41-42.
- [11] -M. Claude, A. jardy ; Chromatographie en phase liquide, théorie et méthodes de séparation ; Techniques d'ingénieur analyse et caractérisation ;Paris ; Vol.P1 ; 1994 Pp.1455-24.
- [12] -A.Marton; Classification and characterization of stationary phases for liquid Chromatography; Ed. IUPAC, Pure and Applied Chemistry; Hungary ; No.7;Vol.69; 1997; Pp.1481.
- [13] - F . dardel : techniques de l'ingénieur. Echange d'ion – principe de base ;14 Septembre 2020 ;Pp 2860-2.



[14] - K. Horie, Máximo Barón, R. B. Fox, J. He, M. Hess, J. Kahovec, T. Kitayama, P. Kubisa, E. Maréchal, W. Mormann, R. F. T. Stepto, D. Tabak, J. Vohlídal, E. S. Wilks et W. J. Work, « Definitions of terms relating to reactions of polymers and to functional polymeric materials (IUPAC Recommendations 2003) », *Pure and Applied Chemistry*, vol. 76, n° 4, 2004, p. 889-906 .

[15] -R . Wheaton and L. J. Lefevre; *Dowex ion exchange resins, fundamentals of ion exchange*; Ed. Trademark of the Dow chemical company; USA; 2000; Pp.1.

[16] -B. Doneche, *Les acquisitions récents dans les traitements physiques du vin*; Paris;1994;Pp.27.

[17] -R. Davioud. C. Fiffiatre; *Introduction aux matériaux composites*; Ed. C.N.R.S; France; 1985; Pp.14.

[18] -D. Cram and G. S. Hammond; *Chimie organique*; Ed. Gauthier-Villars;Paris; 1968; Pp.959.

[19] -I. Moukhlenov, D. A. kouznetzov, A. J. Averbu, E. C.Toumarkima, I .E Foumer, *Technologies chimiques générale*, Ed. Ecole supérieure ;Moscou ; 1969; Pp.550-551.

[20] -R. Laffont, *Méthodes physiques de séparation et d'analyse et méthodes de dosage des biomolécules* ; Ed. biologie et multimédia; France ; 2002 ; Pp.6.

[21] -G. Christian, *Analytical chemistry*; Ed. Wiley John and sons .Inc; New York ;1994;Pp.517.

[22] -P. Meyers; *Application of weak acid cation resin in waste treatment*; Ed. Resin Tech, ; USA Inc ; 1999; Pp.3.

[23] -C. Alai; *Science du lait*; 3<sup>e</sup> édition, Ed. Publicité; Paris; 1975 ; Pp.205-206.

[24] -J Dunod ; *Mémento technique de l'eau* ; 8<sup>e</sup> éditions ; Ed. Dégrémont Paris; 1978 ;Pp.320.

- [25] -V. laforest; Technologie propre; Thèse doctorale; France; 1999 ; Pp.233.
- [26] -J. Sherman; Synthetic Zeolites and other microporous oxide molecular sieves; Ed. Natl. Acad. Sci.; USA ; Vol.96; 1999;.Pp.3472.
- [27] -G. Kokotailo and C. A. Fyfe; Zeolites structure analysis with powder X- RAY diffraction and solid- state NMR techniques; Jour.The RIGAKU; CANADA; Vol. 12; No.1 1995; Pp.5.
- [28] -G. Charlotte; Chimie analytique générale ; Ed. Masson et Cie; Paris;Vol.III;1972 ; Pp.129-52.
- [29] -E. Skogley and A. Doberman, Synthetic ion-exchange resins: soil and environmental studies, Ed. Jour. of environmental quality; Pp.13; Vol.25;No.1 ;1996 ; USA.
- [30] -M. Delmas ; Synthèse de dix 1.3 cyclohexanes catalysés par des résines échangeuses d'ions, application. Thèse doctorale; Toulouse; 1980 Pp.13.
- [31] -T. Arden et F. Dardel ; Echange d'ions ; Technique de l'ingénieur; Paris Vol.J2I ; 1986; Pp.2860-9.
- [32] - ن. الحايك, مدخل إلى كيمياء السطوح, نشر إبلبيوس - Ed. Apulée; Alger, Pp.156-157.
- [33] -S. Brewer; Solving problems in analytical chemistry; Ed. John Wiley and Sons Inc.; USA, ; 1980; Pp.503.
- [34] -W, Anthony M. Environmental ion exchange: Principles and design. CrcPress, 2016
- [35] -L. Savidan; Les résines échangeuses d'ions; Ed. Dunod; Paris; 1965;Pp.57.
- [36] -R. Wheaton and A. H. Seamter; Ion exchange; Encyclopedia of chemical Technology; Ed. John Wiley & Sons, Inc. ; New York; Vol.11; 1966; Pp.886.
- [37] - N. Awwad, H.M.N. Gad, M.I. Ahmed, H.F. Aly, Sorption of lanthanum and erbium from aqueous solution by activated carbon prepared from rice husk, Colloids and Surfaces B, 81, (2010), 593-599.

[38] -B.YASSINE."ETUDE DE L'ECHANGE D'IONS SUR RESINES MODIFIEES ET APPLICATION A LA SEPARATION DES ANIONS NITRATES ET CHLORURES. Mémoire de magister en chimie .Université des sciences et de la technologie HOUARI BOUMEDIENNE (USTHB) .ALGER.2007.Chapitre 1 page 12.

[39] -P. Guzzo; Ion exchange procedure; Technical reports, Ed. Albany molecular research, Inc. ; USA; Vol.1; No.5; 1997; Pp2.

[40] - F. dardel : techniques de l'ingénieur. Echange d'ion mise en œuvre. Septembre 2020.P14 et P02.

[41] -F. Berné et J. Cordonnier; Traitement des eaux; Ed. Technip; Paris ; 1991;Pp.258.

[42] -J.Dunod; Mémentotechnique de l'eau; Ed.Dégremont; Paris;Vol.1; 1969;Pp. 233-234

[43] -J.Dunod; Mémento technique de l'eau; 9<sup>o</sup> éditions Ed.Dégremont; Paris; Vol.2; 1989; Pp.805-809.

[44] -G. H. Jeffery, J. Bassett, J. Mendham and R. C. Denney; Vogel's; Fifth Edition Ed. Long man Scientific & Technical; New York; 1989; Pp.193- 194.

[45] -Catalogue 15 Chemika- bio Chemika; Ed. Fluka AG, Buchs; Switzerland; 1986; Pp.94-95.

[46] -O. BOURAS. Synthèse et étude physico-chimique des complexes échangeurs D'ions; Mémoire Magister; université de Constantine; Algérie; 2004;Pp 37-47.