

UTILISATION DE LA DIATOMITE POUR L'ETALONNAGE D'UN CAPTEUR INFRAROUGE DE TURBIDITE DE L'EAU

BENOUALI Djillali, BELKANDOUCI Mohamed Mustapha, KHERICI Samira
Faculté de Chimie, Département de Chimie physique, Université des Sciences et de la
Technologie-MB, Oran.

E-mail : benouali2001@yahoo.fr

Reçu le : 04/03/2015

Accepté le : 27/01/2016

Résumé

Actuellement, la turbidité de l'eau se prête parfaitement à une mesure en continu (en ligne), en utilisant un capteur optique avec l'infrarouge comme source lumineuse. L'objectif recherché dans le présent travail est de contribuer dans ce domaine par l'étude de l'étalonnage d'un simple système optique infrarouge conçu au laboratoire. Nous avons essayé de mettre en évidence l'utilisation de la diatomite algérienne comme étalon secondaire. Nous avons ainsi montré la fiabilité de nos mesures et la pertinence de l'étalonnage. Nous avons utilisé une suspension de diatomite de Sig (région ouest d'Algérie) qui est en fait un étalon de turbidité, peu onéreux, non cancérigène et qui peut être aisément utilisée. La diatomite a subi un lavage acide qui a accentué sa pureté et son inertie chimique. Des analyses par fluorescence X, FTIR et MEB ont été réalisées pour la caractérisation de la diatomite.

Mots clés : Diatomite, Capteur infrarouge, Turbidité, Etalonnage.

Abstract

Currently water turbidity is ideal for continuous measurement (on line), using an optical sensor with infrared as a light source. The objective of this work is a contribution in this area by studying the calibration of a simple infrared optical system manufactured in laboratory. We tried to make the use of an Algerian diatomite in evidence as a secondary standard. We have also shown the reliability of our measurements and the relevance of the calibration operation. We have used a suspension of diatomite of Sig (a west Algerian region) which is in fact, a turbidity standard, less expensive, non-carcinogenic and can be easily used. Diatomite undergoes an acid wash that accentuate its purity and chemical inertness. Then, Analysis by XRF, FTIR and SEM techniques were performed to characterize the diatomite.

Key words: Diatomite, Infrared sensor, Turbidity, Calibration.

1. Introduction

Le principe général de la mesure de la turbidité des eaux par voie optique repose sur l'analyse des caractéristiques d'un rayon lumineux avant et après son passage à travers un échantillon d'eau à analyser [1-8]. Lorsqu'un rayon lumineux rencontre une particule, l'intensité du faisceau diffusé est fonction de nombreux paramètres : La longueur d'onde de la lumière incidente, la taille et la forme de la particule. Ainsi que la température, la viscosité et l'indice de réfraction du milieu contenant les particules. Pour un ensemble de particules, à ces paramètres s'ajoute la concentration en particules. Il faut savoir aussi que la réponse d'un turbidimètre n'est pas linéaire, car la lumière diffusée par une particule est partiellement captée à son tour par une autre particule, se qui rend la turbidité parmi les paramètres difficiles à gérer, surtout en continu. Parmi les étapes essentielles de la mise en œuvre de cette mesure en continu, il ya lieu de citer l'étalonnage du capteur. L'étalonnage est réalisé selon la norme NF ISO 7027 (2000) en unités FAU qui nécessite des solutions étalons à base de formazine comme étalon primaire [9]. Dans ce travail, pour l'étalonnage, nous avons utilisé une suspension de diatomite de Sig (Algérie) qui est en fait un étalon de turbidité secondaire, moins chère et non cancérigène. La diatomite est un matériau naturel contenant des minéraux argileux. Sa composition peut être déterminée par la fluorescence X, par voix chimique ou par DRX (diffraction des rayons X). La spectroscopie infrarouge (FTIR) est considérée comme une technique complémentaire, elle peut fournir des renseignements sur la nature des liaisons internes de la structure. Tandis que la microscopie électronique à balayage (MEB) donne l'allure des pores ainsi que leurs tailles. Compte tenu des les propriétés importantes (inertie chimique, porosité, surface spécifique, capacité d'adsorption des liquides élevée, pouzzolanicité, isolation et réfraction, etc.) que possède la diatomite, celle-ci est très souvent utilisée. Elle constitue un bon adsorbant, en effet, la surface spécifique totale pour les diatomites est environ $280 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$. Comme on le conçoit, les qualités particulièrement intéressantes de la diatomite ont attiré l'attention toute particulière du chimiste, de l'ingénieur et de l'industriel. En effet, il est intéressant de donner une idée sur les différentes études

réalisées sur la diatomite de différentes régions du monde : La diatomite algérienne, marocaine, jordanienne, turque, espagnole et chinoise [12-21]. Finalement, il faut citer que l'activation de la diatomite est une étape incontournable pour accentuer ces propriétés physico-chimiques. A part l'activation thermique, l'activation de la diatomite par l'acide sulfurique, nous a particulièrement intéressé, car c'est un moyen de purification d'une part et permet d'augmenter le pourcentage de silicate d'autre part. Notre travail vise à utiliser la diatomite algérienne comme étalon secondaire pour l'étalonnage d'une sonde de turbidité conçue dans notre laboratoire. Nous avons utilisé la diatomite lavée à l'acide sulfurique à chaud.

2. Matériels et méthodes

2.1 La diatomite de Sig

La diatomite à une forte teneur en silice (de 80 à 90%) ; c'est une roche légère avec une densité variable de 1 à 1.2 pour la roche fraîche et de 0.5 pour la roche sèche. Généralement, ce sont des roches litées tendres, friables le plus souvent douces au toucher et traçantes comme la craie comme le montre la figure 1.



Figure 1. Fragments de diatomite de différentes couches.

Sa couleur est généralement claire, de couleur blanche ou grise. Elle présente parfois une teinte foncée (verdâtre ou bleuâtre) due à la présence : d'eau d'imbibition (jusqu'à 40% du poids de la roche fraîche), d'argiles, d'hydroxydes ferriques, de matières organiques bitumineuses, de vivianite (phosphate de fer hydraté). Le minéral doit être aussi blanc que possible, elle se réduit aisément en

poudre impalpable. La diatomite est un produit très bien défini, que l'on ne peut plus confondre avec des succédanés quelconques. Avant son traitement thermique ou autre il est indispensable de préparer l'échantillon tout venant. La préparation de l'échantillon consiste à le concasser, le sécher à 105°C, le broyer puis le tamiser. Après tamisage, la diatomite subit plusieurs lavages avec de l'eau déminéralisée, et ensuite avec une solution d'acide sulfurique (2M) à 60°C. L'analyse chimique du matériau est réalisée à l'aide d'un appareil à Fluorescence X, type Brucker AXS. Pour les spectres infrarouges un appareil du type Perkin Elmer (Spectrum one) été utilisé. La perte au feu (perte à la calcination), la mesure de l'humidité appelée aussi perte à la dessiccation, la colloïdalité la mesure du pH et la détermination de la solubilité dans l'acide ont été effectuées selon le codex œnologique international pour la diatomite (Kieselguhr) (F-COEI-1-DIATOM).

2.2 Sonde infrarouge de turbidité

Nous avons conçu une sonde d'immersion pour la détermination de la turbidité de l'eau basée sur la technique de l'atténuation du faisceau incident. Un simple dispositif a été réalisé et testé au laboratoire [22] et sur site [23], un nouveau design pour notre capteur infrarouge a été adopté (*Figure 2*) et testé avec plusieurs systèmes d'acquisition [24]. Dans ce travail le signal émis par la diode réceptrice du capteur a été communiqué vers un PC via une carte d'acquisition de conductivité DDSJ 308A [25].

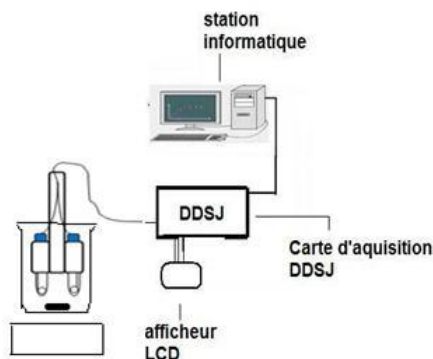


Figure 2. Schéma du capteur de turbidité infrarouge et du système d'acquisition.

2.3 Etalonnage de la sonde

Pour la préparation d'un étalon de turbidité en utilisant la diatomite lavée à l'acide, nous avons soigneusement agitée la suspension de diatomite à l'aide d'un agitateur magnétique car la vitesse de décantation de la diatomite est importante. Nous avons préparé une solution de granulométries adéquat possédant une vitesse de décantation relativement très lente.

3 Résultats et discussions

3.1 Composition chimique de la diatomite

Pour la diatomite de Sig, la perte au feu (perte a la dessiccation) est estimée à 7,4% et le taux d'humidité évalué à 4,3 %. La valeur de la colloïdalité obtenue est égale à 42%, cette valeur fait que la diatomite est recommandée comme adsorbant. Le pH d'une suspension de 10 g de diatomite dans 100 ml d'eau déminéralisée est égal à 8. Les résultats de l'analyse chimique (*tableau 1*) de notre matériau montrent que la diatomite est constituée en grande partie de silice, de chaux et d'aluminium. Les autres composantes sont présentes en faibles quantités.

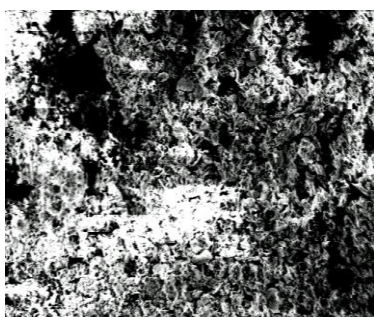
Tableau 1. Composition chimique de la diatomite brute de Sig

Elément/ %	SiO ₂	CaO	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	TiO ₂	MnO
Diat.*	68,017	19,252	7,575	2,022	1,491	1,241	0,200	0,144	0,038
Diat.**	56,65	14,90	3,11	1,41	0,66	1,90	0,10	0,17	0,00

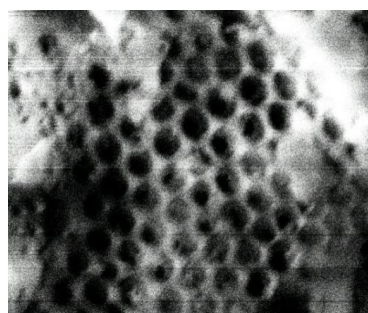
* analyse ALVER- Oran 2008 ; ** analyses LAFARGE-Sig 2011

3.2 Analyses au MEB et FTIR

L'analyse microscopique est l'opération la plus importante pour la détermination de la qualité, du type des diatomées et de l'existence d'impuretés. La diatomite de Sig est constituée de diatomées centriques très abondantes et montre des auréoles (*figure 4b*). On observe rarement des frustules complets. Le plus souvent, elles sont associées à des débris de frustules ; ces diatomées sont disposées sans ordre préférentiel.



- a -



-b-

Figure 3. Photos MEB de la diatomite brute a) 1X600 b) 1X3500

D'après le spectre infrarouge obtenu (*Figure 4*), les bandes d'absorption principales pour la diatomite brute sont comme suit : Une bande large centrée à 3435 cm^{-1} qui représente les vibrations des groupements OH de l'eau piégée dans les pores de la diatomite ainsi que les Si-OH qui peuvent apparaître à 3690 et 3614 cm^{-1} . La bande à 1641 cm^{-1} représente la vibration de déformation de l'eau. La bande large entre 1000 et 1200 cm^{-1} est due à la vibration du groupement siloxane (Si-O -Si) qui peut apparaître à 1088 et 1026 cm^{-1} . La bande à 874 cm^{-1} correspond à la vibration d'élongation du groupement silanol (Si-O). Les pics à 798 et 713 cm^{-1} représentent les vibrations de SiO-H. Le pic d'absorption autour de 570 cm^{-1} peut être attribué à la vibration de déformation du groupement Si-O-Si.

3.3 Acquisition des données et étalonnage

Nous avons réalisé l'étalonnage de notre capteur en utilisant plusieurs suspensions étalons de formazine et de diatomite

(tableau 1) de turbidité répartie sur la gamme étudiée. La formazine est un étalon principal composé d'un polymère blanc, aux propriétés optiques non contestées et qui offre une bonne reproductibilité. Cependant, il faut signaler que la formazine est préparée à partir de réactifs à propriétés cancérigènes ou mutagènes, en l'occurrence le sulfate d'hydrazine et l'hexaméthylène tétramine, et le plus gros défaut de la formazine est, donc a priori, son instabilité. Le point de réglage bas (zéro relatif) est effectué à l'aide d'une eau déminéralisée (conductivité $\leq 1\mu\text{S}/\text{cm}$). Le point de réglage haut du capteur de turbidité est effectué à l'aide d'une suspension de diatomite à 1,5 g/l. Les résultats d'étalonnage du capteur de Tu-IR sont illustrés en *figure 5*.

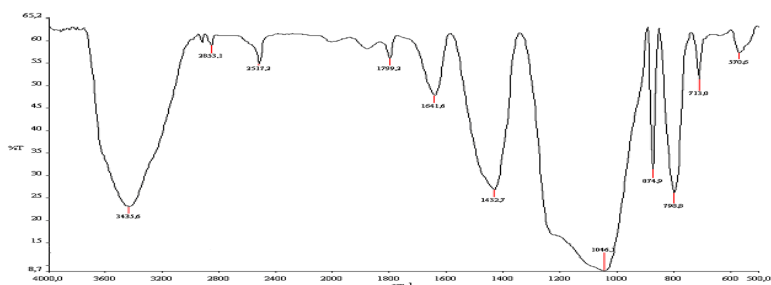


Figure 4. Spectre IR de la diatomite de Sig lavée à l'acide

Ces mesure d'étalonnages du capteur IR ainsi qu'une série de plusieurs manipulations ont permis une mise en évidence de plusieurs caractéristiques de notre capteur infrarouge de turbidité :

- Tout d'abord, le zéro relatif reste stable (mesure dans le vide et dans l'eau déminéralisée).

- Pour des acquisitions de données pendant une période prolongée la dérive du capteur est inévitable et le réglage s'avère nécessaire à cause de la surchauffe de la carte, ce qui nous a poussés à minimiser le temps de travail à moins de cinq heures. Cependant, un dispositif pour le refroidissent de la carte d'acquisition doit être installé.

- Nous avons constaté que la sonde, plongée dans un bêcher de 300 ml contenant de l'eau déminéralisée est très peu sensible à

la luminosité extérieure ainsi qu'à la vitesse d'agitation d'un barreau aimanté de 2,5cm de longueur. Il est, par contre, sensible aux sources de chaleur.

Les conditions de réglage retenues pour notre capteur sont :

- Une vitesse d'agitation de 750 tr/mn pour assurer une bonne homogénéisation de la suspension de diatomite.

- L'utilisation d'un bêcher de 300 ml et d'un barreau aimanté de 2,5 cm et d'un protège parois du bêcher en papier aluminium.

D'après les résultats d'étalonnage, notre capteur possède un comportement linéaire dans l'intervalle 100-700 NTU. Cependant, il nécessite un étalonnage pertinent dans les intervalles 0 - 2 ; 5 - 10 et 10 - 50 NTU (*Figure 6*).

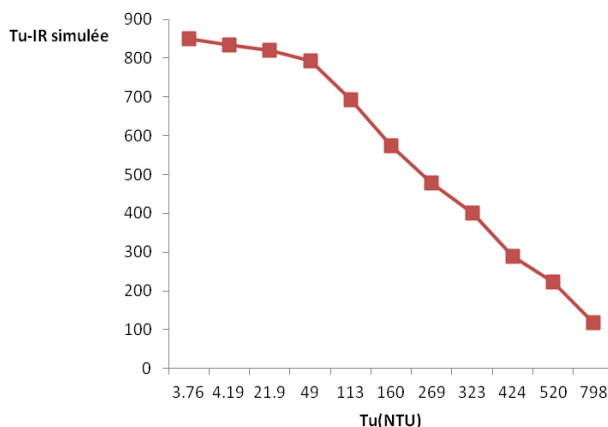


Figure 5. Etalonnage du capteur infrarouge utilisant des suspensions de diatomite comme étalons et la carte DDSJ comme interface

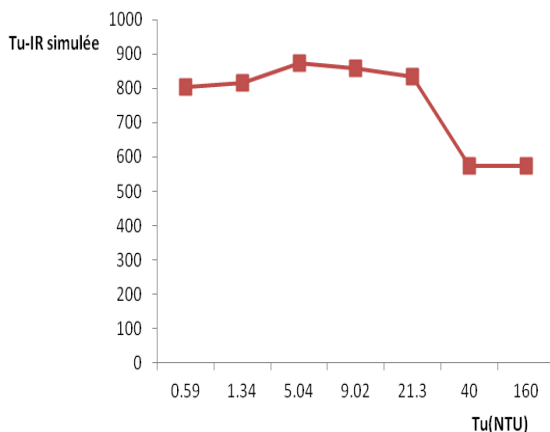


Figure 6. Utilisation des suspensions de diatomite comme étalons et la carte DDSJ comme interface dans l'intervalle (0 – 50 NTU)

4 Conclusion

La formazine est habituellement utilisée comme étalon primaire. Cependant, elle peut être aisément remplacée par la diatomite qui est peu onéreuse, non cancérigène et qui peut être aisément utilisée. Quelque soit l'étalon formazine ou la diatomite, il est indispensable d'effectuer des étalonnages pour différents intervalles. Cependant, il faut signaler que la formazine est préparée à partir de réactifs à propriétés cancérigènes ou mutagènes, en l'occurrence le sulfate d'hydrazine et l'hexaméthylène tétramine, et le plus gros défaut de la formazine est, donc a priori, son instabilité.

5 Remerciements

Nos remerciements vont aux responsables du laboratoire de physique de l'USTO pour les photos MEB ainsi qu'aux exploitants de l'usine de diatomite de Sig pour nous avoir fourni la quantité de diatomite nécessaire à notre travail.

6 Bibliographie

- [1] C. Gaiani, J. Scher, P. Schuck, S. Desobry and S. Banon, Powder technology 190 (2009)2-5
- [2] L. Celine, Water research 43 (8) (2009) 2179- 2190
- [3] A. Urrutikoetxea, L. Garcia-Heras and J. Gregory, Sensor and actuators A 37-38 (1993) 618- 626
- [4] A. Marechal, Thèse de doctorat. Institut national polytechnique de lorraine, France(2010).
- [5] P. Theofanis, C. Christos and G.Christos, Sensappeal 29(2010) 45-55
- [6] A. Michel and M. David, International meeting on measurements and hydraulics of sewers (2008).
- [7] E. Kunio and Y. Dabide, Water research 40 (2006) 683- 691
- [8] B. A. Manook, J . phys. 21 (1988) 686- 689
- [9] M. J. Sadar : L'Eau, L'Industrie, Les Nuisances 204 (9) (1997) 77-82
- [14] O. Hadjadj-Aoul, R. Belabbesa, M. Belkadi, M. H. Guermouche, Applied Surface Science, 240 (2005) 131-139.
- [15] M. A. Laradji. Elaboration d'un gel de silice à base de diatomite algérienne étude de rendement mémoire de magistère école nationale polytechnique Alger (2000)
- [16] K. Agdi, A. A. Bouaid, A. M. Esteban,P.F. Hernando, A. Azmi, J. Environ. Monit. 2000 2(5)420-423
- [17] M. Haddad, D. Boudlich, M. F. Archidi, A. Bentayeb, A. Nadiri,
- [18] M. A. AL-Ghouti, M. A. Khraisheh, S. J. Allen, M. N. Ahmed,journal of Environmental Management 6ç (2003) 229- 238
- [19] E. Erdem, G. Golgecen, R. Donat,Journal of Colloidaland Interface Sciences282 (2005) 314 - 319
- [20] Mendioroz S., Belzunce M. J. and Pajares J. A., Journal of Thermal Analysis 35 (1989) 2097-2104.
- [21] Yuan P., Wua D.Q., Hea H.P., Linb Z.Y., Applied Surface Science 227 (2004) 30-39.
- [22] Yang Yan-wu, Zhou Tong-ling, Qiao Qi-cheng, Chen Shuo, J China Univ Mining & Technol, 17 (1) (2007) 96-100.
- [22] D. Benouali; S. Kacha, S. Kherici and N. Benabadji: The open Hydrology journal (4) (2010)14-18

- [23] D. Benouali, S. Kherici, M.M. Belkandouci, M. Teffahi and N. Benabadji, 6^{eme} Colloque International de Rhéologie et ses applications, 27-28 Novembre 2011 USTO-MB
- [24] D. Benouali, N. Benabadji, S. Kherici, and M. Benyettou, RIGEL (USTO) 1 (2010)21-29
- [25] S. Kherici, D. Benouali, M. M. Belkandouci, COST 15 (2015)73-85.