



MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITÉ ABDELHAMID IBN BADIS -MOSTAGANEM
Faculté des Sciences Exactes et d'Informatique



Département de Chimie
Filière : Chimie appliquée

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES
Pour l'Obtention du Diplôme de Master en Chimie appliquée
Option : Chimie appliquée

THEME :

Synthèse des nanocomposites et leurs caractérisations

Présenté par :

M^{elle} : Benharrat Khayra Chaima

M^{elle} : Benaissa Amina

ENCADRANT : Pr. Belouatek Aissa

Co-encadrante: Berrahal Malika

Devant le jury composé de:

Dr. Messaoudi Nadia

Pr. Benmalti Amine

Année Universitaire 2021-2022

Remerciements

Nos remerciements s'adressent tout d'abord à DIEU, le tout puissant qui nous a tracé le chemin de notre vie et accordé la volonté, la santé et la patience nécessaire à la réalisation de ce mémoire.

Nous tenons à remercier en premier lieu notre encadrant **professeur Belouatek Aissa** pour son aide précieuse et ces conseils judicieux.

Nous voudrions présenter nos remerciements à notre co-encadrant **Mme Berrahal Malika** pour sa disponibilité exceptionnelle, ainsi que pour les précieux conseils qu'elle nous a prodigués.

Nos vifs remerciements vont également aux membres du jury **Dr Messaoudi Nadia** et **Pr Benmalti Amine** pour l'intérêt qu'ils ont porté à notre recherche en acceptant d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.

Cette étude a été réalisée au sein de Laboratoire de recherche de l'université Abd El Hamid Ibn Badis de Mostaganem. En premier lieu, nous tenons à exprimer notre profonde gratitude aux ingénieurs de laboratoire **M^{mes} Sadji Rabiaa** et **Tahra Hasna** avec qui nous avons eu le plaisir de travailler, et nous remercions les ingénieurs et les techniciens de laboratoire pédagogique de la Faculté de sciences exactes et l'informatique Abd El Hamid Ibn Badis **Mme Rahmani Touatia**, **Mr Gheribi Mohamed Hmida**, **Mr Bouaza Touati** .

Nous tenons à exprimer nos sincères remerciements à tous les professeurs qui nous ont enseigné et qui par leurs compétences nous ont soutenu dans la poursuite de nos études.

Merci à tous nos familles et surtout nos parents, merci à tous qui nous aide sans exception.

Enfin, nous tenons également à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicace

Nous dédions ce travail :

A nos chers parents qui ont toujours été là pour nous.

Nous espérons qu'ils sont fiers de nous et de notre travail, car nous sommes fiers d'avoir des tels parents.

A nos chères sœurs et nos chers frères.

A tous nos amis et nos collègues.

A tous ceux et celles qui sont chères à nos cœurs.

A tous ceux qui nous aident, de près ou de loin, même avec un mot d'encouragement et de gentillesse.

Résumé

Ce travail est consacré à l'élimination des polluants par charbon actif et nanocomposites. Cette étude comporte deux volets principaux : dans le premier, nous avons réalisé une étude détaillée sur un charbon actif. Une activation thermique à deux températures (750°C et 870°C) est établie ainsi qu'une synthèse des nanocomposites. Une caractérisation chimique est effectuée pour identifier notre matériau. En suite, à l'aide d'un montage spécial de filtration frontale, le matériaux est testé pour l'élimination des colorants (cationique et anionique), deux sels (MgCl, NaCl) et un médicament. La rétention des colorants et les sels varie entre 96 et 98%, tandis que celle du médicament est de 37%.

Mots clés : charbon actif, nanocomposites, filtration, rétention

Abstract

This work is devoted to the removal of pollutants by activated carbon and nanocomposites. The study carried out is on an activated carbon. A thermal activation at two temperatures (750°C and 870°C) was studied as well as a synthesis of nanocomposites. A chemical characterisation to identify our material was considered. Using a special vertical filtration set-up, the material was tested for the removal of dyes (cationic and anionic), salts (MgCl, NaCl) and a drug. Dyes' retention and salts varies between 96 and 98%, while that of the drug is 37%.

Key words: activated carbon, nanocomposites, filtration, retention

المخلص

هذا العمل مكرس للقضاء على الملوثات عن طريق الكربون المنشط والمركبات النانوية الدراسة التي أجريت على الكربون المنشط. تمت دراسة التنشيط الحراري عند درجتي حرارة (750 و 870 درجة مئوية) بالإضافة إلى صناعة مركبات نانوية. تم النظر في توصيف كيميائي لتحديد مادتنا. باستخدام مجموعة ترشيح عمودية خاصة، تم اختبار المادة للتخلص من الأصباغ (الموجبة والأنيونية) والأمل (MgCl) ، (NaCl) والدواء. وتتراوح نسبة التخلص من الأصباغ والأملاح بين 96 و 98% بينما تبلغ نسبة التخلص من الدواء 37%.

الكلمات المفتاحية: الكربون المنشط ، المركبات النانوية ، الترشيح ، الاحتفاظ

Liste des Figures

Liste des Figures

| Figure N° | Titre | Page N° |
|--------------|---|---------|
| Figure I.1 | Squelette anthraquinonique..... | 6 |
| Figure I.2 | Squelette indigoïde..... | 6 |
| Figure I.3 | Squelette de nitrosés | 7 |
| Figure I.4 | Squelette azoïque..... | 7 |
| Figure I.5 | Représentation schématique des différents types de pores..... | 13 |
| Figure I.6 | Représentation schématique de la surface interne et externe d'un adsorbant.... | 13 |
| Figure I.7 | Filtration classique..... | 18 |
| Figure I.8 | Filtration sous vide..... | 18 |
| Figure I.9 | CA en poudre (CAP)..... | 20 |
| Figure I.10 | CA en grain (CAG)..... | 20 |
| Figure I.11 | Microcomposite, nanocomposite intercalé et nanocomposite exfolié..... | 24 |
| Figure I.12 | Micrographie électronique de zircone, poudre de ZrO ₂ | 26 |
| Figure I.13 | Géométrie des différents types de renforts..... | 26 |
| Figure II.1 | Four tubulaire Nabertherm..... | 28 |
| Figure II.2 | Charbon activé thermiquement à des différentes températures..... | 29 |
| Figure II.3 | Spectromètre IR Presting-21(SHIMADZU)..... | 30 |
| Figure II.4 | Spectrophotomètre UV-Visible utilisé pour mesurer l'absorbance..... | 34 |
| Figure II.5 | pH mètre Starter2100 –OHAUS..... | 35 |
| Figure II.6 | Conductimètre Starter3100 –OHAUS..... | 35 |
| Figure III.1 | Spectre IR du charbon activé à 750°C..... | 38 |
| Figure III.2 | Spectre IR du charbon activé à 870°C..... | 38 |
| Figure III.3 | Représentation du pH _{zpc} pour les charbons activés à 750°C et 870°C..... | 39 |
| Figure III.4 | Spectre de balayage de la solution du VM..... | 41 |

| | |
|--|----|
| Figure III.5 Point isobestique pour des spectres de solutions acide, basique et neutre de RAS..... | 42 |
| Figure III.6 Courbe d'étalonnage du VM..... | 42 |
| Figure III.7 Courbe d'étalonnage du RAS..... | 43 |
| Figure III.8 Perméances des solutions du VM Concentration de 10^{-5} M et 10^{-4} M trait par le charbon activé à 750°C | 43 |
| Figure III.9 Perméances de la solution du VM concentration de 10^{-3} M traité par le charbon activé à 750°C | 44 |
| Figure III.10 Perméances de la solution du RAS concentration de 10^{-4} M et 10^{-3} M traité par le charbon activé à 750°C | 44 |
| Figure III.11 Variation du taux de rétention du VM en fonction du temps sur un charbon activé à 750°C | 45 |
| Figure.III.12 Variation du taux de rétention du RAS en fonction du temps sur le charbon activé à 750°C | 46 |
| Figure III.13 Perméances de la solution du RAS concentration de 10^{-3} M sur le charbon activé à 870°C | 46 |
| Figure III.14 Variation du taux de rétention des Perméances de VM et RAS en fonction du temps à travers un charbon activé à 870°C | 47 |
| Figure III.15 Variation du pH du VM en fonction du temps sur un charbon activé à 750°C | 48 |
| Figure III.16 Variation du pH du RAS en fonction du temps..... | 48 |
| Figure III.17 Variation de conductivité du VM et RAS en fonction du temps à travers un charbon activé à 750°C | 49 |
| Figure III.18 Spectre de balayage de la solution du médicament..... | 51 |
| Figure III.19 Courbe d'étalonnage du médicament..... | 52 |
| Figure III.20 Influence du pH | 52 |
| Figure III.21 Influence du temps..... | 53 |
| Figure III.22 Influence de la masse | 53 |

Liste des Tableaux

Liste des tableaux

| Tableau N° | Titre | page N° |
|----------------------|---|---------|
| Tableau I.1 | La différence entre les colorants naturels et synthétique | 5 |
| Tableau I.2 | Principaux groupes chromophores et auxochromes classés par intensité croissante | 6 |
| Tableau I.3 | Les différentes catégories tinctoriales..... | 8 |
| Tableau I.4 | Classification périodique des éléments | 9 |
| Tableau I.5 | Caractéristiques des principaux adsorbants industriels | 12 |
| Tableau I.6 | Avantages et inconvénients des mécanismes de rétention | 16 |
| Tableau I.7 | Contrôle de la filtration | 17 |
| Tableau I.8 | Techniques de filtration | 17 |
| Tableau I.9 | Facteur influençant la filtration | 18 |
| Tableau I.10 | Avantages et les inconvénients de CAG. | 21 |
| Tableau I.11 | Les propriétés du charbon actif | 23 |
| Tableau I.12 | Dimensions caractéristiques des principales charges utilisées | 27 |
| Tableau II.1 | Produits chimiques utilisés..... | 29 |
| Tableau II.2 | Caractéristiques physico-chimiques du vert de malachite..... | 33 |
| Tableau II.3 | Caractéristiques physico-chimiques du Rouge d'alizarine S..... | 33 |
| Tableau III.1 | Valeurs du pH de charge zéro des charbons activés à deux différentes températures (750°C et 870°C)..... | 39 |
| Tableau III.2 | Détermination de l'indice d'iode pour les charbons activés à différentes températures..... | 40 |
| Tableau III.3 | Conductivité de la filtration des différentes concentrations du NaCl traité par le charbon activé à 750°C..... | 50 |
| Tableau III.4 | Conductivité de la filtration des différentes concentrations du MgCl ₂ traité par un charbon activé à 750°C..... | 50 |

Tableau III.5 Conductivité de la filtration des différentes concentrations du NaCl traité par un charbon activé à 870°C.....50

Tableau III.6 Conductivité de la filtration des différentes concentrations du MgCl₂ traité par le charbon activé à 870°C.....51

Liste des Symboles

Liste des abréviations

NaCl : Chlorure de sodium.

MgCl₂: Chlorure de magnésium.

CaCl₂: Chlorure de calcium.

ZrO₂ : Oxyde de zirconium.

HCl : Chlorure d'hydrogène.

NaOH: Hydroxyde de sodium.

Na₂S₂O₃: Thiosulfate de sodium.

KBr: Bromure de potassium.

S₄ O₆²⁻: Tétrathionate.

S₂O₃²⁻ : Thiosulfate.

OH⁻ : Hydroxyde.

I⁻ : Ion iodure.

H₂O: Eau.

Cu: Cuivre.

Ni: Nickel.

Co: cobalt.

Pt: Platine.

I₂: Diiode.

RAS: Rouge alizarin S.

VM: Vert malachite.

CAP : Charbon actif poudre.

CAG : Charbon actif granulé.

A: Absorbance.

ε : Coefficient d'absorption molaire.

L : Largeur de cuve.

R² : Coefficient de corrélation [Sans unité]

D : Facteur de correction

R(%) : Rendement d'élimination du polluant.

TR: Taux de rétention.

λ_{iso} : Longueur d'onde isobistique.

λ_{max} : Longueur d'onde maximale.

Q_e : Quantité adsorbée.

pH : Potentiel hydrogène.

IRTF : Infrarouge à Transformée de Fourier.

RMN : Résonance magnétiques nucléaire.

UV : Ultraviolet.

UV-Visible : Ultraviolet- Visible.

T : Température absolue en C°

C° : Degré Celsius.

t: temps (min).

M : Molarité mol /l.

N: Normalité.

C : Concentrations.

C_i: Concentration initiale.

C_e: Concentration à l'équilibre.

C_p : Concentration du perméance.

m : Masse utilisé en g.

V : Volume de solution.

d : Diamètre.

g : Gramme unité de masse.

m².g⁻¹ : Mètre carré par gramme.

nm : Nanomètre.

μs/cm : Microsiemens par centimètre.

mm : Millimètre.

cm³/g : Centimètres cube par gramme.

μm : Micromètre.

g/mol: Grammes par mole.

ml: Millilitre.

cm⁻¹: Centimètres à la puissance moins un.

cm³ : Centimètres cube.

mg/l: Milligramme par liter.

mg/g : Milligramme par gramme.

Sommaire

Sommaire

| | |
|-----------------------------|---|
| Liste des figures | |
| Liste des tableaux | |
| Liste des symboles | |
| Introduction générale | 1 |

Chapitre I : Etude bibliographique

Polluants

| | |
|--|----|
| I.1. Introduction..... | 3 |
| I.2.Types de pollution..... | 3 |
| I.3. Pollution chimique de l'eau..... | 3 |
| I.4. Sources de pollution de l'eau..... | 4 |
| I.4.1. La pollution naturelle..... | 4 |
| I.4.2. La pollution industrielle..... | 4 |
| I.5. Colorants..... | 5 |
| I.5.2. Types de colorants..... | 5 |
| I.5.3. Classification des colorants..... | 5 |
| I.5.3.1. Classification chimique..... | 5 |
| I.5.3.2. Classification tinctoriale..... | 8 |
| I.5.4. Toxicité des colorants..... | 8 |
| I.6. Métaux lourds..... | 9 |
| I.6.1. Définition..... | 9 |
| I.6.2. Sources de métaux lourds..... | 9 |
| I.6.3. Effet des métaux lourds..... | 9 |
| I.6.3.1. Effet sur la santé..... | 9 |
| I.6.3.2. Effet sur l'environnement..... | 10 |
| I.7. Salinité..... | 10 |
| I.7.1. Définition..... | 10 |
| I.7.2. Les sels solubles..... | 10 |

Adsorption et filtration

| | |
|--|----|
| I.1. Adsorption..... | 11 |
| I.2. Généralités sur l'adsorption..... | 11 |
| I.2.1. Adsorbants..... | 11 |
| I.2.1.1. Propriétés générales..... | 11 |
| I.2.1.2. Principaux types d'adsorbants..... | 12 |
| I.2.1.3. Propriétés des adsorbants..... | 12 |
| I.2.2. Facteurs influençant l'Adsorption..... | 14 |
| I.3. Filtration..... | 15 |
| I.3.1. Définition de filtration..... | 15 |
| I.3.2. Principe..... | 15 |
| I.3.3. Méthodes de filtration..... | 15 |
| I.3.4. Mécanismes de filtration..... | 16 |
| I.3.5. Contrôle de la filtration..... | 17 |
| I.3.6. Matériel de filtration..... | 17 |
| I.3.6.1. Appareils de laboratoire..... | 17 |
| I.3.7. Facteur influençant la filtration..... | 18 |
| | |
| Charbon actif | |
| I.1. Introduction..... | 19 |
| I.2. Définition..... | 19 |
| I.3. Charbon actif comme adsorbant..... | 19 |
| I.4. Forme du charbon..... | 19 |
| I.4.1. Charbon actif en poudre (CAP)..... | 19 |
| I.4.2. Charbons actifs granulés (CAG)..... | 20 |
| I.4.2.1. Avantages et les inconvénients du charbon actif granulés (CAG)..... | 21 |
| I.5. Utilisations du charbon actif..... | 21 |
| I.6. Préparation du charbon actif..... | 22 |
| I.6.1. Phase de carbonisation..... | 22 |
| I.6.2. Phase d'activation..... | 23 |

| | |
|--|----|
| I.7. Propriété du charbon actif..... | 23 |
| Nanocomposites | |
| I.1. Introduction..... | 24 |
| I.2. Définition des nanocomposites..... | 24 |
| I.3. Type des nanocomposites..... | 24 |
| I.4. Classification des nanocomposites suivant la matrice..... | 25 |
| I.4.1. Composites à matrice polymère..... | 25 |
| I.4.2. Composites à matrice métallique..... | 25 |
| I.4.3. Composites à matrice céramique..... | 25 |
| I.5. Classification suivant les différents types de renforts ou charges..... | 25 |
| I.5.1. Les nanoparticules..... | 25 |
| I.5.2. Les nanotubes et nanofibres..... | 26 |
| I.5.3. Plaques/lamelles/feuillet..... | 26 |
| I.6. Applications des nanocomposites..... | 27 |

Chapitre II : Méthodes et matériels

| | |
|---|----|
| II.1. Introduction..... | 28 |
| II.2. Adsorbants..... | 28 |
| II.2.1. Synthèse du charbon actif (adsorbant)..... | 28 |
| II.2.2. Synthèse des nano composites à base de charbon actif..... | 29 |
| II.2.3. Caractérisations des matériaux..... | 29 |
| II.2.3.1. Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)..... | 29 |
| II.2.3.2. Détermination du pH de charge zéro pH_{zpc} | 30 |
| II.2.3.3. Indice d'iode..... | 31 |
| II.3. Adsorbats..... | 32 |
| II.3.1. Généralités sur les deux colorants..... | 32 |
| II.3.2. Généralités sur les deux sels..... | 33 |
| II.3.3. Méthodologie d'analyse des adsorbats..... | 34 |
| II.3.3.1. Spectroscopie UV-visible..... | 34 |
| II.3.3.2. Potentiel hydrogène (pH)..... | 35 |

| | |
|---|----|
| II.3.3.3. La conductivité..... | 35 |
| II.4. Applications sur le charbon actif..... | 35 |
| II.4.1. Filtration..... | 35 |
| II.5. Adsorption d'un antibiotique sur les nanocomposites..... | 36 |
| II.5.1. Effets de certains paramètres sur l'adsorption du médicament..... | 37 |
| II.5.1.1. Effet du pH..... | 37 |
| II.5.1.2. Effet du temps..... | 37 |
| II.5.1.3. Effet de la masse..... | 37 |

Chapitre III : Résultats et discussions

| | |
|--|----|
| III.1. Caractérisation du charbon actif..... | 38 |
| III.1.1. Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)..... | 38 |
| III.1.2 Détermination du pH de charge zéro (pH_{zpc})..... | 39 |
| III.1.3. Détermination de l'indice d'iode..... | 40 |
| III.2. Etude des colorants..... | 40 |
| III.2.1. Détermination de la longueur d'onde maximale..... | 41 |
| III.2.2. Courbe d'étalonnage du vert de malachite et rouge d'alizarine S..... | 42 |
| III.2.3. Filtration du vert de malachite et du rouge d'alizarine S..... | 43 |
| III.2.3.1. Traitement par charbon activé à 750°C..... | 43 |
| III.2.3.2. Traitement par charbon activé à 870°C..... | 46 |
| III.2.4. Etudes du pH des colorants..... | 47 |
| III.2.5. Etude de la conductivité..... | 49 |
| III.3. Etudes des sels..... | 49 |
| III.4. Adsorption d'un antibiotique sur les nanocomposites..... | 51 |
| III.4.1. Effets de certains paramètres sur l'adsorption du médicament sur les nanocomposites..... | 52 |
| III.4.1.1. Effet de pH..... | 52 |
| III.4.1.2. Effet du temps..... | 53 |
| III.4.1.3. Effet de la masse..... | 53 |
| Conclusion générale..... | 54 |
| Références bibliographiques | |

Introductions Générale

Introduction générale

La protection de l'environnement est devenue une préoccupation collective. Les questions des déchets est quotidienne et touche chaque individu tant sur le plan professionnel que familial.

L'une des principales crises écologiques mondiales est la pollution. De nos jours, les causes de pollution de l'environnement et surtout, la pollutions des eaux proviennent de la production et de l'utilisation de diverses sources d'énergie, de l'agriculture et des activités industrielles elle produit des déchets parfois hautement toxiques, et les déchets pharmaceutiques sont aussi considérés comme des déchets dangereux, ces déchets sans cesse croissantes génèrent d'énormes quantités d'effluents liquides qui sont le plus souvent contaminés par des substances chimiques toxique. Parmi ces substances, les colorants, les métaux lourds et les sels [1].

Dans le cadre de notre travail nous avons réalisé une étude détaillée sur un charbon actif. Une caractérisation physico-chimique, pour identifier notre matériau, et leur application dans le traitement des rejets liquide par procédés de filtration. Ce travail consiste aussi à étudier l'adsorption d'un médicament, sur des nanocomposites synthétisé à base de charbon actif étudié.

Les principaux chapitres de notre travail sont traités selon le plan suivant:

- ❖ Le premier chapitre, consiste en une revue bibliographique dans laquelle sont détaillés les sous chapitres suivants : pollution, charbon actif, les nanocomposites et les différentes techniques de dépollution, filtration et adsorption.

- ❖ Le deuxième chapitre est consacré à la description du matériel et des méthodes expérimentales ayant permis la réalisation pratique de cette étude. Nous avons réalisé la synthèse des deux matériaux ainsi que quelques caractérisations disponible au sein de notre laboratoire. Cette partie présente aussi l'application sur les deux matériaux adsorbants, des essais de filtration sur le charbon actif pour l'élimination des colorants cationique et anioniques, des sels et des essais d'adsorption sur les nanocomposites pour l'élimination d'un antibiotique.

- ❖ Le troisième chapitre, est consacré à la présentation des différents résultats expérimentaux obtenus ainsi que leurs discussions et nous finirons par une conclusion.

Enfin nous achèverons ce travail par une conclusion générale récapitule les principaux résultats obtenus.

Chapitre I

Etude Bibliothèque

Polluants

I.1. Introduction

Les activités industrielles sans cesse croissantes génèrent d'énormes quantités d'effluents liquides qui sont le plus souvent contaminés par des substances chimiques toxiques. La pollution de l'eau est actuellement placée en tête des problèmes de l'environnement, car l'eau est l'interface entre l'air et le sol, subit donc les dégradations de ces deux milieux. Parmi ces substances, les colorants chimiques et les métaux lourds sont les plus nocifs pour l'environnement et l'atmosphère [1].

I.2. Types de pollution

La pollution est l'introduction des substances étrangères nocives dans un écosystème de manière directe ou indirecte qui provoquent sa dégradation physique et chimique. Il existe trois grands types de pollutions, pollution des eaux, des sols et de l'air.

L'eau compte tenu de ses propriétés physico-chimique est trop souvent utilisée par l'homme comme un vecteur d'évacuation de la majorité de ses déchets, ainsi pollué, elle devienne un vecteur de pollution [2]. La pollution de l'eau est peut être observée à différents niveaux comme Les nappes ou les sources d'eaux par suite d'infiltration d'eaux aussi dans Les canalisations et les réseaux d'alimentations en eau [3].

Les polluants peuvent être d'origine organique ou minérale. Les polluants les plus couramment rencontrés et les plus fréquemment recherchés sont les métaux lourds ou (ETM) éléments traces Métalliques et les hydrocarbures [4].

I.3. Pollution chimique de l'eau

La pollution chimique des eaux résulte de la libération de certaines substances minérales toxiques dans les cours d'eaux, par exemple: les nitrates, les phosphates, l'ammoniac et autre sel, ainsi que des ions métalliques [4]. Ces substances exercent un effet toxique sur les matières organiques et les rendent plus dangereuses [5].

Les polluants chimiques sont classés à l'heure actuelle en cinq catégories: Les substances chimiques dites indésirables, les pesticides, les produits apparentés, les détergents, les colorants et autres éléments toxiques [3].

I.4. Sources de pollution de l'eau

I.4.1. La pollution naturelle

La teneur en substances indésirables n'est pas toujours le fait de l'activité humaine. Certains phénomènes naturels peuvent également y contribuer. Par exemple, le contact de l'eau avec les gisements minéraux peut, par érosion ou dissolution, engendrer des concentrations inhabituelles en métaux lourds, en arsenic, etc. des irrptions volcaniques, des épanchements sous-marins d'hydrocarbures... peuvent aussi être à l'origine de pollutions [6].

I.4.2. La pollution industrielle

Si la pollution domestique des ressources est relativement constante, les rejets industriels sont, au contraire, caractérisés par leur très grande diversité, suivant l'utilisation qui est faite de l'eau au cours du processus industriel.

Selon l'activité industrielle, on va donc retrouver des pollutions aussi diverses que :

- **Les métaux**

Comme le plomb, le zinc, l'arsenic, le cuivre, le mercure et le cadmium dans les eaux usées industrielles nuisent aux humains et aux autres animaux. Comme la pollution arsenic des eaux souterraines [6].

- **Les colorants**

Et adjuvants utilisés par les industries textiles peuvent constituer une menace sérieuse pour l'environnement car leur présence dans l'eau, même à des quantités très faibles, est très visible et indésirable [6].

- **Les hydrocarbures** (Industries pétrolières, transports).
- **Des matières organiques et des graisses** (abattoirs, industries agro-alimentaires...).
- **Des acides, bases, produits chimiques** divers (industries chimiques, tanneries...).
- **Des eaux chaudes.**

La pollution thermique correspond à une forte hausse ou diminution de la température d'un milieu par rapport à la température normale [6].

- **Des matières radioactives** (centrales nucléaires, traitement des déchets radioactifs).

I.5. Colorants

I.5.1. Définition

Un colorant est une substance chimique colorée capable de transmettre sa coloration à d'autre corps, est un composé organique insaturé et aromatique. Les première matières colorantes étaient d'origines végétales (garance, indigo, gaude..) ou même animales (carmin tiré de la cochenille).

Les grands domaines d'application des colorants sont les suivants : textiles 60%, papiers 10%, matières plastiques et élastomères 10%, cuirs et fourrures : 3% [1].

I.5.2. Types de colorants

Il existe seulement une dizaine de colorants naturels, alors que l'on compte des milliers de colorants synthétiques.

Tableau I.1. La différence entre les colorants naturels et synthétique [1].

| Les colorants naturels | Les Colorants synthétiques |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> • Les colorants naturels sont extraits des plantes, des arbres, des lichens ou insectes et des mollusques. • Les colorants jaunes sont les plus nombreux. • Sont purement développés à partir de la nature. | <ul style="list-style-type: none"> • Les matières premières des colorants synthétiques sont des composés tels que le benzène, issu de la distillation de la houille. • Les Colorants synthétiques sont fabriqués chimiquement. |

I.5.3. Classification des colorants

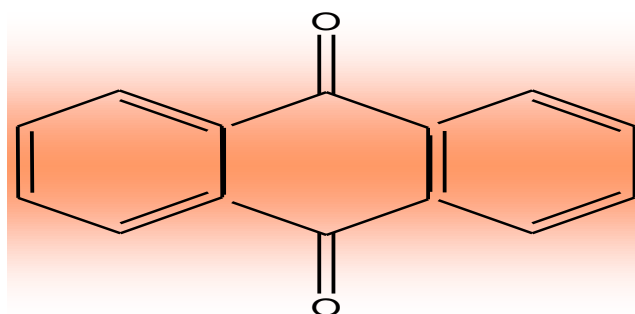
I.5.3.1. Classification chimique

La classification des colorants selon leur structure chimique repose sur la nature du groupe chromophore (Tableau I.2) [7].

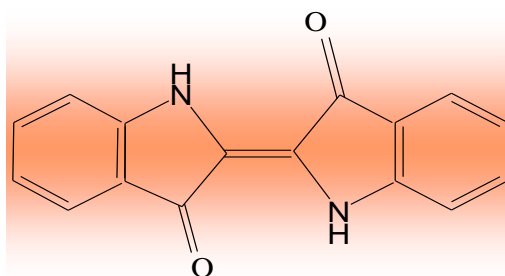
Tableau I.2. Principaux groupes chromophores et auxochromes classés par intensité croissante [7].

| Groupes chromophores | Groupes auxochromes Groupes donneurs d'électron |
|---|--|
| Azo (-N=N-) | Amino (-NH ₂) |
| Nitroso (-N=O) | Méthylamino (-NHCH ₃) |
| Carbonyle (>C=O) | Diméthylamino (-N(CH ₃) ₂) |
| Vinyle (-C=CH ₂) ou méthine (>C=) | Hydroxyle (-OH) |
| Nitro (-NO ₂) | Alkoxy (-OR) |
| Thiocarbonyle (>C=S) | |

• **Les colorants anthraquinoniques** sont, d'un point de vue commercial, les plus importants après les colorants azoïques. Leur formule générale dérivée de l'anthracène montre que le chromophore est un noyau quinonique sur lequel peuvent s'attacher des groupes hydroxyles ou amino [7].

**Figure I.1** Squelette anthraquinoniques [1].

• **Les colorants indigoïdes** tirent leur appellation de l'indigo dont ils dérivent. Ainsi, les homologues sélénié, soufré et oxygéné du bleu indigo provoquent d'importants effets hypsochromes avec des coloris pouvant aller de l'orange au turquoise [7].

**Figure I.2.** Squelette indigoïde [1].

- **Les colorants xanthènes** dont le composé le plus connu est la fluorescéine, sont dotés d'une intense fluorescence. Peu utilisés en tant que teinture, leur usage est bien établi comme marqueurs lors d'accidents maritimes ou comme traceurs d'écoulement pour des rivières souterraines, des flux de rejets, etc. ... [7].
- **Les phthalocyanines** ont une structure complexe basée sur l'atome central de cuivre. Les colorants de ce groupe sont Obtenus par réaction du dicyanobenzène en présence d'un halogénure métallique (Cu, Ni, Co, Pt, etc.) [7].
- **Les colorants nitrés et nitrosés** forment une classe de colorants très limitée en nombre et relativement ancienne. Ils sont actuellement encore utilisés, du fait de leur prix très modéré lié à la simplicité de leur structure moléculaire caractérisée par la présence d'un groupe nitro (-NO₂) en position ortho par rapport à un groupement électrodonneur (hydroxyle ou groupes aminés) [8].

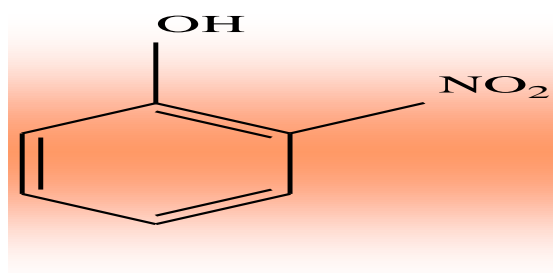


Figure I.3. Squelette de nitrosés [1].

- **Colorants azoïques** Les colorants azotés sont les colorants les plus couramment utilisés dans l'industrie textile, sont des composés organiques contenant un groupe azoté (Figure I.2) qui s'avère être stable comme colorants de textile [8]. Les colorants azotés sont résistants à la lumière, aux acides, aux bases et à l'oxygène qui font que leur utilisation dans l'industrie textile soit très répandue [8].

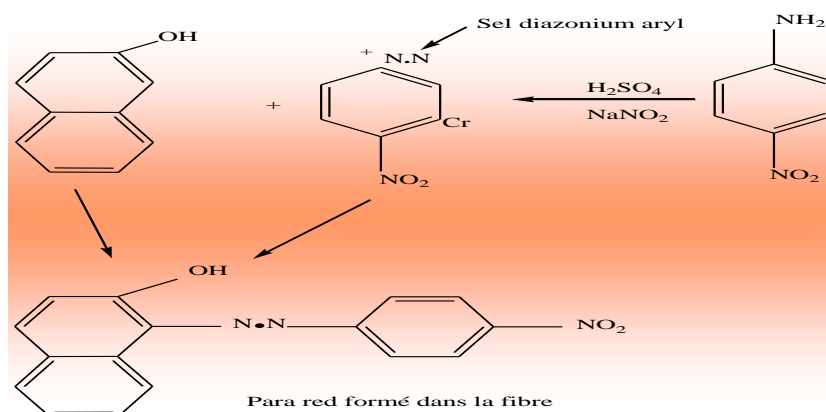


Figure I.4. Squelette azoïque [1].

I.5.3.2. Classification tinctoriale

Si la classification chimique présente un intérêt pour le fabricant de matières colorantes, le teinturier préfère le classement par domaines d'application. Ainsi, il est renseigné sur la solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour les diverses fibres et sur la nature de la fixation. Celle-ci est de force variable selon que la liaison colorant - substrat est du types ionique, hydrogène, de Van der Waals ou covalente. On distingue différentes catégories tinctoriales définies cette fois par les auxochromes [7].

Tableau I.3. Les différentes catégories tinctoriales.

| Les colorants acides ou anioniques | Les colorants basiques ou cationiques | Les colorants à complexe métallique | Les Colorants réactifs |
|--|--|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> • Très solubles dans l'eau grâce à leurs groupes sulfonate ou carboxylate. •L'affinité colorant - fibre est le résultat de liaisons ioniques entre la partie acide sulfonique du colorant et les groupes amino des fibres textiles [7]. | <ul style="list-style-type: none"> • Les colorants basiques se composent de grosses molécules et ce sont des sels solubles dans l'eau. Ils ont une affinité directe pour la laine et la soie et peuvent être utilisés sur le coton. •Classe des colorants porteurs d'ions positifs et reconnus pour leurs nuances brillantes. | <ul style="list-style-type: none"> • Ils sont des composés organiques qui présentent des groupes suffisamment voisins pour former des complexes par chélation avec des sels de chrome. • Les colorants à complexe métallique appartenant à la classe des azoïques et des anthraquinoniques, de cobalt, de calcium, d'étain ou d'aluminium [1]. | <ul style="list-style-type: none"> • Ils entrent de plus en plus fréquemment dans la teinture du coton et éventuellement dans celle de la laine et des polyamides. •Leur molécule contient un groupement chromophore et une fonction chimique réactive de type triazinique ou vinylsulfone assurant la formation d'une liaison covalente avec les fibres [1]. |

I.5.4. Toxicité des colorants

La toxicité des colorants vient de l'ignorance des chercheurs ou des utilisateurs de leurs structures chimiques qui diffèrent d'un type à un autre. Ainsi que du mode de l'emploi lors de l'utilisation.

Leur toxicité est en fait due à la teneur en groupements cancérigènes tels que les groupements aromatiques, phtalogènes, cyanurés, sel de barium et de plomb.

Parmi les colorants industriels, nous somme intéressé particulièrement à la toxicité des colorants azoïques, lesquels sont caractérisés par la présence de groupe azo ($-N=N-$) [7].

I.6. Métaux lourds

I.6.1. Définition

D'un point de vue purement scientifique et technique, les métaux lourds peuvent être définis comme :

- Tout métal ayant une densité supérieure à 5 [8].
- Tout métal ayant un numéro atomique élevé, en général supérieur à celui du sodium ($Z = 11$),
- Tout métal pouvant être toxique pour les systèmes biologiques.

Tableau I.4. Classification périodique des éléments [9].

| Bloc s | | | | | | | | | | | | | | | | | | Bloc p | | | | | |
|---------------|----|--------------------------------|--------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|--------|---|---|---|---|----|
| H | | ■ Métaux lourds de densité > 5 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | He |
| Li | Be | | | | | | | | | | | | | | | | | B | C | N | O | F | Ne |
| Na | Mg | Bloc d | | | | | | | | | | Al | Si | P | S | Cl | Ar | | | | | | |
| K | Ca | Sc | Ti | V | Cr | Mn | Fe | Co | Ni | Cu | Zn | Ga | Ge | As | Se | Br | Kr | | | | | | |
| Rb | Sr | Y | Zr | Nb | Mo | Te | Ru | Rh | Pd | Ag | Cd | In | Sn | Sb | Te | I | Xe | | | | | | |
| Cs | Ba | La | Hf | Ta | W | Re | Os | Ir | Pt | Au | Hg | Tl | Pb | Bi | Po | At | Rn | | | | | | |
| Fr | Ra | Ac | Bloc f | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| Lanthanides | | | Ce | Pr | Nd | Pm | Sm | Eu | Gd | Tb | Dy | Ho | Er | Tm | Yb | Lu | | | | | | | |
| Transuraniens | | | Th | Pa | U | Np | Pu | Am | Cm | Cf | Bk | Es | Fm | Md | No | Lr | | | | | | | |

I.6.2. Sources de métaux lourds

Les métaux lourds sont redistribués naturellement dans l'environnement par les processus géologiques et les cycles biologiques. Les activités industrielles et technologiques diminuent cependant le temps de résidence des métaux dans les roches, ils forment de nouveaux composés métalliques, introduisent les métaux dans l'atmosphère par la combustion de produits fossilifères. Il faut différencier la part qui résulte de la contamination d'origine humaine (anthropogène) et la part naturelle (géogène) [10].

I.6.3. Effet des métaux lourds

I.6.3.1. Effet sur la santé

Les métaux lourds s'accumulent dans l'organisme et provoquent des effets toxiques à court et/ou à long terme. Ils peuvent affecter le système nerveux, les fonctions rénales, hépatiques, respiratoires, ou autres. [11, 12].

I.6.3.2. Effet sur l'environnement

Les métaux ont surtout un impact sur l'environnement. La contamination de la faune entraîne des problèmes de santé et conduit à un risque de bioaccumulation de métaux toxiques dans de nombreuses espèces aquatiques, y compris le poisson [13-14].

I.7. Salinité**I.7.1. Définition**

Elle est définie selon plusieurs chercheurs comme la présence d'une concentration excessive de sels solubles dans le sol ou dans l'eau d'irrigation [15].

I.7.2. Les sels solubles

La principale source de sels est issue des formations sédimentaires d'origine marine au sein desquelles d'importantes quantités de sels solubles sont mobilisées par les écoulements. Les ions les plus abondants sont conformes à la composition de l'eau de mer, et les eaux présentent alors généralement un faciès chimique à dominante chlorurée sodique [16].

Les sels résultent de l'association entre acides et bases, ils sont libres et solubles dans la solution du sol d'où le nom de sels solubles.

Adsorption et filtration

I.1. Adsorption

L'adsorption est un procédé de transfert de matière entre une phase liquide (ou gazeuse) chargée en composés organiques ou inorganiques et une phase solide. L'adsorbant pendant des décennies, les charbons actifs commerciaux ont été les principaux, voir les seuls adsorbants utilisés dans les filières de traitement de l'eau. En effet, l'adsorption sur charbons actifs présente de nombreux avantages : elle permet l'élimination d'une large gamme de polluants organiques et inorganiques, tels que les phénols, les ions métalliques, les pesticides, les substances humiques, les détergents, ainsi que les composés responsables du goût et de l'odeur. A l'inverse de la précipitation, l'adsorption est plutôt efficace dans le domaine des faibles concentrations [17].

I.2. Généralités sur l'adsorption

Le principe de l'adsorption repose sur la propriété quand les solides fixent sur leurs surfaces certaines substances qui s'adsorbent [18]. Le solide est appelé adsorbant et la substance qui s'adsorbe est l'adsorbât que nous l'appellerons plus couramment soluté afin d'éviter toute confusion avec l'adsorbant [19].

Les interactions entre adsorbant et adsorbât sont le plus souvent de nature électrostatique, donc faible et réversible on parle alors de physisorption par opposition à la chimisorption, phénomène généralement irréversible qui fixe par liaison covalente l'adsorbât à l'adsorbant [18].

L'adsorption étant un phénomène de surface, il est nécessaire de disposer de grande surface spécifique (surface d'adsorption par unité de masse ou de volume), ce qui conduit à mettre en œuvre des adsorbants microporeux. Bien entendu, les propriétés physico-chimiques de ces matériaux (polarité, fonctions chimiques de surface) jouent un rôle déterminant dans les énergies de liaison avec les adsorbâtes [20].

I.2.1. Adsorbants

I.2.1.1. Propriétés générales

Les premiers adsorbants utilisés, il y a plusieurs siècles, furent les argiles et les terres décolorantes, puis à la fin du XIX^{ème} siècle furent développés les charbons actifs. La première guerre mondiale vit apparaître les gels de silice, puis, dans les années 1939-1940, les alumines activées. En 1945 sont reconnues les propriétés d'adsorption exceptionnelles des zéolithes naturelles. En 1950, les premières zéolithes synthétiques ouvrent la voie au fantastique développement des tamis moléculaires comme

catalyseurs et adsorbants. A coté de ces adsorbants utilisés en quantités industrielles, se sont développés ces dernières années de nouveaux produits de meilleures propriétés [21]. Seuls les adsorbants ayant une surface spécifique suffisante peuvent avoir un intérêt pratique. Les adsorbants industriels ont généralement des surfaces spécifiques supérieures à $100 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$ et pouvant atteindre quelques milliers de $\text{m}^2.\text{g}^{-1}$ [22]. Ces adsorbants sont nécessairement microporeux avec des tailles de pores inférieures à 2 nm ou mésoporeux avec des tailles de pores comprises entre 2 nm et 50 nm.

Les adsorbants sont caractérisés par leurs propriétés extérieures telles que leurs surfaces spécifiques ou leurs polarités. Une importante surface spécifique est préférable pour avoir une grande capacité d'adsorption. La taille des micropores détermine l'accessibilité des molécules adsorbables à la surface interne d'adsorption, il est donc possible de caractériser les adsorbants par la distribution de la taille des pores, et donc de choisir tel ou tel adsorbant pour une séparation particulière [23].

I.2.1.2. Principaux types d'adsorbants

Les principaux adsorbants employés dans l'industrie sont les charbons actifs, les zéolithes, les gels de silices, les alumines activées dont les caractéristiques sont récapitulées dans le tableau I.5.

Tableau I.5. Caractéristiques des principaux adsorbants industriels [24].

| adsorbant | Surface spécifique ($\text{m}^2 .\text{g}^{-1}$) | Taille des pores (nm) | Porosité interne |
|-------------------|---|--------------------------|------------------|
| Charbon actif | 400 à 2000 | 1.0 à 4.0 | 0.4 à 0.8 |
| Zéolithes | 500 à 800 | 0.3 à 0.8 | 0.3 à 0.4 |
| Gels de silice | 600 à 800 | 2.0 à 5.0 | 0.4 à 0.5 |
| Alumines activées | 200 à 400 | 1.0 à 6.0 | 0.3 à 0.6 |

I.2.1.3. Propriétés des adsorbants

➤ Structure poreuse

Un solide poreux peut être défini à partir du volume de substance adsorbée nécessaire pour saturer tous les pores ouverts d'un gramme de ce solide. Un pore ouvert est un pore dont l'accès se situe à la surface du grain, il est donc accessible au fluide. Ce volume poreux, en $\text{cm}^3.\text{g}^{-1}$, est donc uniquement caractéristique de la porosité ouverte (Figure I.5) [25].

Selon la classification I.U.P.A.C. (International Union of Pure and Applied Chemistry), les tailles de pores sont réparties en 3 groupes :

- les micropores de diamètre inférieur à 2 nm.
- les mésopores de diamètre compris entre 2 et 50 nm.
- les macropores de diamètre supérieur à 50 nm [25].

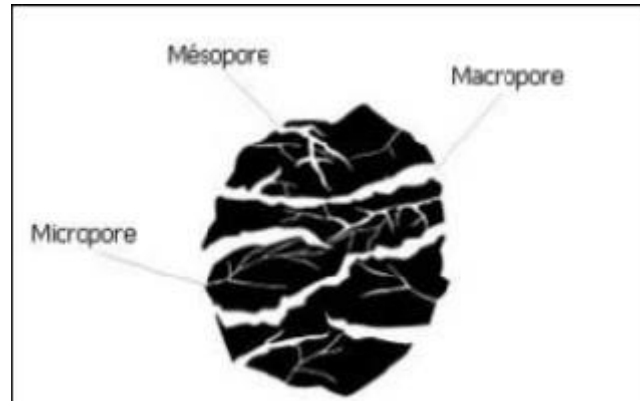


Figure I.5. Représentation schématique des différents types de pores [25].

➤ Surface spécifique

La surface spécifique ou aire massique (en $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$) est la surface totale par unité de masse d'adsorbant accessible aux molécules. Toute la surface des particules de l'adsorbant est considérée, porosité ouverte comprise, pour le calcul de la surface spécifique qui cumule donc la surface intérieure de tous les pores constituant le grain d'adsorbant. La surface spécifique comprend la surface externe et la surface interne d'un adsorbant (Figure I.6) [25].

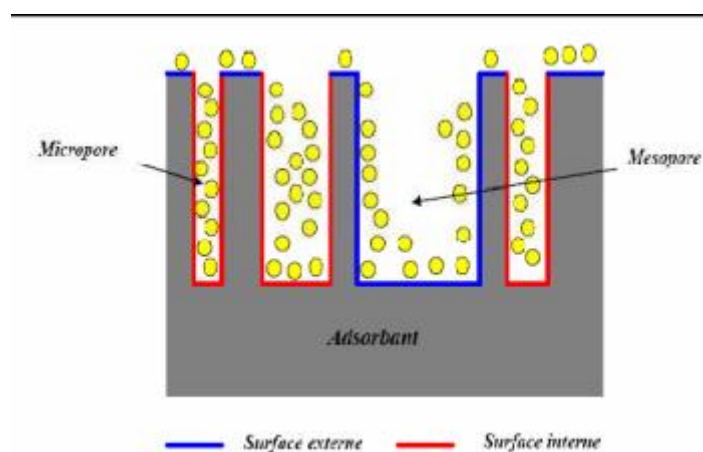


Figure I.6. Représentation schématique de la surface interne et externe d'un adsorbant [25].

I.2.2. Facteurs influençant l'Adsorption

Le transfert des polluants est régi par trois phénomènes physico-chimiques : l'équilibre thermodynamique entre les deux phases qui exprime la limite du procédé, la cinétique de l'adsorption et la compétition entre les différents adsorbats. Plusieurs facteurs vont donc influencer sur ces phénomènes [26].

La Température : Le phénomène d'adsorption étant généralement exothermique, ainsi les résultats sont meilleurs à froid [26].

La Concentration : Plus la concentration du substrat est élevée plus la capacité d'adsorption (quantité de composé adsorbé par unité de masse adsorbant) est importante [18].

La nature de l'adsorbant : L'adsorption d'une substance donnée croît avec la diminution de la taille des particules de l'adsorbant qui permet aux composés de la solution de pénétrer dans les capillaires de la substance, donc la subdivision de la particule du solide influe directement sur les pores de ce dernier ainsi que sur sa surface spécifique qui va être développée [26].

La nature de l'adsorbât : Moins une substance est soluble dans le solvant mieux elle est adsorbée. L'adsorption à partir des solutions aqueuses croît lorsqu'on parcourt une série d'homologues à la porosité qui est liée à la taille des pores. Elle reflète la structure interne des adsorbants microporeux [27].

La polarité : L'adsorption va être fortement influencée par les dimensions du composé à piéger (surface, volume), donc un soluté aura plus d'affinité pour un solvant ou pour l'adsorbant le plus polaire mais aussi par les groupements fonctionnels de la molécule (alcools, aldéhydes, cétones, acides carboxyliques, amines, soufre, halogène...). Ces derniers induisent des effets de polarisabilité plus ou moins marqués [28,29], et importante avec les adsorbants hydrophobes (charbon actifs, polymères poreux). Par contre, elle est insignifiante avec les adsorbants polaires très hydrophiles (gel de silice, alumine) [27].

La surface spécifique : La surface spécifique est une donnée essentielle de la caractérisation des solides et des matériaux poreux. Il est clair que l'on cherche à conférer aux adsorbants une grande surface spécifique. Cette grandeur désigne la surface accessible rapportée à l'unité de poids d'adsorbant [26].

Le pH : Le pH a parfois un effet non négligeable sur les caractéristiques de l'adsorption. Dans la plupart des cas, les meilleurs résultats sont acquis aux pH les plus faibles. Cette propriété s'applique particulièrement à l'adsorption de substances acides [30].

I.3. Filtration

La filtration peut être décrite comme une opération au cours de laquelle des solides (particules) présents dans un solide-mélange fluide sont séparés du liquide en forçant l'écoulement du mélange à travers une maille ou un tissu soutenu [31]. Le mélange est amené à s'écouler par divers forces : gravité, pression, vide ou force centrifuge. Les produits de la séparation se composent d'un flux fluide (filtrat) exempt ou presque exempt de particules, d'une phase solide avec liquide entraîné et éventuellement un mélange solide-fluide avec une concentration solide accrue [32].

I.3.1. Définition de filtration

La filtration consiste à retenir, à l'aide d'un réseau poreux, d'une surface filtrante ou d'un filtre, des particules solides en suspension dans un liquide ou un gaz. Le résultat de la filtration est nommé filtrat [33]. La filtration permet de purifier les solutions en éliminant toutes les particules solides. Elle est également utilisée pour retenir toutes les particules en suspension dans l'air [33].

Un filtre se compose d'un milieu filtrant poreux et d'un support ou carter qui avec l'ensemble de l'appareillage annexe, permet la réalisation de la filtration [34].

I.3.2. Principe

Une surface filtrante est une paroi poreuse dont les pores se rejoignent pour former des canalicules, assimilables à des capillaires et dont l'ensemble constitue le réseau [33].

La rétention des particules se fait essentiellement par un phénomène de criblage (ou tamisage), c'est-à-dire, par arrêt de toutes les particules dont le diamètre est supérieur à celui des pores [33].

I.3.3. Méthodes de filtration

En fonction du Passage de fluides à la surface du filtre on distingue :

- **Filtration Frontale** : passage de fluides perpendiculairement à la surface du filtre.
- **Filtration Tangentielle** : passage de fluides parallèlement à la surface du filtre [35].

Selon la taille des particules, on distingue :

- **La filtration clarifiante** : qui retient les particules visibles et conduit à des liquides totalement limpides. elle permet d'arrêter des contaminants de 10 à 450 μ m.
- **La microfiltration** :
 - Permet d'arrêter des contaminants de 0,01 à 10 μ m.

- Procédé le plus utilisé dans l'industrie pharmaceutique.
- Elle consiste à faire passer un mélange solide liquide à travers un milieu poreux qui retient les particules de taille supérieure à la taille des pores en surface, ou les pièges en profondeur [34].

I.3.4. Mécanismes de filtration

Le but de la filtration est d'arrêter les contaminants d'une taille donnée, d'une façon constante et définitive dans les conditions d'utilisation des filtres [36].

La rétention mécanique : Permet la rétention des contaminants de taille supérieure à la taille des pores. Les particules fibreuses petites ou déformables ne sont pas retenues. La rétention mécanique peut dépendre de la variation de pression et du débit si la structure du filtre est instable [36].

L'adsorption : Les contaminants de taille inférieure à la taille des pores peuvent être retenues par des forces d'adsorption (forces de Vander Waals), forces électrocinétiques et électrostatiques). Les contaminants portent une charge électrique de signe opposée à la paroi du filtre qui les absorbe [36].

L'effet d'Inertie : Les particules qui quittent le flux du fluide du fait de leur masse et de leur vitesse sont retenues dans les recoins de la substance poreuse, c'est à dire en profondeur [36].

Tableau I.6. Avantages et inconvénients des mécanismes de rétention [35].

| Mécanisme de Rétention | Définition | Avantage | Inconvénient |
|------------------------|--|--|--|
| Criblage | <ul style="list-style-type: none"> . phénomène mécanique . rétention à la surface des particules > diamètre de pore | <ul style="list-style-type: none"> . le filtre maintient son intégrité . pas de rétention de liquide . dimension des pores précises | <ul style="list-style-type: none"> . colmatage due à l'accumulation des particules sur le filtre → ralentissement et l'arrêt de l'écoulement |
| Adsorption | <ul style="list-style-type: none"> . phénomène physique . rétention à l'intérieur des canaux de réseau poreux, par des forces électrostatique, des particules < diamètre de pores | <ul style="list-style-type: none"> . grande capacité de rétention | <ul style="list-style-type: none"> . forte adsorption de liquide . prolifération bactérienne . désorption en de variation de pression |

I.3.5. Contrôle de la filtration

Tableau I.7. Contrôle de la filtration [35].

| Avant | Pendant | Après / sur le produit fini |
|--|--|--|
| 1. Test de porosité (point de bulle) : <ul style="list-style-type: none"> ➤ La pression nécessaire pour l'apparition du 1er bulle d'aire 2. Test de diffusion <ul style="list-style-type: none"> ➤ Pour détecter les points faibles des filtres et les défauts de montages | 1. Mesure de Débit 2. Mesure de pression en aval et en amont du filtre <ul style="list-style-type: none"> ➤ Une variation importante de la pression signifie qu'il y a eu altération du filtra | 1. Examen visuelle ou microscopique : Vérifier l'absence de particule en suspension dans le filtrat 2. Dosage de PA dans le filtrat : Vérifier la non-adsorption di PA par le filtre 3. Recherche des impuretés solubles pouvant être apportées par les filtres |

I.3.6. Matériel de filtration

Un appareil de filtration comprend un support et un réseau filtrant.

Tableau I.8. Techniques de filtration [35].

| Laboratoire/officine | Industrie |
|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"> • Par gravité • Sous vide : -Filtre en verre fritté | <ul style="list-style-type: none"> • Sous vide : Filtre rotatif • Sous pression :- Filtre presse -Filtre Cartouche |

I.3.6.1. Appareils de laboratoire

- Sans pression : on utilise l'entonnoir en verre ou en matière plastique qui sert de support à du papier filtre (papier joseph pour solution aqueuse ou alcoolique, papier Chardin pour filtrer sirop et huile). Le liquide passe à travers le filtre par gravité, simplement par son poids [37] ;

- Par aspiration : filtre type Buchner. Une plaque Perforée Sert de support À un réseau filtrant et s'utilise sur des flacons à vide [37] ;
- Sous pression : les membranes filtrantes en esters de cellulose ou en céramique [37].

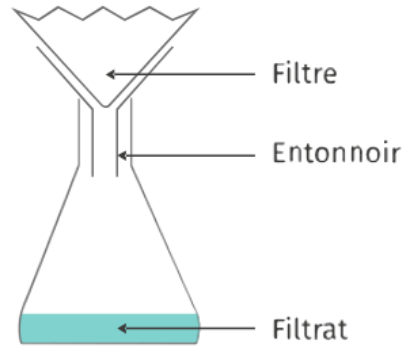


Figure I.7. Filtration classique [38].

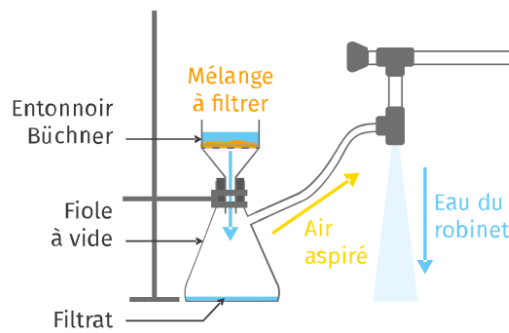


Figure I.8. Filtration sous vide [38].

I.3.7. Facteur influençant la filtration

Tableau I.9. Facteur influençant la filtration [35].

| filtre | Phase solide | Phase liquide | Différence de pression entre les 2 faces du filtre |
|--|---------------|--|---|
| Débit augmente si : <ul style="list-style-type: none"> • Nb de pore↑ • Porosité= diamètre de pores↑ • Epaisseur de filtre ↓ | Granulométrie | Débit augmente si : <ul style="list-style-type: none"> • Viscosité ↓ • T°↑ | Débit augmente si : <ul style="list-style-type: none"> • La différence de pression ↑ |

Parmi les matériaux utilisés comme un filtre ou dans la filtration des polluants le charbon actif.

Charbon actif

I.1. Introduction

Les charbons actifs sont d'origines végétales, minérales et animales. Ils ont toujours joué un rôle prépondérant aussi bien dans l'activité domestique que dans l'activité industrielle et agricole de l'homme. Les charbons actifs ont un pouvoir adsorbant très élevé et ont une place privilégiée dans la purification de l'eau, la décoloration des sucres, la récupération des solvants volatiles, la fixation des colorants et le traitement des gaz [4].

I.2. Définition

Le charbon actif est un carbone microporeux inerte qui a subi un traitement pour augmenter sa surface. Il possède ainsi une très grande surface spécifique pouvant aller de 100 à 2000 m² /g d'où sa grande capacité d'adsorption. La structure du charbon actif est proche de celle du graphite, ordonnée sous la forme d'un empilement de couches successives planes d'atomes de carbone disposés en hexagones réguliers [39].

I.3. Charbon actif comme adsorbant

Les charbons actifs sont de loin les adsorbants les plus fabriqués et utilisés dans de nombreuses applications domestiques et industrielles [40]. Notamment dans les domaines de la purification de l'eau, et de l'air. Le pouvoir d'adsorption des charbons actifs est attribué à la porosité, la surface spécifique, et les groupements fonctionnels de surface, comme le rapportent [41].

I.4. Forme du charbon

Les charbons actifs se présentent généralement sous deux catégories suivantes :

- Les poudres (CAP) et les granulés (CAG).

I.4.1. Charbon actif en poudre (CAP)

Le charbon actif en poudre ou CAP prend la forme de grains, 95-100 % de ces particules traverseront un tamis de maille donnée. Par exemple la norme ASTM D5158 classe les particules de diamètre inférieur ou égal à 0.177 mm comme CAP [42].



Figure I.9. CA en poudre (CAP) [4].

I.4.2. Charbons actifs granulés (CAG)

Le CAG peut être soit en forme granulée soit extrudée il est représenté par des tailles telles que 8x20, 20x40, ou 8x30 (est la plus utilisée pour de nombreuses applications) pour des applications en phase liquide et par 4x6, 4x8 ou 4x10 pour des applications en phase vapeur [43].



Figure I.10. CA en grain (CAG) [4].

I.4.2.1. Avantages et les inconvénients du charbon actif granulé (CAG)

Tableau I.10. Avantages et les inconvénients de CAG. [44, 45].

| Les Avantages | Les Inconvénients |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none"> •Le charbon actif granulé utilise sous forme de lit filtrant •La durée de vie du charbon actif granulé dépend de l'abattement de la matière organique et du lissage des points de pesticide. Le choix du type de charbon actif est également déterminant sur le rendement de l'élimination. •Le charbon actif granulé a une capacité d'adsorber une partie de presque toutes les vapeurs. •Il a une grande capacité d'adsorption pour les substances organiques en particulier les solvants. • Il retient un grand nombre de substances chimiques en même temps. •Il fonctionne bien dans un domaine large de température et d'humidité. •Il est inerte et on peut l'utiliser en toute sécurité. •Il est facilement disponible et de bon marché •Il est facile à manipuler •Sa régénération est possible. | <ul style="list-style-type: none"> • Durée de vie limitée • Pré filtration: Les carburants dissous et matières en particules peuvent rapidement encrasser le charbon, nécessitant un prétraitement dans la plupart des cas. •Il est plus coûteux que le charbon actif en poudre •La cinétique d'adsorption est lente • Déchets dangereux : tout le charbon doit être finalement jeté, il peut être jeté comme déchet dangereux, ce qui augmenterait le coût et responsabilité. |

I.5. Utilisations du charbon actif

L'utilisation du charbon actif est répartie en différents domaines comme :

- Traitement des eaux potables et résiduaires.
- Purification de produits industriels.

- Le charbon actif élimine les couleurs et les impuretés de produits bruts, il est employé par exemple pour la décoloration du sucre de canne ou de betterave.
- Le charbon actif est employé dans l'équipement d'air conditionné ainsi que pour l'élimination des odeurs d'égouts et d'émanations chimiques.
- Les filtres à charbon actif contenus dans certaines voitures, fixent les émanations d'hydrocarbures imbrûlés qui s'échappent des véhicules à l'arrêt.
- Ces dernières années, l'utilisation du charbon actif s'est élargie au traitement des eaux usées en raison non seulement de ses qualités d'adsorbant mais aussi du rôle épurateur joué par les bactéries qui y sont fixées.
- Les études faites sur l'utilisation du charbon actif comme support bactérien montrent que :
 - ✓ Les charbons actifs possèdent une texture idéale pour le développement bactérien.
 - ✓ Le charbon actif n'a pas un rôle bactérien sélectif, en effet plusieurs sortes de bactéries sont observées, généralement des bactéries ciliées.
 - ✓ Le charbon macroporeux favorise le développement bactérien beaucoup plus que le charbon microporeux en raison de la dimension des bactéries.
 - ✓ Le charbon macroporeux favorise le développement bactérien beaucoup plus que le charbon microporeux en raison de la dimension des bactéries [46].

I.6. Préparation du charbon actif

Le processus de fabrication de ces adsorbants comporte deux grandes étapes : la carbonisation et l'activation. Il existe deux procédés d'activation qui sont l'activation physique et l'activation chimique. Cette dernière, notent permet d'obtenir un meilleur rendement, une plus grande surface spécifique et un meilleur développement de la structure poreuse du charbon [47].

I.6.1. Phase de carbonisation

La carbonisation est la décomposition thermique des matières carbonées elle consiste à éliminer les matières volatiles par voie thermique. Cette étape s'effectue à des températures inférieures (500-700°C) et sous un courant continu d'un gaz inerte (absence d'oxygène) [48] en présence de catalyseurs d'oxydation : acide phosphorique, acide sulfurique, sulfure de potassium, chlorure de zinc (interdit pour les applications agroalimentaires), sels de cuivre, potasse... Ces agents chimiques favorisent la déshydratation pendant 5 à 6 heures [49].

I.6.2. Phase d'activation

L'activation consiste à développer la structure poreuse en éliminant les goudrons qui obstruent les pores, et à créer des fonctions de surface (généralement oxydées) qui sont à l'origine des interactions entre le solide et les molécules adsorbées. Elle peut être physique ou chimique [50,51].

I.7. Propriété du charbon actif

Un certain nombre de paramètres permettent de caractériser un charbon actif et de déterminer ses conditions d'utilisation. Ils sont détaillés ci-dessous.

Tableau I.11. Les propriétés du charbon actif [52].

| Propriétés physiques | Propriétés chimiques |
|---|--|
| <p>La dimension des pores, les tailles de pores sont réparties en 3 classes :</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Les macropores ($d > 50$ nm) ➤ Les méso pores ($2 \text{ nm} < d < 50$ nm) ➤ Les micropores ($d < 2$ nm) b]. <p>La surface spécifique :</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Les macropores (de 0,5 à 2 m²/g) ➤ Les méso pores (de 10 à 100 m²/g) ➤ Les micropores (de 100 à 1000 m²/g) <p>Le volume poreux :</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Les macropores (de 0,2 à 0,5 cm³/g) ➤ Les méso pores (de 0,02 à 0,1 cm³/g) ➤ Les micropores (de 0,15 à 0,5 cm³/g) <p>La taille des grains :</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Plus le grain est petit, plus le transfert vers le centre est rapide | <p>- Les charbons de type L</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Ils présentent un caractère acide, et qui possèdent des caractéristiques de nature hydrophile. <p>- Les charbons de type H</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Au caractère basique possédant une surface de nature hydrophobe |

Nanocomposites

I.1. Introduction

Le terme nano vient du mot grec signifiant nain ou personne anormalement petite. Un nanomètre (nm) est un milliardième de mètre. Au sens large, les nanomatériaux sont les matériaux dont la taille du grain ou de la particule individuelle se situe dans la plage de 1 à 100 nm au moins dans une dimension. Un nanomètre correspond approximativement à la longueur équivalente à 10 atomes d'hydrogène. [53].

I.2. Définition des nanocomposites

Le terme de nanocomposite décrit un matériau biphasé dont la phase de renfort présente une dispersion de taille nanométrique. La matrice peut être métallique, céramique ou polymère [54].

I.3. Type des nanocomposites

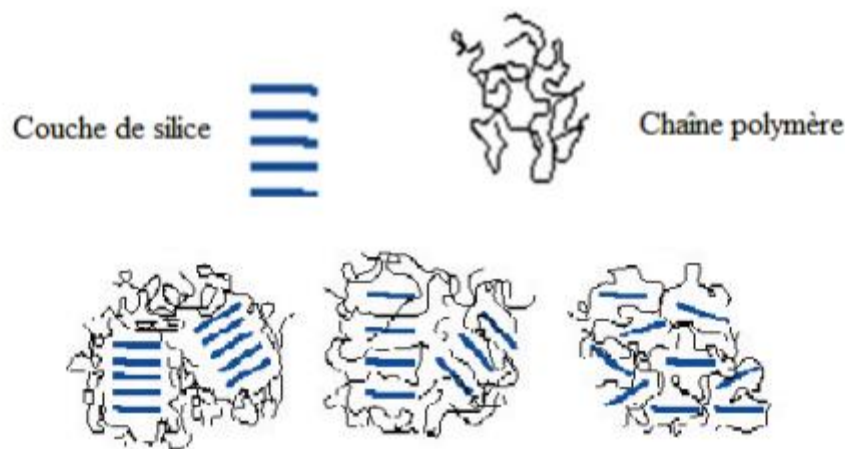


Figure I.11. Microcomposite, nanocomposite intercalé et nanocomposite exfolié [55].

La structure des nanocomposites peut être déterminée par différentes méthodes d'analyse telles que la diffraction des rayons X, qui permet d'identifier la nature des structures exfoliées, dont les domaines sont trop réduits et dispersés pour être détectés par les rayons X. La RMN peut être également utilisée pour caractériser quantitativement la dispersion d'argile dans la matrice polymère [56].

I.4. Classification des nanocomposites suivant la matrice

Classiquement les nanocomposites sont classés suivant la nature de la matrice et l'ordre croissant de la température d'utilisation [54].

I.4.1. Composites à matrice polymère

Ils sont sûrement les plus développés du fait de l'importance commerciale de ces derniers et de la maîtrise (cout et savoir-faire) de nombreux processus de fabrication. Les matériaux composites à matrice organique ne peuvent être utilisés que dans un domaine de températures ne dépassant pas 200 à 300 °C [57].

I.4.2. Composites à matrice métallique

Un domaine de température allant, jusqu'à 600 degrés dont certains procédés de fabrication, s'inspire de la métallurgie des poudres. Les particules de seconde phase peuvent être des oxydes, borures, carbures, nitrures [57].

I.4.3. Composites à matrice céramique

Pour des applications à plus haute température (1000 degrés) comme les oxydes, les carbures ou les nitrures. L'utilisation des céramiques est limitée notamment par leur ténacité à la rupture, leur résistance à la fatigue et aux chocs thermique [55].

I.5. Classification suivant les différents types de renforts ou charges

Les renforts ont au moins une de leurs dimensions morphologiques inférieures à 100 nm et peuvent être classés en fonction de leur géométrie (Figure I.12) [58].

I.5.1. Les nanoparticules

Les nanoparticules peuvent être classées comme zéro-dimensionnelles. La figure I.12 montre une micrographie électronique de poudre de zircon (ZrO₂) ; Une répartition très étroite des tailles des grains est une caractéristique de ce matériau. Dans de nombreux cas, cela est considéré comme important, car les propriétés des nanomatériaux dépendent de la taille des grains [53].

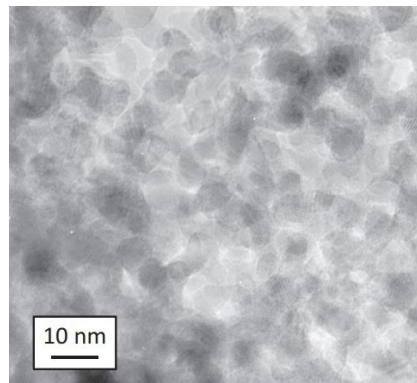


Figure I.12. Micrographie électronique de zircone, poudre de ZrO₂ [53].

I.5.2. Les nanotubes et nanofibres

Ont un diamètre inférieur à 100 nm et un rapport longueur/diamètre d'au moins 100. Une avancée plus récente est venue des nanotubes de carbone avec leurs exceptionnelles propriétés mécaniques et électriques. Ils peuvent être utilisés avec une grande variété de matrice polymères (polyamide, polyester, polycarbonate, polystyrène, ...). La dispersion des nanotubes dans le polymère [58].

I.5.3. Plaques/lamelles/feuilletés

Ce sont des matériaux constitués de couche d'épaisseur de l'ordre du nanomètre et avec un rapport de forme, dans les deux autres dimensions, d'au moins 25. Parmi ce type de matériaux, les argiles sont peut-être les plus connues, elles sont naturelles donc faciles à extraire. Leur structure a été étudiée et déterminée il y a de nombreuses années [58].

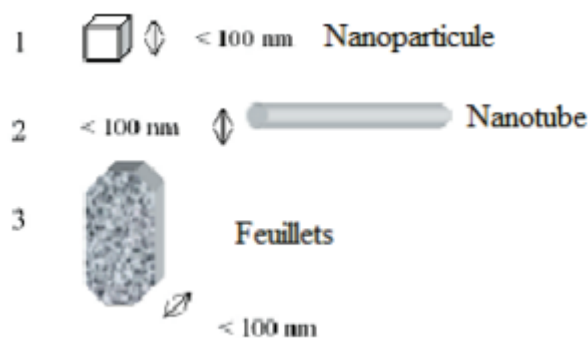


Figure I.13. Géométrie des différents types de renforts.

Tableau I.12. Dimensions caractéristiques des principales charges utilisées [53].

| Type de renfort | Forme | Dimensions typiques |
|------------------------|-------------------|--|
| Particules de silice | Sphère | Diamètre : 30 à 150 nm |
| Whiskers de cellulose | Bâtonnets rigides | Diamètre : 15 nm ; longueur : 1µm |
| Nanotubes de carbone | Tubes flexibles | Diamètre : 30 nm ; Longueur : 10 à 50 µm |
| Silicates en feuillets | Disques flexibles | Diamètre : 50 à 500 nm ; épaisseur : 1 nm |

I.6. Applications des nanocomposites

Même si les nanocomposites sont très présents au niveau de la recherche, peu sont viables commercialement. Cependant, certaines applications accélèrent la transition notamment dans l'automobile, le conditionnement (packaging) ou la tenue au feu. La plupart de ces applications concernent les matériaux à matrice polymère car les procédés de fabrication sont largement maîtrisés et à faible coût [59]. Ils sont aussi très utilisés dans le domaine de l'électricité et de l'électronique (composantes électriques et cartes de circuits imprimés).

Chapitre II

Matériels et Méthode

II.1. Introduction

Dans cette partie, il sera exposé toutes les méthodologies analytiques avec le matériel nécessaire à leurs applications. Les méthodologies concernent les matériaux étudiés (charbon actif et nanocomposites), les colorants (RAS, et VM), les sels (chlorure de sodium NaCl, et chlorure de magnésium MgCl₂), ainsi que les essais d'adsorption et de filtration de ces adsorbats sur les deux matériaux.

L'adsorbant, son échantillonnage ainsi que sa préparation à l'analyse seront désignés. Une caractérisation de texture sera suivie pour déduire les propriétés absorbatives de ce matériau. Pour les colorants, la méthodologie d'analyse de spectrométrie dans le visible sera décrite. Pour les sels nous avons fait des analyses des liquides cela comprend des variables mesurées telles que la valeur du pH et la conductivité électroniques.

Au cours de cette partie nous avons fait une étude expérimentale sur les différents paramètres qui jouent un rôle sur l'adsorption d'un médicament en solution aqueuse sur les nanocomposites.

II.2. Adsorbants

II.2.1. Synthèse du charbon actif (adsorbant)

Activation thermique

Un échantillon de charbon actif modifié est placé dans une nacelle en céramique, qui est introduite dans un four tubulaire Nabertherm (Figure II.1), dont la température varie entre 750 °C et 870 °. Et un autre échantillon est soumis à une activation par Micro Onde Whirlpool.



Figure II.1. Four tubulaire Nabertherm.



Figure II.2. Charbon activé thermiquement à des différentes températures.

II.2.2. Synthèse des nano composites à base de charbon actif

Le charbon actif sélectionné est celui activé thermiquement par micro-onde.

Tableau II.1. Produits chimiques utilisés.

| Produits | Formule chimique | Poids moléculaire | Aspect |
|---------------------|------------------|-------------------|-------------------|
| Alginate de sodium | $C_6H_7NaO_6$ | 198,105 g/mol | poudre blanche |
| Acide chlorhydrique | HCl | 36,46 g/mol | solution incolore |

Protocole opératoire :

Une quantité de 0,5g de charbon actif ainsi ont été ajoutées lentement dans 100 mL de solution d'alginate à 1% prise dans un bécher de 250 ml maintenu sous agitation magnétique continue pendant 4h à température ambiante. La solution a ensuite été ajoutée goutte à goutte dans une solution de $CaCl_2$. Ensuite, les nanocomposites synthétisés ont été lavées à l'eau distillée et laissées sécher à l'air libre à une température ambiante.

II.2.3. Caractérisations des matériaux

Nous avons effectué une caractérisation physico-chimique, pour identifier notre matériau et pour contribuer à la compréhension de plusieurs phénomènes.

II.2.3.1. Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

Pour déterminer les fonctions chimiques présentes dans le matériau, nous avons choisi l'analyse par infrarouge. Les spectres d'absorption IR en phase solide ont été enregistrés avec le spectromètre IR Prestige-21 (SHIMADZU) (Figure II.3). Le domaine de fréquences étudié est compris entre

4000 et 400 cm^{-1} .

Une masse d'adsorbant est mélangé intimement à une quantité de bromure de potassium avec un rapport (0.5 % C.actif /99,5 % KBr) dans un mortier en Agathe et finalement comprimée dans une presse hydraulique sous vide. Le matériau se transforme en une tablette transparente, le bromure de potassium n'induit pas de bandes IR additionnelles.



Figure II.3. Spectromètre IR Prestige-21 (SHIMADZU).

II.2.3.2. Détermination du pH de charge zéro pH_{zpc}

Le pH_{zpc} est défini comme étant le pH pour lequel il y a absence de charge positive ou négative à la surface du charbon actif. L'adsorption de soluté sur une surface solide dépend fortement du pH de la solution ainsi que du pH_{zpc} de la surface de l'adsorbant utilisé.

Protocole :

Le pH correspondant au point de la charge nulle est déterminé par la méthode rapportée par Khan et Waheb [60].

Dans une série de béchers (6 béchers), chacun contenant 50 ml d'une solution de NaCl 0,01N à des pH ajustés entre 2 et 12 avec des solutions de l'acide chlorhydrique ou de l'hydroxyde de sodium. Après 3h d'agitation, une mesure du pH initial est prise et une masse de 0,15 g de chaque matériau est introduite dans chaque bécher.

Après 48h d'agitation, une mesure finale du pH est lu.

Le pH correspondant au point de la charge nulle est déterminé à partir du tracé des données expérimentales.

La surface de l'adsorbant est neutre lorsque $\text{pH} = \text{pH}_{\text{zpc}}$. Elle est chargée négativement lorsque le pH est supérieur au pH_{zpc} et devient positivement chargée dès que le pH est inférieur à celui du pH_{zpc} .

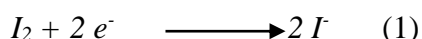
II.2.3.3. Indice d'iode

Définition :

L'indice d'iode fournit une indication sur la micro porosité du charbon. C'est le nombre de milligrammes d'iode adsorbé par gramme d'adsorbant à une concentration résiduelle de 0,02N [61].

Méthode iodométrique :

L'iodométrie concerne la réaction avec une solution titrée d'iode. Elle est reliée au titrage de l'iode libéré dans les réactions chimiques :



L'analyse par iodométrie est basée sur les phénomènes d'oxydoréduction, si l'on ajoute de l'iode libre à une solution de thiosulfate de sodium (réducteur), il se produit la réaction suivante :



Préparation des solutions :

Pour préparer une solution d'iode de concentration 0,1 N. On pèse 30 g d'iodure de potassium cristallisé et on les dissout dans la quantité d'eau la plus faible possible. Après, on pèse 12,69 g d'iode sublimé et on le rajoute à l'iodure de potassium se trouvant dans la fiole jaugée, ensuite on agite, la fiole étant fermée, jusqu'à ce que l'iode se dissolve, on complète alors avec de l'eau distillée jusqu'au trait de jauge (1 l). Enfin, on laisse la solution à l'abri de la lumière.

Pour préparer une solution de thiosulfate de sodium $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$, de concentration 0,1N, on introduit 24,82 g de ce sel dans une fiole jaugée d'un litre. On ajoute un peu d'eau distillée jusqu'à ce que le thiosulfate se dissolve, puis on complète jusqu'au trait de jauge [1].

Détermination de l'indice d'iode :

Pour déterminer l'indice d'iode de chaque charbon actif, il faut :

- 1- Une solution d'acide chlorhydrique de concentration 5% (v / v).
- 2- Une solution d'iode 0,1 N.
- 3- Une solution de thiosulfate de sodium de concentration 0,1 N.

Peser 1g de l'échantillon qui a été séché auparavant à 150°C dans l'étuve pendant 3 heures, le transposer dans un flacon, ajouter 10 cm³ de HCl et remuer doucement jusqu'à ce que l'échantillon soit complètement mouillé, porter à ébullition pendant 30 secondes, laisser refroidir à température

ambiante, transposer 100 cm³ de la solution d'iode dans le flacon, le boucher immédiatement et agiter rigoureusement pendant 30 secondes, filtrer, ensuite écarter les 20 à 30 cm³ du filtrat et récupérer le reste dans un bécher. Pipeter 50 cm³ du filtrat dans un erlenmeyer propre de 250 cm³, titrer avec Na₂S₂O₃ jusqu'à ce que la solution devienne jaune pâle, ajouter 2 cm³ d'amidon fraîchement préparé et titrer goutte à goutte jusqu'à ce que la solution devienne transparente, noter le volume V' et finalement calculer la molarité du filtrat R à partir de l'équation suivante :

$$R = (0,001 \cdot V')/2 \quad (3)$$

Calculer le facteur de correction (D) qui est donné par la relation suivante :

$$D = \left(\frac{0,01}{R} \right)^{0,165} \quad (4)$$

Calculer l'indice d'iode par la relation suivante :

$$\text{indice d'iode (mg / g)} = \frac{[1269,1 - (V' \times 27,92)] \times D}{m} \quad (5)$$

Comme il a déjà été mentionné préalablement, l'indice d'iode est un paramètre très important dans la caractérisation des charbons actifs. Afin de comparer les charbons activés thermiquement à des différentes températures nous avons mesuré cet indice pour ces adsorbants [1].

II.3.Adsorbats

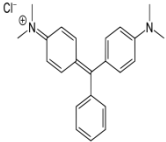
II.3.1. Généralités sur les deux colorants

Deux colorants de grade analytique ont été choisis pour cette étude : le vert de malachite (VM) et le rouge d'alizarine S ; colorant cationique et anionique respectivement.

Le vert de malachite :

Le vert de malachite (ou vert d'aniline, ou vert de diamant B) est un colorant cationique toxique principalement connu pour ses qualités de colorant bleu-vert, le vert de malachite possède deux zones de virages, une en milieu très acide et l'autre en milieu très basique [62].

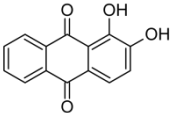
Tableau II.2.Caractéristiques physico-chimiques du vert de malachite [62].

| | |
|---------------------------|---|
| Nom de colorant | Vert de Malachite |
| Poids moléculaire | 364 ,91g /mol |
| Formule chimique | C ₂₃ H ₂₅ ClN ₂ |
| λ_{max} | 617 nm |
| Structure chimique |  |

Rouge d'alizarine S :

Rouge d'alizarine S colorant anionique appelé aussi carmin d'Alizarine, mordant Red 3, c'est une alizarine sulfoconjuguée (1,2-Dihydroxy-anthraquinone). Le pH de rouge d'Alizarine compris entre 4.6 et 6.3 c'est donc un colorant acide [32].

Tableau. II.3. Caractéristiques physico-chimiques du Rouge d'alizarine S [63].

| | |
|---------------------------|---|
| Nom de colorant | Rouge d'alizarine S |
| Poids moléculaire | 240 ,21g /mol |
| Formule chimique | C ₁₄ H ₈ O ₄ |
| λ_{max} | 500nm |
| Structure chimique |  |

II.3.2.Généralités sur les deux sels

Les sels utilisés sont : Chlorure de sodium NaCl, et Chlorure de magnésium MgCl₂.

Chlorure de sodium :

Le sel chlorure de sodium est une substance chimique ionique de formule NaCl et de masse molaire 54,44 g/mol.

Chlorure de magnésium :

Chlorure de magnésium est un composé chimique de formule MgCl₂ de masse molaire 95,211g/mol.

II.3.3.Méthodologie d'analyse des adsorbats

II.3.3.1.Spectroscopie UV-visible

L'appareil utilisé pour mesurer l'absorbance est un spectrophotomètre UV-Visible SPECORD[®] 210 au niveau de laboratoire de recherche SEA2M de l'université de Mostaganem. (Figure II.4)

La mesure de la concentration est déduite par l'interpolation sur la courbe d'étalonnage tracées dans les coordonnées absorbance en fonction de la concentration.

La détermination de la longueur d'onde d'absorption caractéristique de chaque colorant est obtenue à partir d'un balayage du spectre des colorants dans le domaine visible.

Pour tous les composés étudiés, nous avons utilisé la même méthode qui consiste à préparer d'abord une solution mère de concentration donnée, à partir de laquelle nous préparons, par dilutions successives, une série de solutions de concentrations bien déterminées. Celles-ci sont, par la suite, analysées par spectrophotométrie UV-visible. Nous établissons ainsi la droite d'étalonnage représentant l'absorbance en fonction de la concentration C et qui obéit à la loi de Beer-Lambert.

Loi de Beer-Lambert : $A = \epsilon \cdot l \cdot C$

- A : L'absorbance.
- ϵ : Le coefficient d'absorption molaire en $L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$.
- l : La largeur de cuve en cm.
- C : Les concentrations de la solution en mol /L.



Figure II.4. Spectrophotomètre UV-Visible utilisé pour mesurer l'absorbance.

II.3.3.2. Potentiel hydrogène (pH)

La mesure est réalisée à l'aide d'un pH mètre de type Starter2100 -OHAUS muni d'une électrode préalablement étalonné avec des solutions tampon pH = 4 puis pH = 7. La méthode a consisté à plonger l'électrode dans l'échantillon contenu dans un bêcher, dans lequel un agitateur magnétique homogénéise l'échantillon. Après stabilisation de l'affichage sur le cadran du pH mètre, nous avons noté le pH [64].



Figure II.5. pH mètre Starter2100 -OHAUS

II.3.3.3. La conductivité

La conductivité électrique est souvent liée à la concentration en sels minéraux dissous. Son unité est exprimée en ($\mu\text{s}/\text{cm}$) [64].



Figure II.6. Conductimètre Starter3100 -OHAUS

II.4. Applications sur le charbon actif

II.4.1. Filtration

Le but de notre filtration est de procéder à la séparation la plus complète possible entre l'eau et les différentes polluantes (sels et colorants). Pour ce procédé nous avons utilisé un montage spécial de filtration verticale.

Constitution du montage :

Le montage est composé de multicouches :

- Bouteille en plastique coupée en deux
- Gravier et coton support : pour éviter la perte de matériau à la filtration.
- Matériau filtrant : charbon actif.
- Autres éléments...

Protocole opératoire :

- 1) Une couche de gravier et du coton étaient placées au fond du montage.
- 2) D'une manière stable étaient placées une masse de 2g de charbon actif.
- 3) Au-dessus de la couche de charbon actif on a ajouté une couche de gravier et du coton.
- 4) Des solutions de colorants ou de sels à différentes concentrations sont introduites.
- 5) Les filtrats à des intervalles du temps précis (10min/5min) s'ont récupérés et analysés.

II.5. Adsorption d'un antibiotique sur les nanocomposites**Description des essais d'adsorption :**

Dans le but d'optimiser les conditions en faveur d'une meilleure adsorption du médicament par les nanocomposites, plusieurs essais ont été effectués pour étudier l'influence de différents paramètres à temps fixe et à temps variable à savoir : le temps de contact, la quantité d'adsorbant et l'effet du pH.

La quantité adsorbée par unité de masse du solide à l'équilibre est déterminée par la relation:

$$Q_e = \frac{x}{m} = \frac{(C_i - C_e) \cdot V}{m}$$

Q_e : La quantité adsorbée

m : masse du solide (g)

C_i : Concentration initiale du soluté en (mg/l)

C_e : concentration résiduelle du soluté à l'équilibre dans la solution (mg/l)

V : Volume de la solution (l)

II.5.1. Effets de certains paramètres sur l'adsorption du médicament

Les expériences ont été réalisées sous agitation orbitale. Les échantillons ont été collectés et filtrés sur un filtre en acétate de cellulose de 0,45- μm et analysés dans un spectrophotomètre UV-visible à une longueur d'onde de 262 nm.

II.5.1.1. Effet du pH

Pour étudier l'effet du pH, nous avons considéré une plage de 4 à 10.

Une masse de 200 mg de nanocomposites est ajoutée à 5 volumes de 20 ml d'une solution de médicament de concentration 100mg/l préalablement ajustés à différentes valeurs de pH (4, pH de solution 5,7 et 10), pendant un temps de contact de 2h et à température ambiante.

Les filtrats sont analysés par spectroscopie UV visible.

II.5.1.2. Effet du temps

A fin de déterminer le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre de l'adsorption, différents intervalles du temps ont été définis (5 min; 10 min ; 15 min ; 20 min ; 30min ; 1h ; 2h et 4h).

II.5.1.3. Effet de la masse

A fin de déterminer la masse nécessaire pour atteindre l'équilibre de l'adsorption, différents rapports (volume/masse : 0,1 0,2 0,4 0,5 1 1,5 2 et 2,5) ont été mis en tests [4].

Chapitre III

Résultats et Discussion

III.1. Caractérisation du charbon actif

Le matériau carboné synthétisé à différentes températures est soumis à des analyses d'investigation telle que (l'IRTF, pH_{zpc} ,).

III.1.1. Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

Les spectres d'analyse par spectroscopie infra rouges des différents charbons activés à des différentes températures (750°C et 870°C) sont représentés sur les figures (III. 1 et III.2).

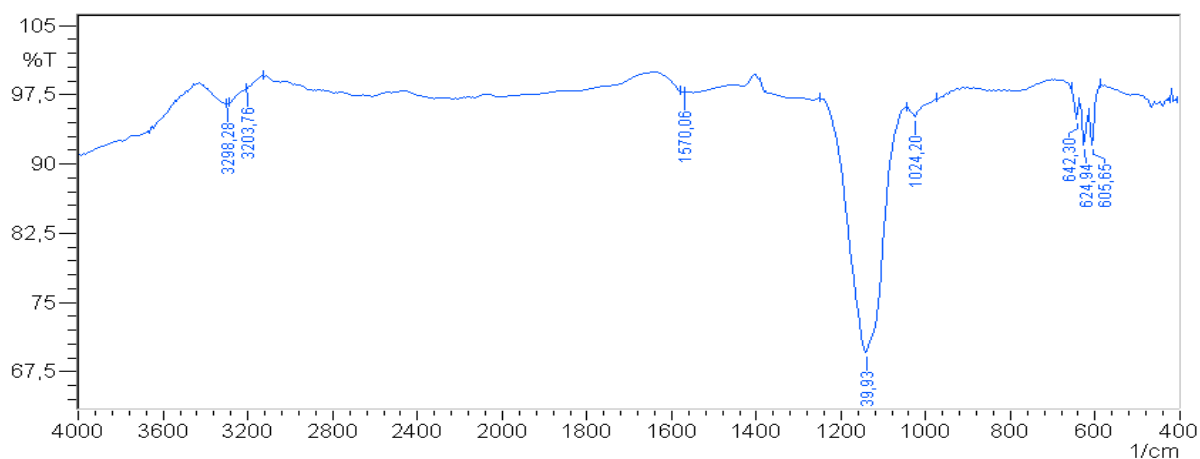


Figure III.1. Spectre IR du charbon activé à 750°C.

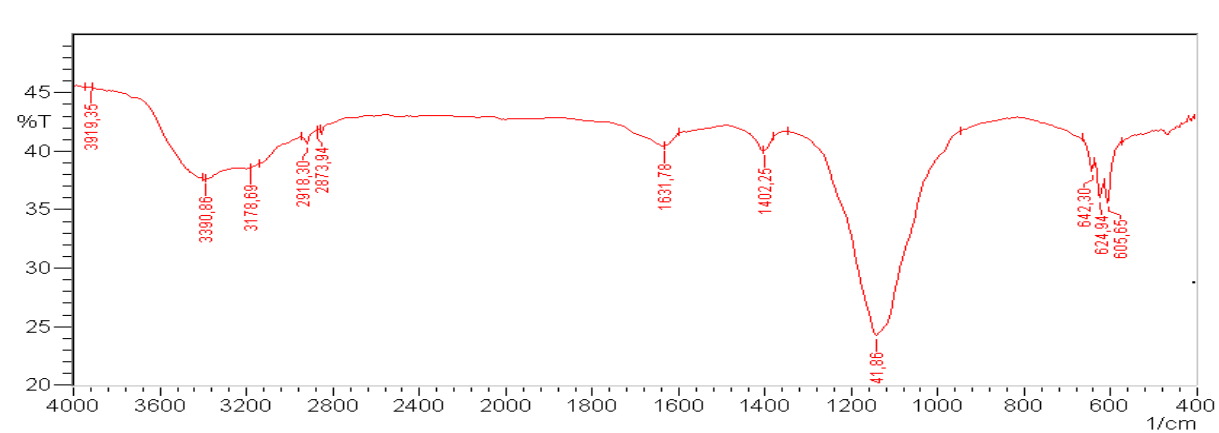


Figure III.2. Spectre IR du charbon activé à 870°C.

La visualisation des spectres montre la présence d'une large bande comprise entre 3400 et 3200 cm^{-1} correspond aux vibrations d'élongation de l'hydrogène des groupes hydroxyles O-H (de carboxyles, phénol ou alcool).

Tandis que les bandes comprises entre 3200 et 2800 cm^{-1} résultant principalement des vibrations d'élongation de C-H. Par contre, la petite bande entre 1650 et 1500 cm^{-1} est attribuée aux vibrations d'élongation des groupes C=C, les spectres montrent également une bande intense vers 1140 cm^{-1} due aux vibrations de déformation des liaisons C-O.

La petite bande vers 1400 cm^{-1} résulte des vibrations de déformation de C-C.

Les bandes de vibration de déformation comprise entre 800 et 600 cm^{-1} correspond aux liaisons C- H (adjacent =C-H).

On conclu que les deux figures montrent que les deux spectres sont similaires en termes des fonctions chimiques. Pour différencier deux matériaux, l'analyse IRTF n'est pas suffisante. Par conséquent, nous devons soumettre notre matériau à d'autres analyses de caractérisations.

III.1.2 Détermination du pH de charge zéro (pH_{zpc})

Le pH_{zpc} a été étudié pour déterminer le pH pour lequel il y a absence de charge positive ou négative à la surface du matériau carboné.

Tableau III.1. Valeurs du pH de charge zéro des charbons activés à deux différentes températures (750°C et 870°C).

| Température d'activation thermique du charbon actif | pH_{zpc} |
|---|-------------------|
| 750°C | 7 |
| 870°C | 4,04 |

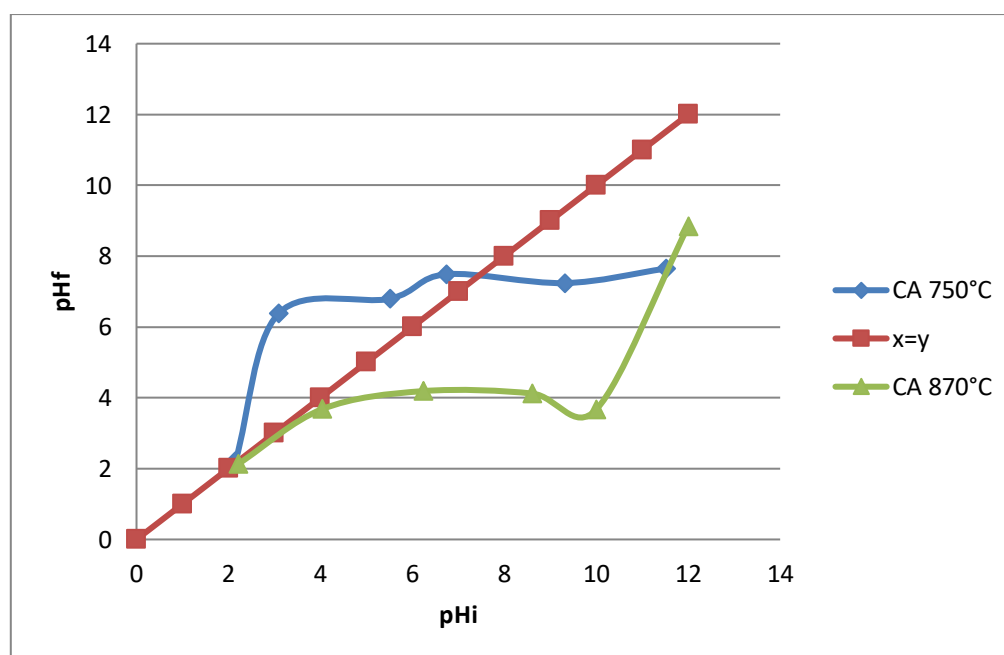


Figure III.3. Représentation du pH_{zpc} pour les charbons activés à 750°C et 870°C.

On note à une valeur du pH de soluté au-dessous du pH_{zpc} ($\text{pH} < \text{pH}_{zpc}$), la surface du charbon étant chargée positivement. Par contre à un pH de soluté au-dessus du pH_{zpc} ($\text{pH} > \text{pH}_{zpc}$), la surface du charbon étant chargée négativement.

Ces valeurs de pH_{zpc} obtenus nous indique si l'adsorption est favorisée ou pas. La substance à éliminer sera expulsée si elle a une charge opposée à celle du matériau. Donc, une diminution de la

capacité d'adsorption en résulte. Par contre à pH du soluté supérieur à pH_{zpc} , il y a attraction et par conséquent augmentation de la capacité d'adsorption.

III.1.3. Détermination de l'indice d'iode

Les résultats de l'indice d'iode des différents charbons activés à différentes températures sont donnés par le tableau III.2.

Tableau III.2. Détermination de l'indice d'iode pour les charbons activés à différentes températures.

| Adsorbant | Indice _(Iode) (mg/g) |
|---------------|---------------------------------|
| Charbon 750°C | 403,53 |
| Charbon 870°C | 414,5 |
| Charbon MO | 383,83 |

La valeur de l'indice d'iode obtenue du matériau carboné traité à 870°C est supérieure à celles du charbon activé à 750°C et le charbon traité par micro-onde ($I_{870^{\circ}\text{C}} > I_{750^{\circ}\text{C}} > I_{MO}$). Elle nous indique que l'augmentation de la température d'activation des matériaux a un effet positif sur leur microporosité.

III.2. Etude des colorants

Des essais de traitement des solutions colorées du vert de malachite (cationique), le rouge d'alizarine S (anionique) par le charbon actif ont été effectués. Les tests de filtration sont réalisés sur des charbons activés à des différentes températures (750°C et 870°C). La filtration est de type vertical. Les perméances récupérés à des intervalles du temps soumis à des analyses par spectrophotométrie UV-Visible. La concentration du colorant traité de chaque échantillon a été déterminée par spectrophotométrie à une longueur d'onde donnée en utilisant une courbe d'étalonnage. Les variations du taux de rétention, le pH, et la conductivité des perméances des colorants en fonction du temps des différentes concentrations à travers le charbon actif ont été réalisées.

Le taux de rétention des perméances des différents échantillons est donné par la relation suivante $TR(\%) = 1 - C_p/C_i$ où

TR(%) : la rétention.

C_i : la concentration de la solution initiale

C_p : la concentration du perméance à un temps définit

III.2.1. Détermination de la longueur d'onde maximale

Un balayage entre 200 et 800 nm de l'échantillon est nécessaire afin de déterminer la longueur d'onde d'absorption maximale. Le spectre de l'absorbance en fonction de la longueur d'onde est présenté sur la figure III.4 et la figure III.5.

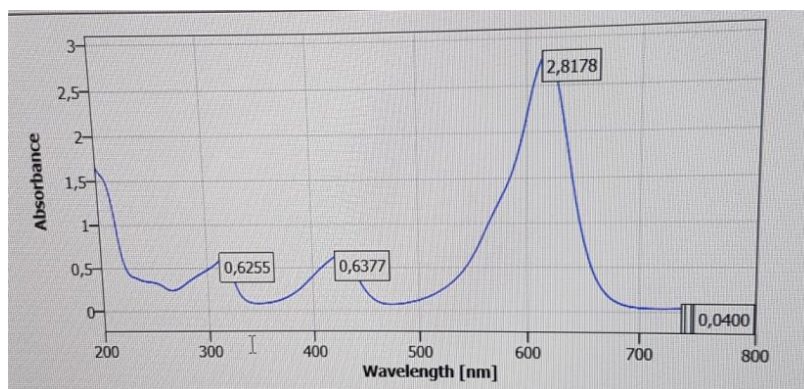


Figure III.4. Spectre de balayage de la solution du VM.

Nous remarquons que la longueur d'onde maximale du vert de malachite est de 617nm (figure III.4).

➤ Détermination du point isobestique du Rouge d'alizarine S

Un indicateur coloré acido-basique est un couple de deux espèces colorées acide/base dont les deux formes, acide et basique, ont des couleurs différentes. Le changement de couleur s'opère dans la zone de virage de l'indicateur coloré. D'où la propriété du point isobestique. C'est donc, le point de concours de tous les spectres d'absorption de l'indicateur coloré quelque soit le pH de la solution.

Pour y arriver, trois volumes de même concentration analytique ont été ajustés à un pH acide, basique et neutre respectivement à l'aide des solutions d'HCl et de NaOH.

Les deux courbes AA et AB (figure III.24) se coupent à un point qui est appelé « point isobestique », dont la longueur d'onde (l'abscisse donc) notée λ_{iso} est une caractéristique de la solution colorée. En cette longueur d'onde λ_{iso} , les coefficients d'absorption molaires sont donc égaux.

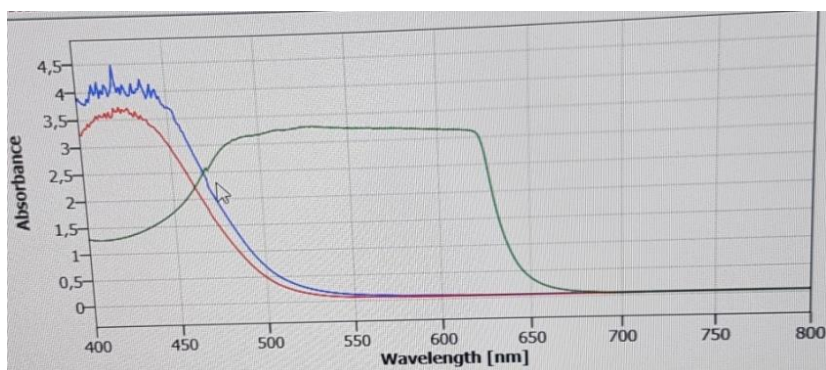


Figure III.5. Point isobestique pour des spectres de solutions acide, basique et neutre du RAS

Le spectre de balayage du rouge d'alizarine S montre que la longueur d'onde maximale est de 480nm (figure III.24).

Ces λ_{\max} seront utilisées pour établir la courbe d'étalonnage de chacun des polluants.

III.2.2. Courbe d'étalonnage du vert de malachite et rouge d'alizarine S

Une solution mère de concentration donnée était préparée. Des dilutions successives ont été effectuées, par la suite, pour obtenir des solutions filles. Les solutions ont été analysées à l'aide du spectrophotomètre UV-Vis. Les figures III.6 et III.7 présentent les courbes d'étalonnage.

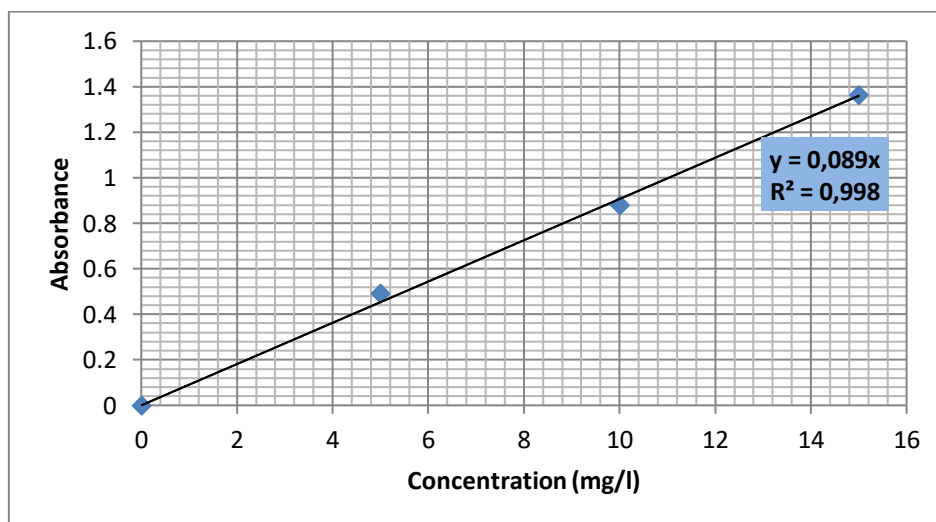


Figure III.6. Courbe d'étalonnage du VM.

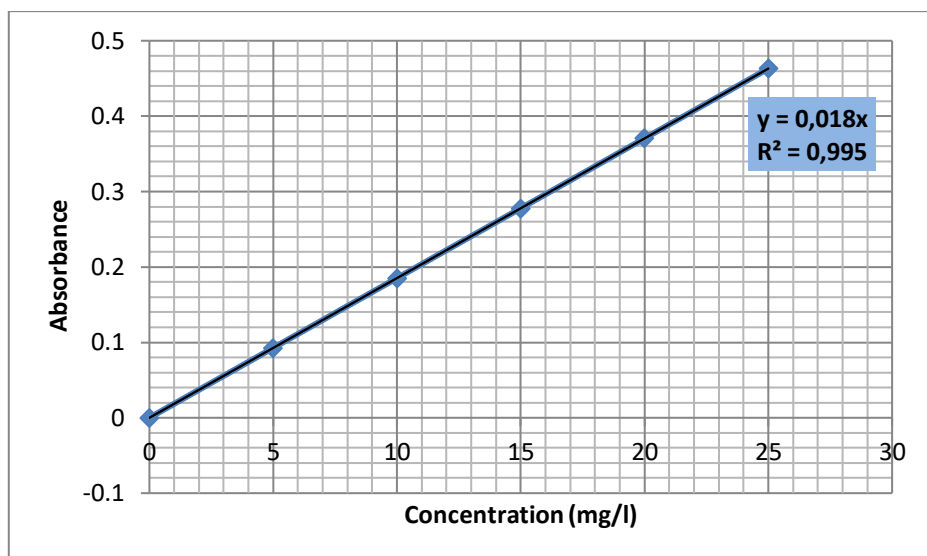


Figure III.7. Courbe d'étalonnage du RAS.

III.2.3. Filtration du vert de malachite et du rouge d'alizarine S

III.2.3.1. Traitement par charbon activé à 750°C

Les solutions ont été préparées à différentes concentrations, 10^{-5} M, 10^{-4} M et 10^{-3} M.

Les solutions de chaque colorant ont été filtrées successivement sur la même quantité du charbon activé à 750°C à fin de tester sa capacité d'adsorption.



Figure III.8. Perméances des solutions du VM de concentration de 10^{-5} M et 10^{-4} M traité par le charbon activé à 750°C.

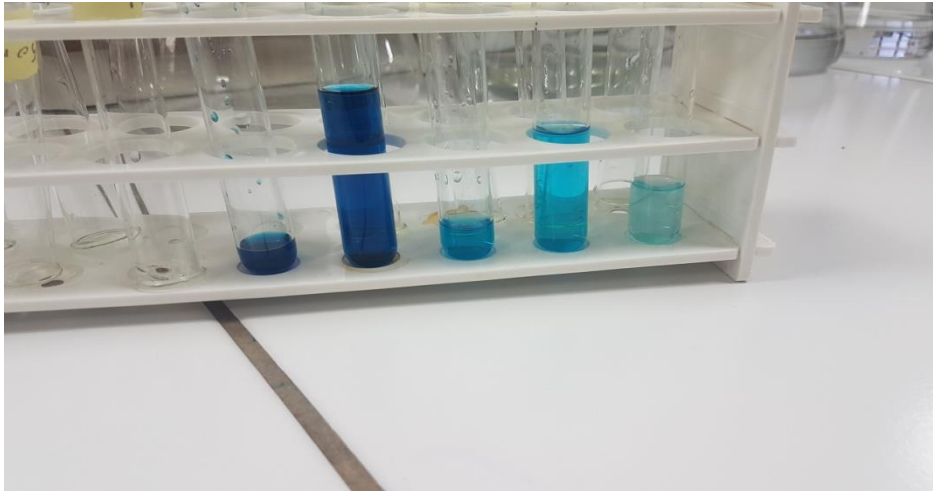


Figure III.9. Perméances de la solution du VM de concentration de 10^{-3} M traité par le charbon activé à 750°C .

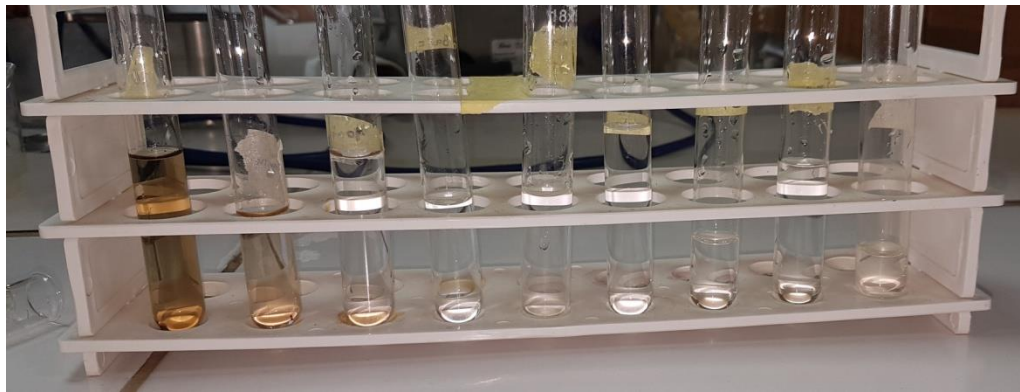


Figure III.10. Perméances de la solution du RAS de concentration de 10^{-4} M et 10^{-3} M traité par le charbon activé à 750°C .

1. Taux de rétention des solutions de vert de malachite

Le taux de rétention des perméances de la solution du vert de malachite à travers le charbon actif est donné par la figure III.11.

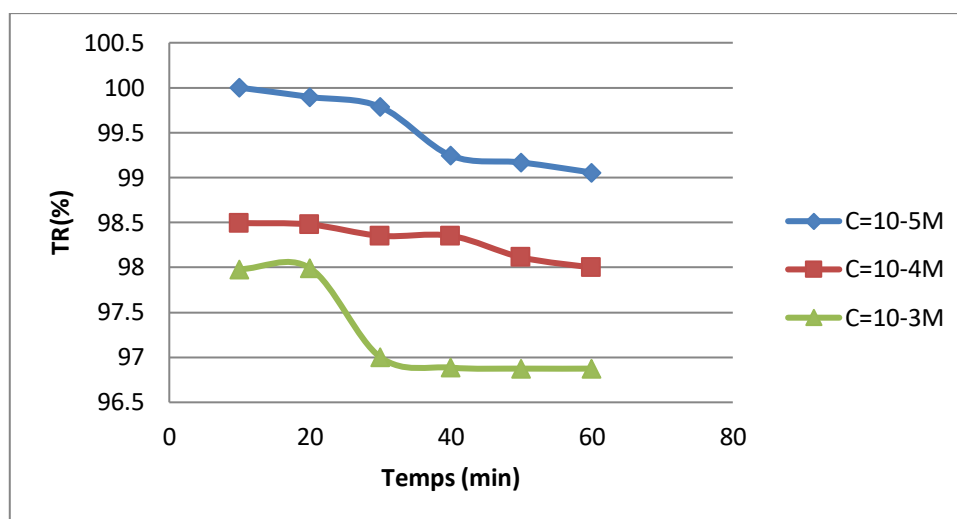


Figure III.11. Variation du taux de rétention du VM en fonction du temps sur un charbon activé à 750°C.

La rétention du vert de malachite enregistrée est de l'ordre de 98% jusqu'à 100% pour les concentrations 10^{-5} M et 10^{-4} M. Par contre, pour une concentration de 10^{-3} M, le taux de rétention varie entre 96% et 97%.

Le taux de rétention des perméances de vert de malachite diminue durant les premières 30 minutes puis il commence à se stabiliser jusqu'à la fin de l'expérience pour les deux concentrations de 10^{-5} M et 10^{-4} M. On remarque que, le taux de rétention du vert de malachite de la concentration 10^{-3} M est inférieur au taux de rétention des concentrations 10^{-4} M et 10^{-5} M, il diminue jusqu'à 96% durant les première 30 minutes.

Cela peut être dû au fait que le charbon atteint sa capacité d'absorption maximale lors d'utilisation des concentrations élevées.

2. Taux de rétention des solutions du rouge d'alizarine S

Le taux de rétention de la solution du rouge d'alizarine S sur le charbon actif est donné par la figure III.12.

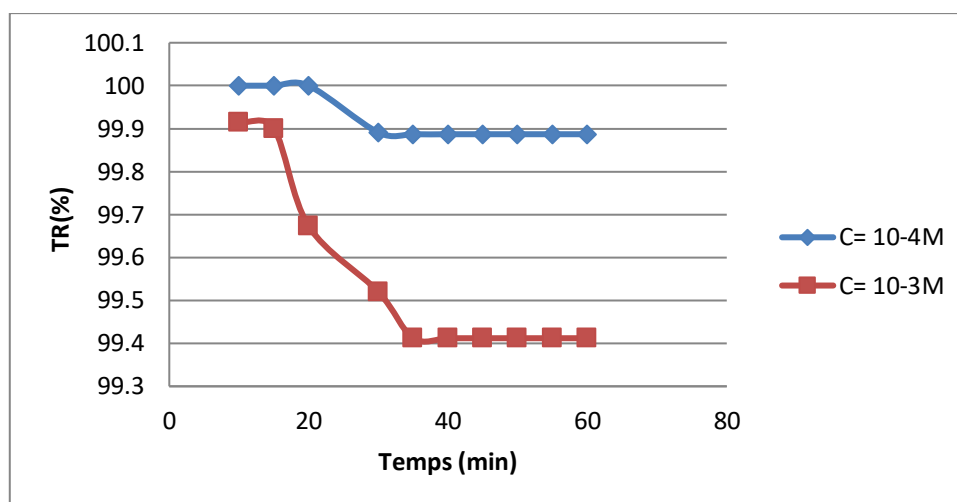


Figure.III.12. Variation du taux de rétention du RAS en fonction du temps sur le charbon activé à 750°C.

La rétention des perméances du rouge d'alizarine S enregistrée est de l'ordre de 99% jusqu'à 100% pour les concentrations 10^{-4} M et 10^{-3} M. Cela est dû à la bonne capacité d'absorption du charbon actif.

III.2.3.2. Traitement par charbon activé à 870°C

La même procédure de filtration est considérée pour la filtration sur un charbon activé à 870°C.



Figure III.13. Perméances de la solution du RAS de concentration de 10^{-3} M sur le charbon activé à 870°C.

1. Taux de rétention des solutions du vert de malachite et rouge d'alizarine S

Cette fois ci nous avons préféré de faire une filtration des solutions des colorants de concentration de 10^{-3} M pour voir la capacité du notre charbon d'absorber de fortes concentrations.

- Le taux de rétention de la solution du vert de malachite et rouge d'alizarine S sur le charbon actif est donné par la figure III.14.

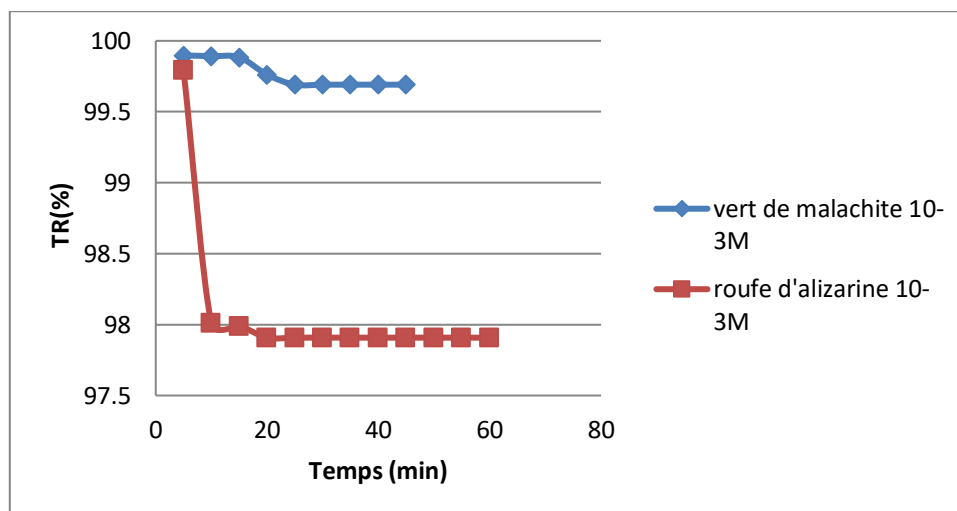


Figure III.14. Variation du taux de rétention des perméances de VM et RAS en fonction du temps à travers un charbon activé à 870°C .

La rétention du vert de malachite et rouge d'alizarine S de concentration de 10^{-3} M enregistrée est de l'ordre de 99% durant les 10 premières minutes.

Le taux de rétention du vert de malachite se stabilise jusqu'à la fin de l'expérience pour une concentration de 10^{-3} M. On remarque que le taux de rétention du rouge d'alizarine S de la concentration 10^{-3} M diminue jusqu'à 97,9% durant les premières 20 minutes. Ces résultats montrent que le charbon activé à 870°C a une très bonne capacité d'absorption pour les colorants cationique que les colorants anioniques.

III.2.4. Etudes du pH des colorants

Les mesures du pH et de la conductivité ont été faites sur les perméances des solutions des colorants traitées par un charbon activé à 750°C .

Les résultats de la variation du pH des perméances en fonction du temps sont consignés dans la figure III.15 et la figure III.16

1-pH du vert de malachite

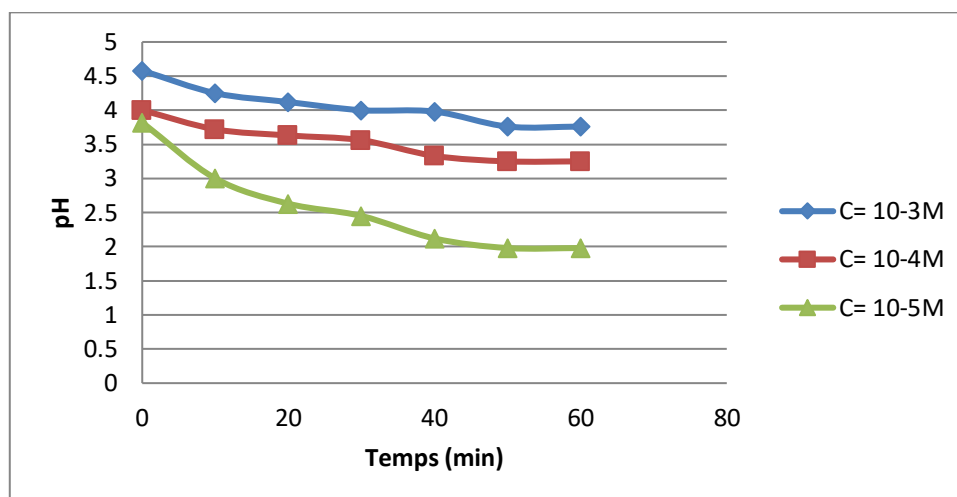


Figure III.15. Variation du pH du VM en fonction du temps sur un charbon activé à 750°C.

On observe que le pH pour les différentes concentrations 10^{-3} M, 10^{-4} M et 10^{-5} M du perméances du colorant diminue durant toute l'expérience et devient très acide. Ceci est du au fait que le matériau fixe des ions hydroxydes OH^- et libère des protons hydrogène.

2-pH du rouge d'alizarine S

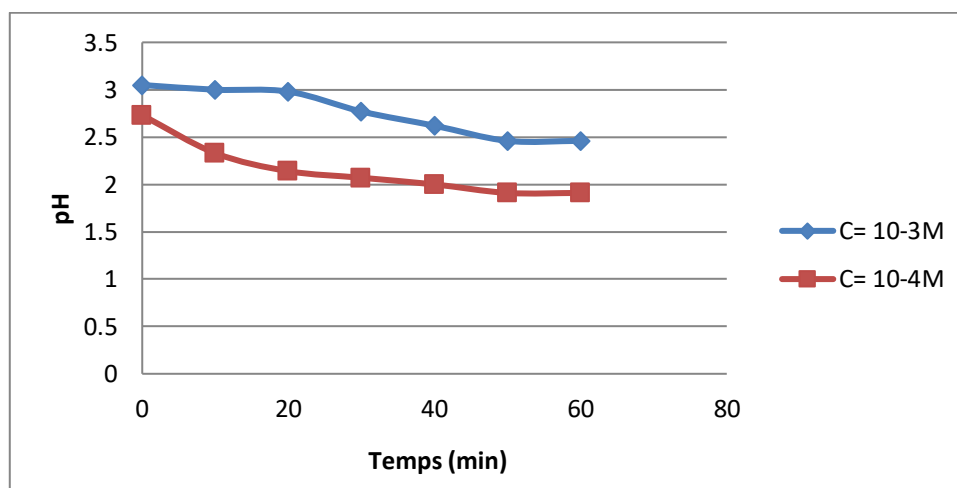


Figure III.16. Variation du pH du RAS en fonction du temps

On observe que le pH pour les différentes concentrations 10^{-3} M et 10^{-4} M du colorant diminue durant toute l'expérience.

Comme pour le colorant cationique, la figure montre les mêmes résultats pour le colorant anionique, le rouge d'alizarine S., une diminution de pH pour les concentrations 10^{-3} M et 10^{-4} M est observée.

On peut toujours dire que le charbon actif fixe des ions hydroxydes OH^- et libère des protons hydrogène.

III.2.5. Etude de la conductivité

1- Conductivité du vert de malachite et rouge d'alizarine

L'évolution de la conductivité des colorants est donnée par la figure suivante :

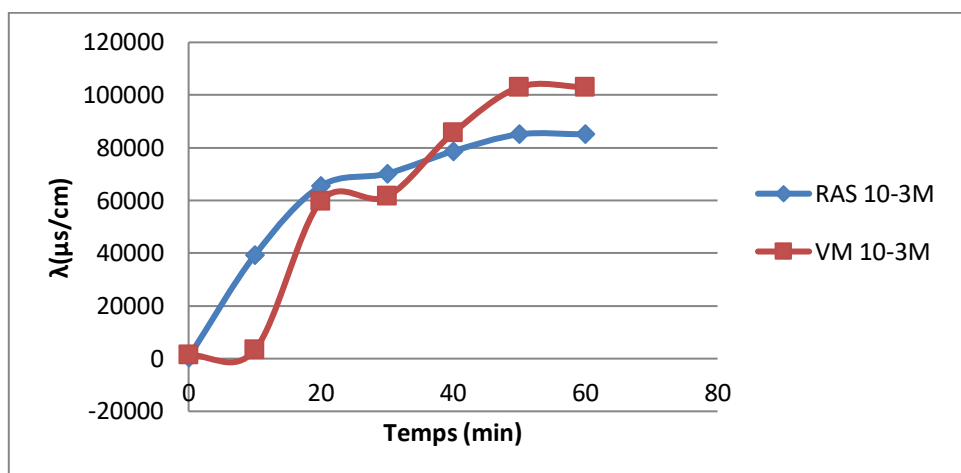


Figure III.17. Variation de conductivité du VM et RAS en fonction du temps à travers un charbon activé à 750°C.

La variation de la conductivité augmente durant l'expérience pour les deux colorants de concentration de $10^{-3}M$, en effet l'activation chimique du charbon par acide influe sur le comportement général de la conductivité.

III.3. Etudes des sels

Des essais de filtration des solutions salines le chlorure de sodium (NaCl) et le chlorure de magnésium ($MgCl_2$) ont été étudiées sur le charbon actif. Les tests de filtration sont réalisés sur des charbons activés à des différentes températures : (les températures choisies sont : 750°C et 870°C). La filtration est de type vertical.

Les solutions ont été préparées avec différentes concentrations, $10^{-4}M$, $10^{-3}M$, $10^{-2}M$ et $10^{-1}M$. Les solutions de chaque colorant ont été filtrées successivement sur la même quantité du charbon activé à 750°C et 870°C ($m=2g$), pour voir sa capacité d'adsorption.

Les perméances récupérés, au cours des intervalles du temps, soumis à des analyses par conductimètre. La conductivité des différents échantillons du chlorure de sodium (NaCl) et chlorure de magnésium ($MgCl_2$) est donnée par les tableaux (III.3, III.4, III.5 et III.6).

Tableau III.3. Conductivité de la filtration des différentes concentrations du NaCl traité par le charbon activé à 750°C.

| Temps (min) | Conductivité ($\mu\text{s}/\text{cm}$) | | | |
|-------------|--|----------------------|----------------------|----------------------|
| | $C= 10^{-4}\text{M}$ | $C= 10^{-3}\text{M}$ | $C= 10^{-2}\text{M}$ | $C= 10^{-1}\text{M}$ |
| 0 | 6270 | 1022 | 4060 | 3290 |
| 10 | 131800 | 2070 | 1794 | 4050 |
| 20 | 17210 | 1507 | 2210 | 8010 |
| 30 | 7560 | 1144 | 2950 | 18290 |
| 40 | 6240 | 1142 | 3610 | 22200 |
| 50 | 7400 | 1123 | 3890 | 21100 |

Tableau III.4. Conductivité de la filtration des différentes concentrations du MgCl_2 traité par un charbon activé à 750°C.

| Temps (min) | Conductivité ($\mu\text{s}/\text{cm}$) | | |
|-------------|--|----------------------|----------------------|
| | $C= 10^{-3}\text{M}$ | $C= 10^{-2}\text{M}$ | $C= 10^{-1}\text{M}$ |
| 0 | 343 | 3550 | 30600 |
| 10 | 146300 | 1386 | 5870 |
| 20 | 63300 | 1423 | 20000 |

Tableau III.5. Conductivité de la filtration des différentes concentrations du NaCl traité par un charbon activé à 870°C.

| Temps (min) | Conductivité ($\mu\text{s}/\text{cm}$) | |
|-------------|--|----------------------|
| | $C= 10^{-2}\text{M}$ | $C= 10^{-1}\text{M}$ |
| 0 | 4050 | 3290 |
| 10 | 40700 | 103700 |
| 20 | 38200 | 60000 |
| 30 | 32900 | 49400 |

Tableau III.6. Conductivité de la filtration des différentes concentrations du $MgCl_2$ traité par le charbon activé à $870^\circ C$.

| Temps (min) | Conductivité ($\mu s/cm$) | |
|-------------|-----------------------------|---------------|
| | $C= 10^{-2}M$ | $C= 10^{-1}M$ |
| 0 | 3550 | 30600 |
| 10 | 33100 | 3430 |
| 20 | 25200 | 3510 |
| 30 | 14470 | 3320 |

On remarque que la conductivité des perméances augmente et diminue en fonction de temps de traitement. Ceci est dû au fait que le charbon traité chimiquement et thermiquement libère les ions piégés par ce matériau auparavant.

III.4. Adsorption d'un antibiotique sur les nanocomposites

- Spectre de balayage de la solution du médicament

Le spectre de balayage du médicament montre que la longueur d'onde maximale est 262nm.

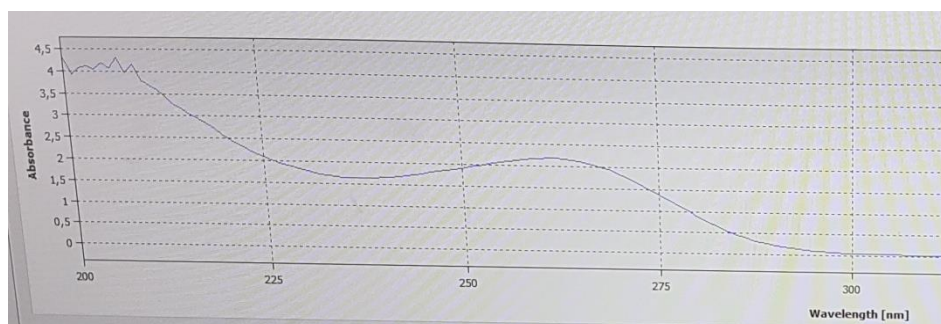


Figure III.18. Spectre de balayage de la solution du médicament.

- Traçage de la courbe d'étalonnage du médicament

Un balayage entre 200 et 400 nm est nécessaire, afin de déterminer la longueur d'onde d'absorption maximale. La longueur d'onde maximale d'adsorption λ_{max} est utilisée pour établir la courbe d'étalonnage.

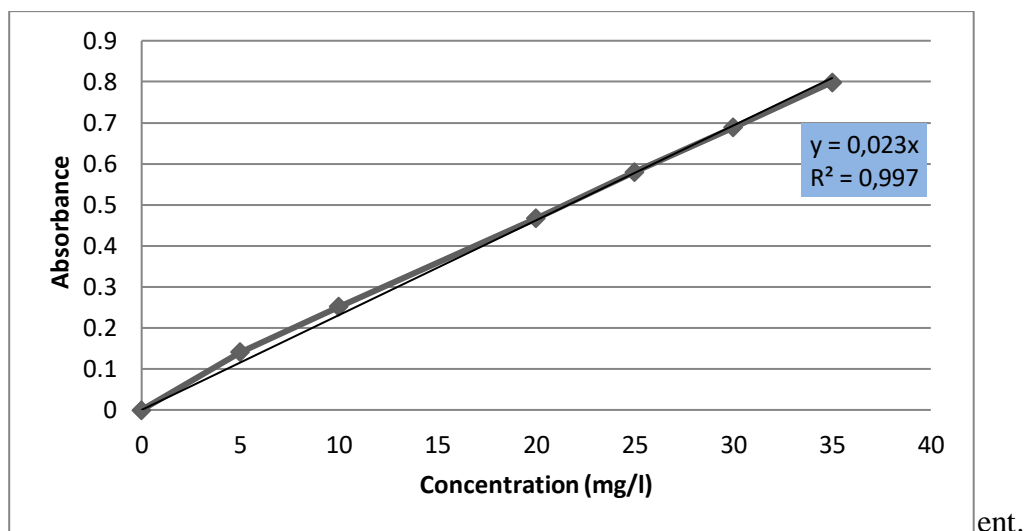


Figure III.19. Courbe d'étalonnage du médicament

III.4.1. Effets de certains paramètres sur l'adsorption du médicament sur les nanocomposites

III.4.1.1. Effet de pH

Pour étudier l'effet du pH, nous avons considéré une plage de 4 à 10 des données et graphiques obtenus.

La figure (III.20) représente les résultats sur l'effet du pH sur l'adsorption du médicament.

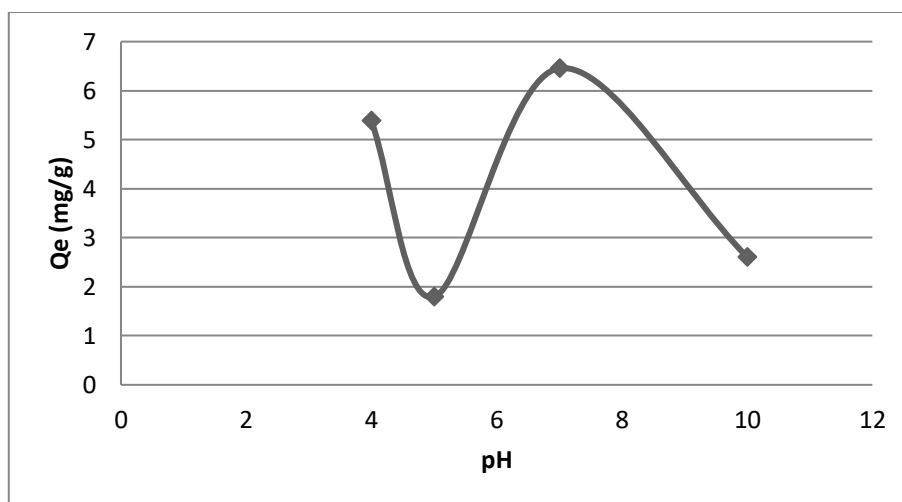


Figure III.20. Influence du pH sur l'adsorption du médicament sur les nanocomposites.

La figure (III.20) montre que la quantité adsorbée est dépendante du pH puisqu'elle varie entre 4 et 10.

Une valeur de quantité d'adsorption meilleure est enregistrée à un pH égal à 7. Donc un pH de 7 sera sélectionné pour la suite de l'étude.

III.4.1.2. Effet du temps :

La figure (III. 21) représente les résultats sur l'effet du temps sur l'adsorption du médicament.

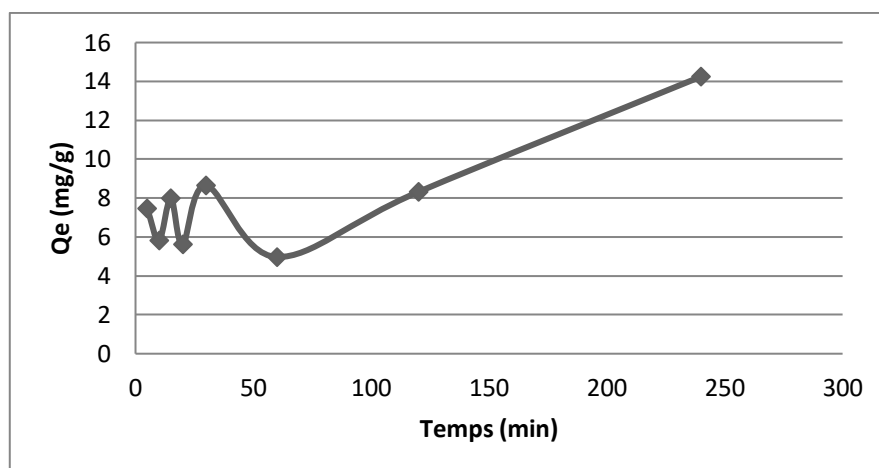


Figure III.21. Influence du temps sur l'adsorption du médicament sur les nanocomposites.

L'équilibre est atteint à l'issue de 120 minutes de contact, car, au-delà, la variation n'est plus significative.

III.4.1.3. Effet de la masse :

La figure (III. 22) représente les résultats sur l'effet de la masse sur l'adsorption du médicament.

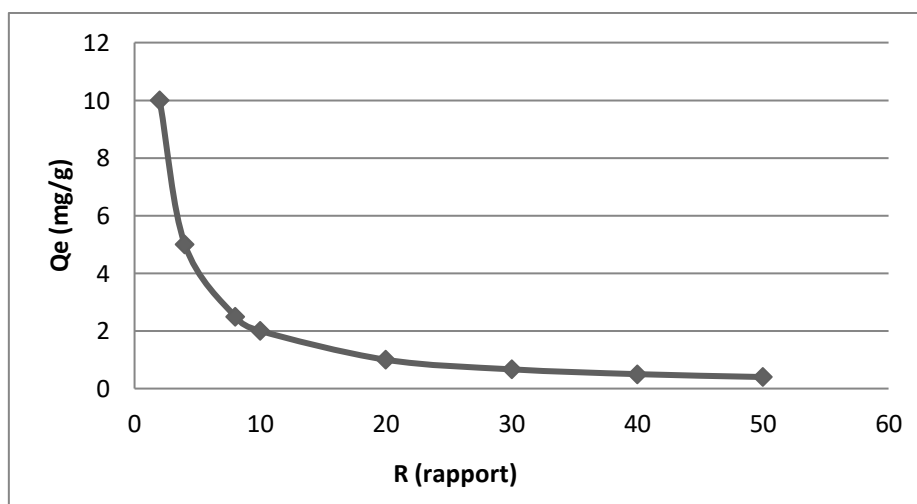


Figure III.22. Influence de la masse sur l'adsorption du médicament sur les nanocomposites.

La figure (III.22), nous donne la quantité du médicament adsorbée à l'équilibre en fonction du rapport entre le volume de l'adsorbat (20ml) et la masse de l'adsorbant.

Conclusion Générale

Conclusion générale

Les études réalisées au cours de ce travail s'inscrivent dans le cadre général d'étude de la synthèse des charbons actifs et des nanocomposites et leurs caractérisations. L'évaluation de l'efficacité du charbon actif a été réalisée par le traitement des eaux polluées. Ce procédé a été appliqué par une filtration verticale de deux colorants et adsorption d'un médicament sur les nanocomposites.

L'analyse FTIR du charbon actif comportent les bandes de vibrations d'élongation de l'hydrogène des groupes hydroxyles O-H (de carboxyles, phénols ou alcools). Ces résultats montrent aussi des autres groupes: C-H, C=C et C-O.

L'étude a porté sur l'élimination du VM (colorant cationique) et du RAS (colorant anionique) par les charbons activés à des différentes températures (750°C et 870°C). Les résultats de l'étude montrent que le taux de rétention des perméances des colorants, traités par le charbon actif, atteint 100% pour des solutions des colorants de concentration de 10^{-5} M et 10^{-4} M. Alors que la rétention des perméances des colorants de concentration de 10^{-3} M varie entre 97% et 98%.

Par contre, l'adsorption du médicament sur les nanocomposites n'a pas donné les résultats souhaités.

En définitive, on peut conclure que grâce à notre étude, nous avons constaté que le charbon actif est efficace et considéré comme un bon adsorbant dans le domaine de la lutte contre la pollution de l'eau.

Afin de compléter cette présente étude, il serait intéressant ultérieurement de réaliser d'autres essais d'adsorption sur les nanocomposites par :

- Changement de la synthèse des nanocomposites pour améliorer le pouvoir d'adsorption.
- Application des autres adsorbats avec des différentes concentrations.

Références bibliographiques

- [1] M^{lle} **BELAYACHI Hanane**, (2009). «Préparation et caractérisation d'UN SUPPORT ADSORBANT Á PARTIR DES PÉPINS DE RAISIN POUR L'ADSORPTION de substances organiques dans les solutions simples et binaires», Université de Mostaganem., p 5-6-4-46.
- [2] **Emillain K**, (2004). « Traitement des pollutions industrielles »; p 1-24.
- [3] **Bouzaini M**, (2000). « L'eau de la pénurie maladie ». Ed. I BN-KHALDOUN. Oran; p59-64.
- [4] **Medkhel Abdallah**, (2018). « Adsorption du bleu de méthylène par charbon Active ». Université Echahid Hamma Lakhdar -El Oued-, p50-51
- [5] **Boudjelal, Djoudi H (2008)**, « pollution de l'oued boussellem par les eaux usées urbaines et industrielle et impact de leur utilisation dans l'irrigation ». Thèses ing, tatho des écosystèmes universitaires, Stif : p 6-13.
- [6] **L.MedLamin ; C.Smail ; L.Smail**, (2017). « Dépollution par charbon actif d'une eau contaminée par bleu de méthylène ». Master. Université Hamma Lakhdar - El oued -, p30-33.
- [7] **Hedi Ben Mansour, Oualid Boughzala, dorra Dridi, Daniel Barillier, Leila Chekir-Ghedira et Ridha Mosrat**, (2011). « Les colorantes textiles sources de contamination de l'eau : CRIBLAGE de la toxicité et des méthodes de traitement », Revue des sciences de l'eau Journal of Water Science, Revue des sciences de l'eau, Volume 24, numéro 3, p 212-213-214.
- [8] **M. Gérard Miquel**, (2000-2001). « Les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé ». Rapport d'information N° 261, fait au nom de l'Office parlementaire d'évaluation des choix scient. Tech, déposé le 5 avril (2001).
- [9] **E. Fourest**, (1993). « Etude des mécanismes de biosorption des métaux lourds par des Biomasses fongiques industrielles en vue d'un procédé d'épuration des effluents aqueux contaminés », Thèse de Doctorat de l'université Joseph Fourier-Grenoble, France.
- [10] **ABDELSADOK Nardjess KAMMOUN Ikram**, (2018). « Effet des métaux lourds (Cuivre et Zinc) sur les paramètres morfo-physiologiques et biochimiques chez la fève (Vicia faba L.) », Université Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, p 4-7.

- [11] **M. Dietrich Klinghardt**, (1998). « Les métaux lourds et leurs effets sur la santé », Conférence à l'Ecole Polytechnique de Zurich.
- [12] **P. Duverneuil, B. Fnouillet, C. Chaffot**, (1997). « Récupération des métaux lourds dans les déchets et boues issues des traitements des effluents », État de l'art, Édition Lavoisier, Technique et Documentation. Paris.
- [13] <http://www.uoguelph.ca>.
- [14] Fiche toxicologique IRERIS: <http://www.ineris.fr/>.
- [15] **Baize D.**, 2000- Guide des analyses en pédologie. 2ème édition. Institut National de la Recherche Agronomique, Paris : 206- 207.
- [16] Fiche toxicologique IRERIS: <http://www.ineris.fr/>.
- [17] **T.A. Kurniawant, G.Y.S. Chan, W.-H. LO, S. Babel**. « Comparisons of low-cost adsorbents for treating wastewaters laden with heavy metals ». Science of the Total Environment, 366 (2006) 409-426.
- [18] **Stéphanie Marsteau**, (2005). « Traitement des gaz dangereux capté sur les lieux de travaille» institue national de recherche et de sécurité ED4263 [19] **M. Hemati** «L'adsorption Industrielle» Inp Enciacet A7
- [20] **Shahid Ayoub**, (2010). «Simulation et optimisation de procédés d'adsorption modulée en pression - Formulation et résolution à l'aide de l'optimisation dynamique hybride » Thèse Doctorat, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- [21] **L. Ming Sun, F. Meunier**,(2003). « Adsorption: aspects théoriques ; technique de l'ingénieur, -Opérations Unitaires- Génie de la réaction chimique, traité Génie des procédés, J2730, p1-8.
- [22] **N. J. Krou**. (2010), « Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques »; thèse de doctorat ; Université de Toulouse ;
- [23] **N. Petit**. (2007), « Couplage des procédés d'adsorption sur charbon actif et de photocatalyse TiO₂ / UV pour l'élimination de composés organiques volatils », thèse doctorat, Université de Rennes 1.
- [24] **L.M. Sun et F. Meunier**, (2007). « Adsorption : aspects théoriques Techniques de l'ingénieur », J 2 730.

- [25] **Benamraoui Faouzia**, (2014). « Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture ». UNIVERSITE FERHAT ABBAS SETIF-1 p 24.
- [26] **Bougdah Nabil**, (2007). « Etude de l'adsorption de micropolluants organiques sur la bentonite », Mémoire de Magister, l'Université 20 Août 55, Skikda.
- [27] **Naïb N**, (2006). « Étude du procédé d'adsorption du phénol sur du charbon actif à base de grignon d'olive, modélisation par les plans d'expérience », mémoire de Magister, Université M'hamed Bougara, Boumardes.
- [28] **El M'rabet M**, « Contribution à l'étude de l'adsorption du carbofuran et du phénamiphos par les complexes argilo-humiques et par les sols et de la biodégradation du carbofuran ». Thèse d'état, aguadir, (2002).
- [29] **Seiber J. N, (Ed) .Ragsdale N.N. and Kuhr R. J**, (1987). Acs. Symposium series, N° 336, 80- 105.
- [30] **Masschelein W.J, Denis M. et Ledent R, J**. Water and Sewage Works, 8, 69-72 (1977)
- [31] **Walker, W.H., Lewis, W.K., McAdams, W.H., Gilliland, E.R**, (1937). « Principles of Chemical Engineering », third ed. McGraw-Hill, Inc., New York, pp. 323
- [32] **Tien, Chi (Auth.)**, (2012). « Principles of Filtration ». Elsevier.
- [33] **Mohamed Arjdali**, (1999). « Pharmacie Galénique », Chapitre II -Les opérations pharmaceutiques.
- [34] **O.BENAZIZ**, « la filtration ».
- [35] **Issame Benhidi**, « Résumé de Pharmacie galénique », (2016).
- [36] **R. Denine**, (2008). « Cours de pharmacie galénique », Office des Publications Universitaires. [37] **Olivier ALLO, Pascale BLANC, Marie-Ange DALMASSO**, « Pharmacie galénique B.P. », 2^e édition, Groupe liaisons, (2009).
- [38] www.lelivrescolaire.fr
- [39] **J. Omlin, L. Chesaux**, (2010). « Evaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines ». Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne.

- [40] **R.C. Bansal, J.B. Donnet, F. Stoeckli**, (1988). « Active Carbon ». New York.
- [41] **R. Malik, D.S. Ramteke, S.R. Wate**, (2007). « Adsorption of malachite green on groundnut shell waste based powdered activated carbon ». *Waste Management*, 27 1129-1138.
- [42] **Melle MOUSSA Nawel**, (2012). « Etude par spectroscopie FT-IR des phénomènes d'adsorption ». Université de Mostaganem.
- [43] **Budavari, S. Merck index**. White house Station, NJ: Merck.
- [44] **Deline.F**, (1988). « l'épuration physico-chimique des eaux. » .Éditions Cebedoc.
- [45] **Manuel-adsorption Fiva**, (2015). « Absorption Gaz-Liquide », Inp Enciacet A7.
- [46] **Lenntech**,(2004). « Traitement de l'eau et de l'air ».
- [47] **A. Ahmad pour, D.D. DoCarbon**, 34 (1996) 471.
- [48] **R. Malik, D.S. Ramteke, S.R. Wate**, (2007). « Adsorption of malachite green on groundnut shell waste based powdered activated carbon. *Waste Management* », 1129-1138.
- [49] **N'guessan Joachim Krou**, (2010). « Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques», thèse doctorat, de l'université de Toulouse.
- [50] **E. Fernandez Ibañez**), « Etude de la carbonisation et l'activation de précurseurs végétaux durs et mous », Thèse de Doctorat, Université de Neuchâtel, (2002), p.12-16.
- [51] **A. Demirbas**, (2009). «Agricultural based activated carbons for the removal of dyes from aqueous solutions: a review», *Journal of Hazardous Materials* 167, 1–9.
- [52] **James WeI**, (1994). « Advances in chemical engineering ». Volume 20 Fast Fluidization Editor-in-Chief.
- [53]**Rajendra Kumar Goyal**, « Nanomaterials and Nanocomposites Synthesis, Properties, Characterization Techniques, and Application », Taylor & Francis Group, (2018).
- [54] **MOULAHCENE Née ABDELLI Fatiha**, (2008). « Elaboration et caractérisation des nanocomposites cellulose/MONTMORILLONITE », UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES, p 6-7-8.

- [55] **BELHADJI Djamila**, (2010). « SYNTHÈSE ET CARACTÉRISATION DE COMPOSITES POLYÉTHYLÈNE DIOXYDE THIOPHÈNE/MAGNÈTE-Fe », UNIVERSITÉ D'ORAN ES-SENIA
- [56] **J.M.Berthelot**, « Matériaux composites, comportement mécanique et analyse des structures ».
- [57] **J-M. Jethamahani**, (1996). W-T Ford, Chem Mater, no 8, p. 2138.
- [58] **Grim, R.E**; Clay Mineralogy, Mc Graw Hill, (1968).
- [59] **Hay, J.N and Shaw, S.J**, (2000). « A review of nanocomposites ».
- [60] **Khan M.N. and Wahab M.F.** (2007). Characterization of chemically modified corn cobs and its application in the removal of metal ions from aqueous solution. J. Hazard Mater, 141, 237-244.
- [61] **S. Brunauer**, (1944). « The adsorption of gases and vapours ». Oxford University Press.
- [62] **Peters A., Freeman H.** (1991). Color chemistry. The design and synthesis of organic dyes and pigments. Elsevier, Amsterdam.
- [63] **BOUTERAA SALIMA**, (2014). « Synthèse et caractérisation d'un Matériau de type lamellaire et application en environnement », université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boudiaf faculté de chimie département de génie des matériaux P 40-42.
- [64] **Adouane Ilham**, (2020). « Extraction, préparation et production des produits chimiques dans la société SARL Sasko Industrie », Université Mohamed Khider de Biskra Faculté des sciences et de la technologie Département de chimie industrielle p 35-37.