

**République Algérienne Démocratique et Populaire**  
**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**  
**Université Ahmed Draïa Adrar**



**Faculté des Sciences et de la Technologie**  
**Département d'Hydrocarbures et Énergies Renouvelables**

**Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de Master en :**  
**Filière : Génie des Procédés**  
**Spécialité : Génie Chimique**

**MEMOIRE :**

**Modélisation par la méthode du plan d'expériences de la  
capacité d'adsorption des colorants par des microsphères  
préparées par la méthode de pulvérisation séchage.**

**Préparé par :**

**M. DAHOU Abdallah**

**M. HALA Nasreddine**

**Membres de jury d'évaluation :**

<b>M. BOUSSEM Faïçal</b>	<b>Président</b>	<b>MAA</b>	<b>Univ. Adrar</b>
<b>M. OUAZINE Louanas</b>	<b>Encadreur</b>	<b>MCB</b>	<b>Univ. Adrar</b>
<b>M. BAKACHE Younes</b>	<b>Examineur</b>	<b>MAA</b>	<b>Univ. Adrar</b>

**Année Universitaire : 2020/2021**

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية  
République algérienne populaire et démocratique  
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

UNIVERSITE AHMED DRAYA - ADRAR  
BIBLIOTHÈQUE CENTRALE  
Service de recherche bibliographique  
N°.....B.C/S.R.B//U.A/2021



جامعة احمد دراية - ادرار  
المكتبة المركزية  
مصلحة البحث البيبليوغرافي  
الرقم.....م.م/م.ب.ب/أ.ج/2021

## شهادة الترخيص بالإيداع

انا الأستاذ(ة): OUAZINE Louanas

المشرف على مذكرة الماستر.

Modélisation par la méthode du plan d'expériences de la capacité d'adsorption  
des colorants par des microsphères préparées par la méthode de pulvérisation séchage

من إنجاز الطالب(ة): Dahou Abdallah

و الطالب(ة): Hala Nasreddine

كلية: Faculté des Sciences et de la Technologie

القسم: Département d'Hydrocarbures et Énergies Renouvelables

التخصص: Génie Chimique

تاريخ تقييم / مناقشة: 22/06/2021

أشهد ان الطلبة قد قاموا بالتعديلات والتصحيحات المطلوبة من طرف لجنة التقييم، وان المطابقة بين النسخة الورقية والإلكترونية استوفت جميع شروطها.  
وإمكانهم إيداع النسخ الورقية (02) والأليكترونية (PDF).

- امضاء المشرف

ادرار في ..... 1 جويلية 2021



*[Handwritten signature]*

ملاحظة: لا تقبل أي شهادة بدون التوقيع والمصادقة.

## Remerciements

*Nos remerciements vont tout premièrement à Dieu tout puissant pour la volonté, la santé et la puissance qu'il nous a donnés durant toutes ces années d'études.*

*Nous remercions nos chers parents qui nous ont toujours soutenu, encouragé et aidé, tout au long de notre cursus. Ils ont su nous donner toutes les chances pour réussir, sans oublier tous nos camarades, amis (es) et tous ceux qui nous ont aidé de près ou de loin à la réalisation et à l'aboutissement de ce travail*

*Nos profonds remerciements sont exprimés à Dr OUAZINE Louanas pour avoir accepté de nous encadrer, nous le remercions vivement pour ses précieux conseils, sa disponibilité et son aide durant toute la période du travail.*

*Nous n'oublions pas de remercier tous nos enseignants qui se sont évertués à nous enseigner durant le cursus universitaire.*

## Dédicace

*J'adresse mes sincères remerciements, mon respect  
et ma gratitude à mes chers parents pour leur  
soutien, leurs conseils et leurs encouragements.*

*Je dédie ce travail :*

*à mes soeurs*

*à ma famille*

*à mes amis*

*À mes professeurs*

*De même pour tous ceux qui me connaissent.*

*A mon cher ami Nasreddin et toute sa famille*

## Dédicace

*A ma chère mère a qui je dois ma réussite, sans ces  
sacrifices et Son*

*Encouragement, je n'aurai jamais pu arriver à réussir  
dans mes études nulles*

*Expression ne saurait exprimer ma reconnaissance et ma  
gratitude envers toi*

*Puisse dieu le tout puissant t'accorde longue vie et bonne  
santé.*

*A mon cher père et ses sacrifices*

*A tous mes frères*

*A tous mes oncles.*

*A ma grande mère*

*A toute ma famille.*

*Vos encouragements constants ont toujours été pour moi*

*Les plus précieux.*

*A Toute les étudiants GC*

*Je vous aime tous et j'espère que la vie vous préservera  
plein de Bonheur, santé, de réussite et très bonne santé.*

*A mon cher ami ABDALLAH et toute sa famille*

# ***SOMMAIRE***

Sommaire.....	V
Liste des tableaux.....	VIII
Liste des figures.....	IX
Nomenclature.....	X
Liste des abréviations.....	XI
Introduction générale .....	I

## **Chapitre I : Généralités sur l'adsorption**

I.1. Introduction.....	3
I.2 Définition de l'adsorption.....	3
I.2.1. Adsorption physique.....	3
I.2.2. Adsorption chimique.....	3
I.3. Isothermes d'équilibre d'adsorption.....	4
I.3.1. Classification des isothermes d'adsorption .....	4
I.3.2. Modélisation des isothermes d'équilibre d'adsorption.....	5
I.4. Cinétique d'adsorption .....	6
I.4.1. Modèles de cinétique d'adsorption.....	6
I.5. Les adsorbants .....	8
I.5.1. Les principaux adsorbants.....	8
I.5.2. Différents types d'adsorbants .....	8
I.6. Conclusion.....	9

## **Chapitre II :Généralités sur les microsphères**

II.1. Introduction.....	11
II.2. Définition.....	11
II.3. Types de microsphères.....	11
II.4. Préparation des microsphères.....	12
II.4.1. Les procédés chimiques.....	12
II.4.2. Les procédés mécaniques.....	13
II.5. Caractérisation des microsphères.....	15
II.5.1. Taille des particules et distribution des tailles.....	15
II.5.2. Morphologie de surface et microstructures internes.....	15
II.5.3. La densité.....	15
II.5.4. Angle de contact.....	16

II.5.5. Analyse chimique.....	16
II.6. Facteur influençant la formation des microsphères.....	16
II.7. Application des microsphères.....	17
II.7.1. Le domaine médical et pharmaceutique.....	17
II.7.2. Le domaine agroalimentaire.....	17
II.7.3. Le domaine environnemental.....	18
II.8. Conclusion.....	18

### **Chapitre III : Généralité Sur Les Colorants**

III.1. Introduction.....	20
III.2. Définition.....	20
III.3. Structure chimique des colorants.....	20
III.3.1. Les chromophores.....	21
III.3.2. Auxochromes.....	21
III.4. Nature des principaux colorants.....	21
III.4.1. Colorants naturels.....	21
III.4.2. Les colorants synthétiques.....	21
III.5. Classification des colorants.....	21
III.5.1. Classification selon la structure chimique.....	22
III.6. Classification tinctoriale.....	23
III.6.1. Les colorants acides ou anioniques.....	23
III.6.2. Les colorants basiques ou cationiques.....	23
III.6.3. Les colorants de cuve.....	24
III.6.4. Les colorants réactifs.....	24
III.7. Applications des colorants.....	24
III.7.1. Applications industrielles.....	24
III.7.2. Applications alimentaire.....	25
III.8. Toxicité des colorants.....	25
III.9. Traitements des colorants.....	25
III.9.1. Méthodes physico-chimiques.....	26
III.9.2. Méthodes chimiques.....	27
III.9.3. Méthodes biologiques.....	27
III.10. Conclusion.....	28

### **Chapitre IV : Matériels et méthodes**

IV.1. Matériels et méthodes.....	30
IV.1.1. Matériels utilisés.....	30

IV.1.2. Produits utilisés.....	30
IV.2. Elaboration des microsphères à base de PVC et d'Aliquat-336.....	32
IV.3. Préparation des solutions de colorant.....	33
IV.4. Application d'un plan factoriel $2^3$ à la modélisation de l'adsorption du rouge cibacrone par les microsphères préparées.....	34
IV.4.1. Paramètres (facteurs) choisis.....	34
IV.4.2. Les niveaux des facteurs et le domaine d'étude.....	35
IV.4.3. Matrice d'expériences.....	35
IV.4.4. L'équation du modèle.....	36

### **Chapitre V : Résultats et discussions**

V.1. Les microsphères préparées.....	38
V.2. Caractérisation des microsphères.....	38
V.3. La matrice d'expériences et la quantité du colorant adsorbée.....	39
V.4. La matrice des effets et calcule des coefficients.....	39
V.4.1. Calcul des effets.....	40
V.5. Test de signification des effets.....	41
V.5.1. Calcul de la variance.....	41
V.5.2. Test de Student.....	41
V.6. Analyse ANOVA et validation du modèle.....	42
V.7. Le coefficient de détermination.....	43
Conclusion générale.....	45
Référence.....	46



# Liste des tableaux

## Chapitre I Généralités sur l'adsorption

<b>Tableau I.1:</b> Caractéristique des principaux adsorbants industriels.....	8
--	---

## Chapitre III : Généralité Sur Les Colorants

<b>Tableau III.1 :</b> Taux de fixation sur textile pour les différentes classes de colorants.....	26
--	----

<b>Tableau III.2 :</b> Traitement des colorants.....	26
--	----

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

<b>Tableau IV.1:</b> résumé tous les produits chimiques utilisés avec leurs formules chimiques et propriétés.....	30
---	----

<b>TableauIV.2 :</b> Les valeurs des paramètres opératoires à différents niveaux.....	35
---	----

<b>Tableau IV.3:</b> Les différentes conditions opératoires employées pour préparer les différentes microsphères ; la matrice des expériences.....	36
--	----

## Chapitre V : Résultats et discussions

<b>Tableau V.1 :</b> La matrice d'expériences.....	39
--	----

<b>Tableau V. 2 :</b> La matrice des effets.....	40
--	----

<b>Tableau V.3 :</b> la valeurdes effets.....	41
---	----

<b>Tableau V.4 :</b> Calcul du test destudent pour chaque effet.....	41
--	----

<b>Tableau V.5 :</b> Analyse la variance et calcul de la valeur du $F_{obs}$ .....	43
--	----

# Liste des figures

## Chapitre I : Généralités sur l'adsorption

<b>Figure I.1:</b> Classification des isothermes d'adsorption selon Giles et al .....	4
<b>Figure I.2 :</b> Structure des zéolithes.....	9

## Chapitre II :Généralités sur les microsphères

<b>Figure II.1 :</b> Image MEB d'une microsphère non imprégnée (a), microsphère imprégnée (b), microsphère d'une morphologie externe poreuse (c) et une section d'une microsphère.....	11
<b>Figure II.2 :</b> Différents formes de microsphères et microcapsules.....	12

## Chapitre III : Généralité Sur Les Colorants

<b>Figure III.1 :</b> Azobenzène.....	22
<b>Figure III.2 :</b> Squeletteanthraqui.....	22
<b>Figure III.3 :</b> Squelette indigoïde.....	23
<b>Figure III.4 :</b> Structure de base des colorants nitrés et nitrosés .....	23
<b>Figure III.5 :</b> Structure chimique des colorants de cuve.....	24

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

<b>Figure IV.1:</b> Formule développée du rouge cibacrone.....	31
<b>Figure IV.2 :</b> Formule développée de l'aliquat-366.....	32
<b>Figure IV.3:</b> Schéma de l'installation utilisée pour la préparation des microsphères.....	32
<b>Figure IV.4:</b> La solution mère et les solutions filles de différentes concentrations.....	33
<b>Figure IV.5:</b> Schéma de l'adsorption du rouge cibacrone par les microsphères.....	34
<b>Figure IV.6 :</b> Domaine d'étude les niveaux des facteurs utilisés.....	35

## Chapitre V : Résultats et discussions

<b>Figure V.1:</b> Les microsphères préparées avant l'adsorption du colorant.....	38
<b>Figure V.2:</b> Les microsphères préparées après l'adsorption du colorant.....	38

## Nomenclature

	<b>Nomenclature</b>	
$q_m$	capacité maximale d'adsorption à saturation	(mg/g)
$q_t$	Quantité d'adsorbat par unité de masse de l'adsorbant	(mg.g <sup>-1</sup> )
$q_e$	la capacité d'adsorption à l'équilibre	(mg/g)
$C_e$	concentration de l'adsorbât à l'équilibre du soluté	(mg/L)
$C_0$	concentration initiale	(mg.L <sup>-1</sup> )
$K_1$	constante de vitesse du pseudo premier ordre	(min <sup>-1</sup> )
$K_2$	constante de vitesse apparente du pseudo second ordre	(min <sup>-1</sup> )
$K_f$	constante de Freundlich	(min <sup>-1</sup> )
V	volume de l'adsorbat	(L)
M	masse de l'adsorbant	(g)
T	Temps	(min)
T	Température	(C°)
$R^2$	Facteur de corrélation	
N	nombred'expériences	
P	nombre de facteurs incluant la constante	
T	test de Student	

## Liste des abréviations

<b>Abréviation</b>	<b>Signification</b>
MEB	La microscopie électronique à balayage
PVC	Poly(chlorure de vinyle)
Aliquat-336	Chlorure de triméthyl-octylammonium
DMF	Diméthylformamide
SCEL	La somme des carrés des écarts à la liaison
SCER	La somme des carrés des écarts résiduels
SCET	La somme des carrés des écarts totale
CML	Le carré moyenne associe à SCEL
CMR	Le carré moyen associe à SCER
UV-VIS	La spectroscopie ultraviolet-visible
CR	Rouge cibacrone

# **Introduction générale**

### Introduction générale

Diverses activités humaines dans les domaines industriels, urbains ou agricoles polluent l'environnement. Le plus grand danger pour l'environnement et la dégradation des écosystèmes est la pollution des eaux. Quelle soit accidentelle ou volontaire, cette pollution est le résultat de l'utilisation massive de polluants organiques et minéraux d'origine agricole, urbaine et industrielle. Ainsi, l'industrie textile en particulier, constitue une source importante des effluents liquides chargés de polluants à cause du grand volume d'eau et de substances colorantes et non colorantes utilisées au cours des opérations de teintures.

La toxicité des colorants (mortalité, effet mutagénique et cancérigène) a été confirmée par plusieurs travaux de recherche aussi bien sur des organismes aquatiques (poisson, algue, bactéries, etc.) que sur les mammifères. De ce fait, le traitement des effluents de l'industrie textiles devient un grand enjeu environnemental. Ainsi, plusieurs méthodes sont utilisées pour séparer ou éliminer les colorants des eaux usées. Parmi elles, la méthode d'adsorption est la plus utilisée.

Aujourd'hui, le phénomène d'adsorption est devenu un outil incontournable pour la séparation des substances indésirables. L'adsorption est une technique efficace et facile à mettre en œuvre pour l'élimination de certains polluants organiques et inorganique dans notre environnement. Cependant son efficacité dépend beaucoup de la nature du support utilisé comme adsorbant, particulièrement en ce qui concerne son coût, sa disponibilité, sa régénération [1].

En adsorption, différents types d'adsorbants sont utilisés tels que les charbons actifs, les zéolites, les argiles, le gel de silice. Le charbon actif est de loin, le plus fabriqué et le plus utilisé industriellement. Les microsphères, sont une alternative au adsorbants usuels à cause de leurs spécificités.

Les microsphères sont des particules constituées d'un réseau macromoléculaire ou lipidique continu formant une matrice dans laquelle se trouve finement dispersée la matière active aléatoirement. Cette dernière peut se présenter sous forme de fines particules solides ou encore de gouttelettes de solutions [2].

La capacité d'adsorption est l'un des paramètres les importants qualifiant l'efficacité d'un adsorbant. Donc sa modélisation joue rôle important dans l'optimisation du phénomène d'adsorption. Les plans d'expériences constituent l'un des outils les

## **Introduction générale**

---

économiques pour la modélisation du phénomène d'adsorption. Ce dernier point est l'objectif principal de notre travail.

Dans ce travail est composées deux parties. La première, théorique, est subdivisée en trois chapitres dont les généralités sur l'adsorption, les généralités sur les microsphères et les généralités sur les colorants. Quant à la deuxième partie, expérimentale, contient deux chapitres, l'un sur les matériels et méthodes et l'autre sur les résultats obtenus avec leurs discussions. Finalement, on termine par une conclusion résumant les différents résultats obtenus.

# **Chapitre I :**

## **Généralités sur l'adsorption**



### Chapitre I : Généralités sur l'adsorption

#### I.1.Introduction

L'adsorption joue également un rôle majeur dans le comportement des polluants dans les milieux aquatiques. La nature de la surface adsorbant va jouer un rôle essentiel dans ce phénomène. L'adsorption est utilisée aussi dans l'industrie dans des procédés de séparation et de purification des gaz et des liquides, dans des domaines très variés tels que la pétrochimie, la chimie, la pharmacie et l'environnement. Les applications industrielles utilisent en général uniquement les propriétés d'adsorption physiques des matériaux car ce phénomène ne modifie pas la structure moléculaire de l'adsorbat. De plus, il est réversible, ce qui permet de récupérer la molécule adsorbée et ainsi de régénérer l'adsorbant. Il s'agit d'un processus de la plus grande importance en ce qui concerne le comportement des substances tant inorganiques qu'organiques dans les eaux naturelles car il influe tant sur la distribution des substances dissoutes que sur les propriétés des particules en suspension [3].

#### I.2.Définition de l'adsorption

L'adsorption est le processus au cours duquel des molécules contenues dans un fluide (gaz ou liquide), appelées adsorbat, se fixent à la surface d'un solide appelé adsorbant. Les sites où se fixent les molécules d'adsorbat sont appelés sites actifs. L'adsorption est dite chimique ou physique selon la nature des interactions qui lient l'adsorbat à la surface de l'adsorbant [1].

##### I.2.1.Adsorption physique

L'adsorption physique (physisorption) met en jeu des interactions faibles telles que les forces d'attraction de Van Der Waals et les forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation. La force des liaisons créées peut être estimée par l'énergie d'adsorption qui est comprise entre 5 et 40  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  ce qui est considéré comme faible. Ces interactions sont peu spécifiques et réversibles et la désorption peut être totale. L'adsorption physique est rapide et généralement limitée par les phénomènes de diffusion [1].

##### I.2.2. Adsorption chimique

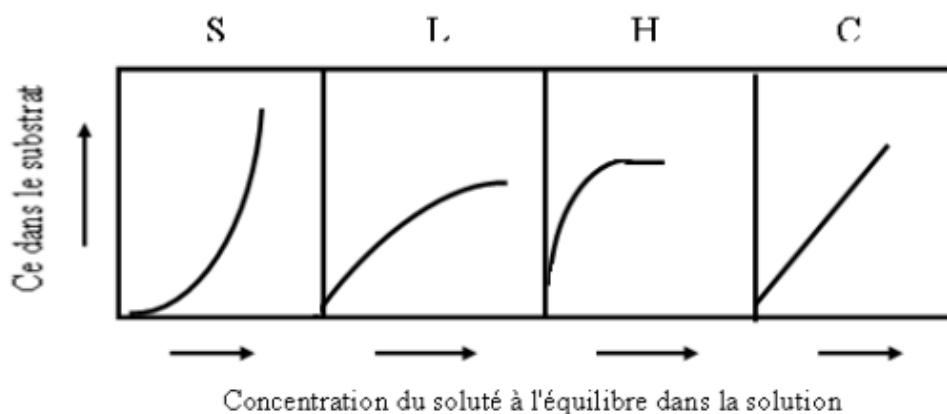
Dans le cas de l'adsorption chimique, il y a création de liaisons entre les atomes de la surface et les molécules de l'adsorbat. Les énergies d'adsorption peuvent être de l'ordre de 200 kJ/mole (~20 kJ/mole dans le cas de l'adsorption physique). Ce type d'adsorption intervient dans le mécanisme des réactions catalytiques hétérogènes, où le catalyseur crée des liaisons fortes avec le gaz adsorbé. La chimisorption est complète quand tous les centres actifs présents à la surface ont établi une liaison avec les molécules de l'adsorbat[8].

### I.3. Isothermes d'équilibre d'adsorption

Tous les systèmes adsorbant/adsorbât ne se comportent pas de la même manière. Les phénomènes d'adsorption sont souvent abordés par leur comportement isotherme. Les courbes isothermes décrivent la relation existante à l'équilibre d'adsorption entre la quantité adsorbée et la concentration en soluté dans un solvant donné à une température constante [5].

#### I.3.1. Classification des isothermes d'adsorption

Expérimentalement, on distingue quatre classes principales nommées : S (Sigmoide), L (Langmuir), H (Haute affinité) et C (partition Constante). La figure I.1 illustre la forme de chaque type d'isothermes [5].



**Figure I.1:** classification des isothermes d'adsorption selon Giles et al [5].

Cette classification tient compte entre autres d'un certain nombre d'hypothèses [5] :

- Le solvant s'adsorbe sur les mêmes sites que le soluté. Ceci implique l'existence d'une compétition d'adsorption entre le solvant et le soluté.

- Le nombre de sites susceptibles d'accueillir les molécules de soluté à la surface du solide diminue quand la quantité adsorbée augmente.
- L'orientation des molécules à la surface. On peut citer le cas où les molécules sont adsorbées verticalement ou horizontalement sur la surface.
- Enfin, les interactions attractives ou répulsives entre les molécules adsorbées se manifestent d'une façon notable dans le phénomène d'adsorption.

### III.3.1.1. Classe L

Les isothermes de classe L présentent, à faible concentration en solution, une concavité tournée vers le bas qui traduit une diminution des sites libres au fur et à mesure de la progression de l'adsorption. Ce phénomène se produit lorsque les forces d'attraction entre les molécules adsorbées sont faibles. Elle est souvent observée quand les molécules sont adsorbées horizontalement, ce qui minimise leur attraction latérale. Elle peut également apparaître quand les molécules sont adsorbées verticalement et lorsque la compétition d'adsorption entre le solvant et le soluté est faible. Dans ce cas, l'adsorption des molécules isolées est assez forte pour rendre négligeable les interactions latérales [5].

### III.3.1.2. Classe S

Les isothermes de cette classe présentent, à faible concentration, une concavité tournée vers le haut. Les molécules adsorbées favorisent l'adsorption ultérieure d'autres molécules (adsorption coopérative). Ceci est dû aux molécules qui s'attirent par des forces de Van Der Waals, et se regroupent en îlots dans lesquels elles se tassent les unes contre les autres. Ce comportement est favorisé, d'une part, quand les molécules de soluté sont adsorbées verticalement comme c'est le cas des molécules possédant un seul groupe fonctionnel et d'autre part, quand les molécules se trouvent en compétition d'adsorption forte avec le solvant [5].

### III.1.3. Classe H

La partie initiale de l'isotherme est presque verticale, la quantité adsorbée apparaît importante à concentration quasiment nulle du soluté dans la solution. Ce phénomène se produit lorsque les interactions entre les molécules adsorbées et la surface du solide sont très fortes. L'isotherme de classe H est aussi observée lors de l'adsorption de micelles ou de polymères formées à partir des molécules de soluté [5].

### III.1.4. Classe C

Les isothermes de cette classe se caractérisent par une partition constante entre la solution et le substrat jusqu'à un palier. La linéarité montre que le nombre de sites libres reste constant au cours de l'adsorption. Ceci signifie que les sites sont créés au cours de l'adsorption. Ce qui implique que les isothermes de cette classe sont obtenues quand les molécules de soluté sont capables de modifier la texture du substrat en ouvrant des pores qui n'avaient pas été ouverts préalablement par le solvant [5].

### I.3.2. Modélisation des isothermes d'équilibre d'adsorption

Plusieurs lois ont été proposées pour l'étude de l'adsorption. Elles expriment la relation entre la quantité adsorbée et la concentration en soluté dans un solvant à une température donnée. Nous rappellerons ci-dessous les principales lois utilisées [5].

#### I.3.2.1. Isotherme de Langmuir

C'est le modèle le plus utilisé pour commenter les résultats trouvés au cours de l'adsorption des composés organiques en solution aqueuse. À une température constante, la quantité adsorbée  $q_e$  est liée à la capacité maximale d'adsorption  $q_m$ , à la concentration à l'équilibre  $C_e$  du soluté et à la constante d'affinité  $K$  par l'équation

$$\frac{q_e}{q_m} = \frac{KC_e}{1 + KC_e} \quad (I.1)$$

La transformée linéaire de ce modèle a pour équation [5] :

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{q_m} + \frac{1}{K \cdot q_m} * \frac{1}{C_e} \quad (I.2)$$

Où :

$q_e$  : Quantité d'adsorbât adsorbée par gramme du solide à l'équilibre (mg/g).

$C_e$  : Concentration de l'adsorbât à l'équilibre (mg/L).

En portant  $1/q_e$  en fonction de  $1/C_e$  on obtient une droite de pente  $1/Kq_m$  et d'ordonnée à l'origine  $1/q_m$ , cela permet la détermination des deux paramètres d'équilibre de l'équation  $q_m$  et  $K$  [5].

#### I.3.2.2. Isotherme de Freundlich

C'est une équation empirique largement utilisée pour la représentation pratique de l'équilibre d'adsorption. Elle ne repose sur aucune base théorique. Toutefois l'expérience montre qu'elle décrit bien les résultats d'adsorption des micropolluants par les solides tels que les charbons actifs, les sols et les argiles. Elle se présente sous la forme[5].

$$q_e = k_f C_e^{\frac{1}{n_f}} \quad (I.3)$$

$k_f$  et  $1/n_f$ : constantes de Freundlich caractéristiques de l'efficacité d'un adsorbant donné vis-à-vis d'un soluté donné.

La transformée linéaire permettant de vérifier la validité de cette équation est obtenue par passage en échelle logarithmique [5] :

$$\ln q = \ln k_f + 1/n_f \ln C_e \quad (I.4)$$

En traçant  $\ln q$  en fonction de  $\ln C_e$ , on obtient une droite de pente  $1/n_f$  et d'ordonnée à l'origine  $\ln k_f$ .

### I.4. Cinétique d'adsorption

L'étude cinétique des processus d'adsorption fournit des informations relatives au mécanisme d'adsorption et sur le mode de transfert des solutés de la phase solide. A l'instar des équilibres d'adsorption, la cinétique d'adsorption d'un matériau peut être modélisée. À cet effet, la littérature rapporte un certain nombre de modèles cinétiques d'adsorption dépendants de la nature et de la complexité du matériau adsorbant.

#### I.4.1. Modèles de cinétique d'adsorption

##### I.4.1.1. Modèles basés sur la composition des milieux

###### a) Modèle de la cinétique du pseudo premier ordre

Il a été supposé que dans ce cas la vitesse d'adsorption à l'instant  $t$  est proportionnelle à la différence entre la quantité adsorbée à l'équilibre,  $q_e$ , et la quantité  $q_t$  adsorbée à cet instant et que l'adsorption est réversible [22]. La constante de vitesse d'adsorption du pseudo premier ordre est déduite à partir du modèle établi par Lagergren [22]. La loi de vitesse est donnée par l'équation suivante :

$$\frac{dq_t}{dt} = k_1 (q_e - q_t) \quad (I.5)$$

Avec :

$q_t$  : La quantité d'adsorbat à l'instant  $t$  par gramme d'adsorbant (mg/g)

$t$  : Le temps de contact (min).

$k_1$  : La constante de vitesse du modèle pseudo premier ordre ( $\text{min}^{-1}$ )

L'intégration et la linéarisation de l'équation (I.5) donne :

$$\log(q_e - q_t) = \log q_e - \frac{k_1}{2.303} t \quad (I.6)$$

### b) Modèle cinétique du pseudo-second ordre

L'équation du pseudo-second ordre est souvent utilisée avec succès pour décrire la cinétique de la réaction de fixation des polluants sur l'adsorbant (Ho et McKay, 1998). Ce modèle du pseudo-second ordre permet de caractériser les cinétiques d'adsorption en prenant en compte à la fois le cas d'une fixation rapide des solutés sur les sites les plus réactifs et celui d'une fixation lente sur les sites d'énergie faible [22].

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2 (q_e - q_t)^2 \quad (I.7)$$

L'intégration de l'équation donne :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e} \quad (I.8)$$

Avec :

$k_2$  : La constante de vitesse d'adsorption du modèle pseudo-second ordre ( $\text{g/mol} \cdot \text{min}$ ).

La quantité d'adsorption à l'équilibre ( $q_e$ ) et la constante du pseudo second ordre  $k_2$  peuvent être déterminées expérimentalement à partir de la pente et de l'ordonnée à l'origine de la droite  $t/q_t$  en fonction de  $t$ .

### I.5. Les adsorbants

Au sens strict, tous les matériaux sont des adsorbants mais seuls ceux possédant d'importantes capacités d'adsorption sont intéressants pour des applications industrielles. Cette capacité d'adsorption est en partie liée à la structure interne du matériau et les adsorbants intéressants possèdent un réseau poreux très développé et une grande surface spécifique [7].

### I.5.1. Les principaux adsorbants

Les principaux adsorbants employés dans l'industrie sont les charbons actifs, les zéolithes, les gels de silices et les alumines activées dont les caractéristiques sont récapitulées dans le Tableau I.1 [7].

**Tableau I.1:** Caractéristique des principaux adsorbants industriels [7].

Adsorbant	Surface spécifique ( $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ )	Tailles des pores (nm)	Porosité interne
Charbons actifs	400 à 2 000	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

### 1.5.2. Différents types d'adsorbants

#### I.5.2.1. Charbons actifs

Les charbons actifs sont, de loin, les adsorbants les plus fabriqués et les plus utilisés industriellement. Ils sont préparés à partir de matériaux carbonés de nature minérale ou organique, carbonisés et activés [1]. Le charbon actif est un excellent adsorbant : sa capacité d'adsorption des molécules organiques et des gaz est remarquable, d'où son utilisation dans des domaines très variables [1].

#### I.5.2.2. Gel de silice

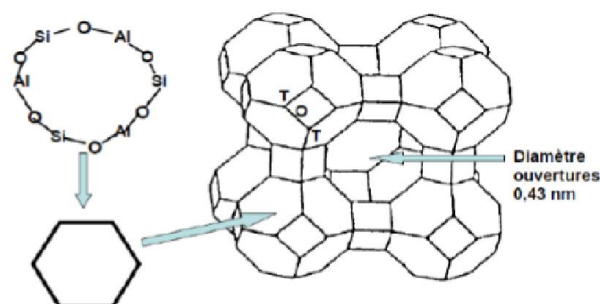
Les gels de Silice ( $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) est préparé par la coagulation de l'acide silicique colloïdal, ce qui conduit à la formation de granulés poreux et non cristallin de différentes tailles. Sa surface spécifique varie de 250 à 900  $\text{m}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ . La surface des gels de silice, rendue polaire par les groupements hydroxyle, facilite l'adsorption des molécules polaires comme l'eau et les alcools. Les utilisations principales des gels de silice sont le séchage et la séparation des composés organiques [1].

#### I.5.2.3. Alumines activées

Les alumines activées sont obtenues par la thermolyse flash du tri-hydroxyde d'aluminium  $\text{Al}(\text{OH})_3$  qui conduit à un produit de composition approximative de  $\text{AlO}_3 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ , possédant une structure poreuse résultant du départ de molécules d'eau. La surface des pores est couverte de groupement par liaison hydrogène. Les alumines activées sont des adsorbants amorphes, moyennement polaires et hydrophiles [3].

### I.5.2.4. Zéolithes

Ce sont des silico-aluminates hydratés à l'état cristallin. Ces composés possèdent la propriété de perdre lentement leur eau de cristallisation par chauffage modéré, sans changer de structure cristalline. Ils deviennent spongieux et très adsorbants. Il existe des zéolithes artificielles, avec des pouvoirs adsorbants très importants. Ils possèdent la propriété de fixer les sels de métaux lourds qui se trouvent dans les eaux [3].



**Figure I.2 :** Structure des zéolithes [3].

### I.5.2.5. Argiles

Parmi les matériaux naturels, l'argile est considérée comme un bon adsorbant suite à son faible coût, sa disponibilité en abondance, et surtout grâce à ses bonnes propriétés d'adsorption. Il existe différents types d'argiles telles que bentonite, argile commune, l'argile réfractaire, terre de Fuller et de kaolinite. On obtient les argiles activées par addition d'eau à certains types d'argiles (bentonite, kaolinite, terre de Fuller, ...), puis incorporation à la pâte ainsi obtenue d'une certaine quantité d'acide chlorhydrique. L'opération est suivie d'un lavage et séchage. Ils sont généralement utilisés pour la décoloration et la purification des huiles minérales [1].

## I.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons décrit des généralités sur le phénomène de l'adsorption et les paramètres influençant le procédé d'adsorption en mentionnant la cinétique et la modélisation de ce phénomène. De plus, nous avons décrit les différents types d'adsorbant.



**Chapitre II :**  
**Généralités sur les microsphères**

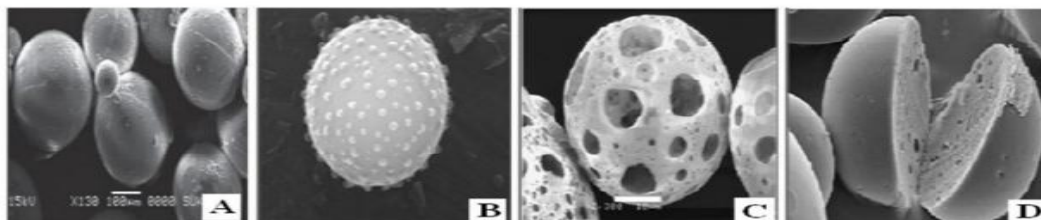
### Chapitre II : Généralités sur les microsphères

#### II.1. Introduction

Historiquement, la recherche sur les microsphères a débuté dans les années 20 du siècle précédent dans le domaine biomédical. Les premiers scientifiques à se pencher sur le problème n'ont pas découvert le concept, mais l'ont seulement emprunté à la nature qui produit des microsphères depuis des millions d'années. À partir de 1946, lorsqu'a commencé la recherche sur la synthèse de polymères synthétiques, la préparation de particules par polymérisation en émulsion et suspension a été systématiquement étudiée. Les années 60 ont vu émerger les premières études de préparation de microsphères à base de polymère naturel ou extrait de substances naturelles, comme les microsphères de gel d'agarose (chromatographie). Toutes ces études ont mené à différents modes de préparation et ce chapitre est destiné à donner l'état de l'art sur les divers procédés employés à l'élaboration et l'application des microsphères [10].

#### II.2. Définition

Les microsphères sont souvent décrites comme étant des objets sphériques uniformes du cœur à la surface de taille comprise entre 20 nm et 2000  $\mu\text{m}$ , composées d'un ou plusieurs matériaux polymériques. Les microcapsules sont sensiblement similaires aux microsphères, mais elles sont constituées d'une substance cœur comprenant le composé actif et d'une matrice polymère formant une capsule ou paroi (barrière protectrice ou excipient). On peut définir les microsphères comme des microgranules formées d'un matériau support constituant une matrice, où sont dispersés le ou les principes actifs additionnés d'excipients [9].

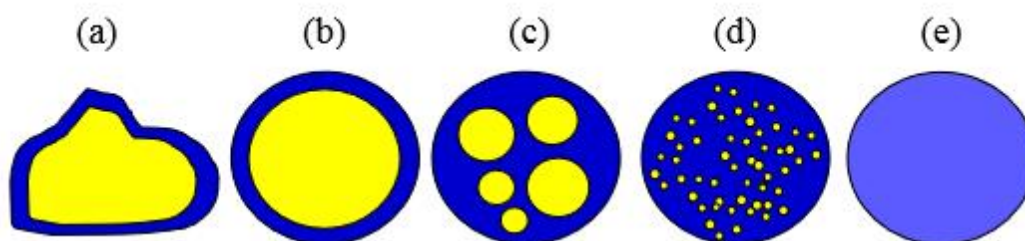


**Figure II.1** : les images MEB d'une microsphère non imprégnée (a), microsphère imprégnée (b), microsphère d'une morphologie externe poreuse (c) et une section d'une microsphère [9].

La définition sur la base de la taille des microsphères peut parfois être sujette à confusion puisque des sphères avec une taille de plus de 1000  $\mu\text{m}$  et des particules non sphériques s'appellent souvent des microsphères ou microcapsules[10].

### II.3. Types de microsphères

Les microparticules peuvent présenter plusieurs types de structures dont les deux plus simples sont la structure réservoir et la structure matricielle caractérisant respectivement la microcapsule et la microsphère. En fait, toutes les structures intermédiaires sont possibles et la frontière entre microcapsule et microsphère n'est pas toujours bien définie. Pour ce qui concerne le facteur forme, les microcapsules ne sont pas nécessairement sphériques. Lorsqu'une particule solide est encapsulée, la membrane de la microcapsule épouse généralement les contours de la particule, ce qui conduit à une grande variété de formes. En revanche, la taille est un dénominateur commun à ces systèmes : elle est comprise entre 1 et 1000  $\mu\text{m}$ . En deçà, on parlera de nanoparticules, au-delà c'est le domaine des mini-granules. La Figure I.2 montre les différentes configurations structurales des systèmes microencapsulés et présente comment l'ingrédient actif est distribué dans la matrice polymère[10].



**Figure II.2** : Différents formes de microsphères et microcapsules[10].

### II.4. Préparation des microsphères

Les microsphères sont préparées soit à partir de molécules inorganiques ou organiques se présentant sous forme de monomères, soit à partir de polymères d'origine naturelle, semi-synthétique ou synthétique. Plusieurs techniques sont utilisées pour fabriquer les microsphères, donnant naissance à des microsphères de taille, forme, texture et structure différentes[10].

La préparation de microsphères polymériques est usuellement décrite en termes de procédé de formation (suspension, émulsion, dispersion, précipitation), de matériaux

## **Chapitre II :Généralités sur les microsphères**

---

précurseurs (monomères ou polymères) ou de principe du procédé de formation (procédés chimiques, procédés mécaniques, procédés physico-chimiques). C'est cette dernière classification qui sera retenue dans la suite de ce paragraphe[10].

### **II.4.1. Les procédés chimiques**

Les procédés chimiques utilisent des monomères ou pré-polymères comme matières premières[10].

Ces méthodes impliquent des réactions chimiques avec formation de microsphères. Ceux-ci comprennent la polymérisation en suspension, la polymérisation en émulsion, la polymérisation en dispersion et les procédés interfaciaux[10].

#### **II.4.1.1. Polymérisation interfaciale**

La polycondensation interfaciale est un procédé qui permet de préparer in situ une membrane polymère à la surface de gouttelettes d'émulsion, grâce à une réaction chimique entre deux monomères bien choisis, la réaction se déroulant à l'interface entre la phase dispersée et la phase dispersante [10].

#### **II.4.1.2. Polycondensation radicalaire**

Ces procédés sont basés sur la polymérisation radicalaire ou anionique en milieu dispersé. Il s'agit des procédés de polymérisation en suspension, dispersion et émulsion [10].

### **II.4.2. Les procédés mécaniques**

Les procédés mécaniques mettent en œuvre des techniques de pulvérisation (pulvérisation-séchage, enrobage par pulvérisation) de formation de gouttes ou gouttelettes (prilling) et d'extrusion (extrusion/sphéronisation)[10].

#### **II.4.2.1. Pulvérisation-séchage (spray-drying)**

La pulvérisation-séchage est un procédé basé sur le séchage d'une brume de solution polymère dans l'air chaude. Le polymère est tout d'abord dissous dans un solvant organique volatil approprié. Le principe actif est alors dispersé dans la solution polymère sous homogénéisation à grande vitesse. Cette dispersion est alors pulvérisée dans un courant d'air chaud. L'atomisation permet la formation de petites gouttes (brume fine)

## **Chapitre II :Généralités sur les microsphères**

---

desquelles le solvant s'évapore instantanément menant à la formation de microsphères de taille comprise entre 1-100  $\mu\text{m}$ . Les microsphères sont séparées de l'air chaud à l'aide d'un séparateur à cyclone tandis que les traces du solvant sont éliminées par un séchage sous vide. Les réglages d'instrument tels que la température d'admission, la vitesse du flux d'alimentation, le flux d'air et le flux d'aspirateur peuvent ensemble influencer les paramètres du produit tels que la taille des particules, le rendement et la teneur en solvant résiduel. [10]

### **II.4.2.2. Pulvérisation-congélation (ou spray-congealing)**

La pulvérisation-congélation est similaire au procédé pulvérisation-séchage à la différence qu'il utilise un courant d'air froid. Tout d'abord, le polymère est dissous dans un solvant organique volatil approprié. Le principe actif est alors dispersé dans la solution polymère sous homogénéisation à grande vitesse. Cette dispersion est ensuite atomisée dans un courant d'air froid. Le transfert de chaleur entre l'air froid et les gouttelettes de la solution est amorcé induisant la solidification des gouttelettes avant le contact avec la paroi de la chambre de refroidissement. Une poudre fluide solidifiée et refroidie est recueillie. Du fait que le procédé n'implique pas l'évaporation de solvants, les microparticules produites sont habituellement denses et non poreuses . La pulvérisation-congélation conduit à la formation de microsphères de taille dans une plage de 1-100  $\mu\text{m}$ [10].

### **II.4.2.3. Pulvérisation-enrobage (Spray-coating)**

Le procédé d'enrobage, largement utilisé dans l'industrie pharmaceutique, est l'un des procédés industriels les plus anciens pour former de petites particules. Dans ce procédé, le matériau d'enrobage est pulvérisé progressivement sur des particules de noyau mises en suspension sur un jet d'air en les enveloppant, puis est solidifié par évaporation ou refroidissement du solvant[10].

### **II.4.2.4. Gélification de gouttes**

La gélification de gouttes est l'un des procédés principaux pour la granulation à partir de masses fondues, dans laquelle la masse fondue est pulvérisée en gouttelettes avec des dimensions désirées, puis refroidie et solidifiée pour donner un produit solide granulaire. Le procédé est mis en œuvre dans une tour vide ; la masse fondue est pulvérisée au sommet de la tour ; les gouttelettes formées sont refroidies et solidifiées lorsqu'elles tombent vers le bas, et des particules solides sont recueillies au fond. L'inconvénient

## **Chapitre II :Généralités sur les microsphères**

---

majeur du procédé est l'exigence d'une tour très haute, ce qui entraîne une augmentation des coûts et des difficultés de transport de la masse fondue, du fonctionnement et de l'entretien[10].

### **II.4.3.1. Émulsion/évaporation de solvant**

La technique d'émulsion/évaporation de solvant est réalisée dans une émulsion aqueuse qui est préparée par agitation de deux liquides immiscibles. Le procédé consiste à dissoudre le composé de la matrice (polymère) et le principe actif dans un solvant volatil qui est immiscible avec la phase liquide continue. Avec agitation, le mélange, polymère et principe actif, est dispersé dans la phase continue liquide pour obtenir des microsphères de taille appropriée. L'agitation du système est poursuivie jusqu'à ce que le solvant diffuse vers la phase aqueuse et soit éliminé par évaporation. Ainsi, la phase organique rétrécit et le polymère se solidifie conduisant à des microsphères dures qui contiennent le principe actif. Le solvant organique est évaporé par application de chaleur, sous vide ou simplement par agitation à température ambiante. [10]

## **II.5. Caractérisation des microsphères**

La caractérisation des microsphères implique habituellement la mesure et la détermination de la taille des particules, de la distribution de tailles des particules, de la morphologie de surface, de la structure interne (porosité), de la mouillabilité (angle de contact), de la surface spécifique, de la tortuosité des pores, du degré de gonflement, de la charge des additifs, du potentiel zêta, de la teneur en solvant résiduel et du poids moléculaire du polymère. Pour les microcapsules, l'épaisseur de la membrane peut également être déterminée. Dans le cas des microsphères, l'état physique de la matière active dispersée dans une matrice polymère [10].

### **II.5.1. Taille des particules et distribution des tailles**

La séparation des microsphères en différentes fractions de taille peut être déterminée en utilisant un tamis à agitateur mécanique. Une série de tamis en acier inoxydable standard sont disposés dans l'ordre de la dimension d'ouverture des mailles décroissante. Une quantité de microsphères est placée sur le tamis supérieur. Les tamis sont agités pendant une période de temps, puis les particules sur chaque tamis sont pesées. La taille des particules peut être déterminée par microscopie optique à l'aide d'un

## Chapitre II :Généralités sur les microsphères

---

micromètre oculaire étalonné. Les diamètres de d'environ n microsphères est mesurée et leur taille moyenne  $d_m$  est calculée :  $d_m = \sum d_i / n$ .

Le dimensionnement des particules en utilisant la diffraction laser automatisée est devenu la méthode de choix en raison de la vitesse d'analyse et de la capacité de manipuler un grand nombre de particules. Les échantillons de microsphères peuvent être mesurés sous forme de poudre sèche ou après avoir été dispersés dans un milieu liquide approprié[10].

### II.5.2. Morphologie de surface et microstructures internes

La microscopie électronique à balayage (MEB) est la technique la plus largement utilisée pour l'examen de la morphologie externe des particules telles que la taille, la forme et la texture de surface ainsi que les microstructures internes, y compris l'épaisseur et la porosité des parois. Bien que certains des résultats générés à l'aide du MEB soient de nature qualitative, les informations obtenues sont utiles en particulier à des fins de comparaison. L'utilisation du MEB permet la visualisation de la structure interne d'échantillons préparés à partir de microsphères en utilisant une coupure de microtome ou une congélation-fracture ; cependant, une mesure quantitative de la porosité ne peut être réalisée que par d'autres techniques telles que la porosimétrie à intrusion de mercure. La microscopie optique (LM) fournit un contrôle sur les paramètres de revêtement dans le cas de microsphères à double paroi. Les structures de microsphères peuvent être visualisées avant et après le revêtement et le changement peut être mesuré au microscope. La microscopie confocale à balayage laser (MCBL) est une technique permettant d'obtenir des images optiques à haute résolution avec une sélectivité en profondeur. La MCBL peut être utilisée pour caractériser la structure des microsphères à parois multiples, pour visualiser l'uniformité de la distribution des principes actifs dans toutes les microsphères préparées dans des conditions différentes avec des images tridimensionnelles [10].

### II.5.3. La densité

La densité des microsphères peut être mesurée en utilisant un pycnomètre multivolume. L'échantillon pesé avec précision dans une tasse est placé dans le pycnomètre multivolume. L'hélium est introduit dans la chambre d'expansion à pression constante. Ensuite, l'hélium est laissé se dilater. Cette expansion entraîne une diminution de la pression dans la chambre. On note deux lectures consécutives de réduction de

## Chapitre II : Généralités sur les microsphères

---

pression à différente pression initiale. À partir de deux lectures de pression, on détermine le volume et donc la densité des microsphères [10].

### II.5.4. Angle de contact

L'angle de contact est mesuré pour déterminer la propriété de mouillage d'une surface solide. Il détermine la nature des microsphères en termes d'hydrophilicité ou d'hydrophobicité. Cette propriété thermodynamique est spécifique au solide et affectée par la présence du composant adsorbé. L'angle de contact est mesuré à l'interface solide/air/eau. L'angle de contact d'avance et de retrait est mesuré en plaçant une gouttelette dans une cellule circulaire montée au-dessus de l'objectif du microscope inversé. L'angle de contact est mesuré à 20 °C dans la minute qui suit le dépôt de la goutte sur les microsphères [10].

### II.5.5. Analyse chimique

La chimie de surface des microsphères peut être déterminée en utilisant la spectroscopie électronique pour l'analyse chimique (ESCA). ESCA fournit un moyen pour la détermination de la composition atomique de la surface. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) est utilisée pour déterminer la dégradation des matériaux composant la matrice polymère. La surface des microsphères est étudiée en mesurant la réflectance totale atténuée (ATR). L'ATR-FTIR fournit des informations sur la composition de surface des microsphères selon les procédures et les conditions de fabrication [10].

## II.6. Facteur influençant la formation des microsphères

Pour les processus de fabrication des microsphères intégrant le phénomène d'inversion de phase, la structure de la microsphère formée sera d'autant plus poreuse que la diffusion du solvant et du non solvant sont rapide, ou en d'autres termes que la vitesse de précipitation des polymères est rapide. Les principaux éléments qui ont un impact sur ces deux facteurs sont[3] :

- a) **Le choix de polymère** : Le choix de polymère est important puisqu'il détermine le caractère hydrophobe ou hydrophile de la microsphère, en plus de la stabilité chimique et thermique. Il limite aussi le choix du solvant et le non solvant qui peuvent être utilisés pour préparer la membrane [3].



- b) **Système solvant non- solvant** : Plus le solvant est miscible avec le non solvant c'est-à-dire plus les interactions entre le solvant et le non solvant sont fortes (interactions de Van Der Walls et ponts hydrogènes). Plus la diffusion de solvant vers l'extérieur de film et la vitesse de séparation des phases sont rapides et plus la vitesse de précipitation est importante plus la structure est poreuse [3].
- c) **Composition de la solution polymère** : La présence de non solvant dans la solution de départ augmente la vitesse de séparation des phases et donc la vitesse de polymère. Ceci conduit à une structure plus poreuse [3].
- d) **Composition du bain de coagulation** : La présence du solvant dans le bain de non solvant, diminue la vitesse de séparation des phases par conséquent la vitesse de précipitation de polymère et la de la membrane [3].

### II.7. Application des microsphères

Les microsphères solides ont de nombreuses applications en fonction des matériaux dont elles sont constituées et de leur taille. Les microsphères sont utilisées dans le domaine médical, mais aussi dans une variété d'industries, comprennent les industries pharmaceutique, chimique, alimentaire et agricole.

#### II.7.1. Le domaine médical et pharmaceutique

Les microsphères sont largement utilisées dans le domaine médical et pharmaceutique. Parmi leurs nombreuses applications on peut citer :

- ❖ Libération de protéines, d'hormones et de peptides sur une période prolongée.
- ❖ La thérapie génique avec des plasmides d'ADN et également l'administration d'insuline.
- ❖ Vaccination pour le traitement de maladies comme l'hépatite, la grippe, la coqueluche, l'anatoxine ricine, la diphtérie, la régulation des naissances. } Ciblage passif des vaisseaux tumoraux perméables, ciblage actif des cellules tumorales, antigènes, par voie intra-artérielle/intraveineuse.
- ❖ Ciblage tumoral avec la doxorubicine et traitement de la leishmaniose
- ❖ Les microsphères magnétiques peuvent être utilisées pour l'extraction de cellules souches et la purge de moelle osseuse.
- ❖ Utilisé en isolation des anticorps, séparation de cellules et extraction de toxine par la chromatographie d'affinité.

## **Chapitre II :Généralités sur les microsphères**

---

- ❖ Utilisé pour divers tests de diagnostics pour les maladies infectieuses bactériennes, virales et fongiques.
- ❖ Peut être utilisé pour l'embolisation radio de tumeurs du foie et de la rate.
- ❖ L'imagerie du foie, de la rate, de la moelle osseuse et du poumon.
- ❖ Détermination de l'imagerie de sites particuliers en utilisant des microsphères radio marquées.
- ❖ En thérapie endovasculaire.

### **II.7.2. Le domaine agroalimentaire**

Dans l'industrie alimentaire, l'encapsulation est utilisée pour stocker divers ingrédients alimentaires dans une matrice ou une capsule de taille microscopique pour une protection et/ou une libération ultérieure. La protection des ingrédients a pour but d'éviter leur dégradation résultant de l'exposition à des facteurs environnementaux tels que l'eau, l'oxygène, la chaleur et la lumière. Traditionnellement, ceci est fait pour améliorer la durée de conservation du matériau actif. Dans certains cas, l'encapsulation peut être utilisée pour masquer un goût, une odeur et une couleur indésirables, empêchant ainsi toute interférence avec les performances du produit. La facilité de manipulation est une autre raison de microencapsulation, car elle peut être utilisée comme une méthode simple pour transformer un ingrédient alimentaire liquide en un solide. La microencapsulation peut être utilisée pour prévenir les réactions et les interactions indésirables entre les ingrédients alimentaires actifs et les composants alimentaires. La microencapsulation offre également la possibilité de réduire l'inflammabilité et la volatilité des différents ingrédients alimentaires [10].

### **II.7.3. Le domaine environnemental**

La littérature ne mentionne pas des applications de microsphères dans le domaine environnemental. Par contre, elle contient beaucoup de travaux de recherches dans ce domaine en particulier l'adsorption de différents polluants que soit organique ou minéral.

### **II.8. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons parlé sur les microsphères et sur leur caractérisation. De plus, nous avons décrit les différentes méthodes de préparation des microsphères soit par les procédés chimiques, mécaniques ou physico-chimiques. En fin, nous avons donné brièvement quelques domaines d'application des microsphères.

**Chapitre III :**  
**Généralité sur les colorants**

### Chapitre III : généralité sur les colorants

#### III.1. Introduction

L'homme a mis des couleurs dans sa vie dès les débuts de son aventure : peintures rupestres d'Altamira et de Lascaux, céramiques mésopotamiennes, vêtements des tombes égyptiennes, décors corporels des populations primitives, etc. Il a d'abord utilisé les pigments des « terres colorées », puis ceux des fibres végétales et animales.

Les premiers colorants employés par l'Homme semblent avoir été d'origine minérale (terres colorées). Quand celui-ci a maîtrisé la technique du tissage, il s'est servi de teintures d'origine végétale ou animale.

L'industrie des colorants constitue aujourd'hui un domaine capital de la chimie. Les colorants sont largement utilisés pour la teinture des fibres textiles, des papiers, des cuirs, des fourrures, des bois, des matières polymères. De plus, Ils servent à la préparation des peintures, des encres d'imprimerie, des vernis et, comme additifs, à colorer des produits alimentaires et pharmaceutiques. Ils sont utilisés dans l'industrie des cosmétiques, la coloration des métaux, la photographie, la biologie, les indicateurs colorés.

La toxicité des différents types de colorants (mortalité, effet mutagénique et cancérigène) a été étudiée par plusieurs travaux de recherche aussi bien sur des organismes aquatiques (poisson, algue, bactéries, etc.) que sur les mammifères. En outre, des recherches ont été effectuées pour étudier l'effet des colorants sur l'activité des bactéries aérobies et anaérobies dans des systèmes de traitement des eaux résiduaires[18].

#### III.2. Définition

Les Colorants sont des substances capables d'apporter une coloration à un support en s'y fixant. Cette propriété est fondamentalement liée à la structure et à la composition chimique de la substance. En effet, un colorant est un corps « chromogène » qui absorbe la lumière dans le visible et qui réfléchit les couleurs complémentaires de celles absorbées. Ce phénomène résulte de l'absorption sélective d'énergie par certains groupes d'atomes appelés « chromophores »[11].

## **Chapitre III : Généralité sur les colorants**

---

La structure joue un rôle important dans la détermination des propriétés colorantes des composés organiques. En général, ce sont des composés organiques insaturés et / ou aromatiques qui sont utilisés comme colorants. Une molécule type de colorant est généralement constituée de trois parties : un chromophore, un group auxochrome et un groupe solubilisant [12]. Le chromophore est en quelque sorte la portion responsable de la couleur du composé. L'auxochrome est la partie influençant l'intensité de la coloration et il fixe avec efficacité le colorant sur le support et enfin le groupe solubilisant améliore la solubilité du colorant et ainsi, il peut-être potentiellement appliqué en milieu aqueux.

### **III.3. Structure chimique des colorants**

De manière générale, les colorants consistent en un assemblage de groupes chromophores, auxochromes et de structures aromatiques conjuguées (cycles benzéniques, anthracène, perylène, etc.)

#### **III.3.1. Les chromophores**

Les chromophores sont des groupes aromatiques, conjugués, comportant des doublets non liants ou des complexes des métaux de transition.

#### **III.3.2. Auxochromes**

Un auxochrome est dans une molécule, un groupement d'atomes ionisables pouvant changer la fréquence d'adsorption d'un chromophore. Ces groupes auxochromes augmentent la délocalisation électronique, modifiant ainsi les énergies d'adsorption donc les coefficients d'extinction molaires et les fréquences d'adsorption [13].

### **III.4. Nature des principaux colorants**

On distingue deux grandes familles de colorants : les colorants naturels (extraits de matières minérales ou organiques) et ceux issus de la synthèse chimique.

#### **III.4.1. Colorants naturels**

Dès 1500 avant notre ère, les Égyptiens réalisèrent des teintures avec le safran (jaune), le pastel (bleu), la garance (rouge), l'indigo et la pourpre. Dès lors, la majorité des colorants utilisés sont d'origine végétale, extraits des plantes, des arbres ou des lichens, ou bien d'origine animale, extraits des insectes comme le kermès et la cochenille ou des

## Chapitre III : Généralité sur les colorants

---

mollusques comme la pourpre, ou bien encore dans les micro-organismes. Cependant, le nombre de colorants naturels n'a jamais excédé quelques dizaines [21].

Les colorants naturels sont extraits des éléments naturels par des procédés simples comme le chauffage ou le broyage ; parmi l'ensemble de ces colorants naturels, on distingue deux catégories : les colorants à mordant et les colorants de cuve [21].

### III.4.2. Les colorants synthétiques

Les colorants synthétiques sont des composés ayant comme matières premières des molécules telles que le benzène, issu de la distillation de la houille. C'est à partir des matières premières, grâce à une série de procédés chimiques, qui correspondent en général au remplacement d'un ou plusieurs atomes d'hydrogène du produit de départ par des éléments ou des radicaux particuliers, que sont fabriqués les intermédiaires. Ces intermédiaires serviront ensuite à la fabrication du colorant final [12].

### III.5. Classification des colorants

Les colorants sont classifiés par rapport aux structures chimiques des colorants et des méthodes d'application aux différents substrats (textiles, papier, cuir, matières plastiques, etc...).

#### III.5.1. Classification selon la structure chimique

Le classement des colorants selon leur structure chimique repose sur la nature du groupe chromophore. Ainsi on distingue [12].

##### III.5.1.1. Les colorants azoïques

Sont caractérisés par la présence au sein de la molécule d'un groupement azoïque ( $-N=N-$ ) reliant deux noyaux benzéniques. On nomme « azoïque » les composés caractérisés par le groupe fonctionnel Azo ( $-N=N-$ ) unissant deux groupements alkyles ou aryles identiques ou non (azoïque symétrique et dissymétrique). Ces structures sont des systèmes aromatiques ou pseudo-aromatiques liés par un groupe chromophore Azo ( $-N=N-$ ). Cette catégorie de colorant est actuellement la plus répandue sur le plan de l'application, puisqu'ils représentent plus de 50% de la production mondiale de matières colorantes [13].

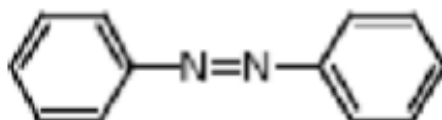


Figure III.1: Structure chimique de l'azobenzène.

### III.5.1.2. Les colorants anthraquinoniques

Ils sont les plus importants après les colorants azoïques. Leur formule générale dérivée de l'anthracène prouve que le chromophore est un noyau quinonique sur lequel peuvent s'attacher des groupes hydroxyles ou amino. Leurs chromophores sont des groupes carbonyles  $>C=O$ . On les obtient par la substitution de l'atome d'hydrogène H par des groupements hydroxyles et amino [12].

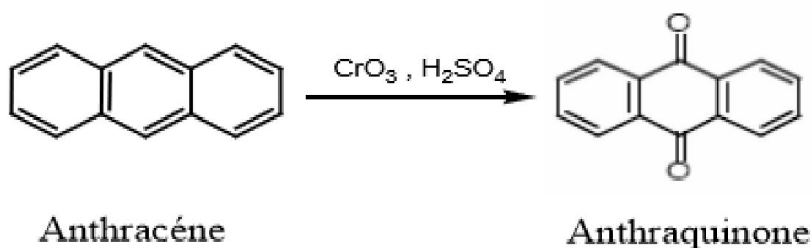


Figure III.2 : Squelette anthraquinoniques.

### III.5.1.3. Les colorants indigoïdes

Les colorants indigoïdes tirent leur appellation de l'indigo dont ils dérivent. Ainsi, les homologues séléniés, soufrés et oxygénés du bleu indigo provoquent d'importants effets hypochromes avec des coloris pouvant aller de l'orange au turquoise. Les colorants indigoïdes sont utilisés comme colorant en textile, comme additifs en produits pharmaceutiques, la confiserie, ainsi que dans des diagnostics médicales. Le plus important des colorants indigoïdes est l'indigo servant principalement à la coloration de jeans, de formule chimique  $C_{16}H_{10}N_2O_2$  [13].

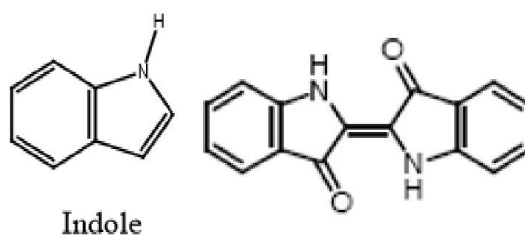
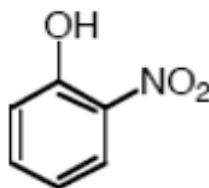


Figure III.3 : Squelette indigoïde.

### III.5.1.4. Les colorants nitrés et nitrosés

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 (-NO<sub>2</sub>) en position ortho d'un groupement électro donneur (hydroxyle ou groupes aminés)[13].



**Figure III.4 :** Structure de base des colorants nitrés et nitrosés

### III.6. Classification tinctoriale

La classification tinctoriale intéresse le teinturier. Les éléments clés sont 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 type ionique, hydrogène, de Van der Waals ou covalente. On distingue différentes catégories tinctoriales définies cette fois par les auxochromes [16].

#### III.6.1. Les colorants acides ou anioniques

Ils sont très solubles dans l'eau grâce à leurs groupes sulfonate ou carboxylate, ils sont ainsi dénommés parce qu'ils permettent de teindre les fibres animales (laine et soie) et quelques fibres acryliques modifiées (nylon, polyamide) en bain légèrement acide. L'affinité colorant - fibre est le résultat de liaisons ioniques entre la partie acide sulfonique du colorant et les groupes amino des fibres textiles [16].

#### III.6.2. Les colorants basiques ou cationiques

Ce sont des sels d'amines organiques, ce qui leur confère une bonne solubilité dans l'eau. Les liaisons se font entre les sites cationiques des colorants et les sites anioniques des fibres. En passe de disparaître dans la teinture de la laine et de la soie, ces colorants ont bénéficié d'un regain d'intérêt avec l'apparition des fibres acryliques, sur lesquelles ils permettent des nuances très vives et résistantes [16].



### III.6.3. Les colorants de cuve

Ils sont insolubles et doivent être transformés en leuco dérivés par réduction alcaline. La teinture se termine par le réoxydation in situ du colorant sous sa forme insoluble initiale. Réputés pour leur bonne résistance aux agents de dégradation, les colorants de cuve sont encore utilisés, à l'image de l'indigo pour la teinture des articles jean ou denim [17].

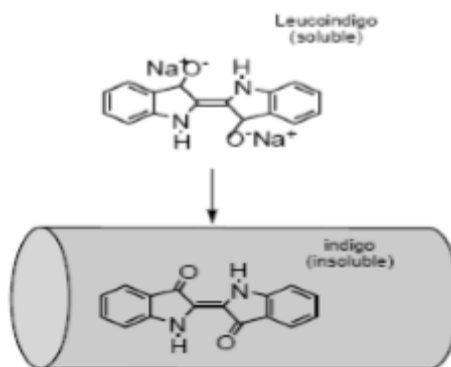


Figure III.5 : Structure chimique des colorants de cuve

### III.6.4. Les colorants réactifs

Ces colorants contiennent des groupes chromophores issus essentiellement des familles azoïques, anthraquinoniques et phtalocyanine. Leur appellation est liée à la présence d'une fonction chimique réactive, de type triazinique ou vinylsulfone assurant la formation d'une liaison covalente forte avec les fibres. Solubles dans l'eau, ils entrent de plus en plus fréquemment dans la teinture du coton et éventuellement dans celle de la laine et des polyamides [17].

### III.7. Applications des colorants

Les colorants ont pour but d'améliorer l'aspect des produits misent en marché. Les colorants ont plusieurs applications, on peut citer entre autres [12].

#### III.7.1. Applications industrielles

L'industrie des colorants constitue aujourd'hui un secteur capital de la chimie. En effet, l'industrie des colorants constitue un marché économique considérable car de nombreux produits industriels peuvent être colorés, principalement [12].

❖ Dans l'industrie textile, fourrure, cuir (textiles à usage vestimentaires, de décoration, du bâtiment, du transport et celui à usage médicale...).

## **Chapitre III : Généralité sur les colorants**

---

- ❖ Dans l'industrie de matières plastiques (pigments).
- ❖ Dans l'imprimerie (encre, papier).
- ❖ Dans l'industrie des cosmétiques et l'industrie agroalimentaire.
- ❖ Dans diverses industries, utilisées pour des carburants et des huiles.
- ❖ Dans l'industrie pharmaceutique (colorants).
- ❖ Dans l'industrie du bâtiment : peintures (pigments), matériaux de construction, céramiques, les enduits...

### **III.7.2. Applications alimentaires**

L'utilisation des colorants dans le domaine alimentaire est très variée. Ils permettent de renforcer la couleur d'un produit mais leur usage est réglementé par une législation stricte et rigoureuse.

L'industrie alimentaire mondiale utilise une quantité de plus en plus importante de colorants naturels ou artificiels, notamment dans les conserves, les confiseries, les boissons, mais aussi dans les fruits et légumes, les matières grasses (huiles, beurre, fromages) et le sucre [12].

### **III.8. 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. Beaucoup d'étude sont montrés les effets toxiques et/ou carcino-géniques des colorants azoïques, ce qui signifie que les effluents contenant ces colorants doivent être traités avant d'être rejetés en milieu naturel. [4]

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. Ces groupements cancérigènes (sous forme électrophile ou radicalaire) attaquent les bases pyrimidiques de l'ADN et de l'ARN et causent par conséquent, une altération du code génétique avec mutation et risque de cancer.[4]

### **III.9. Traitements des colorants**

Au cours des différentes étapes de teinture, des quantités plus ou moins importantes de colorants sont perdues par manque d'affinité avec les surfaces à teindre ou à colorer

## Chapitre III : Généralité sur les colorants

(Tableau III.1). Comme nous avons pu le voir auparavant, ces rejets organiques sont toxiques et nécessitent une technique de dépollution adaptée. [5]

**Tableau III.1 :** Taux de fixation sur textile pour les différentes classes de colorants.

Classe de colorant	Fixation (%)	Fibres utilisées
Acide	80 – 93	Laine, nylon
Azoïque	90 – 95	Cellulose
Basique	97 – 98	Acrylique
De cuve	80 – 95	Cellulose
Direct	70 – 95	Cellulose
Dispersé	80 – 92	Synthétique
Réactif	50 – 80	Cellulose
Soufré	60 – 70	Cellulose

Le traitement des rejets textiles, compte tenu de leur hétérogénéité de composition, conduira toujours à la conception d'une chaîne de traitement assurant l'élimination des différents polluants par étapes successives. La première étape consiste à éliminer la pollution insoluble par l'intermédiaire de prétraitements (dégrillage, dessablage, déshuilage ...) et/ou de traitements physiques ou physico-chimiques assurant une séparation solide/liquide. Les techniques de dépollution intervenant le plus couramment en deuxième étape dans les industries textiles d'après Barclay et al, Buckley et al, et Kurbus et al [5], se divisent en trois types.

**Tableau III.2 :** Méthodes de traitement descolorants.

Chimique	Physique	Biologique
Oxydation Réduction Méthode complexométrique Résine échangeuse d'ions	Précipitation Adsorption Osmose inverse, filtration Incinération	Traitement aérobie Traitement anaérobie

### III.9.1. Méthodes physico-chimiques

#### III.9.1.1. Adsorption

L'adsorption sur les phases solides est une méthode qui a donné des résultats prometteurs pour l'élimination des colorants. De nombreux matériaux ont montré des capacités considérables de rétention de ces polluants. Le charbon actif est parmi les

## **Chapitre III : Généralité sur les colorants**

---

adsorbants le plus utilisé. Sa surface spécifique importante riche en sites actifs permet d'adsorber la plupart des colorants[14].

### **III.9.1.2. Filtration sur membrane**

La filtration sur membrane pilotée par pression hydraulique se décline en micro filtration, ultrafiltration, nano filtration et osmose inverse. L'effluent passe à travers une membrane semi-perméable qui retient en amont les contaminants de taille supérieure au diamètre des pores, pour produire un perméat purifié et un concentré qui reçoit les impuretés organiques. Parmi les quatre types de procédés, la nano filtration et l'osmose inverse sont les plus adaptés à la réduction partielle de la couleur et des petites molécules organiques, mais l'osmose inverse reste la plus répandue [19].

### **III.9.1.3.Coagulation floculation**

Sous le terme de coagulation floculation, on entend tous les processus physico-chimiques par lesquels des particules colloïdales ou des solides en fine suspension sont transformés par des flocculants chimiques en espèces plus visibles et séparables (les floccs). Les floccs formés sont ensuite séparés par décantation et filtration puis évacués. Les coagulants inorganiques tels que l'alun donnent les résultats les plus satisfaisants pour la décoloration des effluents textiles contenant des colorants dispersés, de cuve et soufrés, mais sont totalement inefficaces pour les colorants réactifs, azoïques, acides et basiques. Par ailleurs, la coagulation floculation ne peut être utilisée pour les colorants fortement solubles dans l'eau. D'importantes quantités de boue sont formées avec ce procédé : leur régénération ou réutilisation reste la seule issue mais demande des investissements supplémentaires [5].

### **III.9.2. Méthodes chimiques**

Les techniques d'oxydation chimiques sont généralement appliquées pour :

- ❖ Le traitement des substances organiques dangereux présents en faibles concentrations ;
- ❖ En prétraitement avant les procédés biologiques pour diminuer la charge polluante ;
- ❖ Le traitement d'eaux usées chargées de constituants résistants aux méthodes de biodégradation ;
- ❖ en post-traitement pour réduire la toxicité aquatique.

## **Chapitre III : Généralité sur les colorants**

---

Les deux réactifs les plus souvent cités pour ce type de traitement sont  $H_2O_2$  et le chlore. Le peroxyde d'hydrogène est un oxydant fort et son application pour le traitement des polluants organiques et inorganiques est bien établie[5].

### **III.9.3.Méthodes biologiques**

La présence dans les eaux ou dans le sol, de polluants organiques a toujours existée. Leur élimination par des microorganismes constitue le moyen biologique que la nature a utilisé pour l'épuration des milieux naturels. Ces procédés biologiques se produisent selon deux modes : traitements en aérobie ; ils sont effectués en présence de l'oxygène et traitement en anaérobie ; dans ce cas les microorganismes dégradent la matière organique en absence de l'oxygène [5].

### **III.10. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons fourni des informations générales sur les colorants, leurs classes et leurs propriétés, ainsi que les méthodes de traitement et leurs risques.

# **Chapitre IV :**

## **Matériels et méthodes**

### Chapitre IV : Matériels et méthodes

Dans ce chapitre, nous présenterons les différentes étapes expérimentales utilisées pour modéliser la capacité d'adsorption des microsphères en utilisant la méthode du plan d'expériences.

#### IV.1. Matériels et méthodes

##### IV.1.1. Matériels utilisés

Dans ce travail plusieurs matériels et appareils ont été utilisés pour réaliser les différentes expériences :

- 1) Balance analytique : toutes les pesées ont été réalisées sur une balance analytique de marque KERN de précision  $\pm 0,0001$  g.
- 2) Plaque chauffante : l'agitation ainsi que le chauffage des solutions ont été assurés par des plaques chauffantes à agitation magnétique de marque Heidoph.
- 3) Étuve : les microsphères ont été séchées dans une étuve de marque POL-EKO.
- 4) Spectrophotomètres UV-visible : qui mesure l'adsorbance d'une solution à une longueur d'onde donnée de marque Agilent Technologies Cary 60 uv-vis.

##### IV.1.2. Produits utilisés

Le polychlorure de vinyle (PVC) a été utilisé comme matrice de base pour la préparation des microsphères. L'Aliquat-336 comme extractant. Le Diméthylformamide (DMF) a été utilisé comme solvant. Le tableau IV.1 résume tous les produits chimiques utilisés avec leurs formules chimiques et propriétés.

**Tableau IV.1:** Les produits chimiques utilisés avec leurs formules chimiques et propriétés.

Produit	Nomenclature	Formule chimique	Propriétés
PVC	poly(chlorure de vinyle)	$-(CH_2-CHCl)_n-$	Masse molaire (233000 g/mol) ; Densité (1,2 kg/l).
Aliquat-336	Chlorure de méthyltriocetylammmonium	$(C_{25}H_{54}ClN)$	Masse molaire (404,17 g/mol) ; Densité (0,884 kg/l) ; Pureté (99%).
RC	Rouge Cibacron	$(C_{32}H_{24}ClN_8Na_4O_{14}S_4)$	Masse molaire (995,21 g/mol) Soluble dans l'eau ; Tension de vapeur faible ; $A_{max}$ : 507 nm Pureté 50%.
DMF	Diméthylformamide	$(CH_3)_2NC(O)H$	Masse molaire (73,095 g·mol <sup>-1</sup> ) ; Densité (0,948 g/mL) ; Pression de vapeur (516 Pa).

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

Les formules chimiques développées du colorant et de l'extractant utilisés sont données sur les figure IV.1 et IV.2 respectivement.

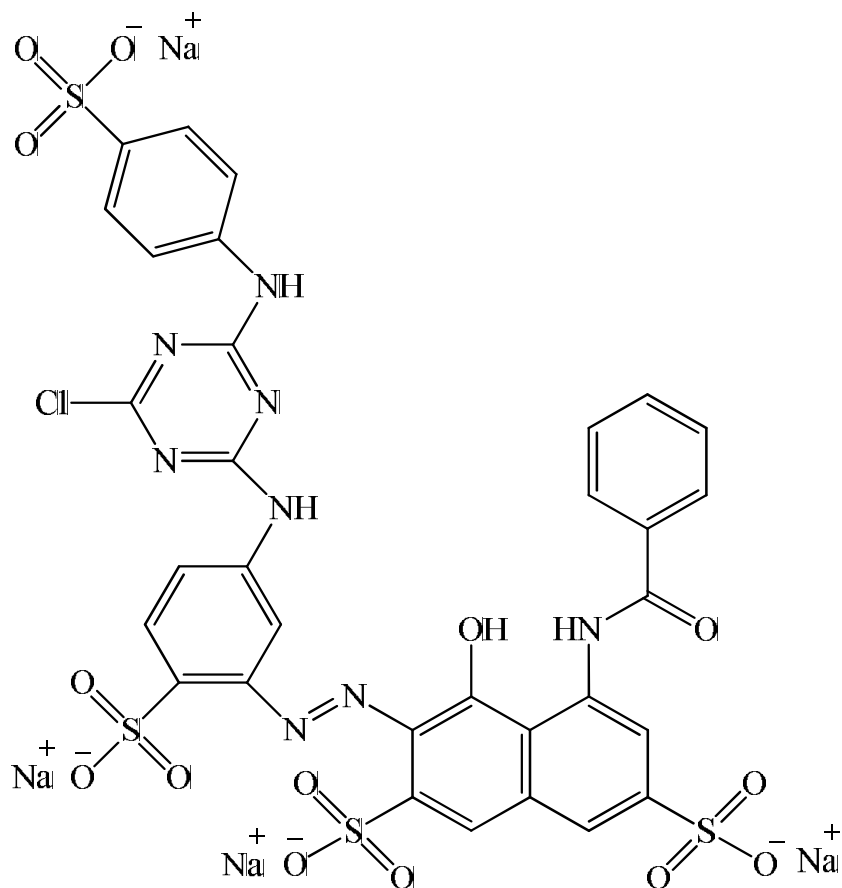


Figure IV.1: Formule développée du rouge cibacrone.

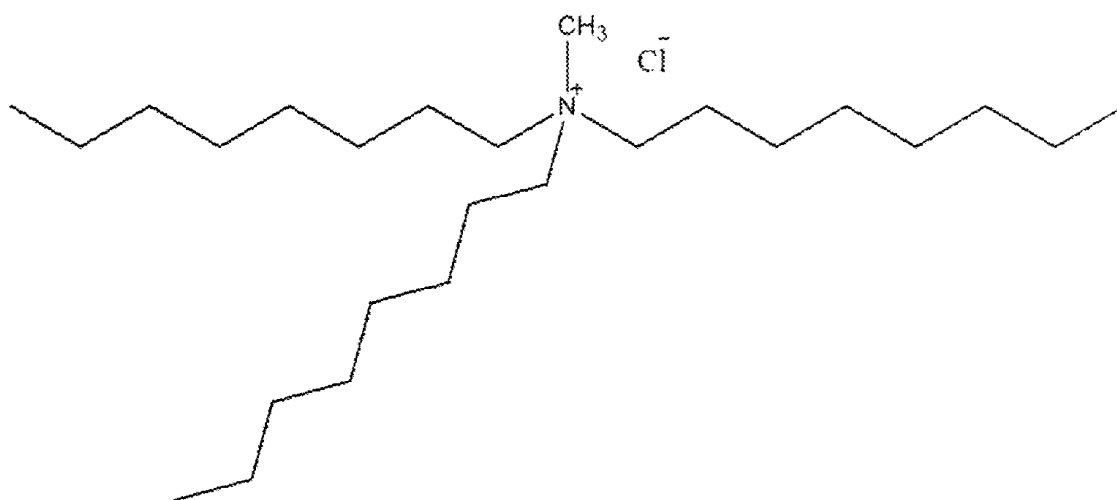
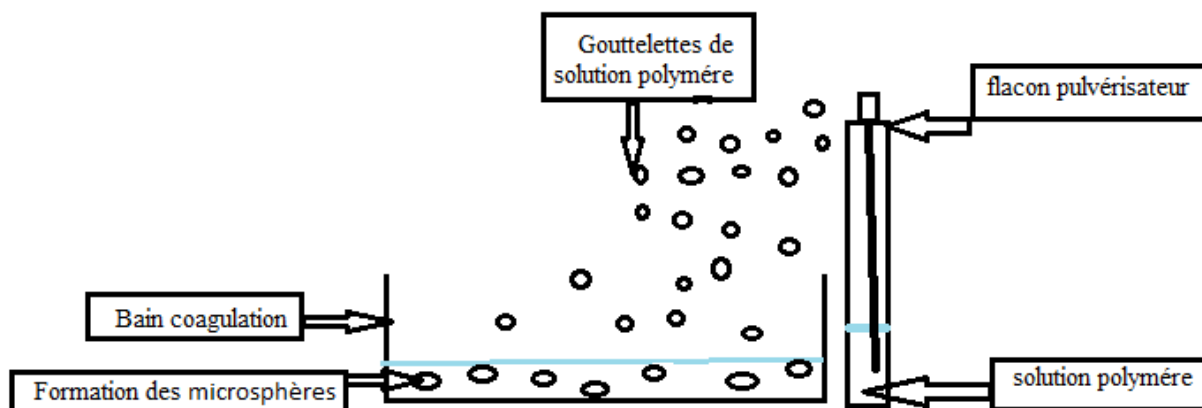


Figure IV.2 : Formule développée de l'aliquat-366



### IV.2. Élaboration des microsphères à base de PVC et d'Aliquat-336

Les microsphères sont préparées avec la méthode de pulvérisation coagulation. Ainsi, des solutions polymère avec différents concentration massiques en polymères sont préparées. Pour cela, des masses bien déterminée de polymère sont ajoutées à un solvant organique (DMF). Les solutions préparées sont mises sous agitation magnétique pendant 24 h pour une dissolution complète du polymère.



**Figure IV.3:** Schéma de l'installation utilisée pour la préparation des microsphères.

Après la dissolution du polymère, des quantités bien définie d'Aliquat-336 sont ajoutés aux solutions polymères selon le rapport massique Aliquat-336/Polymères désiré. Une agitation additionnelle des solutions de 2 h est maintenue pour obtenir une bonne miscibilité des deux solutions.

Les solutions ainsi préparées, sont pulvérisées à l'aide d'un pulvérisateur manuelle sur un bain de coagulation contenant de l'eau distillée. Au contact de l'eau, la solution polymère se coagule menant à la formation de particules solides. Après leur formation, les membranes sont séchées dans une étuve à 45 °C pendant 24 h.

### IV.3. Préparation des solutions de colorant

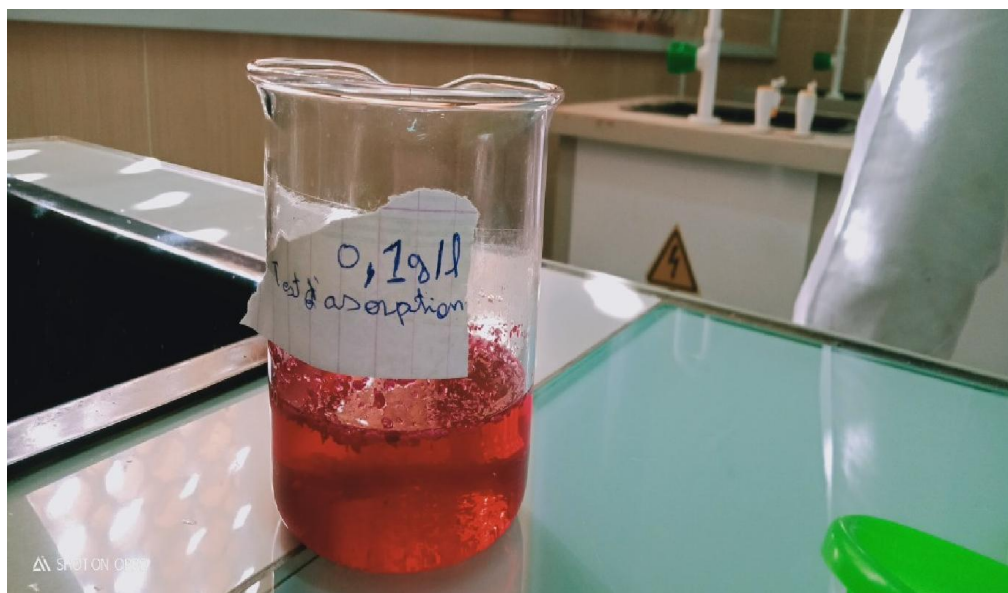
Une solution mère, avec une concentration de 1 g/L, du rouge cibacrone est préparée en dissolvant 2 g de colorant (50 % de pureté) dans un litre d'eau distillée. Par dilution de la solution mère, différents solutions filles avec des concentration de 0,1 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1 ; 2 ; 4 mg/L sont préparées. L'absorbance de ces dernières est mesurée avec un spectrophotomètre UV-visible pour tracer la courbe d'étalonnage donnant la concentration du rouge cibacrone en fonction de l'absorbance.



**Figure IV.4 :**La solution mère et les solutions filles de différentes concentrations.

### IV.4. Les tests d'adsorption

Pour déterminer la capacité d'adsorption des microsphères vis-à-vis du rouge cibacrone, des masses de 0,1 g sont mises en contact avec une solution aqueuse de colorant. Le volume de la solution, la concentration du colorant, le temps de contact et la vitesse d'agitation sont fixés à 100 ml, 100 mg/L, 3 h et 400 tr/min respectivement.



**Figure IV.5:**La mise en contact des microsphères avec la solution rouge cibacrone.

Des prélèvements de 600  $\mu$ l de la solution de colorant, sont effectués à l'aide d'une micropipette au début et à la fin de l'adsorption (après 3 h). Les échantillons prélevés sont analysés avec le spectrophotomètre UV-visible, pour déterminer les concentrations initiales et finales.

### IV.4. Application d'un plan factoriel $2^3$ à la modélisation de l'adsorption du rouge cibacrone par les microsphères préparées

Cette partie du travail concerne la modélisation de la quantité de colorant, rouge cibacrone, adsorbée  $q$  (mg/g) en fonction des conditions opératoires utilisés pour la préparation des microsphères.

#### IV.4.1. Paramètres (facteurs) choisis

Trois facteurs sont étudiés pour modéliser la quantité adsorbée à savoir, la fraction massique du polymère  $X_p$ , le rapport massique de l'aliquat-336 par rapport au polymère R et la température du bain de coagulation T, tel que :

$$X \quad (\text{IV.1})$$

$$R \quad (\text{IV.2})$$

Avec :

$m_p$  : La masse du polymère ;

$m_{\text{sol}}$  : La masse de la solution (polymère + solvant);

$m_{\text{Alq}}$  : La masse de l'Aliquat-336.

#### IV.4.2. Les niveaux des facteurs et le domaine d'étude

Deux niveaux sont choisis, un niveau bas représentant la valeur minimale et un niveau haut représentant la valeur maximale de chaque facteur. Les différentes valeurs des différents niveaux bas et hauts de chaque facteur sont représentés sur le tableau IV.2 avec des variables réelles et centrée réduites.

**Tableau IV.2** : Les valeurs des paramètres opératoires à différents niveaux.

Variable réelle	Niveau bas	Niveau haut	Variable centrée réduite	Niveau bas	Niveau haut
Fraction massique de polymère $X_p$	0,06	0,10	$x_1$	-1	+1
Rapport massique R	0,5	1	$x_2$	-1	+1
Température du bain T (°C)	10	27	$x_3$	-1	+1

Les niveaux bas et hauts des différents facteurs nous permettent de situer le domaine de notre étude. Avec le plan factoriel choisi  $2^3$  donc 8 expériences, le domaine d'étude (figure IV.6) est un cube dont les sommets correspondent au 8 expériences à réaliser.

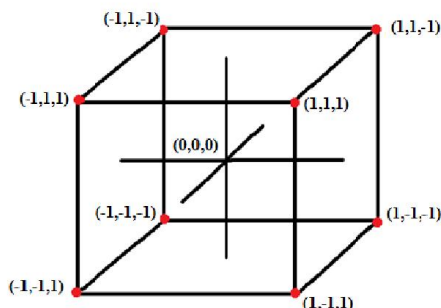


Figure IV.6 : Domaine d'étude les niveaux des facteurs utilisés.

#### IV.4.3. Matrice d'expériences

Le tableau IV.3 résume les conditions opératoires utilisés pour préparer les 20 microsphères employées pour modéliser la quantité adsorbée  $q$  en fonction des facteurs  $X_p$ ,  $R$  et  $S$ . Il s'agit de 8 ( $2^3$ ) expériences représentant les niveaux bas et haut de chaque facteur, 8 expériences avec la répétition des expériences précédentes et finalement de 4 expériences représentant le centre du domaine d'étude. Les microsphères sont préparées avec la méthode décrite au paragraphe IV.3.

**Tableau IV.3:** Les différentes conditions opératoires employées pour préparer les différentes microsphères ; la matrice des expériences.

Expérience	Microsphère	Fraction massique de polymère $X_p$	Rapport massique Aliquat-336/polymère R	Température T (° C)
1	MS1	0.06	0.5	10
2	MS2	0.10	0.5	10
3	MS3	0.06	1	10
4	MS4	0.10	1	10
5	MS5	0.06	0.5	27
6	MS6	0.10	0.5	27
7	MS7	0.06	1	27
8	MS8	0.10	1	27
9	MS9	0.06	0.5	10
10	MS10	0.10	0.5	10
11	MS11	0.06	1	10
12	MS12	0.10	1	10
13	MS13	0.06	0.5	27
14	MS14	0.10	0.5	27
15	MS15	0.06	1	27
16	MS16	0.10	1	27
17	MS17	0.08	0.75	18.5
18	MS18	0.08	0.75	18.5
19	MS19	0.08	0.75	18.5
20	MS20	0.08	0.75	18.5

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

---

Pour déterminer les valeurs de la quantité adsorbé  $q$ , chaque une des 20 microsphères à fait l'objet d'un test d'adsorption selon les conditions décrites au paragraphe IV.4.

### IV.4.4. L'équation du modèle

Pour un plan factoriel  $2^3$  dont les facteurs sont  $x_p$ ,  $\mathbf{R}$  et  $\mathbf{T}$  le modèle mathématique avec des interactions doubles et triples est donné par :

$$\mathbf{q} \text{ (IV.3)}$$

# **Chapitre V :**

## **Résultats et discussions**

### Chapitre V : Résultats et discussions

Dans ce chapitre, nous allons présenter les différents résultats obtenus en particulier la capacité d'adsorption colorant rouge cibacrone par les différentes microsphères préparées. Mais aussi le modèle mathématique décrivant cette capacité d'adsorption déterminé par la méthode des plans d'expériences.

#### V.1. Les microsphères préparées

La méthode de pulvérisation immersion précipitation nous permis d'obtenir des particules plus au moins sphériques avec de faibles dimensions. À vue d'œil, les microsphères sont hétérogènes concernant la taille et la forme. La figure V.1 représente un échantillon des microsphères M13 préparées avec une fraction massique du polymère de 0,06, un rapport  $R = 1$  et une température du bain de 10 °C.

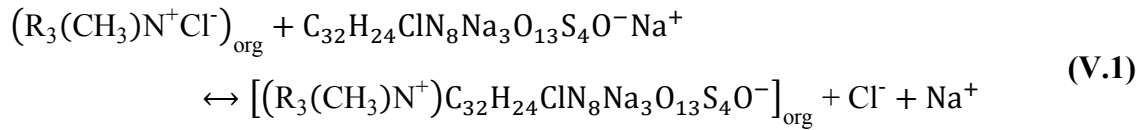


**Figure V.1:** Les microsphères M<sub>13</sub> préparées avec une fraction massique du polymère de 0,06, un rapport  $R = 1$  et une température du bain de 10 °C.

#### V.2. Tests d'adsorption

Les microsphères préparées sont à base du polymère le PVC et de l'extractant Aliquat-336. Les tests d'adsorption ont confirmé la présence d'Aliquat-336 à l'intérieurs de la matrice polymère comme on peut voir la coloration des microsphères après le test d'adsorption sur la figure V.2. En effet, le rouge cibacrone de formule chimique  $C_{32}H_{24}ClN_8Na_4O_{14}S_4$  est absorbé par les microsphères en échangeant son anion

$C_{32}H_{24}ClN_8Na_3O_{13}S_4O^-$  avec le groupement chlorure de l'Aliquat-336 par le mécanisme réactionnel suivant :



**Figure V.2:** Les microsphères préparées après l'adsorption du colorant.

### V.3. La matrice d'expériences et la quantité du colorant adsorbée

La notation de Yates est utilisée pour définir les niveaux des facteurs, c'est-à-dire que l'on va attribuer la valeur -1 au niveau bas du facteur et la valeur +1 au niveau haut. Cela revient à utiliser des variables centrées réduites au moyen d'un changement d'unité de mesure et d'origine. La réponse représente la quantité de colorant adsorbée  $q_e$  déterminée après la mesure des concentrations initiales  $C_0$  et finales  $C_f$  du colorant en effectuant les tests d'adsorption :

$$q_e = \frac{(C_0 - C_f) \cdot v}{m_{adsorbant}} \quad (V.2)$$

Le tableau V.1 résume les différentes capacités d'adsorption pour chaque expérience du plan réalisée. Les résultats montrent que les microsphères M06 représentent la plus grande capacité d'adsorption avec une valeur de 48,44 mg/g.



## Chapitre IV : Matériels et méthodes

**Tableau V.1 :** La matrice d'expériences avec les variables codées et la réponse expérimentale.

		$X_p$	R	T(C°)	$q_e(\text{mg/g})$
EXP	Moyenne	$x_1$	$x_2$	$x_3$	y
1	+1	-1	-1	-1	39,87
2	+1	+1	-1	-1	13,59
3	+1	-1	+1	-1	19,05
4	+1	+1	+1	-1	19,79
5	+1	-1	-1	+1	3,25
6	+1	+1	-1	+1	48,44
7	+1	-1	+1	+1	25,69
8	+1	+1	+1	+1	38,54
9	+1	-1	-1	-1	6,65
10	+1	+1	-1	-1	5,17
11	+1	-1	+1	-1	44,74
12	+1	+1	+1	-1	36,62
13	+1	-1	-1	+1	13,00
14	+1	+1	-1	+1	15,51
15	+1	-1	+1	+1	45,93
16	+1	+1	+1	+1	42,53
17	+1	0	0	0	16,54
18	+1	0	0	0	46,81
19	+1	0	0	0	26,58
20	+1	0	0	0	26,58

### IV.4. La matrice des effets et calcule des coefficients

#### IV.4.1. La matrice des effets

Pour pouvoir calculer les coefficients du modèle mathématique  $a_0, a_1, \dots, a_{123}$ , on va utiliser la matrice des effets (tableau V.2). L'effet du facteur est donné par la différence entre les moyennes des réponses au niveau haut et les moyennes au niveau bas. Les valeurs des interactions peuvent facilement être calculées en multipliant membre à membre les colonnes des facteurs considérés. Les points au centre représentent le centre du domaine d'étude donc l'origine du domaine avec les variables codées. Donc ces points ont une valeur nulle.

**Tableau V.2 :** La matrice des effets.

EXP	Moy	$x_1$	$x_2$	$x_3$	$x_1x_2$	$x_1x_3$	$x_2x_3$	$x_1x_2x_3$	Y
M1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	39,87

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

M2	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	13,59
M3	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	19,05
M4	1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	19,79
M5	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	3,25
M6	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	48,44
M7	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	25,69
M8	1	1	1	1	1	1	1	1	38,54
M9	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	6,65
M10	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	5,17
M11	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	44,74
M12	1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	36,62
M13	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	13,00
M14	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	15,51
M15	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	45,93
M16	1	1	1	1	1	1	1	1	42,53
M17	1	0	0	0	0	0	0	0	16,54
M18	1	0	0	0	0	0	0	0	46,81
M19	1	0	0	0	0	0	0	0	26,58
M20	1	0	0	0	0	0	0	0	26,58
a <sub>i</sub>	a <sub>0</sub>	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>12</sub>	a <sub>13</sub>	a <sub>23</sub>	a <sub>123</sub>	

### V.4.2.Calcul des effets

La valeur des effets est calculée en multipliant la colonne associée au facteur étudié par la colonne de la réponse obtenue à partir de chaque essai. Puis, en additionnant ces valeurs et en divisant son résultat par le nombre d'essais réalisées. Par exemple pour calculer l'effet de  $a_0$  on utilise l'équation suivante :

$$a_0 = \frac{Y_1 + Y_2 + Y_3 + Y_4 + Y_5 + Y_6 + Y_7 + Y_8 + Y_9 + Y_{10} + Y_{11} + Y_{12} + Y_{13}}{16} + \frac{+Y_{14} + Y_{15} + Y_{16}}{16} = 26.147 \quad (V.3)$$

De la même sorte on calcule tous les effets et les interactions, les résultats obtenus sont représentés sur le tableau V.3.

**Tableau V. 3** : Les valeurs des coefficients du modèle calculés.

Facteur	Moy	x <sub>1</sub>	x <sub>2</sub>	x <sub>3</sub>	x <sub>1</sub> x <sub>2</sub>	x <sub>1</sub> x <sub>3</sub>	x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>	x <sub>1</sub> x <sub>2</sub> x <sub>3</sub>
Effet	a <sub>0</sub>	a <sub>1</sub>	a <sub>2</sub>	a <sub>3</sub>	a <sub>12</sub>	a <sub>13</sub>	a <sub>23</sub>	a <sub>123</sub>
Valeur	26.147	1,375	7,965	2,963	-1,117	5,768	1,098	-3,664

Après le calcul des coefficients le modèle mathématique s'écrit comme suit :

$$y = 26.147 + 1.375 x_1 + 7.965 x_2 + 2.963 x_3 - 1.117 x_1 x_2 + 5.768 x_1 x_3 + 1.098 x_2 x_3 - 3.664 x_1 x_2 x_3 \quad (V.4)$$

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

### V.5. Test de signification des effets

Pour déterminer quels sont les effets significatifs du modèle calculé, on va s'appuyer sur le test de Student. Ce test nécessite le calcul de la variance.

#### V.5.1. Calcul de la variance

Pour étudier la signification des effets qu'ils sont soit significatif ou non, il faut déterminer les résidus et la variance des expériences d'après les équations (V.5) et (V.6) ainsi que la variance de chacun des effets équation (V.7). Où,  $y_i^{\text{exp}}$  représente la réponse obtenue expérimentalement et  $y_i^{\text{cal}}$  la réponse calculée avec le modèle mathématique.

$$\sum_{i=1}^{20} e_i^2 = \sum_{i=1}^{20} (y_i^{\text{exp}} - y_i^{\text{cal}})^2 = 2381,229089 \quad (\text{V.5})$$

Après le calcul des résidus on peut calculer la variance commune des résidus :

$$S^2 = \frac{1}{n - p} \sum_{i=1}^{20} e_i^2 = \frac{1}{20 - 8} 2381,229089 = 198,436 \quad (\text{V.6})$$

Avec  $p = 8$  ; le nombre des paramètres du modèle et  $n = 20$  le nombre d'expériences. Finalement on calcule la variance de chaque effet qui est la même pour tous les coefficients du modèle :

$$S_i^2 = \frac{S^2}{n} = \frac{198,436}{20} = 9,922 \Rightarrow S_i = 3,1499 \quad (\text{V.7})$$

#### V.5.2. Test de Student

Pour étudier la signification des effets nous avons choisi un risque de 5 % (probabilité de 95 %). Le degré de liberté pour le calcul de la variance est de  $\vartheta = n - p = 20 - 8 = 12$ . Donc, à partir de la table de Student pour un degré de liberté 12 et à une probabilité de 95%, la valeur  $t_{\text{crit}}$  est égale à 2,179. Par la suite on calcule la valeur  $t_i$  et on compare cette valeur à la valeur  $t_{\text{crit}}$  :

$$t_i = \frac{|a_i|}{s_i} = \frac{|a_i|}{3,1499} \quad (\text{V.8})$$

Les résultats obtenus sont représentés sur le tableau (V.3).

**Tableau V.3 :** Tableau récapitulatif du test de Student pour chaque effet.

Paramètre ( $a_i$ )	Valeurs	$t_i$	Comparaison avec $t_{\text{crit}}$	Résultat
$a_0$	26,147	8,301	$>t_{\text{crit}}$	Significatif
$a_1$	1,375	0,437	$<t_{\text{crit}}$	Non significatif
$a_2$	7,965	2,529	$>t_{\text{crit}}$	Significatif
$a_3$	2,963	0,941	$<t_{\text{crit}}$	Non significatif

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

a <sub>4</sub>	-1,117	0,355	<t <sub>crit</sub>	Non significatif
a <sub>5</sub>	5,768	1,831	<t <sub>crit</sub>	Non significatif
a <sub>6</sub>	1,098	0,349	<t <sub>crit</sub>	Non significatif
a <sub>7</sub>	-3,664	1,163	<t <sub>crit</sub>	Non significatif

Le test de Student montre que seul le paramètre a<sub>2</sub> est significatif. Donc, seul le rapport massique Aliquat-336/PVC a un effet significatif sur la réponse y. Ainsi, la capacité d'adsorption des microsphères est fonction du rapport R et l'équation du modèle mathématique sous la forme suivante :

$$y = q_e = 26.147 + 7.965 x_2 \quad (\text{V.9})$$

### V.6. Analyse ANOVA et validation du modèle

Pour étudier la validé du modèle (équation V.9) on va effectuer l'analyse ANOVA pour cela on va calculer les carrés suivants :

#### 1) La variation due à la liaison linéaire

$$\text{SCEL} = \sum_{i=1}^{20} (y_i^{\text{cal}} - y_i^{\text{moy}}) = 1015,057 \quad (\text{V.10})$$

SCEL : La somme des carrés des écarts à la liaison.

#### 2) La variation résiduelle

$$\text{SCER} = \sum_{i=1}^{20} (y_i^{\text{exp}} - y_i^{\text{cal}}) = 3338,375 \quad (\text{V.11})$$

SCER: La somme des carrés des écarts résiduels.

Par la suite en calculer des carrés suivants :

#### 1) Le carré moyen dû à la liaison linéaire

$$\text{CML} = \frac{\text{SCEL}}{p - 1} \quad (\text{V.12})$$

CML : Le carré moyenne associe à SCEL.

#### 2) Le carré moyen dû à la régression linéaire

$$\text{CML} = \frac{\text{SCER}}{n - 1} \quad (\text{V.13})$$

CMR: Le carré moyen associe à SCER.

Les différents résultats du test ANOVA sont représentés sur le tableau (V.5).

## Chapitre IV : Matériels et méthodes

**Tableau V.5 :** Analyse la variance (ANOVA) et calcul de la valeur du  $F_{obs}$ .

Variation dû à	Somme des carrés	Degré de liberté (DDL)		Carré moyen	$F_{obs}$
Liaison	SCEL	P-1	7	$CML = \frac{1015.057}{7} = 145.088$	$F_{obs} = \frac{145.088}{278.1979} = 0.5287$
Résidus	SCER	n-p	12	$CMR = \frac{3338,375}{12} = 278,1979$	

Pour un risque de 5% (confiance de 95%) et les degrés de liberté 7 (p-1) et 12(n-p), la valeur  $F_{crit}$  tirée de la table de Fisher-Snedecor est égale à 2,91. Donc supérieur à la valeur de  $F_{obs}$  (0.5287). Donc on accepte l'hypothèse  $H_1$ . Ainsi, le modèle est validé et la capacité d'adsorption du rouge cibacrone  $q_e$  peut être modéliser par l'équation (V.9).

### V.7. Le coefficient de détermination

Le coefficient de détermination nous renseigne sur la linéarité des réponses observées en fonction des différentes variables. Les valeurs proches de 1 témoignent d'une forte corrélation linéaire.

$$R^2 = \frac{\sum_{i=1}^{20} (y_i^{moy} - y_i^{cal})}{\sum_{i=1}^{20} (y_i^{exp} - y_i^{moy})} = 0,23 \quad (V.14)$$

La valeur du coefficient de corrélation est très inférieure à 1, cela indique que l'équation du modèle n'est pas linéaire malgré la validité du modèle par le test de Fisher.

# **Conclusion générale**

## Conclusion générale

---

### Conclusion générale

Les travaux réalisés dans le cadre de ce mémoire de fin d'étude visent la préparation de microparticules sphériques (microsphères) à base d'un polymère hydrophobe (polychlorure de vinyle) et d'Aliquat-336 comme extractant. Par la suite, l'adsorption d'un colorant textile, le rouge cibacrone, a été réalisée dans un système fermé. Finalement la méthode du plan d'expériences a été utilisée pour modéliser la capacité d'adsorption des différentes microsphères préparées. Les paramètres choisis pour la modélisation étaient la fraction massique du polymère, le rapport massique Aliquat-336/polymère et la température du bain de coagulation. Les résultats obtenus nous ont permis de formuler les conclusions suivantes :

La méthode de pulvérisation immersion précipitation s'est avérée efficace pour l'élaboration de microsphères. En effet, des particules sphériques et de faibles dimensions ont été obtenues pour toutes les conditions opératoires utilisées pour leur préparation.

Les microsphères préparées sont capables d'éliminer le rouge cibacrone des solutions aqueuses par adsorption. Cela confirme que l'Aliquat-336 est bien retenu dans la matrice polymère. Des valeurs de la capacité d'adsorption de 40 mg/g ont été atteintes pour certaines microsphères.

L'étude de la signification des effets du modèle mathématique modélisé, a montré que seul le rapport Aliquat-336/polymère a un effet significatif sur la capacité d'adsorption des microsphères. De plus cet effet est positif, la capacité d'adsorption augmente avec l'augmentation de ce rapport R.

L'analyse de la variance a montré que le modèle mathématique avec les paramètres significatifs est valide. Par le coefficient de corrélation  $R^2$  a montré que le modèle n'est pas linéaire.

### Références bibliographiques

- [1] **Inas MIHOUBI, Souhila SEBGAG**, Application de la méthode du plan d'expériences pour la modélisation du phénomène d'adsorption, Mémoire de Master, **Université Ahmed Draïa Adrar**,2020.
- [2] **issaadi KENZA, nedjai KENZA** Optimisation par les plans d'expériences, des paramètres d'encapsulation d'un antihypertenseur dans des polymères biodégradables, Mémoire de master, université **a. mira – bejaia**,2016.
- [3] **Hannat KATIA , Djamila BELAID**, Adsorption du Chrome VI par les microsphères à base de polyether sulfone modifiées par l'Aliquat-336, Mémoire de MASTER, **université a. mira – Bejaia**,2017.
- [4] **Abdallah MEDEKHEL**, Adsorption du bleu de méthylène par charbon actif, Mémoire de MASTER **Université echahid hamma lakhdar -el oued**,2018.
- [5] **Noureddine BARKA**, L'élimination des colorants de synthèse par adsorption sur un phosphate naturel et par dégradation photocatalytique sur TiO<sub>2</sub> supporté, Thèse doctorat **Université de Agadir**, 2008.
- [6] **Arfa SARRA , Soumia BENTALEB** , Etude expérimentale d'adsorption d'un colorant Rhodamine B » sur argile naturelle. Modélisation par application d'un plan factoriel, Mémoire de de Master **Université de Saida**, 2018.
- [7] **Julien REUNGOAT**, Etude d'un procédé hybride couplant adsorption sur zéolithes et oxydation par l'ozone. Application au traitement d'effluents aqueux industriels, Thèse doctorat, **Université de Toulouse France** ,2007.
- [8] **Mohammed Abdelbassat SLASL** , Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux : Approches théorique et expérimentale, Thèse doctorat, **Université de Neuchâtel**, 2002.
- [9] **Talent, ACHOUR Sofiane**, Extraction du chrome (VI) par les microsphères fonctionnalisées à base de PEEK-WC : Aliquat-336, Mémoire de MASTER, **Université a. mira – bejaia**,2015.
- [10] **OUAZINE Louanas**, Élaboration et caractérisation de microsphères polymères modifiées par ajout d'extractants : étude et application, Thèse doctorat **Université a.mira-bejaia**, 2017-2018.
- [11] **Dhina BENSENANE, Fadia KHADOUDJA**, etude de L'éimination de colorants en solution aqueuse par biosorption sur les feuilles du pistachier lentisque suivie d'une photocatalyse hétérogène, Mémoire de Magister, **Universite Houari boumadianne**, 2014.
- [12] **Chetioui SOUHEYLA**, Structures et propriétés physico - chimiques de substances colorantes de synthèse, Mémoire Présenté de Magister, **Université Mentouri Constantine**, 2010.
- [13] **nait merzoug NESRINE**, APPLICATION DES TIGES DE DATTES DANS L'ADSORPTION DE POLLUANTS ORGANIQUES, Mémoire de Magister **Université Mohamed Cherif Massaadia Souk-Ahras**, 2013,2014.
- [14] **Bentahar YASSINE**, Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines : Application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse, Thèse doctorat, **université abdelmalek essaadi**, 2016.



## Références bibliographiques

---

- [15] **oubagha NOURA**, DECONTAMINATION DES EAUX CONTENANT LES COLORANTS TEXTILES ET LES ADJUVANTS PAR DES MATERIAUX NATURELS ET SYNTHETIQUE, Mémoire de magister **université mouloud mammeri tizi ouzou**, 2011.
- [16] **Kemoum Maria, Ben khalfallah IMENE**, Recherche et isolement de nouvelles souches pour le traitement des eaux usées textiles, Mémoire de MASTER **Université Mohamed El Bachir El Ibrahimi**, 2019.
- [17] **Lamri NAIDJA**, élimination du colorant orange ii en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption, Mémoire de magister **Université mentouri de constantine**, 2010.
- [18] **samiha HAMMAMI**, Etude de dégradation des colorants de textile par les procédés d'oxydation avancée. Application à la dépollution des rejets industriels, Thèse doctorat **université paris-est, université tunis el manar**, 2008.
- [19] **yahoui SOUMIA. kerrouche KARIMA**, Etude de l'élimination des colorants de textiles par adsorption sur des différents charbons actifs préparés à base des noyaux de dattes, Mémoire de master **université akli mohand oulhadj – bouira**, 2017.
- [20] **boumaza SALIM**, Etude d'un procédé intégré pour l'élimination de colorants Couplage de l'adsorption et de la photocatalyse, Thèse doctorat **Université des sciences et de la technologie houari boumediene**, 2015.
- [21] **benaiissa AKILA, kacem CHAUCHE**, Etude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique et d'un tensioactif, Thèse doctorat, **Université Mentouri Constantine**, 2010/2011.
- [22] **Emna ERRAUS**, réactivité de surface d'argiles naturelles étude de l'adsorption de colorante anionique , Thèse doctorat **université de strasbourg**, 2011.

## Résumé

L'adsorption constitue aujourd'hui une des technologies de séparation les plus importantes. Elle est largement utilisée pour la séparation et la purification des gaz et des liquides dans des domaines très variés, allant des industries pétrolières, pétrochimiques et chimiques, aux applications environnementales et pharmaceutiques. L'efficacité et la capacité maximale d'adsorption d'un adsorbant dépend des conditions opératoires de température, pH, ...etc., mais aussi des caractéristiques physico-chimiques de l'adsorbant. Ce travail vise l'élaboration de microsphères polymère avec la méthode de pulvérisation séchage. La méthode du plan d'expérience sera utilisée pour modéliser la capacité de leur adsorption en fonctions de plusieurs conditions opératoires de préparation des microsphères.

**Mots-clés :** Microsphères, adsorption, colorants, plan d'expériences.

## الملخص :

الامتزاز هو اليوم أحد أهم تقنيات الفصل. يستخدم على نطاق واسع لفصل وتنقية الغازات والسوائل في مجالات متنوعة للغاية، بدءاً من الصناعات النفطية والبتروكيماويات والكيميائية والتطبيقات البيئية والصيدلانية. تعتمد فعالية وسعة الامتصاص الأقصى على ظروف التشغيل في درجة الحرارة، درجة الحموضة، إلخ، ولكن أيضاً الخصائص الكيميائية و الفيزيائية . يهدف هذا العمل إلى تطوير المجهرية البوليمر مع طريقة رذاذ التجفيف. سيتم استخدام الطريقة التجريبية لنموذج قدرة امتصاصها كوظائف العديد من شروط التشغيل لإعداد المجهرية.

الكلمات المفتاحية: المجهرية، الامتزاز، الأصباغ، خطة الخبرة.