

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 Energies Renouvelables

Mémoire de fin d'étude en vue de l'obtention du diplôme de Master en :

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Thème :

**Optimisation des paramètres d'adsorption
d'un colorant par charbon actif**

Préparé par :

➤ **Othmane BASSALAH**

➤ **Ahmed RAMDANI**

Membres de jury d'évaluation :

M. Saadedine MANAA	Président	MCA	Univ. Adrar
---------------------------	------------------	------------	--------------------

M. Omar KHELIFI	Encadreur	MCB	Univ. Adrar
------------------------	------------------	------------	--------------------

M. Louanas OUAZINE	Examineur	MCB	Univ. Adrar
---------------------------	------------------	------------	--------------------

Année Universitaire : 2020/2021

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

Remerciement

*En premier lieu, nous tenons à remercier créateur, pour le
Courage et la patience qu'il nous donné pour
Accomplir ce travail.*

*Nous remercions notre encadreur **Dr. Khlifi Omar** pour
Ses orientations et conseils.*

*Nous tenons à notifier un remerciement Spécial à tous mes
Professeurs qui ont contribué à notre formation de
Master*

*Nous tenons aussi à exprimer nos profonds remerciements au
Membres de jury qui ont accepté de jury
Ce modeste travail.*

*Nous tenons aussi à remercier nos enseignants de département de
Génie des procédés pour la formation que nous avons reçue.*

*Nos derniers remerciements et qui ne sont pas les moindres, vont
à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin pour
l'aboutissement de ce travail.*



Dédicace

Toutes les lettres ne sauraient trouver les mots qu'il faut...

Tous les mots ne sauraient exprimer la gratitude, L'amour, le respect, la reconnaissance...

Aussi, c'est tout simplement que : Je remercie dieu tout puissant de m'avoir donné la force de résister et d'arriver au terme de ce travail.

*Je dédie ce modeste travail : **mon cher père** bras droite. et la source de tendresse et Mon bonheur **ma chère mère** Comme preuve de ma gratitude qui m'a beaucoup soutenu.*

*À mes chers frères « **Abdalghani, Abdelkrim, Ismail,** » et sœurs*

À tous les membres de ma famille ; Bassalah, Ramdani, Ben zellat.

À tous mes amis en souvenir de notre sincère et profonde amitié et de moments agréables que nous avons passés ensemble «soufaine, Ahmed, Moustapha saïde, assan.». Surtout (Abir) qui a pris part à ce travail et à tout ce que nous

*Et enfin je saisirai aussi cette occasion pour prononcer un mot de gratitude à notre encadreur, **Khelifi Omar**, qui a contribué d'une manière ou d'une*

Autre à l'élaboration de ce travail.

et toutes les personnes que j'aime et qui m'aiment Je vous souhaite à tous une vie pleine de bonheur et de succès et que dieu, le tout puissant, vous protège et vous garde.

Bassalah Othmane



Dédicace

T d'abord, Je dédie ce mémoire à l mon père mon bras droite.

Je dédie également ce mémoire à ma chère mère & à

Ma grande mère.

À toute la famille Ramdani.

À mes frères, À tous mes oncles et tantes.

À mes amis(e) : othmane, mouhamed, Aziz, Khaled.

Enfin, ...

*je saisirai aussi cette occasion pour prononcer un mot de
Gratitude à notre encadreur, Dr Omar Khelifi qui a contribué
d'une manière ou d'une autre à l'élaboration de ce travail
et l'ensemble de mes professeurs et collègues qui ont contribué à
la mise à pieds de ce travail.*

Ramdani Ahmed



The page features a decorative design with three blue circles of varying sizes, each composed of concentric layers of different shades of blue. These circles are positioned in the top right and bottom right corners. Two thin, light blue lines intersect at the top left, forming a large 'V' shape that frames the central text.

Table des matières

Table des matières

Liste d'abréviation	
Liste des figures	
Liste des Tableaux	
Introduction générale.....	1

Chapitre I: Étude bibliographique

I.1. Partie A: Généralités sur les colorants.....	3
I.1.1. Généralités	3
I. 2.1 Classification des colorants	4
I.1.2.1. Classification chimique	4
I.1.2 . 2. Classification tinctoriale	7
I.1.3. Utilisation et application des colorants.....	11
I.1.4. Toxicité des colorants	12
I.1.4.1. Dangers évidents.....	12
I.1.5.Procédés de traitement des colorants.....	13
I.2.Partie B: Généralités sur l'adsorption.....	15
I.2.1. Définition.....	15
I.2.2. Les types d'adsorption.....	15
I.2.2.1. L'adsorption physique ou adsorption de Van Der Waals:	15
I.2.2.2 : L'adsorption chimique.....	16
I.2.3. Mécanismes d'adsorption:.....	17
I.2.4 Facteurs influençant à l'équilibre d'adsorption	Erreur ! Signet non défini.
I.2.4. 1- La surface spécifique.....	18
I.2.4. 2- Température.....	18
I.2.4. 4- Le temps de contact.....	19
I.2.4. 5 - Le pH.....	19

I.2.4. 6 - Porosité.....	19
I.2.4. 7- Natures de l'adsorbat	19
I.2.5 Isothermes d'adsorption.....	19
I.2.6 Classification des isothermes d'adsorption.....	20
I.2.7 Modèles d'adsorption	21
I.2.7 .1 - modèle de Langmuir	21
I.2.7 .2 - modèle de Freundlich.....	22
I.2.7 .3- modèle de B. E. T (Brunauer, Emmet et Teller).....	22
I.2.8 Domaine d'application de l'adsorption	23
I.2.9 Les adsorbants.....	23
I.2.10 Les facteurs d'adsorption.....	24
I.2.10. 1- Les facteurs liés à l'adsorbant	24
I.2.10.2 Les facteurs liés à l'adsorption	24
I.2.10.3 Les facteurs extérieurs	24
I.2.12 Les matériaux adsorbant.....	26
I.2.12.1- Définition de charbon actif.....	26

Chapitre II: Matériels et Méthodes

II.1. Introduction.....	31
II.2. Caractérisation physico-chimique du charbon actif	31
II.2.1. Détermination de la matière sèche	32
II.2.2. La teneur en humidité.....	32
II.2.3. Indice d'iode	33
II.2.4. Procédure expérimentale :.....	33
II.2.5.La masse volumique apparente ρ_a (g/cm ³).....	34
II.2.6.La masse volumique réelle ρ_R (g / cm ³)	34
II.2.6. pH des charbons	34
II.2.7. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)	35
II.3. Application d'adsorption.....	35
. II.3.1. Choix du colorant	35

. II.3.2. Définition de Rouge Congo.....	35
II.3.3. Matériels et appareillages:.....	37
II.3.3.1- Matériels:	37
II.3.3.2. - Les appareillages.....	37
II.3.3. Préparation des solutions mère du rouge Congo.....	39
II.3.4. Méthodes de dosage par spectroscopie UV-Visible.....	39
II.3.5. Etalonnage de solution	40
II.3.6. Influence de paramètres sur l'adsorption	40
II.3.6.1. Influence de la masse	40
II.3.6.2. Influence de la vitesse d'agitation	40
II.3.6.3. Influence de la concentration de l'adsorbat (RC)	40
II.3.7. Formules de calcul.....	41
II.4. Optimisation par plan d'expérience.....	41
II.4.1. Introduction	41
II.4.2. Généralités sur la méthode des plans d'expériences	42
II.4.3 Terminologie	42
II.4.4. Surfaces de réponse	44
II.5. Modélisation	44
II.5.1. Types des plans d'expériences	45
II.5.2. La Régression linéaire	45
II.5.2. 1. Le modèle de régression linéaire simple.....	45
II.5.2.2. Le modèle de régression linéaire multiple	46
II.5.2.3 Plans factoriels 2k	46
II.5.2.4. Matrice des expériences (Matrice de Yates)	47

Chapitre III : Résultats et discussion

III.1. Introduction	49
III.2. Caractérisation du charbon actif préparé.....	49
III.2.1. Analyse physico-chimiques	49
III.2.2. Spectroscopie Infra Rouge a Transformée de Fourier (IRTF).....	50

III.3. Résultats d'adsorption.....	51
III.3.1. Courbe d'étalonnage	51
III.3.2. Effet de masse	53
III.4. Modélisations des résultats.....	54
III.4.1 Modélisation de la cinétique	54
III.4.2 Modèle de Freundlich	56
III.5.Optimisation des paramètres opératoires par plan d'expérience :	60
III.5.1.Plan composite centré et développement du modèle de régression :	60
III.5.2. Analyse des variances (ANOVA)	62
III.5.3.Optimisation des paramètres opératoires	63

The page features a decorative design with three blue circles of varying sizes, each composed of concentric rings in different shades of blue. These circles are positioned in the top right and bottom right corners. Two thin, light blue lines intersect diagonally, forming a large 'V' shape that frames the central text.

Liste des abréviations

ABREVIATIONS

IRTF	Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
UV-visible	Ultra Violet- visible
RC	Rouge Congo
DO	densité optique
FP	Feuilles de palmie
POAs	Les procédés d'oxydation avancée
IR	Infrarouge
pH	Le potentiel hydrogène
x₀	masse d'impuretés adsorbée par la première couche
A	constante déterminée empiriquement
CA	charbon actif
CAG	charbon actif en grain
DCO	La demande chimique en oxygène
B.E.T :	Brunauer-Emmett et Teller

Symboles	Grandeur	Unités
K_1	Constante de vitesse d'adsorption de pseudo-premier ordre	l/min
q_t	capacité d'adsorption à l'instant t	mg. g ⁻¹
q_e	capacité d'adsorption à l'équilibre	mg. g ⁻¹
α	taux d'adsorption initiale	mg. g ⁻¹ min ⁻¹
β	constante reliée à la surface et à l'énergie d'activation de la chimisorption	mg. g ⁻¹
K_{int}	la constante de la diffusion intra particule	mg. g ⁻¹ min ^{1/2}
K_2	constante de vitesse pour une cinétique du pseudo-second ordre	mg. g ⁻¹ mg. g ⁻¹
V	Volume de solution	L
C_0	Concentration massique de soluté	mg/l
C_e	Concentration massique de soluté à l'équilibre d'adsorption	mg/l
m	masse d'adsorbant utilisé	g
Ce	est la concentration à l'équilibre de l'adsorbat dans la solution exprimée	mol/l
q_{max}	Capacité maximale d'adsorption de la monocouche, exprimée	mg/g
KL	Paramètre de Langmuir	l/mg
Cs	concentration de saturation	mg/l
KF	Un paramètre lié essentiellement à la capacité d'adsorption Maximale	
n	Un paramètre lié au coefficient des énergies d'interactions avec le taux de recouvrement	
Y	L'absorbance (A) à l'instant t.	
X	La concentration résiduelle de RC à l'instant t.	
Kf et 1/n:	constantes de Freundlich caractéristiques de l'efficacité d'un adsorbant	

The page features a decorative design with three blue circles of varying sizes, each composed of concentric layers of different shades of blue. These circles are positioned in the top right and bottom right corners. Two thin, light blue lines intersect to form a large 'V' shape that frames the central text.

Liste des tableaux

LISTE DES TABLEAUX

N°	Tableaux	Page
<i>Chapitre I Etude bibliographique:</i>		
I.1	Principaux groupements chromophores et autochromes, classés par intensité croissante.	3
I.2	Taux de fixation sur textile pour les différentes classes de colorants	14
I.3	Principales Différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique	17
I.4	Principales caractéristiques du charbon activé.	26
<i>Chapitre II : Matériels et Méthodes</i>		
II.1	L'ensemble des propriétés de Rouge Congo est récapitulé	36
II.2	Domaine des paramètres étudiés avec les niveaux minimums et maximums	47
<i>Chapitre III : Résultats et discussion</i>		
III. 1	Paramètres physico-chimiques du charbon actif préparé.	49
III.2	résume les groupements fonctionnels caractéristiques des surfaces des matériaux considérés avec leurs natures et nombre d'ondes.	51

III.3	Valeurs de λ_{max} du colorant	51
III.4	Résultats de l'analyse spectrophotométrique des solutions de rouge Congo	52
III.5	résultats de rendement et la capacité d'adsorption de RC.	53
III.6	les valeurs des paramètres de modèle de Langmuir	55
III.7	les valeurs des paramètres de modèle de Langmuir⁵⁶	56
III.8	les valeurs des paramètres de modèle de Freundlich	57
III.9	les valeurs des paramètres de modèle de Freundlich	58
III. 20	comparaison des valeurs de la capacité d'adsorption expérimentale avec celle théorique	59
III. 31	comparaison des valeurs de la capacité d'adsorption expérimentale avec celle théorique	60
III. 42	Matrice de la conception expérimentale et résultats de la capacité d'adsorption	61
III. 53	Analyse statistiques des modèles séquentiels pour la capacité d'adsorption	62
III. 64	Analyse statistique des résultats expérimentaux de l'adsorption du RC. (SS: somme des carrés, Contribution = (Valeur F/\sum Valeur F) \times100).	63

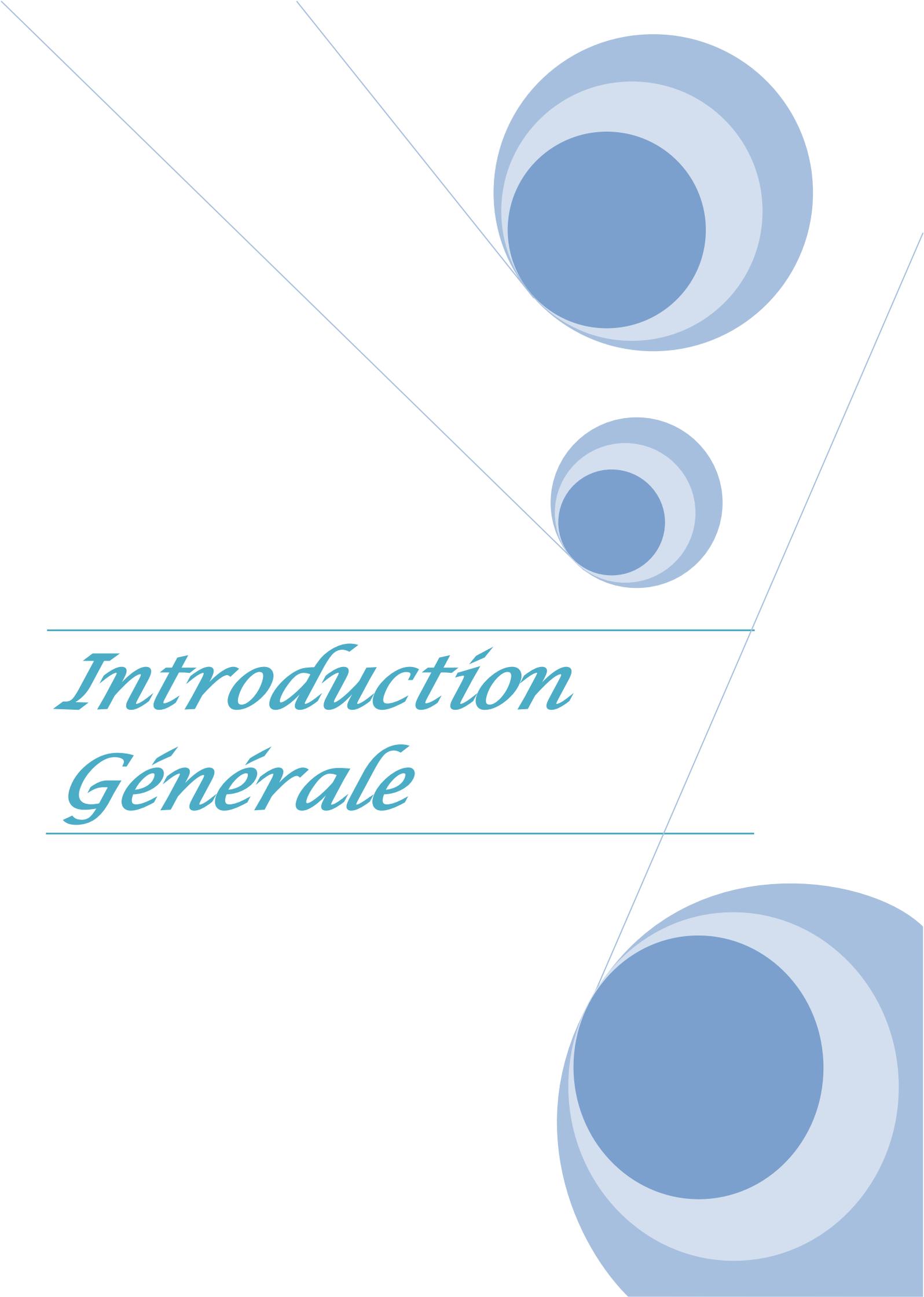
The page features a decorative design with three blue circles of varying sizes, each composed of concentric layers of different shades of blue. These circles are positioned in the top right and bottom right corners. Two thin, light blue lines intersect at the top left, forming a large 'V' shape that extends across the page.

Liste des figures

N°	Figures	Page
<i>Chapitre I Etude bibliographique:</i>		
<i>I.1</i>	structures chimiques développées Azobenzène	5
<i>I.2</i>	structures chimiques développées Anthraquinone	5
<i>I.3</i>	structures chimiques développées indigoïde	6
<i>I.4</i>	structures chimiques développées Xanthène	6
<i>I.5</i>	structures chimiques développées pigment synthétique	7
<i>I.6</i>	structures chimiques développées Ortho nitro phénol	7
<i>I.7</i>	structures chimiques développées d'un colorant de cuve.	9
<i>I.8</i>	Squelette d'un colorant direct	9
<i>I.9</i>	Squelette d'un colorant Mordant	10
<i>I.10</i>	structures chimiques développées d'un colorant développé ou azoïque insoluble	11
<i>I.11</i>	Phénomène d'adsorption	15
<i>I.12</i>	Schéma de l'adsorption physique	16
<i>I.13</i>	Mécanisme du transport d'un adsorbat au sein d'un grain du solide 1-diffusion externe; 2-diffusion interne (dans les pores); 3-migration en surface	18
<i>I.14</i>	Classes des isothermes d'après Gilles et al	21
<i>I.15</i>	Représentation schématique de l'hypothèse des multicouches	23

<i>I.16</i>	Structure cristalline: (a) graphite ; (b) charbon actif	27
<i>I.17</i>	Représentation schématique des différents types de pores	29
<i>I.18</i>	Charbon actif extrudé	29
<i>I.19</i>	Charbon actif grain	30
<i>Chapitre II : Matériels et Méthodes</i>		
II.1	Charbon actif en grain.	31
II.2	Le rouge Congo	36
II.3	Spectrophotomètre UV visible.	38
II.4	Centrifugeuse	38
II.5	agitateur va et vient	39
II.6	Domaine de facteur	42
II.7	Effet d'un facteur	43
II.8	L'ensemble des réponses qui correspondent à tous les points du domaine d'étude forme la surface de réponse	44
<i>Chapitre III : Résultats et discussion</i>		
<i>III.1</i>	spectre infrarouge de charbon actif	50
<i>III.2</i>	Courbe d'étalonnage du RC à 500 nm Equation courbe : $y = 0,04399x + 0,13739$ avec un coefficient de régression $R^2 = 0,99994$	52
<i>III.3</i>	variation des valeurs de rendement d'adsorption de RC on fonction C_0	53

<i>III.4</i>	variation des valeurs de capacité d'adsorption de RC on fonction C_0	54
<i>III.5</i>	Modélisation linéaire par le modèle de Langmuir du RC sur charbon actif	55
<i>III.6</i>	Modélisation linéaire par le modèle de Langmuir du RC sur charbon actif	56
<i>III.7</i>	Modélisation linéaire par le modèle de Freundlich du RC sur charbon actif.	57
<i>III.8</i>	Modélisation linéaire par le modèle de Freundlich du RC sur charbon actif.	58
<i>III.9</i>	Différentes isothermes d'adsorption de RC sur le charbon actif préparé.	59

The background features a white page with a large, light blue triangle on the right side. Three blue circles of varying sizes are arranged vertically within this triangle. The top circle is the largest, the middle one is the smallest, and the bottom one is medium-sized. Each circle has a dark blue center, a medium blue ring, and a light blue outer ring. Two thin, light blue lines intersect at the top left corner, forming a large triangle that contains the circles. The text is centered between two horizontal light blue lines.

*Introducción
Générale*

Introduction générale

L'eau est la matière première la plus importante sur notre planète pour les êtres humains, les animaux, les plantes, et les microorganismes. Pratiquement, tous les phénomènes vitaux de la biosphère, sont liés à la disponibilité de l'eau. L'eau n'est donc pas uniquement espace vital, vecteur énergétique au moyen de transport, mais également un élément essentiel pour tout genre de production. [1]

La pollution des eaux et des sols, accidentellement ou volontairement par certains produits chimiques d'origine industrielle (hydrocarbures, phénols, colorants,...) ou agricole (pesticides, engrais,...) est devenue actuellement un problème crucial et grande inquiétude, puisque elle constitue une source de dégradation de l'environnement et suscite à l'heure actuelle un intérêt particulier à l'échelle internationale. [2]

Les colorants synthétiques organiques sont des composés utilisés dans de nombreux secteurs industriels tels que le domaine automobile, chimique, la papeterie et plus particulièrement le secteur textile, où toutes les gammes de nuances et de familles chimiques sont représentées. Les affinités entre le textile et les colorants varient selon la structure chimique des colorants et le type de fibres sur lesquelles ils sont appliqués. Il n'est pas rare de constater qu'au cours des processus de teinture 15 à 20 % des colorants, et parfois jusqu'à 40% pour les colorants soufrés et réactifs, sont évacués avec les effluents liquides qui sont la plupart du temps directement rejetés vers les cours d'eau sans traitement préalable . [3]

Ces rejets colorés posent un problème esthétique, mais également sanitaire car un grand nombre de ces colorants est toxique. Comme tous les composés organiques dangereux pour l'homme, les colorants synthétiques réclament des traitements spécifiques. Cependant les procédés classiques utilisés par les usines de traitements des eaux usées sont mal et parfois même pas adaptés à la dépollution de ces polluants biocides. [3] Par conséquent, la dépollution des eaux contaminées par ces composés chimiques s'avère nécessaire aussi bien pour la protection de l'environnement que pour une éventuelle réutilisation de ces eaux non conventionnelles et en minimisant les pertes d'eau du fait de ce recyclage. [4].

Ces dernières années, les charbons actifs synthétisés, à partir des résidus d'agriculture ont été largement utilisés comme adsorbant pour traiter les effluents colorés en raison de leur structure poreuse très importante, leur grande surface spécifique et leur grande capacité d'adsorption.

Pour cela, notre objectif de travail est focalisé sur l'intercalation de colorant dans le charbon actif afin de déterminer les principaux points suivants:

- ✓ Déterminer l'influence de quelques paramètres tels que: le pH, la masse d'adsorbant, la concentration de colorant.
- ✓ Etablir et modéliser les isothermes d'adsorption du colorant afin de déterminer les paramètres cinétique de l'adsorption.

A cette fin, notre mémoire est présenté selon le plan suivant :

Après l'introduction, dans le chapitre (I) nous présenterons une mise au point bibliographique sur les substances colorantes synthétiques et le phénomène d'adsorption.

Le chapitre (II) sont donnés consiste en les techniques expérimentales une caractérisation physico-chimique de charbon actif en grain et essais d'optimisation de l'adsorption de colorant (Rouge congo) sur le charbon actif.

Le chapitre (III) expose les résultats et discussions caractérisation physico-chimique de charbon actif et des essais d'optimisation de l'adsorption de colorant (Rouge congo) sur le charbon actif et nous terminerons ce travail par une conclusion générale.

The page features a decorative design with three blue circles of varying sizes, each composed of concentric rings in different shades of blue. These circles are positioned in the upper right and lower right areas. Thin, light blue lines intersect to form a large triangular shape that frames the central text.

Chapitre I :
Étude bibliographique

I.1. Partie A: Généralités sur les colorants

I.1.1. Généralités

Un colorant est défini comme étant un produit capable de teindre une substance d'une manière durable. Il possède des groupements qui lui confèrent la couleur: appelés chromophores et des groupements qui permettent sa fixation: autochromes.

Les matières colorantes se caractérisent par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (de 380 à 750 nm). La transformation de la lumière blanche en lumière colorée par réflexion sur un corps, ou par transmission ou diffusion, résulte de l'absorption sélective d'énergie par certains groupes d'atomes appelés chromophores.

La molécule colorante est un chromogène. Plus le groupement chromophore donne facilement un électron, plus la couleur est intense. Le tableau I.1 donne les groupements chromophores classés par intensité décroissante. D'autres groupes d'atomes du chromogène peuvent intensifier ou changer la couleur due au chromophore, ils sont appelés les groupements auxochromes. Les chromophores sont des systèmes à liaisons π conjuguées ou des complexes de métaux de transition. Les colorants diffèrent les uns des autres par des combinaisons d'orbitales moléculaires. La coloration correspond aux transitions possibles après absorption du rayonnement lumineux entre ces niveaux d'énergie propres à chaque molécule. [42].

Tableau (I.1) : Principaux groupements chromophores et autochromes, classés par intensité croissante.

Groupements chromophores	Groupements auxochromes
Azo (-N=N-)	Amino (-NH ₂)
Nitroso (-NO ou -N-OH)	Méthylamino (-NHCH ₃)
Carbonyl (=C=O)	Diméthylamino (-N(CH ₃) ₂)
Vinyl (-C=C-)	Hydroxyl (-HO)
Nitro (-NO ₂ ou =NO-OH)	Alkoxy (-OR)
Sulphure (>C=S)	Groupements donneurs d'électrons

Un colorant doit posséder, outre sa couleur propre, la propriété de teindre. Cette propriété résultant d'une affinité particulière entre le colorant et la fibre, est à l'origine des principales difficultés rencontrées lors des traitements. En effet, selon le type d'application et d'utilisation, les colorants synthétiques doivent répondre à un certain nombre de critères afin de prolonger la durée de vie des produits textiles sur lesquels ils sont appliqués: résistance à l'abrasion, stabilité photo lytique des couleurs, résistance à l'oxydation chimique (notamment les détergents) et aux attaques microbiennes.

L'affinité du colorant pour la fibre est particulièrement développée pour les colorants qui possèdent un caractère acide ou basique accentué. Ces caractéristiques propres aux colorants organiques accroissent leur persistance dans l'environnement et les rendent peu disposés à la biodégradation. [43].

I. 2.1 Classification des colorants

Les colorants synthétiques sont classés selon leur structure chimique et leur méthode d'application sur différents substrats (textiles, papier, cuir, matières plastiques, etc.).

I.1.2.1. Classification chimique

Le classement des colorants selon leur structure chimique repose sur la nature du groupement chromophore

➤ Les colorants azoïques

Les colorants azoïques sont caractérisés par la présence au sein de la molécule d'un groupement azoïque (-N=N-) reliant deux noyaux benzéniques. 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. [44,20]

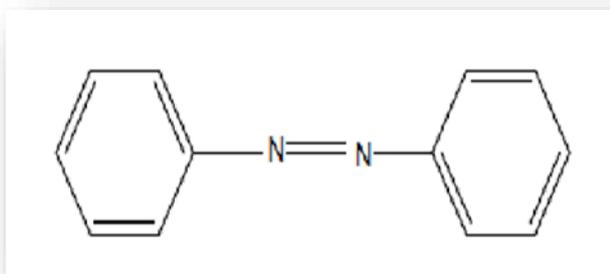


Figure I.1 : structures chimiques développées des Azobenzène

➤ Les colorants anthraquinoniques

Ces colorants sont du point de vue commercial, les plus importants, après les colorants azoïques. Leur formule générale, dérivée de l'antracène montre que le chromophore est un noyau quinonique sur lequel peuvent s'attacher des groupes hydroxyles ou amino. [44 ,20]

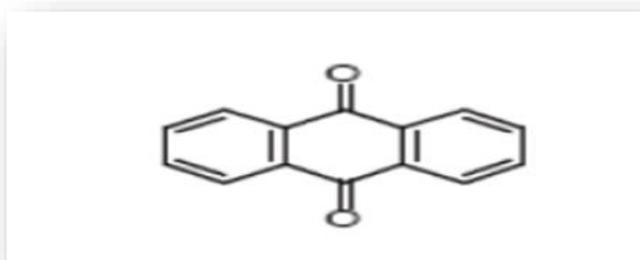


Figure I.2 : structures chimiques développées Anthraquinone

➤ Les Colorants indigoïdes

Ils tirent leur appellation de l'indigo dont ils dérivent. Ainsi, les homologues sélénisés, soufrés et oxygénés du bleu indigo provoquent d'importants effets hypsochromes avec des coloris pouvant aller de l'orange au turquoise. [44,20]

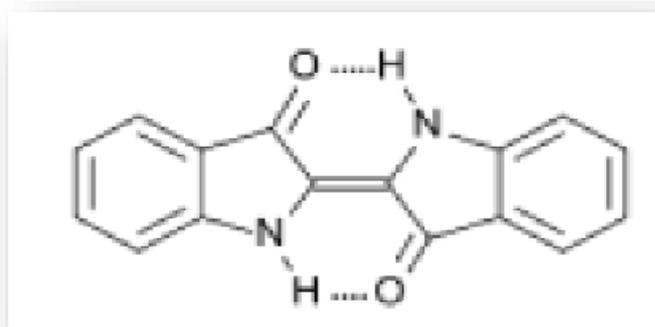


Figure I.3 : structures chimiques développées indigoïde.

➤ Les colorants xanthènes

Le composé le plus connu est la fluorescéine. Ils sont dotés d'une intense fluorescence. Peu utilisés en tant que teinture, leur faculté de marqueurs lors d'accidents maritimes ou de traceurs d'écoulement pour des rivières souterraines est malgré tout bien établie. [44,20]

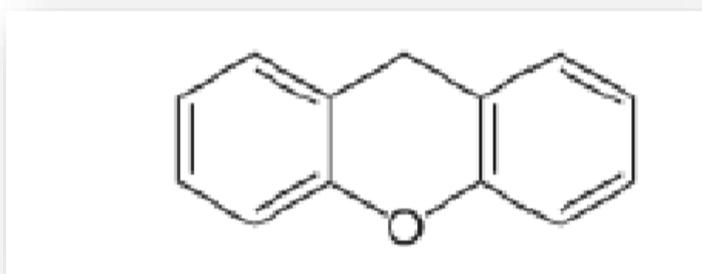


Figure I.4 : structures chimiques développées xanthène

➤ Les colorants Phtalocyanines

Ces colorants ont une structure complexe basée sur l'atome central de cuivre. Les colorants de ce groupe sont obtenus par réaction du dicyanobenzène en présence d'un halogénure métallique (Cu, Ni, Co, Pt, etc.). [44,20]

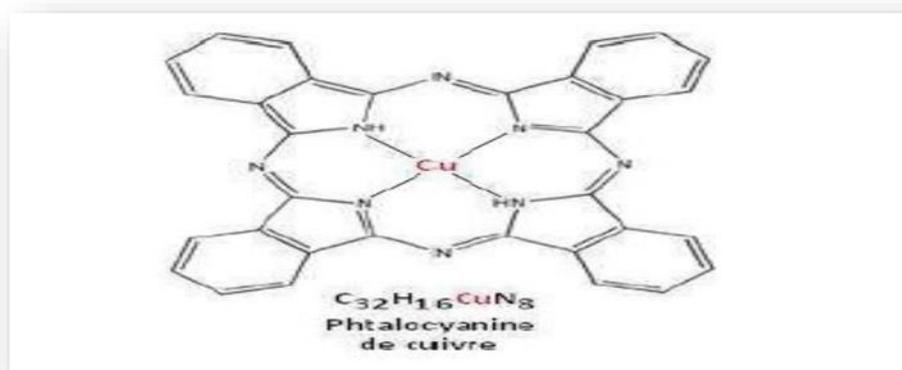


Figure I.5 : structures chimiques développées pigment synthétique

➤ Les colorants nitrés et nitrosés

Ces colorants forment une classe de colorants très limitée en nombre et relativement ancienne. Ils sont actuellement encore utilisés, du fait de leur prix très modéré lié à la simplicité de leur structure moléculaire caractérisée par la présence d'un groupe nitro (-NO₂) en position ortho d'un groupement électro-donneur (hydroxyle ou groupes aminés). [44,20]

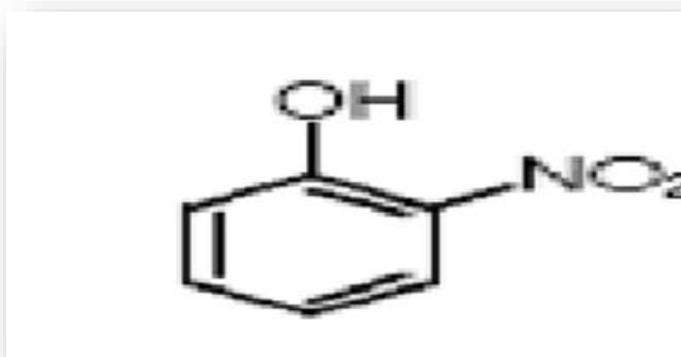


Figure I.6 : structures chimiques développées Ortho nitro phénol

I.1.2. 2. Classification tinctoriale

Si la classification chimique présente un intérêt pour le fabricant de matières colorantes, le teinturier préfère le classement par domaines d'application. Ainsi, il est renseigné sur la solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour les diverses fibres et sur la nature de la fixation. Celle-ci est de force variable selon que la liaison

colorant/substrat est du type ionique, hydrogène, de Van der Waals ou covalente. On distingue différentes catégories tinctoriales définies cette fois par les auxochromes.

➤ **Les colorants acides ou anioniques**

Ils sont solubles dans l'eau, grâce à leurs groupements sulfonates ou carboxylates, 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 groupements amino des fibres textiles. [44,20]

Les colorants basiques ou cationiques

Ils sont des sels d'amines organiques, donc ayant une bonne solubilité dans l'eau. Les liaisons se font entre les sites cationiques des colorants et les sites anioniques des fibres. En phase 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. [44,20]

➤ **Les colorants de cuve**

Ils sont insolubles et doivent être transformés en leucodérivés par réduction alcaline. La teinture se termine par la 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 jean. [44,20]

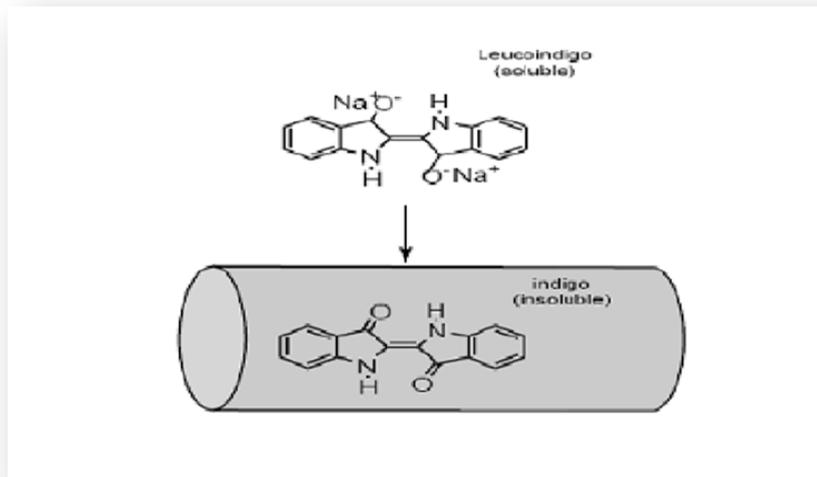


Figure I.7 : structures chimiques développées d'un colorant de cuve.

➤ Les colorants directs

Ils sont capables de former des charges positives ou négatives électrostatiquement attirées par les charges des fibres. Ils se distinguent par leur affinité pour les fibres sans application de mordant, liée à la structure plane de leur molécule. [44,20]

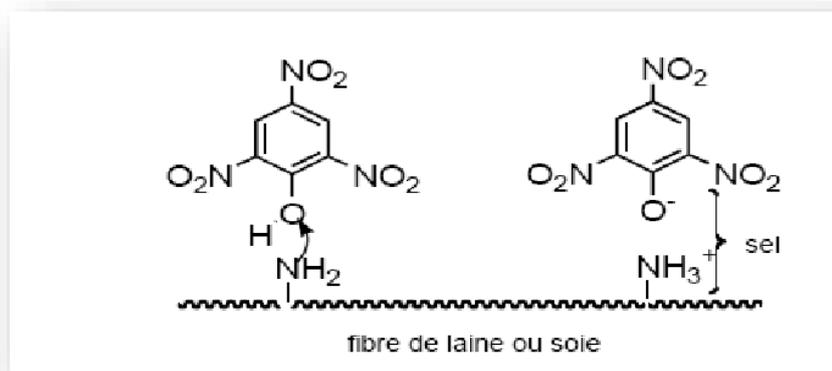


Figure I.8 : structures chimiques développées d'un colorant direct

➤ Les colorants à mordants

Ils contiennent généralement un ligand fonctionnel capable de réagir fortement avec un sel d'aluminium, de chrome, de cobalt, de cuivre, de nickel ou de fer pour donner différents complexes colorés avec le textile. [44,20]

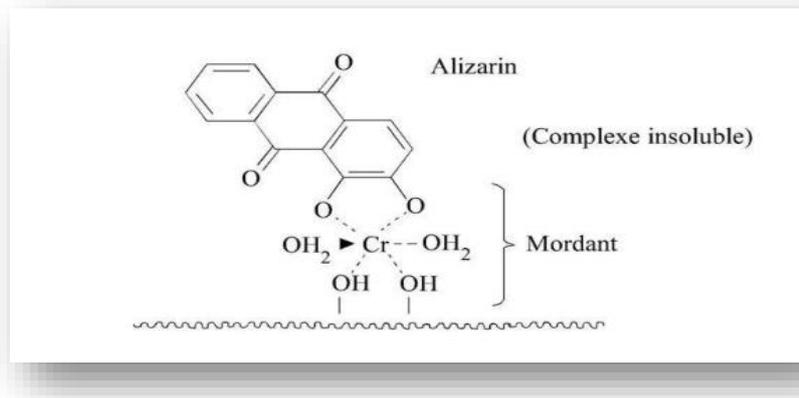


Figure I.9 : structures chimiques développées d'un colorant Mordant

➤ Les colorants réactifs

Ces colorants contiennent des groupes chromophores issus essentiellement des familles azoïques, anthraquinoniques et phtalocyanines. 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. Ils sont Solubles dans l'eau et entrent de plus en plus fréquemment dans la teinture du coton et éventuellement dans celle de la laine et des polyamides. [44,20]

➤ Les colorants développés ou azoïques insolubles

Ces colorants sont formés directement sur la fibre. Au cours d'une première étape, le support textile est imprégné d'une solution de naphthol ou copulant. Les précurseurs de la molécule, suffisamment petits pour diffuser dans les pores et les fibres, sont ensuite traités avec une solution de sel de diazonium qui par réaction de copulation, entraîne le développement immédiat du colorant azoïque. [44,20]

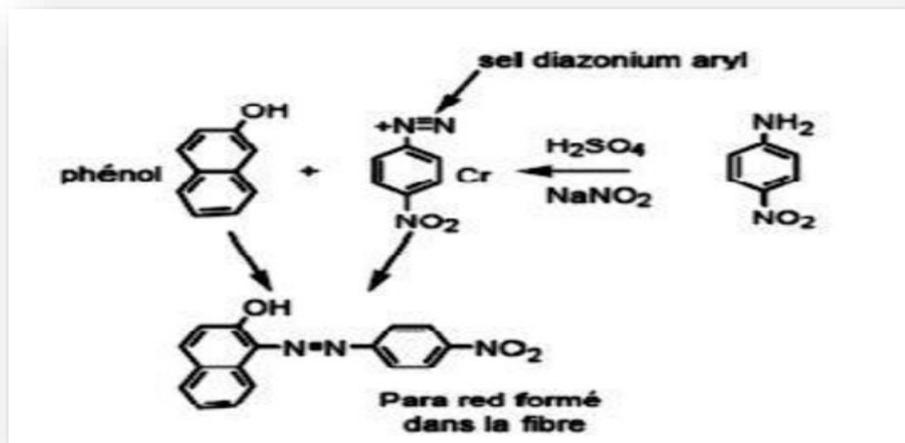


Figure I.9 : structures chimiques développées d'un colorant développé ou azoïque insoluble

➤ Les colorants dispersés

Ces colorants sont très peu solubles dans l'eau et sont appliqués sous forme d'une fine poudre dispersée dans le bain de teinture. Ils sont en mesure, lors d'une teinture à haute température, de se diffuser dans les fibres synthétiques et de s'y fixer. [44,20]

I.1.3. Utilisation et application des colorants

L'industrie des colorants constitue un marché économique considérable car de nombreux produits industriels peuvent être colorés, principalement :

- pigments (industrie des matières plastiques) ;
- encre, papier (imprimerie) ;
- colorants alimentaires (industrie agro-alimentaire) ;
- pigments des peintures, matériaux de construction, céramiques (industrie du bâtiment)
- colorants capillaires (industrie des cosmétiques) ;
- colorants et conservateurs (industrie pharmaceutique)
- carburants et huiles (industrie automobile etc.....) ;

- colorants textiles à usage vestimentaire, de décoration, du bâtiment, du transport, colorants textiles à usage médical etc. [45]

I.1.4. Toxicité des colorants

I.1.4.1. Dangers évidents

a) Eutrophisation

Sous l'action des microorganismes, les colorants libèrent des nitrates et des phosphates dans le milieu naturel. Ces ions minéraux introduits en quantité trop importante peuvent devenir toxiques pour la vie piscicole et altérer la production d'eau potable. Leur consommation par les plantes aquatiques accélère leur prolifération anarchique et conduit à l'appauvrissement en oxygène par inhibition de la photosynthèse dans les strates les plus profondes des cours d'eau et des eaux stagnantes. [3]

b) Sous-oxygénation

Lorsque des charges importantes de matière organique sont apportées au milieu aqueux via des rejets ponctuels, les processus naturels de régulation ne peuvent plus compenser la consommation bactérienne d'oxygène. la dégradation de 7 à 8 mg de matière organique, par des micro-organismes, suffit pour consommer l'oxygène contenu dans un litre d'eau. [46]

c) Couleur, turbidité, odeur

L'accumulation des matières organiques dans les cours d'eau induit l'apparition de mauvais goûts, prolifération bactérienne, odeurs pestilentielles et des colorations anormales sachant qu'une coloration pouvait être perçue par l'oeil humain à partir de 5×10^{-6} g/L. En dehors de l'aspect inesthétique, les agents colorants ont la capacité d'interférer avec la transmission de la lumière dans l'eau, bloquant ainsi la photosynthèse des plantes aquatiques. [47]

I.1.4.2. Dangers à long terme

a) Persistance

Les colorants organiques synthétiques sont des composés impossibles à épurer par dégradations biologiques naturelles. [48] Cette persistance est en étroite relation avec leur réactivité chimique. Ainsi:

- ◆ Les composés insaturés sont moins persistants que les saturés,
- ◆ Les alcanes sont moins persistants que les aromatiques,

- ◆ La persistance des aromatiques augmente avec le nombre de substituants,
- ◆ Les substituants halogènes augmentent la persistance des colorants plus que les groupements alkyles.

b) Bio-accumulation

Si un organisme ne dispose pas de mécanismes spécifiques, soit pour empêcher la résorption d'une substance, soit pour l'éliminer une fois qu'elle est absorbée, alors cette substance s'accumule. Les espèces qui se trouvent à l'extrémité supérieure de la chaîne alimentaire, y compris l'homme, se retrouvent exposées à des teneurs en substances toxiques pouvant être jusqu'à mille fois plus élevées que les concentrations initiales dans l'eau. [49]

c) Cancer

Si la plupart des colorants ne sont pas toxiques directement, une portion significative de leurs métabolites l'est. Leurs effets mutagènes, tératogène ou cancérigène apparaissent après dégradation de la molécule initiale en sous-produits d'oxydation : amine cancérigène pour les azoïques, leuco-dérivé pour les triphénylméthanes. [44]

d) Sous-produits de chloration

Le chlore utilisé pour éliminer les microorganismes pathogènes réagit avec la matière organique pour former des trihalométhanés (THM) pouvant atteindre plusieurs centaines de mg/L. Les sous-produits de chloration sont responsables du développement de cancer du foie, des poumons, des reins et de la peau chez l'homme. [49]

I.1.5.Procédés de traitement des colorants

Au cours des différentes étapes de teintures, des quantités plus ou moins importantes de colorants sont perdues par manque d'affinité avec les surfaces à teindre ou à colorer (tableau I-2). Ces rejets organiques sont toxiques et nécessitent une technique de dépollution adaptée.

Tableau (I-2) : Taux de fixation sur textile pour les différentes classes de colorants.[49]

Classe de colorant	Degré de fixation (%)	Fibre utilisée
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...etc.) 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 se divisent en trois catégories : [3]

❖ **Traitement Physique: qui comprend :**

- les méthodes de précipitation (coagulation, floculation, sédimentation),
- l'adsorption,
- l'osmose inverse, filtration,
- l'incinération.

❖ **Traitement Chimique:** et qui inclut l'utilisation de :

- l'oxydation classique (oxygène, ozone, oxydants tels que NaOCl, H₂O₂),
- la réduction par (Na₂S₂O₄),
- la méthode compleximétrique,

- Résine l'échangeuse d'ions,
 - ❖ **Biologique:** et qui compte :
 - le traitement aérobie,
 - le traitement anaérobie

I.2.Partie B: Généralités sur l'adsorption

I.2.1. Définition

L'adsorption est un phénomène physico-chimique de transfert de matière d'un fluide vers la surface d'un solide. La substance qui se fixe est appelée adsorbat, le solide qui est le siège de l'adsorption est nommé adsorbant. Ce phénomène spontané provient de l'existence de forces non compensées à la surface de l'adsorbant [5]. Il se traduit en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles (gaz /solide ou liquide/solide) [6].

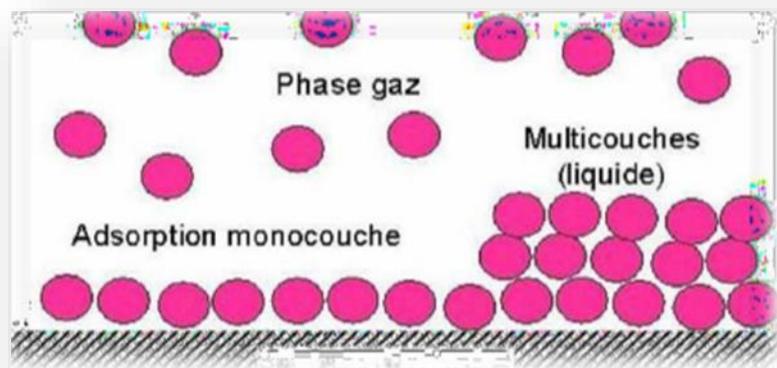


Figure I.10 : Phénomène d'adsorption[20]

I.2.2. Les types d'adsorption

La nature des forces mises en jeu permet de distinguer deux types d'adsorption :

I.2.2.1. L'adsorption physique ou adsorption de Van Der Waals:

L'adsorption physique est un phénomène réversible qui résulte de l'attraction entre les molécules d'adsorbant composant la surface du solide et les molécules du soluté de la phase

fluide, ces forces attractives sont de nature physique, comprenant les forces dites de Wan Der Waals ne détruisant pas l'individualité des molécules et lorsqu'elles opèrent, correspondent à des énergies faibles qui sont de l'ordre de quelques kilojoules par mole. [7]. Ce phénomène consiste essentiellement dans la condensation de molécules sur la surface du solide et il est favorisé en conséquence par un abaissement de la température [8].

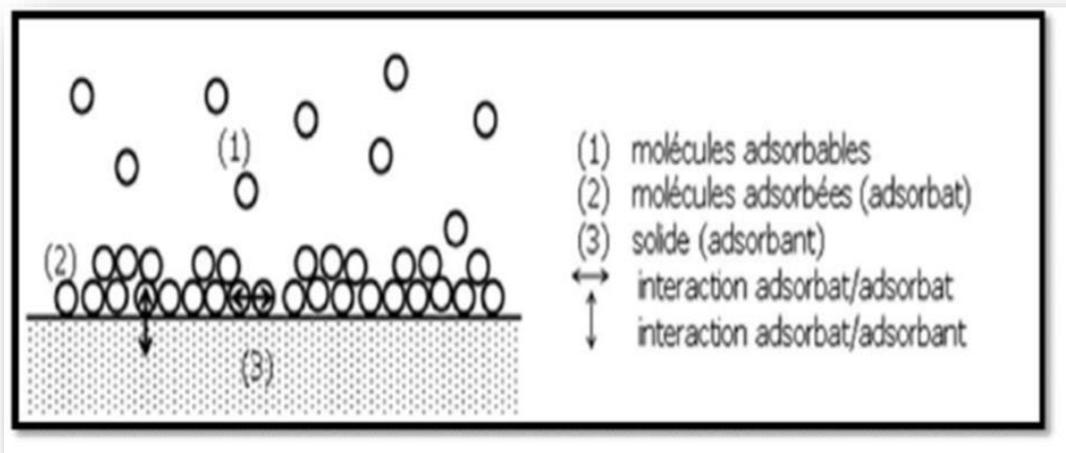


Figure I.11 : Schéma de l'adsorption physique. [35]-

I.2.2.2 : L'adsorption chimique

Ou consiste en une interaction chimique. Les énergies de liaison mises en jeu sont de l'ordre de 40 kJ.mole⁻¹ et plus. C'est un phénomène qui, par sa spécificité, son énergie d'activation et sa chaleur dégagée, s'apparente à une réaction chimique entre molécule en solution et la surface du support. Il y a formation de fortes liaisons entre adsorbat et adsorbant (covalent par exemple). La couche adsorbée est au mieux mono moléculaire. Ce phénomène est plus lent que la physisorption et nécessite une énergie d'activation [9]. Il est à noter que la physisorption est souvent la première étape de la chimisorption et que l'apport d'une énergie d'activation (sous forme thermique par exemple) permet de franchir la barrière énergétique et l'établissement de la liaison covalente surface/ adsorbat [10].

La comparaison entre ces deux types d'adsorption se fait en se basant sur plusieurs critères, regroupés dans le tableau suivant :

Tableau I.3: Principales Différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique [11].

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Energie d'adsorption	5 à 10 Kcal/mole	20 à 100 Kcal/mole
Température de processus	Inférieure à la température d'ébullition de l'adsorbat	Elevée
Nature de liaison	Physique (Van der Waals)	Chimique
Désorption	Plus ou moins parfaite	Difficile
Energie d'activation	Non appréciable	Peut être mise en jeu
Cinétique	Très rapide	Lente
Etat de surface	Formation de multicouches	Conduit tout ou plus à Une mono couche

I.2.3. Mécanismes d'adsorption:

L'adsorption se produit principalement en trois étapes :

1-Transfert de masse externe (diffusion externe) qui correspond au transfert du solute (molécules de la phase liquide) du sein de la solution à la surface externe des particules.

2-Transfert de masse interne dans les pores (diffusion interne) qui a lieu dans le fluide remplissant les pores ; les molécules se propagent de la surface des grains vers leur centre à travers les pores.

3- Diffusion de surface Pour certains adsorbants, il peut exister également une contribution de la diffusion des molécules adsorbées le long des surfaces des pores à l'échelle d'un grain d'adsorbant [12].

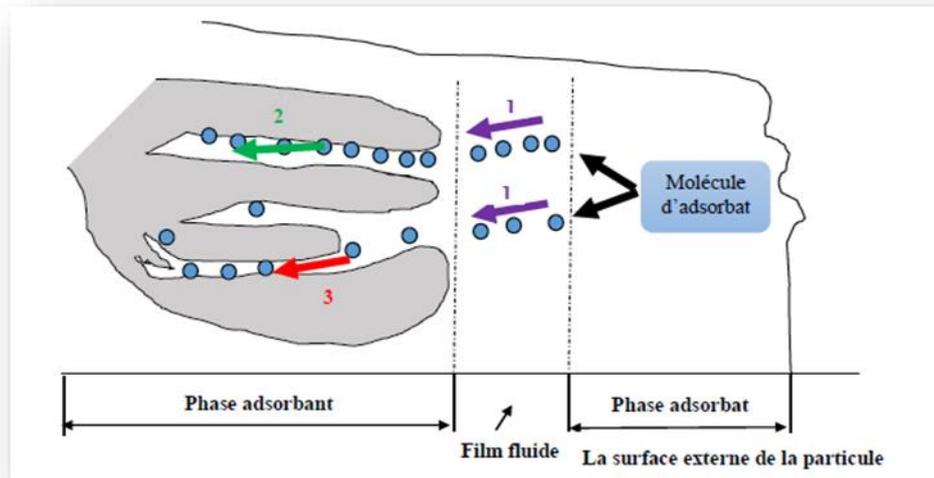


Figure I.12 : Mécanisme du transport d'un adsorbant au sein d'un grain du solide

1-diffusion externe; 2-diffusion interne (dans les pores); 3-migration en surface [13].

I.2.4 Facteurs influençant à l'équilibre d'adsorption

I.2.4. 1- La surface spécifique

La surface spécifique d'un solide est définie comme étant sa surface par unité de masse. Elle est exprimée en (m^2/g). L'adsorption est directement proportionnelle à la surface spécifique d'adsorption. Cette surface dépend de la surface spécifique géométrique, de la surface des crevasses, des marches, des pores et autres imperfections de surface. Elle dépend aussi de la taille des solides (adsorbant). Chaque fois qu'un solide est divisé en particules plus petites, il y a augmentation de la surface exposée [14].

I.2.4. 2- Température

Le phénomène d'adsorption est exothermique, ainsi les résultats sont meilleurs à froid. La vitesse d'adsorption est une fonction de la température du type Arrhenius.

I.2.4. 3- La masse de l'adsorbant

La capacité d'adsorption est d'autant plus grande que la masse de l'adsorbant dans la solution est importante. Du fait du coût élevé des adsorbants, le choix d'un rapport liquide-solide optimal est recommandé. [15]

I.2.4. 4- Le temps de contact

La vitesse d'adsorption est généralement rapide au début du processus, et elle devient ensuite plus lente, puisque le taux maximal de l'adsorption est généralement atteint après un court temps du contact entre l'adsorbant et l'adsorbat. [16].

I.2.4. 5 - Le pH

Le pH du milieu est un facteur influençant à la fois sur, la structure de l'adsorbant et de l'adsorbat, ainsi que sur le mécanisme d'adsorption. Pour cela, il est considéré comme l'un des paramètres importants contrôlant le processus d'adsorptions. Dans les plupart des cas, les meilleurs résultats sont acquis aux pH les plus faibles. Cette propriété s'applique particulièrement à l'adsorption de substances acides. [17]

I.2.4. 6 - Porosité

La porosité est liée à la répartition de la taille des pores. Elle reflète la structure interne des adsorbants microporeux. [18]

I.2.4. 7- Natures de l'adsorbat

D'après la règle de LUNDELIUS : «Moins une substance est soluble dans le solvant, mieux elle est adsorbée». Pour qu'une molécule soit adsorbée, il faut d'abord rompre le lien avec le solvant.[19]

I.2.5 Isothermes d'adsorption

L'étude de l'adsorption d'un gaz par un solide est en général destinée à fournir des informations sur la surface spécifique et sur la structure poreuse du solide. La quantité de gaz

retenue par un échantillon donné dépend de la température T , de la pression p de la vapeur, et de la nature du gaz et du solide

$$N_a = f(P, T, \text{gaz}, \text{solide}) \quad (\text{I.1})$$

N_a : représente le nombre de moles adsorbées.

Pour un système particulier à une température donnée, l'isotherme d'adsorption est l'expression de la quantité adsorbée en fonction de la pression [21].

I.2.6 Classification des isothermes d'adsorption

L'isotherme d'adsorption représente les quantités adsorbées de soluté en fonction de la concentration de ce dernier en solution à une température donnée (Figure). L'allure de la courbe d'isotherme varie selon le couple adsorbat-adsorbant étudié. Les isothermes d'adsorption des solutés ont été classées par Giles et coll. en quatre principales classes [22] :

a) isothermes de type S (dite sigmoïde): Les isothermes de cette classe présentent, à faible concentration, une concavité tournée vers le haut.

b) isothermes de type L (dite Langmuir): sont les plus fréquentes. Ce comportement se rencontre dans le cas où l'adsorption est faible et lorsque les molécules de l'adsorbat sont orientées à plat.

c) isothermes de type H (haute affinité) : 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.

d) isothermes de type C sont sous forme de ligne droite, ce type de courbe est obtenu lorsqu'il y a compétition entre le solvant et le soluté pour occuper les sites de l'adsorbant.

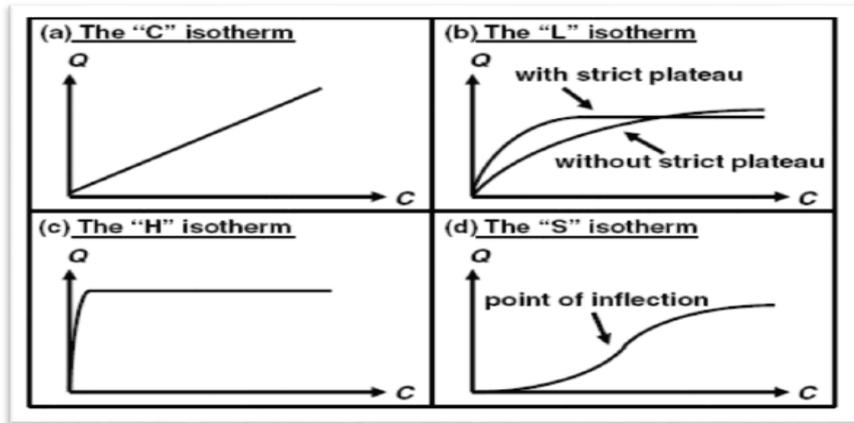


Figure 1.13 : Classes des isothermes d'après Gilles et al. [23]

I.2.7 Modèles 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 et à une température donnée.

I.2.7 .1 - modèle de Langmuir :

Le modèle de Langmuir est basé sur les hypothèses suivantes :

- ❖ Formation d'une seule couche d'adsorbat.
- ❖ Existence de sites bien définis.
- ❖ Une surface uniforme sans interactions entre les molécules adsorbées.

La forme linéaire de l'équation de Langmuir est : [24,25]

$$\frac{c_e}{Q_e} = \frac{1}{q_{max}K_L} + \frac{1}{q_{max}} C_e \quad (I.2)$$

Ou' :

C_e : est la concentration à l'équilibre de l'adsorbat dans la solution exprimée en (mol/l).

Q_e : est la quantité d'adsorbat fixée par unité de masse d'adsorbant à l'équilibre exprimée en (mol/g).

q_{max} : Capacité maximale d'adsorption de la monocouche, exprimé en (mg/g).

K_L : Paramètre de Langmuir (l/mg).

En traçant C_e/q_e en fonction de C_e on obtient une droite de pente $\frac{1}{q_{max}}$ et d'ordonnée à

L'origine. $\frac{1}{q_{max}K_L} K_L$.

Une constante sans dimension, communément appelée « facteur de séparation » (R_l) définie par Webber et Chakkravorti [26] peut être représentée comme suit :

$$R_l = \frac{1}{1+k_l} C_e \quad (\text{I.3})$$

C_0 : concentration initiale

Selon la valeur R_l on peut dire que :

- ❖ l'isotherme est irréversible ($R_l=0$).
- ❖ l'isotherme est favorable ($0 < R_l < 1$)
- ❖ l'isotherme est linéaire ($R_l=1$)
- ❖ l'isotherme est défavorable ($R_l > 1$)

I.2.7.2 - modèle de Freundlich : [27]

En 1926, Freundlich a établi une isotherme très satisfaisante qui peut s'appliquer avec succès à l'adsorption des gaz, mais qui a été principalement utilisée pour l'adsorption en solution dilués. Il a constaté que le mécanisme de ce processus est assez complexe, du fait de l'hétérogénéité de la surface, ce qui rend la chaleur d'adsorption variable. L'équation de Freundlich s'écrit comme suit:

$$q_e = \frac{x}{m} = K_f \cdot C_e^{1/n} \quad (\text{I.4})$$

K_f et n sont des constantes de Freundlich qu'il faut évaluer pour chaque solution et pour chaque température et sont uniques pour un composé donné. K_f caractérise le pouvoir adsorbant du support et $1/n$ l'affinité du soluté pour l'adsorbant.

L'équation de Freundlich est cependant utile sous sa forme logarithmique, soit :

$$\text{Log } q_e = \text{log} K_f + (1/n) \text{log} C_e \quad (\text{I.5})$$

I.2.7 .3- modèle de B. E. T (Brunauer, Emmet et Teller)

L'hypothèse de B.E.T. repose sur la formation de multicouches où les molécules se posent les unes sur les autres et donnent une zone inter-faciale pouvant contenir plusieurs épaisseurs de molécules adsorbées (**Figure I.13**).

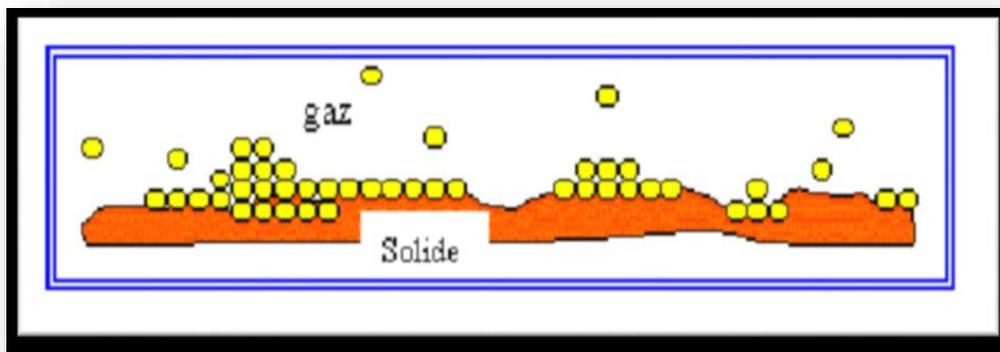


Figure I.13 : Représentation schématique de l'hypothèse des multicouches. [20]

Ce modèle suppose la formation de multicouches d'adsorbat, une distribution homogène des sites de la surface de l'adsorbant et l'existence d'une énergie d'adsorption qui retient la première couche de molécules adsorbées et une deuxième énergie qui retient les couches suivantes. Le modèle rend compte aussi du phénomène de saturation en faisant intervenir la solubilité du soluté dans son solvant, sous forme de concentration de saturation (C_s).

I.2.8 Domaine d'application de l'adsorption:

L'adsorption qui s'avère comme un traitement efficace à l'industrie. En pratique, elle est utilisée dans les cas suivants [29] :

- Séchage;
- Traitement des huiles;
- Traitement des gaz;
- Industrie textile;
- Décoloration et traitement des eaux.

I.2.9 Les adsorbants

Généralement, les adsorbants permettent de réaliser la séparation des composants d'un mélange en retenant plus ou moins, ceux-ci, par le biais de liaisons dont l'intensité varie selon la nature des molécules présentes dans le mélange. Au sens strict, tous les solides sont des adsorbants. Cependant, seuls les adsorbants ayant une surface spécifique suffisante (surface par unité de masse) peuvent avoir des intérêts pratiques. Les adsorbants industriels ont généralement des surfaces spécifiques au-delà de $100 \text{ m}^2.\text{g}^{-1}$, atteignant même quelques milliers de $(\text{m}^2.\text{g}^{-1})$. Ces adsorbants sont nécessairement microporeux avec des tailles de pores inférieures à 2 nm ou méso-poreux avec des tailles de pores comprises entre 2 nm et 50 nm (selon la classification de l'IUPAC). Les adsorbants industriels les plus courants sont les suivants : les charbons actifs, les zéolithes, les gels de silice, les argiles activées (ou terres décolorantes) et les alumines activées [30].

De plus, ce phénomène est influencé par de nombreux facteurs qui sont relatifs aux propriétés Physico-chimiques absorbant (charbon), et ainsi que l'adsorbat les conditions extérieures.

I.2.10 Les facteurs d'adsorption

I.2.10.1- Les facteurs liés à l'adsorbant:

- ✓ La granulométrie influence la cinétique d'adsorption ainsi que l'accessibilité aux pores.
- ✓ L'indice d'iode est un indicateur global de la capacité d'adsorption vis-à-vis des petites molécules. Il s'agit de la masse de diode (en g) capable de se fixer sur les instaurations de 100g de matière. Plus il est élevé, plus grande sera la capacité du charbon.

I.2.10.2 Les facteurs liés à l'adsorption

- ✓ La solubilité est inversement proportionnelle à la capacité d'adsorption.
- ✓ L'augmentation de la masse moléculaire accroît la capacité d'adsorption. Cependant, si elle devient trop grosse, elle n'a plus accès aux micropores, donc cela va diminuer le nombre de sites possibles de façon conséquente.
- ✓ La structure de la molécule influence sa capacité d'adsorption. Plus une molécule se rapproche d'une structure symétrique ou coplanaire, plus elle sera adsorbable. De même pour la répartition des charges de façon homogène, par opposition aux molécules dont la charge est concentrée sur un atome.

I.2.10.3 Les facteurs extérieurs

Etant donné que le phénomène d'adsorption est exothermique, l'augmentation de la température entraîne la diminution de la capacité d'adsorption.

I.2.11. Les avantages et les inconvénients [31]

A- Avantage:

- Bonne espérance d'efficacité sur une large gamme de substances.
- Complémentaire des traitements classiques préalables.
- Bonne reproductibilité des essais laboratoire à l'échelle industrielle.
- Nombreux types de charbon "technique" disponibles sur le marché.
- Possibilité de régénérer plusieurs fois la même charge de charbon.
- Souplesse de fonctionnement.
- Adaptation facile en finition d'une filière existante (moyennant mise en place d'une protection par filtration pour éviter les colmatages).
- Un des procédés les moins onéreux parmi les procédés équivalents cités dans l'étude. (peu d'équipements et d'instrumentation, simplicité du principe).
- Possibilités de location d'installations mobiles (ne serait-ce que pour valider la filière dans un premier temps).

B- Inconvénients:

- Gestion des eaux de lavages (si régénération à l'eau).
- 2 unités en parallèle si la continuité de fonctionnement est nécessaire (1 en régénération, 1 en fonctionnement), ou utilisation de bonbonnes interchangeables.
- Nécessité d'essais préalable en laboratoire (capacités d'adsorption, risques de relargage, CA le mieux adapté, estimation des coûts de fonctionnement).
- Le coût du charbon augmente avec sa "technicité".
- Non adapté au traitement des effluents chargés (saturation).
- Précautions à prendre au redémarrage après un arrêt prolongé (risques de relargage).
- Suivi analytique régulier pour anticiper les régénérations.
- Performances très variables, fortement dépendantes des autres polluants présents - efficacités supérieures à 50% dans les cas favorables.
- Procédé non sélectif - Risque de coûts de régénération ou de renouvellement élevés en cas de fortes teneurs en polluants.

La présence de plusieurs molécules dans une solution va induire une compétition entre celles - ci. En eau naturelle, la compétition est importante entre les micropolluants (concentration maximum de quelques $\mu\text{g/L}$) et la matière organique naturelle (concentration de l'ordre du mg/L). Par conséquent, leur concentration respective désavantage les micropolluants présents dans l'eau. De plus, la matière organique occupe les macropores (plus de 50nm de diamètre) du charbon du fait de leur grande taille. Cette position entraîne la diminution du nombre de sites d'adsorptions accessibles aux plus petites molécules (pesticides). La matrice organique a donc pour effet de diminuer la surface spécifique du charbon [30].

I.2.12 Les matériaux adsorbant

I.2.12.1- Définition de charbon actif

Le charbon actif est une dénomination généralement utilisée pour caractériser des matériaux inertes à structure carbonée possédant une surface spécifique très développée et un haut degré de porosité. Ce sont des carbones que l'on a activés afin d'accroître leur pouvoir adsorbant [32].

Tableau (I.4) : Principales caractéristiques du charbon activé. [36]

Caractéristique	Description
Diamètre Effectif	Poudre: 8-9 ; granules : 0,55-1,05. Augmentation du taux d'adsorption et des pertes de charge lorsque la grosseur des grains diminue.
Surface d'adsorption	De 850 à 1500 m^2/g . Plus cette surface est grande plus le charbon activé est efficace.
Nombre de mélasse	Il est associé à la capacité du charbon activé d'absorber les impuretés de masses moléculaires élevées.
Densité brute	Evolution du volume de charbon activé utilisé

a) Structure du charbon actif :

La structure du charbon actif est semblable à celle du graphite. En effet la structure cristalline de ce dernier consiste en un ensemble de couches planes d'atomes de carbone, ordonnés en hexagone réguliers, comparables aux cycles aromatiques (figure I. 4). L'analyse de diffraction aux rayons X, révèle que sa structure est graphitique, mais avec quelques différences, notamment par la disposition des ces couches planes d'atomes de carbone en un agencement désordonné et par la formation de groupements fonctionnels, dus à la présence d'hétéroatomes (oxygène, métaux, hydrogène...) dans le réseau cristallin. D'ailleurs ces modifications de structure pourront engendrer des interactions spécifiques (groupements fonctionnels) et des interactions non spécifiques (hétérogénéité du réseau) pour cet adsorbant [34]

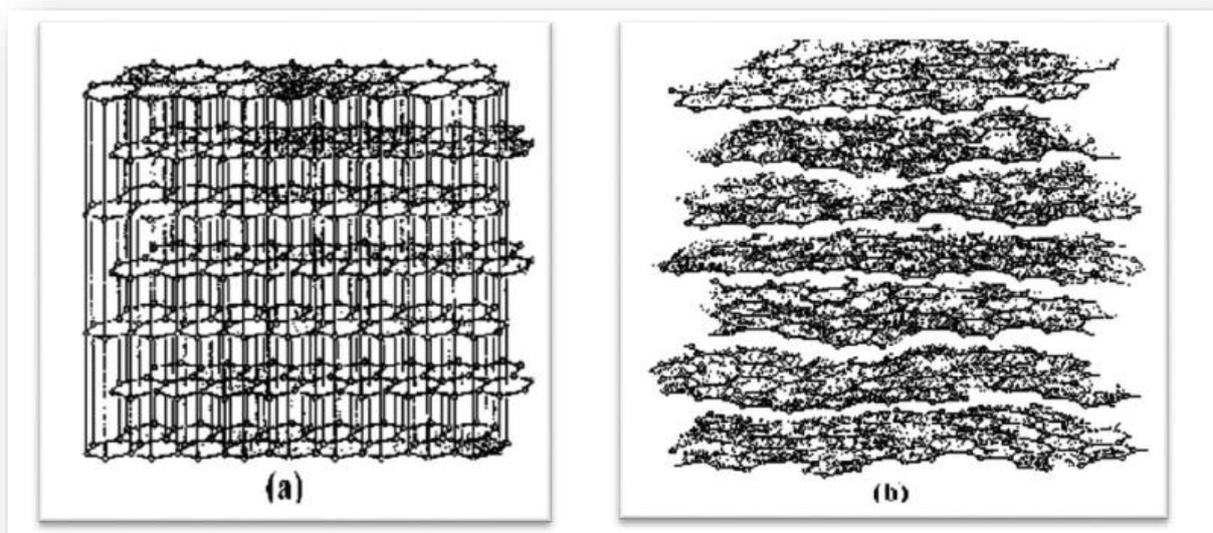


Figure I.14 : Structure cristalline: (a) graphite ; (b) charbon actif

a) Utilisation du charbon actif

Les charbons actifs sont utilisés dans la plupart des procédés industriels. Ils interviennent dans les industries chimiques, pharmaceutiques et agro-alimentaires pour purifier les produits. Les charbons actifs destinés à l'adsorption des gaz, comme ceux qui sont utilisés dans les cartouches de masque à gaz, comportent un réseau très développé de micropores. Pour la récupération des solvants, les charbons utilisés sont ceux qui ont des micropores plus larges.

En effet, l'adsorption a lieu en phase vapeur et les micropores doivent être assez gros pour que la rétention soit faible et la désorption soit aisée. La matière première utilisée est souvent le bois.

Dans le cas de l'adsorption en phase liquide qui permet par exemple de décolorer certaines solutions se sont les méso-pores les plus gros qui jouent le rôle le plus important. La nature de la surface est également un facteur déterminant du pouvoir adsorbant, principalement vis-à-vis des électrolytes [33]

b) Texture du charbon actif :

La texture du charbon actif se caractérise essentiellement par deux paramètres qui sont l'aire spécifique et la porosité. Ils sont essentiels pour la détermination des capacités et des cinétiques d'adsorption. Une classification simple permet de distinguer trois sortes de pores [34]. Il s'agit des :

- **Macropores** : ils possèdent un rayon moyen compris entre 500 et 1000 Å et peut atteindre jusqu'à 20000 Å. L'ordre de grandeur de leurs aires massiques (0,5 à 2 m²/g) montre qu'ils influencent faiblement la capacité d'adsorption.
- **Mésopores** : ils ont un rayon compris entre 18-20 Å et 500-1000 Å. Leurs surfaces spécifiques (25 à 75 m².g⁻¹) montrent qu'ils peuvent influencer moyennement la capacité d'adsorption. En effet, les phénomènes de condensation capillaire ne peuvent se dérouler qu'à l'intérieur de ces mésopores. Ils sont considérés comme des pores de transition en contrôlant le passage des adsorbats vers les micropores.
- **Micropores** : ils constituent pratiquement l'essentiel de la surface spécifique totale (95 %). Leur rayon qui est inférieur à 18-20 Å (de l'ordre de la taille des molécules simples) leur confère un très grand rôle dans le processus d'adsorption. Concernant le pouvoir adsorbant du charbon actif, il a été clairement établi que la porosité peut limiter les capacités de ce matériau vis-à-vis des molécules complexes, principalement Etude bibliographique 19 celles à haut poids moléculaire. Ce qui va contrôler la vitesse de diffusion des substrats à l'intérieur des particules du charbon actif [36].

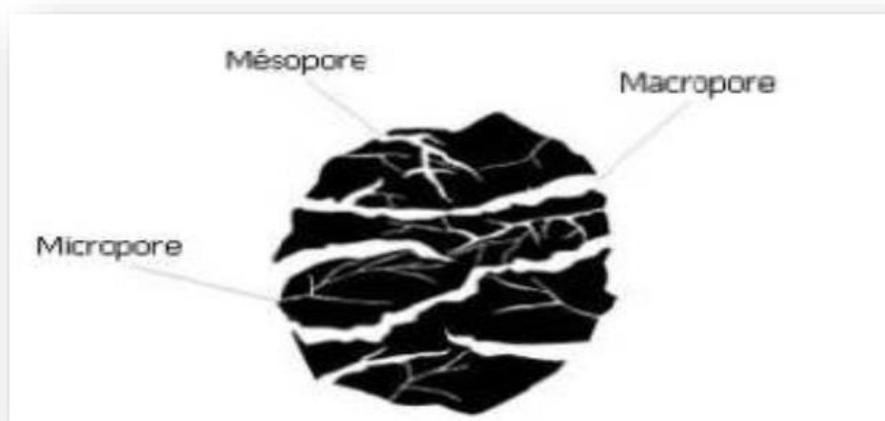


Figure I.15 : Représentation schématique des différents types de pores. [37]

a) Différentes formes du charbon actif : [11]

Les formes du charbon actif les plus utilisés sont:

✓ **Le charbon actif extrudé :**



Figure I.16 : Charbon actif extrudé

Le charbon actif extrudé est de forme cylindrique avec des diamètres allant de 0.8 mm à 5 mm. Il est principalement utilisé pour des applications en phase gazeuse à cause de sa faible perte de charge, de sa grande résistance mécanique et de sa faible teneur en poussières.

✓ **Le charbon actif en poudre : [11]**



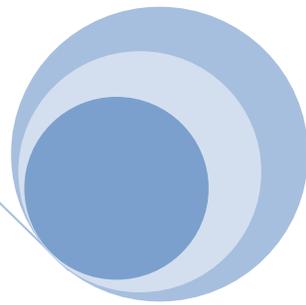
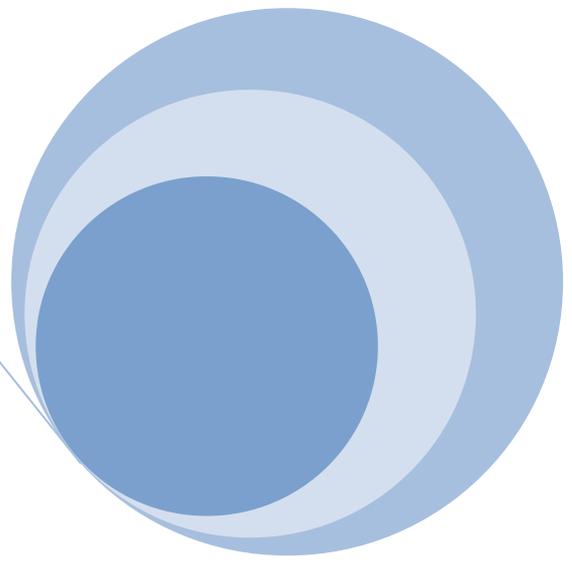
Figure I.16 : Charbon actif en poudre.

Les charbons actifs en poudre présentent une granulométrie inférieure à 100 μ m avec un diamètre moyen situé entre 15 et 25 μ m. Ils ont une large surface externe et une faible profondeur de diffusion, ce qui engendre une vitesse d'adsorption très rapide.

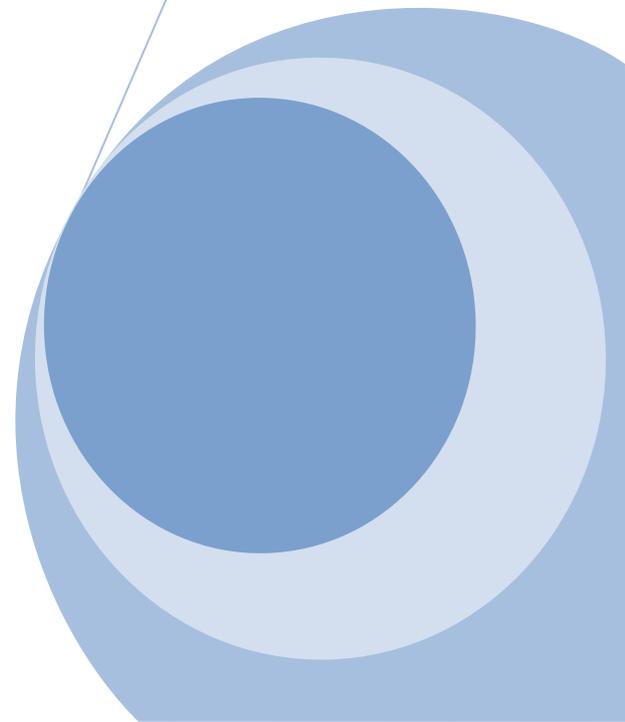
✓ **Le charbon actif en grain : [11]**



Figure I.17 : Charbon actif grain



Chapitre II :
Matériels et Méthodes



II.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous exposons les propriétés physico-chimiques du colorant étudié, Rouge Congo, et les techniques de caractérisation de type de charbon actif.

L'étude de l'adsorption du Rouge Congo est observée suivant l'évolution de l'équilibre d'adsorption en fonction de divers paramètres tels que le pH, la masse de charbon actif ensuite une étude de la cinétique du processus.

II.2. Caractérisation physico-chimique du charbon actif

L'emploi de ces supports adsorbants dans le domaine de traitement des eaux, nécessite la connaissance de leurs propriétés physico-chimiques. La connaissance de ces paramètres de caractérisation aide à l'explication des phénomènes qui régissent l'efficacité et la capacité d'adsorption du charbon actif en grain. [50]



Figure (II.1): Charbon actif en grain.

En vue de la caractérisation de charbon actif élaboré, sept (06) paramètres sont déterminés

II.2.1. Détermination de la matière sèche

Afin de déterminer la teneur en matière sèche de la boue, une masse m a été mise dans l'étuve à 105 °C pendant 24 h, la boue a été ensuite pesée à la sortie de l'étuve (on remarque une augmentation progressive de la masse de la boue au fur et à mesure que le temps s'allonge à la sortie de l'étuve, du à l'absorption de l'humidité de l'air). La masse ainsi pesée sera notée m_1 :

Le taux de matière sèche, appelée également, siccité, est calculé comme suit :

$$Ts = (m_1/m) \cdot 100 \quad (\text{II.1})$$

Le pourcentage d'eau dans la boue est appelé le taux d'humidité et il est calculé comme suit :

$$Ts = ((m-m_1)/m) \cdot 100 \quad (\text{II.2})$$

La boue est notée liquide si la siccité varie de 0 à 10 %, boue pâteuse ; si la siccité varie de 12 à 25 %, boue solide ; si la siccité est supérieure à 25 %, boue sèche.

II.2.2. La teneur en humidité

Le taux d'humidité est un rapport exprimé en pourcentage, il est déterminé par le séchage de l'adsorbant dans une étuve [51]. On met 0.5 g de charbon actif dans un creuset en céramique et on le pèse. Ensuite on le sèche dans une étuve à 110°C jusqu'à ce que son poids reste constant. A sa sortie de l'étuve, on le refroidit à température ambiante puis on le repese.

Le taux d'humidité (% H) peut être calculé par la formule suivante :

$$\% H = \frac{M3-M2}{M1} \times 100 \quad (\text{II.3})$$

Où :

M1: la masse initiale du CA utilisée en (g).

M2: La masse du creuset rempli après séchage en (g).

M3: La masse du creuset rempli avant séchage en (g).

II.2.3. Indice d'iode

La détermination de l'indice d'iode est un test simple et rapide donnant une indication sur la surface spécifique de l'adsorbant. Ce test est utilisé pour l'évaluation de la capacité d'adsorption de l'adsorbant (Hamouche, 2013). L'indice d'iode est déterminé selon la méthode ASTM D4607-94 (2006) qui dérive de la norme AWWA (Robinson & Hansen, 1978).

L'indice d'iode est défini comme la quantité d'iode en mg adsorbée par 1g d'adsorbant quand la concentration d'iode dans la solution résiduelle (iodure de potassium KI) est de 0,02 N.

La méthode analytique adoptée repose sur la technique volumétrique (iconométrique). Elle repose sur des phénomènes redox liés à la transformation de I_2 en I^- ou inversement. L'iode élémentaire est réduit en I^- selon la réaction suivante :



II.2.4. Procédure expérimentale :

Dans un erlenmeyer de 250 ml, on met environ 1g d'adsorbant préalablement séché dans une étuve à 105 °C pendant 24 h. à l'aide d'une pipette, on y ajoute 10 ml d'acide chlorhydrique (HCl) à 5 % en agitant et chauffant jusqu'à ébullition pendant 30 secondes environ, puis on laisse refroidir. Dans un second temps, 100 ml d'une solution titrée d'iode (iodure de potassium) de concentration N_1 égale à 0,1 N sont introduit dans l'erlenmeyer et agité immédiatement pendant 30 s. Après, on filtre rapidement le mélange à l'aide d'un papier filtre. On prend un volume 50 ml du filtrat et on le titre par une solution de thiosulfate de sodium (NaS_2O_3) de concentration N_2 égale à 0,1 N. L'empois d'amidon a été utilisé comme indicateur de fin de dosage et on arrête le dosage jusqu'au changement de couleur. Ensuite, on note le volume V (ml) de la solution de thiosulfate de sodium utilisée et on détermine la quantité (X') d'iode adsorbé par la formule suivante (Tchakala *et al.* 2012) :

$$X' \text{ (m eqg)} = 100 \cdot N_1 - \frac{110 \cdot N_2 \cdot V}{50} \quad (\text{II.5})$$

D'où : N_1 est la normalité de la solution d'iode, N_2 : la normalité de la solution de thiosulfate de sodium, V : le volume de la solution de thiosulfate de sodium utilisé pour le dosage. L'indice d'iode du charbon actif est alors calculé en employant l'équation suivante :

$$\text{Indice d'iode (mg/g)} = \frac{126,93.X'}{m}.A \quad (\text{II.6})$$

Avec : A le facteur de correction obtenu après le calcul de la normalité du filtrat résiduel et m la masse (g) de charbon actif.

II.2.5.La masse volumique apparente ρ_a (g/cm³)

Cette grandeur est mesurée en disposant dans une éprouvette graduée, une masse d'un charbon actif m_c (g) jusqu'à occuper un volume V_T (cm³). Une fois pesée la masse volumique apparente est calculée par l'équation suivante [54] :

$$\rho_a = \frac{m_c}{V_T} \quad (\text{II.7})$$

II.2.6.La masse volumique réelle ρ_R (g / cm³)

Connaissant la masse volumique apparente et la porosité, la densité réelle est calculée comme suit [39]:

$$\rho_R = \frac{\rho_a}{(1 - \varepsilon)} \quad (\text{II.8})$$

II.2.6. pH des charbons

Le pH de charbon actif a été mesuré dans une suspension d'eau distillée 1L de 1g d'adsorbant; on laisse le mélange au repos pendant 24 heure, puis on mesure son pH à l'aide d'un pH-mètre à la température ambiante. L'opération est répétée trois fois afin d'avoir un pH moyen. [55]

II.2.7. Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF)

La spectroscopie infrarouge (IRTF) est une technique analytique simple et rapide permettant de déterminer la présence de groupes fonctionnels. La spectroscopie IR se fonde sur les interactions des radiations électromagnétiques avec les molécules ou les atomes.

Les radiations infrarouges (IRTF) se situent dans la partie du spectre électromagnétique comprises entre la région visible et celle des micro-ondes. On obtient ainsi un spectre en pourcentage d'énergie absorbée en fonction des longueurs d'onde.

Les pics observés correspondent à des énergies absorbées pour des liaisons atomiques dont l'énergie varie suivant l'environnement. L'identification de ces bandes d'absorption permet d'obtenir les fonctions chimiques présentes dans le produit analysé. Des études par spectroscopie – infrarouge (en transmission) des charbons actifs ont été effectuées sur un spectromètre FT-IR (nombre d'onde compris entre 450 et 4000 cm^{-1}) des pastilles constituées d'un mélange de char II.3. Application d'adsorption bon actif et de bromure de potassium (KBr)

II.3. Application d'adsorption

. II.3.1. Choix du colorant

Le choix de colorant étudié répond aux critères suivants : [56,57]

- Solubilité élevée dans l'eau ;
- Tension de vapeur faible voire nulle ;
- Analyse par spectrophotomètre UV-visible ;
- Stabilité permanente ;

. II.3.2. Propriétés de Rouge Congo

Le rouge Congo est une molécule colorante (diazoïque). On utilise de moins en moins le rouge Congo dans l'industrie du textile car c'est un colorant toxique. Il sert désormais surtout d'indicateur de pH, c'est-à-dire d'indicateur de l'acidité d'un milieu. Sous sa forme basique, le rouge Congo est rouge. Quand le pH est compris entre 3.0 et 5.2, il devient rose. En présence d'une acidité supérieure, l'indicateur devient bleu. Le rouge

Congo est très répandu également en histologie, c'est-à-dire l'étude des tissus biologiques, et en mycologie, c'est-à-dire l'étude des champignons [58]



Figure II.2: Le rouge Congo

L'ensemble des propriétés de Rouge Congo est récapitulé dans le **tableau II.1**

Nom	Rouge Congo (RC)
Famille	Colorants directs
Formule brute	$C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$
Appellation chimique	the sodium salt of benzidinediazo-bis-1-naphthylamine-4- sulfonic acid
Masse molaire (g/mol)	696.66 g/mol
λ max	500 nm
Structure	

Solubilité dans l'eau	Elevée
Utilité	Textile
Tension de Vapeur	Faible

II.3.3. Matériels et appareillages:

II.3.3.1- Matériels:

- Fiole jaugée (1L).
- Bécher (1L).
- 2 Béchers (100ml).
- Pipette graduée.
- Verre de montre.
- Balances analytique
- Tubes (5ml).

II.3.3.2. - Les appareillages

➤ Spectres d'absorption en UV- visible

L'analyse par cet instrument s'appuie sur le fait que toute solution colorée traversée par un faisceau de lumière laisse passer une fraction de lumière incidente, la quantité de lumière absorbée est proportionnelle à la concentration du composé coloré recherché.



Figure II.3: Spectrophotomètre UV visible.

➤ **Centrifugeuse**

Nous utilisons ce dispositif pour le processus de séparation de la solution liquide composée de "bleu de méthylène, eau" et " charbon actif ".



Figure II.4: Centrifugeuse

➤ **secoueur**

Un microprocesseur régule la vitesse de façon très précise même pour les longues durées de cycle. La minuterie numérique intégrée permet de régler le cycle de 1 à 999

minutes. Une fois que la minuterie a terminé son compte à rebours, l'agitateur s'arrête et un signal retentit.



Figure II.5: secoueur

II.3.3. Préparation des solutions mère du rouge Congo

1. A l'aide d'une balance analytique et spatule, on pèse 500 mg du RC.
2. On met cette quantité de RC dans une fiole jaugée (1 litre).
3. On ajoute l'eau distillé avec l'agitation jusqu'à le trait de jauge.

II.3.4. Méthodes de dosage par spectroscopie UV-Visible

Le spectrophotomètre que nous avons utilisé est un appareil qui permet de mesurer directement les densités optiques. Les analyses sont effectuées sur un spectrophotomètre (Agilent Technologies Cary 60 UV). Les longueurs d'onde maximales sont obtenues directement par balayage automatique 500 nm.

II.3.5. Etalonnage de solution

L'étalonnage se fait par une méthode simple, qui consiste à préparer une série de solutions de concentrations bien déterminées. Dans une série de 5 Fiole jaugée de volume

de 25 ml on mélange différents volumes de solution mère de RC avec différents volumes d'eau distillée. En suite analysées par spectrophotométrie. La droite d'étalonnage représentant la densité optique DO en fonction de la concentration initiale C. la courbe d'étalonnage est établie pour déterminer les concentrations résiduelles à l'aide de l'équation de la droite.

II.3.6. Influence de paramètres sur l'adsorption

Pour étudier le phénomène d'adsorption du RC sur charbon actif, nous avons opté pour les conditions opératoires suivantes: temps de contact, masse du charbon actif, concentration initiale du RC et la vitesse d'agitation :

A la fin de chaque opération d'adsorption, la solution a été prise avec une seringue et analysée par spectrophotométrie UV Visible dans le but de déterminer la concentration résiduelle des RC.

II.3.6.1. Influence de la masse

L'influence de la masse initiale de charbon actif est très indispensable pour connaître la meilleure quantité adsorbée à quelle masse. Cette expérience a été étudiée à température et pH du milieu. Avec un volume de solution de RC 50 ml et concentration 500 mg/l et en agitant pendant un temps maximal de 90 min à une vitesse de 350 tr/min et 500 tr/min et . les masse de charbon actif étudiée sont 0.1 g, 1 g

II.3.6.2. Influence de la vitesse d'agitation

- Pour étudier l'effet de la vitesse d'agitation sur le phénomène d'adsorption nous préparons 6 échantillons d'une solution de RC, un volume de 50 ml, sous une différente vitesse d'agitation (350tr/min; 100tr/min), sont analysés par le spectrophotomètre UV visible.
- La masse de charbon actif et le PH et le temps contact et la concentration des Expériences passées.

II.3.6.3. Influence de la concentration de l'adsorbat (RC)

On prépare des solutions de concentrations allant de (200mg/l, 10mg/l.) ;

- Le volume de la solution est 50 ml ;
- La vitesse d'agitation est 350 tr/ min et 100 tr/ min ;
- A la fin de la réaction On mesure l'absorbance de la solution pour les différentes
- La masse de charbon actif et temps de contact des expériences précédentes. concentrations.

II.3.7. Formules de calcul

➤ Pour calculer la quantité de RC biosorbée à l'équilibre Q_e (mg/g), on utilise la formule suivante:

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e)V}{W} \quad (\text{II.9})$$

C_e : la concentration de RC dans la phase aqueuse à l'équilibre (mg/l).

V : volume de la solution (L).

W : masse de biosorbant sec (g).

➤ Pour calculer le rendement de l'enlèvement de RC à l'instant t (%), on applique la formule:

$$R(\%) = \frac{(C_0 - C_t)100}{C_0} \quad (\text{II.10})$$

II.4. Optimisation par plan d'expérience

II.4.1. Introduction

La méthode des plans d'expériences est un outil indispensable pour la recherche et le développement industriel. Elle permet de fournir le meilleur protocole expérimental

pour modéliser ou prédire une réponse en fonction de facteurs de variabilité, selon un modèle présumé. Si l'expérimentation est aussi ancienne que la science, la planification expérimentale, destinée à optimiser le processus d'obtention des données, ne date cependant que du XXe siècle.

II.4.2. Généralités sur la méthode des plans d'expériences

II.4.3 Terminologie

La grandeur d'intérêt, qui est généralement notée Y , porte le nom de « réponse ». Les variables qui peuvent modifier la réponse sont appelées facteurs. On parle donc des facteurs qui influent sur une réponse. Les termes facteur et réponse sont universellement employés dans le domaine des plans d'expériences.

➤ Facteur

Les variables que l'on désire étudier sont appelées facteurs. En général, un facteur varie entre deux bornes : la borne inférieure et la borne supérieure. Dans le langage des plans, on dit que le facteur varie entre le niveau bas (borne inférieure que l'on note souvent par -1) et le niveau haut (borne supérieure que souvent notée par $+1$). L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation (figure II.6). Un facteur peut prendre plusieurs niveaux à l'intérieur de son domaine de variation.

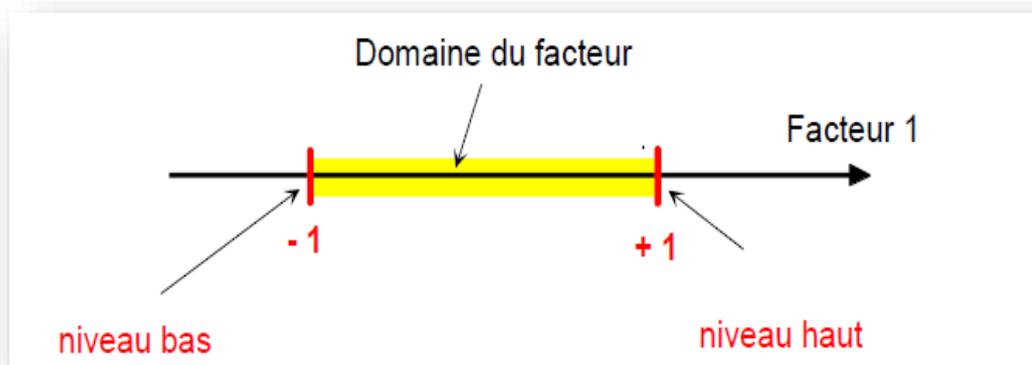


Figure II.6: Domaine de variation du facteur [61]

➤ **Domaine expérimental**

Il présente l'espace dans lequel peuvent varier les facteurs. Les informations tirées des résultats expérimentaux ne seront valables que dans ce domaine

➤ **Effet d'un facteur**

L'effet d'un facteur A sur la réponse Y s'obtient en comparant les valeurs prises par Y quand A passe du niveau -1 au niveau +1. Soient y_1 et y_2 ces valeurs (**Figure II.7**)

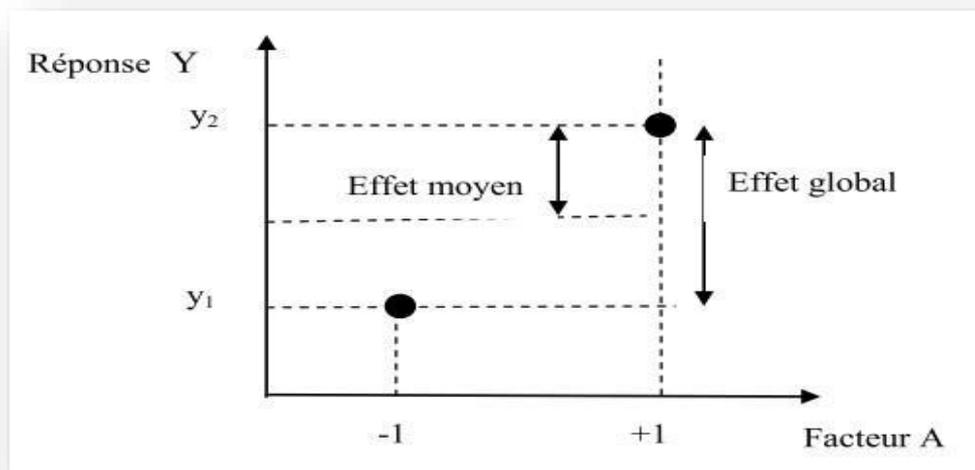


Figure II.7 Effet d'un facteur

Nous distinguons :

- l'effet global $y_2 - y_1$;
- l'effet moyen $(y_2 - y_1) / 2$.

➤ **La réponse**

Les grandeurs qui intéressent l'expérimentateur et qui sont mesurées à chaque expérience sont appelées réponses. Le choix de la réponse ne relève pas de la théorie des plans d'expériences. Ce n'est qu'après une analyse minutieuse des phénomènes, des

enjeux, des objectifs et des contraintes de l'étude que l'on peut définir la ou les bonnes réponses, donc une recherche d'extremum.

II.4.4. Surfaces de réponse

À chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. À l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localise sur une surface Appelée surface de réponse.

En général, on ne connaît que quelques réponses, celles qui correspondent aux points expérimentaux retenus par l'expérimentateur. On interpole, à l'aide d'un modèle mathématique, les réponses inconnues pour obtenir la surface de réponse. Les points d'expériences, retenus par la théorie des plans d'expériences, assurent la meilleure précision possible sur la forme et la position de la surface de réponse.

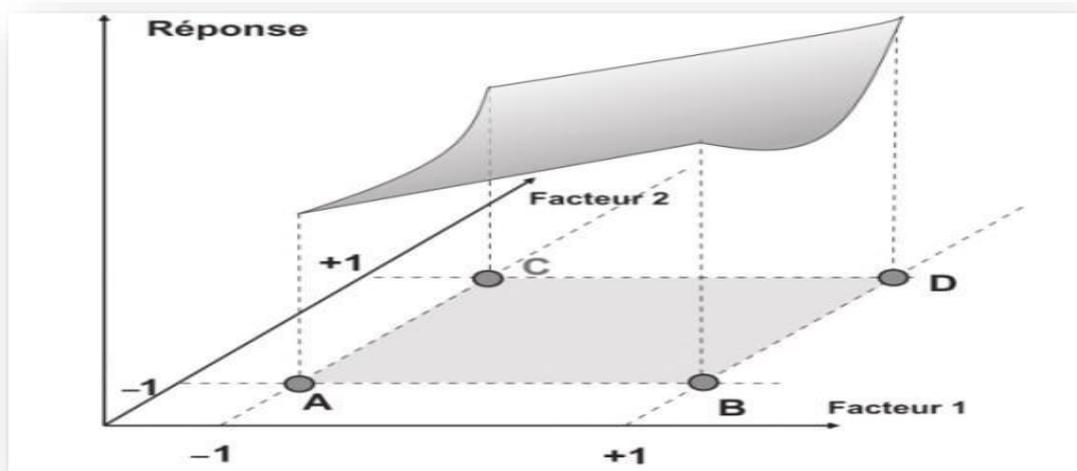


Figure II.8. L'ensemble des réponses qui correspondent à tous les points du domaine d'étude forme la surface de réponse.

II.5. Modélisation

La modélisation mathématique consiste à trouver une fonction f telle que : $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$ Où : y est la réponse et x_1, \dots, x_n sont les facteurs. Ce modèle est déterministe (la réponse dépend uniquement des facteurs sans aucune incertitude possible, ce qui revient à ignorer les bruits tels que les erreurs de mesure) et invariant (le comportement n'évolue pas au cours du temps).

II.5.1. Types des plans d'expériences

Il existe de nombreux plans d'expériences classiques adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur, les plus utilisés sont:

- ✓ **Plans de criblage** : pour trouver les facteurs les plus influents sur une réponse ;
- Plans de modélisation ou plans pour surfaces de réponse: modèles du 1er ou 2^{ème} degré
- ✓ **Plans de mélange** : adaptés aux facteurs dépendants ;
- ✓ **Plans factoriels complets** : toutes les combinaisons des niveaux de facteur sont présentes
- ✓ **Plans factoriels fractionnaires** : tous les niveaux, de chaque facteur, sont présents,

mais pas toutes les combinaisons possibles de facteurs.

Le choix d'un plan dépend essentiellement de la nature des questions à traiter, du degré de généralités recherché pour les conclusions et des ressources disponibles (matériaux expérimental, personnel, contraintes de temps...).

II.5.2. La Régression linéaire

La régression est l'une des méthodes les plus connues et les plus appliquées en statistique pour l'analyse de données quantitatives. Elle est utilisée pour établir une liaison entre une variable quantitative et une ou plusieurs autres variables quantitatives, sous la forme d'un modèle. Si on s'intéresse à la relation entre deux variables, on parlera de **régression simple** en exprimant une variable en fonction de l'autre. Si la relation porte entre une variable et plusieurs autres variables, on parlera de **régression multiple**. La mise en œuvre d'une régression impose l'existence d'une relation de cause à effet entre les variables prises en compte dans le modèle

II.5.2. 1. Le modèle de régression linéaire simple

- Soit un échantillon de n individus. Pour chaque individu i ($i = 1, \dots, n$), on a observé
- * y_i la valeur de la variable quantitative y ,
 - * x_i la valeur de la variable quantitative x .

On veut étudier la relation entre ces deux variables, et en particulier, l'effet de x (variable explicative) sur y (variable réponse). Dans un premier temps, on peut représenter graphiquement cette relation en traçant le nuage des n points de coordonnées (x_i, y_i) . Dans

le cas où le nuage de points est de forme “linéaire”, on cherchera à ajuster ce nuage de points par une droite.

La relation entre y_i et x_i s’écrit alors sous la forme d’un modèle de régression linéaire simple :

$$y_i = a_0 + a_1 x_i \quad (i = 1, \dots, n) \quad (\text{II.11})$$

Avec : Erreur aléatoire et a_0, a_1 : Paramètres estimer.

La première partie du modèle $a_0 + a_1 x_i$ représente la moyenne de y_i sachant x_i , et la seconde partie, la différence entre cette moyenne et la valeur observée y_i . Le nuage de points est résumé par une droite d’équation $y = a_0 + a_1 x$.

Pour un x_i donné, correspondent donc y_i la valeur observée et $a_0 + a_1 x_i$ la valeur prédite par la droite.

II.5.2.2. Le modèle de régression linéaire multiple

La régression linéaire multiple a pour objet d’expliquer une variable par plusieurs variables explicatives au moyen d’une relation linéaire. C’est un outil statistique de prévision [Un modèle de régression linéaire multiple est de la forme :

$$y = a_0 + \sum_{j=1}^p x_j a_j \quad (\text{II.12})$$

On dispose d’un échantillon de n individus pour chacun on a observé

$$y_i = a_0 + \sum_{j=1}^p x_{ij} a_j + \varepsilon_i \quad (j = 1, p) \text{ et } (i = 1, \dots, n) \quad (\text{II.13})$$

II.5.2.3 Plans factoriels 2^k

Ils sont notés 2^k où le 2 correspond aux niveaux maximal et minimal qui délimitent le domaine d’étude d’un facteur et k est le nombre de facteurs étudiés. Pour un plan factoriel complet à k facteurs, il va donc falloir mener 2^k expériences. Le principe consiste alors à répartir, de façon optimale, les essais dans le domaine expérimental.

Le nombre d’expérience à réaliser lors de l’application d’un plan factoriel complet à deux niveaux avec des répétitions est donné par la formule ci-dessous :

$$N = \delta \times 2^k \quad (\text{II.14})$$

Où,

K est le nombre de facteur et δ le nombre de répétitions.

Le modèle décrivant le comportement d'un système dont la réponse y est une variable dépendant des facteurs influents (x_1, x_2, \dots, x_n) est donné par la formule suivante

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) + \varepsilon \quad (\text{II.15})$$

\mathbf{a} : Ensemble des paramètres caractérisant la forme de la fonction f ;

ε : Le terme d'erreur.

L'objectif étant d'estimer les paramètres du modèle par l'application du plan factoriel complet à deux niveaux en minimisant l'erreur.

II.5.2.4. Matrice des expériences (Matrice de Yates)

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 matrice d'expériences, (**tableau II.2**), peut alors être définie. Elle permet de rassembler les essais dans une table. Chaque ligne de cette table représente une expérimentation et chaque colonne est dédiée à un facteur. Pour chacune des expérimentations, on associe la réponse que l'on cherche à modéliser et/ou optimiser. Il apparaît bien que l'ensemble des combinaisons des deux facteurs aille être testé.

Tableau (II.2): Domaine des paramètres étudiés avec les niveaux minimums et maximums

Facteurs	Min (-)	Max (+)
la dose (g/l)	0.05	0.5
Le temps de contact (min)	10	90
Concentration initiale (mg/l)	10	200
Vitesse agitation (tr/min)	100	350

The page features a decorative graphic on the right side consisting of three blue circles of varying sizes, each with a lighter blue ring around its center. Two thin blue lines intersect at the top right, forming a large angle that frames the circles. The text is centered on the left side, flanked by two horizontal blue lines.

Chapitre III :
Résultats et
discussion

III.1. Introduction

Dans ce chapitre, on s'intéresse à l'étude des résultats d'analyse physico-chimique des boues d'épuration et la caractérisation du charbon actif à partir des boues d'épuration. Le charbon actif a été préparé par activation chimique de la boue d'épuration avec une solution de KOH suivie d'une carbonisation (pyrolyse). Le processus d'imprégnation consiste à mélanger par agitation de la boue d'épuration avec un volume approprié de solution d'hydroxyde de potassium.

III.2. Caractérisation du charbon actif préparé

III.2.1. Analyse physico-chimiques

La caractérisation physico-chimique des charbons préparés a nécessité l'emploi de plusieurs méthodes analytiques. Quelques paramètres physico-chimiques du charbon actif préparé sont présentés dans le tableau III.1.

Tableau III.1 : Paramètres physico-chimiques du charbon actif préparé.

Paramètres physico-chimiques	Valeurs
pH	6,96
Conductivité ($\mu\text{S cm}^{-1}$)	236
Rendement (%)	82,8
Indice d'iode (mg g^{-1})	216,44
	263,05

D'après le tableau III.1, la valeur du pH et de conductivité du charbon actif obtenu dans ce travail sont favorables et convient avec d'autres charbons actifs. Le rendement du charbon actif résultant (82,8 %) est significativement plus élevé que ceux observés pour d'autres charbons actifs (Wang *et al.* 2011).

III.2.2. Spectroscopie Infra Rouge a Transformée de Fourier (IRTF)

Les études par spectroscopie – infrarouge (en transmission) des charbons actifs

L'analyse du spectre infrarouge des charbons actifs nous a permis d'identifier cinq signaux majoritaires (Figure III.1) :

A. Une large bande à 3 478 cm^{-1} et 3 462 cm^{-1} correspondant à l'allongement des groupements OH (de structure de la coquille et de l'eau).

B. Les signaux 2360 et 2341 cm^{-1} correspondent respectivement aux liaisons C - H symétrique et asymétrique.

C. Le signal 1705 cm^{-1} correspond aux liaisons C=O des fonctions acides carboxyliques.

D. Les signaux 1431 et 1357 cm^{-1} correspondent aux liaisons C=C ont été effectuées sur un spectromètre FT-IR (nombre d'onde compris entre 450 et 4000 cm^{-1}). Des pastilles constituées d'un mélange de charbon actif et de bromure de potassium (KBr). des cycles aromatiques.

E. Une large bande entre 1000 et 1120 cm^{-1} caractéristique de la déformation dans le plan des C-O aliphatiques.

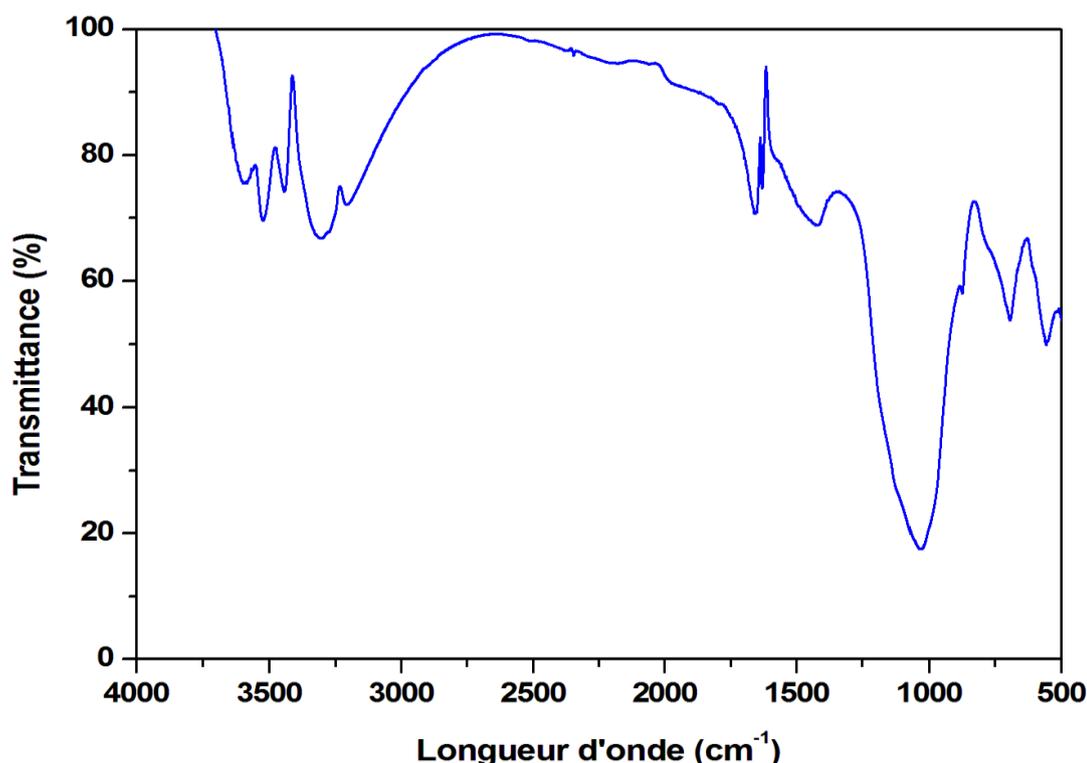


Figure (III.1): spectre infrarouge de charbon actif

Le Tableau III.2: résume les groupements fonctionnels caractéristiques des surfaces des matériaux considérés avec leurs natures et nombre d'ondes.

	Liaison	Nature	Nombre d'onde (cm-1)
	O-H	Elongation	3462 – 3478
	C-H	Elongation	2360 – 2341
Charbon actif	C=O	Elongation	1705
	C=C	Elongation	1431 – 1357
	C-O aliphatique	Déformation	1000 – 1120

III.3. Résultats d'adsorption

III.3.1. Courbe d'étalonnage

L'analyse de colorant étudié RC a été réalisée par spectrophotométrie UV Visible. Le tableau III-3 indique les longueurs d'onde maximum (λ_{\max}) pour ce colorant.

Tableau III-3 : Valeurs de λ_{\max} du colorant

Colorant	Rouge Congo
λ_{\max} (nm)	500

Le courbe d'étalonnage établis à partir des solutions diluées du colorant sur la base de la longueur d'onde indiquée, montrent (figure III-3) une bonne linéarité et la possibilité d'analyser ce colorant par cette méthode. La loi de Beer-Lambert, est respectée ainsi.

Tableau III-4: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des solutions de rouge Congo

C0	Abs
5	0,3532
10	0,5779
20	1,0212
30	1,4636
40	1,8873
50	2,339

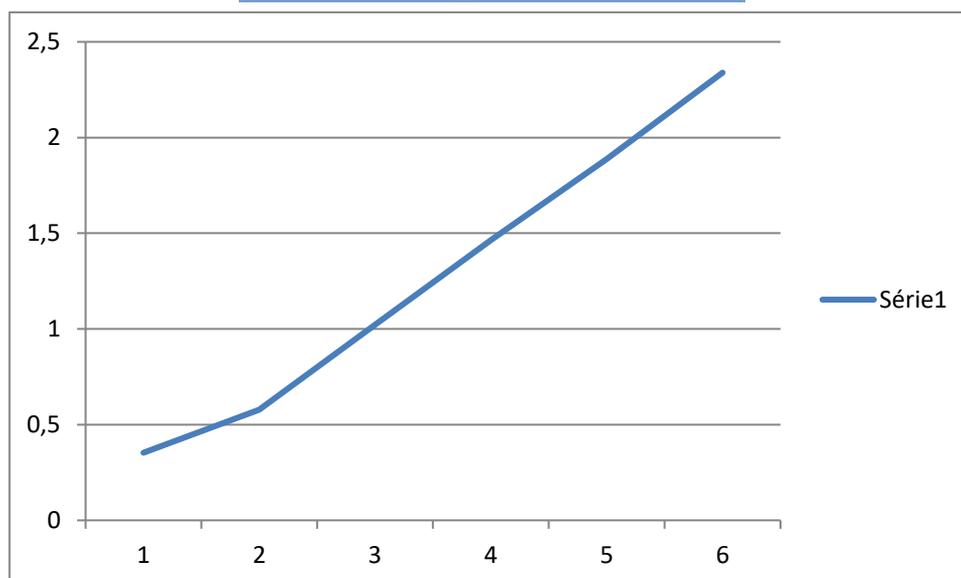


Figure III.2: Courbe d'étalonnage du RC à 500 nm

Equation courbe : $y = 0,04399x + 0,13739$ avec un coefficient de régression

$$R^2 = 0,99994.$$

III.3.2. Effet de masse :

Le Tableau (III-5) et le figure Figure (III.2) représentent les résultats sur l'effet de la masse sur l'adsorption du rouge Congo.

Tableau III-5 : résultats de rendement et la capacité d'adsorption de RC.

C0	Ce	R (%)	Q (mg/g)
10	2,6044	73,956	7,3956
20	6,039	69,805	13,961
40	16,4044	58,989	23,5956
80	42,6544	46,682	37,3456
120	75,3112	37,2406667	44,6888
160	102,3355	36,0403125	57,6645
200	128,1634	35,9183	71,8366

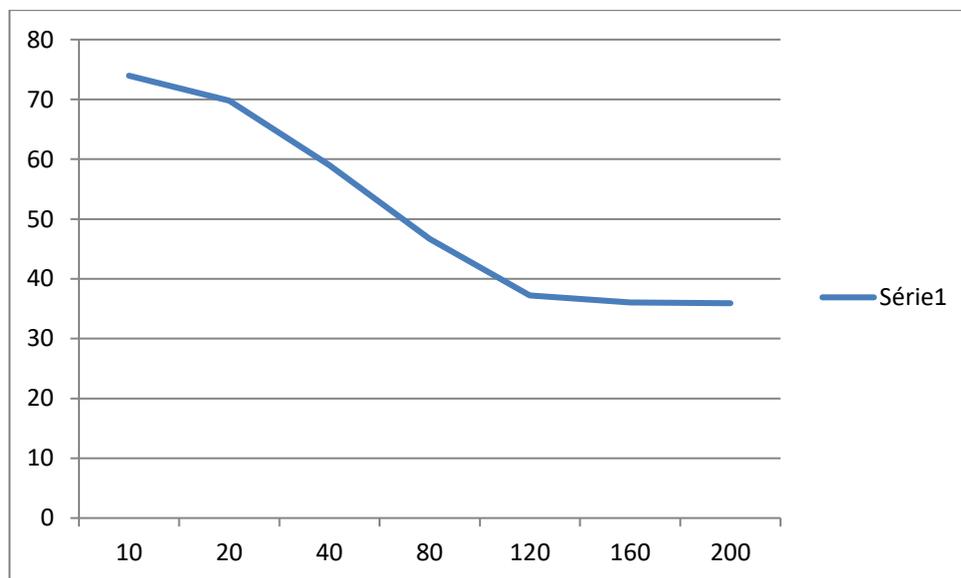


Figure III.3 : variation des valeurs de rendement d'adsorption de RC on fonction C₀

Des expériences d'adsorption ont été faites dans un intervalle de 10 à 200 mg L⁻¹ et les résultats obtenus sont regroupés dans la figure III.3. Nous constatons que le taux d'élimination (R) diminue avec l'augmentation concentration initial. On remarque, également, la diminution du taux d'élimination de 74 à 38%

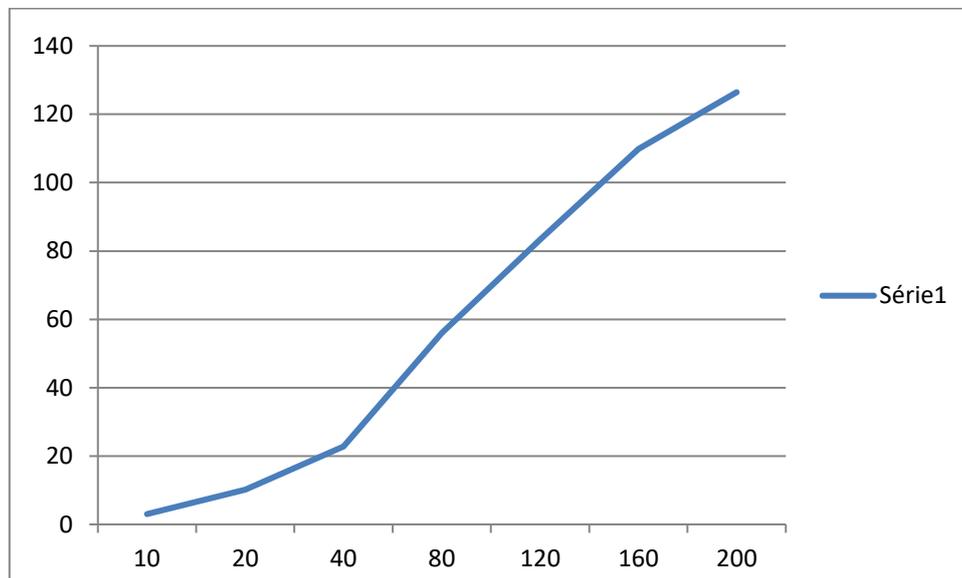


Figure III.4: variation des valeurs de capacité d'adsorption de RC on fonction C_0

Des expériences d'adsorption ont été faites dans un intervalle de 10 à 200 mg L⁻¹ et les résultats obtenus sont regroupés dans la figure **III.4** Nous constatons que le taux l'augmentation (R) augmente avec l'augmentation concentration initial. On remarque également, l'augmentation du taux d'élimination de 1 à 128 mg/g

III.4. Modélisations des résultats :

III.4.1 l'étude des isothermes :

La modélisation de la cinétique a pour objectif principal d'étudier et de bien décrire le processus d'adsorption de RC sur le charbon actif en appliquant les différents modèles suivants:

- Le modèle du Langmuir

- Le modèle du Freundlich

Tableau III-6 : les valeurs des paramètres de modèle de Langmuir

C0	Ce	Ce/Q
10	2,6044	0,352155336
20	6,039	0,432562137
40	16,4044	0,695231314
80	42,6544	1,142153292
120	75,3112	1,685236569
160	102,3355	1,774670725
200	128,1634	1,784096129

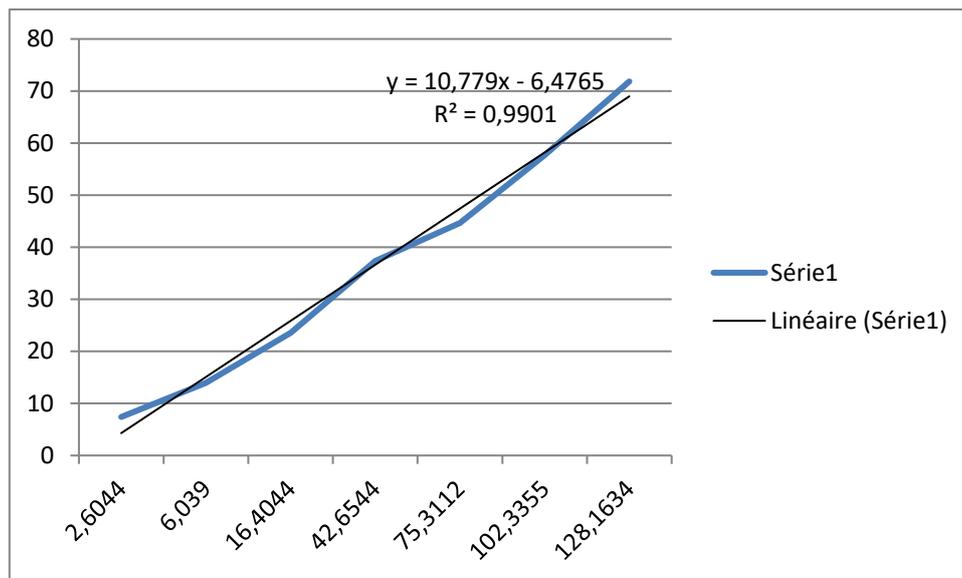
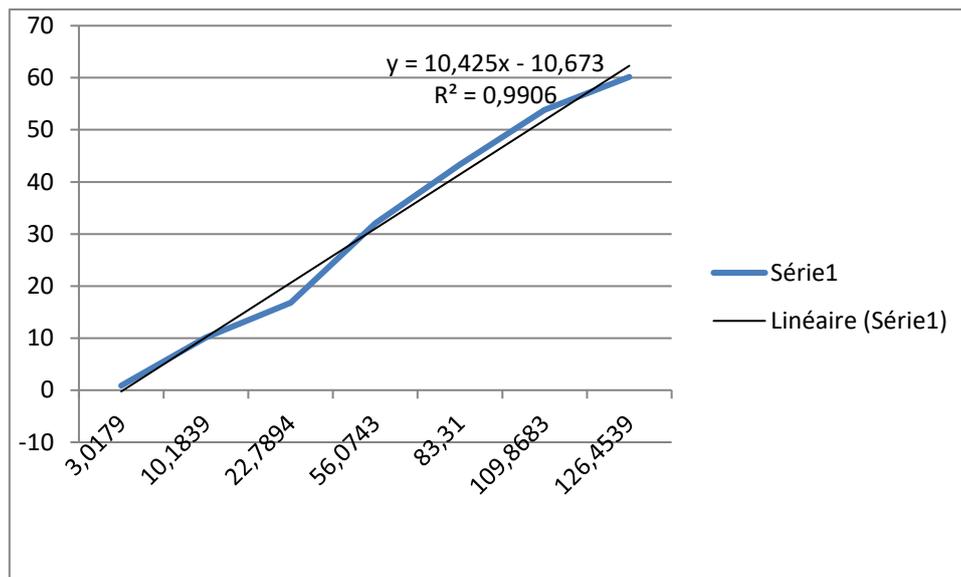
**Figure III.5**: Modélisation linéaire par le modèle de Langmuir du RC sur charbon actif.

Tableau III-7: les valeurs des paramètres de modèle de Langmuir

C0	Ce	Ce/Q
10	3,0179	4,322338551
20	10,1839	10,37469056
40	22,7894	13,24149071
80	56,0743	23,43684824
120	83,31	22,70645953
160	109,8683	21,91593343
200	126,4539	17,19382809

**Figure III.6:** Modélisation linéaire par le modèle de Langmuir du RC sur charbon actif.

III.4.2 Modèle de Freundlich

Les résultats expérimentaux des isothermes d'adsorption du RC sur CA modélisé par l'équation de Freundlich linéaire ($\log q_e = \log K_f + 1/n \log C_e$) est représenté dans le

Tableau III-7 annexe et le courbe est présentée dans la figure Figure III.7 et Figure III.8).

Tableau III-8: les valeurs des paramètres de modèle de Freundlich

C0	Ce	log Q	log Ce
10	2,6044	0,868973414	0,41570769
20	6,039	1,144916527	0,78096503
40	16,4044	1,372831025	1,21496035
80	42,6544	1,572239441	1,62996384
120	75,3112	1,650198693	1,87685957
160	102,3355	1,760908531	2,01002632
200	128,1634	1,856345769	2,10776402

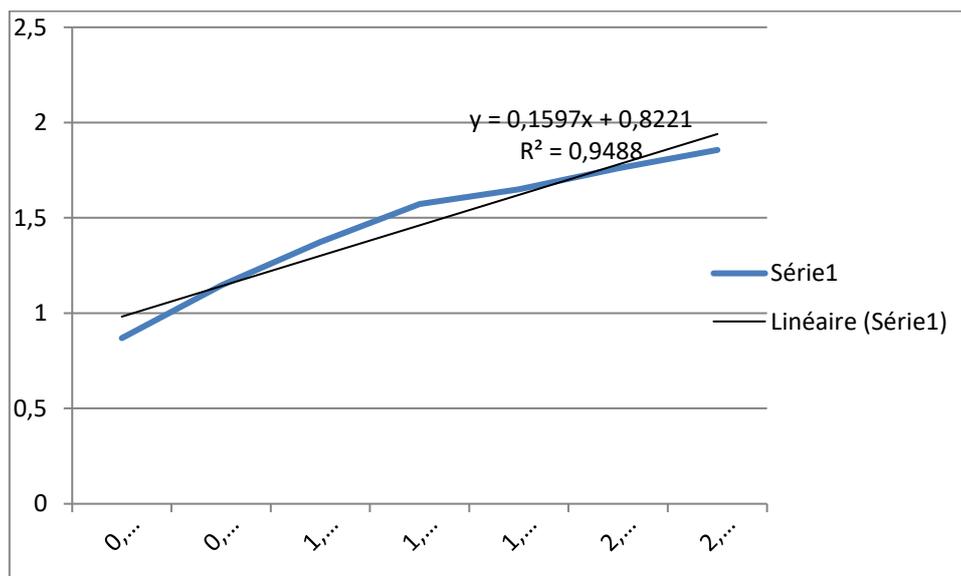
**Figure III.7:** Modélisation linéaire par le modèle de Freundlich du RC sur charbon actif.

Tableau III-9: les valeurs des paramètres de modèle de Freundlich

C0	Ce	log Q	log Ce
10	3,0179	-0,319025895	0,47970485
20	10,1839	0,003423532	1,00791413
40	22,7894	0,132814339	1,35773289
80	56,0743	0,24273117	1,74876386
120	83,31	0,283458888	1,92069713
160	109,8683	0,309815853	2,0408724
200	126,4539	0,322618709	2,10193223

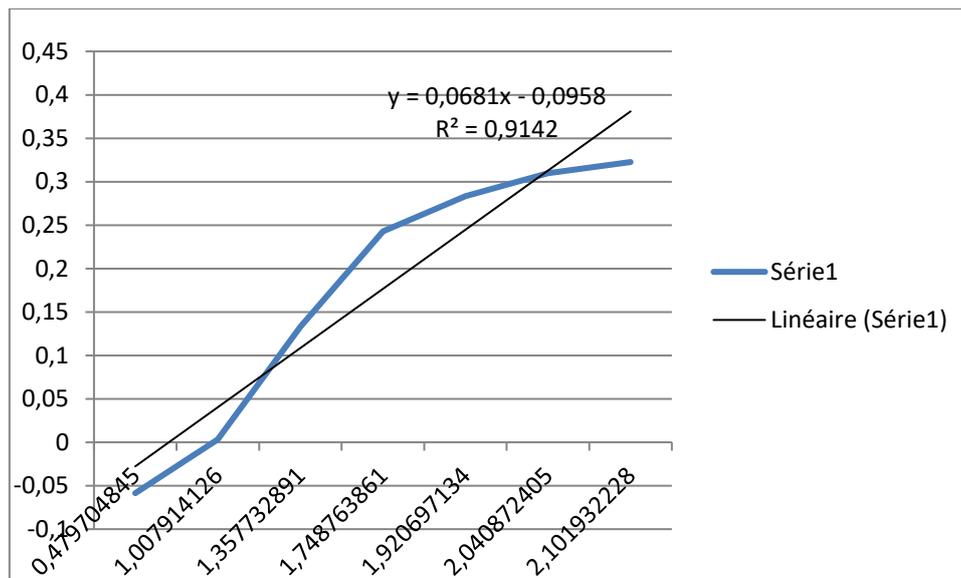


Figure III.8: Modélisation linéaire par le modèle de Freundlich du RC sur charbon actif.

Tableau III-10: comparaison des valeurs de la capacité d'adsorption expérimentale avec celle théorique

C_0	C_e	Q_{el}	Q_{ef}	Q (mg/g)
10	2,6044	3,585283468	2,65099004	7,3956
20	6,039	3,544214819	3,03207329	13,961
40	16,4044	3,524868999	3,55671238	23,5956
80	42,6544	3,517983976	4,14309416	37,3456
120	75,3112	3,516122868	4,53684615	44,6888
160	102,3355	3,515481391	4,76453785	57,6645
200	128,1634	3,515121238	4,93889159	71,8366

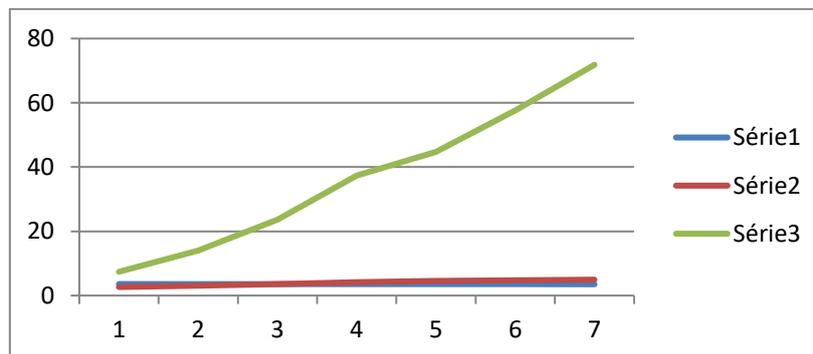


Figure III.9: Différentes isothermes d'adsorption de RC sur le charbon actif préparé.

Tableau III-11: comparaison des valeurs de la capacité d'adsorption expérimentale avec celle théorique

C_0	C_e	Q_{el}	Q_{ef}	Q (mg/g)
10	3,0179	0,56713669	0,87381464	0,87381464
20	10,1839	1,1314144	1,07700692	1,00791413
40	22,7894	1,13344811	1,23695055	1,35773289
80	56,0743	1,16264758	1,4440112	1,74876386
120	83,31	1,00111165	1,54570244	1,92069713
160	109,8683	0,97947472	1,62100376	2,0408724
200	126,4539	0,90426278	1,66065801	2,10193223

D'après les résultats, nous pouvons observer que le modèle de Freundlich possède la plus grande valeur du coefficient de détermination par rapport aux autres isothermes ce qui suggère que l'adsorption sur la surface du charbon actif est une adsorption multicouche. La valeur de la constante de Freundlich (n) indique la faisabilité du processus d'adsorption.

III.5.Optimisation des paramètres opératoires par plan d'expérience :

Cette partie a pour objectif d'étudier l'optimisation des paramètres opératoires, à savoir, La concentration de rouge Congo, la dose d'adsorbant, le temps de contact et la vitesse d'agitation, sur l'adsorption du rouge Congo à partir de solutions aqueuses par le charbon actif préparé à partir de boues d'épuration et utilisation du plan factoriel complet, une modélisation des effets de ces différents paramètres sur la capacité d'adsorption sera réalisée.

III.5.1.Plan composite centré et développement du modèle de régression :

Afin d'étudier l'effet combiné des facteurs étudiés sur la capacité d'adsorption du RC, des expériences ont été réalisées pour différentes combinaisons de facteurs en utilisant des expériences statistiquement conçues. Le plan d'expérimentation et les résultats expérimentaux obtenus de la capacité d'adsorption du RC par le charbon actif préparé à

partir de la boue d'épuration sont présentés dans le tableau III.11. Dans le domaine expérimental étudié, la capacité d'adsorption varie de 0,32 à 185,52 mg/g.

Tableau III.12. Matrice de la conception expérimentale et résultats de la capacité d'adsorption.

N°	Concentration initiale (mg/L)	Dose d'adsorbant (g/L)	temps (min)	vitesse (tr/min)	Capacité d'adsorption (mg/g)
1	200.00	0.50	90.00	100.00	18.5
2	10.00	0.50	10.00	350.00	0.99
3	10.00	0.50	90.00	350.00	0.92
4	200.00	0.05	10.00	100.00	184.17
5	10.00	0.05	10.00	100.00	5
6	200.00	0.05	90.00	350.00	159.6
7	200.00	0.50	10.00	350.00	19.12
8	10.00	0.05	90.00	100.00	6
9	200.00	0.05	90.00	100.00	184
10	200.00	0.50	90.00	350.00	19.82
11	10.00	0.50	90.00	100.00	0.32
12	10.00	0.05	90.00	350.00	5
13	200.00	0.05	10.00	350.00	185.52
14	10.00	0.50	10.00	100.00	0.7
15	10.00	0.05	10.00	350.00	4
16	200.00	0.50	10.00	100.00	19.36

Selon les données expérimentales, le plan factoriel complet développe des modèles de régression pour évaluer chaque réponse en fonction des variables du processus. Les interactions d'ordre supérieur sont considérées comme petites par rapport à celles d'ordre inférieur. Ainsi, dans cette étude, des modèles linéaires, bidirectionnels, interactifs, quadratiques et cubiques ont été ajustés aux données expérimentales afin d'obtenir des modèles de régression efficaces. Pour déterminer la meilleure capacité d'adsorption représentative du RC, les données expérimentales obtenues ont été analysées par des statistiques récapitulatives des modèles et résultats obtenues sont présentées dans les

tableaux III.13. Le choix du modèle est basé sur les valeurs maximales de Adj-R² et Pred-R². Selon les résultats des tableaux III.13, le modèle cubique ne peut pas être utilisé pour modéliser les données expérimentales. Le modèle quadratique a des coefficients de corrélation (R² et R² ajusté) les plus élevés par rapport aux modèles linéaires et le modèle d'interaction de deux facteurs (2FI). Le modèle quadratique suggéré par le logiciel a été sélectionné pour décrire les effets de différents facteurs de processus.

Tableau III.13. Analyse statistiques des modèles séquentiels pour la capacité d'adsorption.

Std. Dev.	6.39	R-Squared	0.9972
Mean	50.81	Adj R-Squared	0.9930
C.V. %	12.58	Pred R-Squared	0.9802
PRESS	1744.50	Adeq Precision	36.968

Une analyse de régression a été effectuée pour ajuster les modèles de la capacité d'adsorption du RC. Le modèle empirique final en termes des facteurs significatifs codés pour prédire les capacités d'adsorption du RC est exprimé comme suit :

$$Y \text{ (mg g}^{-1}\text{)} = 50.81 + 47.95 A - 40.85 B - 1.35 C - 38.71 AB - 1.74 AC - 1.30 AD + 1.47 BC + 1.77 ABC + 1.33 ABD$$

III.5.2. Analyse des variances (ANOVA)

L'analyse statistique permet de déterminer les facteurs qui régissent l'adsorption compétitive du RC sur le charbon actif préparé ainsi que la signification de chaque effet. Les effets principaux, d'interaction et quadratiques des différentes variables ont été déterminés par l'analyse des variances (ANOVA) et les résultats sont donnés dans les tableaux III.13. Pour chaque cas, le tableau de l'analyse statistique comprend les coefficients du modèle, l'erreur standard, les valeurs du *test-t* et le niveau de confiance des facteurs.

D'après la littérature, on dit qu'un facteur est significatif ou bien important lorsque leur probabilité (valeur P) est inférieure à 0,05. Sur la base des résultats du tableau III.13, le modèle proposé est très significatif (valeur P < 0,0001). L'effet de la concentration initiale du RC, la dose d'adsorbant et le temps de contact ayant également un effet significatif

(valeur $P < 0,05$) ; par contre la vitesse d'agitation a un effet non significatif. En plus, pour les effets d'interaction et quadratiques nous remarquons que l'effet d'interaction entre la concentration initiale de RC et la dose d'adsorbant, la concentration initiale de RC et le temps de contact ainsi que l'interaction la concentration initiale de RC et la vitesse d'agitation, ainsi que la dose d'adsorbant et le temps de contact et l'effet quadratique de la dose d'adsorbant ont un effet significatif.

Tableau III.14. Analyse statistique des résultats expérimentaux de l'adsorption du RC.

(SS: somme des carrés, Contribution = $(\text{Valeur F} / \sum \text{Valeur F}) \times 100$).

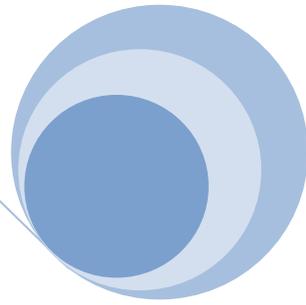
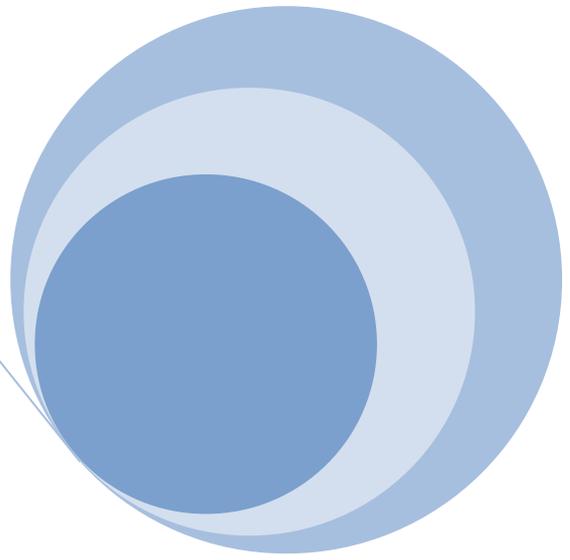
Source	SS	Contribution	Valeur F	Valeur P
Model	87686.39	9742.93	238.29	< 0.0001
A-A	36783.40	36783.40	899.64	< 0.0001
B-B	26696.29	26696.29	652.93	< 0.0001
C-C	38.13	38.13	0.93	0.3715
AB	23980.07	23980.07	586.50	< 0.0001
AC	48.30	48.30	1.18	0.3188
AD	27.20	27.20	0.67	0.4459
BC	34.46	34.46	0.84	0.3940
ABC	50.34	50.34	1.23	0.3097
ABD	28.20	28.20	0.69	0.4381
Résiduel	245.32	40.89		
Cor Total	87931.71			

III.5.3.Optimisation des paramètres opératoires

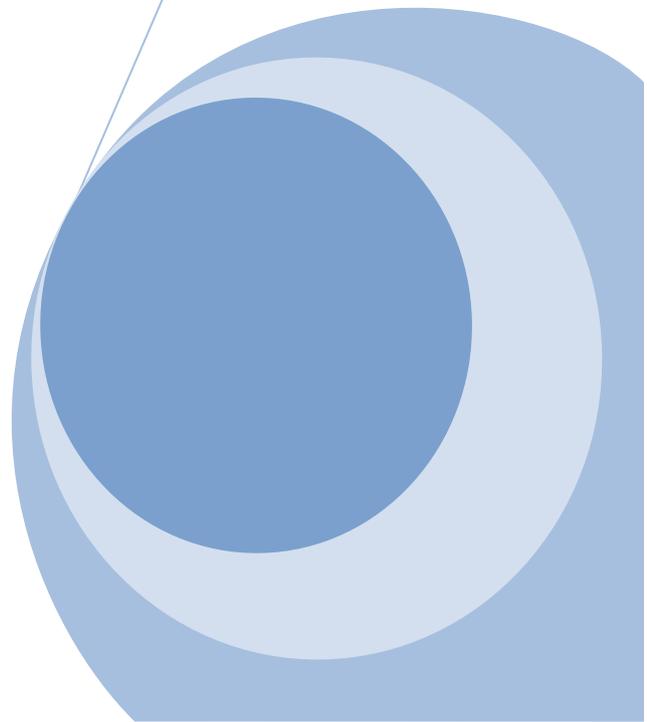
Parmi les principaux objectifs de cette étude est de trouver les valeurs optimales de paramètres de processus pour maximiser la capacité d'adsorption à partir des équations d'un modèle mathématique. Les valeurs optimales de concentration initiale en RC, dose d'adsorbant, temps de contact et température avec une désirabilité de 0,8 ont été obtenues 200 mg L^{-1} , 0.05 mg L^{-1} , 10 min et une vitesse de 348, respectivement. Une expérience de validation a été effectuée avec les conditions opératoires déterminées par l'optimisation.

Nous avons comparé les résultats expérimentaux avec ceux prédits par l'optimisation. La capacité d'adsorption maximale prédite par le modèle pour le RC est $182,24 \text{ mg g}^{-1}$.

Cependant la capacité d'adsorption maximale expérimentale pour le RC est 185.52 mg g^{-1} . Ce résultat constitue une validation de modèle trouvé pour l'adsorption de RC sur le charbon actif préparé.



Conclusion
Générale



Conclusion Générale

La pollution de l'eau étant une menace majeure pour la vie humaine, la surveillance La qualité de l'eau devient très importante et les colorants sont parmi les polluants les plus courants se répandre dans le monde. Il faut alors réduire voire éliminer ces pigments Méthodes de traitement biologique, physique et chimique.

L'objectif principal de cette thèse était d'étudier l'utilisation du charbon actif Il est largement disponible en Algérie et enlève la couleur des eaux usées industrielles contenant Colorant anionique.

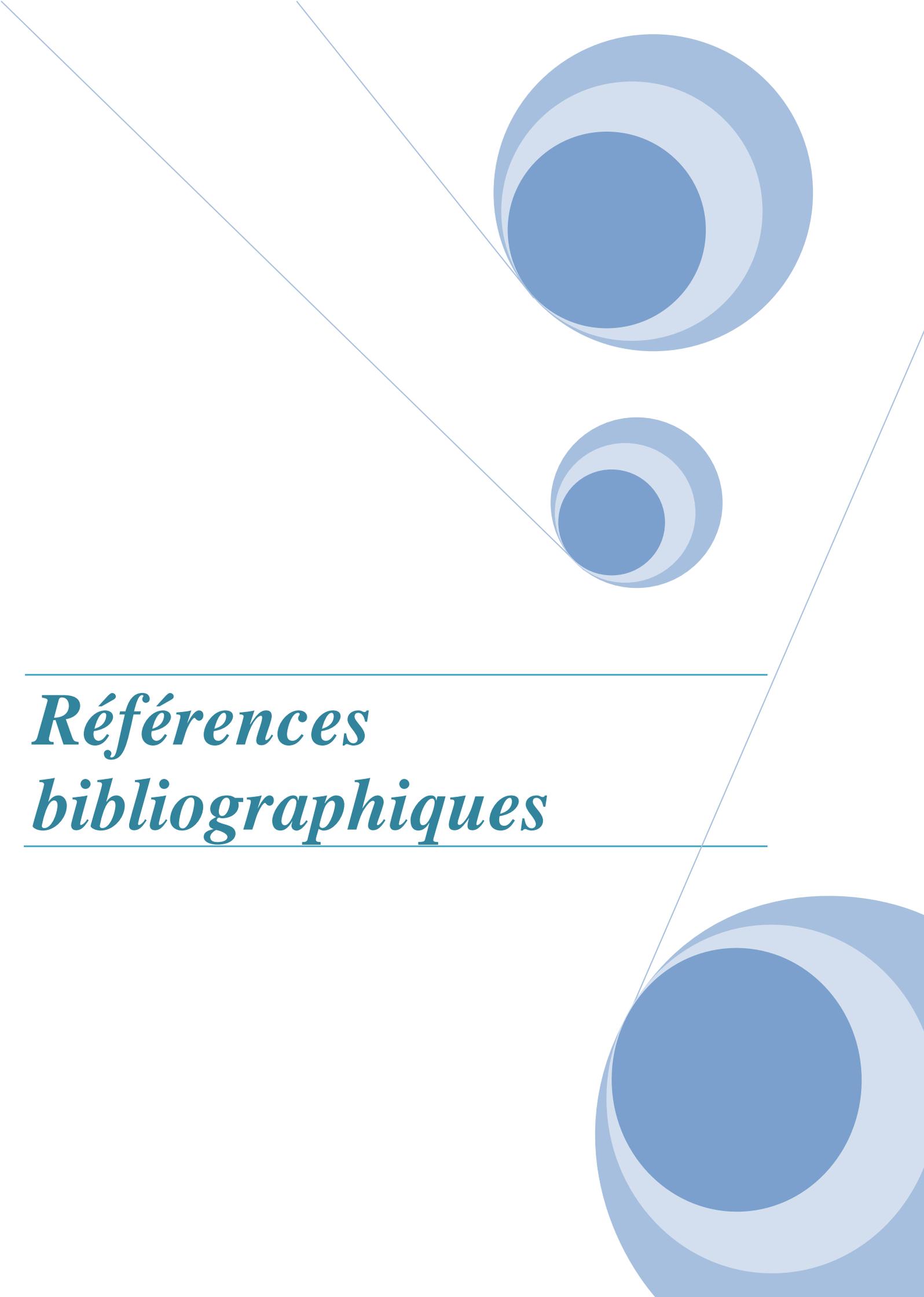
Nous avons utilisé du charbon actif Pour purifier l'eau d'une contamination potentielle : le polluant organique rouge Congo. Nous avons Sélection du processus d'adsorption, qui est l'une des méthodes d'élimination les plus courantes Colorants à l'eau en général.

Dans ce travail, nous avons testé l'adsorption de RC sur CA en examinant l'effet de la concentration initiale et de la masse de charbon actif sur l'adsorption.

Les premiers résultats ont montré que le RC est un bon adsorbant pour le rouge Congo. Distance Après avoir examiné les différents facteurs qui influencent cette absorption, nous avons finalement examiné Concentration initiale, cinétique d'adsorption et masse initiale.

Les résultats obtenus ont montré que l'adsorption est très correctement décrite par le modèle De Freundlich, indiquant l'adsorption de celui-ci, nous pouvons conclure que cette étude a montré Le charbon actif peut être utilisé comme un bon adsorbant pour le traitement de l'eau Coloré par RC.



The page features a decorative design with three blue circles of varying sizes, each composed of concentric rings of different shades of blue. These circles are positioned in the top right and bottom right corners. Thin, light blue lines intersect to form a large triangular shape that points towards the top left, framing the circles and the central text.

*Références
bibliographiques*

Références bibliographique :

- [1]- **AMMAR KHODJA. L, AIT KHELIFA. L**, «Elimination des colorants textiles par adsorption sur un déchet naturel», mémoire Master , du université Brouira , 2015.
- [2]- **BOUAZZA. F**, «Elimination des polluants organiques par des argiles naturelles et modifiées», mémoire Magister, de l'université Tlemcen ,2012.
- [3]- **E. Errais**, Réactivité de surface d'argiles naturelles. Etude de l'adsorption de colorants anioniques, thèse de Doctorat, université de Strasbourg, (2011).
- [4]- **M. Bouhamed, O. Dia**, Etude de l'élimination du colorant Rouge Congo par adsorption Sur des matériaux argileux naturels, Master, université d'el oued, (2012).
- [5]-**L.NAIDJA**, Elimination du colorant orange en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption, mémoire de magistère en chimie, université de Mentouri Constantine, 2010, p 23.
- [6]. **I. BOUNOUR**, Modélisation des isothermes d'adsorption dans le cas de : phénol et de bleu de méthyle sur le charbon actif en grain, mémoire d'ingénieur d'état, école nationale supérieure polytechnique, 2009, p 3.
- [7]- **M. Kaustubha, D. Das, M. N. BISWASOU**, Adsorption of phenol from aqueous solutions using activated carbons prepared from Tectona grandis sawdust by ZnCl₂ activation, Chemical Engineering Journal vol 115, p. 121–131, 2005.
- [8]- **S. Arris**. (200), Etude Expérimentale De L'élimination Des polluants Organiques Et Inorganiques Par Adsorption Sur Des Sous-Produits, Thèse de doctorat, Université de Constantine, p. 30.
- [9]-**D. M. Nevskaja**, A. Guerrero-Ruiz, Comparative study of the adsorption from aqueous solutions and the desorption of phenol and nonylphenol substrates on activated carbons,Journal of Colloid and Interface Science vol. 234, p.316–321, 2001.
- [10]-**H. Maiza** (200), Modélisation des cinétiques d'adsorption dans le cas du phénol et du bleu de méthyle sur le charbon actif en grain, Ingénieur d'état, Ecole Nationale Supérieur Polytechnique, p. 3, 4.
- [11]-**Mlle YAHIAOUI Nanars**; étude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif.

- [12]-. **M. Madani**, Adsorption d'un colorant basique (Bleu de méthylène) sur différents adsorbants (charbon actif en poudre, charbon en grain et la bentonite), Diplôme de Master, Université Mohamed Kher - Biskra-Algérie, 2014.
- [13]-. **N.Yahiaoui**, Etude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate calcium hydroxyapatite et charbon actif, Diplôme de Magister, université Mouloud
- [14]-**F. Edeline**, " L'épuration physico-chimique des eaux " . (Théorie et technologie, 4ème Edition. CEBEDOC. SPRI). Liège, 1998.
- [15]-**Q.Riaz, R.Abdul Hammed.A**; study of adsorption of phenol by activated carbon from aqueous solutions; J Chem: 26 (2002),357-361.
- [16]-**G.Blázquez, M.A. Martín-Lara, G.Tenorio, M.Calero**; Batch biosorption of lead (II) from aqueous solutions by olive tree pruning waste: Equilibrium, kinetics and thermodynamic study. Chemical Engineering Journal: 168 (2011), 170–177.
- [17]- **W.J.MASSCHELEIN**; Processus unitaires du traitement de l'eau de l'eau potable .Ed. CEBEDOC Sprl. Liège
- [18]- **R. Ubago-Petrez, F. Carrasco-Marin, D. Fairen-Jimenez, C. Moreno-Castilla**, Granular and monolithic carbons from KOH-activation of olive stones, Microporous and Mesoporous Materials, 92, (2006), 64-70.
- [19] **B.Adams**, H.C.Thomas, Am.Chem.Soc. 8, 79-86, 1944.
- [20] **Barka N.**, (2008). L'élimination des colorants de synthèse par adsorption sur un phosphate naturel et par dégradation photocatalytique sur TiO₂ supporté .Thèse doctorat, Faculté sciences, Algérie.
- [21]- **SLASLI M A**. Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux : Approches théorique et expérimentale, Thèse de doctorant, Université de Neuchâtel, 3/12/2002.
- [22]-**C. Giles, D. Smith, J. Colloid interf. Sci.**(1974).47,755-765.
- [23]-**R. Desjardins**, Le traitement des eaux. 2ème Edition revue et améliorée, Édition de l'École Polytechnique de Montréal. (1990).
- [24]- **Langmuir I**, The constitution and fundamental properties of solids and liquids. J. Am. Chem.Soc., 40, (1918), p1361-1403.
- [25]- **Duong D. Do** Adsorption analysis: Equilibria and Kinetics, Series on Chemical Engineering, Imperial College Press (vol.2), 1989.

- [26]- **Webber T. W , Chakkravorti R.K**, Pore and solid diffusion models for fixed-bed adsorption. *AIChE j.*,20,(1974), p228-238.
- [27]- **L.amirouche, Outioua**, Etude du pouvoir de sorption du Cuivre (II), du Zinc (II) et des polyphénols par les bentonites sous l'effet des irradiations micro-ondes, Magister, université Mouloud Mammeri de TIZI-OUZOU, (2011).
- [28]- **A.R. Khan, R. Atallah, A. Al-Haddad**, *J. Colloid Interface Sci.* 194 (1997) 154- 165.
- [29]- **Bouziane N.** Élimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre, Mémoire de Master, Université Mentouri- Constantine,30/05/2007.
- [30]- **ChouatM. laboubiF.** Etude de l'adsorption du bleu méthylène par charbon actif,
[31]- Mémoire de Master, Université Mohamed Khaider-Biskra, Juin2013.
(procédé d'adsorption avec régénération électrothermique pour la capture du dyoxide de carbon en post- combustion) mémoire doctorat – Nabil Ettlili - Ecole Nationale Supérieure des Industrie Chimique – Mars 2008
- [32]- **STOECKLI F.**, (1990). *Carbon*, 28, pp. 1-6.
- [33]- **AMROUCH S .**, al (2013). Adsorption des colorants textiles sur le minerai du phosphate noir de Kef Es Sennoun. Mémoire de fine de cycle, Université Abderrahmane Mira-Bejaia.
- [34]- **Baghriche Oualid**, Contribution de methodes destructives (Photolyse et P.O.A's) et non destructives à l'élimination de deux colorants (Bleu de methylène et rouge Congo) en solution aqueuse, Magistère, Mentouri , Constantine,(2005).
- [35]- **E. Koller**, Aide-mémoire Génie chimique, 2ème Edition DUNOD. Avril (2005) p364 - 366.
- [36]- **Nouzha Bouziane**, élimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre, Magister , Université Mentouri , Constantine,(2007).
- [37]- **C.C. Manole.** Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique), thèse de doctorat, Polytechnique de Toulouse (2007).
- [38]- Rodriguez-Reinoso F, Molina-Sabio M. 1998. Textural and chemical character rization of micro porous carbons. *Advances in Colloid and Interface Science* 76-77: 271-294.
- [39]- **Tatianne Ferreira de Oliveira** (2011). Thèse pour obtenir le grade de Docteur de l'université d'OLEANS . Etude d'un procédé de dépollution basé sur le couplage ozone/ charbon actif pour l'élimination des phtalates en phase aqueuse.

- [40]- Catherine AYRAL, Elimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif. L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE. Thèse pour obtenir le grade de DOCTORAT Ch.1, avril 2009.
- [41]- ZUE MVE Mexent, Élimination des ions Mn (II) des solutions aqueuses par adsorption sur des charbons actifs préparés à partir des coques de noix de noisette. Thèse pour obtenir le grade de MASTER DE Université des Sciences et Techniques de Masuku.
- [42]- Brevet APG-RCC :PCT / FR 99 /00748 du 31 mars (1999).
- [43]- M. Capon, V. Courilleu, C. Valette, Chimie des couleurs et des odeurs, Nantes, Culture et technique, (1999).
- [44]- A. Abdessemed, Etude de l'élimination de l'éthyle violet par adsorption sur la kaolinite et le charbon actif et par des méthodes photochimiques en milieu aqueux, Magister, université Mentouri, Constantine, (2009).
- [45] M.N Crepy. "Dermatoses professionnelles aux colorants", Fiche d'allergologie dermatologie professionnelle hôpital Cochin, (2004).
- [46] S.E. Manahan, Environmental chemistry, 6e Ed, U.S.A. : Lewis publisher,(1994).
- [47] N.J. Willmott, J.T. Guthrie, G. Nelson, The biotechnology approach to colour removal from textile effluent. JSDC, 114, 38-41, (1998).
- [48] U. Pagga, D. brown, the degradation of dyestuffs part II: behaviour of dyestuffs in aerobic biodegradation tests. Chemosphere, 15, 4, 479-491, (1986).
- [49] Zawlotzki Guivarch, traitement des polluants organiques en milieu aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée, électro-fenton, application à la minéralisation des colorants synthétiques, thèse de Doctorat, Université de Marne- La- Vallée,(2004).
- [50-] S. Hazourli, M. Ziati, A. Hazourli, M. Cherifi. Valorisation d'un résidu naturel lignocellulosique en charbon actif -exemple des noyaux de dattes- Revue des Energies Renouvelables ICRES-07 Tlemcen (2007) 187-192.
- [51] Reffas Abdelbaki, étude de l'adsorption de colorants organiques (rouge nylosan et bleu de méthylène) sur des charbons actifs préparés à partir du marc de café, thèse doctorat, université mentouri-constantine, (2010).
- [52] M. Gueye, J. Blin, C.Brunschwig, Etude de la synthèse des charbons actifs à partir de biomasses locales par activation chimique avec H₃PO₄, journées scientifique d2iE, 2011 éme édition, 4 – 8 avril 2011.

- [53] **Mbaye Gueye**, Synthèse et étude des charbons actifs pour le traitement des eaux usées d'une tannerie, Master, institut international d'ingénierie de l'eau et de l'environnement, (2008/2009).
- [54] **Chaouch Noura**, Utilisation des sous-produits du palmier dattier dans le traitement physicochimique des eaux polluées, thèse doctorat, université hadj Lakhdar – batna, (2014).
- [55] **Bouchelta Chafia**, Etude de l'adsorption des métaux Hg^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Fe^{3+} , Cr^{6+} sur charbon actif en grain, Modélisation, Magister, université badji Mokhtar – Annaba, (2003).
- [56] **M. Bouhamed, O. Dia**, Etude de l'élimination du colorant Rouge Congo par adsorption sur des matériaux argileux naturels, Master, université d'el oued, (2012).
- [57] **O. Baghriche**, Contribution de méthodes destructives (Photolyse et P.O.A's) et non destructives à l'élimination de deux colorants (Bleu de méthylène et rouge Congo) en solution aqueuse, Magister, université mentouri constantine faculté des sciences exactes, (2005).
- [58] **BENAISSA Akila**, Etude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique et d'un tensioactif, thèse du doctorat en Sciences En Génie des procédés, Université Mentouri Constantine, 2010/2011, p 10,15,36.
- [59] **BELKADI Thanina, MAKKED Ludmila**, TRAITEMENT DES MARGINES D'OLIVES PAR CO-PRECIPITATION EN UTILISANT LES PLANS D'EXPERIENCES, thèse du Master en Chimie de l'Environnement, Université Mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou, 2015-2016
- [60] **Mlle. MIHOUBI Inas, Mlle. SEBGAG Souhila**, Application de la méthode du plan d'expériences po sur la modélisation du phénomène d'adsorption, thèse du Master en Sciences de la Technologie d'Hydrocarbures et Energies Renouvelables, Université Ahmed Draïa Adrar, 2019-2020
- [61] **Jacques GOUPY**, les plans d'expériences, Revue MODULAD, 2006

Résumé :

Cette étude est basée sur l'évaluation du (charbon actif) dans le traitement des eaux colorées avec des colorants et l'élimination du rouge Congo et utilisé dans Son état naturel, et l'étude de sa capacité d'adsorption. Après avoir défini les principales propriétés du charbon actif dans cette étude, les différents facteurs affectant l'adsorption ont été testés, tels que la concentration, la quantité et la cinétique d'adsorption. Temps de contact. Une étude a été menée sur la concentration et la masse initiales. Au terme de cette étude, et après avoir sélectionné les caractéristiques appropriées à partir des facteurs précédents, il a été prouvé que le charbon actif s'adapte bien au rouge_Congo. Et prouver que les résultats expérimentaux d'adsorption du rouge Congo sur_charbon actif sont bien représentés par le modèle de Freundlich.

Mots clés : rouge Congo, charbon actif, eau colorée, adsorption, cinétique d'adsorption

Abstract :

This study is based on the evaluation of (activated carbon) in the treatment of water colored with dyes and the elimination of Congo red and used in its natural state, and the study of its absorption capacity.

After defining the main properties of activated carbon in this study, the different factors affecting adsorption were tested.

Such as adsorption concentration, amount and kinetics. Contact time. A study was carried out on the initial concentration and mass.

At the end of this study, and after selecting the appropriate characteristics from the above factors, it was proved that the activated carbon adapts well to Congo red. And prove that the experimental results of adsorption of Congo red on activated carbon are well represented by the Freundlich model.

Key words: Congo red, activated carbon, colored water, adsorption, adsorption kinetics.

ملخص

تعتمد هذه الدراسة على تقييم (الكربون المنشط) في معالجة المياه الملوثة بالأصبغ والقضاء على الكونجو الأحمر والمستخدمة في حالته الطبيعية، ودراسة قدرتها على الاستيعاب وبعد تحديد الخصائص الرئيسية للكربون المنشط في هذه الدراسة تم اختبار العوامل المختلفة التي تؤثر على الامتزاز مثل تركيز الامتزاز والكمية أجريت دراسة على تركيز الأولي والكتلة في نهاية هذه الدراسة وبعد اختيار الخصائص أحمر المناسبة من العوامل المذكورة أعلاه ثبت أن الكربون المنشط يتكيف جيدا مع الأحمر كونجو وإثبات أن النتائج التجريبية للامتصاص الكونجو على الكربون المنشط ممثلة بشكل جيد نموذج فراندليش

الكلمات المفتاحية : الأحمر الكونجو, الكربون المنشط, الماء الملون, الامتزاز, حركة الامتزاز