

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université D^r. Tahar Moulay SAIDA
Faculté des Sciences et Technologie
Département de Génie des procédés



جامعة د الطاهر مولاي سعيدة
كلية العلوم و التكنولوجيا
قسم: هندسة الطرائق

MEMOIRE DE FIN D'ETUDE
Pour l'obtention du diplôme Master
En Génie des procédés

Option : Génie des procédés des Matériaux
Présenté par:

**Optimisation des paramètres expérimentaux pour éliminer
un composé organique par un bio-adsorbant**

Soutenu le: 22/06/2025

Devant le jury:

Pr. M. Adjdir

Professeur

Université de Saida

Président

Dr. M. Boudinar

MCA

Université de Saida

Examineur

Pr. N. Ghali

Professeur

Université de Saida

Rapporteur

Promotion: 2024-2025



Remerciements

Grâce à Dieu Tout-Puissant, qui nous a donné la force, la volonté et la patience nécessaires pour mener à bien ce modeste travail, nous lui exprimons toute notre reconnaissance.

*Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à notre encadrant **Monsieur Ghali Noureddine**, pour son accompagnement, ses conseils précieux, sa disponibilité et son suivi rigoureux tout au long de ce travail.*

*Nous remercions également **Madame Belarbi ouassyla** et **Madame Choumane fatima Zahra** pour leur soutien, leur bienveillance et leurs conseils qui nous ont été d'une grande aide.*

*Nos sincères remerciements vont à **Monsieur Aimer yacine**, pour l'intérêt qu'il a porté à notre travail ainsi qu'à son appui constant.*

*Nous adressons nos vifs remerciements aux techniciennes de laboratoire, **Zahra** et **Saâdiya**, pour leur assistance technique, leur disponibilité et leur gentillesse.*

*Nous exprimons aussi notre reconnaissance à la **doctorante Foudil Zahra** pour ses conseils avisés et l'aide précieuse qu'elle nous a apportée durant cette période.*

*Nos remerciements s'adressent également à Monsieur **Abdelkader Benhlma**, pour sa disponibilité et son soutien malgré ses nombreuses responsabilités.*

*Nous remercions chaleureusement le Chef de spécialité Monsieur **Boudinar Mohamed** pour ses orientations et son engagement envers la formation des étudiants.*

*Un grand merci aussi à Monsieur **Guezzen Brahim**, pour sa collaboration et son soutien tout au long de notre parcours.*

Enfin, nos pensées les plus sincères vont à notre famille et nos amis, pour leur amour, leur soutien moral et leur encouragement constant, qui nous ont été d'un grand réconfort à chaque étape de ce travail.

Si ce travail a pu être mené à terme, c'est grâce à l'aide et au soutien de toutes ces personnes. À tous, nous témoignons notre respect et notre sincère gratitude.

Dédicace

Je dédie ce mémoire, fruit de plusieurs années d'efforts, de persévérance et de patience, à ceux qui occupent une place précieuse dans mon cœur.

À mes chers parents,

Mohamed et Naar karima pour votre amour infini, vos sacrifices silencieux, vos encouragements constants et votre foi en moi. Vous avez été mon pilier, mon refuge et ma source d'inspiration. Ce travail est d'abord le vôtre.

À mes frères

Farouk et Redouane, pour votre soutien, vos paroles motivantes, et votre présence réconfortante, même dans les moments les plus stressants. Votre confiance en moi m'a poussée à aller toujours plus loin.

À mes sœurs,

Mouna et Rihab, pour votre tendresse, vos encouragements discrets mais profonds, et vos gestes d'amour au quotidien. Vous avez su être là dans les moments où j'avais besoin d'un regard bienveillant.

À ma cousine kossai et à son père Oussama, pour votre affection, vos sourires sincères et votre présence bienveillante. Vous avez su, chacun à votre manière, apaiser mes journées et me rappeler l'essentiel.

À mon cher binôme,

Meriem, avec qui j'ai partagé cette aventure unique. Merci pour ton sérieux, ton implication, ton écoute et surtout ta précieuse amitié. Travailler à tes côtés a été un véritable privilège et une source de motivation constante.

À mes chers amis

ALLOU Mohamed el amine et TOUAME Abdelhamid et Nacel Ahmed

Merci pour votre sincérité, votre aide et les beaux moments partagés.

À toutes ces personnes qui, de près ou de loin, m'ont accompagnée, soutenue et encouragée, je vous adresse toute ma reconnaissance.

Ce mémoire vous est dédié, avec tout mon cœur.

Achouak

Dédicace

À ma chère mère,

Daoudi Rekaia Je te dois tant... Merci pour ton amour, tes prières, ta patience infinie et ton soutien constant.

Tu es la lumière de ma vie, celle qui m'a portée et guidée dans les moments les plus difficiles.

Que Dieu te protège et t'accorde santé et bonheur.

À mon père adoré,

Hessaini Pour tes sacrifices, tes conseils et ton encouragement permanent.

Merci d'avoir toujours cru en moi. Que Dieu te comble de bienfaits et t'accorde une longue vie.

À mes sœurs

Douaa et Samira et mon frère Mohamed,

Merci pour votre affection, votre soutien et votre présence à mes côtés tout au long de ce parcours.

À mon amie de travail et fidèle compagne de route, Taguine Achouak.

Ta générosité, ta gentillesse et ton soutien indéfectible ont été d'une aide précieuse.

Merci d'avoir été là, avec écoute, patience et bienveillance.

À mon chère amie Nacel Ahmed.

Merci pour votre sincérité, votre aide et les beaux moments partagés.

Que Dieu vous bénisse et vous accompagne dans tous vos projets.

Et tout personne qui porte le nom Kandouci et Daoudi (merci pour tout).

Meriem

Table des matières

Chapitre I : Adsorption et phénomène d'adsorption

I.1.Introduction.....	6
I.2.la différence entre l'adsorption et l'absorption	6
I.3.Définition de l'adsorption.....	6
I.4.Application de l'adsorption	7
I.5.Mécanisme d'adsorption.....	7
I.6.Type d'adsorption	8
I.6.1.Adsorption chimique (ou chimisorption).....	8
I.6.2.Adsorption physique (ou physisorption).....	8
I.7.Facteurs influençant l'équilibre d'adsorption.....	9
I.7.1.La température du milieu	9
I.7.2.Le pH de la solution.....	9
I.6.3.La masse d'adsorption	10
I.7.4.La concentration initiale d'adsorbat	10
I.7.5.Le temps d'équilibre	10
I.8.Facteurs caractérisant l'adsorbat.....	10
I.9.Facteurs caractérisant l'adsorbant.....	10
I.10.Isotherme d'adsorption	11
I.10.1.Classification des isothermes d'adsorption.....	11
I.10.1.1.Isotherme de type I.....	11
I.10.1.2.Isotherme de type II.....	11
I.10.1.3.Isotherme de type III.....	11
I.10.1.4.Isotherme de type IV	12
I.10.1.5.Isotherme de type V	12
I.11.Modélisation de l'adsorption.....	12
I.11.1.Modèle de Freundlich.....	13
I.11.2 Modèle de Freundlich.....	13

Chapitre II : LE MATERIAU ADSORBE ET L'ADSORBAT

II.1.Définition de l'adsorbant.....	17
II.2.Définition du bio-adsorbant.....	17
II.3. Bio-adsorbant à base des déchets agricoles.....	17
II.4. Déchets agricoles en générale	17
II.5. Tiges du palmier.....	18
II.6.Définition d'un « déchet ».....	18
II.6.1.Différentes classes des déchets.....	18
II.7. Bio-adsorbant utilisé : Les tiges de palmier.....	18
II.7.1.Présentation du palmier dattier.....	18
II.7.2.Morphologie.....	19
II.7.2.1.Système racinaire.....	19
II.7.2.2.Feuilles ou palmier.....	19
II.7.2.3. Tiges (Le stipe ou tronc).....	19
II.7.2.4.Organes floraux.....	19
II.8.Pollution des eaux.....	20
II.8.1.Principaux types de polluants.....	20
II.8.1.1.Phénol.....	21
II.8.1.1.1. Propriétés physico-chimiques.....	22
II.8.1.3.Leur utilisation.....	22
II.9.Toxicité du phénol dans l'environnement.....	22

Partie Expérimentale

Chapitre III : Matériels et Méthodes

I.1 Matériels utilisés.....	25
I.2.Appareillag..... ;	26
I.3 Préparation de matériau.....	26
III.4. Caractérisation de bio-adsorbant	32
III.4.1. pH _{pzc} (point de charge zéro)	32
III.4.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	32
III.4.2.1Principe	33
III.4.3. Méthode d'analyse-Spectrophotométrie UV-Visible.....	34
III.5. Choix de composé chimique organique : Phénol	35
III.6.Préparation de la solution mère de phénol	35

Table des figures

Figure I.1 : La Différence Entre l'adsorption Et l'absorption.....	6
Figure I.2 : Phénomène d'adsorption.....	7
Figure I.3 : Mécanisme du transport d'un adsorbat au sein d'un grain solide. 1 diffusion externe ; 2 – diffusion interne (dans les pores) ; 3 –migration en surface.....	8
Figure I.4 : Classification Des Isothermes... ..	13
Figure II.1. Différentes Nature De L'adsorbant... ..	20
Figure II.2. . Ecorces de Grenade (a) et d'Oranges (b).....	21
Figure II.3. Tige du palmier.....	23
Figure III.1 : Ensemble des dispositifs expérimentaux utilisés.....	30
Figure III.2 : Ensemble d'appareillages utilisés.....	30
Figure III.3 : Schéma de préparation du matériau végétal.....	32
Figure III.4 : Principe de la spectrophotométrie infrarouge	33
Figure III.5. Spectrophotomètre UV-Visible.....	34
Figure III.6 : Schéma de la procédure expérimentale.....	36

Liste des tableaux :

TABLEAU I.1. Comparaison entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique

TABLEAU II .1. Propriétés physico-chimiques du phénol24

Liste des abréviations

C_{eq} : concentration à l'équilibre de l'adsorbat (mg/L),

Q_e : quantité de substance adsorbée par unité de masse de l'adsorbant (mg/g),

K_L : constante correspondant à l'énergie d'adsorption,

B : capacité maximale d'adsorption.

A : absorbance de la solution pour une longueur d'onde λ

I₀ : l'intensité du faisceau de référence

I : l'intensité transmise du faisceau traversant l'échantillon La concentration en polluant dans l'échantillon est déduite de l'absorbance à l'aide de la loi de Beer-Lambert.

ϵ : Coefficient d'absorption molaire (l/mol.cm) à la longueur d'onde λ

C : concentration molaire de l'espèce absorbante (mol/l)

L : L'épaisseur de la cuve (cm)

Résumé

La pollution des eaux par les composés organiques, tels que les phénols, représente une menace sérieuse pour l'environnement et la santé publique. Dans cette étude, nous sommes intéressés à l'élimination d'un composé organique à l'aide d'un bio-adsorbant naturel (Brute), dans un milieu aqueux. Un matériau naturel, issu de résidus agricoles, a été préparé, caractérisé et utilisé comme bio-adsorbant.

L'objectif principal de ce travail est d'optimiser les paramètres expérimentaux influençant sur le processus d'adsorption, tels que la masse d'adsorbant le pH initial de la solution, la concentration initiale du polluant et la température. Pour cela, une approche méthodologique rigoureuse a été adoptée. L'effet des conditions opératoires a été examiné et discuté. Les isothermes d'adsorption ont été établies et modélisées par les équations de Langmuir et Freundlich pour mieux comprendre les mécanismes d'interaction entre le bio-adsorbant et le polluant organique (Phénol).

Les résultats obtenus ont montré que le pourcentage d'élimination atteint une valeur maximale d'environ 27 % pour une masse de 0,250 mg à 250 mg/l de phénol dans un milieu neutre. La variation du pH du milieu montre une augmentation de R % à 29 % pour pH= 3 et la masse de bio-adsorbant de 0,05g. L'augmentation de la température de la solution n'influe pas sur la valeur R% pour les deux concentrations de phénol (200 et 250 mg/l). Les isothermes d'adsorption à différentes masses révèlent que l'adsorption est de type I pour la masse 0,05g et de type II pour les deux masses restantes (0,150 et 0,250g). À 200 mg/L. La modélisation des paramètres thermodynamiques montre que l'adsorption est spontanée et exothermique pour les trois masses à 200mg/l. Les valeurs absolues de $\Delta H^\circ < 21$ kJ/mol suggèrent que le processus d'adsorption est une physisorption dominante.

Le matériau étudié présente une capacité d'adsorption limitée ou relativement faible vis-à-vis de polluant organique, pour cette raison ce matériau nécessite un traitement physique ou chimique, afin d'améliorer ses propriétés physico-chimiques.

Mots-clés : adsorption, bio-adsorbant, composé organique, isothermes.

Abstract

Water pollution by organic compounds, such as phenols, poses a serious threat to the environment and public health. In this study, we focused on the removal of a model organic compound using a natural bio-adsorbent, aiming for a sustainable and cost-effective approach to wastewater treatment. A bio-based material derived from agricultural residues was prepared, characterized, and used as an adsorbent.

Water pollution by organic compounds, such as phenols, represents a serious threat to the environment and public health. In this study, we focused on the removal of an organic compound using a natural (raw) bio-adsorbent in an aqueous medium. A natural material derived from agricultural waste was prepared, characterized, and used as a bio-adsorbent.

The main objective of this work is to optimize the experimental parameters influencing the adsorption process, such as adsorbent mass, initial pH of the solution, initial pollutant concentration, and temperature. A rigorous methodological approach was adopted. The effect of operating conditions was investigated and discussed. Adsorption isotherms were established and modeled using Langmuir and Freundlich equations to better understand the interaction mechanisms between the bio-adsorbent and the organic pollutant (phenol).

The results showed that the maximum removal percentage reached approximately 27% for a mass of 0.250 g at 250 mg/L of phenol in a neutral medium. Varying the pH of the solution increased the removal rate to 29% at pH = 3 and a bio-adsorbent mass of 0.05 g. Increasing the temperature had no significant effect on the removal percentage for both phenol concentrations (200 and 250 mg/L). The isotherms revealed that adsorption was of type I for the 0.05 g mass, and of type II for the other two masses (0.150 and 0.250 g) at 200 mg/L. Thermodynamic modeling showed that the adsorption process was spontaneous and exothermic at 200 mg/L for all three masses. The absolute values of $\Delta H^\circ < 21$ kJ/mol indicate that the process is dominated by physisorption.

The studied material shows limited or relatively low adsorption capacity towards the organic pollutant, hence it requires physical or chemical treatment to enhance its physicochemical properties.

Keywords: adsorption, bio-adsorbent, organic compound, isotherms.

الملخص

تمثل تلوث المياه بالمركبات العضوية، مثل الفينولات، تهديدًا خطيرًا للبيئة والصحة العامة. في هذه الدراسة، تم التركيز على إزالة مركب عضوي باستخدام مادة ماصة حيوية طبيعية (خام) في وسط مائي. تم تحضير مادة طبيعية مشتقة من نفايات زراعية، وتم توصيفها واستخدامها كمادة ماصة حيوية.

يهدف هذا العمل بشكل أساسي إلى تحسين العوامل المؤثرة على عملية الامتزاز مثل: كمية المادة الماصة، الرقم الهيدروجيني الابتدائي للمحلول، تركيز الملوث الابتدائي ودرجة الحرارة. ولتحقيق ذلك، تم اتباع منهجية دقيقة لدراسة تأثير هذه الظروف لفهم آلية التفاعل بين المادة الماصة والملوث (Freundlich و Langmuir التشغيلية، كما تم تحليل نماذج الإيزوثيرم) العضوي (الفينول).

أظهرت النتائج أن نسبة الإزالة القصوى بلغت حوالي 27% باستخدام كتلة 0.250 غ من المادة الماصة عند تركيز 250 ملغ/ل وكتلة 0.05 pH=3 للفينول في وسط متعادل. كما أظهر تغيير الرقم الهيدروجيني زيادة في نسبة الإزالة لتصل إلى 29% عند التركيزين 200 و 250 ملغ/ل. كشفت نماذج الإيزوثيرم (R^2 غ. لم تؤثر زيادة درجة الحرارة على قيمة نسبة الإزالة) النمذجة للكتلتين 0.150 و 0.250 غ عند 200 ملغ/ل. أما II للكتلة 0.05 غ، ومن النوع I أن الامتزاز كان من النوع المطلقة أقل من 21 كج/مول، مما يدل على أن ΔH° الترموديناميكية فقد بينت أن عملية الامتزاز تلقائية وناشرة للحرارة، بقيم العملية تدرج ضمن الامتزاز الفيزيائي.

المادة المدروسة تُظهر قدرة محدودة أو ضعيفة نسبيًا في إزالة الملوث العضوي، لذا فهي تحتاج إلى معالجة فيزيائية أو كيميائية لتحسين خصائصها الفيزيائية والكيميائية.

الكلمات المفتاحية: امتزاز، مادة ماصة حيوية، مركب عضوي، إيزوثيرم.

Introduction générale

Introduction générale

Depuis toujours, les sociétés humaines cherchent à satisfaire continuellement leurs besoins. Cependant, malgré les nombreux progrès accomplis, l'impact environnemental de ces actions a souvent été négligé. L'une des conséquences les plus alarmantes est la pollution, notamment parce que la capacité de la nature à assimiler les déchets demeure relativement constante, tandis que la production anthropique de déchets augmente de manière exponentielle. Parmi les principales sources de pollution figure celle liée aux eaux usées, souvent chargées de micro-organismes pathogènes et de divers types de bactéries. Ce phénomène résulte notamment d'un manque d'organisation dans la gestion des rejets. À cela s'ajoute le déversement de composés chimiques dangereux, faiblement ou non biodégradables, tels que les hydrocarbures, les composés phénoliques, les métaux lourds, les colorants et les insecticides. Ces polluants proviennent de plusieurs industries, notamment chimiques, textiles, agroalimentaires, pharmaceutiques, ou encore de la tannerie [1].

Chaque année, plusieurs milliers de tonnes de substances pharmaceutiques sont consommées qui sont généralement à base des composés organiques tels que : Acide acétylsalicylique et Phénol... Ces composés se retrouvent dans les effluents des stations d'épuration, les eaux souterraines. Utilisées pour leurs effets biologiques bénéfiques sur la santé humaine ou animale, ces substances peuvent néanmoins devenir des contaminants persistants des milieux aquatiques en raison de leur utilisation intensive et de leur rejet constant dans l'environnement [2].

L'eau étant une ressource vitale pour tous les écosystèmes, d'importants efforts ont été déployés au cours des dernières décennies pour en améliorer le traitement. Parmi les techniques développées, l'adsorption s'est imposée comme une méthode particulièrement efficace pour l'élimination des micropolluants organiques, grâce aux interactions entre phase solide et liquide. De nombreuses études ont montré que l'adsorption sur des déchets agricoles bruts est une solution prometteuse [3].

Dans ce contexte, notre travail vise à valoriser un déchet naturel à base de lignocellulosique : les tiges de palmier dattier, en tant que bio-adsorbant pour l'élimination d'un polluant organique spécifique, le phénol.

Pour cette étude nous avons structuré notre travail en quatre chapitres :

- dont le premier sera consacré à une étude bibliographique sur le processus d'adsorption
- Dans le deuxième chapitre nous traitons le polluant organique étudié (Phénol).
- Dans trois chapitres, nous exposons le matériel utilisé, la méthodologie expérimentale adoptée, nous décrivons les protocoles expérimentaux utilisés pour étudier l'adsorption de phénol sur le Bio-adsorbant.

Sur le chapitre quatre, nous suivons le processus d'adsorption en optimisant l'effet de plusieurs paramètres sur la capacité de l'adsorption de phénol sur le matériau étudiée, en particulier, la masse de bio-adsorbant, le pH de la solution, la concentration initiale de l'adsorbat et enfin la température du milieu de la solution. Les résultats obtenus ainsi que leurs interprétations avec une discussion générale sont introduit dans ce chapitre. Nous utilisons, les modèles de l'isotherme : le modèle de Langmuir et celui de Freundlich. Nous déterminons les paramètres, thermodynamiques (ΔG° , ΔH° , ΔS°) grâce à la variation de la température sur l'adsorption phénol.

- Enfin, ce mémoire est achevé par une conclusion générale.

Références de l'introduction Générale

- [1] GUERGAZI S. AMIMEUR D. ACHOUR S. Elimination des substances humiques de deux eaux de surface algériennes par adsorption sur charbon actif et sur bentonite, Larhyss Journal, p125-137, (2013).
- [2] BENAÏSSA, A. Étude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique et d'un tensioactif .Thèse de doctorat : Génie des procédés. Constantine: Université MENTOURI, (2011).
- [3] BOULKRAH, H, Étude comparative de l'adsorption des ions plomb sur différents adsorbants, Mémoire de Magister. SKIKDA : Université 20 août 1955, (2008).

Chapitre I : Adsorption et phénomène d'adsorption

I.1. Introduction

L'adsorption est un procédé de traitement, bien adapté pour éliminer une très grande diversité de composés toxiques dans notre environnement. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et l'air. L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des molécules de gaz ou de liquides se fixent sur les surfaces solides des adsorbants selon divers processus plus ou moins intenses. Différents produits naturels (zéolites, argiles, charbon, etc.) ou de synthèse peuvent être utilisés pour le traitement par adsorption [1].

I.2. Différence entre l'adsorption et l'absorption :

L'adsorption et l'absorption sont deux phénomènes de sorption qui consistent en l'adhérence d'une substance à une autre, mais ils diffèrent par leur mécanisme et leur localisation.

L'adsorption concerne la fixation de molécules à la surface d'un solide, tandis que l'absorption est pénétration de ces molécules à l'intérieur du solide.

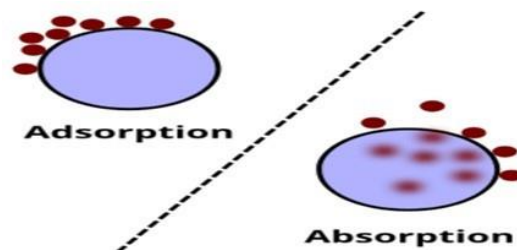


FIGURE I.1 : Différence entre l'adsorption et l'absorption

I.3. Définition de l'adsorption

. Au cours de ce processus, les molécules d'un fluide (gaz ou liquide), appelé adsorbat, viennent se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. Ce procédé définit la propriété de certains matériaux de fixer à leur surface des molécules (gaz, ions métalliques, molécules organiques, etc.) d'une manière plus ou moins réversible. Au cours de ce processus, il y aura donc un transfert de matière de la phase aqueuse ou gazeuse vers la surface solide. Le solide acquiert alors des propriétés superficielles (hydrophobie ou

hydrophilie) susceptibles de modifier l'état d'équilibre du milieu (dispersion, floculation). La nature des liaisons formées ainsi que la quantité d'énergie dégagée lors de la rétention d'une molécule à la surface d'un solide permettent de distinguer deux types d'adsorption : Adsorption physique et adsorption chimique [2].

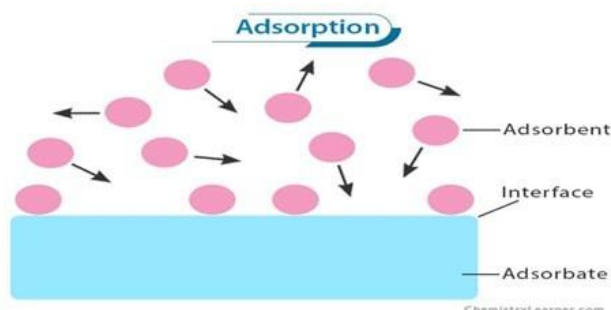


FIGURE I.2 : Phénomène d'adsorption

I.4. Application de l'adsorption

On peut citer quelques exemples d'application de l'adsorption, notamment :

- Le traitement d'air chargé en composés organiques volatils.
- La récupération des métaux lourds des eaux résiduaires industrielles.
- Les échages, la purification et la désodorisation des gaz.
- Le raffinage des produits pétroliers.
- La récupération des solvants volatils et de l'alcool dans le processus de fermentation.
- La décoloration des liquides.
- La chromatographie gazeuse (méthode de fractionnement basée sur les différences de vitesse d'absorption de diverses substances sur un adsorbant donné) [3].

I.5. Mécanisme d'adsorption

Au cours de l'adsorption d'une espèce sur un solide, un transfert de masse de la molécule se produit de la phase liquide vers le centre de l'adsorbant (figure 1.3). Ce processus se déroule en plusieurs étapes au sein des particules d'adsorbant [4] :

Étape1 : Diffusion externe :

Représenté par la flèche numéro 1 (bleu). Les molécules d'adsorbate se déplacent de la phase fluide vers la surface externe des particules de l'adsorbant, à travers une couche limite appelée "film fluide".

Étape 2 : Diffusion interne (dans les pores): Représentée par la flèche numéro 2 (rouge). Une fois à la surface, les molécules pénètrent dans les pores de la particule d'adsorbant.

Étape 3 : Diffusion de surface : Représentée par la flèche numéro 3 (violet). Les molécules atteignent les sites actifs à l'intérieur de la matrice poreuse et s'y fixent.

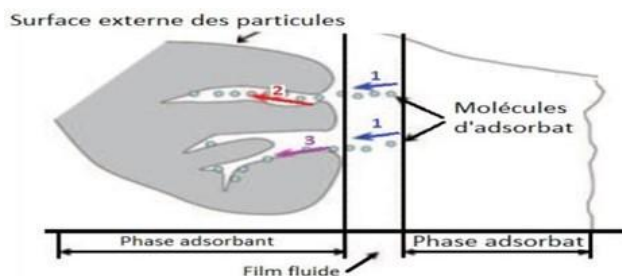


FIGURE I.3 : Mécanisme du transport d'un adsorbat au sein d'un grain solide. 1 - diffusion externe ; 2 - diffusion interne (dans les pores); 3 - migration en surface.

I.6. Type d'adsorption

I.6.1. Adsorption chimique (ou chimisorption)

L'adsorption chimique ou chimisorption est essentiellement irréversible et lente. Très spécifique, elle s'accompagne d'une forte variation d'énergie d'activation. L'adsorption chimique résulte d'une profonde modification de la répartition des charges électroniques de la molécule adsorbée : les forces de liaison sont du même type que celles qui sont impliquées lors de la formation des liaisons chimiques. L'énergie d'adsorption est supérieure à $80 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$: la désorption est difficile. L'adsorption chimique se fait uniquement mono-moléculaire car la présence des liaisons de valence entre l'adsorbat et l'adsorbant exclut la possibilité de couches multimoléculaires. De manière générale, l'adsorption est un phénomène exothermique qui se produit avec un dégagement de chaleur ce qui peut conduire à un échauffement du solide.

I.6.2. Adsorption physique (ou physisorption)

Contrairement à la chimisorption, l'adsorption physique se produit à des températures basses. Les molécules s'adsorbent sur plusieurs couches (multicouches) avec des chaleurs d'adsorption souvent inférieures à 20 kcal/mol . Les interactions entre les molécules du soluté (adsorbat) et la surface du solide (adsorbant) sont assurées par des forces électrostatiques type dipôles, liaison hydrogène ou Vander Waals.

La physisorption est rapide, réversible et n'entraînant pas de modification des molécules adsorbées. La distinction entre les deux types d'adsorption n'est pas toujours facile. En effet, les énergies mises en jeu dans les physisorptions fortes rejoignent celles qui

interviennent dans les chimisorptions faibles [5].

TABLEAU I.1. : Comparaison entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Énergie d'adsorption	5 à 10 kcal/mol	20 à 100 kcal/mol
Température de processus	Inférieure à la température d'ébullition de l'adsorbat	Élevée
Nature de la liaison	Physique (Van der Waals)	Chimique
Désorption	Facile	Difficile
Énergie d'activation	Non appréciable	Peut être mise en jeu
Cinétique	Très rapide	Lente
État de surface	Formation de multi-couches	Formation de mono-couche
Enthalpie d'adsorption	< 40 kJ/mol	> 80 kJ/mol

I.7. Facteurs influençant l'équilibre d'adsorption

I.7.1. Température du milieu

L'adsorption est un processus global résultant de plusieurs processus à l'interface solide, liquide. Elle peut être exothermique, endothermique ou athermique. Elle est donc conditionnée par la température. Ainsi, l'augmentation de la température favorise les processus de chimisorption alors que son abaissement favorise l'adsorption physique [6].

I.7.2. pH de la solution

Le pH est un facteur important dans toute étude d'adsorption du fait qu'il peut influencer à la fois la structure de l'adsorbant et de l'adsorbat ainsi que le mécanisme d'adsorption [7].

I.7.3. Masse d'adsorption

Les molécules de faible masse moléculaire sont mieux adsorbées grâce à leur diffusion rapide et leur facilité à pénétrer dans les pores, contrairement aux molécules lourdes, limitées par leur taille [8].

I.7.4. Concentration initiale d'adsorbat

La concentration initiale de polluant est un paramètre qui influe sur la capacité d'adsorption [9].

I.7.5. Temps d'équilibre

Le temps d'équilibre est l'un des facteurs les plus importants de point de vue économique pour les systèmes de traitement des eaux polluées [9].

I.8. Facteurs caractérisant l'adsorbat

Toutes les substances ne sont pas adsorbables de la même manière. La capacité de rétention d'un polluant est fonction de :

1. l'énergie de liaison de la substance à adsorber,
2. la structure et la taille des molécules (un haut poids moléculaire réduit la diffusion et par conséquent la fixation de l'adsorbât), la solubilité (moins une substance est soluble, mieux elle est adsorbée)

I.9. Facteurs caractérisant l'adsorbant

Un solide adsorbant est caractérisé par des propriétés physicochimiques, mécaniques et géométriques, les plus importantes sont les propriétés géométriques.

- **La surface spécifique** : plus la surface est grande, plus on aura une meilleure adsorption.
- **La structure de l'adsorbant** : l'adsorption d'une substance croît avec la diminution de la taille des particules et les dimensions des pores de l'adsorbant. Mais si le diamètre des pores est inférieur au diamètre des molécules, l'adsorption de ce composé sera négative, même si la surface de l'adsorbant a une grande affinité pour le composé. La distribution des tailles des pores joue un rôle important dans la cinétique globale du processus d'adsorption.
- **La polarité** : les solides polaires adsorbent préférentiellement les corps polaires, et les solides apolaires adsorbent les corps apolaires [10].

I.10. Isotherme d'adsorption

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

I.10.1. Classification des isothermes d'adsorption

I.10.1.1. Isotherme de type I

L'isotherme de type I s'explique par la formation d'une couche mono-moléculaire à la surface de l'adsorbant, et se caractérise par le remplissage de micro pores à faibles

pressions relatives. Ce type d'isotherme est souvent décrit par le modèle de Langmuir. Il peut y avoir de fortes interactions en jeu (des liaisons chimiques pures) [11].

I.10.1.2. Isotherme de type II

Cette isotherme est très répandue pour les solides non poreux et macroporeux. Il se forme d'abord une couche mono moléculaire suivie de multicouches à la surface de l'adsorbant. Le chemin de l'adsorption est le même que celui de la désorption [11].

I.10.1.3. Isotherme de type III

Les isothermes de type III sont assez rares. Elles montrent une faible adsorption aux basses pressions liées à un mauvais mouillage de l'adsorbant par l'adsorbat. L'adsorption devient d'autant plus facile que la quantité déjà adsorbée est importante. Cela s'explique à la fois par une faible attraction adsorbat-adsorbant et par de fortes attractions entre molécules adsorbées. Dans un tel cas, la condensation est atteinte pour sa pression saturante alors que l'adsorption sur la surface est encore limitée. C'est le cas par exemple de l'adsorption-désorption [12].

I.10.1.4. Isotherme de type IV

Résulte de la combinaison d'une isotherme de type I (adsorption forte, mais limitée) et de type V. Elles présentent des marches caractéristiques d'une adsorption multicouche sur une surface non poreuse très homogène. C'est le cas de l'eau sur les carbones riches en oxygène (Stoeckli, 1994, Carrasco-Marin, 1997) [13].

I.10.1.5. Isotherme de type V

Réfléchit aussi une forte interaction entre les adsorbats. De plus, l'existence d'une hystérésis au cours de la désorption reflète la présence de méso pores dans lesquels la vapeur se condense en formant un ménisque de forte courbure [13].

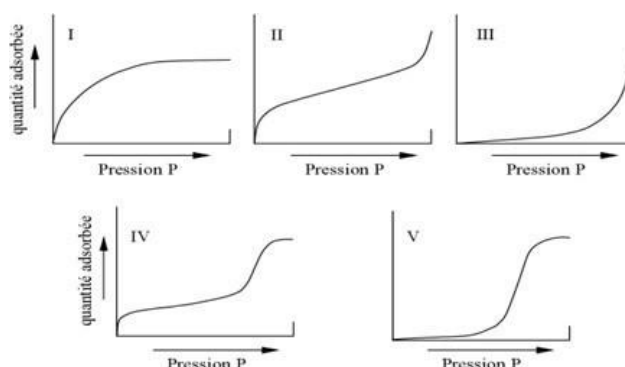


FIGURE I.4 : Classification des isothermes

I.11. Modélisation de l'adsorption

I.11.1. Modèle de Freundlich

Il s'agit d'une équation qui est souvent employée dans la représentation pratique de l'équilibre d'adsorption entre le soluté et la surface d'un adsorbant. Elle se présente sous la forme suivante :

$$q_e = k_f c_e^{\frac{1}{n}} \quad (I.1)$$

q_e : Quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g)

c_e : Concentration du soluté à l'équilibre (mg/L) K_F : constante tenant compte de la capacité d'adsorption (L/g)

n : constante tenant compte de l'intensité d'adsorption

La linéarisation par changement d'échelle de la relation de Freundlich conduit à l'équation suivante :

$$\log(q_e) = \log(k_f) + \log(c_e) \quad (I.2)$$

Il s'agit de l'équation d'une droite de pente $1/n$ et d'ordonnée à l'origine $\log K_F$. L'extrapolation de cette équation pour $C=C_0$, à condition que C_0 =constante (concentration initiale en soluté), donne la capacité ultime d'adsorption q_m dans le domaine de concentration étudiée [14].

I.11.2. Modèle de Langmuir

La théorie de Langmuir a permis l'étude de l'adsorption de molécules de gaz sur des surfaces métalliques. L'isotherme de Langmuir est difficilement utilisable pour des systèmes naturels où l'adsorption en couche simple sur un seul type de site est rarement rencontrée. L'isotherme est représentée par l'équation suivante [14].

$$C_e/q_e = C_e/q_m + 1/k_L q_m \quad (I.3)$$

Où:

- K_L : constante correspondant à l'énergie d'adsorption,
- b : capacité maximale d'adsorption.

[1]MESSAOUDENE MESSAOUDEKIBI S, « Adsorption du phénol et du benzène sur Charbons activés issu du bois de chêne zeen et du grignon d'olives ».Mémoire de Master, Université TIZI-OUZOU, (2015).

[2] DIF A, BEN SACI A, ZEID M S, « Etude thermodynamique et cinétique de L'adsorption du quelques colorants sur Charbon actif ».Mémoire de Master, Université de Université KASDI-MERBAH OUARGLA, (2022).

[3] ABID H, «Adsorption de colorant cationique (bleu de méthylène) par la plante Chardon d'Espagne (Scolymus hispanicus) ».Mémoire de Master, Université de SAAD DAHLAB de BLIDA 1,(2018).

[4] HEMIDA M.N, « Etude de l'adsorption du cadmium sur un charbon Actif issu d'algue marine ».Mémoire de Master, Université de 8 Mai 1945 GUELMA, (2022).

[5]MEFTAH L ,SAKHRI S , SAHNOUN Kh, « Exploitation des propriétés adsorbantes de la vermiculite dans le domaine de traitement des eaux « .Mémoire de Master, Université de MOHAMED BOUDIAF – M'SILA,(2019).

[6] BENYAHIA, F. « Étude de l'adsorption du bleu de méthylène sur des matériaux biosourcés. Mémoire de Master, Université Abderrahmane Mira – BÉJAÏA, Faculté des Sciences Exactes, (2019).

[7] SAADHELLAL R, Zitounterk H, « Étude de l'adsorption du bleu de méthylène et du noir d'eriochrome T par le palmier dattier ».Mémoire de Master, Université M'HMED BOUGARA de BOUMERDÈS , (2020).

[8] BENSLAMA A, » Étude de l'adsorption des colorants textiles sur un matériau biosorbant naturel », Mémoire de Magister, Université de TLEMCEN ,(2010).

[9] BENSAID, F. Étude de l'adsorption du phénol sur un biomatériau d'origine végétale. Mémoire de Master, Université de TLEMCEN, 2020.

[10]HAMDOUD A, SALHI A, « Etude bibliographique sur l'adsorption de quelques Colorants par des bio-adsorbant ».Mémoire de Master, Université KASDI MERB, Ouargla,(2020).

[11] CHOUIKA I, MESBAH S, « L'élimination de 2, 4,6-trichlorophénol par adsorption sur charbon actif (noyau de datte) : Etude comparative avec le charbon commercial ».Mémoire de Master, Université de BLIDA 1,(2020).

[12]SMAALI N, BENFREDJ L, « Modélisation des Isothermes d'Adsorption Expérimentales du colorant Jaune Basique 28 (BYE 28) sur Trois Photo catalyseurs (TiO₂, ZnO et Fe₂O₃) par des Modèles à Deux, Trois, Quatre et Cinq paramètres ».Mémoire de Master, Université de SALAH BOUBNIDIR, CONSTANTINE 3,(2018).

[13] NOUACER S, »Application des tiges de dattes dans l'adsorption de métaux toxiques de l'eau ». Mémoire de Doctorat-LMD, Université de BADJI MOKHTAR, ANNABA, (2015).

[14] BOUDERGA M, « Adsorption de la verte malachite par des composites : Alginate /Bentonite»

[15] GHARBI Kh, Guentrah Kh, « isothermes d'adsorption d'un pollution de textile », Mémoire de Master, Université de Abdel Hamid Ibn Badis – Mostaganem, (2021).« .Mémoire de Master, Université de ABOU BEKR BELKAÏD , TLEMCEN,(2015).

Chapitre II :

Le Matériau adsorbe et d'adsorption

II .1. Définition de l'adsorbant :

Un adsorbant est un matériau solide capable de retenir à sa surface des molécules ou des ions présents dans un fluide (liquide ou gaz), par un processus appelé adsorption. Ce phénomène repose généralement sur des interactions physiques (physisorption) ou chimiques (chimiosorption). Des exemples sur l'adsorbant à différentes nature illustrés sur la figure suivante.



FIGURE.II.1. Différentes nature de l'adsorbant

II.2.Définition du bio-adsorbant :

Un bio-adsorbant est un type d'adsorbant d'origine biologique, souvent dérivé de déchets agricoles, forestiers ou alimentaires, qui peut capter des polluants de manière efficace et économique. Ils sont écologiques, biodégradables et souvent peu coûteux.

II.3.Bio-adsorbant à base des déchets agricoles :

1. Écorces d'orange ou de banane.
2. Rafle des dattes.
3. Tiges de coton.
4. Feuilles de thé usagées
5. Écorces de grenade.



FIGURE II.2. Ecorces de Grenade (a) et d'Oranges (b).

II.4. Déchets agricoles en générale :

Ils sont composés principalement de déchets organiques (déjections animales, résidus de récolte) et de dangereux déchets (emballages vides ayant contenus au préalable des produits phytosanitaires ou des produits phytosanitaires non utilisés,...), ils proviennent des terrains d'élevage, d'agriculture et de la sylviculture [1].

Ce travail repose sur l'utilisation des tiges de palmier comme bio-adsorbant, car elles constituent un matériau abondant, économique et issu de déchets, contribuant ainsi à leur élimination."

II.5. Tiges du palmier :

Les tiges (troncs) des palmiers varient considérablement en dimensions et en apparence selon les espèces, mais elles sont généralement cylindriques à légèrement effilées, parfois bombées. Leur surface peut être lisse ou extrêmement rugueuse et noueuse, et peut être pourvue d'épines acérées [2].

II.6. Définition d'un «déchet»

Tout résidu d'un processus de production, de transformation ou d'utilisation, et plus généralement toute substance ou produit et tout bien meuble dont le propriétaire ou le détenteur se défait, projette de se défaire, ou dont il a obligation de se défaire ou de l'éliminer. La diversité des produits de consommation excède maintenant la biodiversité [2].

II.6.1. Différentes classes des déchets

La classification la plus répandue à ce jour est celle qui propose de les distinguer suivant les grandes catégories suivantes :

- Selon leur origine : déchets ménagers et assimilés, déchets industriels, déchets agricoles, déchets pharmaceutiques.

- Selon leur nature : solides, liquides, gazeux.
- Selon le terme de danger : déchets inertes, déchets dangereux, déchets non dangereux.

II.7. Bio-adsorbant utilisé : Les tiges de palmier

Le palmier dattier est l'un des arbres les plus anciens que l'humanité ait bénéficié. Ses origines se trouvaient dans l'ouest de l'Inde [2]. Répandu dans les endroits chauds, il est cultivé en Afrique du Nord et au Moyen-Orient. Aussi, il est retrouvé aux îles Canaries, dans le nord de la Méditerranée et la partie sud des États-Unis. C'est une plante sensible au froid, et elle pousse dans tout type de sol. Dans les régions au climat tempéré, il est cultivé en plein air, dans un endroit ensoleillé, et est également utilisé comme plant ornementale pour son aspect élancé et son feuillage. Le palmier dattier est l'arbre fruitier par excellence dans le désert du Sahara où les deux jouent un rôle économique important grâce à la production de dattes qui sont à la base de l'alimentation humaine et animale. De plus, il présente une source importante de différents matériaux employés dans la construction et la production de différents articles utilisés dans la vie quotidienne de l'homme

II.7.1. Présentation du palmier dattier

Le palmier dattier a été dénommé *Phoenix dactylifera* par [3], Phoenix de Phoenix, qui est le nom du dattier chez les grecs de l'antiquité, et *dactylifera* venant du latin *dactylus*, issu du grec *daktulos*, signifiant doigt en référence à la forme du fruit [4]. Le dattier est une plante Angiosperme Mono Cotylédon de la Famille des Arecaceae (1832), anciennement nommée Palmaceae (1789) [5]. La classification du palmier dattier, selon [4], est comme suit:

- Embranchement : Phanérogames
- Sous-embranchement : Angiospermes
- Classe : Monocotylédones
- Groupe : Phoenocoides
- Famille : Arecaceae
- Sous-famille : Coryphoideae
- Genre : Phoenix
- Espèce : *Phoenixdactylifera* L

II.7.2.Morphologie

II.7.2.1.Système racinaire

Sur le système racinaire on distingue quatre zones différentes : Zone 1 : ce sont les racines respiratoires, localisées à moins de 0,25 m de profondeur qui peuvent émerger sur le sol. Zone 2 : ce sont les racines de nutrition, allant de 0,30 à 0,40 m de profondeur. Zone 3 : ce sont les racines d'absorption qui peuvent rejoindre le niveau phréatique à une profondeur variant d'un mètre à 1,8 m. Zone 4 : ce sont les racines d'absorption de profondeur, elles sont caractérisées par un géotropisme positif très accentué, la profondeur des racines peut atteindre 20 m [4].

II.7.2.2.Feuilles ou palmier

Les feuilles du dattier sont appelées palmes ou djerids, elles ont une forme pennée et sont insérées en hélice, très rapprochées sur le stipe par une gaine pétiolaire bien développée « Cornef », enfouie dans le « life » [6]. Les palmes sont en nombre variable sur le palmier. Le palmier le mieux tenu contient de 50 à 200 palmes [7]. De nombreuses palmes constituent la couronne [4].

II.7.2.3. Tiges ((Les type du tronc))

En 1996, Wertheimer décrit que le type est d'une grosseur variable selon les variétés, il peut varier selon les conditions du milieu pour une même variété. Ainsi, il possède une structure très particulière, il est formé de vaisseaux disposés sans ordre et noyés dans un parenchyme fibreux. D'après Wertheimer (1956), le stipe est recouvert par les bases des palmes qu'on appelle « cornaf ». Un palmier peut donner environ 17 rejets au cours de son existence [8].



FIGURE II.3.Tige du palmier

II.7.2.4. Organes floraux

Les organes floraux sont le résultat du développement des bourgeons axillaires qui se situent à l'aisselle des palmes dans la région coronaire du tronc. Chaque individu ne porte que des inflorescences de même sexe [4]. Les organes floraux sont caractérisés par [4],[9].

- Des spathes de forme allongée, d'une manière générale, les spathes mâles sont plus courtes et plus renflées, avec une légère dépression dans leur partie supérieure, en les comparants avec les spathes femelles.

- La fleur female au
- ne couleur entre ivoire et vert clair. Elle comporte un calice court, cupuliforme, constitué de trois sépales soudés. Une corolle formée de trois pétales ovales et arrondis, et trois étamines avortée sous staminodes.

- La fleur mâle est blanc ivoire, et d'une forme légèrement allongée, elle est formée d'un calice court et de trois sépales soudés, d'une corolle à trois pétales, légèrement allongés et se terminant en pointe, et de trois étamines remplies de pollen matériau.

II.8.Pollution de seaux

La pollution par les eaux usées est une menace croissante pour les humains et la vie marine. C'est la principale cause de pollution côtière dans le monde. Environ 80% des eaux usées mondiales, y compris les déchets humains, sont rejetées sans traitement dans l'environnement, libérant une gamme de polluants nocifs dans l'océan, nuisant directement aux personnes et aux récifs coralliens. Des études montrent que la gestion inexistante ou inadéquate des eaux usées est une cause fréquente de pollution par les eaux usées à proximité des récifs coralliens dans le monde. De plus, l'eau contaminée peut contenir des agents pathogènes et des produits chimiques nocifs, qui peuvent constituer un danger pour la santé humaine. La prévention et l'atténuation de la pollution de l'eau sont des défis majeurs qui doivent être relevés pour assurer la santé des écosystèmes aquatiques et protéger les ressources en eau pour les générations futures [10].



FIGURE II.4. Pollution de seaux

II.8.1.Principaux types de pollutions

Les eaux usées dans les milieux aquatiques contiennent divers types de polluants. Parmi ces nombreux polluants, on cite :

- Les hydrocarbures, qui peuvent contaminer les ressources en eau selon différentes modalités : les rejets industriels, rejets des garages et stations- service, ruissellement des chaussées, effluents domestiques.
- Les métaux lourds, substances de nature métallique pouvant, à concentration anormalement élevée, occasionner une gêne (goût désagréable, coloration anormale, dépôts) ou une nuisance grave (toxicité pour le milieu aquatique et risques sanitaires).
- Les produits de synthèse organiques (ex. : produits phytosanitaires), aussi source de pollution. Au cours des dernières décennies, notamment sous

l'effet du développement agricole, la présence de concentrations trop élevées de pesticides a compliqué les processus de production d'eau potable. Par ailleurs, ces substances peuvent s'accumuler au fil de la chaîne alimentaire [11].

II.8.1.1.Phénol

Le phénol (C_6H_5OH) est le nom commun de l'hydroxy-benzène, un composé aromatique ayant une fonction hydroxyle liée à un atome de carbone du cycle benzénique. Il est aussi appelé acide carbolique, acide phénique, hydrate de phényle, hydroxyde de benzénique éthoxy benzène.

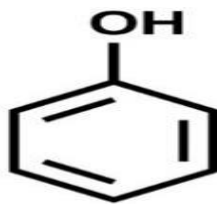


FIGURE II.5. Structure chimique du phénol

Le phénol est un des premiers représentants de la grande famille des composés aromatiques — molécules organiques cycliques très toxiques, souvent odorantes. Ce composé aromatique est l'un des polluants les plus répandus dans les milieux aquatiques et particulièrement dans les eaux usées industrielles. On le retrouve dans les eaux usées des usines de transformation du charbon, des raffineries de pétrole, des industries papetières, des usines de fabrication de résines, de peintures, textiles, pesticides, pharmaceutiques et tanneries [12].

II.8.1.1.1. Propriétés physico-chimiques

Le phénol possède des propriétés spécifiques influençant son comportement dans l'environnement. Certaines d'entre elles sont présentées dans le tableau suivant :

TABLEAU II.1. Propriétés physico-chimiques du phénol [13]

Propriétés chimiques	Propriétés physiques
Formule brute : C_6H_6O	Point de fusion : $40,9^{\circ}C$
Masse molaire : $94,11g/mol$ $Pka = 10$	Point d'ébullition : $181,8^{\circ}C$ Masse
Diamètre moléculaire = $0,557nm$	volumique : $1,073 g/cm^3$
	Température d'auto-inflammation: $715^{\circ}C$

II.8.1.2. Problématique de l'utilisation de phénol dans l'environnement

Les phénols sont utilisés dans toutes les industries en raison de leurs rôles importants. Chaque industrie l'utilise pour des propriétés différentes. Ils peuvent être employés comme antioxydants, intermédiaires de synthèse, désinfectants, agents de tannage, révélateurs photographiques, additifs des lubrifiants et des essences. Ils sont largement utilisés en photographie, dans les industries du pétrole, de peintures, des explosifs, du caoutchouc, de matières plastiques ainsi que dans les industries pharmaceutiques et agroalimentaires [14].

II.8.1.3. Leur utilisation

Le phénol est utilisé dans la production d'explosifs, de coke, d'engrais, de gaz d'éclairage,

de peintures, de décapants à peinture, de caoutchouc, de produits en amiante, de préservation du bois, de résines synthétiques, de textiles, de médicaments, de préparations pharmaceutiques, de parfums, de bakélite et d'autres plastiques. Il est aussi utilisé pour produire le caprolactame (nylon6), le bisphénol A (résines époxy). Il est présent dans certains produits pharmaceutiques comme les onguents, les gouttes auriculaires, les gargarismes, les crèmes analgésiques, les pastilles pour la [14].

II.9.Toxicité du phénol dans l'environnement

Le phénol est hautement toxique pour les organismes vivants :

Milieu aquatique : Le phénol est plus dense que l'eau et tend à se déposer. Il se dissout lentement et continue de former des solutions toxiques même diluées. À cause de sa forte toxicité, il figure dans la catégorie des polluants dangereux pour l'eau.

Atmosphère : Les vapeurs de phénol sont plus lourdes que l'air et forment des mélanges explosifs sous l'effet de la chaleur. Le phénol s'oxyde à l'air, ce processus étant accéléré par la lumière ou des impuretés catalytiques.

Sols : Dans le sol, le phénol subit une dégradation microbienne aérobie ou anaérobie. L'effet d'accumulation reste limité, surtout en présence de minéraux argileux [15].

Référence Chapitre II

- [1] BEHADADA, S, « Etude de faisabilité des processus de transformation de déchets organiques ménagers ».Mémoire de Master, Université ABOUBAKR BELKAÏD TLAMCEN, (2022).
- [2] Berrichi, M, « Étude d'adsorption de la caféine par le charbon actif Et noyau d'olive ».Mémoire de Master, Université AIN TEMOUCHENT BELHADJ BOUCHAIB, (2022).
- [3] LINNAEUS, C. Hortus Cliffortianus ». Amsterdam: (1734).
- [4] Munier, P. «Le palmier dattier : techniques agricoles et productions.». Paris: Maisonneuve et Larose, (1973).
- [5] BOUGUEDOURA, H. «Le palmier dattier en Algérie : aspects de la recherche et de la production». ALGER: INRA, (1991).
- [6] BELHABIB, L. « Étude de quelques caractéristiques morphologiques et physiologiques du palmier dattier (Phoenix dactylifera L.) ». Mémoire de Magistère, INA-ALGER, (1995).
- [7] BEN CHENOUF, A. «La phoeniciculture en Algérie. Note technique». Ministère de l'Agriculture, (1971).
- [8] WERTHEIMERE, L. « Le palmier dattier : sa culture, son amélioration, sa biologie ». Paris: Centre Technique de Coopération Agricole, (1956).
- [9] PEYRON, J. «Les dattiers: biologie et amelioration». Montpellier: CIRAD/INRA, (2000).
- [10] BERRICHI M, « Étude d'adsorption de la caféine par le charbon actif Et noyau d'olive ».Mémoire de Master, Université AIN TEMOUCHENT BELHADJ BOUCHAIB, (2022).
- [11] SAADHELLAL R , ZITOUNTERK H, « Étude de l'adsorption du bleu de méthylène et du noir d'erio chrome T par le palmier dattier ».Mémoire de Master, Université de MOHAMED BOUGARA BOUDIAF,(2019).
- [12] BOUCHAREB, S, « Optimisation et modélisation de la biosorption du phénol sur des biomatériaux innovants composites en modes batch et continu ».Mémoire de thèse de Doctorat, Ecole Nationale Polytechnique, (2023).
- [13] TADJER A, « Le phénol : Toxicité et voies de dégradation ».Mémoire de Master, Ecole Nationale Polytechnique, (2014).
- [14] KIES, F, MOHELLEBI, F, « adsorption du phénol sur le charbon de luffa cylindrica».Diplôme d'Ingénieur d'État en Génie Chimique, Ecole Nationale Polytechnique,(2013).
- [15] <https://www.lenntech.fr>

Chapitre III : Matériels et Méthodes

Chapitre III :

Matériels et Méthodes

L'objectif de ce chapitre est de présenter les réactifs, le matériau, les moyens et les méthodes expérimentales que nous avons exploités pour mener à bien notre étude. Dans ce chapitre sont décrites les différentes méthodes d'analyses utilisées au cours de cette étude et qui peuvent être classées en deux groupes : premier groupes : la méthodologie expérimentale utilisée pour les caractérisations physicochimiques de Bio-adsorbant. Pour cela, la poudre de tige de Palmier a été caractérisée par différentes méthodes d'analyses physico-chimiques à savoir par l'infrarouge (IR), pH_{PZC} . D'autre part, les méthodes permettant de connaître les propriétés de la phase liquide (phénol) par l'analyse spectrophotométrie UV-Visible. En deuxième lieu, nous décrirons les protocoles expérimentaux utilisés pour les expériences de l'adsorption du phénol sur le Bio-adsorbant.

III.1 Matériels utilisés

Voici quelques diapositives expérimentaux sont constitués par des

- Bécher
- Entonnoir
- Erlenmeyer
- Spatule
- Fioles jaugée
- Pipettes graduée
- Barreaux magnétiques.
- Verre de montre
- Papier filtre type «MACHERY-NAGEL .150mm»



Papier filtre



Pipette et pro-pipette



Pissette



Figure III.1 : Ensemble des dispositifs expérimentaux utilisés.

III.2 Appareillage :

- Une balance analytique de type « KERN EMB 500 »
- Une étuve de type « MEMMERT ».
- pH mètre de type «AD 1030 pH/mV & Température mètre».
- Plaque agitatrice & Chauffante de type «ARE VELP SCIENTIFICA ».
- Spectrophotomètre UV-visible.
- Centrifugeuse.

WEBER Jr, W. J., & Morris, J. C. «Kinetics of adsorption on carbon from solution». Journal of the sanitary engineering division, 89(2), 31-59, (1963).





Spectrophotomètre



PH-mètre



Centrifugeuse

Figure III.2 : Ensemble d'appareillages utilisés

III.3 Préparation de matériau

- **Collecte des tiges :**

Ramasser les tiges sèches tombées naturellement ou coupées proprement du palmier.

- **Découpage :**

Couper les tiges en petites morceaux (ciseaux).

- **Lavage à l'eau de robinet :**

Laver les tiges à l'eau du robinet pour éliminer les impuretés.

- **Séchage à l'air libre :**

Placez les tiges à l'ombre dans un endroit bien ventilé pendant 4 à 8 semaines (selon le climat).

Évitez le soleil direct pour prévenir les fissures.

- **Broyage et tamisage :**

Utilisez un mortier et pilon en acier, broyez par étapes jusqu'à obtenir une poudre grossière.

Après le broyage, la poudre est passée au tamis de $250\mu m$. *La poudre qui passe à travers le tamis est le Bio-adsorbant (poudre de tige de palmier).*

- **Lavage à l'eau distillée :**

Après le tamisage, la poudre est lavée à l'eau distillée par agitation douce pendant 1h jusqu'à 24h, puis filtrée pour éliminer les impuretés solubles ; l'opération est répétée plusieurs fois jusqu'à ce que l'eau devienne complètement transparente (notre étude nécessite 12 lavages successifs).

- **Séchage à l'étuve :**

La poudre est séchée à l'étuve à $50^{\circ}C$ pendant 48 à 72 heures afin d'éliminer l'humidité résiduelle et garantir sa stabilité

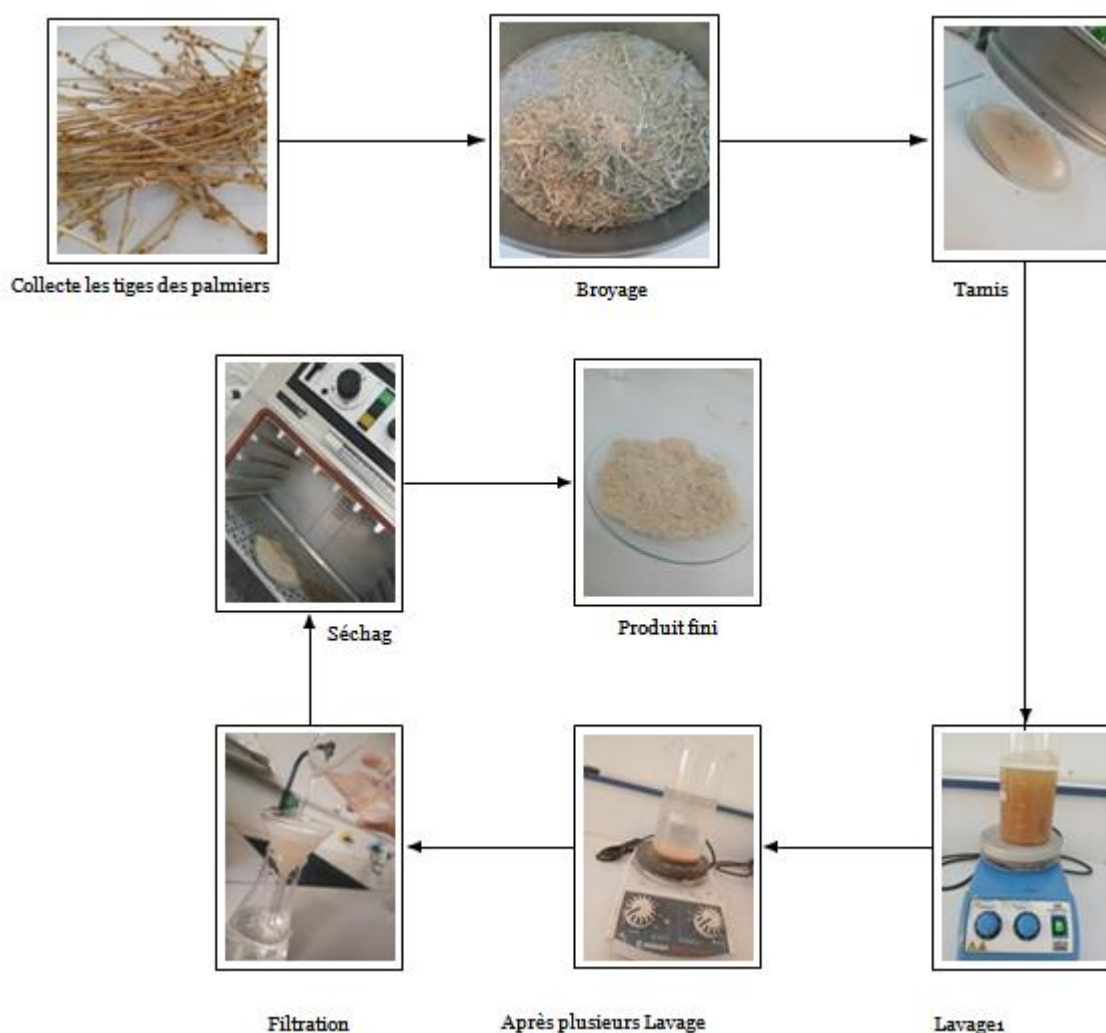


FIGURE III.3 : Schéma de préparation du matériau végétal

III.4. Caractérisation de bio-adsorbant

III.4.1. pH_{PZC} (point de charge zéro)

Le pH_{PZC} est défini comme le pH auquel il n'y a pas de charge positive ou négative à la surface du bio-adsorbant. 50ml d'une solution de chlorure de sodium (0,01 M) sont placés dans des flacons, le pH est ajusté de 2 jusqu'à 12 par addition de soude ou d'acide chlorhydrique concentré ; Ensuite, nous ajoutons 1g de Bio-adsorbant aux solutions de Na Cl. Après 48 heures d'agitation le pH final est mesuré. Et on trace la courbe de ΔpH en pH_i ($\Delta pH = f(pH_i)$).

III.4.2. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

III.4.2.1 Principe :

Un faisceau de lumière IR traverse l'échantillon à analyser, la lumière transmise par la cellule qui le contient est dispersée par un prisme ou réseau, qui est l'élément essentiel du monochromateur. Grâce à un détecteur qui transforme le rayonnement en signal électrique, il est ensuite amplifié à l'aide d'un amplificateur.

Le spectre IR peut être obtenu à partir d'une substance quelle que soit sa nature physique. Comme c'est souvent le cas, l'échelle de la transmittance, en ordonnée, est linéaire.

Le nombre d'onde exprimé en cm^{-1} est porté en abscisse selon une échelle, elle aussi, linéaire.

La plupart des appareils modernes sont contrôlés par un ordinateur dont le logiciel polyvalent permet une représentation variée des résultats telle que, par exemple, la transmittance en fonction de la longueur d'onde ou encore l'absorbance en fonction du nombre d'onde. L'apparition de spectromètre à transformée de Fourier relativement peu coûteux au cours de la dernière décennie a étendu le champ d'application de l'infrarouge moyen.

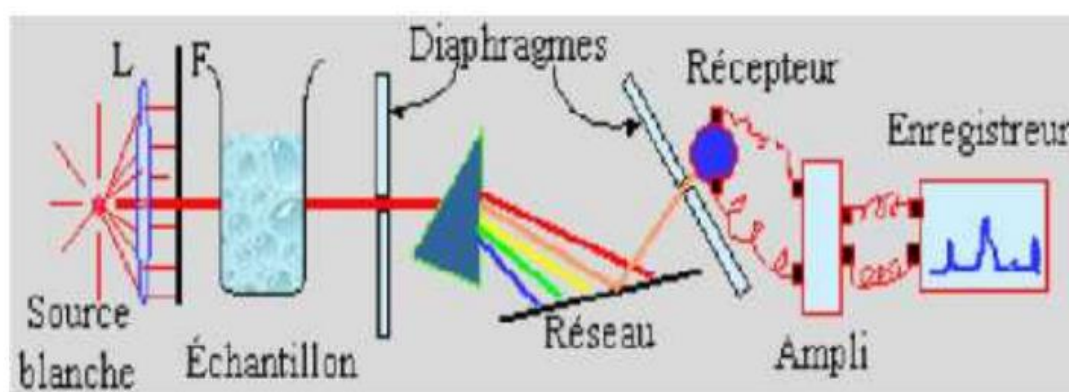


Figure III.4 : Principe de la spectrophotométrie infrarouge [1].

Dans ce travail, la spectroscopie infrarouge a été utilisée pour obtenir des informations sur la structure chimique et les groupes fonctionnels de matériau Bio-adsorbant préparé et aussi pour déterminer la présence ou non de la matière organique dans les bio-adsorbant après adsorption. Les spectres d'adsorption IR en phase solide ont été enregistrés avec le spectromètre de l'infrarouge (IR Prestige-21) dans de domaine de fréquences compris entre 4000 et 400 cm^{-1} .

L'analyse infrarouge s'effectue sur des pastilles de KBr en respectant les étapes suivantes (A.Horn 1998) :

- Les échantillons et le KBr sont laissés dans l'étuve pendant 1 heure avant utilisation pour sécher.
- 100 mg de KBr et 50 mg d'échantillon sont broyés finement dans un mortier en Agathe.
- Une fois le mélange pastillé est soumis directement à l'analyse IRT

III.4.3. Méthode d'analyse-Spectrophotométrie UV-Visible :

Le spectromètre UV-Visible que nous avons utilisé est un appareil qui permet de mesurer directement les densités optiques. Le spectrophotomètre utilisé est un spectrophotomètre à double faisceaux : une source de lumière blanche émet un rayon lumineux ; celui-ci passe dans

un monochromateur permettant de sélectionner une longueur d'onde, puis est séparé en deux faisceaux. L'un est dirigé vers la cuve de référence contenant le solvant, l'autre traverse l'échantillon à analyser. Deux photorécepteurs permettent de mesurer l'intensité lumineuse de chaque faisceau.



Figure III-5 : Spectrophotomètre UV-visible

L'absorbance A de la solution est ensuite calculée à partir de l'équation (III-1).

$$A = \log (I_0/I) \quad \text{(III-1)}$$

Avec :

A : absorbance de la solution pour une longueur d'onde λ

I_0 : l'intensité du faisceau de référence

I : l'intensité transmise du faisceau traversant l'échantillon La concentration en polluant dans l'échantillon est déduite de l'absorbance à l'aide de la loi de Beer-Lambert (équation III-2).

$$A = \epsilon.l.c \quad \text{(III-2)}$$

Avec :

ϵ : Coefficient d'absorption molaire ($l/mol.cm$) à la longueur d'onde λ

C : concentration molaire de l'espèce absorbante (mol/l)

L : L'épaisseur de la cuve (cm)

Le détecteur du spectrophotomètre utilisé étant saturé pour une absorbance supérieure à 3, il est nécessaire de diluer les échantillons les plus concentrés avant leur dosage [2].

III .5. Choix de composé chimique organique : Phénol

C'est un composé chimique organique utilisé dans l'industrie cosmétique et pharmaceutique. Il est retrouvé dans les effluents causant des problèmes environnementaux

évidents [3]. Nous avons pris ce composé par rapport à leur utilisation excessive par les industries et leur présence dans les rejets industriels. En plus de ses nocivités pour l'environnement et l'eau en particule, il est le choix des modèles utilisés comme test pour plusieurs procédés des traitements des eaux il y a beaucoup d'études sur l'élimination de composés organiques par des bio-adsorbants comme le charbon actif qui est d'origine des déchets organiques [4].

III.6. Préparation de la solution mère de phénol :

La solution mère est préparée à une concentration massique de 1g/L, ce qui est inférieure à la solubilité maximale du phénol dans l'eau, afin d'éviter tout risque de saturation. Pour ce faire, on dissout précisément 1 gramme de phénol pur dans 1000mL (1L) d'eau distillée. Cette solution est ensuite utilisée pour réaliser une série de dilutions successives nécessaires à l'établissement de la courbe d'étalonnage. Les concentrations préparées varient de 0 à 250 mg/L (0,5, 10, 15, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100, 150, 200 et 250 mg/L). Ces solutions diluées servent également à la préparation de solutions synthétiques destinées aux essais d'adsorption.

Étant donné que le phénol est volatil, même en solution aqueuse, il est important de conserver la solution mère dans un récipient hermétiquement fermé, à l'abri de la lumière et à température ambiante stable, pour limiter toute perte par évaporation et garantir la fiabilité des concentrations lors des expérimentations.

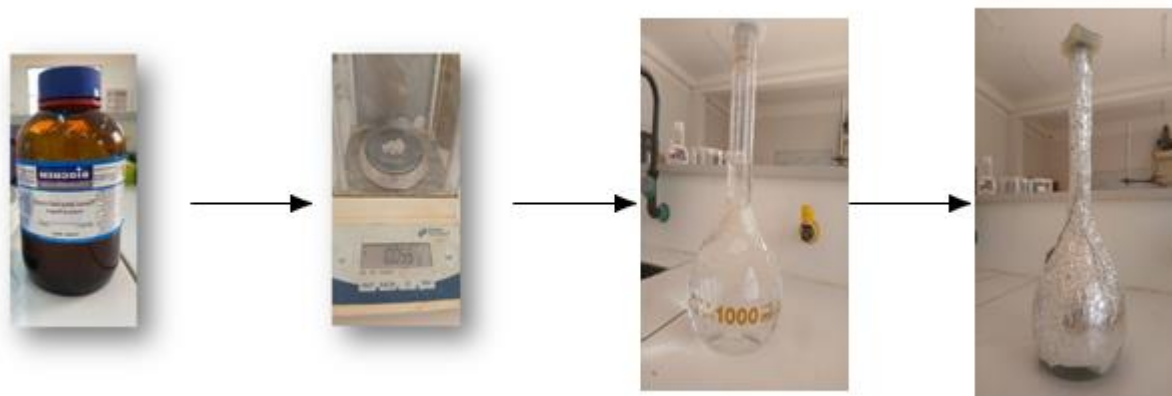


Figure III.6 : Schéma de la procédure expérimentale

Références Chapitre III

- [1] Maron, S. H. « Principles of Physical Chemistry ». [Digital Library of India Item 2015.15009](#) (1944).
- [2] Obeid L. G. « Synthèse et caractérisation de matériaux magnétiques pour l'adsorption de polluants présents dans les eaux ». thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie-Paris VI, (2014).
- [3] Silva J. P , Sousa S , Rodrigues J , Antunes H , Porter J. J , Gonçalves I , Ferreira-Dias S. « Adsorption of acid orange 7 dye in aqueous solutions by spent brewery grains ». Separation and Purification Technology, (2004), 40 :309-315.
- [4] REKIS A. « Conservation des ressources phytogénétiques en Algérie. Cas des palmiers dattiers cultivés et sub-spontanés (*Phoenix dactylifera* L.) », thèse de doctorat, Université Mohamed Khider Biskra, (2021) .

CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

Propriétés spectrophotométriques des adsorbats :

La méthode d'analyse utilisée est la spectrophotométrie UV visible. La première étape est la détermination de la longueur d'onde maximale (λ_{\max}).

Les analyses des solutions de phénol sont effectuées par une spectrophotométrie, à la longueur d'ondes d'absorption maximale ($\lambda_{\max} = 275 \text{ nm}$). La courbe d'étalonnage de phénol représente l'absorbance en fonction de la concentration, dans un domaine de concentration comprise entre 5 et 200 mg/l. Les données expérimentales reportées sur le tableau IV.1 et sur la figure VI.1.

Tableau IV.1 : Variation de l'absorbance en fonction de concentration initiale de phénol.

C_0 (mg/l)	5	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	150	200
Abs	0,037	0,103	0,261	0,410	0,55	0,696	0,851	0,964	1,117	1,261	1,72	1,927	2,834

La figure IV.1 indique une relation linéaire entre l'absorbance et la concentration de phénol avec un coefficient de corrélation plus élevé ($R^2=0,996$). Cette courbe d'étalonnage permet ensuite de déterminer la concentration inconnue de la solution de phénol par simple mesure de son absorbance et report sur le graphe $A=f(C_{\text{phénol}})$. L'équation de la courbe d'étalonnage s'écrit sous la forme de $A = 0,0138C$

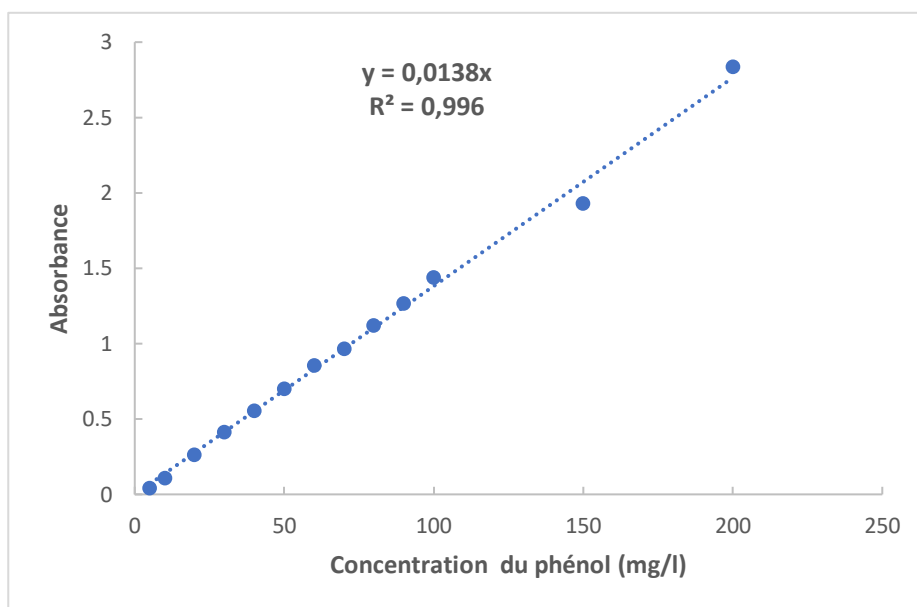


Figure IV.1 : Courbe d'étalonnage.

I. Caractérisation physico-chimiques et structurales :

III.1. pH point de zéro charge

La détermination du point de charge zéro est importante au regard des forces électrostatiques adsorbant-adsorbé qui jouent un rôle important lors de l'adsorption [1].

Nous avons procédé à la détermination de la valeur de pH du milieu pour laquelle la résultante des charges positives et négatives de la surface est nulle. La figure (IV.2) montre l'évolution de la variation du ΔpH ($pH_f - pH_i$) en fonction du pH initial ajusté (pH_i).

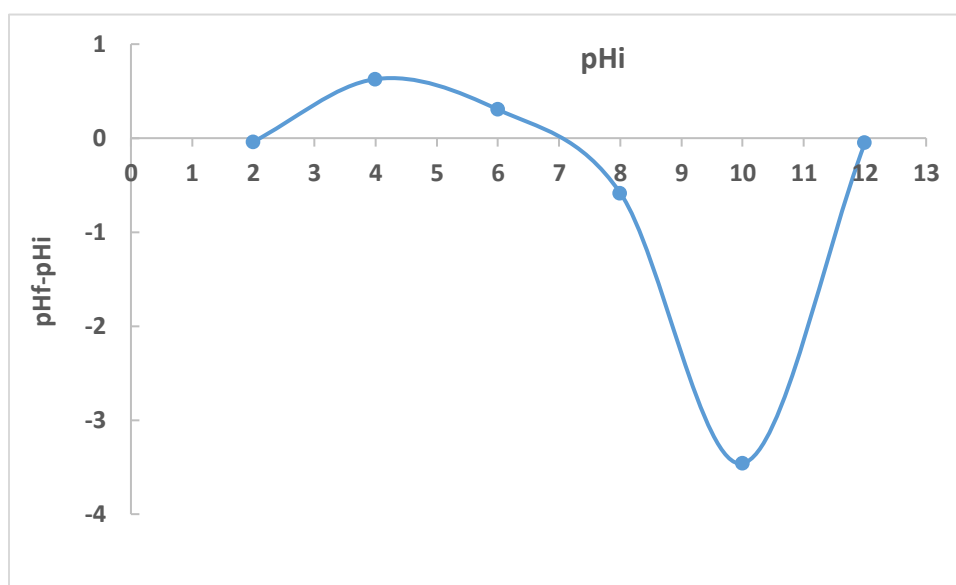


Figure IV.2 : Point de zéro charge (pH_{PZC}) de Bio-adsorbant

Le point d'intersection entre les courbes et l'axe des abscisses correspond au point de zéro charge.

- La valeur de pH_{PZC} de Bio-adsorbant égale à 7, en dessous du pH_{PZC} le bio-adsorbant est chargé positivement, tandis qu'au-delà de ce pH, la surface de Bio-adsorbant étudié est chargée négativement.

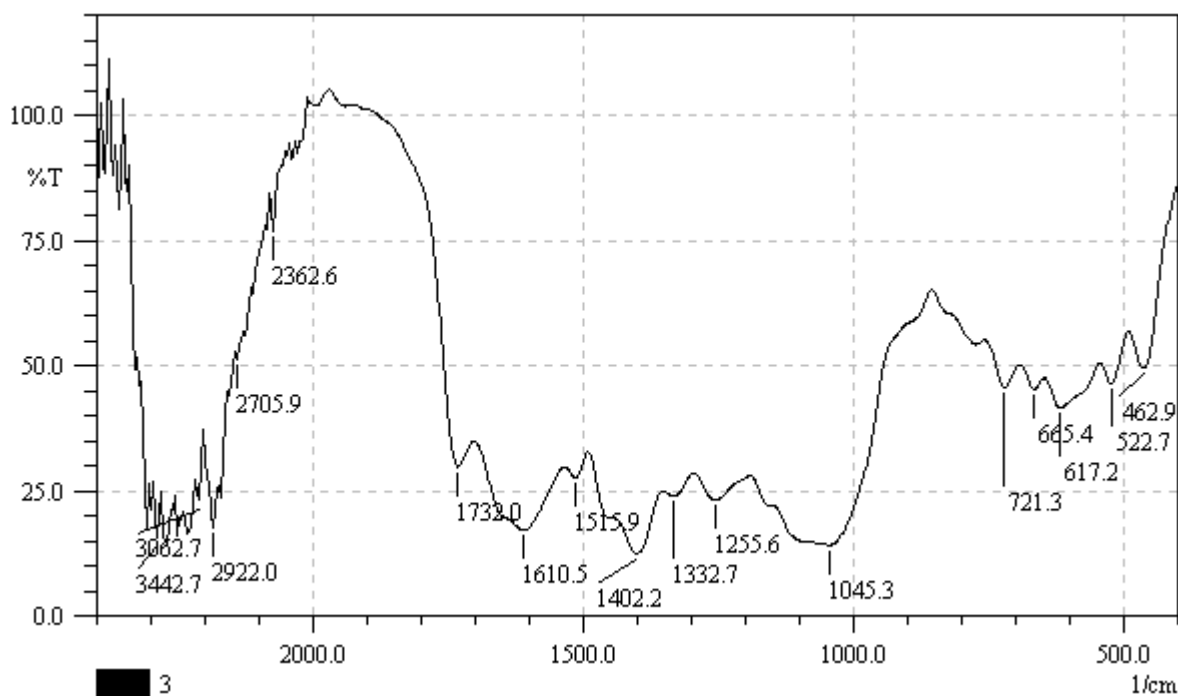
II.1 Spectroscopie Infra Rouge :

Le spectre Infra-Rouge à Transformée de Fourier (FTIR) de bio-adsorbant est présenté sur figure IV.3

- Il présente une large bande dans la région de $3000-3500\text{cm}^{-1}$ qui est assignée à la vibration d'élongation (stretching) des groupements hydroxyles OH (de carboxyle, phénols ou alcools) ou

lié aux groupements amines (NH).

- La bande à 2910 cm^{-1} caractérise généralement les vibrations d'élongation C-H aliphatiques (vibration d'élongation de la cellulose et hémicellulose).
- La bande apparaissant sur le spectre de bio-adsorbant à 1728 cm^{-1} a été attribuée aux groupements C=O des acides carboxyliques, groupes acétate (COO^-), cétones, aldéhydes ou lactones.
- Le pic à 1050 cm^{-1} est dû aux vibrations de valence C-O/ C-C. ce spectre confirme davantage avec l'analyse chimique des oxydes de surface, l'état de surface fonctionnalisé du matériau étudié.



FigureIV.3: Spectre IRTF de Bio-adsorbant.

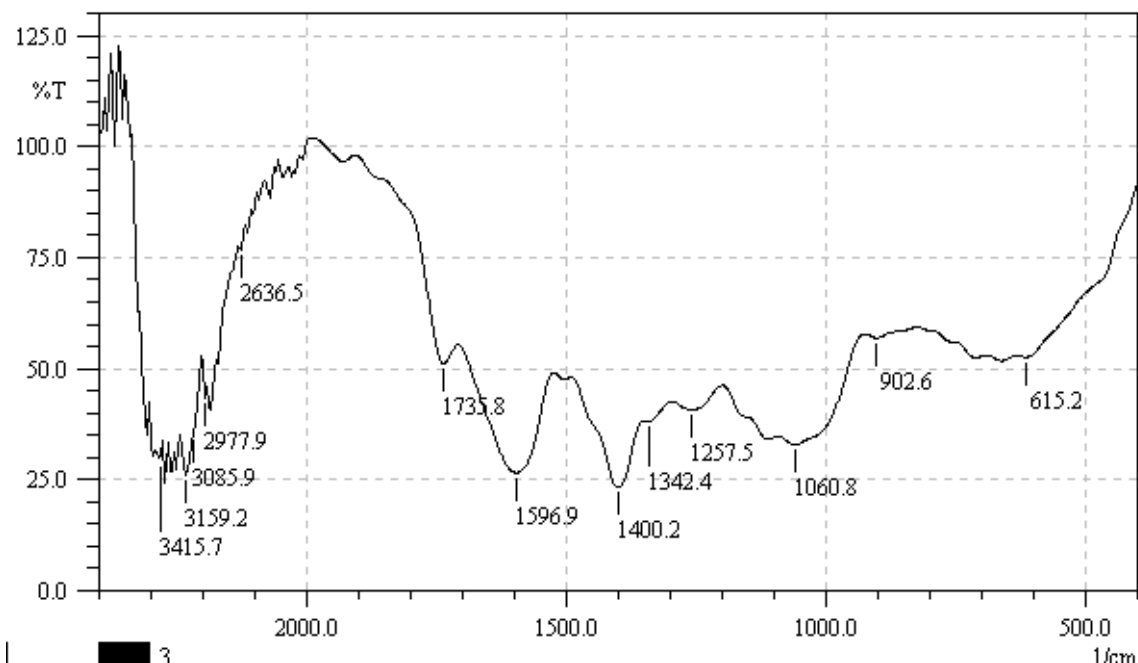


Figure IV.4 : Spectre IRTF de bio-adsorbant adsorbé le phénol

Le spectre FTIR (Figure IV.4) de bio-adsorbant révèle :

- une structure lignocellulosique complexe, caractérisée par une large bande entre 3000 et 3500 cm^{-1} correspondant aux vibrations d'élongation des groupes OH et NH, ce qui suggère une forte polarité due à la présence de liaisons hydrogène et de composés hydrosolubles.
- Les pics observés à 2910 cm^{-1} , attribués aux liaisons C-H aliphatiques, ainsi qu'à 1728 cm^{-1} , liés aux vibrations des groupes carbonyles (C=O) d'acides, d'esters ou de cétones, confirment la nature polysaccharidique du matériau, probablement dominée par la cellulose et l'hémicellulose.
- Le signal autour de 1050 cm^{-1} , associé aux liaisons C-O et C-C, renforce cette hypothèse, tandis que la bande à 1255 cm^{-1} évoque la présence de lignine résiduelle via des liaisons C-O caractéristiques.
- Après adsorption du phénol (figure IV.3), l'apparition attendue de bandes dans la région 1500–1600 cm^{-1} traduirait l'incorporation de structures aromatiques, confirmant l'interaction entre le polluant et les fonctions actives de bio-adsorbant. Ainsi, la richesse en groupes hydroxyles, carbonyles et aromatiques joue un rôle central dans les propriétés

adsorbants du matériau, et le traitement par lavage améliore cette capacité en éliminant les interférences chimiques.

II.2 Étude de l'influence de quelques paramètres de l'adsorption sur le phénol :

II.2.1. Effet de la masse de bio-adsorbant

La masse de l'adsorbant est un facteur très important influençant sur l'adsorption d'un composé organique. Dans cette étude nous allons étudier l'effet de la masse de bio-adsorbant sur l'adsorption de phénol à des conditions bien définies (le temps d'agitation égale 60min[2], et le pH du milieu égal à 6,5 à température ambiante (25°C)). Les résultats obtenus sont reportés sur le tableau (IV.2) et la figure (IV.5) ci-dessous. Nous avons choisi deux concentrations différentes de phénol (200 et 250 mg/l)

Tableau IV.2 : Valeurs de la quantité adsorbée et le pourcentage d'élimination du phénol à différentes masses de bio-adsorbant.

Concentration du phénol (mg/l)	Masse de bio-adsorbant (g)		
	0,05	0,150	0,250
	Quantité adsorbée : q_e (mg/g)		
200	13,224	12,243	11,043
250	31,123	33,143	26,956
	Pourcentage d'élimination du phénol (%)		
	15,49	11,64	16,05
	24,89	20,08	26,95

La figure IV représente l'évolution de capacité d'adsorption et le pourcentage d'élimination (R%) du phénol en fonction de la masse de bio-adsorbant.

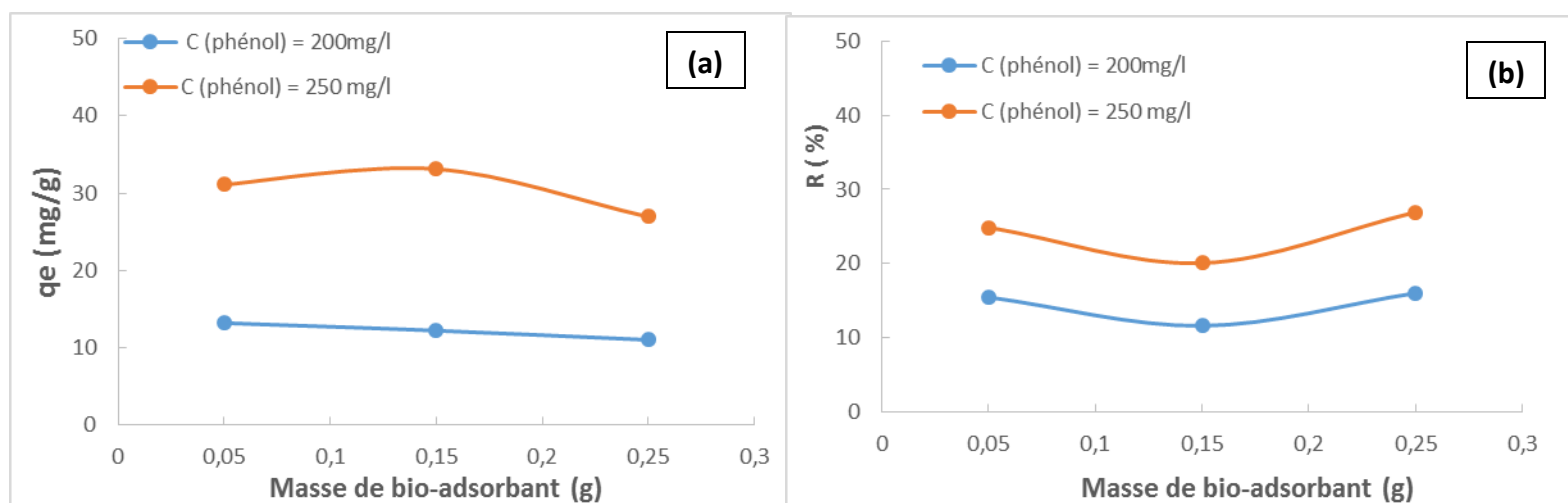


Figure IV.5 : Effet de la masse de bio-adsorbant sur la capacité d'adsorption **(a)** et le pourcentage d'élimination du phénol **(b)**. (Temps d'agitation = 60 min et concentration initiale du phénol (200 et 250mg/l), pH= 6,5 et à T= 25°C).

Les résultats d'adsorption montrent que la capacité d'adsorption et le pourcentage d'élimination augmente légèrement avec la concentration initiale du phénol. La valeur maximale de la capacité d'adsorption (33 mg/g) est observée pour une masse de bio-adsorbant de 0,150 g pour une concentration initiale de phénol de 250 mg/l. Le pourcentage d'élimination atteint une maximale d'environ 27 % pour une masse de 0,250 mg et pour une concentration de 250 mg/l.

D'après la figure IV.5, la masse de bio-adsorbant influe légèrement la capacité d'adsorption et le pourcentage d'élimination pour les deux concentrations du phénol. Pour d'obtenir une bonne d'élimination du phénol, il est essentiel d'améliorer le contrôle des conditions expérimentales, notamment le pH du milieu sur laquelle nous faisons le processus d'adsorption.

II.2.2. Effet de pH du milieu :

Le pH de la solution est un paramètre très important puisqu'il modifie la charge de l'adsorbant ce qui a des conséquences sur l'adsorption. Dans cette partie, nous nous intéressons à l'effet du pH sur l'adsorption du phénol.

Tableau IV.3 : Valeurs de la quantité adsorbée du phénol et le pourcentage d'élimination du phénol (R%) à différentes masses de bio-adsorbant et du pH de la solution.

pH du milieu	Concentration initiale de phénol = 200 mg/l					
	m= 0,05g		m = 0,150g		m= 0,250g	
	qe (mg/g)	R %	qe (mg/g)	R %	qe (mg/g)	R %
3	21,739	23,79	29,269	24,21	20,086	27,06
6,5	13,224	15,49	12,243	11,65	11,043	16,06
11	14,601	16,84	26,782	22,37	9,275	13,90
pH du milieu	Concentration initiale de phénol = 250 mg/l					
	m = 0,05g		m = 0,150g		m= 0,250g	
	qe (mg/g)	R %	qe (mg/g)	R %	qe (mg/g)	R %
3	36,195	28,97	43,904	26,61	29,217	29,22
6,5	31,123	24,90	33,1434	20,0	26,956	26,96
11	32,210	25,77	40,078	24,29	24,434	24,44

La figure IV.6 révèle la variation de la capacité d'adsorption et le pourcentage d'élimination du phénol en fonction du pH de la solution.

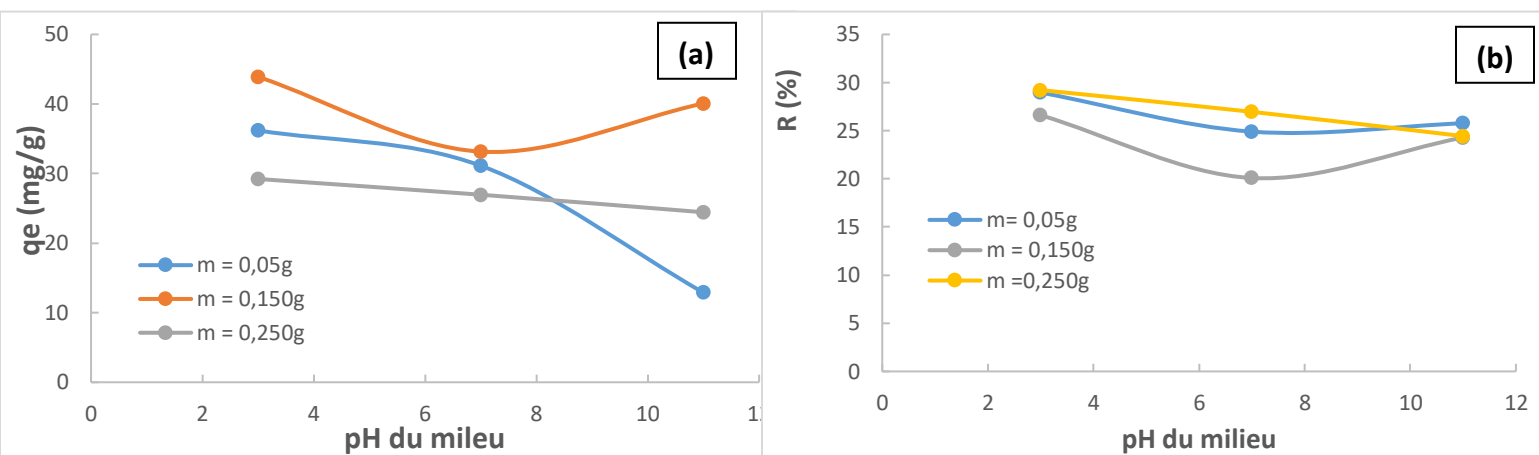


Figure IV.6 : Effet du pH de la solution sur la capacité d'adsorption (a) et le pourcentage d'élimination du phénol(b). (Temps d'agitation = 60 min et concentration initiale du phénol (200 et 250mg/l) à $T = 25^\circ C$).

Étude de l'adsorption du phénol à différent de pH de la solution montre que la capacité d'adsorption (q_e) augmente avec la concentration initiale de phénol, quel que soit la masse de bio-adsorbant utilisée (0,05 g ; 0,150 g ; 0,250 g), ce qui conduit aussi à l'augmentation de pourcentage

d'élimination du phénol (R %). La capacité d'adsorption est plus remarquable dans le milieu acide atteignant une valeur d'environ 36 mg/g à pH= 3 qu'elle était dans milieu neutre de 31mg/g. Nous remarquons aussi que le pourcentage d'élimination est plus grand pour une masse de bio-adsorbant égale à 0,250 g que d'autre masse (0,05 et 0,150g).

La valeur de R% augmente de 3% pour les deux concentrations de phénol (par exemple le R% passe de 26 à 29% pour une concentration de 250mg/l et pour une masse de 250 mg de bio-adsorbant), malgré nous avons varié le pH du milieu pour les deux concentrations initiales avec la variation de masse de bio adsorbant afin d'augmenter la valeur de R%. Ceci peut être dû à non disponibilité des sites de bio-adsorbant à l'adsorption à cause de l'occupation par d'autre molécule ou les sites ne sont pas aptes d'adsorber les molécules de phénol nécessitant une contribution d'un facteur extérieur.

II.2.3. Effet de la concentration initiale du phénol dans un milieu acide

L'étude de l'effet de la concentration initiale sur l'adsorption du phénol par le bio-adsorbant a été faite dans un intervalle de concentrations compris entre 20 et 250 mg/L, sous les conditions opératoires suivantes : Avec la variation de la masse de bio-adsorbant (0,05g ; 0,150g et 0,250 g) dans un volume de 100 ml, température ambiante est d'environ 25 °C et un temps de contact de 60min. Les valeurs expérimentales sont représentées sur le tableau suivant :

Tableau IV.4 : Valeurs de la concentration équivalente, la quantité adsorbée et le pourcentage d'élimination en fonction de la masse de bio-adsorbant à différentes concentrations initiales.

Concentration initiale (mg/l)	m = 0,05g			m = 0,150			m = 0,250		
	Ce (mg/l)	qe (mg/g)	R %	Ce (mg/l)	qe (mg/g)	R %	Ce (mg/l)	qe (mg/g)	R %
20	16,304	1,848	13,79	16,956	2,008	10,34	13,550	2,579	28,35
50	36,304	6,847	28,01	40,869	6,026	18,96	35,942	5,623	28,73
110	79,782	15,108	27,51	90,4347	12,913	17,84	80,326	11,869	27,02
200	156,521	21,739	23,78	155,652	29,269	24,21	149,782	20,087	27,06
250	177,608	36,195	28,95	183,478	43,904	26,61	176,956	29,217	29,22

La figure IV.7 représente la variation de pourcentage d'élimination en fonction de la concentration initiale de phénol avec la fixation le pH de la solution à 3 et à température

ambiante (25°C).

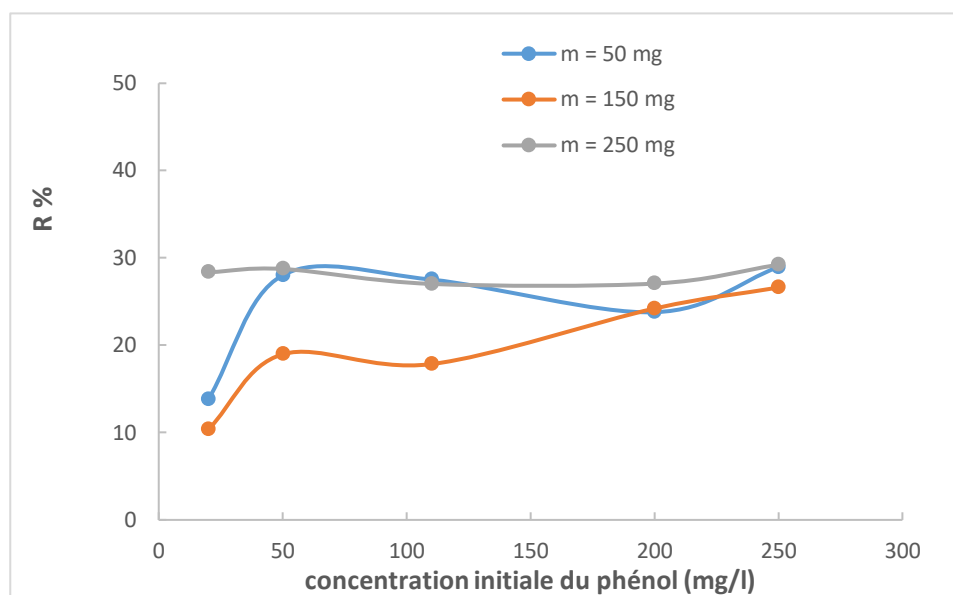


Figure.IV.7 : Variation du pourcentage d'élimination en fonction de concentration initiale du phénol (pH= 3, T° = 25°C, temps d'agitation = 60 min)

L'étude de l'effet de la concentration initiale du phénol sur son adsorption en milieu acide (pH = 3) met en évidence une augmentation conjointe de la capacité d'adsorption et du pourcentage d'élimination (R %) avec la concentration initiale, et la masse de bio-adsorbant testé (0,05 g, 0,15 g, 0,25 g). À faible masse (0,05 g), la capacité atteint 36,195 mg/g et pour le pourcentage d'élimination est d'environ 28,95 % à 250 mg/L, tandis qu'avec 0,150 g, la capacité croît à 43,904 mg/g et pour R % est de 26,61 % avec même concentration. Pour une masse de 0,250 g, la capacité d'adsorption augmente atteint une valeur de 176,956 mg/g et R% est de 29,22% en gardant même concentration. Ces résultats indiquent que l'augmentation de la concentration initiale accroît la disponibilité des molécules du phénol, favorisant leur interaction avec les sites actifs du bio-adsorbant. Ainsi, si la capacité d'adsorption continue de croître, le rendement d'élimination tend à se stabiliser au-delà d'un certain seuil.

III.4.1. Isothermes d'adsorption

L'isotherme d'adsorption est une caractéristique représentative de l'équilibre thermodynamique entre un adsorbant et un adsorbat. Il est très utile pour la compréhension du mécanisme d'adsorption, Il fournit des informations sur l'affinité, sur l'énergie de liaison entre

l'adsorbat et l'adsorbant et sur la capacité d'adsorption, il permet aussi d'avancer des hypothèses sur le mode d'adsorption : adsorption en monocouche ou en multicouche, interaction latérale entre molécules ou non

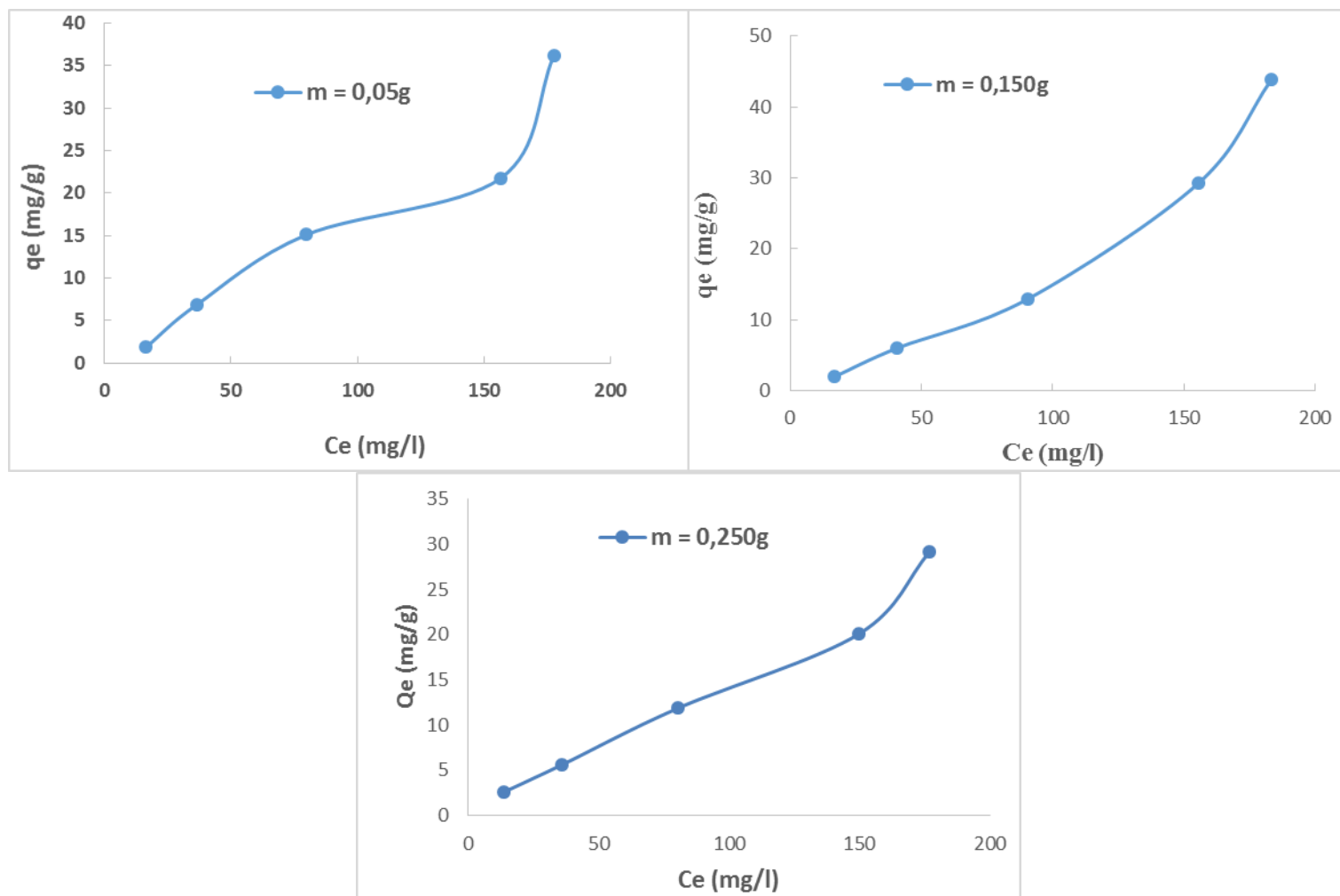


Figure IV.8 : Isothermes de sorption de phénol par différentes masses de bio-adsorbant.

D'après la figure IV.8, nous remarquons que la capacité d'adsorption de phénol augmente avec l'augmentation de la concentration de phénol à l'équilibre. Selon la classification de Giles et al [3], l'isotherme pour la masse de 0,05g est de type II . Par contre les deux restants sont classés de type III. La concavité tournée vers le haut aux fortes concentrations indique la formation de multicouche et l'existence de plus fortes interactions soluté/soluté que soluté /adsorbant. Nous

pouvons dire aussi que l'adsorbant ayant des distributions larges des tailles de pore avec une transition continue de l'adsorption en monocouche à l'adsorption en multicouche [4].

III.4.1.1. Modèle de Langmuir

Les caractéristiques essentielles de l'isotherme de Langmuir peuvent être exprimées en termes de facteurs constants (sans dimension) de séparation ou paramètre d'équilibre K_L qui est utilisé pour prédire si un système d'adsorption est "favorable" ou "défavorable". Pour évaluer le type optimal de Langmuir ayant donné le coefficient de corrélation R^2 le plus élevé

La figure suivante présente modélisation linéaire de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption du phénol sur le Bio-adsorbant à différentes masse.

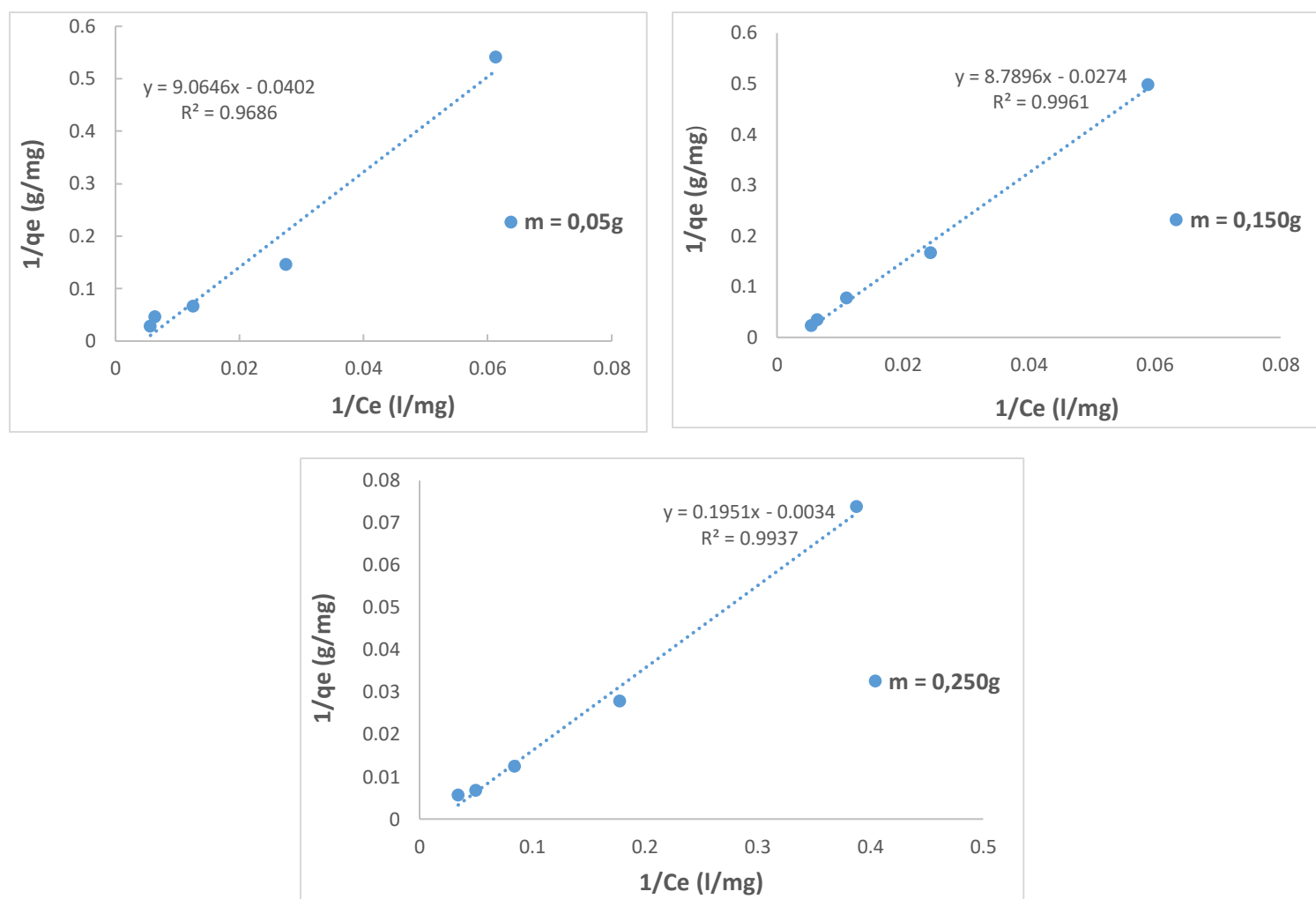


Figure IV.9 : Transformées linéaires de l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption du phénol sur le Bio-adsorbant à différentes masse.

III.4.1.2. Modèle de Freundlich :

La représentation linéaire des valeurs expérimentales des processus d'adsorption de phénol selon le modèle de Freundlich est illustrée dans la figure suivante. Cette équation est vérifiée avec les données de l'équilibre d'adsorption pour obtenir une droite dans le système de coordonnées $\ln(q_e) = f(\ln C_e)$, la pente et l'ordonnée à l'origine donnent respectivement $1/n$ et K_f , ainsi que le coefficient de corrélation R^2 .

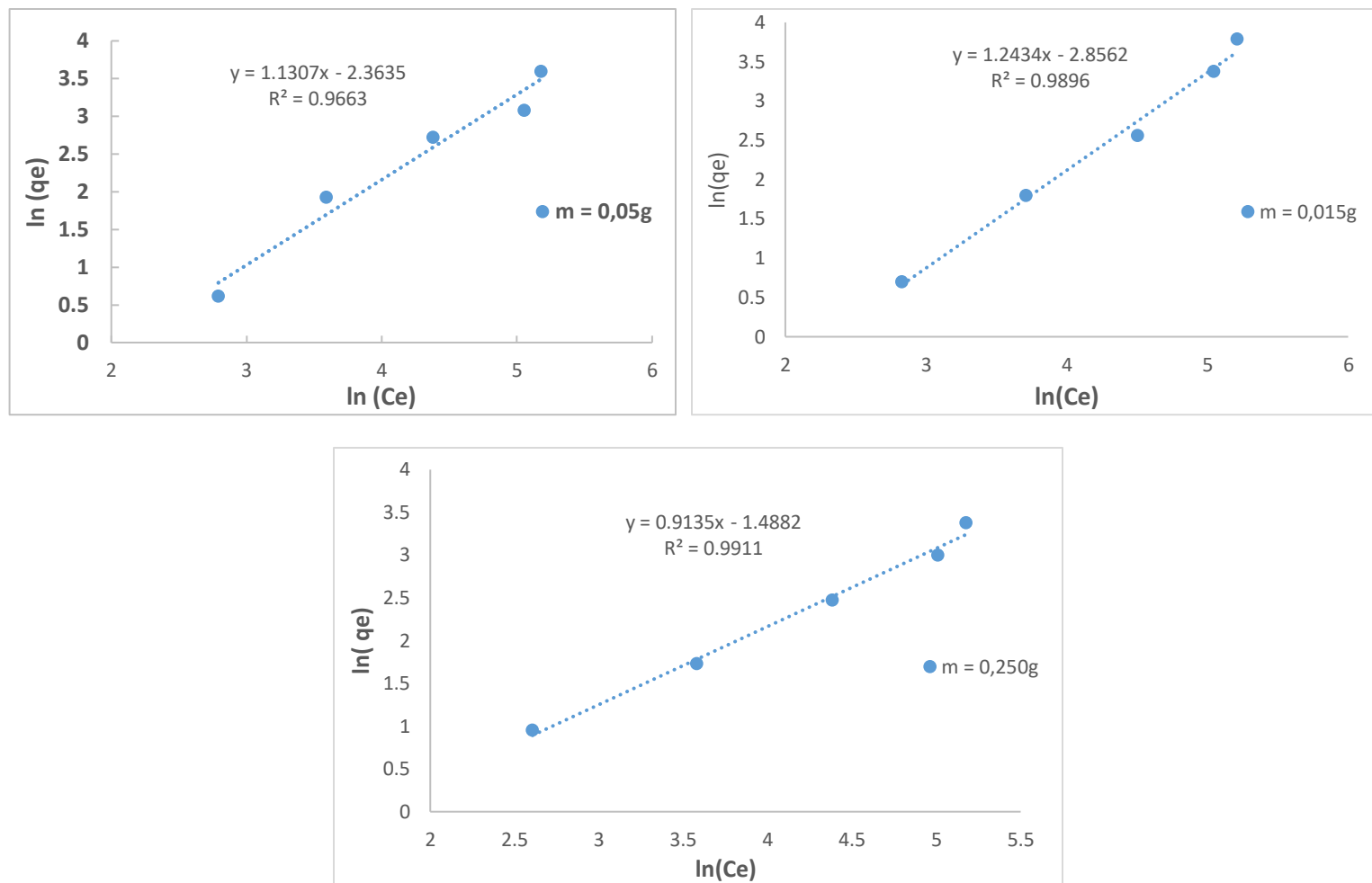


Figure IV.10 : Transformées linéaires de l'isotherme de Freundlich pour l'adsorption du phénol sur le Bio-adsorbant à différentes masses.

Les paramètres de linéarisation du modèle de Langmuir et de Freundlich pour l'adsorption du phénol sur le bio-adsorbant sont reportés sur le tableau suivant.

Tableau IV.5 : Paramètre de linéarisation du modèle de Langmuir et de Freundlich pour l'adsorption du phénol par Bio-adsorbant à différentes masses.

Modèle : Isotherme de Langmuir								
m = 0,05g			m = 0,150			m = 0,250		
Qm (mg/g)	K _L (l/mg)	R ²	Qm (mg/g)	K _L (l/mg)	R ²	Qm (mg/g)	K _L (l/mg)	R ²
-24,8756	- 0,0044	0,97	-36,4963	- 0,0034	0,99	-294,117	- 0,0174	0,99
Modèle : Isotherme de Freundlich								
m = 0,05g			m = 0,150			m = 0,250		
n	K _f (l/mg)	R ²	n	K _f (l/mg)	R ²	n	K _f (l/mg)	R ²
0,8844	0,0940	0,97	0,8844	0,0940	0,99	0,8844	0,0940	0,99

A partir des résultats de modélisation des isothermes donnés dans le Tableau IV.5, nous constatons que l'isotherme de bio-adsorbant est bien décrit par les deux modèles Langmuir et Freundlich, parce que les valeurs du coefficient de corrélation sont élevées de l'ordre de 0,98 pour les trois masses de bio-adsorbant. Les valeurs de Qm sont négatives pour les trois masses donc nous pouvons dire que ne sont significatives. Pour cette raison, le modèle linéaire de Freundlich est le modèle le plus crédible qui décrit mieux nos résultats expérimentaux. Les valeurs de n pour les trois sont inférieures à 1 ce qui confirme une adsorption favorable sur des surfaces hétérogènes.

IV.1. Effet de la température

La variation de la température du milieu sur l'élimination de phénol par bio-adsorbant à différentes masses (0,050g ; 0,150g et 0,250 mg) en fonction de la concentration du colorant (200 mg/l et 250 mg/l) est représentée sur la figure (IV.11).

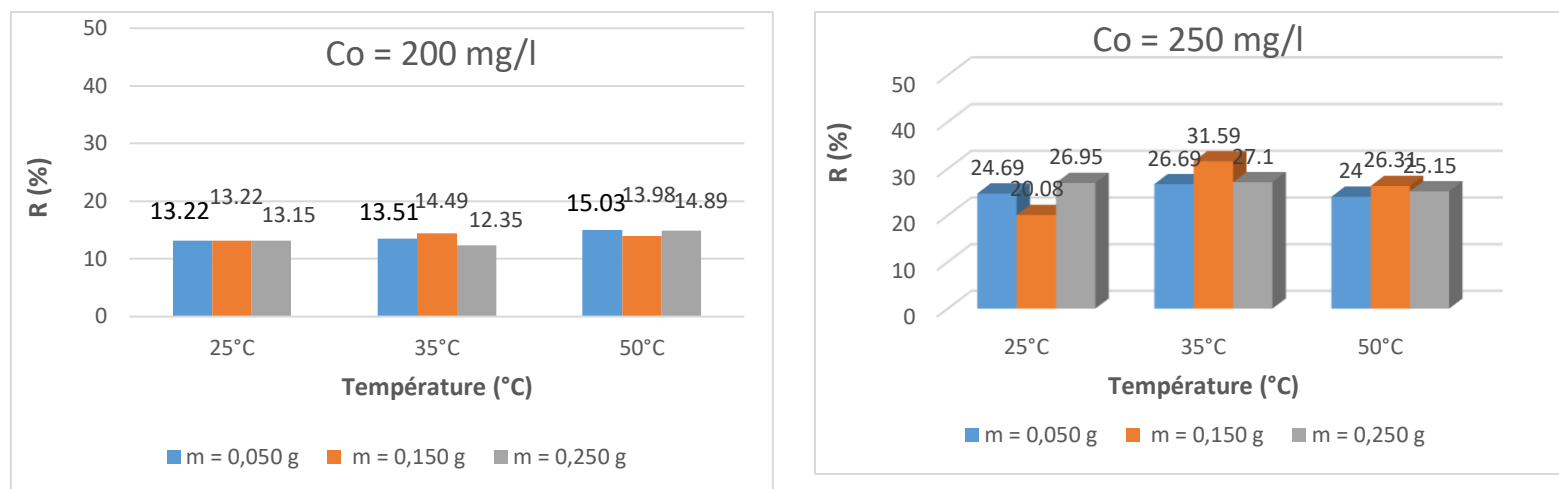


Figure IV.11 : Effet de la température du milieu sur l'adsorption de phénol pour les trois masse de bio-adsorbant à différentes concentrations (pH = 3, $t_{\text{agitation}} = 60\text{min}$)

L'influence de la température sur l'adsorption du phénol montre des effets modérés pour les trois masses de bio-adsorbants à différentes concentration initiale de phénol. Pour une concentration de 200 mg/L, nous constatons que la valeur de pourcentage d'élimination reste quasiment constante durant le changement de la température de la solution pour les trois masses, A cet effet nous pouvons dire l'augmentation de la température n'influe pas sur le processus de l'adsorption à cette concentration. Pour une concentration 250 mg/l, le pourcentage d'élimination atteint un maximum à 35 °C (31,59 %) avant de redescendre, indiquant une température optimale pour l'efficacité d'élimination. Globalement, la température n'influe pas sur l'adsorption, ce qui suggère une adsorption n'est pas sensible à l'équilibre thermique du système.

IV. Étude thermodynamique

Les paramètres thermodynamiques qui doivent être considérés pour déterminer le processus sont des changements de l'enthalpie standard (ΔH°), l'entropie standard (ΔS°) et l'énergie standard libre (ΔG°) due au transfert de l'unité du corps dissous à partir de la solution sur l'interface solide-liquide. La variation du $\ln(k_d)$ en fonction de l'inverse de température est illustrée sur la figure IV.14.

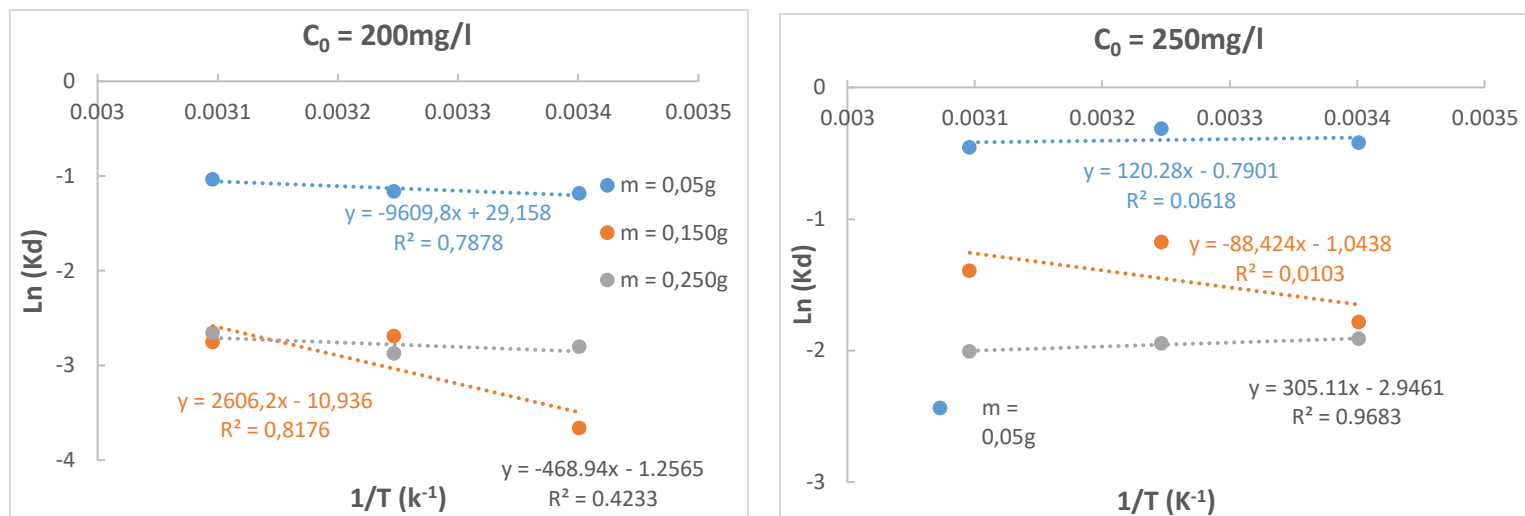


Figure IV.13 : Représentation de l'étude thermodynamiquement de l'adsorption de phénol par le bio-adsorbant à différentes masses et concentration initiale de phénol (pH = 3 et à $t_{\text{gitation}} = 60$ min).

Tableau IV. 6. Valeurs des paramètres thermodynamiques pour sorption de phénol à différentes concentrations et masses de bio-absorbant

Concentration initiale de phénol = 200 mg/l					
Masse de bio-adsorbant (g)	ΔS^0 (J/mol.k)	ΔH^0 (KJ/mol)	ΔG^0 (KJ/mol)		
			298K	308K	323K
0,050	-42,41	7,98	-7,66	-6,67	-7,31
0,150	-90,91	-21,67	5,33	6,24	7,60
0,250	-10,44	-3,90	-0,79	-0,68	-0,53
Concentration initiale de phénol = 250 mg/l					
Masse de bio-adsorbant (g)	ΔS^0 (J/mol,k)	ΔH^0 (KJ/mol)	ΔG^0 (KJ/mol)		
			298K	308K	323K
0,050	-6,56	-1	2,96	3,02	3,12
0,150	-8,43	-0,73	1,78	1,86	1,99
0,250	-24,49	2,54	9,83	10,08	10,44

D'après les résultats regroupés dans le tableau IV.6, nous pouvons dire que les valeurs négatives de l'énergie libre (ΔG^0) obtenues, à 200 mg/l à différentes masse de bio-adsorbant (0,05g et 0,250g) et à différentes températures indiquant un processus d'adsorption très favorable et spontané sauf pour une masse de 0,150 g à différentes températures, le (ΔG^0) est positive montrant que le processus de l'adsorption n'est pas spontané à cette masse . Nous remarquons aussi que les

valeurs de (ΔG°) sont positives à 250 mg/l de phénol, avec la variation de la température et la masse de Bio-adsorbant ce qui indique que le processus n'est pas spontanée et n'est pas favorable. Les valeurs absolues de ΔG^0 sont comprises entre 10 et 0 KJ. mole⁻¹ suggérant que l'adsorption est probablement physisorption [5.6] et celles les valeurs absolues de ΔH^0 qui appartient à l'intervalle de 0 à 21 KJ.mole⁻¹ montrent que l'adsorption la plus dominante est physique [7].

Les valeurs négatives de l'enthalpie (ΔH°) montrent que le processus de rétention de phénol sur le bio-adsorbant est exothermique et est plus remarquable (-21,67 KJ/mol) à 200 mg/l de phénol et à 0,150 g de masse de bio-adsorbant. Les valeurs négatives de l'entropie ΔS^0 , elles reflètent que le processus d'adsorption est ordonné sur l'interface solide/solution durant le processus de fixation des molécules du phénol sur les sites actifs des adsorbants.

Références chapitre IV

- [1] ALILI, N., & LARBI, D. « Valorisation des déchets de la pomme de terre en vue de leur utilisation dans l'élimination du bleu de méthylène présent en solution aqueuse ». (2019).
- [2] BERRIAH B , BOUCHENTOUF A , »Elimination d'un produit pharmaceutique par un bio-adsorbant ».Mémoire de Master, Université Dr Moulay Tahar -Saida- ,(2024).
- [3]ERRAIS, E. «Réactivité de surface d'argiles naturelles : Etude de l'adsorption de colorants anioniques », Thèse de doctorat, Université de STRASBOURG,(2011).
- [4] WEBER Jr, W. J., & Morris, J. C. «Kinetics of adsorption on carbon from solution».Journal of the sanitary engineering division, 89(2), 31-59, (1963).
- [5,6] ERENTÜRK, S., & Malkoç, E. «Removal of lead (II) by adsorption onto *Viscum album* L.:Effect of temperature and equilibrium isotherm analyses. Applied surface science, 253(10), 4727-4733.
- [7] El HAADDAD, M., MAMOUNI, R., Saffaj, N., & Lazar, S. «Removal of a cationic dye–Basic Red 12–from aqueous solution by adsorption onto animal bone meal». Journal of the Association of Arab Universities for Basic and Applied Sciences, 12(1), 48-54, (2012).

Conclusion Générale

L'étude expérimentale a permis d'évaluer élimination de phénol en solution aqueuse par un bio-adsorbant à base d'un déchet agricole (tiges de Palmier). La caractérisation physico-chimique du matériau étudié a révélé :

- ✓ une structure lignocellulosique riche en groupements fonctionnels tels que les hydroxyles (OH), carbonyles (C=O) et les groupements aromatiques, qui favorisent l'interaction avec les molécules de phénol.
- ✓ Le point de charge zéro (pH_{PZC}) a été déterminé à $pH = 7$, ce qui indique que l'adsorbant est chargé positivement en milieu acide, condition favorable à l'adsorption du phénol.

Les propriétés spécifiques d'adsorption de Bio-adsorbant ont été étudiées par l'influence de certains paramètres tels que la masse de l'adsorbant, la concentration initiale de phénol, et la température du milieu sur la rétention de phénol. A travers tous les résultats obtenus, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

- ❖ Le pourcentage d'élimination atteint une valeur maximale d'environ 27 % pour une masse de 0,250 mg à 250 mg/l de phénol et dans un milieu neutre.
- La variation du pH des solutions a un effet légèrement significative sur la capacité d'adsorption du phénol par le matériau étudié. La capacité d'adsorption maximale est de 36,195 mg/g pour une masse de 0,05 g à 250 mg/ et l'augmentation de pourcentage d'élimination à une valeur d'ordre 29 % lorsque le pH de milieu égale à 3.
- L'augmentation de la concentration initiale croît la capacité de sorption et le pourcentage d'élimination à pH égale à 3.
- L'étude de l'effet de la température montre globalement que la température n'influe pas sur le processus d'adsorption (l'influence n'est pas significative).
- Les isothermes d'adsorption de masse 0,05g est de type I, possibilité de formation une couche mono-moléculaire homogène et le reste type II possibilité de formation une multicouche hétérogène.
- Le processus d'adsorption est décrit pour les modèles : Le modèle de Langmuir et le modèle Freundlich s'ajustent mieux aux données expérimentales avec un coefficient de corrélation $R^2 \approx 0,99$.

- À 200 mg/L, l'adsorption est spontanée et exothermique pour les masses de 0,05 g et 0,25 g ; à 250 mg/L, les valeurs de ΔG° sont positives, indiquant un processus non spontané à cette concentration.
- Les valeurs absolues de $\Delta H^\circ < 21$ kJ/mol suggèrent que le processus d'adsorption est une physisorption dominante.
- Les valeurs négatives de ΔS° reflètent que le processus d'adsorption est ordonné sur l'interface solide/solution durant le processus de fixation des molécules du phénol sur les sites actifs des adsorbants

En conclusion, le bio-adsorbant étudié est un matériau prometteur pour le traitement des eaux contenant du phénol, avec de bonnes performances à pH acide et concentrations modérées. Son efficacité pourrait être optimisée davantage par des traitements de surface ou l'introduction de modifications chimiques ciblées.

On conclusion, le matériau étudié présente une capacité d'adsorption limité ou relativement faible vis-à-vis de polluant organique le phénol Pour cette raison ce matériau nécessite un traitement physique ou chimique en vue d'améliorer ses propriétés physico-chimiques afin obtenir une meilleure capacité d'absorption du phénol.