



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
République Algérienne Démocratique et Populaire
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

جامعة الشاذلي بن جديد - الطارف
Université Chadli Bendjedid – El Tarf
كلية العلوم و التكنولوجيا
Faculté des Sciences et de la Technologie
قسم الكيمياء

Département de Chimie

Mémoire de fin d'études

En vue de l'obtention du diplôme de Master

Domaine : Sciences de la matière

Filière : Chimie

Spécialité: Chimie Analytique

Thème

Approche durable pour le traitement des effluents colorés

Présenté par:

BADIS Radja

Devant le Jury :

Dr. SASSANE Amina	MCA	Univ Chadli Bendjedid El Tarf Président
Dr. BENDAIA Marwa	MCB	Univ Chadli Bendjedid El Tarf Encadrant
Dr. BEKAKRIA Hamida	MCB	Univ Chadli Bendjedid El Tarf Examineur

Année Universitaire : 2025/2026

Remerciements

Je remercie tout d'abord **ALLAH**, le seul Miséricordieux, qui m'a pleinement accordé de l'énergie, de la santé et surtout de la volonté et du courage pour pouvoir terminer ce modeste travail.

Je tiens à remercier sincèrement à mon encadreur, **M^{me} Dr. BENDAIA Marwa**, pour avoir accepté de m'encadrer. J'apprécie particulièrement son soutien moral, ses précieux conseils et ses encouragements constants pour mener à bien ce travail.

Nous remercions également les membres du jury *de nous avoir honorées de leurs présences et leurs approbations* de ce travail « **M^{me} Dr. SASSANE Amina** en tant que présidente et **M^{me} Dr. BEKAKRIA Hamida** en tant que examinatrice».

J'adresse également mes remerciements aussi à l'ensemble de l'équipe pédagogique de mon université qui m'a soutenu durant le quercus d'étude.

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

Dédicace

*Du profond de mon cœur, je dédie ce travail à ceux qui me sont
chers :*

*À mes très chers parents **mon père et ma chère maman**, Vos
conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite.*

*À **mes frères** Je te dédie ce travail en témoignage de ma profonde
affection et en souvenirs de notre indéfectible union. Puisse Dieu vous
protéger, garder et renforcer notre fraternité.*

*À tous ceux qui **m'ont donné la force** de continuer, Afin de n'oublier
personne, je remercie infiniment **tous ceux qui m'ont aidé de près ou de
loin** durant la réalisation de ce travail.*

BADIS Radja

Liste des tableaux et figures

Liste des figures

Figures	Titre	Page
Figure II.1	<i>Étapes successives du transfert d'un adsorbat lors de son adsorption sur un matériau adsorbant poreux.</i>	19
Figure III.1	<i>Balance Analytique</i>	25
Figure III.2	<i>Agitateur magnétique</i>	26
Figure III.3	<i>pH Mètre</i>	27
Figure III.4	<i>Spectrophotomètre UV-Visible</i>	28
Figure III.5	<i>Centrifugeuse</i>	28
Figure III.6	<i>Ultrasons</i>	29
Figure III.7	<i>Etuve</i>	29
Figure III.8	<i>Four à moufle</i>	30
Figure III.9	<i>Diffraction des rayons X (XRD): (a) le diffractomètre Bruker D8 Advance et (b) un gros plan de son goniomètre.</i>	31
Figure III.10	<i>Feuilles végétales</i>	33
Figure III.11	<i>Végétale carbonisé</i>	33
Figure III.12	<i>Extrait de feuilles végétales</i>	34
Figure III.13	<i>Biosynthèses des Nanoparticles: a) Magnétique ; b) Nanocomposite.</i>	35
Figure III.14	<i>(a) Spectre d'absorbance de solution aqueuse de BM; (b) Courbe d'étalonnage de BM</i>	36
Figure III.15	<i>Procédure d'adsorption de BM sur les matériaux</i>	37
Figure IV.1	<i>Analyse par DRX des bioadsorbant et nanocomposite</i>	39
Figure IV.2	<i>Influence de la dose des matériaux sur l'adsorption de BM.</i>	40
Figure IV.3	<i>Influence du temps d'équilibre d'adsorption de BM sur les matériaux</i>	41
Figure IV.4	<i>Influence du pH sur l'efficacité d'adsorption de BM par différente les matériaux</i>	42

Figure IV.5	<i>Influence de la concentration initiale de BM sur les matériaux</i>	43
Figure IV.6	<i>Influence de la température sur l'adsorption de BM sur les matériaux</i>	44

Liste des tableaux

Tableaux	Titre	Page
Tableau I.1	Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité Croissante	4
Tableau I.2	<i>Principaux classification chimique selon leur structure chimique</i>	6
Tableau I.3	<i>Classification des colorants selon leur solubilité et leurs groupes auxochromes</i>	7
Tableau I.4	<i>Principaux effets toxicologiques des colorants sur l'homme et l'environnement</i>	9
Tableau I.5	<i>Valeurs limites des paramètres de rejets d'effluents textiles</i>	10
Tableau I.6	<i>Principaux types d'adsorbants traditionnels</i>	11
Tableau I.7	<i>Comparaison des différentes méthodes de traitement des colorants</i>	15
Tableau II.1	<i>Comparaison entre la physisorption et la chimisorption</i>	18
Tableau II.2	<i>Facteurs influençant le processus d'adsorption</i>	19
Tableau II.3	<i>Classification des isothermes d'adsorption</i>	21
Tableau III.1	<i>Quelques caractéristiques des principaux réactifs chimiques utilisés</i>	32
Tableau IV.1	<i>Paramètres cinétique et thermodynamique d'adsorption appliqués</i>	45

Liste des symboles et abréviations

BM	Bleu de méthylène	MOF	Metallo-organique famille
C_e	Concentration à l'équilibre de l'adsorbat	MNP	Magnétiquesnanoparticules
CV	Charbon	n	Paramètre énergétique de Freundlich
CCMN	Nanoparticules magnétite chitosane coûteuses	pH	Potentiel hydrogène
CNT	Nanotubes de carbone	POAs	Procédés d'Oxydation Avancée
DBO5	Demande biochimique en oxygène	q_t	Quantité d'adsorbat fixée à l'instant t
DCO	Demande chimique en oxygène	q_e	Quantité de substance adsorbée par unité de masse de l'adsorption
D_{hkl}	la distance entre deux plans d'indices h, k et l	R	Constante des gaz parfaits (8,314)
DRX	diffraction des rayon X	STM	Science tunnel microxope
FV	Feuille végétale	UV	Ultra -violet
K₁	Constante de vitesse pour le premier ordre	•OH	Radicaux hydroxyles
K₂	Constante de vitesse du pseudo second ordre	λ_{Max}	Longueur d'onde maximale
K_F	Constante de Freundlich	ΔH°	Enthalpies
K_L	Constante correspond à d'énergie d'adsorption	ΔG°	Energie libre de gibbs
θ_{hkl}	l'angle entre le rayon incident et la surface de l'échantillon correspondant à l'interférence constructive créée par les plans (h, k, l)	ΔS°	Entropies

Table des matières

Remerciements	I
Dédicace	II
Liste des figures	III
Liste des tableaux	IV
Liste des symboles et abréviations	V
Introduction générale	1

Chapitre I Colorants, Matériaux adsorbants et Technique de traitement

I.1. Introduction	3
I.2. Les colorants	3
I.2.1 Définition	3
I.2.2 Nature des colorants	4
I.2.2.1 Colorants naturels	4
I.2.2.2 Colorants synthétiques	5
I.2.3. Classification des colorants	5
I.2.3.1. Classification chimique	5
I.2.3.2. Classification tinctoriale	7
I.2.4. Domaine d'application des colorants	7
I.2.5. Toxicité et Impact des colorants sur l'environnement	8
I.2.6. Réglementations sur les colorants	9
I.3 Matériaux adsorbants	10
I.3.1. Matériaux classiques	10
I.3.2. Matériaux organométalliques	11
I.3.3. Nanomatériaux	12
I.3.3.1. Nanoparticules d'oxydes métalliques	12
I.3.3.2. Nanoparticules magnétiques	13
I.3.3.3. Nanotubes de carbone	13

I.3.3.4.	Chitosane	14
I.3.3.5.	Nanoparticules de silice	14
I.4.	Techniques de traitements des colorants	14
I.5.	Conclusion	15

Chapitre II Adsorption

II.1.	Introduction	17
II.2.	Adsorption	17
II.2.1	Définition	17
II.2.2	Types	17
II.2.3	Mécanisme	18
II.2.4	Paramètres clés contrôlant la performance	19
II.2.5	Classification des isothermes	20
II.2.6	Modélisation d'adsorption	22
II.2.7	Cinétiques d'adsorption	23
II.2.8	Etude thermodynamique	24
II.3	Conclusion	24

Chapitre III Matériels et méthodes d'analyse

III.1	Introduction	25
III.2	Matériels et réactifs	25
III.2.1	Brève présentation des instruments utilisés Numérique	25
III.2.1.1.	Balance Analytique	25
III.2.1.2.	Agitateur magnétique	26
III.2.1.3.	pH Mètre	26
III.2.1.4.	Mésure de la Température	27
III.2.1.5.	Spectrophotomètre UV-Visible	27
III.2.1.6.	Centrifugeuse	28
III.2.1.7.	Ultrasons	28
III.2.1.8.	Etuve	29

III.2.1.9.	Four à moufle	30
III.2.1.10.	Diffraction des rayons X	30
III.2.2	Réactifs utilisées	31
III.3	Préparations des matériaux	32
III.3.1.	Préparation de bioadsorbant « feuille végétale »	32
III.3.2.	Activation thermique	33
III.3.3.	Biosynthèse verte	33
III.3.3.1.	Préparation d'un extrait végétal	33
III.3.3.2.	Biosynthèses des nanoparticules	34
III.4	Préparation des solutions BM	35
III.5	Mesure spectrophotométrique du BM dans le domaine visible	35
III.6	Protocoles expérimentaux d'adsorption	36
 Chapitre IV Résultats et discussions 		
IV.1	Introduction	38
IV.2	Caractérisation Par DRX	38
III.2.1.	Caractérisation des biomatériaux et nanomatériaux	38
IV.3	Influence de la dose	39
IV.4	Influence du temps de contact	40
IV.5	Influence du pH initial	41
IV.6	Influence de la concentration initiale	42
IV.7	Influence de la température	43
IV.8	Modélisation cinétique et étude thermodynamique d'adsorption	44
Conclusion générale		46
Références bibliographies		47

Résumé

Ce travail porte sur la valorisation des feuilles végétale pour la préparation de bioadsorbant et nanocomposite destinés au traitement des eaux contaminées par le Bleu de Méthylène (BM). Les matériaux élaborés ont été caractérisés et évalués à travers des essais d'adsorption afin d'étudier leur efficacité dans l'élimination du colorant. Les résultats obtenus ont montré une bonne élimination de la coloration du BM sur les matériaux développés, atteint environ (FV ($\approx 65\%$), CV ($\approx 91\%$), Magnétique (94%) et de Nanocomposite ($\approx 98\%$) à pH égale basique respectivement, avec une masse de bioadsorbant de 3 g/L, et un temps d'équilibre de 180 min dans les chaque cas. L'analyse des données expérimentales à l'aide des modèles cinétiques, et thermodynamiques a permis de mieux comprendre le mécanisme d'adsorption et de confirmer l'efficacité du procédé. Cette étude met en évidence le potentiel des bioadsorbant et nanocomposite issus de ressources végétales locales comme solution écologique, économique et durable pour le traitement des eaux polluées, tout en contribuant à la valorisation des déchets agricoles.

Mots clés: Feuilles végétales, Biosynthèse, Bioadsorbant, Nanocomposite, Adsorption, Bleu de Méthylène, Traitement.

Abstract

This study focuses on the utilization of plant leaves for the preparation of bioadsorbant and nanocomposite intended for the treatment of water contaminated with methylene blue (BM). The materials developed were characterized and evaluated through adsorption tests to assess their effectiveness in removing the dye. The results showed good removal of the MB dye by the developed materials, reaching approximately (FV ($\approx 65\%$), CV ($\approx 91\%$), Magnetic (94%) and Nanocomposite ($\approx 98\%$) at pH basic, respectively, with a bioadsorbent mass of 3 g/L and an equilibrium time of 180 min in each case. Analysis of the experimental data using kinetic and thermodynamic models provided a better understanding of the adsorption mechanism and confirmed the process's effectiveness. This study highlights the potential of bioadsorbant and nanocomposite derived from local plant resources as an ecological, economical, and sustainable solution for treating polluted water, while contributing to the valorization of agricultural waste.

Keywords: Plant leaves, Biosynthesis, Bioadsorbent, Nanocomposite, Adsorption, Methylene blue, Treatment.

ملخص

يتناول هذا العمل تثمين الأوراق النباتية من أجل تحضير مواد حيوية ومواد نانوية مخصصة لمعالجة المياه الملوثة بصبغة أزرق الميثيلين (BM). وقد تم تحضير هذه المواد وتوصيفها وتقييم أدائها من خلال تجارب الامتزاز لدراسة فعاليتها في إزالة الصبغة من المحاليل المائية. أظهرت النتائج المتحصل عليها كفاءة جيدة في إزالة لون BM باستعمال المواد المطورة، حيث بلغت نسب الإزالة حوالي 65% بالنسبة للأوراق النباتية (FV)، 91% بالنسبة للفحم المنشط (CV)، و94% بالنسبة للمغناطيسي و98% بالنسبة للمركب النانوي، وذلك عند قيمة pH تساوي قاعدي، وجرعة ممتز قدرها 3 غ/لتر، وزمن توازن بلغ 180 دقيقة في جميع الحالات. كما سمح تحليل البيانات التجريبية باستخدام النماذج الحركية والديناميكا الحرارية بفهم أفضل لآلية الامتزاز وتأكيد فعالية العملية. وتبرز هذه الدراسة الإمكانيات الواعدة للمواد الحيوية والمواد النانوية المستخلصة من الموارد النباتية المحلية كحل بيئي واقتصادي ومستدام لمعالجة المياه الملوثة، مع المساهمة في تثمين المخلفات الزراعية وتحويلها إلى مواد ذات قيمة مضافة.

الكلمات المفتاحية: أوراق النبات، التخليق الحيوي، المواد الحيوية، المواد النانوية، الامتزاز، أزرق الميثيلين، المعالجة.

***INTRODUCTION
GENERALE***

***SYNTHESES
BIBLIOGRAPHIQUES***

CHAPITRE I :
***Colorants, Matériaux
adsorbants et technique
traitement***

I.1. Introduction

Ce premier chapitre présente les notions fondamentales relatives aux polluants organiques, notamment les colorants, en offrant une vue d'ensemble de leurs principales caractéristiques. Il décrit leur classification, leurs propriétés physicochimiques, leur impact toxique sur l'environnement et la santé, ainsi que les réglementations encadrant leur utilisation. Ce chapitre aborde également les différents matériaux adsorbants ainsi que les principales techniques de traitement mises en œuvre pour l'élimination de ces contaminants des milieux aqueux.

I.2. Les colorants

I.2.1. Définition

Les colorants sont des composés qui peuvent donner une couleur permanente aux matériaux. Ils sont principalement constitués de groupes chromophores, comme les systèmes aromatiques conjugués contenant des électrons non liants ou les complexes métalliques de transition, qui sont associés à des groupes auxochromes et à des noyaux aromatiques conjugués. Ces assemblages ont la caractéristique d'absorber une portion du rayonnement électromagnétique dans le spectre visible, qui s'étend de 380 à 780 nm. Les colorants varient les uns des autres en fonction de la structure et de la disposition de leurs orbitales moléculaires. La couleur perçue découle des transitions électroniques entre les niveaux d'énergie de la molécule qui se produisent suite à l'absorption de lumière, ces transitions étant propres à chaque configuration chimique. Par conséquent, la coloration est directement associée aux transitions possibles entre ces niveaux d'énergie spécifiques à chaque molécule. Le [Tableau I.1](#) illustre les groupes chromophores et auxochromes principaux (Bekakra et Boutayb., 2017 ; Haou., 2023; Liu et collaborateurs., 2022; Danish et collaborateurs., 2023; Wang et Guo., 2024; Kumar et collaborateurs., 2025).

Tableau I.1. Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité Croissante (Wang et Guo., 2024; Kumar et collaborateurs., 2025).

Groupes chromophores	Groupes auxochromes
Azo : $N=N$	Amine tertiaire : NR_2
Méthine : $CH =$ ou $CR =$	Amine secondaire : NHR
Azométhine : $CH = NH$	Amine primaire : NH_2
Nitroso : $N = O$	Hydroxyle : OH
Carbonyle : $C = O$	
Thiocarbonyle : $>C = S$	
Nitro : NO_2	

I.2.2. Nature des colorants

On peut distinguer deux grandes catégories de colorants :

1. Les colorants naturels, issus d'extraits de matières minérales ou organiques.
2. Les colorants synthétiques, produits soit industriellement, soit en laboratoire.

I.2.2.1. Colorants naturels

Les colorants naturels sont des substances colorantes d'origine biologique ou minérale utilisées depuis l'Antiquité dans divers domaines. Ils sont généralement extraits de ressources naturelles telles que les plantes, les fruits, les arbres, les lichens ou certains organismes vivants. Bien qu'ils présentent parfois une stabilité limitée face à la lumière, à la température ou aux variations de pH, ils sont particulièrement appréciés pour leur faible toxicité et leur impact réduit sur la santé humaine et l'environnement (Chloé., 2011; Samanta et Agarwal., 2022; Kumar et collaborateurs., 2025).

Selon leur origine, les colorants naturels peuvent être classés en trois catégories principales :

- **Colorants d'origine animale** : tels que le rouge carmin, obtenu à partir de la cochenille, un insecte riche en acide carminique.
- **Colorants d'origine végétale** : comprenant notamment le jaune extrait des graines du roucouyer (*Bixa orellana*), le vert provenant de la chlorophylle, le rouge de la bétanine

issue de la betterave, ainsi que le brun caramel obtenu par la transformation thermique des sucres.

- **Colorants d'origine minérale** : constitués principalement de pigments à base de métaux ou de composés minéraux, tels que l'aluminium, l'argent et l'or, utilisés pour leurs propriétés colorantes et décoratives.

I.2.2.2. Colorants synthétiques

Les colorants synthétiques sont des composés élaborés par l'industrie chimique afin de reproduire ou d'améliorer les propriétés colorantes des substances naturelles. Certains d'entre eux sont des analogues de colorants naturels, obtenus par synthèse chimique, à l'exemple du β -carotène de synthèse. D'autres sont entièrement artificiels et résultent du développement de nouvelles molécules possédant des caractéristiques spécifiques en termes de stabilité, d'intensité colorante et de diversité de teintes. Parmi ces colorants figurent notamment l'Amarante, le Bleu patenté V et le Jaune orangé S, largement utilisés dans différents secteurs industriels. (Samanta et Agarwal., 2022; Wang et Guo., 2024; Kumar et collaborateurs., 2025).

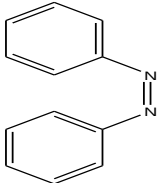
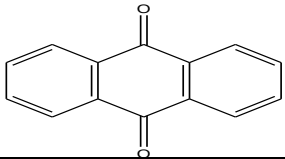
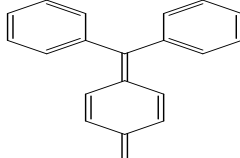
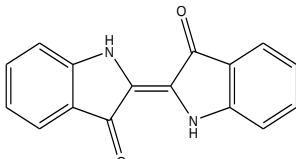
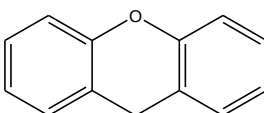
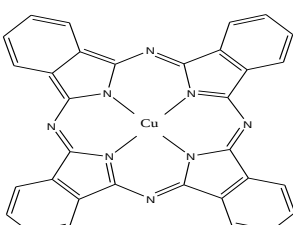
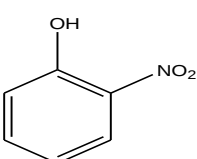
I.2.3. Classification des colorants

La classification des colorants a toujours été une tâche compliquée. Il est possible de le réaliser en les organisant selon leur teinte et leur caractéristique principale. Il est aussi envisageable de procéder à une classification par famille chimique, facilitant ainsi la mise en relation des substances selon certaines familles importantes.

I.2.3.1. Classification chimique

Le classement des colorants selon leur structure chimique repose sur la nature du groupement chromophore (Tableau I.2).

Tableau I.2. Principaux classifications chimique selon leur structure chimique

Type de colorant	Groupe chimique principal	Caractéristiques	Structure chimique
Colorants azoïques	Groupe azo (-N=N-)	Les plus répandus, couleurs intenses et variées	
Colorants anthraquinoniques	Noyau anthraquinone	Excellente solidité à la lumière	
Colorants triphénylméthanes	Structure triphénylméthane	Couleurs vives (vert, violet)	
Colorants indigoïdes	Dérivés de l'indigo	Bonne résistance, utilisés en textile	
Colorants xanthènes	Noyau xanthène	Couleurs fluorescentes	
Colorants phtalocyanines	Complexes métalliques cycliques	Très stables (chaleur et lumière)	
Colorants nitro/nitroso	Groupes -NO ₂ ou -NO	Couleurs jaunes à brunes	

I.2.3.2. Classification tinctoriale

On identifie diverses classes de teintures, cette fois-ci déterminées par les auxochromes (Tableau I.3).

Tableau I.3. Classification des colorants selon leur solubilité et leurs groupes auxochromes (Haou., 2023 ; Wang et Guo., 2024).

Type de colorant		Mode de fixation	Fibres concernées	Caractéristiques
Colorants insolubles dans l'eau	Colorants de cuve	Réduction puis oxydation	Coton	Très grande solidité
	Colorants au soufre	Formation de composés insolubles	Coton	Peu coûteux, couleurs foncées
Colorants solubles dans l'eau	Colorants basiques (cationiques)	Liaison ionique avec groupes acides	Acrylique, papier	Très brillants mais faible solidité
	Colorants acides	Liaison ionique avec groupes basiques	Laine, soie, nylon	Bonne pénétration, couleurs vives
	Colorants à mordant	Fixation avec un mordant (métal)	Laine, coton	Bonne solidité

I.2.4. Domaine d'application des colorants

Grâce à leurs propriétés colorantes, les colorants trouvent de nombreuses applications dans divers secteurs industriels et commerciaux. Ils sont largement utilisés dans l'industrie alimentaire pour la coloration des denrées, dans le secteur textile pour la teinture et l'impression des fibres et tissus, ainsi que dans la fabrication des fibres synthétiques. Ils interviennent également dans le traitement du cuir et des fourrures, la coloration du papier et du parchemin, ainsi que dans l'industrie du caoutchouc et des matières plastiques (Samanta et Agarwal., 2022; Wang, Guo., 2024). Par ailleurs, les colorants sont employés dans la formulation des peintures, des enduits et des revêtements destinés au secteur du bâtiment, ainsi que dans l'impression des papiers peints et la fabrication des encres. Ils occupent

également une place importante dans les domaines médical, pharmaceutique et cosmétique, où ils sont utilisés pour conférer des propriétés esthétiques ou fonctionnelles à de nombreux produits.

I.2.5. Toxicité et Impact des colorants sur l'environnement

Sur le plan environnemental, les colorants réduisent la pénétration de la lumière dans les milieux aquatiques, ce qui perturbe la photosynthèse des plantes aquatiques et déséquilibre les écosystèmes. Certains colorants peuvent également se dégrader en composés intermédiaires plus toxiques. Sur le plan toxicologique, plusieurs colorants et leurs produits de dégradation présentent des effets nocifs sur les organismes vivants. Ils peuvent être cancérogènes, mutagènes ou encore perturbateurs endocriniens. Chez l'humain, l'exposition prolongée peut entraîner des irritations cutanées, des troubles respiratoires ou des effets plus graves en cas d'ingestion ou d'inhalation ([Tableau I.4](#)).

Tableau I.4. Principaux effets toxicologiques des colorants sur l'homme et l'environnement

Aspect	Type d'effet	Description	Conséquences
Effet sur l'homme (Boufenneche., 2022 ; Samanta et Agarwal., 2022).	Toxicité aiguë	Contact direct avec les colorants	Irritations de la peau et des yeux
	Toxicité chronique	Exposition prolongée	Allergies, troubles de santé, risque cancérigène
	Produits de dégradation	Dégradation des colorants (surtout azoïques)	Formation de composés toxiques (amines aromatiques)
Effet sur l'environnement (Saidi., 2014; Samanta et Agarwal., 2022).	Sous-oxygénation	Consommation de l'oxygène dissous par les matières organiques	Asphyxie des organismes aquatiques
	Eutrophisation	Excès de nutriments (N, P) dans l'eau	Prolifération excessive des algues
	Réduction de la lumière	Coloration de l'eau	Diminution de la photosynthèse
	Toxicité directe	Effet toxique des colorants	Mort des organismes aquatiques
	Accumulation	Accumulation de substances toxiques	Dégradation de la qualité du sol
	Émissions chimiques	Libération de composés volatils	Pollution de l'air

I.2.6. Réglementations sur les colorants (Oran., 2022; Légifrance., 2023; Benyahia., 2024; Bencherit et al., 2025).

La réglementation relative aux rejets d'eaux résiduaires est de plus en plus stricte afin de limiter l'impact environnemental et sanitaire des substances polluantes. En Algérie, la réglementation 06-141 encadre les rejets d'effluents industriels, notamment textiles, dans le milieu hydrique et fixe des limites précises pour ces rejets. Au niveau européen, plusieurs substances dangereuses ont été réglementées à travers différentes directives, notamment les colorants azoïques, le pentachlorophénol, le nickel, le cadmium, le mercure et les phtalates. Ces réglementations ont été progressivement intégrées dans le cadre du règlement REACH

(1907/2006), qui vise l'enregistrement, l'évaluation et la restriction des substances chimiques afin de protéger la santé humaine et l'environnement. Cependant, certaines substances potentiellement toxiques, comme certains colorants allergènes ou cancérigènes et le formaldéhyde, ne sont pas toujours strictement encadrées malgré leurs effets nocifs possibles. Ainsi, ces réglementations constituent un cadre essentiel pour réduire les risques liés aux rejets industriels, en particulier dans le secteur textile (Tableau I.5).

Tableau I.5. Valeurs limites des paramètres de rejets d'effluents textiles

<i>Paramètres</i>	<i>Unité</i>	<i>Valeurs limites</i>	<i>Tolérance aux valeurs limites anciennes installations</i>
Température	°C	30	35
pH	-	6,5-8,5	6-9
DBO₅	mg/L	150	200
DCO	mg/L	250	300
Matière décantable	-	0,4	0,5
Matière non dissoute	-	30	40
Oxydabilité	-	100	120
Permanganate	-	20	25

I.3. Matériaux adsorbants

I.3.1. Matériaux classiques

Un adsorbant traditionnel est un matériau, souvent solide, qui exerce une adsorption sur une autre matière à sa surface. La plupart des matériaux employés comme adsorbants sont habituellement sous forme granulaire, ou d'extrudés, mais peuvent également se présenter en toiles, en poudre, et ainsi de suite.

Tableau I.5. Principaux types d'adsorbants traditionnels

Matériau (absorbant)	Origine / Structure	Propriétés principales	Applications	Image
Charbon actif	Matériau carboné obtenu par carbonisation + activation (bois, coquilles de noix de coco, etc.)	Très poreux, grande surface spécifique, surface plutôt non polaire (légèrement polaire après oxydation)	Purification de l'eau, élimination des odeurs, récupération des solvants et hydrocarbures	
Argiles	Minéraux polyphasiques (phases minérales et organiques)	Bonne capacité d'adsorption, structure lamellaire	Raffinage des huiles alimentaires, cosmétique, médecine, matériaux polymères	
Alumine activée	Déshydratation du trihydrate d'alumine	Très poreuse, hydrophile, grande surface spécifique	Élimination des matières organiques naturelles, catalyse dans les procédés d'oxydation avancée	
Zéolites	Aluminosilicates cristallins microporeux	Porosité régulière, hydrophiles si riches en Al, hydrophobes si pauvres en Al	Adsorption sélective, séparation des molécules, traitement de l'eau	

I.3.2. Matériaux organométalliques

Les structures métallo-organiques (MOF) représentent une famille de matériaux cristallins poreux élaborés à partir de l'association de nœuds métalliques, constitués d'ions ou de clusters métalliques, et de ligands organiques. Leur organisation structurale particulière leur confère une surface spécifique importante, une porosité ajustable ainsi qu'une grande variété de structures topologiques, ce qui favorise leur utilisation dans les applications photocatalytiques. Grâce à leur forte porosité et à leur réseau bien ordonné, les MOF

présentent une bonne capacité d'absorption de la lumière et facilitent la séparation ainsi que le transfert des charges photo-générées, améliorant ainsi les processus de photodégradation. De ce fait, ils sont largement étudiés dans le domaine environnemental, notamment pour l'élimination des colorants organiques et d'autres contaminants présents dans les eaux (Wang et al, 2020 ; Khan et al., 2023).

I.3.3. Nanomatériaux

La nanoscience et la nanotechnologie ont connu un essor important depuis les années 1980 grâce au développement de la science des agrégats et du microscope à effet tunnel (STM). Les nanomatériaux, dont la taille varie entre 1 et 100 nm, présentent des propriétés physicochimiques particulières liées à leur grande surface spécifique, leur rapport surface/volume élevé et leur forte réactivité de surface, ce qui les rend particulièrement efficaces dans diverses applications industrielles et environnementales. Différents types de nanomatériaux ont été développés, notamment les nanotubes de carbone, les fullerènes, les nanofils, les nanocristaux et les nanoparticules de silice. Ces matériaux peuvent être synthétisés à partir de métaux, d'oxydes métalliques, de polymères ou de biopolymères par plusieurs méthodes telles que le sol-gel, la coprécipitation, la microémulsion, la décomposition thermique et la méthode hydrothermale (Al-Gethami et al, 2024). Grâce à leurs propriétés uniques, les nanoparticules trouvent des applications dans les domaines de l'électronique, de la médecine et du traitement des eaux usées. Dans ce dernier domaine, elles présentent une forte capacité d'adsorption des métaux lourds et des polluants en raison de leur potentiel chimique élevé et de leur activité thermodynamique importante, influençant les équilibres et les vitesses de réaction entre les phases (Lin, X. et al. 2024).

I.3.3.1. Nanoparticules d'oxydes métalliques

Les oxydes métalliques occupent une place essentielle dans les domaines de la dépollution environnementale et de l'électronique grâce à leurs propriétés physicochimiques remarquables. Lorsqu'ils sont soumis à une source d'énergie adaptée, ces matériaux sont capables de générer des porteurs de charge, ce qui favorise leur activité dans différents procédés tel que l'adsorption, photocatalytiques...etc. Les nanoparticules d'oxydes métalliques, synthétisées à partir de métaux tels que le fer, le cuivre, le zinc, le titane ou l'aluminium, présentent des propriétés structurales et électroniques particulières liées à leur taille nanométrique. La réduction de la taille des particules modifie notamment la bande interdite, influençant ainsi la conductivité et la réactivité chimique des matériaux. Grâce à leur

grande surface spécifique et à leurs propriétés de surface, ces nanomatériaux possèdent une capacité d'adsorption supérieure à celle des oxydes conventionnels, notamment pour l'élimination des métaux lourds dans les eaux usées (Jadon, 2023) et dans diverses applications technologiques. Cette large utilisation est liée à la diversité de leurs compositions métal/oxygène, à leurs propriétés structurales et optiques spécifiques, ainsi qu'à leur capacité à favoriser la dissociation de l'eau.

I.3.3.2. Nanoparticules magnétiques

Les nanoparticules magnétiques (MNP) d'oxyde de fer présentent un super paramagnétisme, une propriété particulière qui les distingue des nanoparticules classiques. Les nanoparticules super paramagnétiques ont une grande surface spécifique, sont biocompatibles, moins toxiques, chimiquement inertes, offrent une faible résistance à la diffusion et leur surface peut être modifiée à l'aide de molécules organiques, d'ions inorganiques ou de certains groupes fonctionnels, ce qui leur confère un bon potentiel pour l'élimination des métaux lourds (Rao et al., 2021). Les avantages des nanoadsorbants modifiés étaient la réutilisabilité, la facilité de séparation après traitement, une composition respectueuse de l'environnement et l'absence d'interférence des ions métalliques de la catégorie des métaux alcalino-terreux, ce qui en fait des adsorbants parfaits pour l'élimination des métaux lourds des eaux usées. Li et al., 2021 ont préparé un adsorbant magnétique nanocomposite à base de Fe_3O_4 recouvert d'un oxyde bimétallique par coprécipitation, destiné à l'élimination du colorant textile.

I.3.3.3. Nanotubes de carbone

Les nanotubes de carbone (CNT) sont des matériaux synthétiques présentant des propriétés uniques, telles que la conductivité électrique, l'activité optique, la résistance mécanique et des morphologies de surface. Leur haute porosité, leur faible densité massique, leur grande surface spécifique, leur structure creuse et leurs fortes interactions avec les molécules polluantes en font de bons adsorbants (Dresselhaus et al., 2001). Les sites d'adsorption dans les faisceaux de CNT sont les sites internes, les canaux interstitiels, les rainures et la surface externe. Selon le procédé de synthèse et de purification, les CNT contiennent généralement des groupes $-\text{OH}$, $-\text{C}=\text{O}$ et $-\text{COOH}$. Les CNT présentent une forte préférence pour les groupes hydrophobes, tels que le benzène, l'hexane et le cyclohexane, par rapport aux groupes hydrophiles comme l'alcool. Cette préférence peut être inversée lors de la fonctionnalisation en raison d'un changement de mouillabilité des surfaces des nanotubes de carbone (Gadhane et Waghmare, 2014).

I.3.3.4. Chitosane

Le chitosane, obtenu à partir des déchets de l'industrie de transformation des crustacés en tant que sous-produit, est un biopolymère composé de polysaccharides naturels. C'est un adsorbant très intéressant en raison de ses caractéristiques particulières, telles que son abondance, son faible coût, sa stabilité chimique, sa biodégradabilité, sa non-toxicité, sa biocompatibilité, son caractère renouvelable et son hydrophilie. Il présente une bonne réactivité vis-à-vis d'une large gamme de polluants. Sa capacité d'adsorption des ions métalliques toxiques est excellente grâce à la présence de groupes amines ($-NH_2$) dans sa matrice polymère et à sa charge partiellement positive, qui attire les ions métalliques par liaison de coordination ou par échange d'ions dans la solution. La synthèse de nanoparticules de magnétite recouvertes de chitosane, non toxiques et peu coûteuses (CCMN) non toxiques et peu coûteuses enrobées de chitosane comme adsorbant pour éliminer les ions Hg(II) des solutions aqueuses à l'aide d'une méthode Box-Behnken efficace et rapide ([Rahbar et al. 2014](#)).

I.3.3.5. Nanoparticules de silice

La silice est largement utilisée dans les revêtements de nanoparticules employées dans les techniques de purification de l'eau. Le revêtement de Si active les surfaces des NP en leur conférant divers groupes fonctionnels grâce à la présence abondante de groupes silanol sur la couche de silice. Il protège également les NP contre la lixiviation dans des conditions de pH faible. Il facilite également la liaison des NP avec des fragments non spécifiques, ainsi qu'avec des ligands hautement spécifiques. Les nanocomposites de silicate en couches polymères possèdent des propriétés améliorées à faible teneur en charge. Les nanoparticules ont présenté une adsorption et une régénération rapide, une séparation aisée de la solution sous l'effet d'un champ magnétique externe et une réutilisation.

I.4. Techniques de traitements des colorants

La présence des colorants dans l'environnement constitue un enjeu majeur, nécessitant le développement de procédés efficaces de traitement des eaux usées tels que l'adsorption, la coagulation-floculation et les procédés avancés d'oxydation. Ces méthodes sont présentées dans le [Tableau I.7](#).

Tableau I.7. Comparaison des différentes méthodes de traitement des colorants

<i>Méthode</i>	<i>Principe</i>	<i>Avantages</i>	<i>Inconvénients</i>
Traitement biologique aérobie (Kumar et Verma., 2024)	Dégradation par des bactéries en présence d'oxygène.	Procédé naturel, faible coût, facile à mettre en œuvre.	Décoloration due à l'adsorption, non à la dégradation ; faible rendement ; formation de boues.
Traitement biologique anaérobie (Kumar et Verma., 2024)	Dégradation sans oxygène (production de CH ₄ et CO ₂)	Production de biogaz (méthane), bon rendement DCO.	Incomplète minéralisation, toxicité possible des sous-produits, faible efficacité de décoloration.
Coagulation-floculation (Hamdi, 2025).	Précipitation des particules colloïdales par coagulants.	Procédé simple, bon pour certains colorants.	Inefficace pour colorants solubles (réactifs, acides), production massive de boues.
Filtration membranaire (Benali, 2024; Hamdi, 2025).	Séparation physique via membrane (osmose inverse).	Très bonne efficacité et séparation continue du colorant.	Coûts élevés, colmatage des membranes, concentré à éliminer.
Oxydation avancée (POAs) Zhao et Liu., 2025; Hamdi., 2025).	Oxydation par radicaux hydroxyles (•OH).	Dégradation complète possible, minéralisation des composés organiques.	Coûts d'exploitation, besoin de générer les radicaux, parfois formation de sous-produits secondaires.

I.5. Conclusion

Cette partie de la recherche bibliographique montre, d'une manière générale, que les colorants sont des polluants organiques persistants, principalement issus des industries textiles, et qu'ils représentent un risque important pour l'environnement et la santé humaine en raison de leur stabilité et de leur faible biodégradabilité. Pour leur élimination, plusieurs types d'adsorbants ont été étudiés, allant des matériaux conventionnels, aux matériaux avancés, chacun présentant des capacités

d'adsorption différentes. Différents procédés de traitement des eaux ont également été développés pour la dépollution des eaux contaminées par les colorants, tels que l'adsorption, la coagulation-floculation et les procédés d'oxydation avancée.



CHAPITRE II :

Adsorption

II.1. Introduction

La gestion des effluents contenant des colorants, caractérisés par une composition complexe et variée, nécessite la mise en œuvre de procédés de traitement adaptés permettant l'élimination progressive des différents polluants présents. Le choix de la méthode de traitement la plus appropriée doit tenir compte des caractéristiques physicochimiques de l'effluent, notamment de sa charge organique et minérale, afin d'assurer une efficacité optimale de dépollution.

II.2. Adsorption

II.2.1. Définition

L'adsorption constitue une technique de traitement largement utilisée pour éliminer une grande variété de composés toxiques présents dans l'environnement. Elle correspond au phénomène de fixation des molécules d'un soluté à la surface d'un matériau solide grâce à des interactions de type Van der Waals ou à des liaisons chimiques. Les zones de la surface sur lesquelles les molécules adsorbées se fixent sont appelées sites actifs ([Reungoat., 2007](#) ; [Zeghache., 2019](#) ; [Zachara et collaborateurs., 2022](#); [Danish et collaborateurs., 2023](#); [Ruthven et collaborateurs., 2024](#)).

II.2.2. Types

Dans les interactions entre un solide adsorbant et un fluide adsorbé, deux formes d'adsorption distinctes apparaissent : la physisorption (Adsorption physique) et la chimisorption (Adsorption chimique), comme illustré dans le [Tableau II.1](#). Ces deux types de forces jouent un rôle crucial dans ces processus ([Boulhout., 2012](#) ; [Belgacem et Boutouata., 2020](#) ; [Danish et collaborateurs., 2023](#); [Ruthven et collaborateurs., 2024](#); [Kumar et collaborateurs., 2025](#)).

Tableau II.1. Comparaison entre la physisorption et la chimisorption

<i>Critères</i>	<i>Physisorption</i>	<i>Chimisorption</i>
Nature de l'interaction	Forces physiques	Liaisons covalentes ou ioniques
Réversibilité	Généralement réversible	En général irréversible
Énergie d'adsorption	Faible (5 à 40 kJ/mol)	Élevée (40 à 200 kJ/mol)
Modification chimique	Aucune- les molécules conservent leur identité	Oui - formation d'un nouveau composé à la surface
Température favorable	Températures basses	Températures à élevées
Monocouche/ Multicouche	Plusieurs couches	Seule couche
Spécificité	Peu spécifique (dépend surtout de la surface)	Très spécifique (dépend de la nature chimique des réactifs)

II.2.3. Mécanisme ([Bhatnagar et collaborateurs., 2022](#) ; [Adda et Benhamida., 2023](#))

La fixation d'un polluant sur un adsorbant comprend une étape d'adsorption et trois étapes de transfert de matières (diffusion), ce processus s'opère en plusieurs étapes:

Etape 1: Diffusion de l'adsorbat de la phase liquide externe vers celle située au voisinage de la surface de l'adsorbant.

Etape 2: Diffusion extra granulaire de la matière (transfert du soluté (adsorbat) vers la surface des grains (adsorbant)).

Etape 3: Diffusion interne les particules de fluide pénètrent à l'intérieur des pores.

Etape 4: Diffusion de la surface au contact des sites actifs, elle correspond à la fixation des molécules sur la surface des pores (la molécule est considérée comme immobile)

Les différentes étapes de transfert d'un adsorbat lors de son adsorption sur un adsorbant poreux sont représentées dans la [Figure II.1](#).

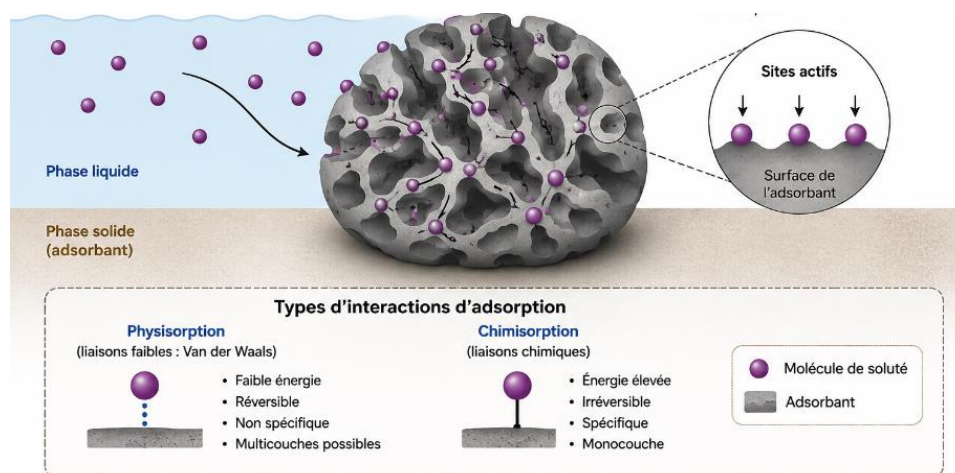


Figure II.1. Étapes successives du transfert d'un adsorbant lors de son adsorption sur un matériau adsorbant poreux.

II.2.4. Paramètres clés contrôlant la performance (Danish et collaborateurs., 2023; Wang, et Guo., 2024; Kumar et collaborateurs., 2025).

Le [Tableau II.2](#) présente divers éléments pouvant affecter le processus d'adsorption des liquides par les solides :

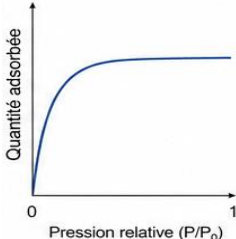
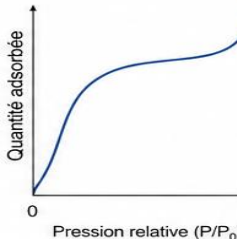
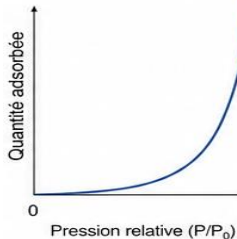
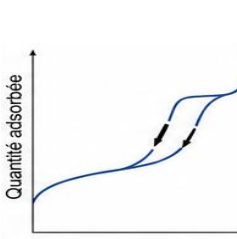
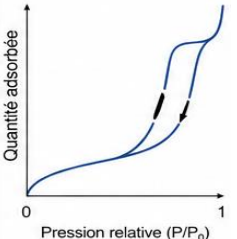
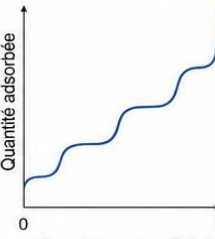
Tableau II.2. Facteurs influençant le processus d'adsorption

Facteur	Effet sur l'adsorption	Explication courte
Surface spécifique	↑ adsorption si la surface ↑	Plus la surface de l'adsorbant est grande, plus il y a de sites actifs
Température	Peut ↑ ou ↓	Dépend du type d'adsorption (physique ou chimique)
pH du milieu	Modifie l'efficacité	Influence la charge de l'adsorbant et de l'adsorbant
Concentration du polluant	↑ adsorption si concentration ↑	Plus il y a de molécules, plus les collisions augmentent
Temps de contact	↑ adsorption avec le temps	Plus le contact est long, plus l'équilibre est atteint
Nature de l'adsorbant	Très important	Porosité, composition chimique et structure influencent l'adsorption
Vitesse d'adsorption	Détermine la rapidité du processus	Plus la vitesse est élevée, plus l'équilibre est atteint rapidement
Polarité	Influence fortement l'affinité	Un adsorbant et un adsorbant de polarités similaires favorisent l'adsorption
Nature de l'adsorbant	Modifie l'efficacité	Taille, charge et structure chimique du polluant influencent l'adsorption

II.2.5. Classification des isothermes

L'isotherme d'adsorption représente la relation, à température stable, entre la quantité de soluté adsorbée par unité de masse (q_e) et la concentration en équilibre dans la solution. Le comportement d'adsorption diffère en fonction de la paire adsorbant-adsorbat. D'un point de vue expérimental, les isothermes sont catégorisés en six types majeurs selon leur forme distincte (Tableau II.3) (Obeid., 2014 ; Bencheikh Talhi., 2018; Al-Ghouti, Da'ana., 2022; Danish et collaborateurs., 2023; Ruthven et collaborateurs., 2024; Kumar et collaborateurs., 2025).

Tableau II.3. Classification des isothermes d'adsorption

Type d'isotherme	Type I	Type II	Type III	Type IV	Type V	Type VI
Allure d'isotherme	 Ex : N₂ sur charbon actif à 77 K	 Ex : H₂O sur gel de silice	 Eau sur carbone non poreux	 N₂ sur silice mésoporeuse	 Ex : Eau sur carbone mésoporeux	 Ex : Ar sur graphite
Description	Adsorption en monocouche dans les micropores, avec plateau lorsque les pores sont saturés	Adsorption en monocouche puis multicouche sur surfaces non poreuses ou macroporeuses	Faibles interactions adsorbant-adsorbat, adsorption multicouche progressive	Adsorption multicouche avec condensation capillaire dans les mésopores (boucle d'hystérésis)	Faibles interactions avec condensation capillaire (hystérésis)	Adsorption en couches successives (par paliers) sur surface homogène
Type d'adsorbant	Microporeux (Ex : charbon actif)	Non poreux ou macroporeux	Non poreux	Mésoporeux	Mésoporeux	Non poreux, surface uniforme
Type d'adsorbat	Petites molécules (N ₂ , CO ₂)	Molécules plus volumineuses (H ₂ O, éthanol)	Interactions faibles (ex : H ₂ O sur surface hydrophobe)	Molécules comme N ₂ , H ₂ O	Ex : H ₂ O sur surfaces hydrophobes	Gaz nobles (Ar, Kr)

II.2.6. Modélisation d'adsorption

Plusieurs équations ont été suggérées pour représenter les isothermes de sorption. Certaines utilisent un modèle théorique d'adsorption, tandis que d'autres reposent sur une approche empirique. La majorité de ces modèles sont exposés ci-dessous. On fait la distinction entre :

❖ **Modèle de Langmuir** (Djelloul, 2014; Liu et collaborateurs., 2022; Danish et collaborateurs., 2023; Kumar et collaborateurs., 2025).

L'importance du modèle de Langmuir réside dans sa capacité à décrire, de manière théorique, un comportement idéal d'adsorption. L'isotherme est généralement exprimée par l'équation (II.1) suivante:

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{K_L} \times b + \frac{1}{b} \times C_e \quad (\text{II. 1})$$

Où :

C_e : concentration à l'équilibre de l'adsorbat (mg/L); q_e : quantité de substance adsorbée par unité de masse de l'adsorption (mg/g); K_L : constante correspond à l'énergie d'adsorption et b : capacité maximale d'adsorption.

❖ **Modèle de Freundlich** (Marzouk Trifi., 2012; Adeyemo et collaborateurs., 2022; Danish et collaborateurs., 2023).

Ce modèle, exprimé par une équation à deux paramètres (K_F et n), repose sur une distribution exponentielle des énergies des sites d'adsorption à la surface du matériau, et se caractérise par une adsorption sur des sites localisés. Il est représenté par l'équation (II.2) suivante :

$$q_e = K_F \times C_e^{1/n} \quad (\text{II. 2})$$

Sachant que :

q_e : la quantité d'entités adsorbées par gramme d'adsorbant à l'équilibre (mg/g); C_e : concentration de l'adsorbat dans la solution à l'équilibre (mg/L); K_F : la constante de Freundlich (L/mg); n : paramètre énergétique de Freundlich.

Les deux paramètres de Freundlich K_F et n peuvent être déterminés expérimentalement par le passage au logarithmique de l'expression pour donner l'équation (II.3):

$$\ln q_e = \ln K_F \times \frac{1}{n} \ln C_e \quad (\text{II.3})$$

II.2.7. Cinétiques d'adsorption

L'efficacité d'un adsorbant est mesurée par la cinétique d'adsorption, qui estime le volume de polluants adsorbé avec l'écoulement du temps. On utilise divers modèles cinétiques, comme le modèle de pseudo-premier ordre ou de pseudo-second ordre, pour représenter ce processus.

➤ Modèle pseudo-premier ordre

Il s'agit de la première équation établie pour décrire la dynamique de l'adsorption en milieu liquide/solide. Il illustre l'évolution de la quantité d'adsorption en relation avec le temps. Ce modèle s'appuie sur l'équation (II.4) :

$$\frac{dq_t}{dt} = K_1(q_e - q_t) \quad (\text{II.4})$$

Avec:

q_e : La quantité d'adsorbat fixée à l'équilibre (mg/g); q_t : La quantité d'adsorbat fixée à l'instant t (mg/g); t : Le temps de contact (min) ; K_1 : La constante de vitesse pour le premier ordre (min^{-1}) (Bentahar., 2016; Adeyemo et al., 2022; Danish et collaborateurs., 2023; Wang et Guo., 2024).

➤ Modèle pseudos-deuxième ordre

Une expression également très souvent utilisée. Ce modèle est représenté par l'expression (II.5):

$$\frac{dq_t}{dt} = K_2(q_e - q_t)^2 \quad (\text{II.5})$$

Avec: q_e : La quantité d'adsorbat fixée à l'équilibre (mg/g); q_t : La quantité d'adsorbat fixée à l'instant t (mg/g); t : Le temps de contact (min); K_2 : Constante de vitesse du pseudo second-ordre (g/mg/min) (Baudouin., 2018).

II.2.8. Etude thermodynamique

Les paramètres thermodynamiques, comme le changement d'énergie libre de Gibbs (ΔG), l'enthalpie (ΔH) et l'entropie (ΔS), servent à déterminer si un processus d'adsorption est spontané, c'est-à-dire exothermique ou endothermique. On calcule généralement ces paramètres en utilisant l'équation (II.6) de Van't Hoff et la relation thermodynamique de Gibbs-Helmholtz (II.7).

Où

K_d : Coefficient de distribution (L/g); ΔH : Enthalpie (kJ/mole); ΔS : Entropie (kJ/mole); ΔG : Energie libre (kJ/mole); R : constante des gaz parfaits (8,314 J/mole. K) (Hamouche., 2013; Adeyemo et collaborateurs., 2022; Danish et collaborateurs., 2023; Kumar et collaborateurs., 2025).

$$\ln k_d = \frac{\Delta S}{R} - \frac{\Delta H}{R \times T} \quad (\text{II.6})$$

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (\text{II.7})$$

II.3. Conclusion

Parmi les différentes techniques de traitement disponibles, le procédé d'adsorption a été retenu en raison de sa simplicité de mise en œuvre, de son efficacité et de son faible coût d'exploitation. Dans cette optique, un matériau issu d'une biomasse végétale a été choisi comme matériau bioadsorbant. Considérée comme un résidu agricole valorisable, cette biomasse constitue une ressource abondante, renouvelable et économiquement avantageuse. L'étude expérimentale vise à évaluer les performances de ce bioadsorbant dans l'élimination d'un polluant organique modèle, représenté par un colorant, ainsi qu'à déterminer sa capacité d'adsorption et son potentiel pour le traitement des eaux contaminées.

ETUDE
EXPERIMENTAL



CHAPITRE III :

Matériels et méthodes d'analyse

III.1. Introduction

Cette section est consacrée à l'étude expérimentale réalisée dans le cadre de ce travail. Elle décrit les protocoles adoptés pour la préparation, la biosynthèse et la caractérisation des matériaux élaborés, notamment les matériaux d'origine végétale. Elle présente également les différentes méthodes expérimentales utilisées ainsi que l'analyse et l'interprétation des résultats obtenus afin d'évaluer les performances des matériaux développés.

III.2. Matériels et réactifs

Tous les réactifs et instruments utilisés dans cette étude étaient de qualité analytique ; aucune purification supplémentaire n'a été effectuée avant leur utilisation, comme le résume le [Tableau III.1](#).

III.2.1. Brève présentation des instruments utilisés Numérique

III.2.1.1. Balance Analytique

Elle sert à déterminer la masse des produits chimiques utilisés dans la préparation et affiche quatre décimales (0,0000), comme le montre la figure ci-dessus ([Figure III.1](#)).



Figure III.1. Balance Analytique

III.2.1.2. Agitateur magnétique

Cet appareil assure un mélange continu et homogène des solutions pendant le processus de synthèse. Il se compose principalement d'un champ magnétique rotatif généré par un aimant entraîné par un moteur situé sous le récipient, et d'un barreau d'agitation magnétique immergé dans le liquide. Lorsque l'aimant externe tourne, il induit la rotation du barreau d'agitation à l'intérieur de la solution par couplage magnétique, sans aucun contact mécanique direct. Ce mécanisme permet un mélange efficace et uniforme de la solution (Figure III.2).



Figure III.2. Agitateur magnétique

III.2.1.3. pH Mètre

Le pH (Figure III.3) est en relation avec la concentration des ions hydrogène $[H^+]$ présents dans l'eau ou les solutions. La différence de potentiel existant entre une électrode en verre et une électrode de référence (Calomel - KCl saturé), plongeant dans une même solution, est une fonction linéaire du pH de celle-ci. Le potentiel de l'électrode est lié à l'activité des ions H^+ .

- **Appareil :** pH mètre
- **Electrode :** Electrode de pH combinée
- **Réactifs :** Tampon pH = 10 ; Tampon pH = 7 ; Tampon pH = 4



Figure III.3. pH Mètre

III.2.1.4. Mesure de la Température

Les mesures de la température de l'eau sur le lieu de prélèvement de l'échantillon sont une partie intégrante de l'analyse des eaux, car de cette température dépendent la solubilité du gaz et la vitesse de la réaction de l'eau.

Appareillage : La température est mesurée au même temps avec le pH par le pH mètre (Figure III.3).

III.2.1.5. Spectrophotomètre UV-Visible

On a utilisé un spectrophotomètre UV-Visible à double faisceaux (Figure III.4), il permet de mesurer l'absorbance dans le domaine de la longueur d'onde 200-800 nm, la compensation s'effectue automatiquement, l'absorbance est mesurée avec une précision de l'ordre de 10^{-3} dans un intervalle d'absorbance compris entre 0,1 et 1.5. Nous avons travaillé avec des cuvettes de 10mm d'épaisseur. Globalement un spectrophotomètre est constitué de la réunion de trois parties distinctes : La source, le système dispositif, et le détecteur ; ces trois parties peuvent se présenter séparément, mais classiquement pour les appareils d'analyse chimique, elles sont intégrées dans un même bâti. L'échantillon est intercalé sur le trajet optique après ou avant le système dispositif selon le type de détecteur. Des cuves en plastique et en verre de 1 cm de trajet optique ont été utilisées.



Figure III.4. Spectrophotomètre UV-Visible

III.2.1.6. Centrifugeuse

La centrifugeuse fonctionne selon le principe de la force centrifuge, qui fait tourner rapidement un mélange afin de séparer ses composants en fonction de leur densité. Les particules les plus denses sont projetées vers l'extérieur et se déposent au fond. Les plus légères restent en surface (Figure III.5).



Figure III.5. Centrifugeuse

III.2.1.7. Ultrasons

La technique des ultrasons repose sur le principe des ondes sonores à haute fréquence qui provoquent la cavitation des liquides. La formation et la destruction de microbulles libèrent de l'énergie qui améliore le mélange, la dispersion des particules et la vitesse de réaction (Figure III.6).



Figure III.6. Ultrasons

III.2.1.8. Etuve

Utilisé pour sécher des échantillons et éliminer l'humidité à des températures contrôlées, afin de garantir un poids constant et d'éviter toute contamination. L'étuve fonctionne selon le principe du transfert de chaleur, dans lequel l'énergie électrique est convertie en énergie thermique et répartie uniformément à l'intérieur de la chambre. Cela permet de contrôler le chauffage et le séchage des matériaux (Figure III.7).



Figure III.7. Etuve

III.2.1.9. Four à moufle

Pour les traitements à haute température, par exemple la calcination, la détermination de la teneur en cendres et la décomposition thermique des matériaux dans des conditions contrôlées. Le four à moufle fonctionne selon le principe de la conversion de l'énergie électrique en chaleur, qui est répartie uniformément dans une chambre isolée. Un contrôle précis de la température est nécessaire pour garantir la reproductibilité et la stabilité des processus thermiques (Figure III.8).



Figure III.8. Four à moufle

III.2.1.8. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (DRX) est une technique utilisée pour identifier les phases cristallines et étudier la structure des matériaux. Elle repose sur l'interaction des rayons X avec les électrons des atomes, qui diffusent le rayonnement dans différentes directions. Les ondes diffusées interfèrent entre elles et produisent des pics de diffraction lorsque les conditions d'interférence constructive sont satisfaites. Ce phénomène est décrit par la loi de Bragg :

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin \theta_{hkl} \quad \text{Eq II.1}$$

Où :

λ est la longueur d'onde du rayonnement utilisé ;

h, k et l sont les indices entiers des plans du réseau cristallin ;

d_{hkl} est la distance entre deux plans d'indices h , k et l ;

θ_{hkl} est l'angle entre le rayon incident et la surface de l'échantillon correspondant à l'interférence constructive créée par les plans (h , k , l) ;

n est l'ordre de diffraction.

La diffraction des rayons X (DRX) fournit plusieurs informations essentielles (Figure III.9) :

- Identification des phases cristallines présentes dans le matériau :
- Structure cristalline (hexagonale, cubique, etc.)
- Taille des cristallites (à l'aide de l'équation de Scherrer)
- Degré de cristallinité ou d'amorphisme
- Paramètres du réseau cristallin
- Pureté du matériau et présence d'impuretés ou de phases secondaires.

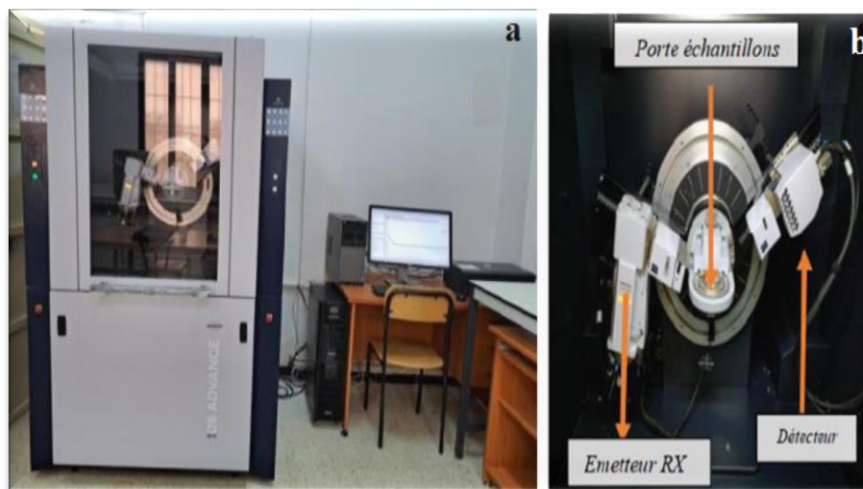


Figure III.9. Diffraction des rayons X (XRD): (a) le diffractomètre Bruker D8 Advance et (b) un gros plan de son goniomètre.

III.2.2. Réactifs utilisés

Toutes les solutions ont été préparées à l'aide d'eau distillée fraîchement préparée (Tableau III.1).

Tableau III.1. Quelques caractéristiques des principaux réactifs chimiques utilisés.

<i>Réactif</i>	<i>Formule chimique</i>	<i>Masse Moléculaire (g/mol) / Pourcentage (%)</i>
Feuille végétale	/	/
Chlorure ferreux tétrahydraté	FeCl ₂ .4H ₂ O	198.83
Chlorure ferrique	FeCl ₃	162.20
Hydroxyde de Sodium	NaOH	40
Acide chlorhydrique	HCl	98
Eau bidistillée	H ₂ O	18
Ethanol	C ₂ H ₅ OH	46.07

III.3. Préparations des matériaux

III.3.1. Préparation de bioadsorbant « feuille végétale »

Afin de garantir la pureté et la compatibilité de la feuille végétale (FV) en vue de son utilisation future, celui-ci a été préparé selon un processus systématique. Pour éviter toute contamination ou détérioration, les feuilles végétales ont d'abord été récoltées dans une zone propre et soigneusement sélectionnée, ensuite ont été nettoyés correctement à l'eau du robinet pour éliminer la poussière et les contaminants, puis rincés à l'eau bidistillée.

Afin d'accélérer le processus de séchage, le FV a été découpé en petits morceaux après nettoyage. Pour garantir l'élimination complète de l'humidité, les échantillons ont été séchés soit à température ambiante dans un endroit bien ventilé, soit dans un four à température contrôlée (généralement entre 60 et 80 °C) jusqu'à ce qu'un poids constant soit atteint. Une fois préparée, la substance FV a été utilisée pour d'autres expériences, notamment celles portant sur la production du bioadsorbants ([Figure III.10](#)).



Figure III.10. Feuilles végétales

III.3.2. Activation thermique

Après séchage, les feuilles ont été broyées puis tamisées pour obtenir une poudre homogène. La poudre obtenue a été soumise à une activation thermique dans un four à moufle à une température selon les conditions expérimentales choisies. Après refroidissement à température ambiante dans un dessiccateur, le matériau activé (Carbonisé 'CV') a été conservé dans des flacons hermétiques pour les analyses et les essais d'adsorption (Figure III.11).



Figure III.11. Végétale carbonisé

III.3.3. Biosynthèse verte

III.3.3.1. Préparation d'un extrait végétal

L'extrait végétal a été préparé à partir de FV broyées. Afin de favoriser l'extraction des composés bioactifs, une certaine quantité de poudre a été ajoutée à un volume approprié d'eau

distillée. Le mélange a été chauffé doucement tout en étant agité pendant une durée suffisante. Une fois refroidi à température ambiante, le liquide a été filtré à travers du papier filtre afin d'éliminer tout résidu solide. Le filtrat obtenu, qui constituait l'extrait végétal, a été conservé à basse température, à environ 4 °C, en vue d'une utilisation ultérieure (Figure III.12).



Figure III.12. Extrait de feuilles végétales

III.3.3.2. Biosynthèses des nanoparticules

Dans la synthèse des nanoparticules, les paramètres opérationnels tels que le pH, la température, la concentration des réactifs et la durée de réaction jouent un rôle important dans la détermination de la taille, de la morphologie et de la distribution des nanoparticules obtenues (Figure III.13). Des biomolécules naturelles sont utilisées comme agents stabilisants et réducteurs dans le cadre de la production écologique de nanoparticules à base d'extraits végétaux menée dans le cadre de cette étude. Une solution aqueuse contenant un précurseur métallique, est ensuite mélangée à l'extrait, riche en substances bioactives telles que des protéines, des flavonoïdes et des polyphénols. Un changement de couleur dans le milieu réactionnel indique la réaction biosynthétique et confirme la formation des nanoparticules résultant de la réduction des ions métalliques. Pour stabiliser les particules formées et empêcher leur agglomération, des agents stabilisants ou des tensioactifs peuvent être ajoutés au milieu réactionnel. Le mélange est ensuite maintenu sous agitation pendant un certain temps afin de favoriser la formation et la stabilisation des nanoparticules. Les particules obtenues sont récupérées par centrifugation, puis lavées à plusieurs reprises avec de l'eau distillée et de l'éthanol afin d'éliminer les impuretés. Elles sont ensuite séchées à une température comprise entre 60 et 80 °C.

Le nanocomposite a été préparé par la méthode de coprécipitation. La réaction a été maintenue sous agitation pendant un certain temps afin de favoriser la formation et le dépôt des nanoparticules sur la surface du charbon. Enfin, les nanocomposite obtenus sont conservées dans des flacons en vue d'une utilisation ultérieure.

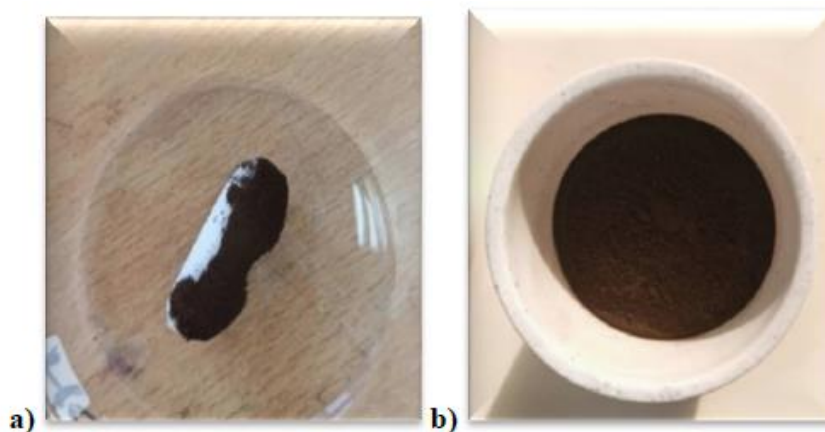


Figure III.13. Biosynthèses des Nanoparticles: a) Magnétique ; b) Nanocomposite.

III.4. Préparation des solutions BM

La solution mère du colorant (BM) a été préparée par dissolution de la poudre commerciale dans de l'eau bidistillée. Les solutions filles utilisées pour l'analyse ont ensuite été obtenues par dilutions successives jusqu'à atteindre les concentrations souhaitées (2 à 40 mg/L). L'ensemble des solutions a été préparé avec ajustement du pH afin d'optimiser l'adsorption du colorant par les matériaux étudiés. La longueur d'onde d'absorption maximale ($\lambda_{\max} = 664$ nm) reste inchangée entre pH 2 et 11, ainsi qu'en absence d'ajustement du pH.

III.5. Mesure spectrophotométrique du BM dans le domaine visible

La solution mère du colorant BM (20 mg/L) a été analysée par spectrophotométrie UV-Visible à l'aide d'un appareil **RAYLEIGH-UV 2601**. Un balayage spectral entre 200 et 800 nm a permis de déterminer une longueur d'onde maximale d'absorption ($\lambda_{\max} = 664$ nm). La courbe d'étalonnage, établie pour des concentrations comprises entre 2 et 10 mg/L, a montré une excellente linéarité, avec un coefficient de corrélation (R^2) proche de 1. La [Figure III.14](#) présente le spectre d'absorption et la courbe d'étalonnage de la solution du colorant BM.

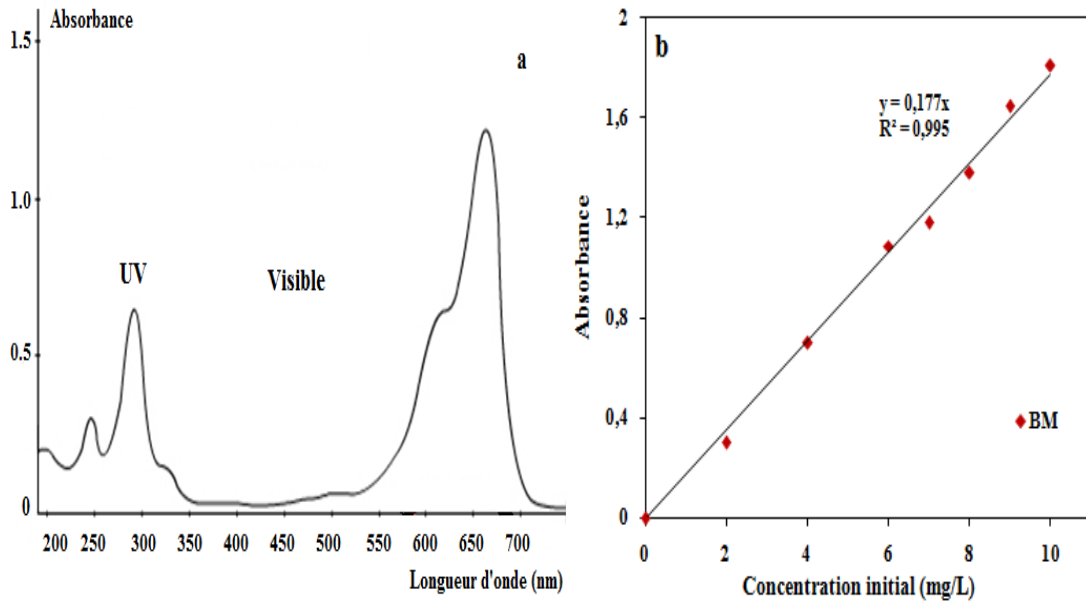


Figure III.14. (a) Spectre d'absorbance de solution aqueuse de BM; (b) Courbe d'étalonnage de BM

III.6. Protocoles expérimentaux d'adsorption

Les essais d'adsorption ont été réalisés en mode batch dans des béchers de 50 mL. Pour chaque expérience, une masse déterminée des matériaux ont été mise en contact avec 50 mL d'une solution de colorant BM de concentration initiale égale à 20 mg/L. Les mélanges ont ensuite été agités à une vitesse de 200 tr/min pendant une durée définie. À la fin de l'expérience, les suspensions ont été filtrées afin de séparer l'adsorbant de la solution, puis la concentration résiduelle du colorant a été déterminée par spectrophotométrie UV-Visible. Le dispositif expérimental utilisé pour les essais d'adsorption est présenté sur la [Figure III.15](#). Les effets de paramètres importants en adsorption comme le pH, et la concentration d'adsorbant, ont été optimisés. Après l'équilibre d'adsorption, les échantillons filtrés ont été analysés afin de déterminer la capacité d'adsorption ainsi que le taux d'élimination du colorant par les différents matériaux étudiés. Ces paramètres ont été calculés à l'aide des équations (III.1) suivantes :

$$\text{Taux de réduction (\%)} = \frac{(C_0 - C_e)}{C_e} \times 100 \quad (\text{III.1})$$

Où : C_0 et C_{eq} sont la concentration initiale et celle à l'équilibre du colorant.

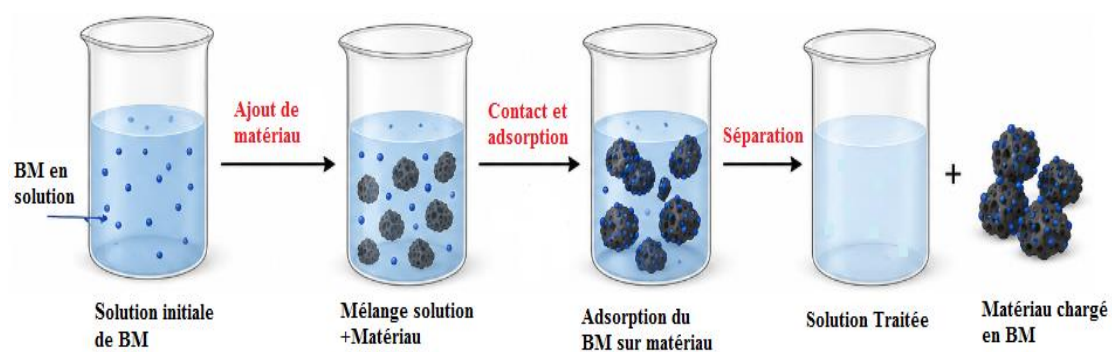


Figure III.15. Procédure d'adsorption de BM sur les matériaux



CHAPITRE IV :

Résultats et discussion

IV.1. Introduction

Ce chapitre présente les résultats expérimentaux obtenus dans le cadre de l'étude de l'adsorption du colorant Bleu de méthylène (BM). Afin d'évaluer les performances des matériaux adsorbants, quatre séries d'expériences ont été menées en utilisant différents types de matériaux : (Feuille végétale « FV », feuilles végétales Carbonisée « CV », Nanoparticule Magnétique et Nanocomposite). L'influence de plusieurs paramètres opératoires, notamment la masse des matériaux, le temps de contact, la concentration initiale du colorant, le pH de la solution et la température, a été examinée afin d'optimiser le procédé d'adsorption en milieu aqueux. Les résultats relatifs à l'élimination du BM sont analysés et discutés à travers l'étude des équilibres d'adsorption, la modélisation isotherme et cinétique, ainsi que l'évaluation des paramètres thermodynamiques.

IV.2. Caractérisation Par DRX

III.2.1. Caractérisation des biomatériaux et nanomatériaux

La diffraction des rayons X (DRX), technique fondamentale pour l'analyse de matériaux, car elle permet aux chercheurs de confirmer leur structure cristalline et d'évaluer leurs propriétés structurales après une synthèse verte ou une modification. Les mesures par DRX ont été réalisées au Laboratoire de recherche en physico-chimie des matériaux de l'Université Chadli Bendjedid à l'aide d'un diffractomètre Bruker D8 Advance ([Figure. IV. 1](#)), en utilisant un rayonnement Cu-K α d'une longueur d'onde de $\lambda_{Cu} = 0,15406$ nm. La figure présente les spectres de DRX de chaque matériau. L'intensité diffractée est représentée en fonction de l'angle de diffraction 2θ . Le diffractogramme DRX révèle la présence de plusieurs phases cristallines identifiées par comparaison avec les fiches JCPDS. Les pics localisés à $2\theta = 35,76^\circ$; $31,69^\circ$ et $24,41^\circ$ correspondent respectivement aux phases nanocomposite ($C_{15}Fe_5H_{18}N_{18}O_{12}$) de structure monoclinique correspondant au plan cristallographique (331), nanoparticule magnétique correspondant au plan (200) et CV ($C_6H_8N_2O_2$) de structure tétragonale, associée au plan (111). La largeur des pics indique une cristallinité modérée accompagnée d'une fraction amorphe importante. Les différences d'intensité entre les courbes noire, rouge, verte et bleu montrent que la composition ou le traitement des échantillons influence la structure cristalline du matériau et la quantité relative ([Zhang X et al., 2023](#) ; [Mirgane S.R et al., 2024](#) ; [Mousavi S.H et al., 2024](#)).

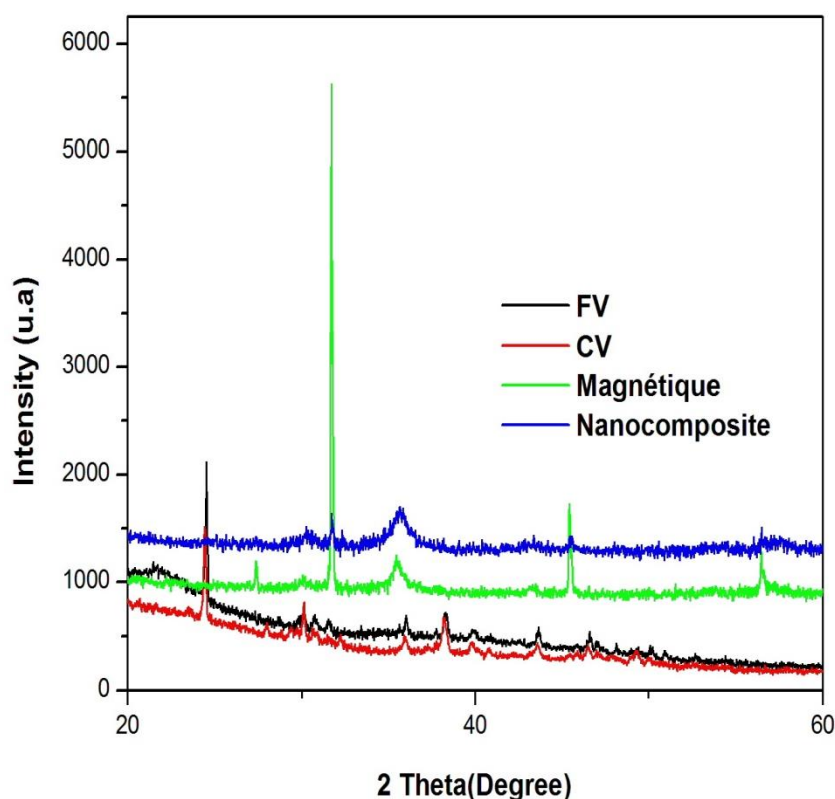


Figure IV.1. Analyse par DRX des matériaux

IV.3. Influence de la dose

Influence de la dose de matériau est un facteur important dans le processus d'adsorption. Cette dose de matériaux sur l'élimination de colorant BM ont été observée en faisant varier la dose de quatre matériaux étudiés à savoir, (FV, CV, Magnétique, et Nanocomposite) entre 0,05 à 7 g/L avec ajustement du pH basique tout en gardant les autres paramètres de fonctionnement constants (le temps de contact 180 min, la concentration initiale à 20 mg/L et la température ambiante).

Les résultats d'adsorption (Figure IV.2) permettent de constater que quel que soit l'utilisation des matériaux, l'adsorption de BM augmente avec l'augmentation de la dose des matériaux étudiés à savoir, (FV, CV, Magnétique, et Nanocomposite) et que augmente favorablement la capacité d'adsorption de ce colorant. D'après la Figure IV.2, l'augmentation de la dose des matériaux entraîne une amélioration significative du pourcentage d'élimination du BM pour l'ensemble des matériaux jusqu'à une dose d'environ 3 g/L. Cette tendance s'explique par l'augmentation du nombre de sites actifs disponibles ainsi que de la surface spécifique accessible aux molécules du colorant BM, et indique que, plus la dose d'adsorbant présente

dans le milieu aqueux est élevée, plus les sites de liaison disponibles pour les molécules de colorant sont nombreux (Rouquerol et al., 2014). Le nanocomposite présente les meilleures performances avec un rendement maximal d'environ 98 %, suivi des, Nanoparticule Magnétique (≈ 94 %), du CV (≈ 91 %) et enfin de la poudre de feuilles végétale FV (≈ 65 %). Cette hiérarchie met en évidence l'effet synergique entre les propriétés adsorbantes du charbon et les propriétés structurales des nanoparticules magnétiques. Au-delà de 3 g/L, les rendements deviennent pratiquement constants pour tous les adsorbants étudiés, indiquant l'atteinte d'un état de saturation. À ces doses élevées, la majorité des molécules de MB présentes dans la solution a déjà été adsorbée (Li et al., 2021 ; El-Bery et al., 2022). Ainsi, une dose optimale de 3 g/L a été retenue pour la suite des expériences, car elle permet d'obtenir les meilleurs rendements d'élimination tout en évitant une consommation excessive d'adsorbant.

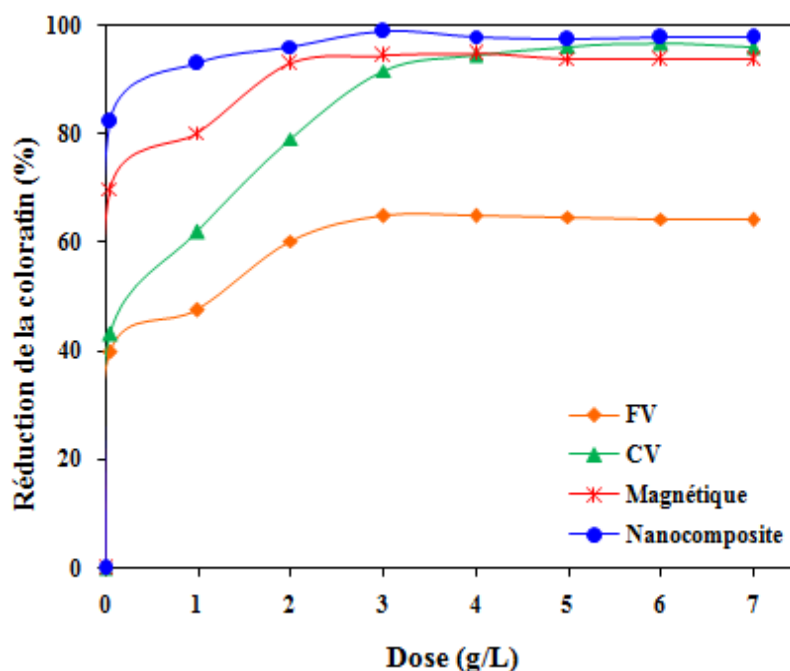


Figure IV.2. Influence de la dose des matériaux sur l'adsorption de BM.

IV.3. Influence du temps de contact

Afin de déterminer le temps de contact pour une absorption maximale, une étude de l'influence du temps ont été réalisée pour différents temps d'agitation entre 5 à 240 min, avec une dose fixe de matériaux 3 g/L à pH = basique. La Figure IV.3, présente l'évolution du taux rendement d'adsorption du BM en fonction du temps pour quatre matériaux différents. Les résultats montrent que pour l'ensemble des matériaux considérés, la vitesse d'adsorption est

rapide au début du processus (durant les 30 premières minutes), ceci due au début d'adsorption, le nombre des sites actifs disponibles à la surface de bioadsorbant, est important. Après cette première période, une courbe continue et régulière est obtenue à chaque temps pour chaque matériaux étudiés (FV, CV, Magnétique, et Nanocomposite), et la vitesse d'adsorption diminue à mesure que les sites de surface se saturent et que les molécules de colorant BM doivent diffuser à l'intérieur des pores profonds pour atteindre l'équilibre d'adsorption suffisant 180 min environ de 65 à 98 % (FV (≈ 65 %), CV (≈ 91 %), Magnétique, (≈ 94 %), et enfin de nanocomposite (≈ 98 %)). Ceci expliqué par le fait que, l'augmentation du temps de contact entraîne une amélioration significative de la quantité de colorant (BM) adsorbée (Gupta et al., 2009 ; Zhang and Chen, 2011).

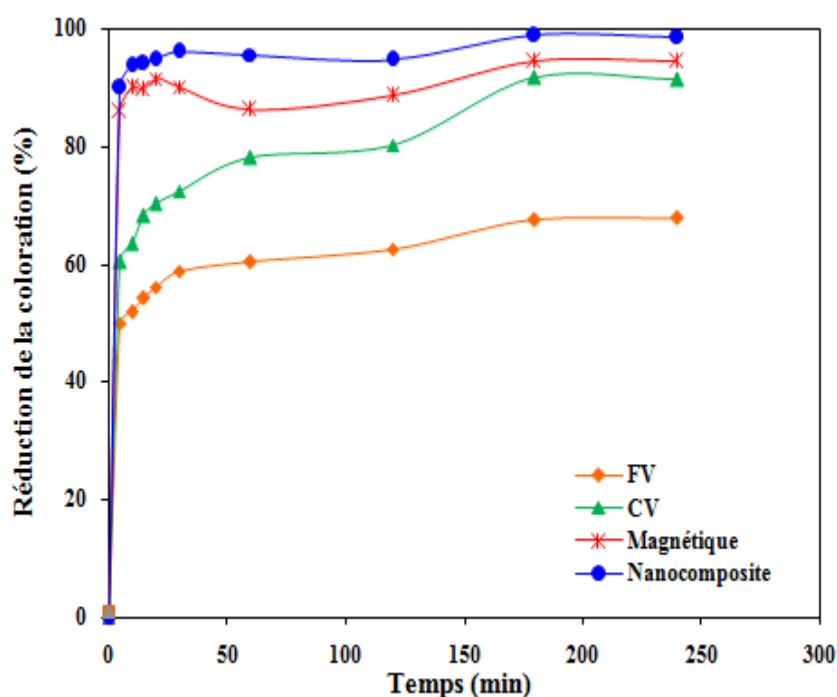


Figure IV.3. Influence du temps d'équilibre d'adsorption de BM sur les matériaux

IV.4. Influence du pH initial

Le pH est l'un des paramètres les plus critiques en adsorption car il influence simultanément la charge de surface de l'adsorbant et la spéciation chimique du colorant dans l'eau (Crini and Lichtfouse, 2019). Dans notre étude, nous avons suivi l'effet du pH sur l'adsorption de colorant (BM) en gardant toutes les paramètres optimisées et en ajustant le pH initial de la solution en utilisant des solutions préparées de HCl à 0,3 M et de NaOH à 0,3 M pour toute la

gamme de pH (2; 3; 4; 5; 6; 7; 8; 9; 10 et 11). Pour expliquer le comportement d'adsorption entre les chaque types de matériaux et le colorant BM en milieu aqueux à pH basique. Les résultats expérimentaux sont présentés dans la Figure IV.4, montrent que la réduction de la coloration augmente en passant d'un pH 2 à 9 pour les chaque matériaux étudiés, le taux d'élimination de colorant BM atteint de 65 à 98 % (FV (≈ 65 %), Nanoparticule magnétique (≈ 94 %), CV (≈ 91 %) et enfin de nanocomposite (≈ 98 %)). En résulte que quelque soit l'utilisation des matériaux, l'adsorption est favorable entre pH 2 à 9 en dépit de quelques irrégularités de mesure. Ceci confirme la nature électrostatique de l'adsorption entre la surface protonée des bioadsorbants et le colorant BM cationique étudié (Hameed et al., 2007 ; Baocheng et al., 2008 ; Crini and Lichtfouse, 2019). Le nanocomposite manifeste une excellente polyvalence sur l'ensemble de la plage étudiée, combinant la réactivité électrostatique de la magnétite et la stabilité des interactions de la matrice carbonée. Ainsi, le pH en milieu 8 pour les matériaux a été retenu comme pH optimal pour toutes les expériences ultérieures.

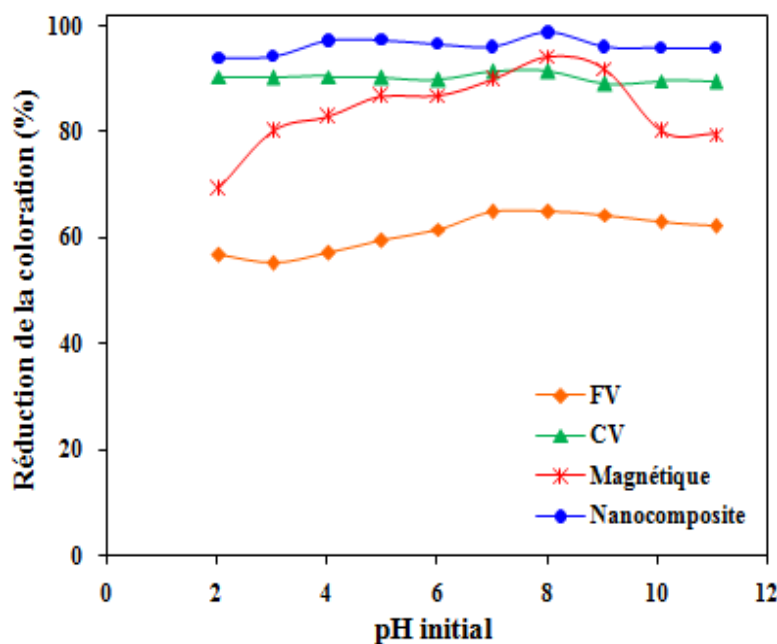


Figure IV.4. Influence du pH sur l'efficacité d'adsorption de BM par différents matériaux.

IV.5. Influence de la concentration initiale

L'évaluation de l'influence de la concentration initiale en BM (Figure IV.5) montre que le taux de réduction de la coloration dépend fortement de la charge initiale en polluant. Le processus d'adsorption est fortement influencé par la concentration initiale en colorant ainsi

que par le temps d'équilibre. L'adsorption de BM a également été étudiée dans une gamme de concentrations allant de 10 à 40 mg/L, en ajoutant 3 g/L de chaque matériau avec ajustement du pH du milieu égale basique avec 180 min, à une vitesse constante de 200 t/min, et à température ambiante. Les résultats de la Figure IV.5 présente une augmentation de la concentration initiale entraîne une augmentation de la réduction de la coloration de BM adsorbée. À une concentration de 10 mg/L, l'élimination est optimale pour tous les matériaux, atteignant 90-98 %, en raison de l'abondance des sites de surface vacants, sauf le matériau (FV (≈ 65 %)). On peut y observer que l'efficacité de traitement atteinte pour chaque matériau dans les conditions optimisée sont (FV (≈ 65 %), CV(≈ 91 %), Magnétique (≈ 94 %), et de Nanocomposite (≈ 98 %)).

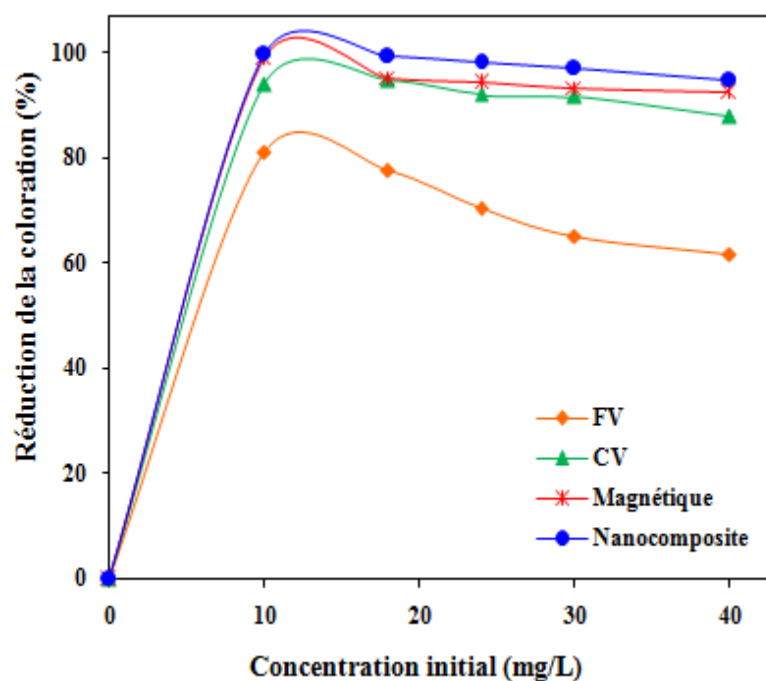


Figure IV.5. Influence de la concentration initiale de BM sur les matériaux.

IV.6. Influence de la température

L'influence de la température sur l'adsorption est particulièrement importante puisqu'elle affecte les propriétés physicochimiques du système, notamment la solubilité et les interactions entre l'adsorbant et l'adsorbat. L'analyse de ce paramètre fournit des informations essentielles sur les caractéristiques thermodynamiques du mécanisme d'adsorption (Dutta et al., 2021). Les résultats (Figure IV.6) montrent que l'augmentation de la température favorise l'adsorption du BM par l'ensemble des matériaux étudiés. Le

rendement d'élimination augmente rapidement entre 10 et 20 °C avant d'atteindre un plateau aux températures supérieures. Cette amélioration peut être attribuée à l'augmentation de la mobilité des molécules de colorant, facilitant leur transfert vers les sites actifs de l'adsorbant (Foo et Hameed, 2010). Le nanocomposite présente les meilleures performances avec un rendement de 98 %, suivi de nanoparticule magnétique, de CV, tandis que les FV brutes affichent les plus faibles taux d'efficacité. Ces résultats confirment que la carbonisation et la modification de surface améliorent considérablement les propriétés adsorbantes du matériau grâce à l'augmentation de la porosité, et du nombre de sites actifs disponibles (Wang et al., 2020).

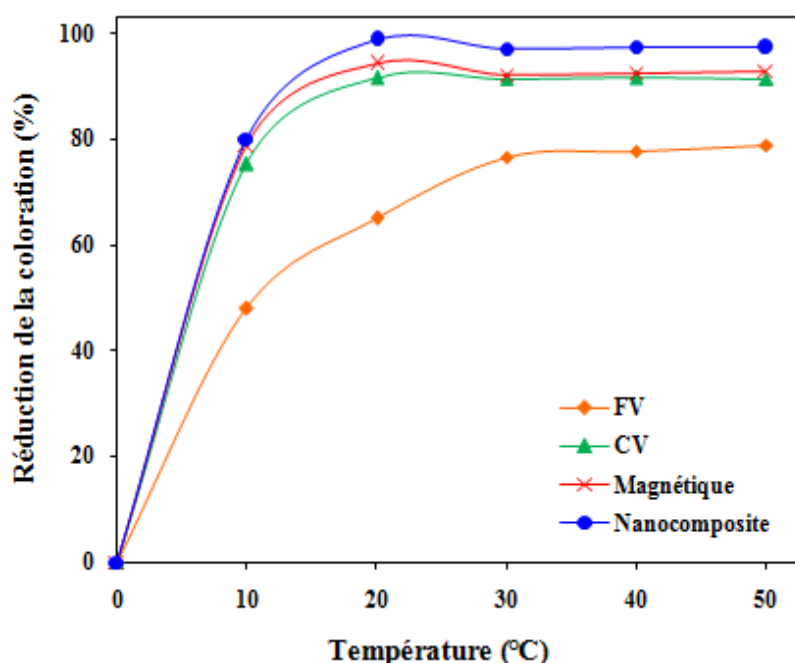


Figure IV.6. Influence de la température sur l'adsorption de BM sur les matériaux.

IV.7. Modélisation cinétique et étude thermodynamique d'adsorption

Le modèle cinétique et thermodynamique ont été utilisés pour étudier les mécanismes d'adsorption entre les matériaux (FV, CV, magnétique, et nanocomposite), et l'adsorbat (BM). Les études (Tableau IV.1) ont été réalisées en utilisant des données obtenues dans des conditions optimisées, pour évaluer l'efficacité du processus d'adsorption. Les résultats cinétiques montrent une adsorption rapide durant les premières minutes de contact suivie d'un ralentissement progressif jusqu'à l'équilibre. Le nanocomposite présente la vitesse d'adsorption la plus élevée, tandis que les bioadsorbant (FV brutes) montrent la cinétique la

plus lente. L'ajustement des données au modèle pseudo-second ordre suggère que le processus d'adsorption est principalement contrôlé par les interactions entre les molécules de BM et les sites actifs des adsorbants. Le classement des constantes cinétiques suit l'ordre nanocomposite > magnétique > CA > FV, confirmant l'effet bénéfique de la carbonisation et de la modification magnétique sur les performances adsorbantes. Les valeurs négatives de ΔG° obtenues pour CV, magnétique, et nanocomposite indiquent que l'adsorption du BM est thermodynamiquement spontanée. Cette composite présente les valeurs les plus négatives de ΔG° , traduisant une plus grande affinité vis-à-vis du colorant. Le bioadsorbant (FV brute) montre des valeurs de ΔG° moins favorables à basse température, ce qui confirme sa capacité d'adsorption plus faible. L'amélioration observée avec l'augmentation de la température suggère un processus globalement favorisé thermiquement. D'après l'analyse comparative des valeurs de coefficients de corrélation R^2 pour bioadsorbant et nanocomposite, il est possible d'identifier que le R^2 de nanocomposite proches de l'unité est le mieux ajusté pour l'adsorption de BM sur les ces bioadsorbents étudiés.

Tableau IV.1. Paramètres cinétique et thermodynamique d'adsorption appliqués

Biomatériaux / Nanomatériaux	Cinétique			Thermodynamiques				
	C_e (mg/L)	R^2	Ordre 2	ΔG° (kJ/mol)				
				283K	293K	303K	313K	323K
FV	10,50	0,969	0.020	+2,75	-0,40	-0,56	-0,58	-0,60
CV	3,00	0,979	0.080	-0,26	-2,96	-3,07	-3,53	-3,64
Magnétique	1,50	0,990	0.110	-1,32	-4,51	-4,15	-3,86	-3,99
Nanocomposite	0,60	0,998	0.250	-0,82	-8,53	-5,99	-7,28	-7,51

CONCLUSION
GENERALE

Conclusion générale

Cette étude a porté sur la valorisation des feuilles végétales pour la préparation des matériaux destinés au traitement des eaux contaminées par les colorants. Cette approche s'inscrit dans une démarche de développement durable visant à transformer un résidu agricole abondant et peu exploité en un matériau à forte valeur ajoutée environnementale. Les matériaux élaborés ont été préparés, caractérisés et évalués dans le cadre d'essais d'adsorption du BM en solution aqueuse. Les résultats obtenus ont mis en évidence leur capacité à éliminer efficacement le colorant, démontrant ainsi leur potentiel pour le traitement des effluents pollués. L'activation du bioadsorbant ainsi que l'intégration de nanocomposite ont permis d'améliorer les performances d'adsorption grâce à l'augmentation de la surface spécifique et du nombre de sites actifs disponibles. L'optimisation du procédé a révélé que, pour les chaque matériau (FV, CV, Magnétique et Nanocomposite), l'adsorption du BM est favorable à pH basique. L'efficacité maximale d'élimination du colorant BM a été d'environ 98 %, atteinte avec 3 g/L de matériaux et 180 min de temps d'équilibre. Enfin, les résultats expérimentaux d'adsorption ont été modélisés à l'aide de modèles cinétiques. Les données obtenues s'ajustent bien aux modèles considérés, avec des coefficients de corrélation proches de l'unité, ce qui indique une bonne adéquation aux systèmes étudiés, y compris au niveau thermodynamique.

Références bibliographiques

Adda A.O., Benhamida S., 2023. *Étude de l'élimination du Rouge Bemacide par le procédé d'adsorption sur un charbon actif granulaire. Mémoire Master. Abdelhamid Ibn Badis University – Mostaganem.* 48 p.

Adeyemo A.A., Adeoye I.O., 2022. Chemical structure of dyes: Main chromophoric and auxochromic groups in textile applications. *Applied Water Science*.

Adeyemo A.A., Adeoye I.O., Bello S.E., 2022. Adsorption of dyes using different types of adsorbents: Review. *Applied Water Science*.

Agarwala R., Mulky L., 2023. Adsorption of Dyes from Wastewater: A Comprehensive Review. *ChemBioEng Reviews*, 10, 326–335.

Al-Gethami, W. et al. (2024). Emerging environmentally friendly bio-based nanocomposites for the efficient removal of dyes and micropollutants from wastewater by adsorption: A comprehensive review. *RSC Advances*, 14, 2804–2834.

Al-Ghouti A.H., Da'ana D.A., 2022. Guidelines for the use and interpretation of adsorption isotherm models. *Journal of Hazardous Materials*.

Aragaw T.A., Bogale F.M., 2021. Biomass-Based Adsorbents for Removal of Dyes From Wastewater: A Review. *Frontiers in Environmental Science*, 9, 764958.

Rouquerol, F., Rouquerol, J., Sing, K.S.W., Llewellyn, P., Maurin, G. (2014). *Adsorption by Powders and Porous Solids*, Academic Press

Ai, L., Zhang, C., & Chen, Z. (2011). Removal of methylene blue from aqueous solution by a solvothermal-synthesized graphene/magnetite composite. *Journal of Hazardous Materials*, 192(3), 1515-1524

Baudouin D.E.K., 2018. *Traitement de la pollution phosphorée des effluents résiduels urbains par des matériaux de Côte d'Ivoire constitués de schiste ardoisier, grès et latérite. Thèse de Doctorat. Université de Lorraine.*

Bekakra K., Boutayb K., 2017. *Étude de l'élimination du colorant Rouge Congo par l'adsorption sur charbon actif. Mémoire de Master. Université Echahid Hamma Lakhdar-El Oued.*

Belgacem F., Boutouata G., 2020. Valorisation d'un déchet agroalimentaire en vue de la dépollution d'eaux chargées en oxytétracycline.

Benali M., 2024. *Traitement des eaux usées textiles par filtration membranaire. Mémoire universitaire. Université de Sétif.*

Bencheikh T.W., 2018. *Étude des propriétés d'adsorption des précurseurs locaux activés et non activés. Thèse de Doctorat. Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene.*

Bencherit D. et al., 2025. *Food dyes in Algerian children's products.* DOI: 10.32394/rpzh/196070.

Benyahia M., 2024. *Étude sur les colorants alimentaires en Algérie. Analyse des risques liés aux colorants consommés par les enfants.* Université de Tlemcen.

Bentahar Y., 2016. *Caractérisation physico-chimique des argiles marocaines : application à l'adsorption de l'arsenic et des colorants cationiques en solution aqueuse.* Thèse de Doctorat. Université de Nice-Sophia Antipolis.

Bhatnagar A. et collaborateurs., 2022. *Mechanisms of adsorption of organic pollutants on nanomaterials for water treatment.* *Chemosphere.*

Boulhout M., 2012. *Étude de l'adsorption de composés organiques sur des matériaux poreux de type Metal Organic Framework (MOF).* Thèse de Doctorat. Aix-Marseille Université.

Boufenneche K.H., Meghriche A., 2022. *La dépollution de l'eau par deux procédés (adsorption/catalyse) par des matériaux poreux.* Mémoire de Master. Université Mohamed Seddik Benyahia-Jijel.

Chloé B., 2011. *Les colorants artificiels dans les denrées alimentaires destinées aux enfants. La chimie au quotidien.*

Crini, G., and Lichtfouse, E. 2019. *Advantages and disadvantages of techniques used for wastewater treatment.* *Environmental Chemistry Letters*, 17, 145–155.

Danish M. et collaborateurs., 2023. *Kinetic studies of adsorption processes: Application of pseudo-first-order and pseudo-second-order models.* *Environmental Processes.*

Danish M. et collaborateurs., 2023. *Thermodynamic and kinetic analysis of adsorption systems: Spontaneity, enthalpy and entropy changes in contaminant removal.* *Environmental Processes.*

Djelloul C., 2014. *Expérimentation, modélisation et optimisation de l'adsorption des effluents textiles.* Thèse de Doctorat. Université Mohamed Khider de Biskra.

Dutta, S., Gupta, B., Srivastava, S.K., Gupta, A.K. (2021). *Recent advances on the removal of dyes from wastewater using adsorbents.* *Environmental Chemistry Letters*, 19, 4497–4525.

El-Bery, 2022. *High adsorption capacity of phenol and methylene blue using activated carbon derived from lignocellulosic agriculture wastes.* *Scientific Reports*, 12, 5499.

Foo, K.Y., Hameed, B.H. (2010). *Insights into the modeling of adsorption isotherm systems.* *Chemical Engineering Journal*, 156(1), 2–10.

Hamdi N., 2025. *Étude expérimentale sur la coagulation-floculation des eaux usées colorées.* Université de Sétif.

Hamouche A., 2013. *Étude cinétique et thermodynamique de l'adsorption des métaux lourds par l'utilisation des adsorbants naturels.* Thèse de Doctorat. Université M'Hamed Bougara Boumerdès.

Haou S., 2023. *Étude et modélisation de la sorption des colorants contenus dans les effluents industriels.* Thèse de Doctorat. Université Badji Mokhtar-Annaba.

Hameed, B. H., Din, A. T. M., & Ahmad, A. L. (2007). "Adsorption of methylene blue onto bamboo-based activated carbon: Kinetics and equilibrium studies." *Journal of Hazardous Materials*, 141(3), 819-825. (Explique en détail pourquoi les pH élevés favorisent le BM en raison de la charge de surface négative)

Jadon, H.L., 2023, Photocatalytic behavior of metal oxides. *IOSR Journal of Applied Chemistry*, 16(12), 21–23.

John M. Zachara et collaborateurs., 2022. Sorption vs adsorption: The words they are a-changin', not the phenomena. *Science of The Total Environment*.

Kumar A., Verma Sa., 2024. Microbial aerobic degradation of textile dyes: a review. *Reviews in Environmental Science and Bio/Technology*.

Kumar V., Verma S b., 2024. Coagulation-flocculation as a pre-treatment for dye wastewater.

Kumar S. et collaborateurs., 2025. Recent advances in environmental risk assessment of industrial dyes and wastewater pollutants. *Dyes and Pigments*.

Khan, M.S., Li, Y., Li, D.S., Qiu, J., Xu, X., Yang, H.Y., 2023. A review of metal–organic framework (MOF) materials as an effective photocatalyst for degradation of organic pollutants. *Nanoscale Advances*, 5(23), 6318–6348.

Légifrance., 2023. Réglementation des additifs alimentaires. Texte légal encadrant les colorants autorisés en Europe.

Li, 2021. Modified expanded graphite/Fe₃O₄ composite as an adsorbent of methylene blue: Adsorption kinetics and isotherms. *Materials Science and Engineering B*, 266, 115068.

Lin, X. 2024. Advances from conventional to biochar enhanced biotreatment of dyeing wastewater: A critical review. *Science of the Total Environment*, 907, 167975.

Marzouk Trifi., 2012. *Étude de l'élimination du chrome VI par adsorption sur l'alumine activée par dialyse ionique croisée.* Thèse de Doctorat. Université Paris-Est.

Gupta, V.K. and Suhas., 2009. Methylene blue adsorption onto activated carbon., Application of low-cost adsorbents for dye removal: a review. *Journal of Environmental Management*, 90, 2313–2342.

Rao, T., Cai, W., Zhang, H., Liao, W., 2021. Nanostructured metal nitrides for photocatalysts. *Journal of Materials Chemistry C*, 9(16), 5323–5342.

Reungoat J., 2007. *Étude d'un procédé hybride couplant adsorption sur zéolithes et oxydation par l'ozone. Application au traitement d'effluents aqueux industriels.* Thèse de Doctorat. Université de Toulouse.

Ruthven D.M. et collaborateurs., 2024. Five definitions of adsorption and their relevance to the formulation of dynamic mass balances in gas adsorption columns. *Adsorption*.

Saidi F., 2014. *Élimination du Bleu de Méthylène par des Procédés d'Oxydation Avancée.* Mémoire de Magister. Université Abou Bakr Belkaid Tlemcen

Samanta A.K., Agarwal P., 2022. Environmental impacts and applications of synthetic textile dyes: A review. *Journal of Cleaner Production*.

Samanta A.K., Agarwal P., 2022. Human health risks associated with exposure to textile dyes: A review. *Journal of Cleaner Production*.

Samanta A.K., Agarwal P., 2022. Ecotoxicological effects of textile dyes and dye-contaminated wastewater: A review. *Journal of Cleaner Production*.

Oran., 2022. Additifs alimentaires en Algérie. Étude sur la présence et les risques des colorants alimentaires. *ResearchGate*.

Wang, S., Gao, B., Zimmerman, A. R., et al. 2020. Removal of aqueous contaminants by biochar and magnetic biochar composites. *Bioresource Technology*, 299, 122577.

Wang J., Guo X., 2024. Functional applications of dyes in industrial and environmental technologies. *Journal of Environmental Management*.

Wang J., Guo X., 2024. Cytotoxicity and carcinogenic effects of synthetic dyes in biological systems. *Journal of Environmental Management*.

Wang J., Guo X., 2024. Adsorption mechanisms of heavy metals on biochar surfaces: Interactions and applications. *Journal of Environmental Management*.

Wang J., Guo X., 2024. Effect of pH, temperature and adsorbent dosage on adsorption mechanisms of heavy metals. *Journal of Environmental Management*.

Wang J., Guo X., 2024. Evaluation of pseudo-first-order kinetic model in heavy metal adsorption on biochar. *Journal of Environmental Management*.

Wang J., Guo X., 2024. Thermodynamic behavior of adsorption of heavy metals onto biochar: Gibbs free energy and adsorption feasibility. *Journal of Environmental Management*.

Wang, Q., Gao, Q., Al-Enizi, A.M., Nafady, A., Ma, S., 2020. Recent advances in MOF-based photocatalysis: environmental remediation under visible light. *Inorganic Chemistry Frontiers*, , 7(2), 300–339.

Liu Y. et collaborateurs., 2022. Definition and classification of industrial dyes in wastewater treatment processes. *Environmental Chemistry Letters*.

Liu Y. et collaborateurs., 2022. *Application of the Langmuir adsorption model for pollutant removal using activated carbon. Environmental Chemistry Letters.*

Zeghache H., 2019. *Étude de l'adsorption des colorants sur un matériau poreux. Thèse de Doctorat. Université Larbi Ben M'hidi Oum-El-Bouaghi. 166 p.*

Zhao Q., Liu L., 2025. *Emerging advanced oxidation technologies for dye degradation. Chemical Engineering Journal.*