



REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEURE ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

**UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID - TLEMCCEN**

# MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

**MASTER EN CHIMIE**

Spécialité : Chimie de l'Environnement

Par :

**Mr BOUCHENAKI Mohammed Issam**  
**Mr CHAOUI Youcef**

Sur le thème

---

## **Elimination des colorants industriels par une argile de gisement de Sebiate (Ain Témouchent)**

---

Soutenu publiquement le 05 juin 2023. à Tlemcen devant le jury composé de :

Mme MERGHACHE Salima	Professeur	Université de Tlemcen	Présidente
Mr BENGUELLA Belkacem	Professeur	Université de Tlemcen	Encadrant
Mr MAKHOUKHI Benamar	Professeur	Université de Tlemcen	Examineur

*Année Universitaire: 2022 ~ 2023*

# DEDICACE

*Je dédie ce mémoire*

*A mes **grands-parents** :*

*Qui m'ont légué le plus noble et le plus riche héritage qu'est l'éducation et le respect d'autrui.*

*A ma **mère** :*

*A l'être la plus chère de ma vie, ma mère attentive, ma première éducatrice et enseignante, symbole de dévouement et de persévérance, généreuse qui a consacré toute sa vie pour ma formation.*

*A mon **père** :*

*Qui n'a jamais cessé, de formuler des prières à mon égard, de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.*

*A ma **chère sœur** :*

*Qui n'a pas cessé de m'aider et me soutenir tous le long de mes études.*

*A mes **oncles** :*

*Symboles de continuité et de fierté pour leurs encouragements constants durant toutes ces années.*

*A toutes mes amies de la promotion 2022-2023 chimie environnement et exceptionnellement à mon binôme **YOUCEF** à qui je souhaite bonne chance pour ces futurs projets.*

**Issam**

# DEDICACE

*À ma mère qui m'a encouragée à aller de l'avant et m'a donné tout son amour pour faire mes études. À qui je dois ce que je suis. Que Dieu la protège.*

*A mon père décédé il y a 6 ans, qui m'a toujours poussé et motivé dans mes études. Allah Tout-Puissant l'a fait dans sa sainte miséricorde.*

*A mes frères et sœurs pour leur dévouement. Leur compréhension et leur grande tendresse qui en plus de m'avoir encouragé tout le long de mes études, m'ont consacré beaucoup de temps et disponibilité et qui par leur soutien, leur conseil et leur amour.*

*A toutes mes amies qui m'ont toujours soutenue et encouragée au cours de la réalisation de ce mémoire et exceptionnellement à mon binôme **MOHAMMED ISSAM** à qui je souhaite bonne chance pour ces futurs projets.*

*Un dédicace tout particulier à ma super promotion de **Master chimie de l'environnement** un par un. Ces 2 ans ont été riches en belles émotions sur beaucoup de plan, j'en garde des souvenirs impérissables. Merci pour l'ambiance qui a contribué à des moments d'échanges culturels et personnels très forts.*

*Des fois, les mots ne suffisent pas pour exprimer tout le bien qu'on ressent ! Juste **MERCI à vous !!!***

**Youcef**



# Remerciement



*Avant tout, on remercie "Allah" tout puissant de nous avoir donné la volonté, la santé et la patience durant nos années d'études et surtout pendant la réalisation de ce mémoire.*

*Ce travail a été effectué au sein du laboratoire de chimie inorganique et environnement " LCIE " de l'université Abou Bakr BELKAID sous la direction de monsieur BENGUELLA Belkacem, professeur à l'université de Tlemcen.*

*Nos sincères remerciements s'adressent à Mr BENGUELLA Belkacem, d'avoir accepté de nous encadrer, pour avoir dirigé ce travail ainsi que pour sa patience, ses conseils et ses encouragements durant cette réalisation.*

*Nos remerciements aussi aux jurés Mme la professeur MERGHACHE Salima et Mr le professeur MAKHOUKHI Benamar pour avoir accepté de juger ce travail et pour le temps qu'ils nous ont accordé.*

*Par ailleurs, on exprime notre vive reconnaissance à l'ensemble des chercheurs du laboratoire LCIE Mme la professeur MOKHTARI Malika, Mme la professeur BOUKLI-HACEN Leila, Mr le docteur GUENFOUD Fouad ; qui par leur aide ont fortement contribué à notre formation.*

*Nous remercions également tous les collègues de la promotion, et plus particulièrement l'ingénieur de laboratoire Monsieur Mohammed BOUZIANI.*

*Enfin, Notre plus profonde reconnaissance s'adresse à nos chers parents pour leurs prières, Leurs encouragements et toute la confiance qu'ils nous ont toujours témoignée.*



## **ABREVIATIONS**

T : Température en °K.

R (%): Rendement d'adsorption du RB5.

C<sub>0</sub> : concentration initiale du réactif black 5 en ppm.

C<sub>e</sub> : Concentration du réactif black 5 à l'équilibre en ppm.

g : gramme.

mg : milligramme.

ppm : parties par million (mg/L).

pH : potentiel d'hydrogène.

t : temps (min).

mL : Millilitres.

rpm : rotation par minute.

qt : quantité adsorbée au temps t.

qe : quantité adsorbée à l'équilibre en mg d'adsorbat /g d'adsorbant.

RB5 : Réactif black 5.

$\Delta H$  : Variation d'enthalpie.

$\Delta S$  : Variation d'entropie.

$\Delta G$  : Variation d'enthalpie libre.

## **TABLE DES FIGUERS**

<b>Figure N°</b>	<b>Titre de la figure</b>	<b>Page</b>
<b>I.1</b>	Structure générale des phyllosilicates.	4
<b>I.2</b>	Structure d'une couche tétraédrique.	4
<b>I.3</b>	Structure d'une couche octaédrique.	5
<b>I.4</b>	Représentation schématique de la couche interfoliaire dans le cas de cations interfoliaires hydrates.	6
<b>I.5</b>	Structure des colorants azoïques.	10
<b>I.6</b>	Structure des colorants anthraquinoniques.	10
<b>I.7</b>	Structure des colorants triphénylméthanes.	10
<b>I.8</b>	Structure des colorants phtalocyanines.	11
<b>I.9</b>	Structure des colorants xanthène.	11
<b>I.10</b>	Structure des colorants indigoides.	11
<b>III.1</b>	Spectre FTIR de l'argile brute.	31
<b>III.2</b>	Diffractogramme des rayons X de l'argile brute.	32
<b>III.3</b>	Evolution du pH de l'eau distillée sur l'argile brute.	33
<b>III.4</b>	Détermination de la longueur d'onde maximale du RB5.	34
<b>III.5</b>	Courbe d'étalonnage du colorant RB5 à 596.56 nm.	34
<b>III.6</b>	Cinétique d'adsorption du RB5 sur l'argile brute en fonction du rendement d'adsorption.	35
<b>III.7</b>	Cinétique d'adsorption du RB5 sur l'argile brute en fonction de la quantité adsorbée.	36
<b>III.8</b>	Cinétiques d'adsorption du colorant RB5 sur l'argile en fonction du pH.	37
<b>III.9</b>	Influence du pH sur la quantité d'adsorption du colorant RB5 à l'équilibre.	37
<b>III.10</b>	Cinétique d'adsorption du colorant RB5 sur l'argile en fonction de la masse.	38
<b>III.11</b>	Influence de la variation de la masse sur la quantité d'adsorption du colorant RB5 à l'équilibre.	39
<b>III.12</b>	Cinétique d'adsorption du colorant RB5 sur l'argile en fonction de la température.	40
<b>III.13</b>	Influence de la variation de la température sur la quantité d'adsorption du colorant RB5 à l'équilibre.	40
<b>III.14</b>	Courbe représentative de la variation de $\ln K_c$ en fonction de $1/T$ .	42
<b>III.15</b>	Cinétique d'adsorption du RB5 sur les argiles activées en fonction du rendement.	43
<b>III.16</b>	Cinétique d'adsorption du RB5 sur les argiles activées en fonction de la quantité adsorbée.	44

## **TABLE DES FIGUERS**

<b>III.17</b>	Spectre FTIR de l'argile activée.	44
<b>III.18</b>	Diffractionogramme des rayons X de l'argile activé par H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> .	46
<b>III.19</b>	Diffractionogramme des rayons X de l'argile activé par CaCl <sub>2</sub> .	46
<b>III.20</b>	Diffractionogramme des rayons X de l'argile activé par H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> .	47

## LISTE DES TABLEAUX

<b>Tableau N°</b>	<b>Titre du tableau</b>	<b>Page</b>
<b>I.1</b>	Principaux groupement auxochromes et chromophores.	9
<b>I.2</b>	Caractéristiques des processus d'adsorption physique et chimique.	18
<b>I.3</b>	Types des isothermes d'adsorption.	19
<b>II.1</b>	Propriétés physico-chimiques de RB5.	27
<b>III.1</b>	Les principales bandes d'absorption Infra-rouge de l'argile brute.	32
<b>III.2</b>	Les valeurs des grandeurs thermodynamiques de l'adsorption du réactif black 5 sur l'argile de Sbiaat.	42
<b>III.3</b>	Les principales bandes d'absorption Infra-rouge d'argile brute-activés.	45
<b>III.4</b>	Les résultats des distances réticulaires $d_{001}$ (Å) des argiles utilisées.	47



## **LISTE DES PHOTOS**

<b>Photo N°</b>	<b>Titre du photo</b>	<b>Page</b>
<b>II.1</b>	La carte géographique de la wilaya d'Ain Temouchent.	23
<b>II.2</b>	L'argile brute.	24
<b>II.3</b>	L'argile après le traitement.	24
<b>II.4</b>	Activation chimique de l'argile brute.	24
<b>II.5</b>	La spectroscopie infrarouge utilisée.	26
<b>II.6</b>	Les étapes de l'étude d'adsorption du RB5.	28

# TABLE DES MATIERES

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>1</b>
<b>Chapitre I: Synthèse Bibliographique</b>	
<b>I. Introduction : .....</b>	<b>3</b>
<b>II. Généralités sur l'argile : .....</b>	<b>3</b>
<i>II.1 Définition : .....</i>	3
<i>II.2 Structure des minéraux argileux : .....</i>	3
<i>II.3 Propriétés des minéraux argileux : .....</i>	5
II.3.1 L'hydratation et le gonflement : .....	5
II.3.2 Capacité d'échange cationique (CEC) : .....	6
II.3.3 La surface spécifique : .....	6
<i>II.4 Caractérisation d'argile : .....</i>	7
II.4.1 Diffraction des rayons X (DRX) : .....	7
II.4.2 Spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) : .....	7
II.4.3 Analyse granulométrique par sédimentation : .....	7
II.4.4 Analyse de fluorescence X (FX) : .....	7
II.4.5 Analyse thermique : .....	7
II.4.6 Brunauer, Emette et Teller (BET) : .....	8
<i>II.5 Applications : .....</i>	8
<i>II.6 Utilisation des argiles dans le domaine de dépollution des eaux : .....</i>	8
<b>III. Généralités sur les colorants : .....</b>	<b>9</b>
<i>III.1 Définition du colorant : .....</i>	9
<i>III.2 Classes des colorants : .....</i>	9
<i>III.3 Propriétés du colorant : .....</i>	12
<i>III.4 Les applications des colorants : .....</i>	13
<i>III.5 Danger et toxicité des colorants : .....</i>	13
<b>IV. Généralité sur la pollution : .....</b>	<b>14</b>
<i>IV.1 Définition : .....</i>	14

## **TABLE DES MATIERES**

<i>IV.2 Pollution de l'eau</i> :.....	14
IV.2.1 Les différentes sources de pollution :.....	14
IV.2.1.1. Pollution domestique : .....	14
IV.2.1.2. Pollution industrielle : .....	14
IV.2.1.3. Pollution agricole : .....	15
IV.2.2 Les principaux polluants de l'eau :.....	15
IV.2.2.1. Les hydrocarbures : .....	15
IV.2.2.2. Les phénols et dérivés : .....	15
IV.2.2.3. Les détergents : .....	15
IV.2.2.4. Métaux lourds : .....	15
IV.2.3 Problème des polluants dans l'eau : .....	16
IV.2.3.1. Impact des polluants sur la santé et l'environnement :.....	16
IV.2.3.2. Impact des polluants sur l'économie :.....	16
IV.2.4 Les différentes techniques utilisées pour la dépollution des eaux :.....	16
IV.2.4.1 Méthodes biologiques: .....	16
IV.2.4.2. Méthode chimique : .....	16
IV.2.4.3. Méthodes physiques :.....	17
<b>V. Généralité sur l'adsorption</b> :.....	<b>17</b>
<i>V.1 Définition</i> :.....	17
<i>V.2 Les types d'adsorption</i> : .....	17
V.2.1 La physisorption : .....	17
V.2.2 La Chimisorption : .....	17
<i>V.3 Mécanisme d'adsorption</i> :.....	18
<i>V.4 Principaux facteurs influençant l'adsorption</i> : .....	18
<i>V.5 Classification des isothermes d'adsorption</i> : .....	19
<b>VI. Conclusion</b> :.....	<b>20</b>
<b>Chapitre II : Matériels Et Méthodes</b>	
<b>I. Introduction</b> : .....	<b>22</b>
<b>II. Outils</b> :.....	<b>22</b>

## TABLE DES MATIERES

<b>III. Adsorbant :</b> .....	<b>23</b>
<i>III.1 Activation chimique de l'argile par les acides :</i> .....	24
<i>III.2 Caractérisation de l'argile brute :</i> .....	25
<i>III.3 Spectrophotométrie UV-visible :</i> .....	25
<i>III.4 Analyse par spectroscopie FT-IR :</i> .....	26
<i>III.5 Analyse de diffraction des rayons X :</i> .....	26
<b>IV. L'adsorbat :</b> .....	<b>26</b>
<i>IV.1 Réactif Black 5 :</i> .....	26
<i>IV.2 Préparation des solutions :</i> .....	27
<b>V. Etude de l'adsorption :</b> .....	<b>28</b>
<i>V.1 Effet du temps de contact :</i> .....	28
<i>V.2 Effet du pH :</i> .....	29
<i>V.3 Effet de masse :</i> .....	29
<i>V.4 Effet de température :</i> .....	29
<b>Chapitre III: Résultats Et Discussions</b>	
<b>I. Introduction :</b> .....	<b>31</b>
<b>II. caractérisation du matériau :</b> .....	<b>31</b>
<i>II.1 Spectroscopie infra-rouge :</i> .....	31
<i>II.2 Diffraction des rayons X :</i> .....	32
<i>II.3 Détermination du pH de l'argile :</i> .....	33
<b>III. Etude de l'adsorbat (colorant) :</b> .....	<b>33</b>
<b>IV. Etude cinétique de l'adsorption du colorant sur l'argile brute :</b> .....	<b>35</b>
<i>IV.1 Effet du temps de contact :</i> .....	35
<b>V. Effet des paramètres :</b> .....	<b>36</b>

## **TABLE DES MATIERES**

<i>V.1 Effet du pH</i> : .....	36
<i>V.2 Effet de la masse</i> :.....	38
<i>V.3 Effet de température</i> :.....	39
V.3.1 Détermination des paramètres thermodynamiques :.....	41
<b>VI. La modification de l'argile</b> :.....	<b>43</b>
<i>VI.1 Spectres infra rouge de l'argile activée</i> :.....	44
<i>VI.2 Diffractogramme de rayons X de l'argile activée</i> :.....	46
<b>Conclusion générale</b> .....	<b>48</b>
<b>Perspective</b> .....	<b>50</b>
<b>Références Bibliographiques</b> .....	<b>52</b>

---

*INTRODUCTION  
GENERALE*

---

## **INTRODUCTION GENERALE**

L'eau élément indispensable à la vie sur terre, essentielle pour l'activité humaine qu'elle soit industrielle, urbaine ou agricole ce qui la rend un élément récepteur exposé à tous les types de pollution. Ce phénomène de pollution limite les ressources en eau potable.

L'un des importants polluants sont les colorants synthétiques une fois qu'ils sont dissous dans l'eau, ils seront parfois pénibles à traiter en raison de leurs structures moléculaires complexes qui leur confèrent une très grande stabilité et donc une résistance à la biodégradabilité ainsi des conséquences graves sur la santé humaine et sur l'environnement.

Afin d'améliorer la qualité des eaux, différentes techniques de traitement ont été mise en œuvre depuis longtemps. Actuellement, la technique d'adsorption est la méthode de choix la plus disponible et la plus utilisée pour l'élimination des polluants organiques des eaux usées. Le principe de ce traitement est de piéger les colorants par un matériau solide nommé adsorbant.

Notre étude porte sur l'utilisation d'un matériau naturel qui est l'argile de la région Sebiate de la wilaya d'Ain Témouchent dans le domaine de la dépollution des eaux colorées.

Ce travail intitulé " Elimination des colorants industriels par une argile de gisement de Sebiate (Ain Témouchent) " est composé de trois chapitres :

- ❖ Le premier Chapitre : la partie bibliographique qui donne une vision générale sur l'argile, les colorants, la pollution de l'eau ainsi que sur l'adsorption.
- ❖ Le deuxième chapitre : présente les modes opératoires ainsi que les méthodes d'analyses utilisés lors de cette étude
- ❖ Le troisième chapitre : consacré à la présentation des différents résultats expérimentaux obtenus ainsi que leurs interprétations.

Nous terminons par une conclusion générale qui récapitule les résultats obtenus au cours de ce travail.

---

*Chapitre I: Synthèse  
Bibliographique*

---



# CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

## **I. Introduction :**

L'eau élément indispensable à la vie sur terre, essentielle pour l'activité humaine qu'elle soit industrielle, urbaine ou agricole ce qui la rend un élément récepteur exposé à tous les types de pollution. Ce phénomène de pollution limite les ressources en eau potable.

L'un des importants polluants sont les colorants synthétiques une fois qu'ils sont dissous dans l'eau, ils seront parfois pénibles à traiter en raison de leurs structures moléculaires complexes qui leur confèrent une très grande stabilité et donc une résistance à la biodégradabilité ainsi des conséquences graves sur la santé humaine et sur l'environnement.

Afin d'améliorer la qualité des eaux, différentes techniques de traitement ont été mise en œuvre depuis longtemps. Actuellement, la technique d'adsorption est la méthode de choix la plus disponible et la plus utilisée pour l'élimination des polluants organiques des eaux usées. Le principe de ce traitement est de piéger les colorants par un matériau solide nommé adsorbant.

## **II. Généralités sur l'argile :**

### **II.1 Définition :**

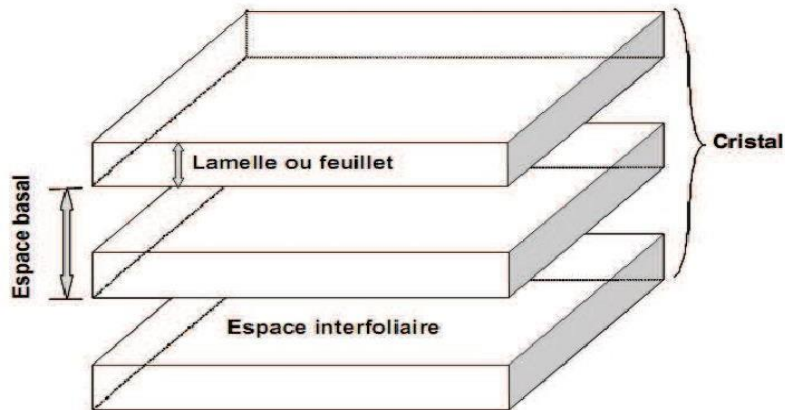
Le mot argile provient du latin Argilla qui dérive du grec argillos, dont la racine, argos, veut dire " d'une blancheur éclatante " . D'un siècle à l'autre son nom a changé d'Ardille, puis " arzille" ,puis " arsille" pour finir au XV le siècle en " argile" [1].

Le terme générique, « argile », est employé pour désigner différentes roches sédimentaires, cristallines qui possèdent une grande teneur en minéraux. Il existe plusieurs argiles avec des structures et des propriétés différentes selon leur composition et concentration en minéraux [2].

### **II.2 Structure des minéraux argileux :**

Les minéraux argileux sont appelés des phyllosilicates car la plupart d'entre eux ont une structure en feuillets. Ces feuillets présentent deux couches l'une octaédrique et l'autre tétraédrique dont les sommets sont occupés par  $O_2^-$  et  $OH^-$ . Ces anions se repoussent entre eux et forment une charpente où les cations vont prendre place ainsi la stabilité de toute la structure est garantie. La description structurale des minéraux argileux peut être simplifiée en une unité qui regroupe un feuillet et un espace interfoliaire [3].

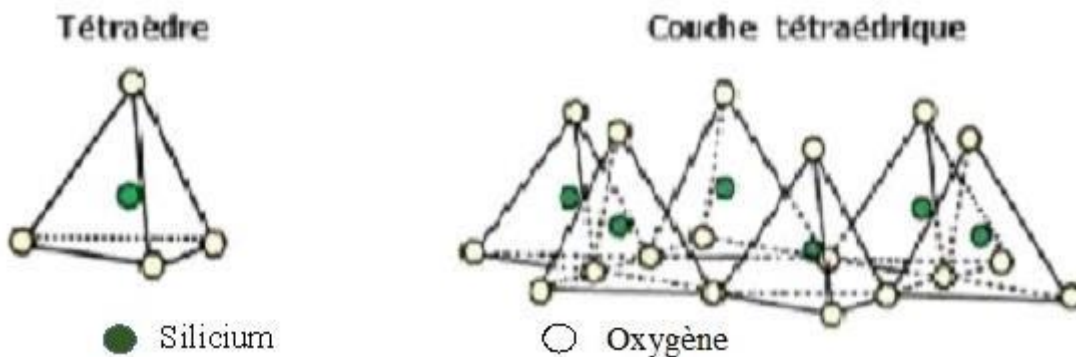
# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE



**Figure I.1 :** Structure générale des phyllosilicates [4].

Le feuillet est constitué par deux types de couche :

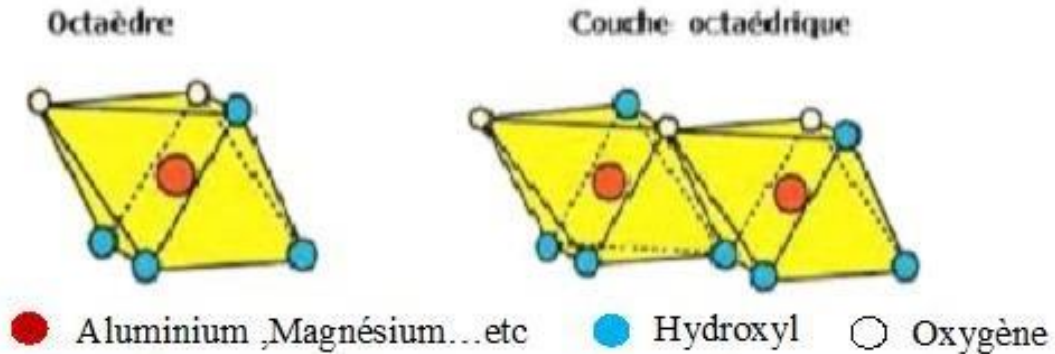
- La couche tétraédrique : Constituée par un atome central, en général le silicium, bordé de quatre atomes d'oxygène. Les tétraèdres sont reliés entre eux en partageant trois angles. La jonction des six tétraèdres forme une cavité hexagonale. L'épaisseur de cette cavité est de  $4.6 \text{ \AA}$  (figure I.2) [5].



**Figure I.2 :** Structure d'une couche tétraédrique.

# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

- *La couche octaédrique* : Constituée par un atome central, en principe l'aluminium, bordé par les atomes d'oxygène et les groupements hydroxyles. Les octaèdres sont raccordés entre eux en partageant seulement les arêtes. L'épaisseur de cette couche octaédrique est de 5.05 Å (figure I.3) [6].



**Figure I.3 :** Structure d'une couche octaédrique

## **II.3 Propriétés des minéraux argileux :**

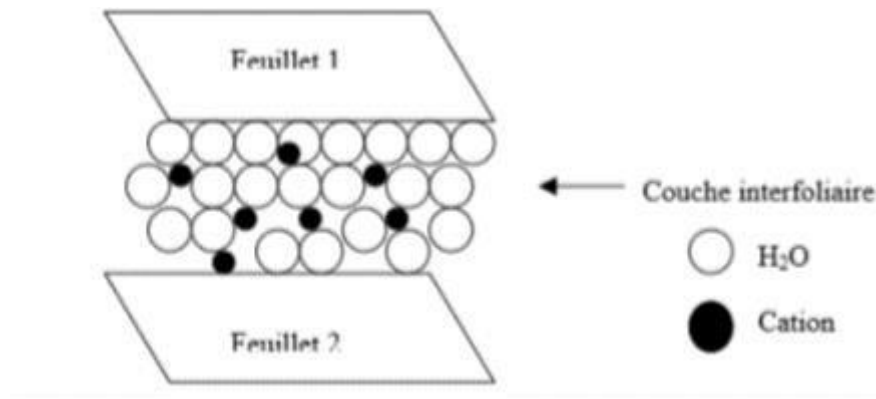
Les argiles présentent des propriétés très importantes. On peut citer : l'hydratation et le gonflement, capacité d'échange cationique (CEC) et la surface spécifique.

### **II.3.1 L'hydratation et le gonflement :**

L'hydratation entraîne un gonflement par augmentation de nombre de couches d'eaux de solvatation de cations de compensation dans l'espace interfoliaire (figure I.4). Dans cet espace le gonflement rend facile la création des complexes lamellaires par l'incorporation de molécules d'eau. Cette fonction dépend de la charge du feuillet, de sa localisation et de la nature des cations de compensation [7,8]. La molécule d'eau enfermée dans l'argile par trois manières de contracter les liaisons :

- La molécule d'eau est un dipôle peut former des liaisons électrostatiques.
- Les deux hydrogènes forment des liaisons hydrogènes.
- L'atome d'oxygène à deux paires d'électrons libres, permet d'établir une liaison de coordination [9].

# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE



**Figure I.4:** Représentation schématique de la couche interfoliaire dans le cas de cations interfoliaires hydratés.

## **II.3.2 Capacité d'échange cationique (CEC) :**

Elle est spécifiée comme étant la concentration totale des sites superficiels disponibles aux cations, elle détermine le nombre des charges négatives capables de capter les cations dans les interfoliaires. L'unité de ce paramètre est  $\text{centi-mol.kg}^{-1}$  ou  $(\text{mEq}/100 \text{ g})$  [10].

## **II.3.3 La surface spécifique :**

Elle a une propriété très importante dans la caractérisation des matériaux poreux. Elle est exprimée en  $\text{m}^2/\text{g}$ . On distingue [11] :

- Les surfaces externes des plans extérieurs formant les bases des particules.
- Les surfaces internes cumulées de tous les plans des feuillets, qui bornent les espaces interfoliaires.
- Les surfaces latérales, qui indiquent latéralement les limites des feuillets.

Plus la surface spécifique augmente plus le pouvoir de gonflement augmente et par conséquent un potentiel de gonflement plus important.

# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

## **II.4 Caractérisation d'argile :**

### **II.4.1 Diffraction des rayons X (DRX) :**

La nature et la structure des produits cristallisés (cristaux, argile...) sont identifiées par la diffraction des rayons X. L'analyse des échantillons se fait à l'aide d'un diffractomètre qui a pour principe la réflexion sélective des rayons X par le cristal, au moyen de la loi de Bragg [12] :

$$\lambda = 2d \sin \theta \quad (\text{I.1})$$

Avec :  $\lambda$  : Longueur d'onde du faisceau incident ;

$\theta$  : L'angle formé par le faisceau incident et le plan

diffraction  $d$  : Distance entre les plans diffractant (inter réticulaire).

### **II.4.2 Spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) :**

C'est un moyen d'analyse minéralogique qui complète la diffraction des rayons X. Elle permet de déterminer la nature des phases amorphes ou mal cristallisées. Elle est basée sur l'adsorption des irradiations électromagnétiques par un échantillon dans la région des infrarouges [13].

### **II.4.3 Analyse granulométrique par sédimentation :**

Cette Analyse s'adresse aux échantillons contenant des éléments de diamètre inférieur à 100  $\mu\text{m}$ . Les argiles sont des roches polydispersées c'est-à-dire que leurs particules ont une grande gamme de granulométrie ce qui explique la dépendance de la teneur en particules à leurs dimensions [14].

### **II.4.4 Analyse de fluorescence X (FX) :**

Elle Permet une analyse élémentaire. Cette technique basée sur la physique quantique mesure des échantillons très variés : minéraux, métaux, polymère, ciment...etc. Malheureusement, n'aide pas à doser les éléments légers tel que : la mesure de la teneur en hydrogène, lithium...etc [15].

### **II.4.5 Analyse thermique :**

Elle aide à tracer la courbe d'analyse thermo-pondérale de l'argile, autrement dit la courbe montrant l'évolution du poids de l'échantillon en fonction de la température à laquelle il est soumis [16].

# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

## **II.4.6 Brunauer, Emette et Teller (BET) :**

Pour mieux comprendre les phénomènes de rétention et de transfert des polluants dans les argiles, il faut connaître la composition des argiles étudiées. Cette connaissance nous permet de mettre la relation entre la composition des argiles et leur comportement vis-à-vis des polluants.

La méthode physico chimique de BET nous fournit des informations précieuses sur les propriétés poreuses du matériau (surface spécifique, morphologie des pores et type de réseau), par l'adsorption des molécules simples, telles que l'azote ( $N_2$ ) à basse température ou la vapeur d'eau [17].

## **II.5 Applications :**

L'argile est utilisée dans plusieurs domaines et son application est très large vue sa disponibilité, son abondance, ces propriétés distinctives enfin son exploitation peu coûteuse.

L'argile est utilisée dans l'industrie du papier, du pétrole, des produits pharmaceutiques et cosmétiques et en travaux publics dans l'aménagement des routes [18].

## **II.6 Utilisation des argiles dans le domaine de dépollution des eaux :**

Actuellement utilisé comme un dépolluant visant la dégradation des composés organiques soit leurs transformations sous en formes moins nocives.

Citons quelques travaux des argiles dans le domaine de traitement des eaux :

- F.Z. Batana, M.B. Taouti, A. Guibadj [19] ont étudié la cinétique d'adsorption du bleu de méthylène sur une bentonite brute et traitée chimiquement et physiquement. Ils ont montrés l'efficacité des matériaux testés en matière de fixation du bleu de méthylène et de décoloration des milieux aqueux contaminés par les colorants organiques.
- Asmaa Bennani Karim, Badia Mounir, Mohsine Hachkar, Mina Bakasse et Abdelghani Yaacoubi [20] ont étudié l'adsorption d'un colorant basique « bleu méthylène » en solution aqueuse sur l'argile brute et purifiée (region « Safi », Maroc) ils ont trouvé que l'argile purifiée (68,49 mg/g) a une capacité d'adsorption meilleur que l'argile brute (50mg/g) du fait qu'elle renferme un pourcentage de fraction argileuse plus important.
- Ahmed Boulmokh, Yamina Berredjem, Nadia Bensid, Kamel Guerfi, Abdelhak Gheid [21] ont procédé à la détermination des caractéristiques structurales et physico-chimiques d'une argile en vue d'étudier son comportement vis à vis de certains colorants textiles de synthèse.

# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

Les résultats expérimentaux montrent que l'argile traitée par H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> et sodique présente des caractéristiques d'adsorption favorables à l'élimination de ces colorants textiles de synthèse.

- Sami Guiza et Mohamed Bagane [22] ont étudié la cinétique d'adsorption d'un colorant acide « Le rouge du Congo » en solution aqueuse sur la bentonite (de région « El Hicha » du sud tunisien « gouvernorat de Gabès », Tunisie), dans un processus en lots. Ils ont trouvé que la vitesse d'adsorption augmente avec la vitesse d'agitation et la masse d'argile et diminue avec la concentration initiale en colorant et la granulométrie.

## III. Généralités sur les colorants :

### **III.1 Définition du colorant :**

Tout produit capable de teindre une matière d'une façon prolongée est un colorant [23]. Ce dernier est un composé chimique coloré d'une façon naturelle ou synthétique sous forme organique. Il est utilisé pour teindre différentes matières (textile, peinture, produit élémentaires...etc.) [24].

Il possède des groupements qui lui donnent la couleur : chromophores et des groupements qui permettent sa fixation : auxochromes [23].

**Tableau I.1 :** Principaux groupements auxochromes et chromophores [25]

<b>Groupement chromophore</b>	<b>Groupements auxochromes</b>
Carbonyle (=C=O)	Diméthylamino
Azo (N=N-)	(-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )Amino (-NH <sub>2</sub> )
Sulfure (> C=S)	Les métaux et les groupements
Nitroso (-NO ou -N-OH)	alkylesMéthylamino (-NHCH <sub>3</sub> )
Vinyl (-C=C-)	Hydroxyle (-OH)
Nitro (-NO <sub>2</sub> ou =NO-OH)	Alkoxy (-OR)

### **III.2 Classes des colorants :**

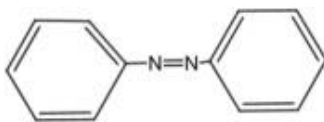
Il existe qu'une dizaine de colorants naturels, au contraire des milliers de colorants synthétiques qui sont classés selon leur structure chimique et leur méthode d'application aux différents substrats [26].

- Classification chimique : Prend en compte la structure chimique et la nature du groupement chromophore. On note plusieurs types de colorants [27] :

# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

## a. Les Colorants azoïques:

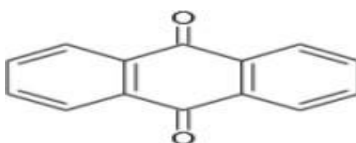
Ils représentent plus de 50% de la production mondiale de matière colorante. Ils sont caractérisés par la présence au sein de la molécule d'un groupement azoïque (-N=N-) reliant deux noyaux benzéniques. Ces colorants sont cancérigènes et résistent à la biodégradation.



**Figure I.5 :** Structure des colorants azoïques.

## b. Les colorants anthraquinoniques:

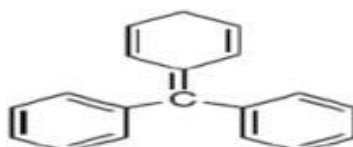
Au point de vue commercial, ces colorants sont les plus importants après les colorants azoïques. Leur formule générale dérivée de l'anthracène prouve que le chromophore est un noyau quinonique sur lequel on trouve les groupes amino ou hydroxy.



**Figure I.6 :** Structure des colorants anthraquinoniques.

## c. Les colorants triphénylméthanés:

Ils représentent la plus ancienne classe des colorants synthétiques. Ces colorants ont un carbone central lié à trois cycles phényles.



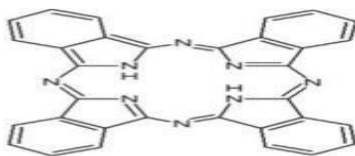
**Figure I.7 :** Structure des colorants triphénylméthanés.



# CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

d. Les colorants phtalocyanines :

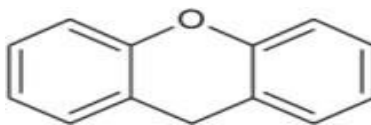
Leur structure complexe basée sur l'atome central métallique.



**Figure I.8 :** Structure des colorants phtalocyanines.

e. Les colorants xanthènes:

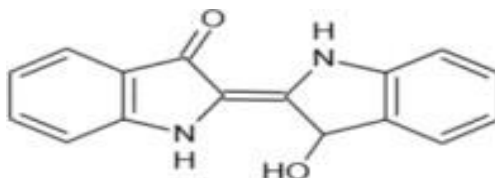
Ils sont caractérisés par une intense fluorescence.



**Figure I.9 :** Structure des colorants xanthènes.

f. Les colorants indigoïdes:

Ces colorants dérivent de l'indigo, Utilisés comme colorants en textiles, comme additifs en produits pharmaceutiques, et la confiserie...etc.



**Figure I.10 :** Structure des colorants indigoïdes.

# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

- Classification tinctoriale : Par domaine d'application. Il existe plusieurs catégories tinctoriales selon les groupements auxochromes [27] :

a. Les colorants acides ou anioniques :

Soluble dans l'eau grâce à leur groupement sulfonates ou carboxylates. Ils sont dénommés ainsi car ils permettent en bain légèrement acide de teindre quelques fibres acryliques modifiées (nylon) et les fibres animales (laine).

b. Les colorants basiques ou cationiques :

Ceux sont des sels d'amine organique, solubles dans l'eau. Utilisés pour colorer la soie, laine, nylon et polyester.

c. Les colorants de cuve:

Insoluble dans l'eau, connus par leur résistance aux agents de dégradation, utilisés pour la teinture des articles jean.

d. Les colorants à mordants:

Ces colorants présentent un ligand fonctionnel capable de réagir avec des métaux (cuivre, cobalt...) pour former différents complexes colorés.

e. Les colorants dispersés:

Ils sont très peu solubles dans l'eau et non ionique. Ces colorants sont généralement nitrosés ou azoïques, métallifères ou anthraquinoniques.

f. Les colorants directs:

Soluble dans l'eau, anionique, grande affinité, grande variété des coloris. Leur application facile et un prix modéré.

### **III.3 Propriétés du colorant :**

Un colorant en plus de sa couleur propre à la propriété de teindre. Cette propriété est due à l'affinité exclusive entre colorant et la fibre qui pose un problème de traitement.

# CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Les colorants synthétiques doivent respecter certains critères, selon le type d'application et d'utilisation afin de prolonger la durée de vie des produits textiles colorée : résistance à l'oxydation chimique (détergents...), résistance à l'abrasion, attaques microbiennes, et à la stabilité photolytique des couleurs.

L'affinité du colorant pour la fibre est plus accentuée lorsque le colorant à un caractère acideou basique. Les caractéristiques propres aux colorants organiques les rendent résistants à la biodégradabilité et ainsi leurs persistances dans l'environnement [28].

## **III.4 Les applications des colorants :**

Les applications des colorants sont nombreuses dans des différents domaines, dont voici quelques-unes essentielles [29] :

- L'industrie agroalimentaire.
- L'industrie des matières plastiques.
- L'industrie cosmétique
- L'industrie du bâtiment.
- L'industrie textile, cuir.
- L'imprimerie.
- L'industrie pharmaceutique.

## **III.5 Danger et toxicité des colorants :**

Les colorants sont toxiques du faite de la présence de groupement de cyanures, de phtalogènes, des sels de brayum et de plomb dans leur molécule. Leur rejet dans les affluents menace l'environnement et nécessite des études sérieuses dont le but est de les éliminer de l'environnement [30].

# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

## **IV. Généralité sur la pollution :**

### **IV.1 Définition :**

La pollution est la dégradation d'un écosystème par l'introduction d'une substance toxique ou de radiations créant une altération de cet écosystème le plus souvent causée par l'être humain. La pollution a des conséquences graves sur la santé comme les maladies pulmonaires, aussi sur l'environnement comme le réchauffement climatique et enfin la migration de certaines espèces voire leur disparition. [31].

### **IV.2 Pollution de l'eau :**

L'eau est essentielle à la vie. Pour les besoins de l'homme, des animaux et de l'environnement, l'eau doit être de bonne qualité. Si l'eau est de mauvaise qualité, c'est tout un équilibre qui est menacé [32].

#### **IV.2.1 Les différentes sources de pollution :**

Le développement technologique a montré que certains polluants dans les eaux et les sols ont une origine naturelle. Cette accumulation naturelle résulte de processus géologiques. Des éruptions volcaniques, des épanchements sous-marins d'hydrocarbures, peuvent aussi être à l'origine de pollutions.

##### **IV.2.1.1. Pollution domestique :**

Elle est due principalement aux rejets d'eaux usées ménagères (toilette, cuisine, douche...) qui sont riches en déchets organiques ou de la matière fécale. Les habitations qui ne sont pas branchées ou mal branchées au réseau d'assainissement collectif, peuvent être responsables d'une pollution bactériologique de l'eau.

Les produits ménagers, (détergent, eau javel...etc.) que nous utilisons au quotidien sont chargés de polluants chimiques dangereux. Mélangé à l'eau, ils se retrouvent dans nos canalisations ou dans la nature et provoquent une pollution chimique. Mal traités, les résidus de ces produits viennent augmenter les cours d'eau en substances chimiques [33].

##### **IV.2.1.2. Pollution industrielle :**

Les différentes pollutions peuvent être incriminées selon le secteur d'activité par exemple les usines de carton nécessitent beaucoup de produits chimiques pour leurs processus de fabrication. Malgré l'existence des réglementations qui imposent le traitement de leurs eaux usées, certaines substances ne peuvent pas être éliminées et se retrouvent dans l'environnement.

# CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Les activités agroalimentaires utilisent beaucoup des matières organiques qui enrichissent le milieu en nutriments et responsable du phénomène d'eutrophisation [34].

## IV.2.1.3. Pollution agricole :

L'épandage d'engrais et pesticides est responsable d'une pollution chimique. L'utilisation abusive du fumier peut-être à l'origine d'une pollution bactériologique. Ces éléments s'infiltrent ou ruissellent par l'intermédiaire du cycle d'eau vont polluer les milieux aquatiques [35].

## **IV.2.2 Les principaux polluants de l'eau :**

### IV.2.2.1. Les hydrocarbures :

Les hydrocarbures présents dans l'eau proviennent surtout des industries de pétrole, leur nature est très varié et correspondent à des produits lourds et peu volatils : éscences, kérosène...etc.

La vitesse de biodégradation de ces polluants est très faible ainsi le retour à la normale d'une eau souterraine contaminée nécessitera plusieurs années.

D'autre part, les hydrocarbures créent un film superficiel qui sépare l'eau de l'atmosphère donc ralentissement de sa réoxygénation.

La présence des hydrocarbures dans l'eau rend difficile le phénomène de floculation et de décantation lors du traitement [36].

### IV.2.2.2. Les phénols et dérivés :

Ces composés signalent une pollution industrielle. Ils donnent un goût particulier à l'eau dû à la formation du chlorophénol [37].

### IV.2.2.3. Les détergents :

Sont des produits tensioactifs synthétiques qu'on retrouve dans les eaux à cause des rejets d'effluents domestiques et industriels. Parmi leurs inconvénients : la formation de boue et mauvaise oxygénation de l'eau [38].

### IV.2.2.4. Métaux lourds :

Les métaux lourds sont définis comme tout métal dans la masse volumique est supérieur à  $5\text{g/cm}^3$  et tous les métaux ayant un numéro atomique supérieur à celui de sodium  $Z=11$  [39].

On distingue au point de vue biologique deux types de métaux ; des métaux toxiques et des métaux essentiels [40]. Le dosage de ces éléments est important pour s'assurer des

# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

normes. Dans le cas contraire, il est indispensable d'utiliser des procédés de dépollution pour les éliminer.

## **IV.2.3 Problème des polluants dans l'eau :**

### IV.2.3.1. Impact des polluants sur la santé et l'environnement :

Même à très faible dose, des perturbateurs endocriniens (pesticide) peuvent affecter la reproduction et le développement. Ainsi dans de nombreux cours d'eau des phénomènes de féminisation des mâles sont apparus ainsi qu'une sensibilité accentuée aux agents infectieux chez certaines espèces de poissons [41]. D'autre part, il ne faut pas écarter la problématique des médicaments de celle des autres polluants et l'exposition combinée à plusieurs perturbateurs endocriniens qui réagissent en synergie, ce qui provoque des effets néfastes sur la santé humaine [42]. En dernier, l'influence des antibiotiques sur la multiplication de bactéries résistantes est également mise en cause.

### IV.2.3.2. Impact des polluants sur l'économie :

La pollution peut avoir des conséquences graves sur les activités économiques prenant comme exemple la bonne qualité des eaux littorales est indispensable pour les stations balnéaires. Toute fermeture de plage pour raison de pollution entraîne un amoindrissement de fréquentation des plages et donc un impact économique important.

## **IV.2.4 Les différentes techniques utilisées pour la dépollution des eaux :**

### IV.2.4.1 Méthodes biologiques:

#### **- Traitement aérobie:**

Grace à l'air ou l'oxygène dissous dans l'eau usée, les polluants organiques sont dégradés par les bactéries [43].

#### **- Traitement anaérobie:**

La biodégradation se fait en absence d'oxygène et donne du dioxyde de carbone, de l'eau, du méthane, du soufre, et de l'azote.

Cette méthode n'est pas utilisée pour l'élimination des colorants vu que ces derniers sont toxiques et bio-réfractaires. On préfère utiliser les procédés d'oxydation avancée [43].

### IV.2.4.2. Méthode chimique :

#### **- Procédés d'oxydation avancée:**

Ils modifient l'état des polluants toxiques résistants à la biodégradation, ainsi les

# CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

rendent moins toxiques. Ils existent plusieurs POAs dont le processus fenton est le plus efficace.

Ces procédés quoique efficaces présentent plusieurs inconvénients tels que [44] :

- Les molécules ne se décomposent que partiellement.
- Les composés finaux peuvent être plus toxiques que les polluants eux-mêmes.

## IV.2.4.3. Méthodes physiques :

Ces techniques visent à séparer les polluants de l'eau à traiter. Ils servent à éliminer les solutés en suspensions, les liquides non miscibles, et polluants organiques dissous. Citons comme exemples : coagulation–floculation, la décantation, la flottation, la filtration, la sédimentation, extraction et l'adsorption [45].

## **V. Généralité sur l'adsorption :**

### **V.1 Définition :**

L'adsorption est un procédé utilisé pour séparer les molécules d'un solide, d'un gaz, d'un liquide, par attraction sur solide poreux. Ce processus dépend de la surface spécifique de contact (liquide/solide ou gaz/solide) et des caractéristiques physico-chimiques de l'adsorbat [46]. Cette technique utilisée pour la dépollution et la purification dans divers domaines.

### **V.2 Les types d'adsorption :**

On distingue deux types d'adsorption selon la nature des interactions des deux phases non- miscible adsorbat-adsorbant et les types des forces mis en jeu.

#### **V.2.1 La physisorption :**

L'adsorption physique est due à des interactions physiques appelées force de Van Der Waals [47] entre les atomes, ou groupements d'atomes du solide et la substance adsorbée [48].

La physisorption est caractérisée par : la grande vitesse d'équilibre entre la phase d'adsorbat et phase adsorbante, la réversibilité, la non spécificité aussi l'enthalpie de transformation basse (inférieur à 20 Kcal/mole) [49].

#### **V.2.2 La Chimisorption :**

L'adsorption chimique met en jeu un échange d'électrons entre l'adsorbat et les couches atomiques superficielles de l'adsorbant (elle met en évidence d'existence d'une réaction chimique à l'interface adsorbat-adsorbant) [50], ainsi la formation des liaisons fortes covalentes ou ioniques.

La chimisorption est caractérisée par : la spécificité, irréversibilité, vitesse très lente, enthalpie de transformation élevée (supérieure à 40 KJ /mol) [51].

# CHAPITRE I: SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Le tableau ci-dessous présente la comparaison entre les processus de physisorption et chimisorption :

**Tableau I.2 :** Caractéristiques des processus d'adsorption physique et chimique [3].

Le processus	L'adsorption physique	L'adsorption chimique
Type de liaison	Van Der Waals	Ionique ou covalente
Energie de liaison	Faible	Forte
Température	Basse	Elevée
Réversibilité	Réversible	Irréversible
Etat de surface	Adsorption en multicouche	Adsorption en monocouche
Désorption	Plus ou moins parfaite	Difficile

### **V.3 Mécanisme d'adsorption :**

Le transfert de matière de fluide contenant l'adsorbat vers une phase solide avec rétention du soluté à la surface de l'adsorbant est effectué généralement en quatre étapes [52].

Etape 01 : Migration et diffusion externe c'est-à-dire transfert des particules de l'adsorbat vers la surface externe de l'adsorbant.

Etape 02 : Diffusion interne c'est-à-dire migration des molécules de fluide de la surface externe vers la surface interne des grains de l'adsorbant.

Etape 03 : Fixation de l'adsorbat sur la surface interne selon un gradient de concentration et transfert de matière vers les sites actifs du solide poreux.

Etape 04 : La réaction d'adsorption.

### **V.4 Principaux facteurs influençant l'adsorption :**

Plusieurs paramètres et propriétés peuvent influencer sur l'adsorption comme suit [53]:

- Le pH du milieu.
- La polarité et la polarisabilité, la nature, la stabilité des molécules adsorbées, la taille et le pKa.
- La composition du milieu adsorbant (en matière organique, teneur en argile, en eau, température...).



# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

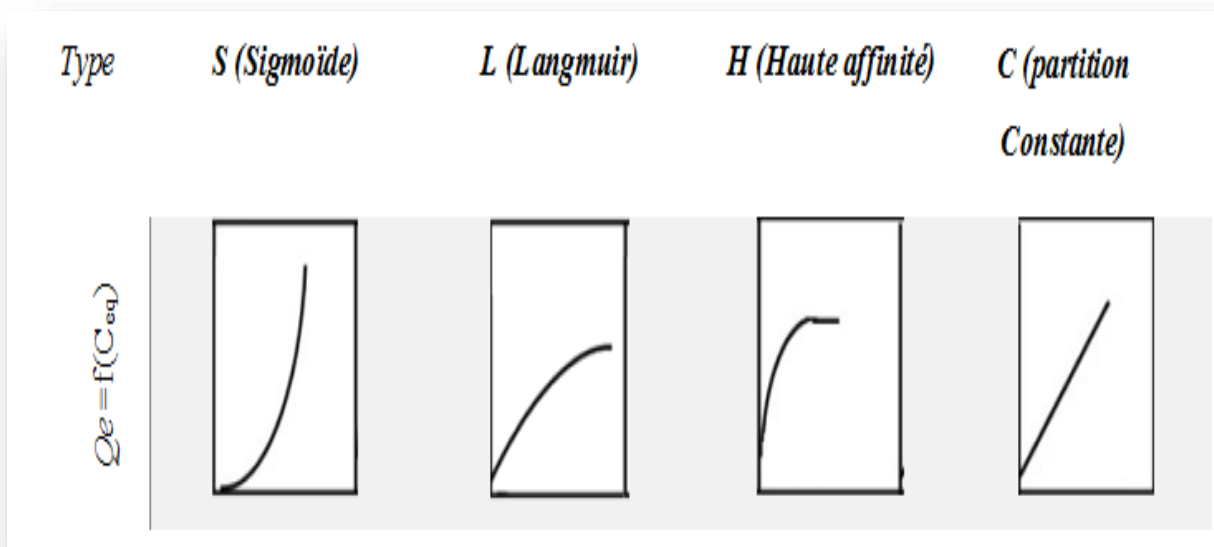
## V.5 Classification des isothermes d'adsorption :

La courbe d'isotherme d'adsorption relie la quantité de substrat adsorbée avec la concentration en soluté dans un solvant, à une température bien déterminée [54].

Giles et Al ont classés les isothermes selon quatre types principaux [55] :

- Les isothermes de type S (dit sigmoïde) : Ils présentent à faible concentration une concavité tournée vers le haut.
- Les isothermes de type L (dit Langmuir) : Les plus fréquents. On les voit dans le cas où l'adsorption est faible et lorsque les molécules de l'adsorbant sont orientées à plat.
- Les isothermes de type H (Haute affinité) : La partie initiale de l'isotherme est presque verticale. Ces isothermes apparaissent lorsque les interactions entre les molécules adsorbées et la surface du solide sont très fortes.
- Les isothermes de type C : La courbe sous forme de ligne droite, ces isothermes apparaissent lorsqu'il y a compétition entre le solvant et le soluté pour occuper les sites actifs de l'adsorbant.

- **Tableau I.3** : Types des isothermes d'adsorption [56].



# CHAPITRE I: SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

## **VI. Conclusion :**

Les colorants synthétiques organiques sont parmi les polluants les plus dangereux utilisés dans de nombreux industries (chimique, textile, papeterie,). Les rejets chargés de ces colorants posent des grands problèmes environnementaux et aussi sur la santé humaine.

De nos jours, la bioadsorption est la technique la plus simple et la plus efficace pour lutter contre cette pollution. L'utilisation d'un bioadsorbant est une option très intéressante puisque l'adsorbant utilisé est naturel, disponible, et peu coûteux.

Le but de notre travail est de tester une argile de gissement de Sebiate (Ain Témouchent) pour l'élimination d'un colorant industriel en solution aqueuse par le phénomène d'adsorption. Pour cela différentes caractérisations seront réalisées ainsi que des isothermes d'adsorption seront étudiés en prenant compte l'influence de certains paramètres sur ce processus.

---

*Chapitre II :*  
*Matériels Et Méthodes*

---

# CHAPITRE II : MATÉRIELS ET MÉTHODES

## I. Introduction :

Notre travail a été effectué au laboratoire de recherche de Chimie Inorganique et Environnement du département de chimie – Faculté des sciences - université Abou-Bekr Belkaid-Tlemcen.

Le but de ce chapitre est de présenter les techniques d'analyses et les différents protocoles expérimentaux utilisés pour la réalisation de notre travail qui repose sur l'élimination du colorant de synthèse en solution aqueuse par l'argile.

## II. Outils :

Pour réaliser se travaille, nous avons utilisé le matériel et les appareils suivant :

### Matériels Utilisés:

- Tubes à essais.
- Bêchers (500 ml).
- Erlenmeyer (500 ml).
- Eprouvettes (500,100 ml).
- Entonnoirs.
- Verre de montre.
- Spatule.
- Pissette.
- Pro-pipette.
- Pipettes (10,25 ml).
- Mortier et pilon.
- Cristalliseur.
- Barreau magnétique.
- Fioles de jaugées (1000, 100, 50 ml).
- Cuve en plastique pour le spectrophotomètre.

### Appareillages:

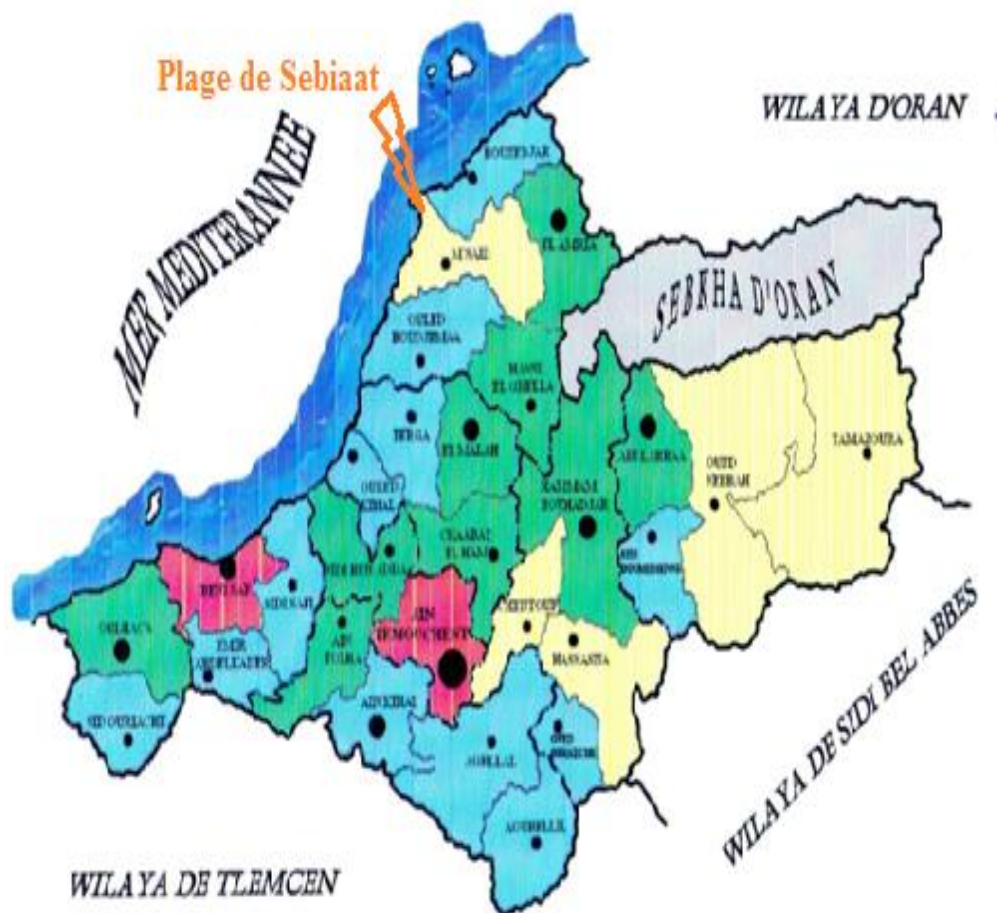
- Balance analytique (OHRUSTM-PIONEER).
- Plaque d'agitation magnétique et chauffante (VELP AREX).
- Etuve (Mettler UFE 400).
- pH mètre (STARTER 2100).
- Broyeur (RETSCH).
- Centrifugeuse (SIGMA 1-6 P).

## CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

- Spectrophotomètre UV-visible (7300 JENWAY).
- FT-IR (Spectrophotomètre Perkin Elmer).
- DRX (MiniFlex 300/600).

### III. Adsorbant :

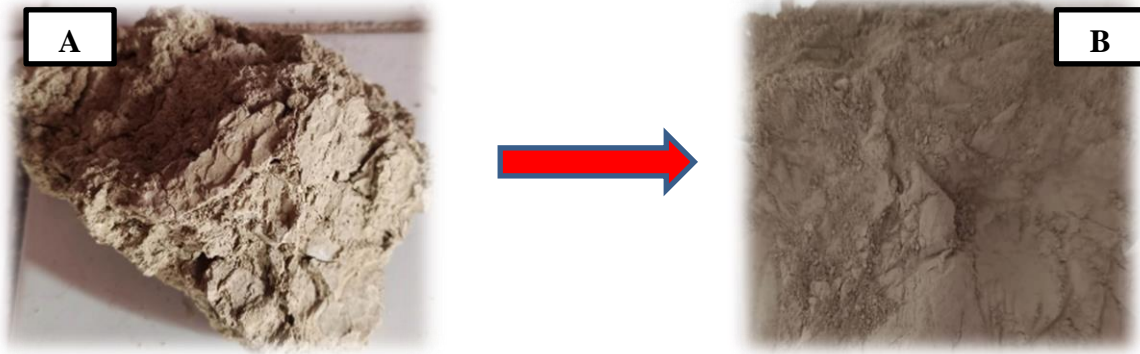
L'argile utilisée est d'une couleur gris-marron extraite du gisement de Sbiaat qui fait partie de la commune de M'said, Daira d'El Amria, Wilaya d'Ain Témouchent. Il est situé entre la plage de Sassel et Bouzedjar. Il est distant de 101 km de la ville de Tlemcen.



**Photo II.1 :** La carte géographique de la wilaya d'Ain Témouchent.

Avant son utilisation dans différents essais d'adsorption, l'argile a été concassée et broyée afin d'obtenir une poudre (Photo II.2).

# CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES



**Photo II.2 :** L'argile brute.

**Photo II.3 :** L'argile après le traitement.

## **III.1 Activation chimique de l'argile par les acides :**

L'activation est un procédé qui consiste à améliorer les propriétés d'adsorption de l'argile en lui faisant subir un traitement chimique. Pour cela, nous avons utilisé trois traitements.

### **✚ Activation par l'acide sulfurique $H_2SO_4$ (1M) :**

On prend un erlenmeyer de 500 ml dans lequel on verse 250 ml d'une solution d'acide sulfurique a 1M puis on introduit 5g d'argile brute.

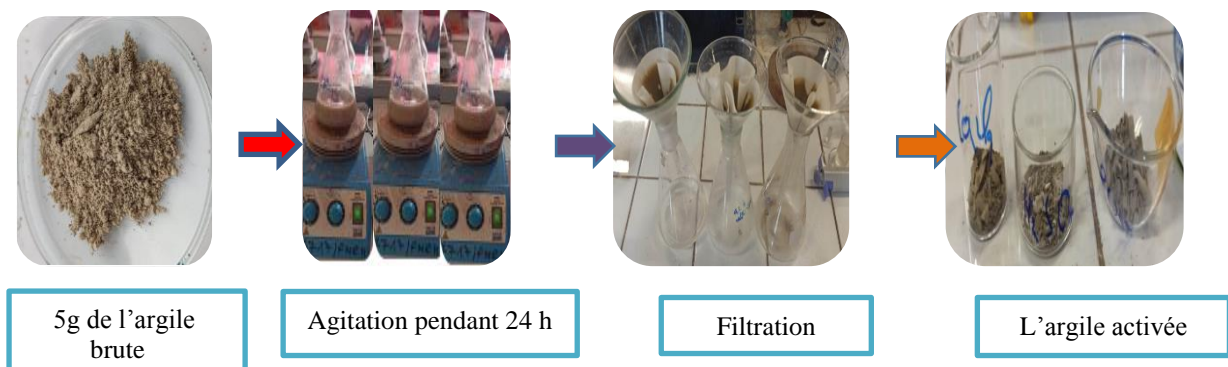
### **✚ Activation par l'acide phosphorique $H_3PO_4$ (1M) :**

On prend un erlenmeyer de 500 ml dans lequel on verse 250 ml d'une solution d'acide phosphorique a 1M puis on introduit 5g d'argile brute.

### **✚ Activation par chlorure de calcium $CaCl_2$ (1M) :**

On prend erlenmeyer de 500 ml dans lequel on verse 250 ml d'une solution chlorure de calcium a 1 M puis on introduit 5 g d'argile brute.

Puis on a mis chaque erlenmeyer sur des agitateurs différents pendant 24 h à température ambiante, ensuite une filtration puis un séchage dans l'étuve à température 105°C afin de récupérer l'argile activée (Photo II.3).



**Photo II.4 :** Activation chimique de l'argile brute.

# CHAPITRE II : MATÉRIELS ET MÉTHODES

## III.2 Caractérisation de l'argile brute :

### + Détermination du pH:

Dans le but de mesurer le pH de l'argile brute avec l'eau distillé, nous mis en contact 1 g de l'argile avec 300 ml d'eau distillé.

## III.3 Spectrophotométrie UV-visible :

Sous l'effet des radiations ultra-violet qui sont de 200 à 400 nm ou les radiations de visible qui sont de 400 à 800 nm. Les électrons périphériques des molécules ou des atomes passent de leur état fondamental (l'état le plus stable) vers un état excité qui est un état énergétique plus élevé. Ce passage des électrons entre les deux états énergétiques est réalisé en absorbant de l'énergie électromagnétique. L'UV-Visible est basé sur l'étude de l'adsorption de la lumière par un milieu qui dépend de la variation de la concentration de l'échantillon.

### - *Principe de la loi de Beer-Lambert :*

Un faisceau lumineux monochromatique traverse une solution de concentration  $C$  contenue dans une cuve de face parallèle sur un trajet optique d'une longueur  $l$ , donc la fraction de la lumière absorbée est en fonction de la concentration et de l'épaisseur du milieu.

Cette loi permet de définir [57] :

- La transmittance  $T$  :

$$T = \frac{I}{I_0} = e^{-\epsilon l C} \quad (\text{II.1})$$

- L'absorbance  $A$ :

$$A = \text{Log} \frac{I_0}{I} = \epsilon l C \quad (\text{II.2})$$

Avec :

$I_0$ : Intensité du faisceau incident.

$I$  : Intensité du faisceau émergent de la solution.

$\epsilon$  : Coefficient d'extinction molaire (l /mole.cm).

$l$  : Longueur du trajet optique (épaisseur de la cuve) (cm).

$C$  : Concentration de la solution à analyser.

## **CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES**

### **III.4 Analyse par spectroscopie FT-IR :**

L'analyse *FT-IR* permet de déterminer les groupes fonctionnels de la surface du support.

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier a été mis en œuvre au niveau du laboratoire de chimie inorganique et environnement en utilisant un spectrophotomètre Perkin Elmer.

L'opération consiste à préparer une pastille en utilisant 2 mg d'échantillon avec 0.15g de KBr. L'analyse a été faite sur une plage de nombre d'onde de 400-4000  $\text{cm}^{-1}$ .



**Photo II.5 :** La spectroscopie infrarouge utilisée.

### **III.5 Analyse de diffraction des rayons X :**

Les échantillons en poudre sont déposés sur des lames d'aluminium sous forme de pellicule d'épaisseur uniforme puis mis dans l'appareil.

Les spectres ont été obtenus en utilisant un diffractomètre type Rigaku Miniflex 300/600 de l'université Abou Bekr Belkaid –Tlemcen opérant à une température ambiante.

## **IV. L'adsorbat :**

### **IV.1 Réactif Black 5 :**

Le réactif Black 5 est un colorant acide synthétique et anionique, très employé dans l'industrie textile. Il appartient à la classe des colorants azoïques qui sont des composés aromatiques avec une ou plusieurs liaisons -N=N- responsables de la couleur de ce dernier. [57-58]. Nous donnons dans le tableau **II.1**, quelques propriétés du Réactive Black 5.



# CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

**Tableau II.1** : Propriétés physico-chimiques de RB5.

<b>Formule brute</b>	$C_{26}H_{21}N_5Na_4O_{19}S_6$
<b>Formule développée du colorant</b>	
<b>Masse Molaire</b>	M= 991,82 g/mol
<b>Nom systématique d'après IUPAC</b>	4-amino-5-hydroxy-3,6-bis[(E)-[4-(2-sulfonatooxyethylsulfonyl)phenyl]azo]naphthalene-2,7-disulfonate
<b>Synonymes</b>	Remozol Black 5, Remozol Black B ; Diumir Black B, Cavalite Black B.
<b>Température de fusion</b>	>300 °C
<b>Aspect physique</b>	Poudre noire
<b>Numéro de CAS</b>	17095-24-8
<b>Classe chimique</b>	Colorant Diazoïque

## IV.2 Préparation des solutions :

La préparation de la solution mère (1000 ppm) se fait par la dissolution 1g du colorant « RB5 » dans 1L de l'eau distillée, puis on a dilué la solution obtenue à 100 ppm.

Des solutions filles de concentration différente (5, 10, 15, 20 ppm) ont été préparé par la dilution de la solution (100ppm), ce qui nous a permis de tracer la courbe d'étalonnage. L'absorbance a été mesuré par un spectromètre UV-visible.

# CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES

## V. Etude de l'adsorption :

Cette étude est portée sur l'adsorption du colorant par l'argile naturelle. Tout d'abord nous avons effectué la cinétique d'adsorption afin d'établir le temps de contact entre l'argile et le colorant à l'équilibre, ensuite nous avons étudié l'influence de certains paramètres tels que le pH, la température et la masse de l'absorbant.

### **V.1 Effet du temps de contact :**

Pour déterminer la cinétique d'adsorption du colorant sur l'argile étudiée à température ambiante, un volume de 300 ml de solution qui contient le colorant de concentration de 100 ppm est mis en contact, avec une quantité de 1g d'adsorbant dans un bécher de 500 ml à  $t=0$ . Un agitateur magnétique permet de garantir un bon contact des mélanges acquérir et ainsi une grande homogénéisation de la solution, la vitesse d'agitation est moyenne et ce dans un intervalle de temps allant de 0 jusqu'à 120 min.

Des volumes de 5 ml sont prélevés à des temps bien définis, puis centrifugés pendant 10 min à 5000 rpm.



**Photo II.6 :** Les étapes de l'étude d'adsorption du RB5.

Le rendement d'adsorption  $R_t$  du colorant au temps  $t$ , a été calculé en utilisant l'équation suivante [59] :

$$R_t (\%) = \frac{(A_0 - A_t)}{A_0} \times 100 = \frac{(C_0 - C_t)}{C_0} \times 100 \quad (\text{II.3})$$

Avec :  $A_0$  et  $C_0$  (ppm) : sont respectivement la concentration et l'absorbance à  $t=0$ .

$A_t$  et  $C_t$  (ppm) : sont respectivement la concentration et l'absorbance  $t$ .

La quantité du colorant adsorbée  $q_t$  (mg/g) par l'adsorbant au temps  $t$ , est déterminée par la relation suivante [59] :

$$q_t = \frac{(C_0 - C_t) \times V}{m} \quad (\text{II.4})$$

# **CHAPITRE II : MATERIELS ET METHODES**

Où :

V (L) : Le volume de la solution du colorant utilisé.

m (g) : La masse de l'adsorbant.

## **V.2 Effet du pH :**

Afin d'étudier l'effet du pH sur la capacité d'adsorption du colorant par l'argile brute de Sebiaat, nous avons mené une série d'expériences à différents pH allant de pH=2 jusqu'à pH=10. Une quantité de l'argile brute (1g) a été introduit dans un erlenmeyer mélangé avec 300 ml du colorant, l'ensemble est agité pendant 120 min, sous une agitation moyenne.

### **✚ Préparation des solutions H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> et NaOH) :**

-Pour une solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.1N) : On introduit 0.27 ml de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> commerciale dans une fiole de 100 ml on complète avec de l'eau distillée jusqu'à le trait de jauge.

-Pour la solution de NaOH (0.1N) : On introduit 0.51g de NaOH dans une fiole de 100 ml et on complète avec de l'eau distillée jusqu'à trait de jauge.

## **V.3 Effet de masse :**

Dans des erlenmeyers contenant 300 ml de la solution colorée (100 mg/L), nous avons mis des masses croissantes de l'argile allant de 0.5 à 2 g. L'ensemble est agité pendant 120 min, sous une agitation moyenne.

## **V.4 Effet de température :**

Pour étudier l'influence de la température sur l'adsorption du RB5 sur l'argile, 300ml de la solution colorée (100 mg/L) est mis en contact avec 1 g d'argile dans un erlenmeyer de 500 ml plongé dans un bain marie qu'on agite sous une agitation moyenne. Nous avons étudié l'adsorption aux températures suivantes : 30, 40, 50, 60°C.

---

*Chapitre III:*  
*Résultats Et Discussions*

---

# **CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## **I. Introduction :**

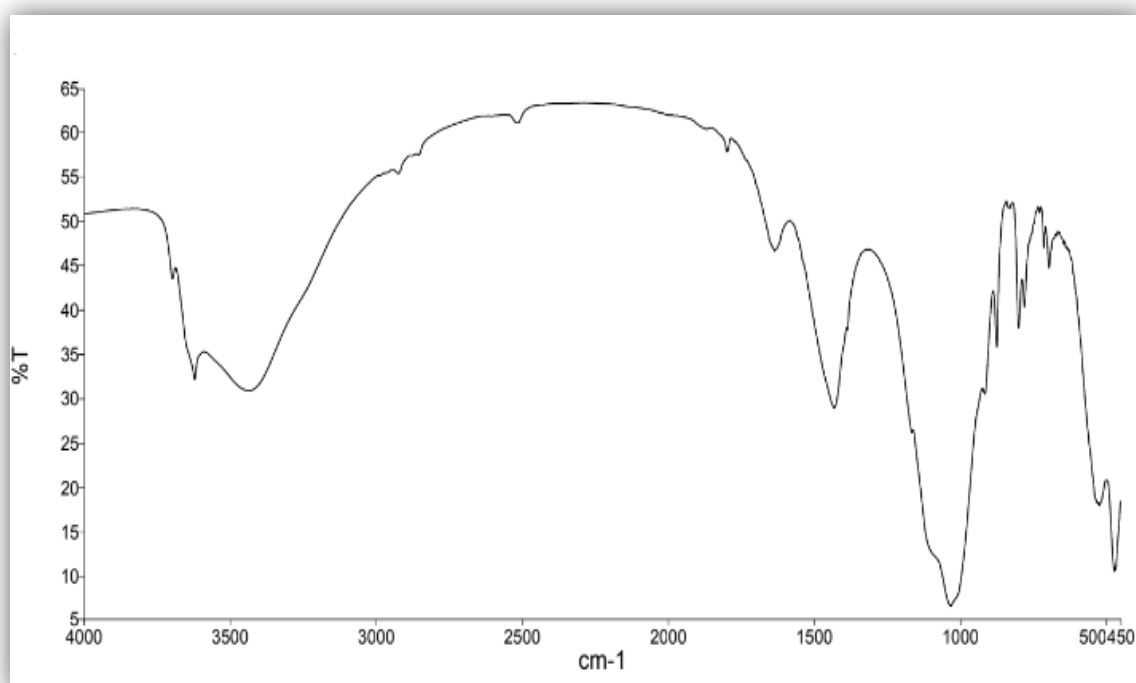
Dans ce chapitre, on présente nos résultats de caractérisation du matériau (l'argile) et l'adsorbat (colorant RB5). L'influence de certains paramètres sur le phénomène d'adsorption et les différentes activations sur l'argile brute.

## **II. caractérisation du matériau :**

### **II.1 Spectroscopie infra-rouge :**

L'échantillon de l'argile brute a été analysé sous forme de poudre en utilisant une pastille de KBr et le spectre résultant a été enregistré entre 4000 et 400  $\text{cm}^{-1}$ .

Le spectre obtenu par l'analyse par infrarouge de l'argile brute est présenté dans la **figure III.1** :



**Figure III.1** : Spectre FTIR de l'argile brute.

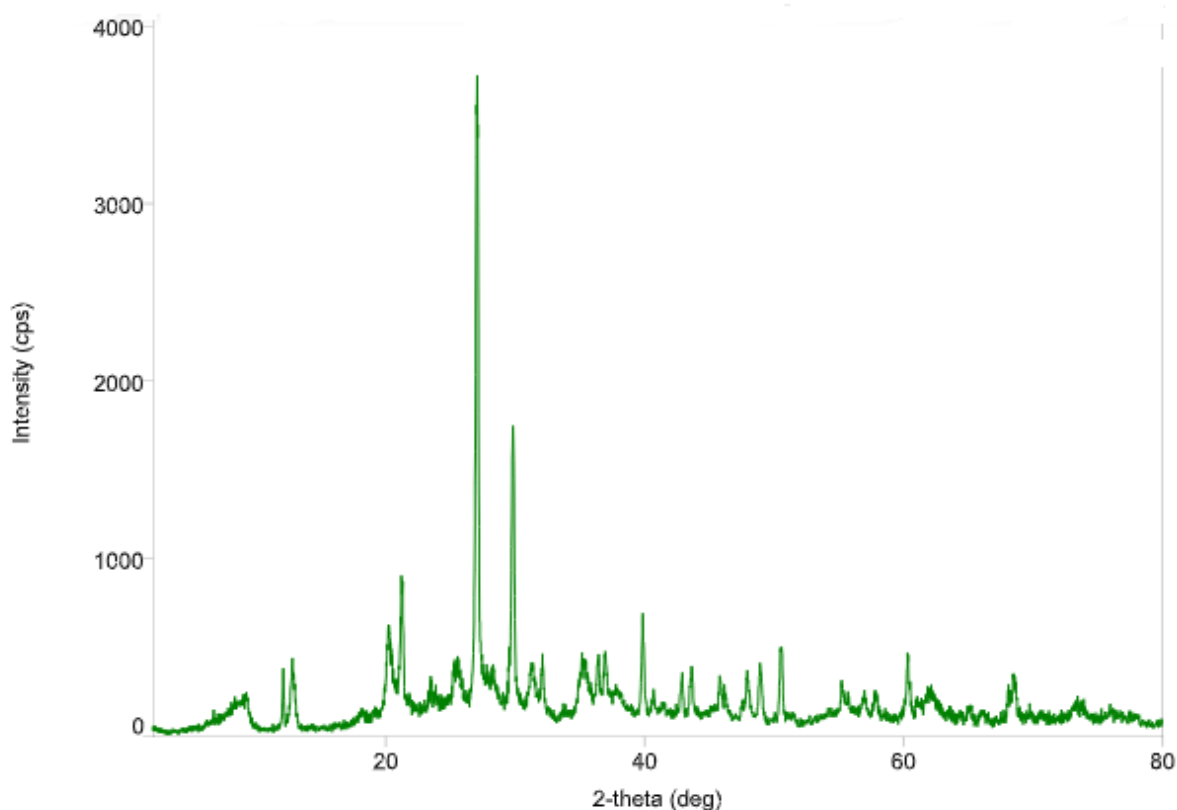
# **CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

**Tableau III.1** : Les principales bandes d'absorption Infra-rouge de l'argile brute.

Nombre d'onde $\bar{\nu}$ ( $\text{cm}^{-1}$ )	Attribution
3622.93, 3440.43	Vibration de valence de la liaison (OH)
1636.10, 1431.75	Vibration de déformation de liaison (OH)
1032.05	Vibrations de liaison de valence Si-O
779.29, 779.32, 712.92, 695.35	Correspond au quartz
874	Vibration de déformation des liaisons Si-O-Al
470.97, 523.12	Vibration de déformation des liaisons Si-O-M (M =Al, Mg)

## **II.2 Diffraction des rayons X :**

L'analyse par diffraction des rayons X permet de donner la distance réticulaire  $d_{001}$  qui est de 9.62 Å, le diffractogramme suivant montre le résultat de l'analyse (**Figure III.2**).



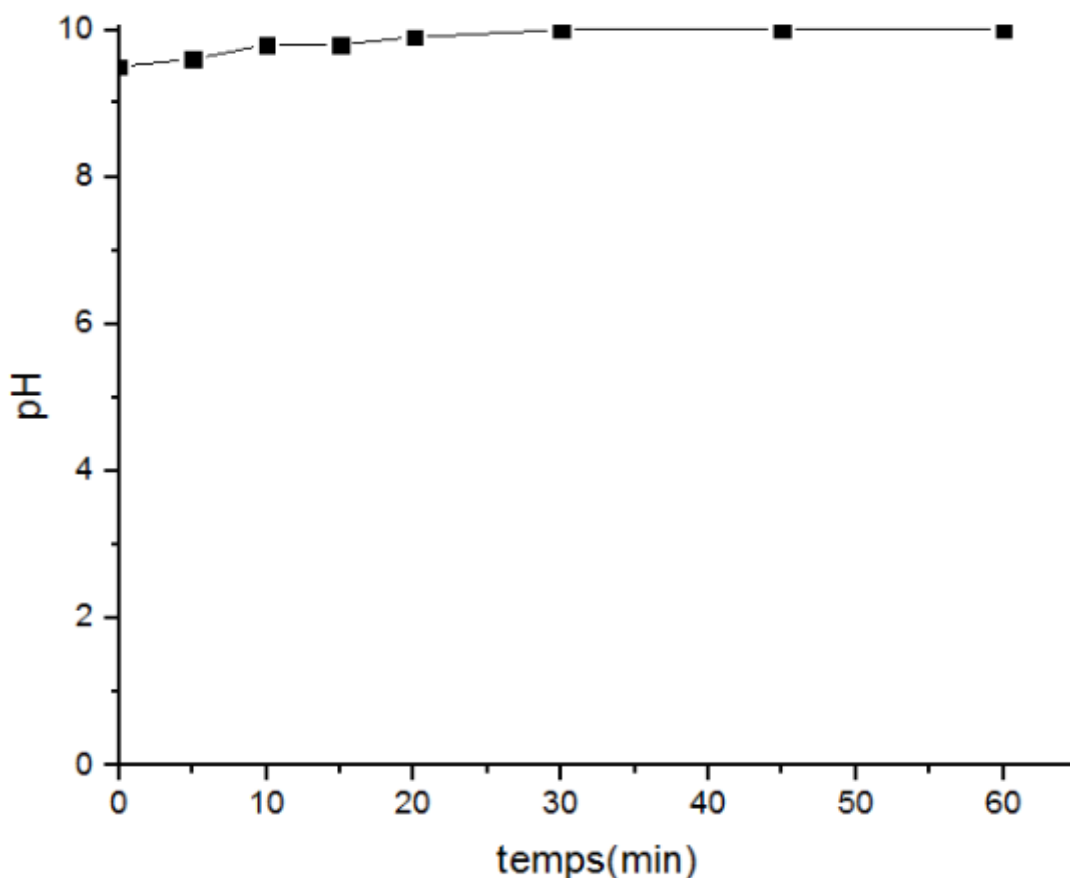
**Figure III.2** : Diffractogramme des rayons X de l'argile brute.

# **CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## **II.3 Détermination du pH de l'argile :**

Pour connaître le comportement de notre support, nous avons mis en contact notre adsorbant en présence d'eau distillée pendant une heure et nous avons suivi l'évolution du pH durant cette durée. Les résultats sont présentés dans la **figure III.3**.

D'après l'allure de la courbe, on constate que le pH de l'eau distillée a augmenté rapidement dès la première minute de contact puisque le pH a passé du 6.5 à 10, ce qui confirme un relargage des charges négatives présentées sur le colorant.



**Figure III.3** : Evolution du pH de l'eau distillée sur l'argile brute.

## **III. Etude de l'adsorbat (colorant) :**

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés sur l'élimination d'un colorant acide nommé réactif black 5 qui est sous forme de poudre très fine appartenant à la catégorie des colorants solubles dans l'eau.

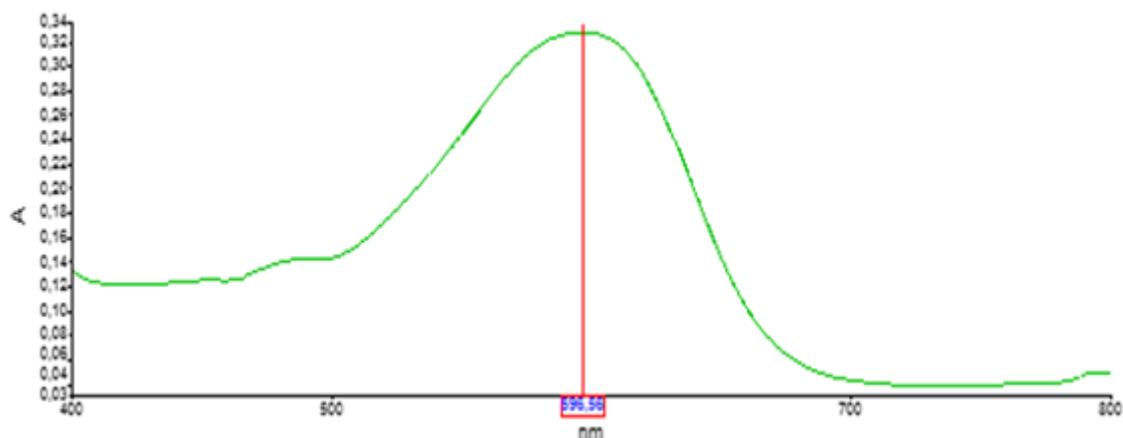
Avant de commencer notre travail de l'adsorption nous avons fait une première approche en déterminant les propriétés spectrophotométriques UV-visible de ce colorant tel que

## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

la détermination de la longueur d'onde maximale pour laquelle l'adsorption est maximale et la vérification de loi de Beer-Lambert.

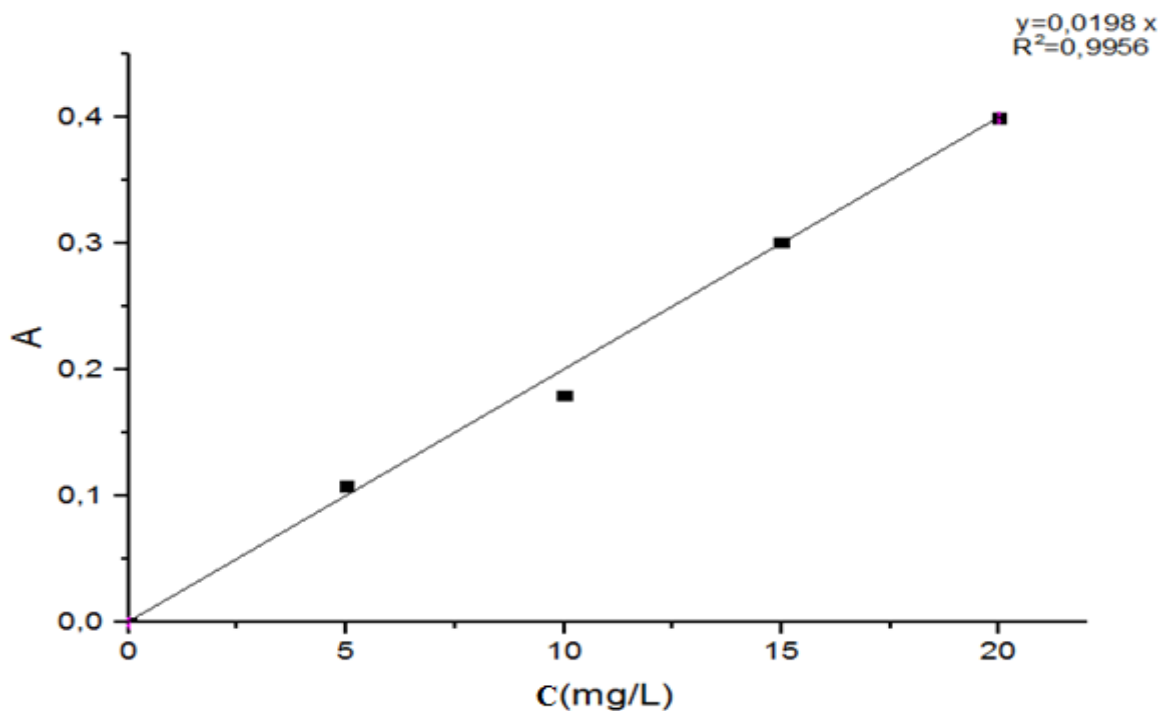
En effet, l'obtention de la longueur d'onde maximale du colorant a été effectuée à partir d'un balayage dans le domaine du visible (400-800 nm) d'après la **figure III.4**

$$\lambda_{\max} = 596,56 \text{ nm.}$$



**Figure III.4** : Détermination de la longueur d'onde maximale du RB5.

La courbe d'étalonnage a été obtenue à partir des solutions diluées de ce colorant sur la base de la longueur d'onde mentionnée. Cette courbe présente une bonne linéarité avec un coefficient de corrélation de 0.9956. La loi de Beer-Lambert est vérifiée dans le domaine étudié (**Figure III.5**).



**Figure III.5** : Courbe d'étalonnage du colorant RB5 à 596.56 nm.



# CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

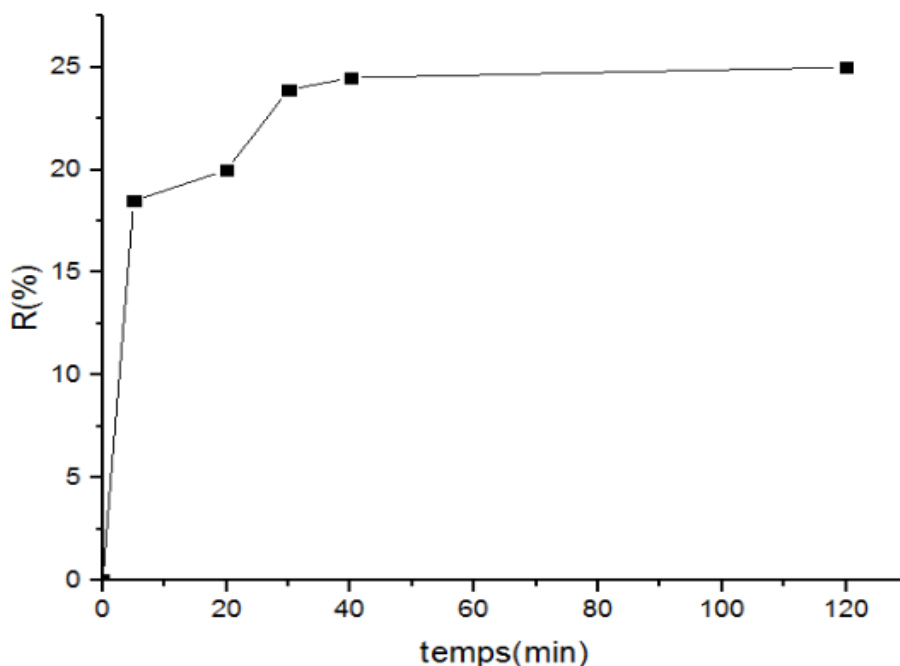
## IV. Etude cinétique de l'adsorption du colorant sur l'argile brute :

### IV.1 Effet du temps de contact :

Le temps du contact a un rôle important dans les études d'adsorption car il nous renseigne sur le temps nécessaire au système adsorbat-adsorbant pour atteindre le temps d'équilibre.

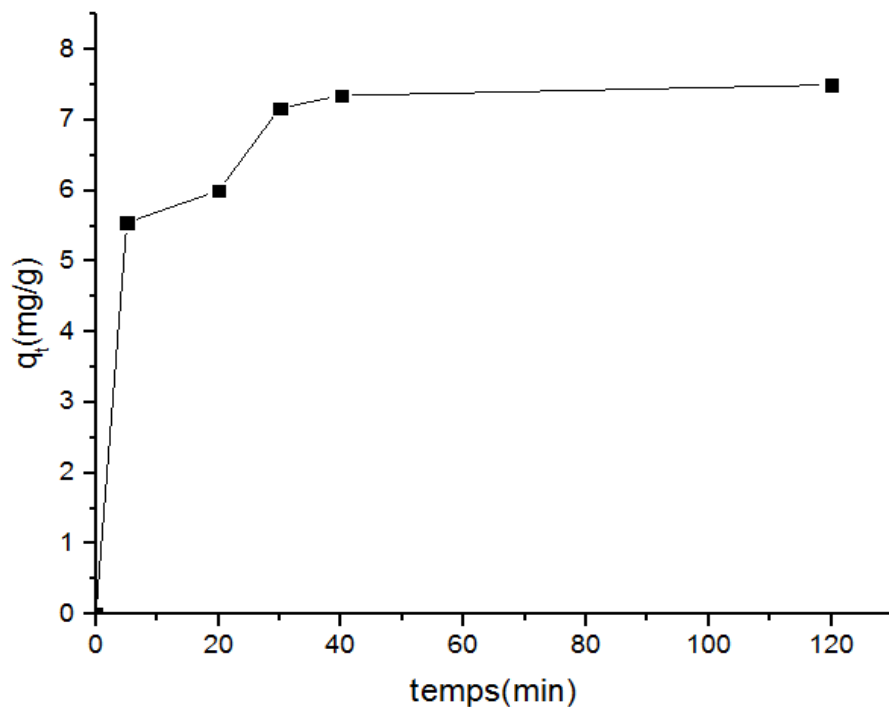
Comme l'illustre la figure III.6 qui représente le rendement d'élimination du colorant en fonction du temps et la figure III.7 qui représente l'évolution de la quantité adsorbée du colorant RB5 en fonction du temps. L'allure des deux courbes est caractérisée par une adsorption du colorant sur l'argile pendant les 5 premières minutes de contact ce qui correspond à un rendement de 18%, puis une augmentation d'adsorption lente jusqu'à 40 min puis devient quasiment stable avec un rendement d'adsorption de 24% traduit par une quantité adsorbée l'équilibre de 7.4 mg/g. Ce phénomène peut-être expliqué [60]:

- La première étape rapide correspond à un transfert du colorant vers la couche externe de l'adsorbant.
- La deuxième étape correspond à une diffusion lente du colorant vers la surface de l'adsorbant.
- La troisième étape lente concerne l'adsorption du colorant sur les sites actifs.



**Figure III.6 :** Cinétique d'adsorption du RB5 sur l'argile brute en fonction du rendement d'adsorption.

## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS



**Figure III.7 :** Cinétique d'adsorption du RB5 sur l'argile brute en fonction de la quantité adsorbée.

### V. Effet des paramètres :

#### **V.1 Effet du pH :**

Pour étudier l'effet du pH sur l'adsorption du réactive black 5 sur notre argile, nous avons varié le pH de 2 à 10, en utilisant une solution d'acide sulfurique  $H_2SO_4$  ou de la soude NaOH.

La figure **III.8** et la figure **III.9**, montrent que la meilleure adsorption est obtenue pour le pH=2, puis nous avons constaté une diminution remarquable de la quantité fixée à l'équilibre puisque cette quantité passe du 6.4 mg/g pour le pH=2 à 3.4 mg/g pour le pH=4 pour les pH alcalins nous avons une légère augmentation de la quantité fixée.

Pour le pH acide, on peut suggérer qu'il y a une compétition entre les ions  $H^+$  et le colorant, dans notre cas les ions  $H^+$  réagit avec les groupements fonctionnels du colorant. Ces ions  $H^+$  peut neutraliser les charges négatives relarguées par l'argile.

Pour le pH=8 et pH=10, cette diminution par rapport au pH=2 peut être expliquée par une neutralisation des groupements acides du colorant par les ions  $OH^-$  [61].

## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

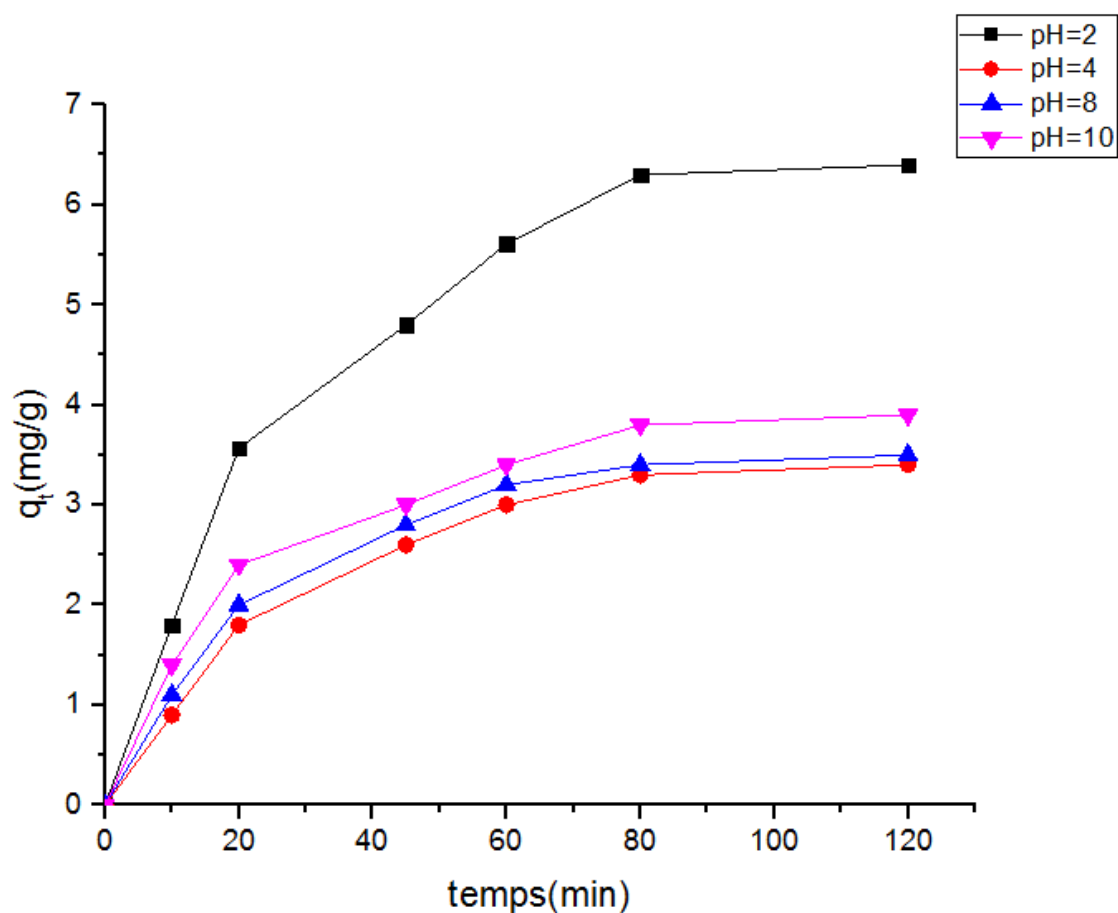


Figure III.8 : Cinétiques d'adsorption du colorant RB5 sur l'argile en fonction du pH.

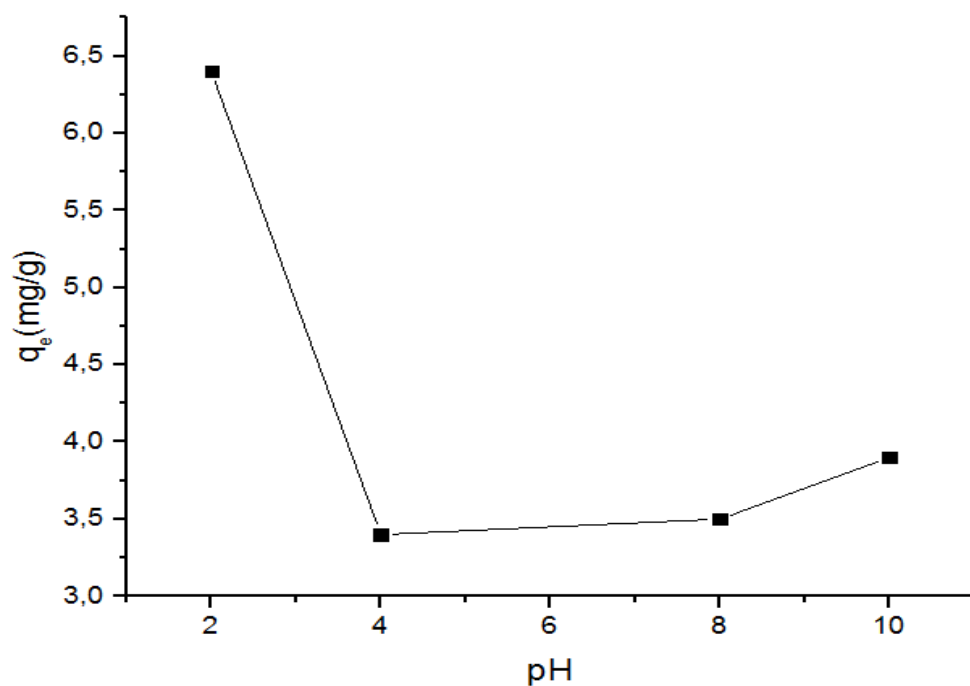


Figure III.9 : Influence du pH sur la quantité d'adsorption du colorant RB5 à l'équilibre.

# CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

## V.2 Effet de la masse :

Afin d'étudier l'influence de la masse de l'adsorbant sur la quantité adsorbée du colorant étudié, nous avons varié la masse de l'adsorbant de 0.5 à 2 g, les résultats sont représentés dans la figure III.10 et la figure III.11.

On constate que la capacité d'adsorption du colorant sur l'argile croît avec l'augmentation de la masse de l'adsorbant. Pour la masse de 0.5g la quantité adsorbée du colorant est de 5.4 mg/g puis nous avons constaté une augmentation pour la masse de 2 g puisque la quantité fixée du colorant est 12 mg/g. On explique cette augmentation de la quantité adsorbée par l'augmentation du nombre de site disponible sur la surface de notre argile [62].

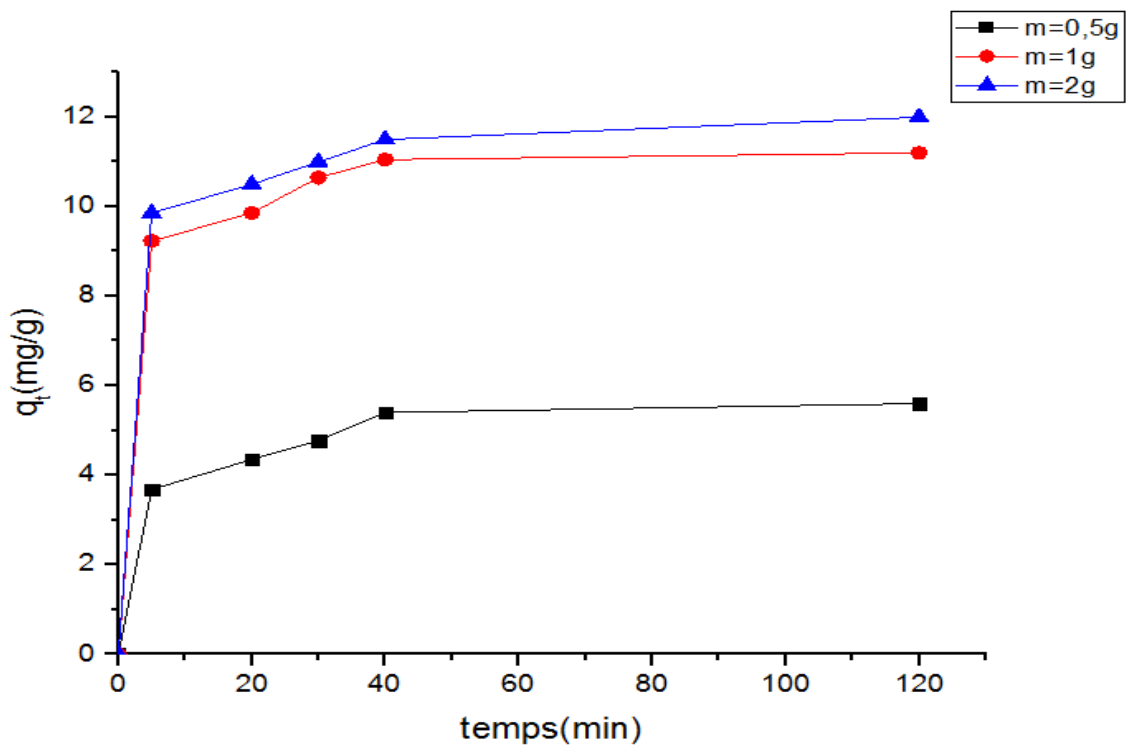
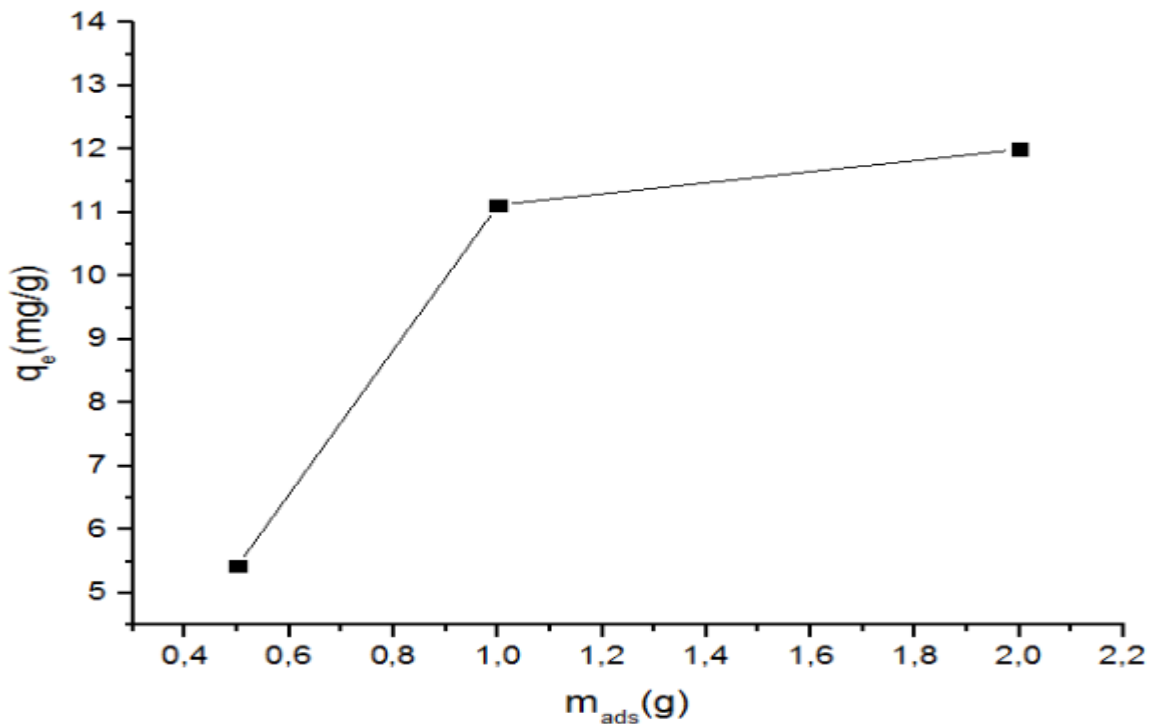


Figure III.10 : Cinétique d'adsorption du colorant RB5 sur l'argile en fonction de la masse.

## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS



**Figure III.11 :** Influence de la variation de la masse sur la quantité d'adsorption du colorant RB5 à l'équilibre.

### V.3 Effet de température :

L'effet de la température est un autre paramètre essentiel sur les processus d'adsorption, car elle peut modifier la capacité adsorption en jouant sur les interactions entre l'adsorbant et l'adsorbat [63].

Pour étudier ce paramètre, nous avons varié la température du 30 à 60 °C. Les résultats sont présentés dans la figure **III.12** et la figure **III.13**.

On observe que la quantité d'adsorption du RB5 sur notre argile diminue entre 30 à 60°C puisque cette quantité à passer de 5.6 à 4.6 mg/g.

## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

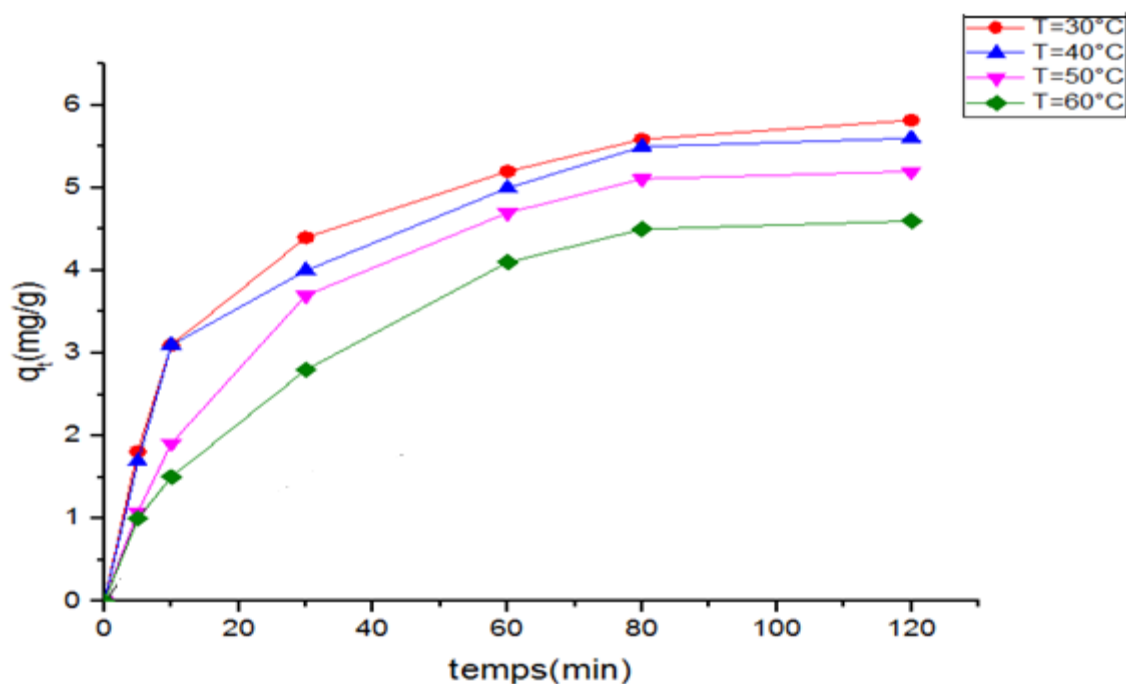


Figure III.12 : Cinétique d'adsorption du colorant RB5 sur l'argile en fonction de la température.

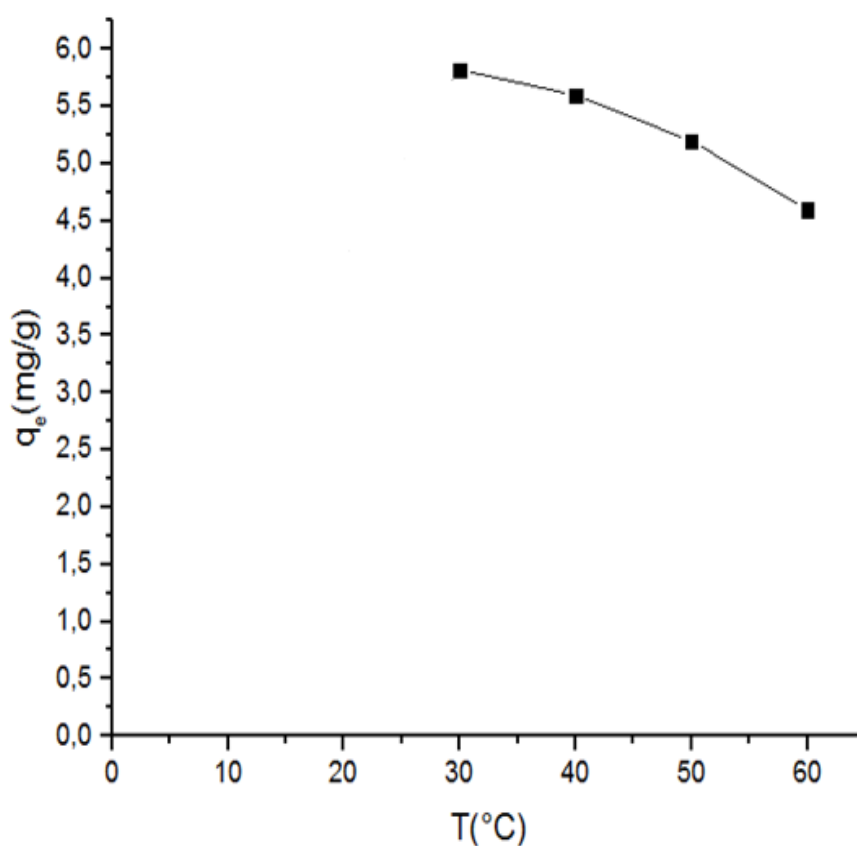


Figure III.13 : Influence de la variation de la température sur la quantité d'adsorption du colorant RB5 à l'équilibre.

# **CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## **V.3.1 Détermination des paramètres thermodynamiques :**

La détermination des paramètres thermodynamiques a pour objectif de déterminer les grandeurs thermodynamiques (l'enthalpie libre, l'enthalpie et l'entropie) :

-L'enthalpie libre ( $\Delta G$ ) : Renseigne sur la spontanéité du processus d'adsorption.

-L'enthalpie ( $\Delta H$ ) : Renseigne sur l'exothermicité ou l'endothermicité du processus d'adsorption.

-L'entropie ( $\Delta S$ ) : Renseigne sur le degré de désordre à l'interface solide-liquide.

Ces paramètres sont liés entre eux par les équations suivantes [64,65] :

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad \text{(III.1)}$$

$$\Delta G = -RT \cdot \ln K_c \quad \text{(III.2)}$$

$$\ln K_c = \frac{\Delta S}{R} - \frac{\Delta H}{RT} \quad \text{(III.3)}$$

$$K_c = C_e / C_0 - C_e \quad \text{(III.4)}$$

$\Delta G$  : La variation d'enthalpie libre (J /mol).

$\Delta H$  : Variation d'enthalpie (J /mol).

$\Delta S$  : Variation d'entropie (J /mol.K).

$R$  : La constante des gaz parfaits ( $R=8.314$  J / mol.K).

$T$  : La température (K).

$K_c$  : La constante d'équilibre.

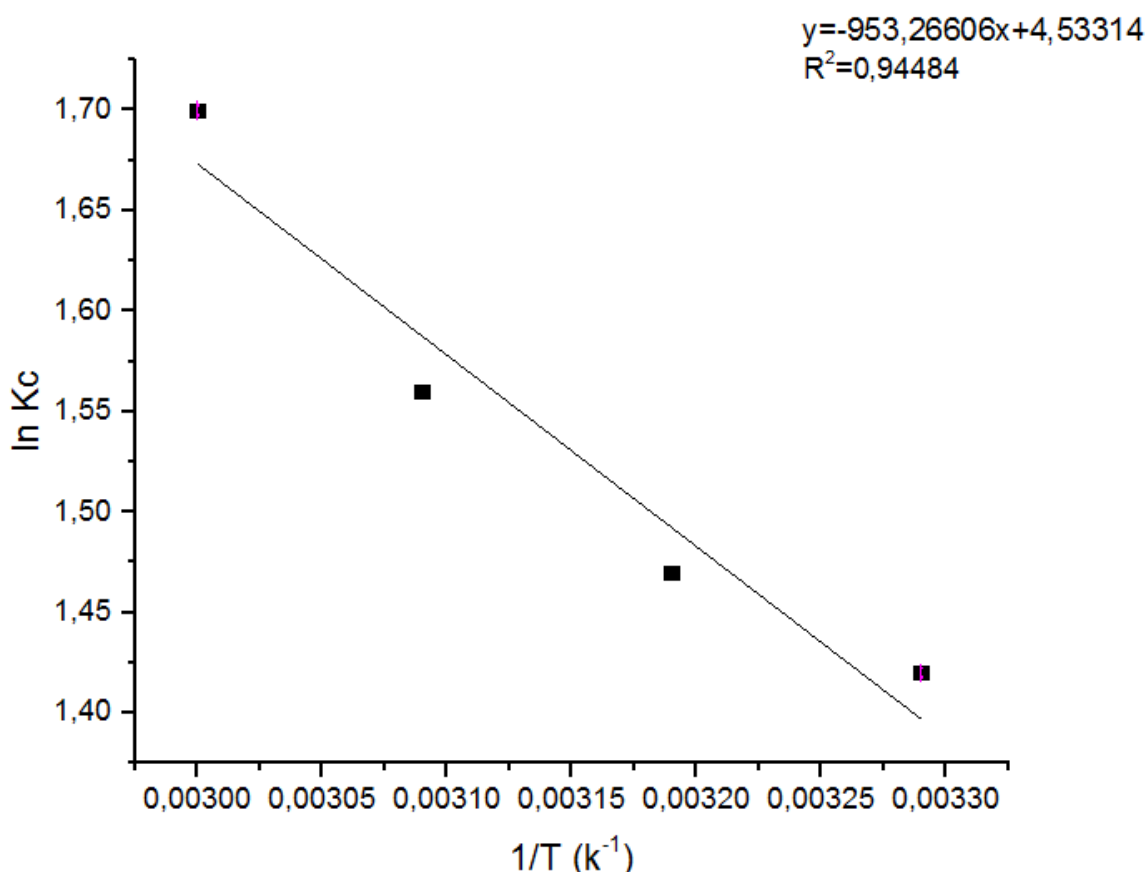
$C_0$  : Concentration initial de l'adsorbat.

$C_e$  : La concentration de l'adsorbat à l'équilibre.

La chaleur d'adsorption  $\Delta H$  et l'entropie  $\Delta S$  du colorant sur l'argile brute, sont déterminées graphiquement en représentant  $\ln K_c$  en fonction de l'inverse de la température du milieu en degré kelvin.

La courbe obtenue est une droite qui ne passe pas par l'origine et par conséquent on peut calculer le  $\Delta H$  et le  $\Delta S$ , les résultats sont présentés sur la Figure **III.14**.

## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS



**Figure III.14** : Courbe représentative de la variation de ln Kc en fonction de 1/T.

**Tableau III.2** : Les valeurs des grandeurs thermodynamiques de l'adsorption du réactif black 5 sur l'argile de Sbiaat.

Adsorbant	$\Delta H$ (KJ/mol)	$\Delta S$ (J/K.mol)	T (K)	$\Delta G$ (KJ/mol)	$R^2$
Argile	7.9254	37.6885	305.15	-2.7460	0.9448
			315.15	-3.8767	
			325.15	-4.2535	
			335.15	-4.6304	

D'après le tableau **III.2**, la valeur de  $\Delta H$  positive du colorant RB5 sur l'argile signifie que le processus d'adsorption est endothermique c'est-à-dire que le système absorbe de la chaleur du milieu extérieur. Par ailleurs, cette valeur de  $\Delta H$  est faible (<40 KJ/mol) donc il s'agit d'une adsorption physique qui mettrait en jeu des forces d'attraction faibles de types Van Der Waals.



## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

A propos de la valeur positive de l'entropie prouve que les molécules du colorant sont adsorbées d'une manière aléatoire sur la surface de matériau (augmentation du désordre).

D'autre part, la valeur négative d'enthalpie libre indique que le processus d'adsorption du colorant RB5 est spontané.

### VI. La modification de l'argile :

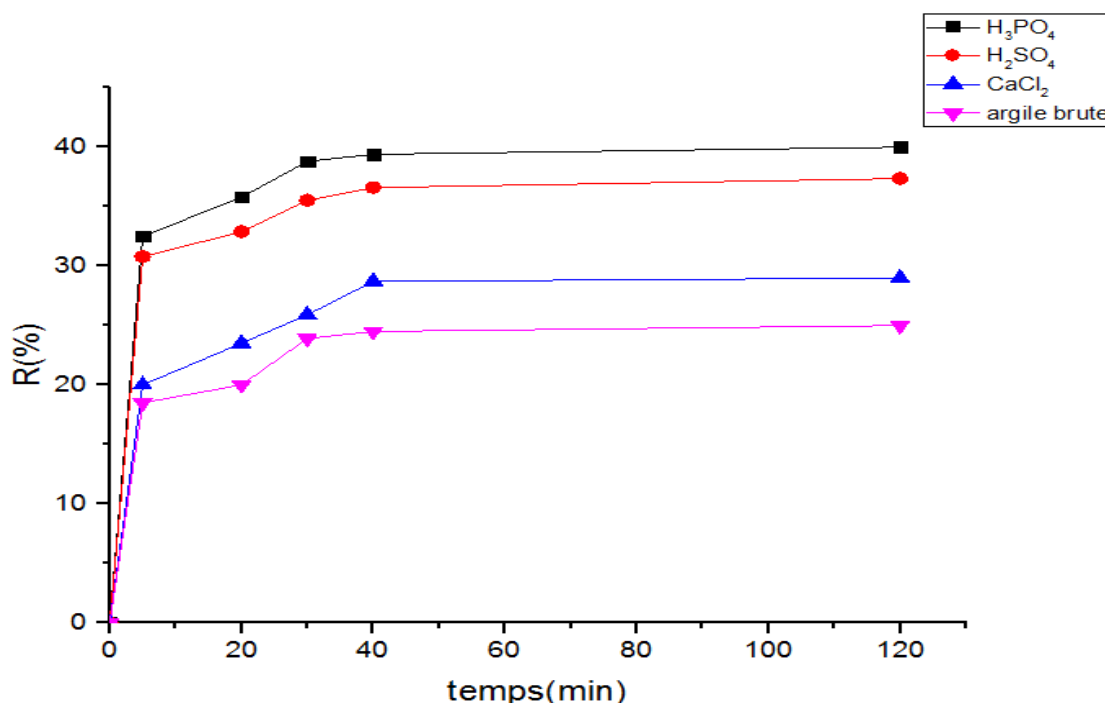
Dans le but d'améliorer la capacité d'adsorption de l'argile brute, nous avons procédé à l'activation de notre support argileux par l'ajout des acides tels que ( $H_3PO_4$ ,  $H_2SO_4$ ) ou  $CaCl_2$  afin d'apporter des modifications sur la structure de notre argile.

Les résultats de cette activation sont présentés sur la figure III.15 et la figure III.16.

Les résultats obtenus par  $H_3PO_4$ ,  $H_2SO_4$  et  $CaCl_2$  ont la même allure que celle de l'argile brute. La meilleure activation est obtenue avec l'acide phosphorique le rendement passe de 24 % (argile brut) à 40% suivi par l'acide sulfurique avec un rendement de 38% et enfin le chlorure de calcium avec un rendement de 27%.

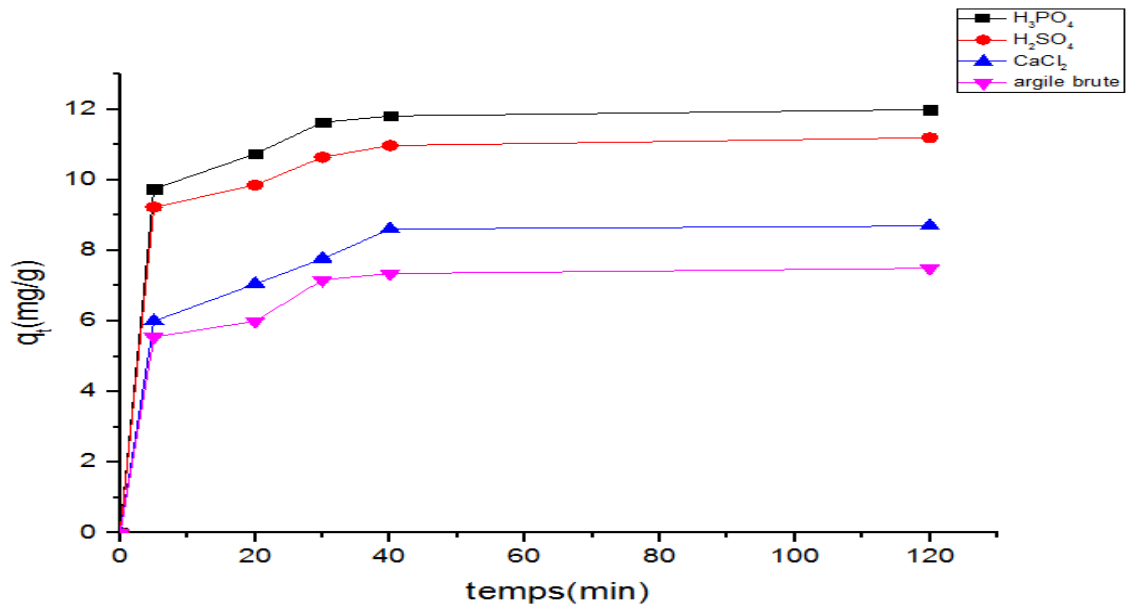
Les acides utilisés peuvent éliminer toutes les impuretés présentées sur la surface de notre argile et rendre ainsi la surface plus disponible [66].

Pour le  $CaCl_2$ , le  $Ca^{2+}$  en solution peut réagir avec les espèces négatives relarguées par notre support ce qui rend le colorant plus disponible à l'adsorption.



**Figure III.15 :** Cinétique d'adsorption du RB5 sur les argiles activées en fonction du rendement.

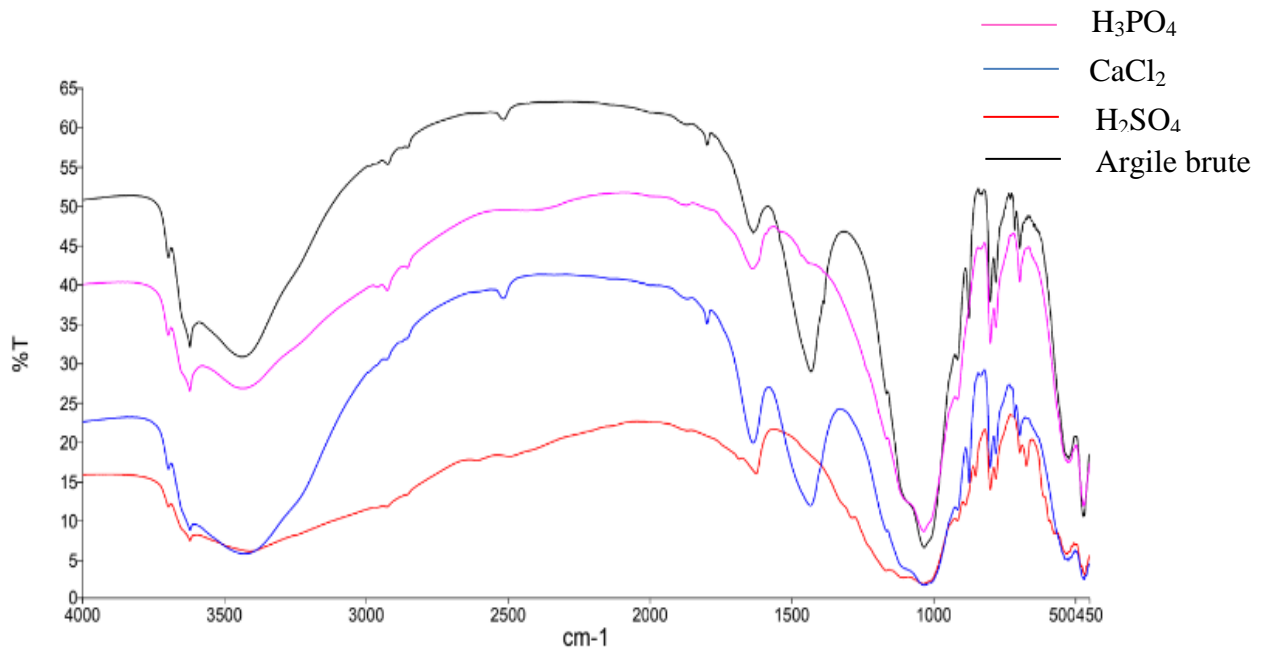
# CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS



**Figure III.16 :** Cinétique d'adsorption du RB5 sur les argiles activées en fonction de la quantité adsorbée.

## VI.1 Spectres infra rouge de l'argile activée :

Les spectres IR enregistrés dans le KBr pour les argiles activées montre les différentes bandes d'adsorption caractéristiques. Les spectres obtenus ont été enregistrés entre 4000 et 400  $cm^{-1}$ .



**Figure III.17 :** Les spectres FTIR des argiles activées.

## **CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

Le tableau III.3, montre les bandes caractéristiques de l'argile brute et activée :

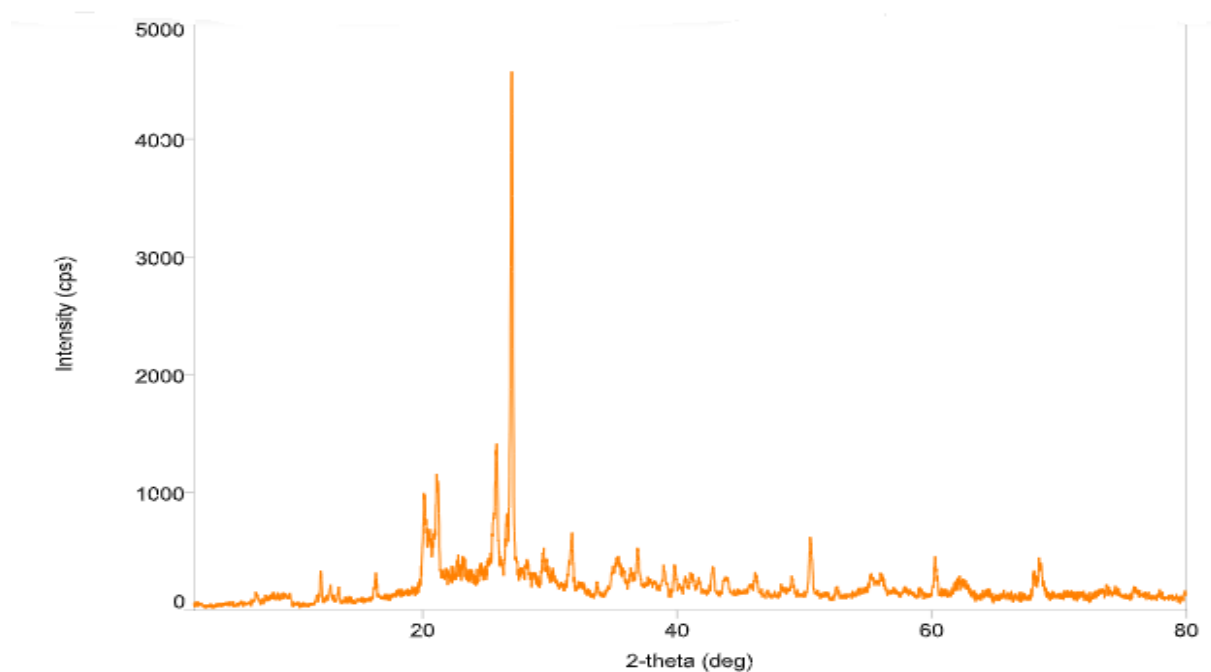
**Tableau III.3** : Les principales bandes d'absorption Infra-rouge d'argile brute et activée.

Attribution	Nombre d'onde $\bar{\nu}$ (cm <sup>-1</sup> )			
	<i>L'argile brute</i>	<i>L'argile modifiée par acide sulfurique</i>	<i>L'argile modifiée par acide phosphorique</i>	<i>L'argile modifiée par chlorure de calcium</i>
Vibration d'élongation du groupement hydroxyle-OH lie de l'eau constitution	3622.93, 3440.43	3622.80, 3413.29	3623.25, 3442.03	3622.65, 3436.81
Vibration de déformation de la liaison OH <sup>-</sup> dues aux molécules d'eau adsorbées entre les feuillets	1636.10, 1431.75	1625.25	1639.61	1635.83, 1433.20
Caractérise les vibrations de de valence de la liaison Si-O	1032.05	1168	1034.88	1031.78
Caractéristique de la présence d'impuretés. Elles se manifestent par des épaulements qui correspondent à la présence du quartz	779.29, 779.32, 712.92, 695.35	779.36, 671.95, 695.11	779.33, 798.82, 695.09	779.34, 713.01, 695.10, 779.06
Vibration de déformation des liaisons Si-O-Al (La présence d'aluminium en position tétraédrique)	874	851.11, 886.47		873.92
Vibration de déformation des liaisons Si-O-M (M désigne les métaux Al, Mg en position octaédrique)	470.97, 523.12	528.0, 467.73	470.63, 526.67	467.55, 535.96

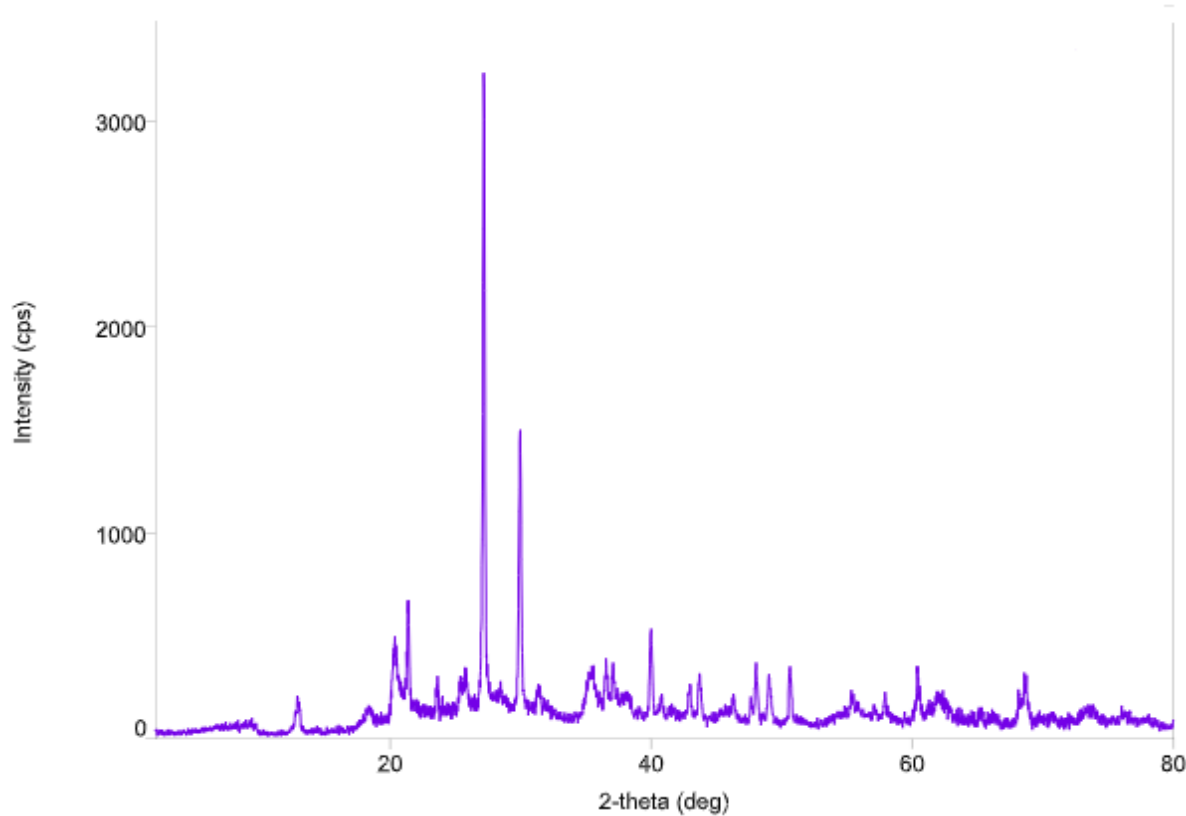
# **CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS**

## **VI.2 Diffractogramme de rayons X de l'argile activée :**

Les diffractogrammes obtenus pour les argiles activées sont représentés sur les figures, **III.18, III.19, III.20** :

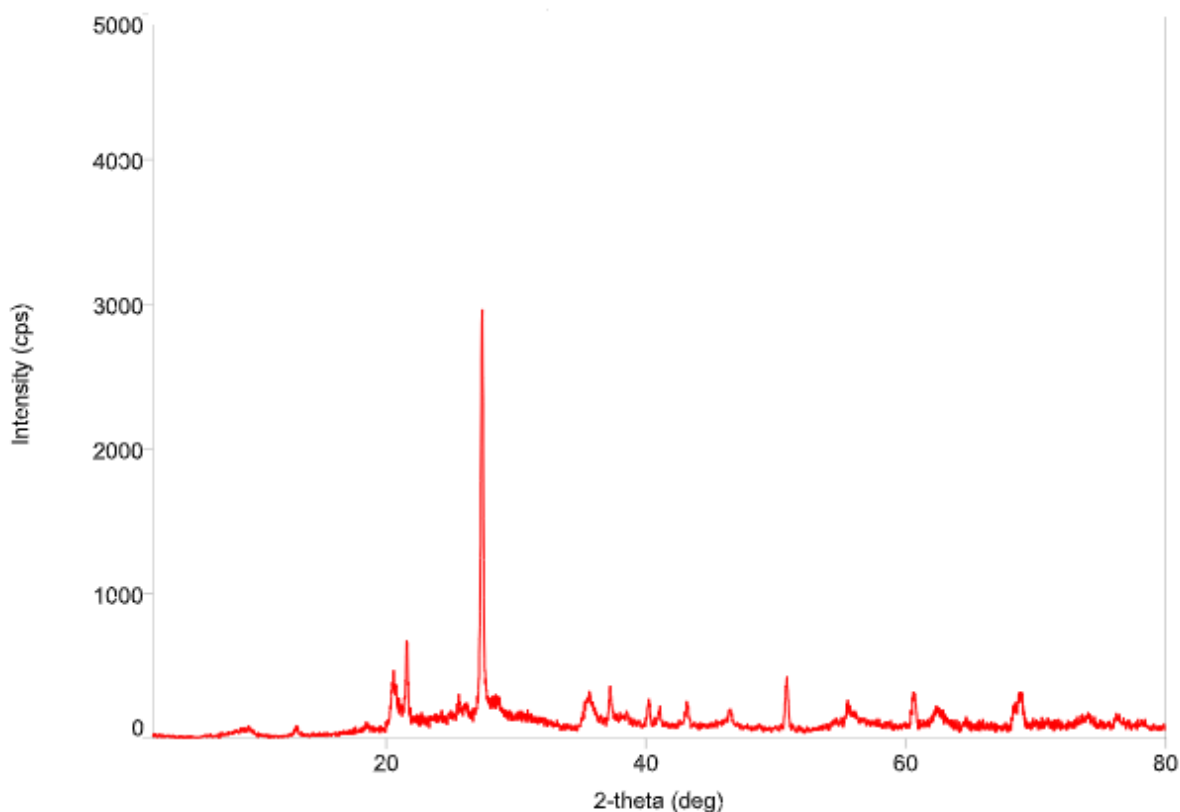


**Figure III.18** : Diffractogramme des rayons X de l'argile activé par H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.



**Figure III.19** : Diffractogramme des rayons X de l'argile activé par CaCl<sub>2</sub>.

## CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS



**Figure III.20 :** Diffractogramme des rayons X de l'argile activé par  $H_3PO_4$ .

Les spectres de DRX, nous a permis de donner les distances réticulaire  $d_{001}$  des différentes argiles modifiées. D'après le tableau **III.4** nous avons constaté un léger changement de cette distance par rapport à l'argile brute.

**Tableau III.4 :** Les résultats des distances réticulaire  $d_{001}$  (Å) des argiles utilisées.

L'argile	Distance réticulaire $d_{001}$ (Å)
Brute	9.62
Activé par $H_2SO_4$	7.35
Activé par $CaCl_2$	9.47
Activé par $H_3PO_4$	9.50

---

## *Conclusion générale*

---

## Conclusion générale

Le thème d'adsorption met en jeu trois disciplines : chimie des matériaux ( utilisation de l'argile), génie du procédé (adsorption) et environnement (traitement des eaux colorées).

Notre choix est ciblé sur le colorant black 5 (RB5) qui est un colorant de synthèse employé dans l'industrie de textile.

Les résultats de notre travail au niveau du laboratoire confirme que l'argile présente une affinité pour le colorant black 5 ( RB5).

Dans la première étape, on a réalisé les spectres IR et DRX pour l'argile et déterminé les paramètres spectrophotométrie du colorant (détermination de  $\lambda_{\max}$  et vérification de la loi de Beer Lambert).

Dans la deuxième étape, on a étudié l'influence des différents paramètres sur l'adsorption ( Le temps de contact, le pH de la solution colorée, la masse de l'adsorbant et la température ) sur l'argile brute.

Notre étude a montré les conditions optimales qui sont :

- ❖ Un temps d'équilibre d'adsorption est de 40 min.
- ❖ Un pH fixé à 2.
- ❖ Une masse de l'adsorbant de 2 g.
- ❖ Une température de 30°C.

Cette adsorption est une adsorption physique, endothermique et spontanée.

Dans la dernière étape, la modification par les acides (  $H_2SO_4$  et  $H_3PO_4$  ) ou  $CaCl_2$  a montré une légère augmentation de l'adsorption du colorant à l'équilibre.

A la fin, on peut conclure que l'argile est un support naturel ayant un pouvoir adsorbant intéressant qui peut remplacer les matériaux commerciaux très coûteux.

---

# *Perspective*

---



## **Perspective**

- ❖ Etablir un plan d'expérience  $3^3$  pour connaître les effets d'interaction des paramètres étudiés.
- ❖ Approfondir les études sur notre argile en utilisant des techniques d'analyses (MEB, BET).
- ❖ Application de l'argile pour des rejets industriels réels.

---

*Références  
Bibliographiques*

---

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [1] **P. Chavanne, (2011).** 200 remèdes à l'argile, Edition First, p : 11.
- [2] **F. Hernot, (2016).** L'argile, son utilisation a l'officine, Thèse de doctorat, Université Angers-France.
- [3] **D. Benkhalifa, F. Krimi, M. Younes, (2017).** A pour la protection de l'environnement, Mémoire de master, Université d'Adrar.
- [4] **O. Berez, (2015).** Dépollution par l'argile naturelle d'effluents teinturiers-Etude expérimentale et modélisation du processus d'adsorption/désorption en réacteur fermé et en colonne de percolation, Thèse de doctorat, Université de Strasbourg.
- [5] **Y. Bentahar, (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 Sophia Antipolis- Nice.
- [6] **M..A. Khalla, (2021).** Elaboration et caractérisation des nanomatériaux à partir de l'argile locale et application dans le traitement des rejets industriels, Mémoire de master, Université de 8 mai 1945-Guelma.
- [7] **C. Farmer, (1974).** Layered silicates, The Infrared Spectra of Minerals, Monograph Mineralogical Society, 4 P 331-363.
- [8] **R. Morel, (1989).** Les sols cultivés, Edition Technique et documentation–Lavoisier, Paris, France.
- [9] **S. Laribi, J.M. Fleureau, J. L. Grossiord, N. Kbir-Ariguib. (2005).** Comparative yield stress determination for pure and interstratified smectite clays. Rheol. Acta, 44 P 262-269.
- [10] **J. Wakim, (2005).** Influence des solutions aqueuses sur le comportement mécanique des roches argileuses, Thèse de doctorat, Université de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [11] **N. Zerari, (2019).** Synthèse bibliographique des métaux lourds et leur piégeage par adsorption sur des argiles, Mémoire de master, Université Mohamed Khider-Biskra.
- [12] **S. Zeggai, L. Kherchouche, (2018).** Etude de l'adsorption d'un colorant textile en solutions aqueuses sur un charbon actif, Mémoire de master. Université de Khemis Miliana
- [13] **K. Mokedemi, (2017).** Etude spectroscopique d'un charbon actif par H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>,

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- Activation, Mémoire de master, Université Abdelhamid ben Badis de Mostaganem.
- [14] **K. Tizaoui, (2019)**. Elimination des métaux lourds en solution aqueuse par des argiles Algériennes, Thèse de doctorat, Université Abou-Bekr Belkaid , Tlemcen.
- [15] **N. Abidi, (2015)**. Interactions argiles naturelles –effluents teinturiers –Influence des propriétés de surface des argiles et mécanismes d’adsorption des colorants, Thèse de doctorat, Université de Strasbourg.
- [16] **O. Borass, (2003)**. Propriétés adsorbantes d’argile pontes organophiles : synthèse et caractérisation, Thèse de doctorat, Université de Limoges, France.
- [17] **H. Belhadj, S. Nouali, (2016)**. Optimisation d’une méthode de dosage: spectrométrie d’absorption atomique électrothermique pour la détermination du cadmium, Mémoire de master, Université Abou-Bekr Belkaid ,Tlemcen.
- [18] **I. BELBACHIR, (2018)**. Modification de la Bentonite de Maghnia et Applications dans l’adsorption de colorants textiles et de métaux lourds, Thèse de doctorat, Université AbOU- Bekr Belkaid ,Tlemcen.
- [19] **F. Batana, M. Taouti, A. Guibadj, (2019)**. Cinétique de l’adsorption du bleu méthylène sur bentonite brute et traitée, Algerian journal of Environmental science and technology, 5(4) P 1113-1120.
- [20] **A. Bennani Karim, B. Mounir, M. Hachkar, M. Bakasse, A. Yaacoubi, (2010)**. Élimination du colorant basique "Bleu de Méthylène" en solution aqueuse par l’argile de Safi, Revue des sciences de l'eau, Journal of Water Science, 23 (4)P 375-388.
- [21] **A. Boulmogh, Y. Berredjem, N. Bensid, K. Guerfi, A. Gheid, (2006)**. Adsorption des colorants textiles par une argile modifiée, Annales de la faculté des sciences et sciences de l’Ingénieur, 1 (1) P 9-13.
- [22] **S. Guiza, M. Bagane, (2013)**. Étude cinétique de l’adsorption du rouge de Congo sur une bentonite. Revue des sciences de l'eau, Journal of Water Science, 26 (1) P 39-50.
- [23] **H. Li, L. Yang, R. Tang, Y. Hou, Y. Yang, H. Wang, H. Han, J. Qin, Q. Li, Z. Li, (2013)**. Organic dyes incorporating N-functionalized pyrrole as conjugated bridge for dye-sensitized solar cells: convenient synthesis, additional withdrawing group on the  $\pi$ -bridge and the suppressed aggregation, Dyes and Pigments, 99 P 863-870.
- [24] **P. Par, L.H. Eddine, (2014)**. Structure électronique et propriété chimique des molécules organiques de colorants azoïque, et leur complexation métalliques, Mémoire

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- de master, Université Larbi Ben M'hidi -Oum EL Bouaghi.
- [25] **A. Zennaki, (2017).** Préparation de composites argiles/polymère, Application à l'adsorption des colorants, Mémoire de master. Université Abou-Bakr Belakid, Tlemcen.
- [26] **D. Chawki, (2014).** Experimentation, modelisation et optimisation de l'adsorption des effluents textiles, Thèse de doctorat, Université de Biskra-Mohamed Khider.
- [27] **F. Z. Saidi, (2013).** Elimination du Bleu de Méthylène par des Procédés d'Oxydation Avancée, Mémoire de magister, Université Abou-Bakr Belkaid, Tlemcen.
- [28] **N.E.H . BEN MESSAOUD, (2019).** Possibilité d'élimination d'un colorant diazoïque(Rouge Congo) par coagulation-floculation, Mémoire de master, Université Mohamed khider, Biskra.
- [29] **M. N. Nait , (2014).** Application des tiges de dattes dans l'adsorption de polluants organique,Mémoire de magister, Université Mohamed Cherif Massaadia, Souk-Ahras.
- [30] **S. Ammari, A. Messioughi, (2018).** L'adsorption préférentielle et améliorée de différents colorants ; rouge de crésol, bleu d'évans, méthyle d'orange et vert de méthyle sur différentes nanoparticules d'oxyde de fer dans un milieu aqueux : une étude comparative, Mémoire de master. Université Echahid Hamma Lakhdar-El oued.
- [31] **S. Rebouh, (2017).** Impact de la pollution de l'air provoquée par la cimenterie tahardjouad sur la santé et le cadre bâti, .Mémoire de magister, Université Mentouri-Constantine.
- [32] **C.M. Haidar, (2014).** Evaluation de la qualite de l'eau du bassin superieur de la riviere du litani, liban: approche hydrogeochimique, Thèse de doctorat, Université de Lorraine, France.
- [33] **N. ALANE, (2007).** Récupération des composants des catalyses ZNO/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/et R62 PT- RE/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> par lixiviation, Thèse de doctorat, Université de Annaba-Badji Mokhtar.
- [34] **A. Adingra, A. Kouassi, (2011).** Pollution en lagune Ebrié et ses impacts sur l'environnement et les populations riveraines.F, Tech. & Doc. Vulg, 15 P 48-53.
- [35] **H. El Haissoufi, S. Berrada, M. Merzouki, & A.E.O. Lalami, (2011).** Pollution des eaux de puits de certains quartiers de la ville de Fès, Maroc, Revue de microbiologie industrielle sanitaire et environnementale, 5(1) P 37-68.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [36] **D.L. Wetzel, E.S. Van Vleet, (2003).** Persistence of petroleum hydrocarbon contamination in sediments of the canal in Venice, Italy: 1995 and 1998, *Marine Pollution Bulletin*, 46 P 1015-1023.
- [37] **G. Millot, L. Helwig , R. Jost, (1960).** Pollution des nappes aquifères par les hydrocarbures. Trois cas de pollution dans nos régions. In: *Bulletin du Service de la carte géologique d'Alsace et de Lorraine*, tome, 13 (1) P 63-70.
- [38] **M. Benyakhlef, S. Naji, D. Belghyti, (2007).** Caractérisation des rejets liquides d'une conserverie de poissons, *Bull. Soc. Pharma. Bordeaux*, 146 P 225-234.
- [39] **S. A. Jassim, M. A. Naji, (2010).** In vitro Evaluation of the Antiviral Activity of an Extract of Date Palm (*Phoenix dactylifera L.*) Pits on a Pseudomonas Phage, *evid based compement alternat Med*, 7(1) P 57–62.
- [40] **M. Lafendi, (2017).** Recherche de quelques métaux lourds chez la crevette et le calamar importés et commercialisés à Tlemcen .Mémoire de master, Université de Tlemcen.
- [41] **E. Tales, J. Belliard, S. Beslagic, F. Stefani, G. Tartari, et al, (2017).** Réponse des peuplements de poissons à l'urbanisation et aux altérations anthropiques à long terme des cours d'eau. Lestel, L.; Carré, C. *Les rivières urbaines et leur pollution*, Quae-NSS Dialogues, P 242-252.
- [42] **C. FAYE, (2017).** Les défis de la pollution de l'eau, une menace pour la santé publique : Atouts et défauts des lois et politiques de l'eau au Sénégal, *Larhyss Journal*, N°32 P 107-126.
- [43] **V.K. Gupta, I. Ali, T.A. Saleh, A. Nayaka, S. Agarwal, (2012).** Chemical treatment technologies for waste-water recycling. *RSC Advances*, 2(16) P 6380–6388.
- [44] **G. Crini, P.M. Badot, N. Morin-Crini, G. Torri, (2007).** Les principales techniques d'épuration des eaux industrielles polluées : une revue récente des méthodes proposées dans la littérature. *Traitement et épuration des eaux industrielles polluées : Procédés membranaires, bioadsorption et oxydation chimique*, Presses universitaires de Franche-Comté, P 15-62.
- [45] **Y. Mokhbi, (2011).** Réalisation d'un prototype expérimental d'un réacteur photocatalytique pour une éventuelle utilisation dans les procédés de dépollution, Mémoire de magister, Université Kasdi Merbah, Ouargla.
- [46] **M. Douadi, A. Medakene, (2017).** Etude de l'adsorption d'une eau polluée par des

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIES**

- hydrocarbures sur charbon actif, Mémoire de Master, Université Kasdi Merbah, Ouargla.
- [47] **M.R. RAhimi Kooh, L.B.L Lim, M. Khairud Dahri, L.Hoom Lim, J.M.R. Sarath Bandara, Azollapinnata, (2015).** An efficient low materiel for removal of methyl violet 2B bu using adsorption method, waste and biomass valorarisation, 6 P 547-559.
- [48] **S. Ghali, (2008).** Etude de la carbonisation d'un précurseur végétal, les noyaux d'olives, utilisation dans le traitement des eaux, Mémoire de Magister. Université du 20 aout 1955, Skikda.
- [49] **A. Haneche, S. Hafsi, (2017).** Evaluation et optimisation des paramètres affectantl'adsorption d'un colorant sur une argile locale, Mémoire de master, Université Larbi Ben M'hidi, Oum EL Bouaghi.
- [50] **J. Zajac, (2019).** Mecanismes d'adsorption d'un gaz par un solide et concept de sites réactifs de surface, plateforme d'analyse et caractérisation (P.A.C BALARID), Fédération de recherche chimie Balard –FR3105.
- [51] **C. S. Arris, (2008).** Etude expérimentale de l'élimination des polluants organiques et inorganiques par adsorption sur des sous-produits de céréales, Thèse de doctorat, Universitéde Mentouri Constantine.
- [52] **N. Lamri, (2010).** Elimination du colorant orange II en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption, Mémoire de magister, Université Mentouri Constantine.
- [53] **N. Boualla, A. Benziane, (2011).** Etude expériméntale sur l'élimination des nitrates par adsorption sur des argiles activées et non activées de la Sebkhha d'oran, Afrique science 07 (2) P 56-73.
- [54] **T. Yahiaoui, (2018).** Contribution à l'étude de l'élimination des colorants textiles par adsorption sur des matériaux naturels traités, Thèse de doctorat, Universite Ferhat Abbas- Setif.
- [55] **C.H. Giles, D. Smith, A.A. Medjani, (2017).** Adsorption du bleu méthylène par le charbon actif et l'argile, Mémoire de Master, Université Larbi Ben M'hidi, OUM El Bouaghi.
- [56] **C.H. Giles, D. Smith, A. Huitson, (1974).** A general treatment and classification of the solute adsorption isotherm. I. Theoretical, Journal of colloid and interface science,

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIES**

- 47 P 755-765.
- [57] **D. Jager, D. Kupka, M. Vaclavikova, L. Ivanicova, and G. Gallios (2018).** Degradation of Reactive Black 5 by electrochemical oxidation, *Chemosphere*, 190 P 405-416.
- [58] **L. C. Ferreira, M. S. Lucas, J. R. Fernandes, et P. B. Tavares (2016).** Photocatalytic oxidation of reactive black 5 with UV-A LEDs, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 4 P 109-114.
- [59] **A.S Agoudjil (2019),** adsorption d'un colorant bleu de methylene en solution aqueuse sur un bioadsorbant issu de dechets agricoles (Ecorse d'orange), mémoire de master, Université L'arbi Ben M'hidi, Oum EL Bouaghi.
- [60] **L. Lian, L. Guo, C. Guo, (2009).** Adsorption of Congo red from aqueous solutions onto Ca-bentonite, *Journal of Hazardous Materials*, 161 P 126–131
- [61] **L. Chen, et al, (2018).** A large-area free-standing graphene oxide multilayer membrane with high stability for nanofiltration applications, *Journal Chemical Engineering*, 345 P 536–544.
- [62] **K.D. Belaid et S. Kacha (2011).** Étude cinétique et thermodynamique de l'adsorption d'un colorant basique sur la sciure de bois, *Journal of Water Science*, Vol 24 N° (2), P 131-144.
- [63] **T.Yahiaoui, (2018).** Contribution à l'étude de l'élimination des colorants textiles par adsorption sur des matériaux naturels traités, Thèse de doctorat, Université Ferhat Abbas-Setif.
- [64] **S. H. Lin et R. S. Juang (2002).** Heavy metal removal from water by sorption using surfactant modified montmorillonite, *Journal of Hazardous Materials*, 92 P 315-326.
- [65] **M.G.A. Vieira, A.F. Almeida Neto, M.L. Gimenes , M.G.C. da Silva (2010).** Sorption kinetics and equilibrium for the removal of nickel ions from aqueous phase on calcined Bofe bentonite clay, *Journal of Hazardous Materials*, 177 P 362-371.
- [66] **I.Belamri, S.Hioul, (2019).** Synthèse de molécules pharmaceutique par catalyse hétérogène en présence de la montmorillonite traitée, mémoire de master, université de Jijel.



## الملخص :

الماء هو الحياة ، ويجب حمايته من الملوثات المختلفة مثل الأصباغ غير القابلة للتحلل مثل الكواشف السوداء 5. للتعامل مع هذه المشكلة ، يتم تنفيذ العديد من إجراءات معالجة مياه الصرف الصحي ، ولا سيما تقنية الامتزاز. الهدف من هذه الدراسة هو اختبار فعالية الممتزات الطبيعية (الطين) في إزالة الصبغة السوداء التفاعلية 5. الامتزاز هو تقنية يعتمد أدائها على عدد عوامل منها (درجة الحموضة والكتلة ودرجة الحرارة). واختتمت هذه الدراسة بدراسة حركية وديناميكية حرارية، هذه الدراسة تبعت بتغيرات في ما يخص هيكل الطين باستخدام حمض الفوسفوريك ، حمض الكبريتيك و كلوريد الكالسيوم، أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها في المختبر أن الطين لديه القدرة على معالجة المياه الملوثة. الكلمات الدالة: الكواشف السوداء5، الامتزاز، الطين.

## Résumé :

L'eau c'est la vie, on doit la protéger contre les différents polluants comme les colorants non biodégradables tel que réactifs black 5. Pour faire face à ce problème plusieurs procédés de traitement des eaux usées sont mis en œuvre en particulier la technique d'adsorption. L'objectif de cette étude est de tester l'efficacité d'un adsorbant naturel (argile) d'éliminer le colorant réactif black 5. L'adsorption est une technique dont la performance dépend d'un certain nombre de paramètres (pH, masse et température). Cette étude a été conclue par une étude cinétique, thermodynamique et complétée par l'activation du support à l'aide de  $H_3PO_4$ ,  $H_2SO_4$  et  $CaCl_2$ . Les résultats obtenus au laboratoire ont montré que l'argile a la capacité de traiter les eaux polluées.

**Mots clés:** Réactifs black5, adsorption, argile.

## Summary:

Water is life, it must be protected against various pollutants such as non-biodegradable dyes like black 5 reagents. To face this problem several processes of wastewater treatment are implemented in particular the adsorption technique. The objective of this study is to test the effectiveness of a natural adsorbent (clay) to eliminate the reactive dye black 5. Adsorption is a technique whose performance depends on a number of parameters (pH, mass and temperature). This study was concluded by a kinetic and thermodynamic study and completed by the activation of the support with  $H_3PO_4$ ,  $H_2SO_4$  and  $CaCl_2$ . The results obtained in the laboratory showed that the clay has the capacity to treat polluted waters.

**Key words:** Black 5 reagents, adsorption, clay.