

MEMOIRE

Présenté à :

FACULTE DES SCIENCES – DEPARTEMENT DE CHIMIE

Pour l'obtention du diplôme de :

MASTER EN CHIMIE

Spécialité : Chimie de l'environnement

Par :

M^{elle} MOKRI Hafsa

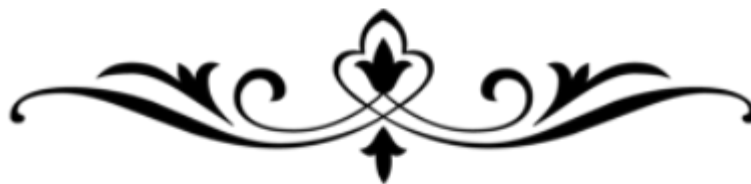
Sur le thème

Traitement Sonochimique des Eaux Contaminées par le colorant réactive black 5 (RB5)

Soutenu publiquement le 24 septembre 2020 à Tlemcen devant le jury composé de :

| | | | |
|---------------------|------------|-----------------------|--------------|
| Mme MERIAH Salima | Professeur | Université de Tlemcen | Présidente |
| Mme MOKHTARI Malika | Professeur | Université de Tlemcen | Examinatrice |
| Mr GUENFOUD Fouad | MCB | Université de Tlemcen | Encadrant |

DEDICACES



Je dédie ce modeste travail

A la mémoire de mon père,

Ce travail est dédié à mon père, décédé trop tôt qui m'a toujours poussé et motivé dans mes études. Qu'Allah l'accueille dans son vaste paradis.

A ma chère mère,

Qui m'a soutenu et encouragé durant ces années d'étude. Qu'elle trouve ici le témoignage de ma profonde reconnaissance.

A mes frères Ibrahim et Ahmed et ma sœur Meriem,

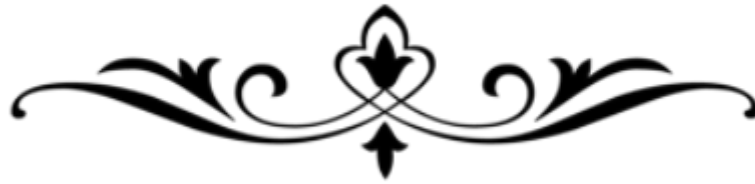
Qui n'ont jamais cessé de me soutenir et de m'épauler pour que je puisse atteindre mes objectifs.

A mon meilleur ami M'hammed,

Qui m'a aidé et supporté dans les moments difficiles.

A tous ceux qui me sont chers

Remerciements



Grâce à dieu le tout puissant, le clément et le miséricordieux.

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de Chimie Inorganique et Environnement « L.C.I.E » de l'université ABOU BEKR BELKAID - Tlemcen.

Je remercie infiniment mon encadrant Monsieur **GUENFOUD Fouad**, maître de conférences à l'université de Tlemcen, pour la confiance et l'honneur qu'il m'a accordé en acceptant de diriger ce travail, pour son soutien, ainsi que pour les conseils qu'il m'a prodigués.

Mes vifs remerciements s'adressent à Mme **MOKHTARI Malika** Professeur à l'Université de Tlemcen, pour avoir accepté d'examiner ce mémoire et faire partie du jury. Je suis très reconnaissante pour son aide, son soutien, sa compréhension et sa modestie. Ses compétences en chimie de l'environnement m'ont permis de parfaire ma formation dans ce domaine.

Je remercie très chaleureusement Mme **MERIAH Salima** Professeur à l'Université de Tlemcen, pour l'honneur qu'elle me fait en acceptant la présidence du jury de ce mémoire.

Je souhaite exprimer ma sincère gratitude à tous mes enseignants pour la bonne formation qu'on m'a transférée durant ces deux dernières années.

Finalement, mes plus profonds remerciements vont à toute ma famille qui m'a toujours soutenue et encouragée durant mes années d'études.

Liste des abréviations

POA : Procédés d'oxydation avancée

HO[•] : Le radical hydroxyle

e⁻ : électron

ENH : Electrode normale d'Hydrogène

E[°] : Potentiel standard

RB5 : Réactive black 5

pH : Potentiel d'Hydrogène

T : Température

UV: Ultraviolet

P_{ac} : Puissance acoustique

P_{élec} : Puissance électrique

OH : Groupes hydroxyles

US : Ultrasons

R : Rapport de [H₂O₂] / [RB5]

f : fréquence en KHz

Table des matières

| | |
|---|----|
| Liste des figures | |
| Liste des tableaux | |
| Introduction générale..... | 1 |
| <i>CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE</i> | 3 |
| I. Procédés d'Oxydation Avancée (POA) | 4 |
| I.1 Généralités | 4 |
| I.2 Définition | 4 |
| I.3 Le radical hydroxyle (HO•) | 5 |
| II. Traitement sonochimique des polluants organiques | 6 |
| II.1 Les ultrasons | 6 |
| II.1.1 Introduction | 6 |
| II.1.2 Définition | 6 |
| II.2. Le phénomène de cavitation..... | 7 |
| II.2.1 Description | 7 |
| II.2.2 Notion de seuil de cavitation | 8 |
| II.2.3 Influence de différents paramètres sur la cavitation | 9 |
| II.3 Le principe de la sonochimie..... | 10 |
| II.3.1 Facteurs influençant l'activité sonochimique..... | 11 |
| II.3.2 Les avantages de la sonochimie..... | 12 |
| II.3.3 Applications..... | 12 |
| III. Les colorants | 13 |
| III.1. Introduction | 13 |
| III.2. Définition | 13 |
| III.3. Classification des colorants..... | 16 |
| III.3.1 Classification chimique..... | 16 |
| III.3.2 Classification tinctoriale..... | 17 |

| | |
|---|-----------|
| III.4 Utilisation et application des colorants..... | 17 |
| III.5 Impacts environnementaux des colorants..... | 18 |
| <i>CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE</i> | <i>19</i> |
| I. Produits utilisés | 20 |
| I.1. Polluant modèle | 20 |
| I.2. Réactifs | 21 |
| II. Dispositif experimental | 22 |
| Réacteur sonochimique | 22 |
| III. Méthodes d'analyse | 23 |
| III.1. Spectrophotomètre UV-Visible | 23 |
| III.2. pH mètre | 24 |
| III.3. Dosage du peroxyde d'hydrogène | 24 |
| <i>CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSION</i> | <i>26</i> |
| I. Caractéristiques du réacteur sonochimique | 27 |
| I.1. Méthode calorimétrique | 27 |
| I.2. Dosimétrie | 29 |
| I.2.1. Dosimétrie KI | 29 |
| I.2.2 Dosimétrie de Fricke | 31 |
| II. Dégradation Sonochimique du réactive black 5 | 33 |
| II.1 Détermination de longueur d'onde d'absorption maximale du colorant RB5 | 33 |
| II.2 Etablissement de la courbe d'étalonnage | 33 |
| II.3 Dégradation du RB5 par les procédés sonolytiques | 35 |
| II.3.1 La sonolyse du RB5 | 35 |
| a. Effet du pH initial | 36 |
| b. Effet de la puissance électrique | 37 |
| c. Effet de la concentration initiale du colorant | 39 |
| d. Couplage US/H ₂ O ₂ | 40 |
| e. Effet de l'addition du fer | 41 |
| Conclusion générale | 44 |
| Références bibliographiques | 46 |

Liste des figures

| Figure N° | Titre | Page |
|-----------|---|------|
| Figure 1 | Classification des ultrasons en fonction de leur fréquence et de leur puissance | 7 |
| Figure 2 | Représentation schématique du cycle de vie d'une bulle de cavitation en fonction de la pression acoustique régnant dans le milieu | 8 |
| Figure 3 | Zones de dégradation de polluants organiques par le procédé sonochimique | 10 |
| Figure 4 | Impacts environnementaux provoqués par les colorants | 18 |
| Figure 5 | Structure chimique du RB5 | 20 |
| Figure 6 | La poudre du RB5 | 20 |
| Figure 7 | Réacteur utilisé dans la dégradation sonochimique | 23 |
| Figure 8 | Exemple de variation de la température en fonction du temps lors de la sonolyse de l'eau | 28 |
| Figure 9 | Variation de la puissance acoustique dissipée dans le système en fonction de la puissance électrique fournie par le générateur | 29 |
| Figure 10 | Quantité de triiodure formée en fonction du temps de sonolyse lors d'une dosimétrie KI | 31 |
| Figure 11 | Formation de Fe^{3+} en fonction du temps d'irradiation de la solution de Fricke | 32 |
| Figure 12 | Spectre UV-Visible de RB5 | 33 |
| Figure 13 | Courbe d'étalonnage du colorant réactive black 5(RB5) | 34 |
| Figure 14 | Dégradation sonochimique du RB5 et formation du peroxyde d'hydrogène en présence du colorant | 35 |
| Figure 15 | Effet du pH sur la dégradation sonochimique du RB5 | 36 |
| Figure 16 | Effet de la puissance sur la dégradation du RB5 par la sonolyse | 38 |
| Figure 17 | Effet de la concentration initiale du colorant sur la dégradation sonolytique du RB5 | 39 |
| Figure 18 | Effet du rapport $R=[H_2O_2]/[RB5]$ sur la dégradation sonochimique du RB5 | 41 |
| Figure 19 | Effet de l'addition des ions Fe^{2+} sur la dégradation sonochimique du RB5 | 42 |

Liste des tableaux

| Tableau N° | Titre | Page |
|------------|--|------|
| Tableau 1 | Le potentiel d'oxydo- réduction d'agents oxydants | 5 |
| Tableau 2 | Conductivité thermique de certain gaz | 10 |
| Tableau 3 | Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité Croissante | 14 |
| Tableau 4 | Propriétés physico-chimiques du RB5 | 20 |
| Tableau 5 | Produits chimiques utilisés avec fournisseurs et degrés de pureté | 21 |
| Tableau 6 | Rendement de dégradation du RB5 par le procédé US seul, effet de pH | 37 |
| Tableau 7 | Rendement de dégradation du RB5 par le procédé US seul, effet de la concentration | 40 |
| Tableau 8 | Rendement de dégradation du RB5 par le procédé US/H ₂ O ₂ | 41 |
| Tableau 9 | Rendement de dégradation sonochimique en présence du fer ferreux (Fe ²⁺) | 42 |



INTRODUCTION
GENERALE

Introduction générale

L'eau est le principal élément à toute forme de vie. Sa disponibilité ainsi que sa disparité prend une grande place dans le développement de la société. C'est la substance la plus présente sur terre mais le pourcentage d'eau douce (2,53 %) reste minime par rapport au 75 % de la quantité globale.

De nouvelles utilisations sont venues s'ajouter aux usages traditionnels de l'eau tels que les activités agro-industrielles ; durant les 50 dernières années nous avons pu assister à l'apparition de la pollution des eaux dues aux effluents industriels.

Dans ce cadre, les méthodes conventionnelles du traitement des eaux généralement employées (traitements physico-chimiques et biologiques), se sont avérées efficaces pour des pollutions bien maîtrisées. Néanmoins, ces technologies de traitements des eaux sont génératrices d'autres problématiques secondaires, telles que l'utilisation supplémentaire des réactifs chimiques, la génération de sous-produits ou la production de boues dont la gestion est difficile.

Par ailleurs, ces techniques conventionnelles sont actuellement limitées car elles se révèlent peu efficaces face à certains types de pollutions (micropolluants émergents par exemple). A ce titre, les techniques d'oxydation avancée, productrices de radicaux hydroxyles HO• s'imposent comme une solution alternative, située avant ou après les traitements conventionnels selon les configurations des filières. Ce sont des techniques plus propres et très efficaces. Parmi ces différents procédés, nous nous sommes tout particulièrement intéressés aux traitements sonochimiques des eaux.


La sonochimie, un procédé d'oxydation avancée, basé sur le phénomène de cavitation généré par les ondes ultrasonores a connu un essor vaste dans le traitement des eaux polluées.

Le présent travail a eu pour but l'optimisation des conditions opératoires pour l'élimination par voie sonochimique un colorant organique dans l'eau. Le colorant Reactive black 5 (RB5) a servi de molécule modèle, qui est largement utilisé dans les industries de textile et du papier.

Ce travail est divisé en trois grands chapitres :

INTRODUCTION GENERALE

- **Le chapitre I :** décrit des généralités sur les POA et le traitement sonochimique des polluants organiques, Un aperçu général sur les colorants a été également présenté dans ce chapitre.
- **Le chapitre II :** traite la partie expérimentale, et décrit l'ensemble des méthodes expérimentales et les différentes techniques analytiques ainsi que le matériel utilisé dans cette étude.
- **Le chapitre III :** est consacré à la présentation de la caractérisation du réacteur ultrasonore et la discussion des résultats obtenus lors de la dégradation de ce polluant par les différents procédés sonochimiques utilisés dans ce travail.



SYNTHESE
BIBLIOGRAPHIQUE

I. Procédés d'Oxydation Avancée (POA)

I.1 Généralités

Afin d'améliorer les systèmes existants de traitement des eaux usées municipales et Industrielles, ou de remplacer les technologies conventionnelles peu efficaces pour l'élimination de contaminants organiques réfractaires, inorganiques et microbiens, les scientifiques se sont intéressés aux POA qui ont vu le jour vers les années 1970. Actuellement, ces procédés sont en pleine expansion dans le domaine des technologies environnementales. La plupart d'entre eux nécessitent en général moins de réactif et sont faciles d'automatisation par comparaison aux autres. De nombreuses études réalisées à l'échelle du laboratoire ont clairement prouvé l'efficacité des POA pour le traitement de divers effluents [1-3].

I.2 Définition

Les POA sont les technologies utilisées pour l'oxydation d'une large gamme de contaminants organiques dans l'eau polluée. Ces méthodes sont basées sur la génération in-situ des espèces radicalaires très oxydantes dotées d'un pouvoir oxydant fort [4].

Glaze et al. (1987) ont définis les POA par : «Les procédés d'Oxydation Avancée sont des procédés de traitement des eaux dans des conditions de pressions et de températures ambiantes générant des radicaux fortement réactifs (spécialement des radicaux hydroxyles $\cdot\text{OH}$) en quantité suffisante pour effectuer la purification de l'eau » [5].

Les POA peuvent être regroupés en six catégories :

1. Les procédés d'oxydation homogène : les radicaux sont générés par la réaction de Fenton, l'ozone à pH élevé ou $\text{O}_3/\text{H}_2\text{O}_2$ [6].
2. La photolyse homogène UV : ces procédés emploient la photolyse UV de H_2O_2 et/ou O_3 en solution homogène pour générer les radicaux $\cdot\text{OH}$ [6].
3. La photocatalyse hétérogène : une source lumineuse induit des réactions photoélectrochimiques à la surface du photocatalyseur semi-conducteur tel que TiO_2 [6].
4. La radiolyse : des espèces telles que $\text{HO}\cdot$, $\text{H}\cdot$, e^-_{aq} sont produites par irradiation de forte énergie (rayon- γ) des solutions à traiter [6].
5. Les procédés électrochimiques d'oxydation : les radicaux sont générés dans le milieu à partir de réactifs formés par électrochimie (Electro-Fenton) ou à partir du solvant aqueux (oxydation anodique de l'eau) [7].

6. La sonolyse : elle s'appuie sur le phénomène de cavitation générée par des ondes ultrasonores et apparaît adaptée au traitement de la pollution organique [8].

I.3 Le radical hydroxyle (HO[•])

Le radical hydroxyle HO[•] est composé d'un atome d'oxygène et d'hydrogène possédant un électron non apparié (électron célibataire) sur son orbitale externe. Cette caractéristique lui confère un caractère fortement polaire et, par conséquent, c'est un oxydant très fort et très peu sélectif, il attaque de nombreux composés organiques (aromatiques et aliphatiques), inorganiques ainsi que des microorganismes. Il possède l'un des plus forts pouvoirs oxydants, après le Fluor, avec un potentiel d'oxydation de 2,70 V (tableau 1), ce qui le rend capable d'oxyder les composés organiques à une vitesse de 10⁹ M⁻¹S⁻¹ d'une façon non sélective [9].

Tableau 1 : Le potentiel d'oxydo- réduction d'agents oxydants [10].

| Couple Red/Ox | Réactions | Potentiel E°(NHE), V |
|--|---|----------------------|
| HF/OF ₂ | 2OF ₂ (g) + 4H ⁺ + 4e ⁻ ↔ O ₂ (g) + 4HF | 3,29 |
| H ₂ O/ HO [•] | HO [•] + H ⁺ + e ⁻ ↔ H ₂ O | 2,70 |
| O ₂ / O ₃ | O ₃ + 2H ⁺ + 2e ⁻ ↔ O ₂ + H ₂ O | 2,07 |
| Mn ²⁺ / MnO ₄ ⁻ | MnO ₄ ⁻ + 8H ⁺ + 5 e ⁻ ↔ Mn ²⁺ + 4H ₂ O | 1.51 |
| H ₂ O ₂ / HO ₂ [•] | HO ₂ [•] + H ⁺ + 2e ⁻ ↔ H ₂ O ₂ | 1,44 |
| Cl ⁻ / Cl ₂ | Cl ₂ + 2e ⁻ ↔ 2Cl ⁻ | 1,36 |

Les radicaux hydroxyles, qui sont des oxydants puissants, sont aussi des espèces extrêmement réactives et de ce fait sont susceptibles d'être utilisés dans le traitement des eaux polluées. Ils répondent à un ensemble de critères d'exigence pour le traitement des eaux polluées [11], tels que :

- ✚ Ne pas induire de pollution secondaire,
- ✚ Ne pas être toxiques pour le milieu aquatique
- ✚ Ne pas être corrosifs pour les équipements,
- ✚ Etre les plus rentables possible,
- ✚ Etre relativement simples à générer et à manipuler

II. Traitement sonochimique des polluants organiques

II.1 Les ultrasons

II.1.1 Introduction

Ces dernières années, l'irradiation ultrasonore, connue sous le nom de sonolyse ou sonochimie, a été largement utilisée comme un procédé d'oxydation avancée de traitement des eaux usées [12].

La sonochimie est l'étude des réactions chimiques dont l'origine est due à la présence d'ondes sonores qui causent le phénomène de cavitation. Bien que connus depuis plus de 60 ans, les ultrasons n'ont pas attiré de façon significative les chimistes, notamment ceux qui travaillent dans le domaine des synthèses. L'intérêt n'a été réellement suscité que depuis le début des années 73 et s'est considérablement développé. Avec l'arrivée d'appareils de source d'ultrasons moins coûteux, l'application de la sonochimie est exploitée dans un domaine de réaction de plus en plus large [13].

II.1.2 Définition

Les ultrasons sont des ondes acoustiques (mécaniques) sinusoïdales dont la fréquence se situe entre 16 kHz et 10 MHz, c'est-à-dire entre les domaines des sons audibles (16 Hz-16 kHz) et des hypersons (> 10 MHz). Il est à noter que les infrasons et les ultrasons sont communément utilisés par les animaux pour communiquer ou pour se diriger [14,15]. Étant donné le large spectre de fréquence (Figure 1) occupé par les ultrasons (16 kHz-10 MHz) on différencie classiquement deux zones :

- Les ultrasons de puissance, forte intensité et faible fréquence, de 16 à 1000kHz.

Dans cette gamme de fréquence, l'effet recherché est une modification du milieu par les ultrasons principalement grâce à la cavitation : l'onde modifie le milieu irradié. Cette modification peut être physique (décapage, dégazage, émulsification) ou chimique (modification du mécanisme réactionnel, production de radicaux libres...), nommée sonochimie. Ces hautes fréquences semblent plus favorables à la production de radicaux libres, et seront préférées par exemple pour des procédés de dégradation de polluants chimiques [6].

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

- Les ultrasons de diagnostic, faible intensité et haute fréquence, de 1 à 10 MHz.

Contrairement au cas précédent, dans ce domaine d'application des ultrasons, on ne veut pas que l'onde modifie le milieu traversé. Le but est d'observer l'impact du milieu sur l'onde ultrasonore. Lorsqu'un son traverse un milieu (peu importe sa fréquence), il en ressort modifié: l'amplitude et la phase de l'onde sinusoïdale sont modifiées, c'est pour cela qu'ils sont utilisés pour établir des diagnostics. Cette catégorie d'ultrasons est utilisée entre autres en métallurgie pour la détection de défauts dans les soudures ou la présence d'inclusions, cependant l'application la plus courante est l'échographie en imagerie médicale [14-16].

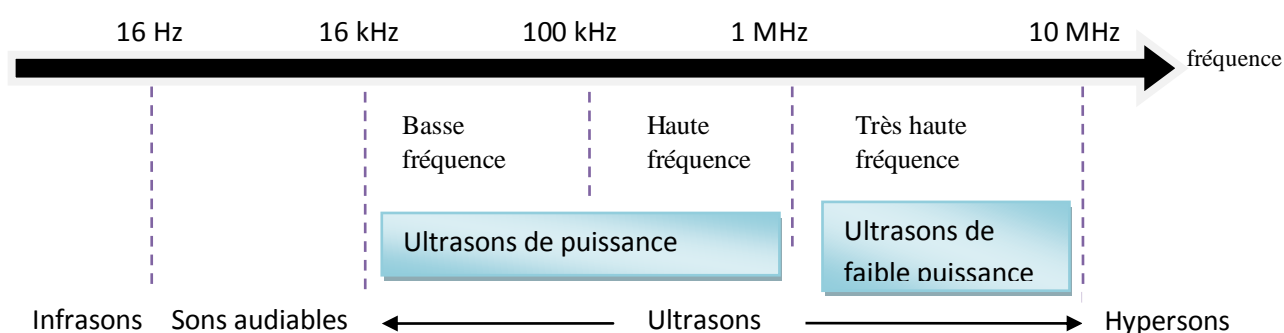


Figure 1: Classification des ultrasons en fonction de leur fréquence et de leur puissance [15].

Les grandeurs physiques caractéristiques des ondes ultrasonores sont : la fréquence, la puissance acoustique et l'intensité acoustique.

II.2 Le phénomène de cavitation

II.2.1 Description

Lors de la propagation d'ondes ultrasonores dans un liquide, les molécules subissent alternativement des compressions et des dépressions. Lorsque la dépression est suffisante pour vaincre les forces d'attraction entre les molécules du liquide, la cohésion du liquide est rompue et des microbulles se forment [17]. La cavitation ultrasonore comporte trois étapes : la formation de la bulle, puis sa croissance et enfin son implosion ou effondrement [18].

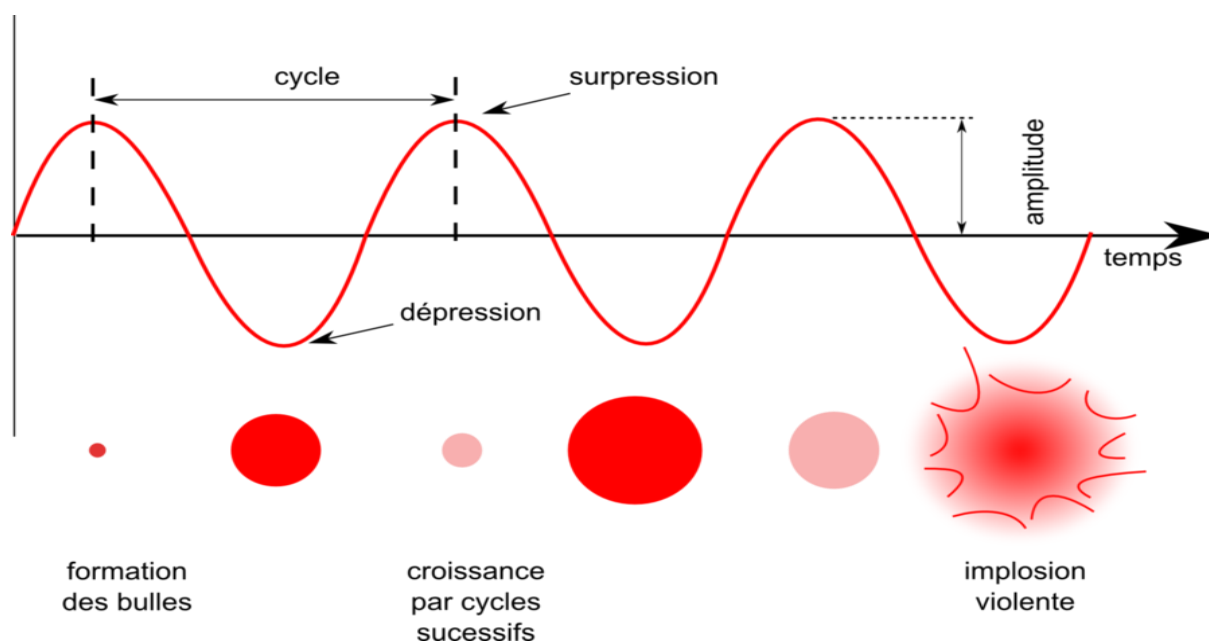


Figure 2 : Représentation schématique du cycle de vie d'une bulle de cavitation en fonction de la pression acoustique régnant dans le milieu [19].

II.2.2 Notion de seuil de cavitation

La pression acoustique ou l'intensité minimale indispensable pour provoquer le phénomène de cavitation est désignée sous le terme de seuil de cavitation. Par exemple, dans le cas de l'eau dégazée, des dépressions de l'ordre de 1000 bars sont nécessaires pour qu'il y ait formation de bulles de cavitation, soit une intensité acoustique de l'ordre de 33 W.cm^{-2} [20]. Cependant, la présence d'impuretés, de gaz dissous, ou encore les parois du réacteur permettent d'abaisser les forces de cohésion du liquide et donc la valeur du seuil de cavitation. D'une manière générale, la plupart des liquides possèdent suffisamment d'impuretés pour permettre à la cavitation d'avoir lieu. Pour l'eau, une dépression de seulement quelques bars permet la formation de bulles de cavitation. Plusieurs paramètres influent sur le seuil de cavitation ainsi que sur l'intensité du phénomène de cavitation [19].

II.2.3 Influence de différents paramètres sur la cavitation

☐ La puissance

Pour atteindre le seuil de cavitation, il est nécessaire d'appliquer une puissance minimale au milieu. Une augmentation de la puissance se traduit par une pression acoustique plus élevée et par conséquent une plus grande densité de bulle de cavitation [21].

☐ La fréquence

Plus la fréquence ultrasonore est élevée plus la durée d'un cycle diminue. Ainsi, à haute fréquence ultrasonore, la durée du cycle de détente devient trop courte pour permettre à la bulle de cavitation de croître suffisamment et donner naissance à un phénomène de cavitation intense [19].

☐ La pression

Plus la pression hydrostatique augmente plus le seuil de cavitation est élevé. Une pression hydrostatique élevée se traduit par une augmentation des forces de cohésion du liquide. Ces forces de cohésion plus intenses demandent par conséquent une pression acoustique plus élevée pour atteindre le seuil de cavitation [21].

☐ La température

Lorsque la température du milieu augmente, le phénomène de cavitation nécessite des ondes de plus faible intensité acoustique. Néanmoins les températures et les pressions libérées lors de l'implosion de la bulle de cavitation diminuent avec une augmentation de la température [19].

☐ Le gaz dissous

Il y a deux principaux effets dus à la saturation en gaz d'un milieu ultrasonore. La stabilisation de la cavitation par la faible conductivité thermique de certains gaz (Tableau 2) et leur capacité de transferts d'électron engendrent une production de radicaux plus intense avec moins d'énergie dissipée lors de l'implosion [22].

Tableau 2 : Conductivité thermique de certain gaz[21].

| Gaz | Conductivité thermique (mW/m.K) |
|---------|------------------------------------|
| Argon | 17,72 |
| Hélium | 151,3 |
| Néon | 49,1 |
| Krypton | 9,43 |
| Oxygène | 26,58 |
| Azote | 25,83 |

□ Géométrie du réacteur

La forme du réacteur et la hauteur du liquide peuvent effectivement modifier la propagation de l'onde ultrasonore dans le milieu, la réflexion sur les parois du réacteur et donc la répartition de l'onde ultrasonore dans le réacteur [23,24].

II.3 Le principe de la sonochimie

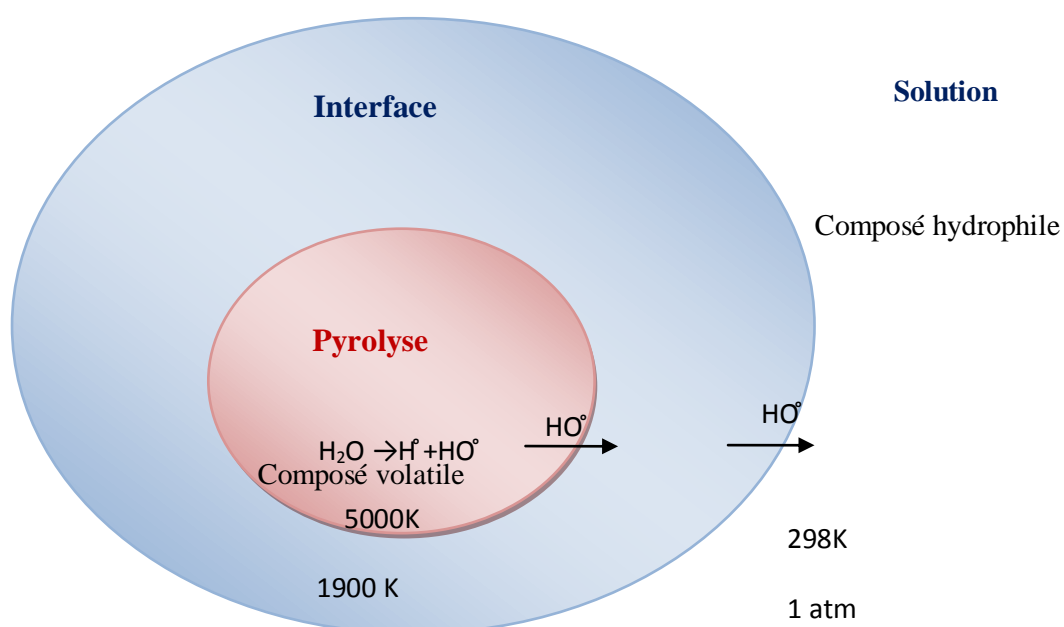


Figure 3 : Zones de dégradation de polluants organiques par le procédé sonochimique.

II.3.1 Facteurs influençant l'activité sonochimique

□ Influence du gaz dissous

Les effets sonochimiques sont d'autant plus marqués que le gaz emprisonné présente un rapport de chaleurs massiques (C_p/C_v) élevé [25-27]. C'est pourquoi les gaz monoatomiques (He, Ar, Ne) sont utilisés préférentiellement aux gaz diatomiques (N₂, O₂, air) [28]. Les effets sonochimiques dépendent également de la conductivité thermique des gaz. Plus la conductivité thermique du gaz est élevée, plus la quantité de chaleur, formée dans les bulles suite à l'implosion, est dissipée facilement dans le liquide environnant, diminuant ainsi la température T_{\max} disponible [25].

□ Fréquence ultrasonore

Bien qu'il soit très difficile de comparer les résultats de la littérature entre eux les conditions opératoires (intensité acoustique, gaz vecteur, réacteur, etc.) différent d'une étude à l'autre, il ressort néanmoins que l'utilisation des ultrasons haute fréquence permettrait d'augmenter considérablement les cinétiques des réactions [19].

□ Puissance acoustique

L'influence de la puissance acoustique sur l'activité sonochimique et sur la dégradation des composés organiques paraît beaucoup plus simple à interpréter et semble fortement liée au phénomène de cavitation. En effet, quelle que soit la fréquence d'irradiation, une augmentation de la puissance acoustique conduit à une augmentation des cinétiques de dégradation ou des rendements en produits formés [19].

□ Température

L'influence de la température sur la cinétique de dégradation des composés organiques sous ultrasons peut s'avérer être différente selon la molécule étudiée et selon l'endroit où se déroule la dégradation. Ainsi, l'influence de la température sur la destruction pyrolytique de molécules hydrophobes et volatiles, pour qui la dégradation se déroule à l'intérieur de la cavité, ne sera pas la même que pour une molécule non volatile qui se dégrade plutôt à l'interface liquide/bulle [19].

□ Influence du pH

L'influence du pH sur les cinétiques de dégradation dépend principalement des propriétés physico-chimiques des molécules à dégrader. En ce qui concerne l'influence du pH sur la dégradation du colorant ; le pH affecte une charge pour les colorants à chaque milieu

En milieu acide, les molécules du colorant sont chargées positivement ($\text{pH} < \text{pK}_a$), et comme la forme protoné est plus hydrophobe que la forme déprotoné, la dégradation du colorant en milieu acide aura lieu à l'interface bulle-solution chargé négativement ou la concentration des radicaux hydroxyle HO^\cdot est maximale ce qui engendre une dégradation plus rapide. En milieu basique le colorant prend la forme déprotoné ($\text{pH} > \text{pK}_a$) et de ce fait le caractère hydrophobe de la molécule devient faible, ce qui engendre une vitesse de dégradation inférieure à celle obtenue en milieux acide [29]. Ce qui montre que la dégradation du colorant est meilleure à pH acide et diminue en élevant le pH du milieu.

II.3.2 Les avantages de la sonochimie

Les avantages de la sono chimie sont multiples [30] :

- ❖ L'utilisation de produits chimiques moins dangereux et de solvants respectueux de l'environnement.
- ❖ Développer des conditions de réaction pour augmenter la sélectivité pour le produit.
- ❖ Minimiser la consommation d'énergie pour les transformations chimiques
- ❖ L'utilisation de matières premières alternatives ou renouvelables, par exemple les biomatériaux.

II.3.3 Applications

Les applications des ultrasons se retrouvent dans différents secteurs [11] comme :

- En médecine (échographie par ultrasons focalisés) ;
- En laboratoire (nettoyage ou désinfection du matériel à l'aide des bacs ultrasons) ;
- Dans les industries de plastiques et des métaux (coupe ou soudure des thermoplastiques, soudure des métaux non ferreux) ;
- Découpe de fromages, de pâtes, de viandes, de poissons et de gâteaux à très haute vitesse;
- En télémétrie (mesure de distances grâce aux sonars).

III. Les colorants

« Les hommes éprouvent une grande joie à la vue de la couleur, l'œil en a besoin comme il a besoin de la lumière ».

Goethe, La théorie des lumières, 1810.

III.1 Introduction

Nous vivons dans un monde où tout est coloré, nos vêtements, nos aliments nos produits cosmétiques, pharmaceutiques, etc. Ces colorants sont de plus en plus des colorants de synthèse, en raison de leur facilité de synthèse, de leur rapidité de production et de leur grande variété de couleurs si on les compare aux colorants naturels. Aujourd'hui, les colorants de synthèse constituent une véritable industrie et un capital de la chimie moderne. Les vêtements que nous portons sont fabriqués à partir de fibres textiles colorées à l'aide de différentes teintures leur donnant leur couleur définitive [31].

III.2 Définition

Un colorant est une substance colorée qui interagit avec le milieu dans lequel elle est introduite, et le colore en s'y dissolvant et/ou dispersant. Cette propriété de teindre résultant d'une affinité particulière entre le colorant et la fibre est à l'origine des principales difficultés rencontrées lors des procédés de teinture. Selon le type d'application et d'utilisation, les colorants synthétiques doivent répondre à un certain nombre de critères afin de prolonger la durée de vie des produits colorés sur lesquels ils sont appliqués : résistance à l'abrasion, stabilité photolytique des couleurs, résistance à l'oxydation chimique (notamment les détergents) et aux attaques microbiennes[32,33]. Les matières colorantes se divisent en deux grands groupes définis par la norme DIN 55944:

Colorant : matière colorante soluble dans les solvants et les substrats.

Pigment : matière colorante insoluble dans les solvants et les substrats.

Les matières colorantes se caractérisent par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (de 380 à 750 nm). La transformation de la lumière blanche

CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE

en lumière colorée par réflexion sur un corps, ou par transmission ou diffusion, résulte de l'absorption sélective d'énergie par certains groupes d'atomes appelés chromophores. La molécule colorante est un chromogène. Plus le groupement chromophore donne facilement un électron, plus la couleur est intense [34]. Le tableau 3 donne les groupements chromophores classés par intensité décroissante. D'autres groupes d'atomes du chromogène peuvent intensifier ou changer la couleur due au chromophore, ils sont appelés les groupements auxochromes. Les chromophores sont des systèmes à liaisons π conjuguées ou des complexes de métaux de transition. La coloration correspond aux transitions possibles après absorption du rayonnement lumineux entre ces niveaux d'énergie propres à chaque molécule [35].

Tableau 3 : Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité Croissante [36].

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

- **Les colorants naturels**

Les premiers employés ont été d'origine minérale (terres colorées) ; et depuis que l'homme a réussi à maîtriser les techniques des tissages, il s'est servi de teintures d'origine végétale ou animale [37].

- **Les colorants synthétiques**

Les colorants synthétiques ont progressivement remplacé les colorants naturels et les recherches menées depuis le XIX^{ème} siècle ont débouché sur la fabrication d'un très grand nombre de familles de colorants qui sont souvent des imitations de colorants naturels[37].

Jusqu'en 1850, les colorants alimentaires provenaient :

- de végétaux comestibles (carotte [orange], betterave [rouge] , peau de raisin noir [noir]...) .

CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

- d'extraits d'origine animale ou végétale non habituellement consommés (acide carminique [rouge] provenant d'insectes, stigmate de crocus [safran]...).
- du résultat de la transformation de substances naturelles (caramel [marron]).

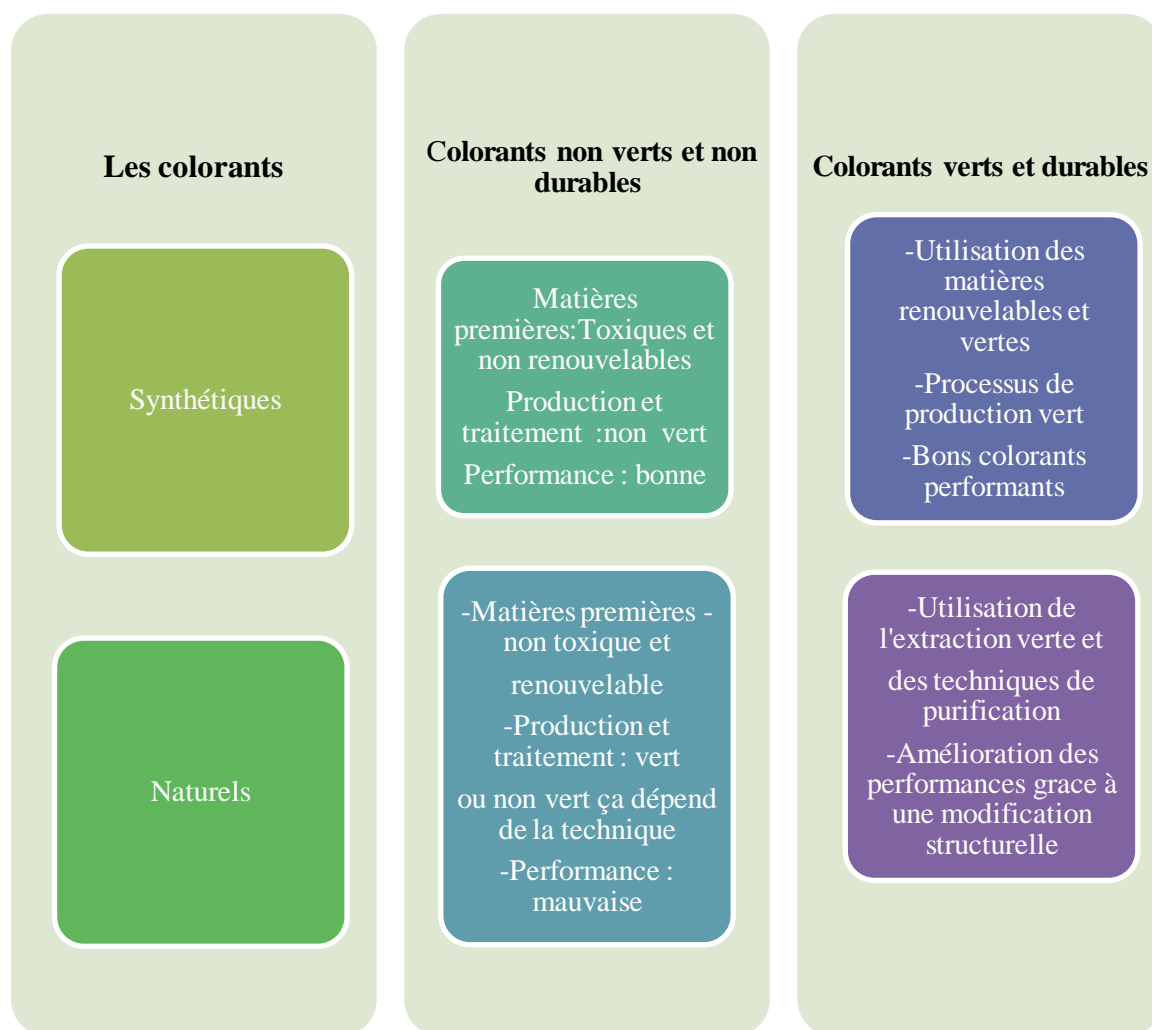
La plupart des colorants naturels sont encore utilisés aujourd'hui mais ont été largement supplantés par les colorants synthétiques.

En 1856, Perkin synthétisa le premier colorant, la mauvéine, dérivée des hydrocarbures aromatiques contenus dans le goudron de houille. Peu après, de nombreux chimistes ont découvert de nouvelles substances synthétiques et commencé à les utiliser comme colorants alimentaires. A la fin du XIX^e siècle, plus de 90 colorants ont été utilisés dans l'industrie alimentaire[38].

La plupart des colorants synthétiques sont des colorants azoïques. Beaucoup de chercheurs les soupçonnaient d'être cancérogènes. Depuis 1960 la législation imposa que chaque colorant soit soumis à des examens toxicologiques permettant d'exclure tout risque pour la santé du consommateur.

Les colorants synthétiques ont des avantages sur les colorants naturels. Beaucoup de ces derniers sont sensibles à la lumière, à l'oxygène ou à l'action des bactéries. Donc, ils ne sont pas stables. Les colorants synthétiques, plus stables, ont une durée de vie plus longue, et donnent des couleurs plus intenses. Ils sont ainsi utilisés en plus petite quantité et sont souvent moins onéreux que les colorants naturels [39].

Résumé graphique[40].



III.3 Classification des colorants

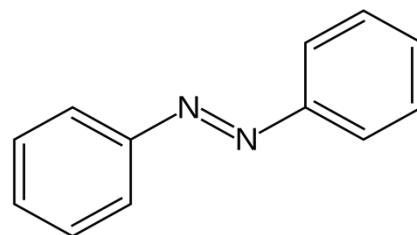
Les colorants présentent une diverse structure considérable et ils sont classifiés de plusieurs manières, par leur structure chimique et par leur application au type de fibre. Les colorants peuvent être également classifiés suivant leur solubilité [41].

III.3.1 Classification chimique

Le classement des colorants selon leur structure chimique repose sur la nature du groupement chromophore. Les principaux colorants les plus rencontrés sont :

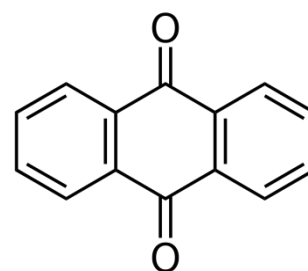
- **Colorants azoïques**

Les colorants "azoïques" sont caractérisés par le groupe fonctionnel azo (-N=N-) unissant deux groupements alkyles ou aryles identiques ou non (azoïque symétrique et dissymétrique). Ces structures qui reposent généralement sur le squelette de l'azobenzène, sont des systèmes aromatiques ou pseudo aromatiques liés par un groupe chromophore azo[42].



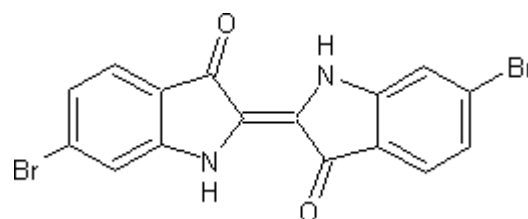
- **Colorants anthraquinoniques**

Leurs formule générale dérivée de l'anthracène montre que le chromophore est un noyau quelconque sur lequel peuvent s'attacher des groupes hydroxyles ou amines [42].



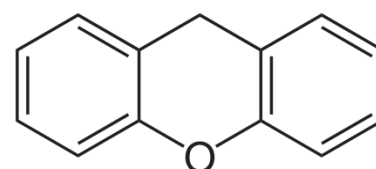
- **Colorants indigoïdes**

Appellation tirée de l'Indigo dont ils dérivent. Les homologues sélénié, soufré et oxygéné du Bleu Indigo provoquent d'importants effets hypsochromes avec des coloris pouvant aller de l'orange au turquoise [42].



- **Colorants xanthènes**

Ces colorants sont dotés d'une intense fluorescence. Ils sont peu utilisés en tant que teinture [43].



III.3.2 Classification tinctoriale

Si la classification chimique présente un intérêt pour le fabricant de matières colorantes, le teinturier préfère le classement par domaines d'application. Ainsi, il est renseigné sur la solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour les diverses fibres et sur la nature de la fixation. Celle-ci est de force variable selon que la liaison colorant/substrat est du type ionique, hydrogène, de Van der Waals ou covalente [44].

III.4 Utilisation et application des colorants

Les grands domaines d'application des colorants sont les suivants [45] :

- L'industrie textile
- L'industrie de matières plastiques (pigments).
- L'industrie du bâtiment : peintures (pigments).
- L'industrie pharmaceutique (colorants)
- L'industrie des cosmétiques.
- L'industrie agroalimentaire (colorants alimentaires).
- Dans l'imprimerie (encre, papier).

III.5 Impacts environnementaux des colorants

Les différents impacts environnementaux provoqués par les colorants sont schématisés sur la figure 4 :

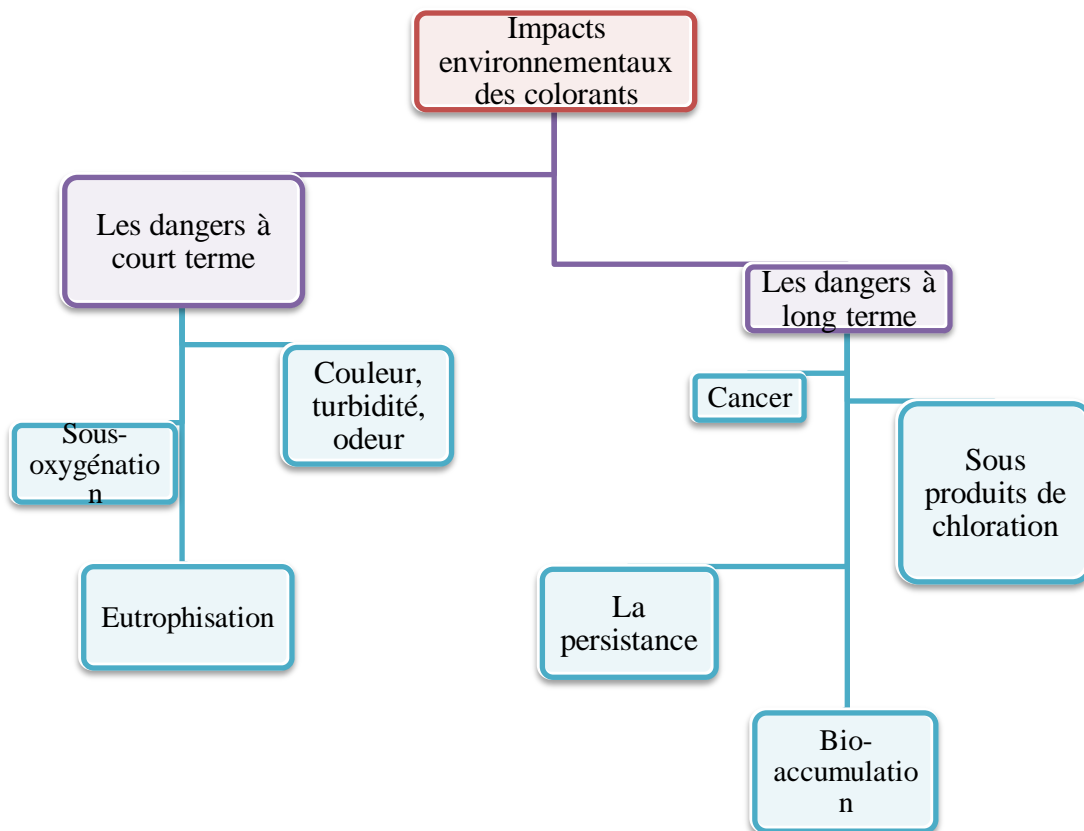


Figure 4 : impacts environnementaux provoqués par les colorants[46]



PARTIE
EXPERIMENTALE

CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE

Le travail faisant l'objet de ce mémoire a été réalisé au sein du Laboratoire de Chimie Inorganique et environnement (LCIE), université de Tlemcen. Ce chapitre est consacré à la description de l'ensemble des protocoles expérimentaux effectués ainsi que les méthodes d'analyses utilisées et les produits chimiques utilisés.

I. Produits utilisés

I.1. Polluant modèle

Le polluant modèle utilisé dans cette étude est un colorant anionique di-azoïque appelé réactive black 5 (RB5). Ce produit chimique est utilisé comme colorant pour textiles de coton, laine, soie et polyamide. Il peut apparaître sous différents noms, y compris : tetrasodium salt, Levafix Black E-B, Primazin Black BN, C.I. REACTIVE BLACK 5, Remazol Black GF, Black B, R/K 3B, Sumifix Black B, Black VS-B. le tableau 4 récapitule toutes les propriétés physico-chimiques du polluant cible.

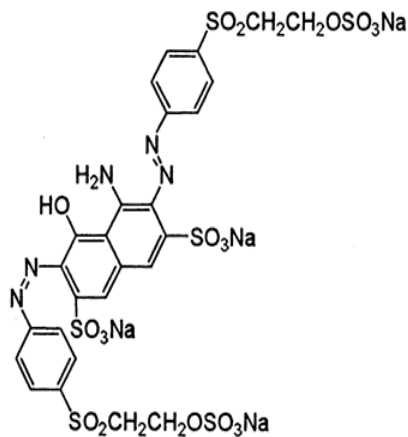


Figure 5 : Structure chimique du RB5



Figure 6 : La poudre du RB5

CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau 4 : Propriétés physico-chimiques du RB5

| Propriétés | Polluant cible : Réactive black 5 |
|--------------------------------|--|
| Formule brute | $C_{26}H_{21}N_5Na_4O_{19}S_6$ |
| Numéro de CAS | 17095-24-8 |
| Masse molaire (g/mol) | 991.82 |
| Point de fusion | >300 °C |
| Densité | 1,21 à 20°C |
| λ_{max} (nm) | 595 |
| Caractérisation chimique | Colorant acide anionique di-azoïque |
| Etat | poudreux |
| Odeur | Inodore |
| Solubilité dans l'eau | 550 mg/mL à 20 °C |
| pka | 10,16 |
| Nom systématique d'après IUPAC | 4-amino-5-hydroxy-3,6-bis[(E)-[4-(2-sulfonatooxyethylsulfonyl)phenyl]azo]naphthalene-2,7-disulfonate |
| Synonymes | Remozol Black 5, Remozol Black B ; Diumir Black B, Cavalite Black B. |

I.2. Réactifs

Au cours de ce travail, nous avons eu besoin d'un certain nombre de réactifs chimiques consignés dans le tableau ci-dessous. Il s'agit essentiellement de composé modèle, des réactifs pour diverses applications, des acides et bases pour ajuster et contrôler le pH et les réactifs utilisés en dosimétrie et le dosage de l'eau oxygénée. Tous ces composés sont utilisés sans purification préalable.

CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE

Tableau 5 : Produits chimiques utilisés avec les degrés de pureté

| Produits | Formule brute | Pureté | Utilisation |
|---|-----------------------------------|---------|-----------------------|
| Réactive Black 5 | $C_{26}H_{21}N_5Na_4O_{19}S_6$ | | Composé cible |
| Iodure de potassium | KI | 99-100% | Dosimétrie et |
| sulfate d'ammonium et de fer(II) hexahydraté | $Fe(SO_4)_2(NH_4)_2 \cdot 6 H_2O$ | 99% | |
| Chlorure de sodium | NaCl | 99 % | Dosage de H_2O_2 |
| Heptamolybdate d'ammonium | $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ | 99% | |
| Acide sulfurique | H_2SO_4 | 95-97% | Variation de pH |
| Hydroxyde de sodium | NaOH | 99% | |
| Sulfate de fer(III) | $Fe_2(SO_4)_3$ | 99% | Réactifs |
| Peroxyde d'hydrogène | H_2O_2 | 10% | |

II. Dispositif expérimental :

• Réacteur sonochimique

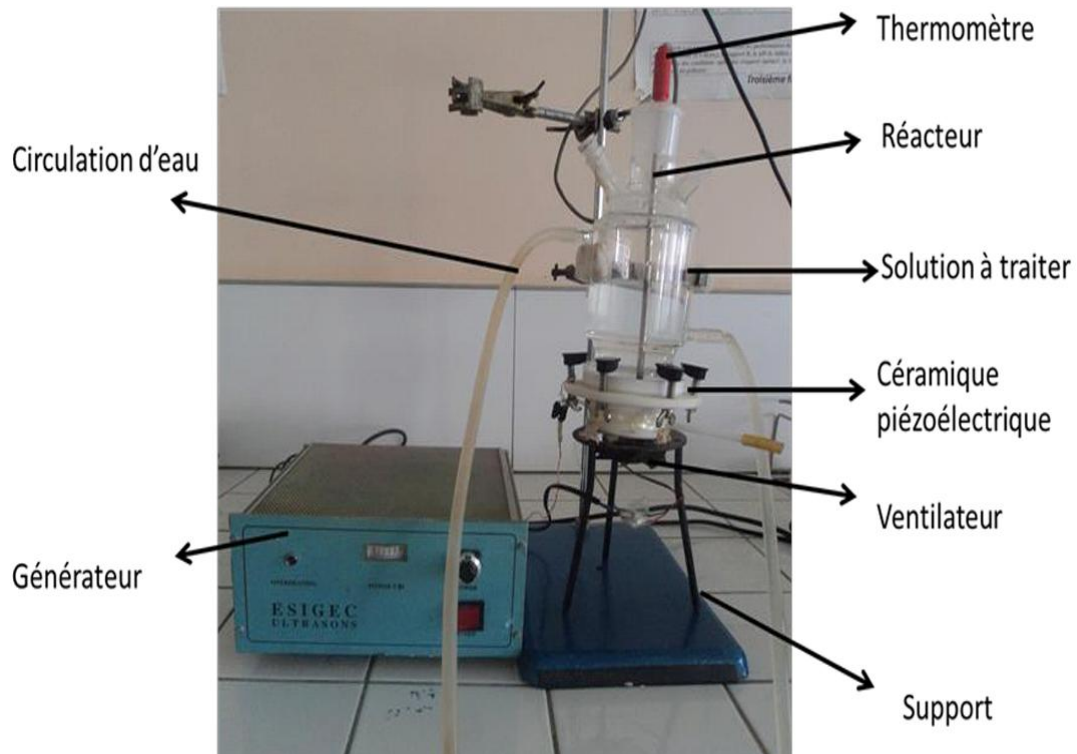
La dégradation sonochimique du réactive black 5 a été effectuée dans un réacteur en verre borosilicaté, cylindrique à double paroi pour la circulation de l'eau de refroidissement du système, avec un volume total de 500 mL (figure 7).

Les ondes ultrasonores d'une fréquence de 500 kHz et de puissance variable sont émises via un disque en céramique piézo-électrique d'un diamètre de 4 cm fixé en bas du réacteur. Pour éviter le réchauffement de la céramique qui pourrait provoquer sa dilatation ainsi que sa détérioration, un ventilateur est placé à la base du système. L'alimentation électrique est un générateur de haute fréquence (Radiocom Systems ULV300A).

La température de la solution est contrôlée par un thermocouple de type TS400 immergé dans la solution. Cette solution est maintenue à une température constante à 20 ± 1 °C

CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE

par un cryothermostat (FISHER SCIENTIFIQUE ISOTEMP) afin d'éviter les fluctuations thermiques induites par les ultrasons, qui pourraient influencer les cinétiques de réactions.



III. Méthodes d'analyse

III.1. Spectrophotomètre UV-Visible

L'absorbance de la solution a été mesurée avec un spectrophotomètre UV-Visible de type Perkin Elmer – Lambda 25. La spectrophotométrie UV/ Visible nous permet d'identifier notre composé ainsi que de déterminer sa concentration. Cette technique d'analyse permet de connaître la longueur d'onde maximale d'absorption de l'échantillon qui est une caractéristique de la molécule, cette absorption est assurée par un groupement chromophore qui à cette longueur d'onde absorbe des photons.

- **Principe**

Le type de détecteur UV-visible est basé sur la loi de Beer-Lambert :

$$A = \log (I_0 / I) = \epsilon * l * C \quad (1)$$

Avec : I_0 : intensité du rayonnement incident,

I : intensité du rayonnement transmis,

A: Absorbance

ϵ : Coefficient d'extinction molaire spécifique ($L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$)

C: La concentration du soluté (mol/L)

l: Epaisseur de la cellule optique (cm).

III.2. pH mètre

Les mesures du pH ont été effectuées avec un pH-mètre (consort C3030) muni d'une électrode combinée.

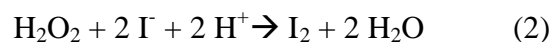
Pour ajuster le pH de la solution de RB5, nous avons utilisé :

- Une solution d'acide sulfurique H_2SO_4 (1M).
- Une solution d'hydroxyde de sodium NaOH (1M).

III.3. Dosage du peroxyde d'hydrogène

- *Principe du dosage*

La concentration en peroxyde d'hydrogène a été déterminée par la méthode iodométrique et le dosage se fait par spectrophotométrie UV-Visible. Le principe de cette méthode repose sur l'oxydation par le peroxyde d'hydrogène des ions iodure en diiode I_2 qui se combine avec les ions I^- pour former les ions triiodure I_3^- en présence d'heptamolybdate d'ammonium comme catalyseur selon les réactions:



L'espèce absorbante I_3^- formée est dosée par spectrophotométrie d'absorption à 350nm ($\epsilon=26400 L \cdot mol^{-1} \cdot cm^{-1}$).

CHAPITRE II : PARTIE EXPERIMENTALE

- *Mode opératoire*

200 μL d'échantillon sont mélangés à 20 μL d'héptamolybdate d'ammonium ($10^{-2} \text{ mol L}^{-1}$) et 1 ml de KI ($10^{-1} \text{ mol L}^{-1}$). L'absorbance est mesurée après 5 minutes de réaction.

La concentration en H_2O_2 est déterminée à partir de la relation suivante :

$$[\text{H}_2\text{O}_2] = \frac{A}{\epsilon l d} \quad (4)$$

Avec :

A: Absorbance de la solution.

ϵ : Coefficient d'absorption des ions I_3^- à 350 nm.

l : Trajet optique (1 cm).

d: Le taux de dilution $d = \frac{200}{1220}$.



RESULTATS
ET DISCUSSIONS

I. Caractéristiques du réacteur sonochimique

I.1. Méthode calorimétrique

- **Principe**

Une partie de l'énergie acoustique est convertie en chaleur lors de la propagation des ondes ultrasonores dans un milieu liquide, qui se traduit par l'augmentation de la température du liquide de quelques dizaines de degrés pour une durée de quelques minutes, si le système n'est pas thermostaté. Le fait de remonter à la puissance électrique consommée autorise des comparaisons énergétiques [47-48].

Si la masse du liquide soumise aux ultrasons m (en kg) et sa capacité calorifique massique à pression constante C_p (en J/kg.K) sont connues, l'élévation de la température par unité de temps (dT/dt) en K/s induite par le passage des ultrasons peut facilement être convertie en apport d'énergie, en utilisant l'équation (5) [49-50] :

$$P_{ac} = m C_p (dT/dt) \quad (5)$$

- **Mise en oeuvre**

Les mesures calorimétriques sont faites avec de l'eau distillée en utilisant un volume égal au volume utilisé pour les expériences de dégradation du colorant. La double enveloppe du réacteur est vidée pour minimiser les échanges de chaleur avec l'extérieur. La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple plongé dans la solution. L'évolution de la température mesurée en fonction du temps est enregistrée chaque 30 secondes pendant 5 minutes pour une puissance électrique fixe.

- **Résultats expérimentaux**

La figure 8 représente l'élévation de la température en fonction du temps obtenue pour chaque puissance électrique fournie au transducteur. On en déduit qu'une puissance électrique de 80W correspond à une puissance calorimétrique de 22W, soit un rendement calorimétrique de 27,5% pour la céramique utilisée.

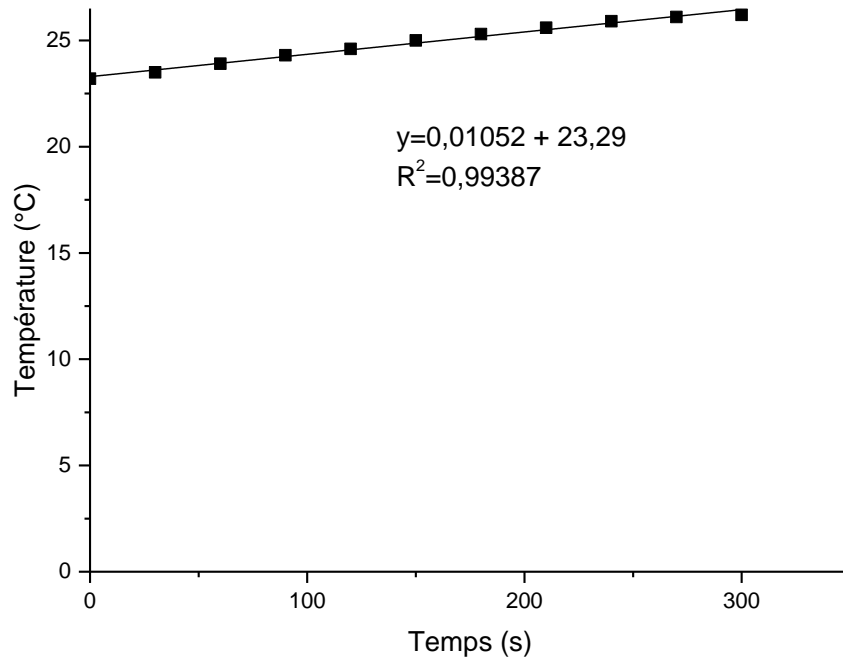


Figure 8 : La variation de la température en fonction du temps lors de la sonolyse de l'eau (conditions opératoires: $V_{\text{eau}} = 500 \text{ mL}$; $f = 500 \text{ kHz}$; $P_{\text{élec}} = 80 \text{ W}$).

En mesurant l'élévation de la température pour quelques puissances électriques imposées, il est alors possible de déterminer la puissance acoustique fournie au système. La figure 9 montre que la puissance acoustique libérée à la solution est proportionnelle à la puissance électrique imposée par le générateur.

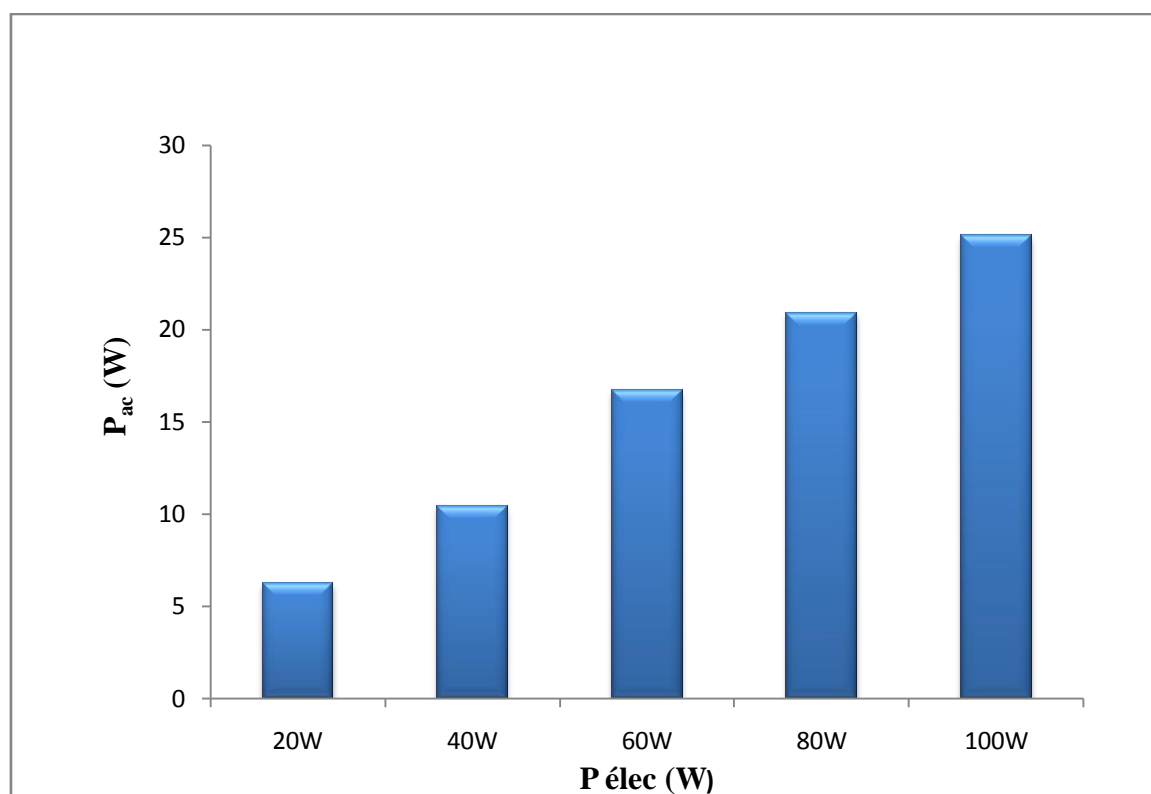


Figure 9 : Variation de la puissance acoustique dissipée dans le système en fonction de la puissance électrique fournie par le générateur.

(Conditions opératoires : $V_{\text{eau}} = 500 \text{ mL}$; $f = 500 \text{ kHz}$).

I.2. Dosimétrie

L'implosion des bulles de cavitation crée des radicaux libres et du peroxyde d'hydrogène par sonolyse des molécules d'eau. La détermination de la quantité de ces espèces par dosimétrie est un moyen de caractériser l'activité chimique des ultrasons. Il existe de nombreuses méthodes permettant ce dosage. Dans notre expérience, nous avons choisie la dosimétrie KI et la dosimétrie de Frick pour la simplicité de mise en œuvre et pour la stabilité des ions utilisés [11].

I.2.1. Dosimétrie KI

- **Principe**

Dans cette dosimétrie, les radicaux hydroxyles ($\text{HO}\cdot$) réagissent avec les ions iodure (I^-) pour former I_2 . Comme les ions iodure sont en excès dans la solution, I_2 réagit avec l'excès d'ions iodure pour donner les ions triiodure (I_3^-) qui absorbe à une longueur d'onde de 353 nm

[51]. La formation des ions I_3^- au cours de la sonolyse est détaillée dans la série de réactions suivante [51]:



- **Mise en œuvre**

Pour la dosimétrie KI, les solutions ont été préparées par dissolution de KI dans l'eau distillée à la concentration de 0,1M. L'application des ultrasons à une solution de KI conduit à la formation de I_3^- . L'absorbance des ions I_3^- formés au cours de la sonolyse est mesurée par spectrophotométrie à 353 nm ($\epsilon = 26300 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$) [51]

- **Résultats**

La cinétique de formation de I_3^- durant la sonolyse à 500 kHz et 80 W est présentée sur la Figure 10. Les résultats de cette figure montrent que la concentration de I_3^- évolue de manière linéaire avec le temps durant 60 minutes de sonolyse et la quantité de I_3^- formé est de 83.72 μM pour un volume de 500mL.

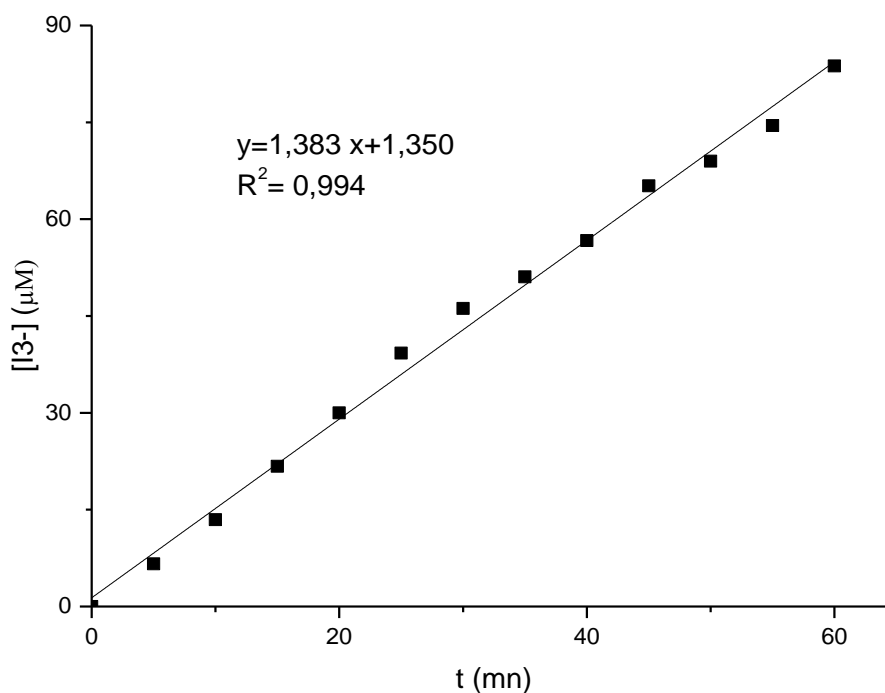
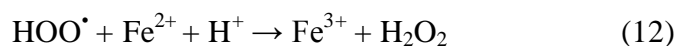
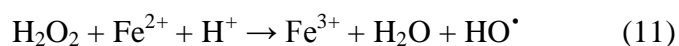
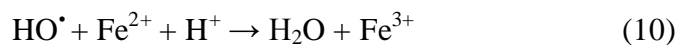


Figure 10 : Quantité de triiodure formée en fonction du temps de sonolyse lors d'une dosimétrie KI
(Conditions opératoires : $V=500\text{ mL}$, $f(\text{US})=500\text{ kHz}$, $P_{\text{elec}}=80\text{ W}$).

I.2.2 Dosimétrie de Fricke

- **Principe**

Lors du passage des ultrasons au sein des solutions de Fricke, les ions Fe^{2+} dans la solution sont oxydés en Fe^{3+} par les radicaux hydroxyles, par le peroxyde d'hydrogène et par $\text{HOO}\cdot$ à pH acides, l'ion ferrique est détecté à 296 nm avec ($\epsilon = 2197\text{ L mol}^{-1}\text{ cm}^{-1}$). L'oxydation se fait selon les réactions (10 à 12) [51,52] :



• Mise en œuvre

Cette dosimétrie est réalisée avec la solution suivante :

- $\text{FeSO}_4 (\text{NH}_4)_2 \cdot \text{SO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ (10^{-3} M),
- H_2SO_4 (0.4 M),
- NaCl (10^{-3} M).

La solution obtenue est irradiée par ultrasons et l'absorbance de Fe^{3+} formé dans la solution est mesurée à 296 nm ($\epsilon = 2197 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$) [51].

• Résultats

La concentration des ions Fe^{3+} formés évolue linéairement en fonction du temps de l'irradiation de 500 mL de solution de Fricke à 80W et 500 kHz, et la Figure 11 montre qu'après 60 min de sonolyse la concentration en Fe^{3+} est égale à 115.15 μM .

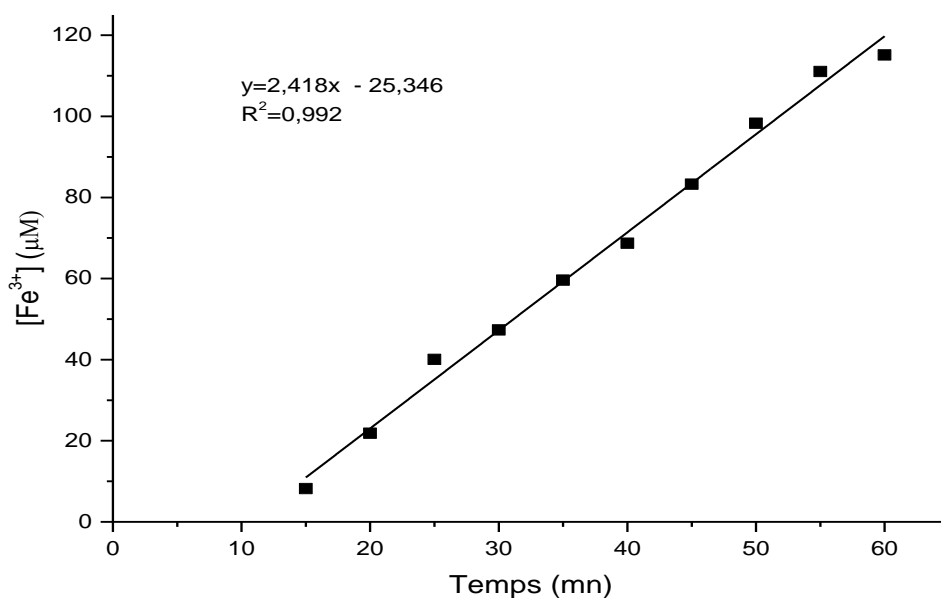


Figure 11 : Formation de Fe^{3+} en fonction du temps d'irradiation de la solution de Fricke

II. Dégradation Sonochimique du réactive black 5

II.1 Détermination de longueur d'onde d'absorption maximale du colorant RB5 :

Dans le but de déterminer la longueur d'onde maximale λ_{\max} sur laquelle nous allons travailler, le spectre UV-Visible du colorant réactive black 5 montre clairement trois bandes une dans l'UV à 327nm et deux dans le visible à 392 et 597 nm (la bande la plus intense correspond à la bande d'absorption maximale où le suivi de la dégradation sonochimique du colorant se fait à cette bande).

Le coefficient d'absorption molaire (ϵ) à cette longueur d'onde pour une concentration de 50 mg/L est égale à $\epsilon=3.174 \cdot 10^4 \text{ L}\cdot\text{mol}^{-1}\cdot\text{cm}^{-1}$

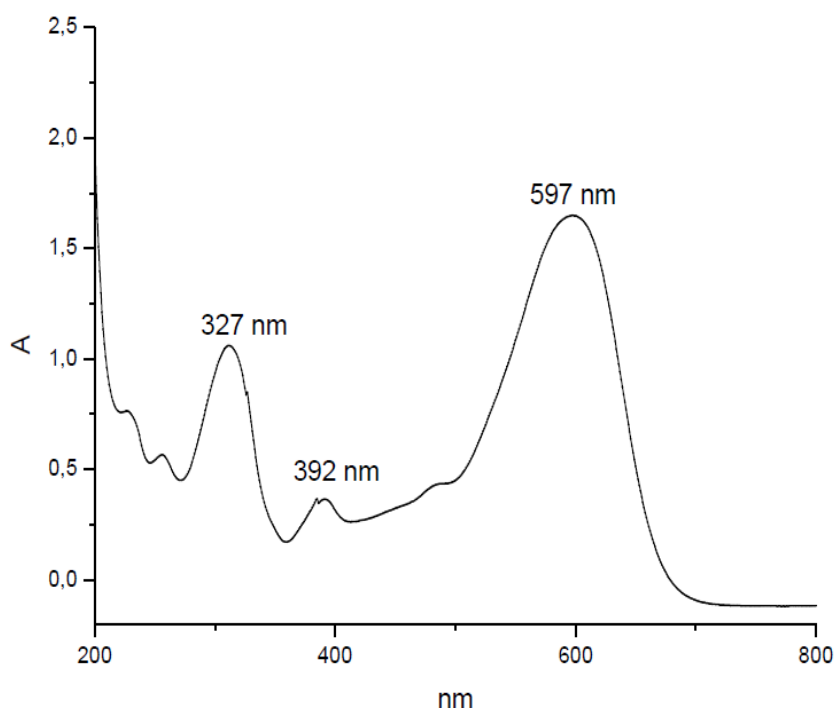


Figure 12 : Spectre UV-Visible de RB5.

II.2 Etablissement de la courbe d'étalonnage :

En solution aqueuse, le colorant RB5 absorbe dans le domaine visible ($\lambda_{\max}=597 \text{ nm}$). Afin de vérifier la loi de BEER-LAMBERT, nous avons effectué la mesure de l'absorbance de plusieurs solutions du RB5 à des concentrations connues (10, 20, 30, 40 et 50 mg/L). Les résultats sont illustrés sur la figure 13 :

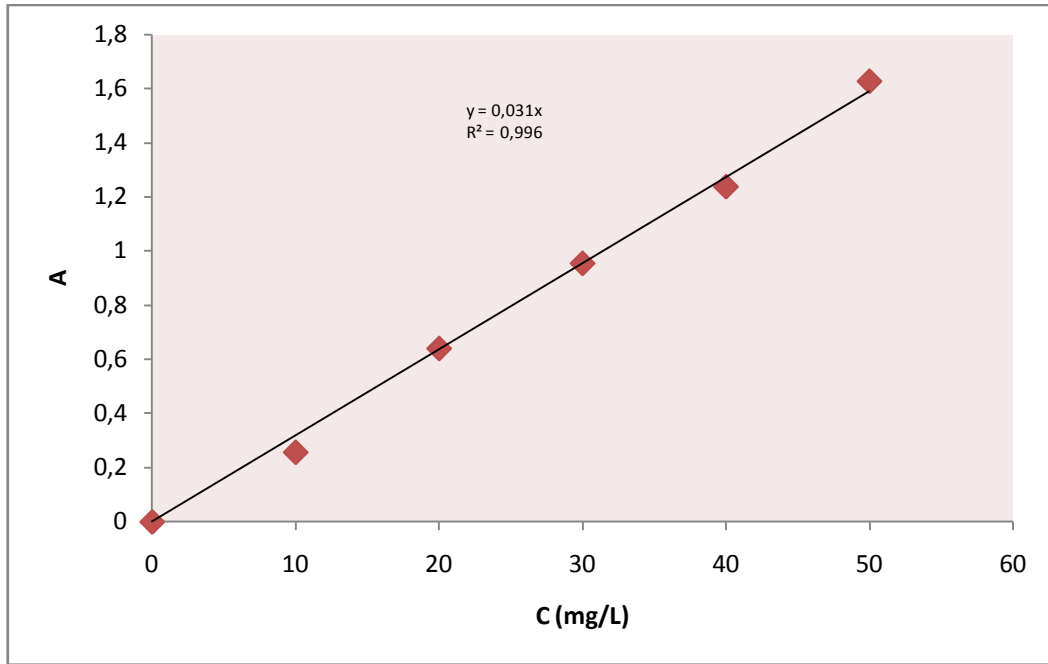


Figure 13 : Courbe d'étalonnage du colorant réactive black 5 (RB5)

D'après la figure 13, On aperçoit que la courbe est une droite avec un coefficient de corrélation égal à 0,996 représentant un bon ajustement linéaire avec une pente égale à 0.031. Ceci nous admet à dire que la loi de BEER – LAMBERT est vérifiée dans ce domaine de concentrations, de ce fait on peut relier la concentration à l'absorbance par les relations suivantes :

$$\text{À } t=0 \quad A_0 = \epsilon.l.C_0 \quad (13)$$

$$\text{À un temps } t, \text{ on a } A = \epsilon.l.C \quad (14)$$

En faisant le rapport (3)/(4) on obtient :

$$A / A_0 = C / C_0 \quad (15)$$

Avec C/C_0 représentent la quantité de polluant restant en solution

II.3 Dégradation du RB5 par les procédés sonolytiques

II.3.1 La sonolyse du RB5

Afin d'étudier la dégradation du RB5 en présence des radiations ultrasonores, nous avons irradié la solution aqueuse du colorant de concentration 50 mg/L et un volume de 500 mL en appliquant des ondes ultrasonores de haute fréquence (500 kHz et 80 W). La figure 14 montre la dégradation sonochimique du RB5 ainsi que la quantité du peroxyde d'hydrogène formée en présence du colorant en fonction du temps. En examinant la figure on peut dire que la formation du peroxyde d'hydrogène augmente avec le temps et que la dégradation du RB5 en présence des US atteint 41%.

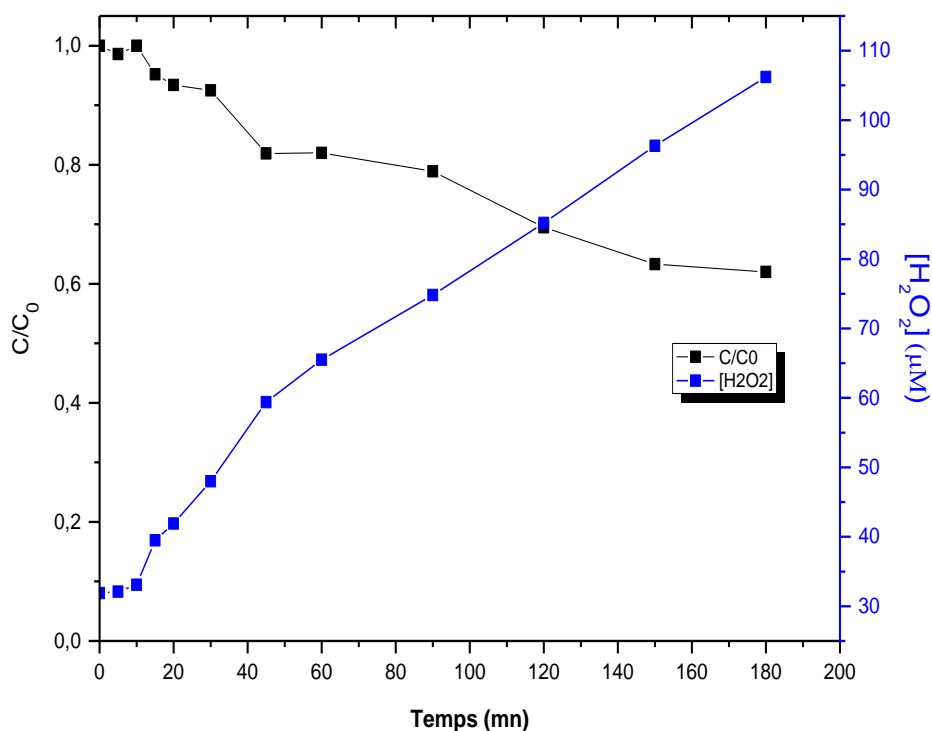


Figure 14 : Dégradation sonochimique du RB5 et formation du peroxyde d'hydrogène en présence du colorant
(Conditions opératoires : V=500mL, f=500kHz, [RB5]=50ppm, P_{élec}=80W.)

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Dans le but d'améliorer le rendement de la dégradation, nous allons étudier quelques paramètres tels que le pH initial, l'effet de la puissance des US, l'effet de la concentration initiale du colorant et l'ajout de H_2O_2 et de Fe^{2+} dans la solution

a. Effet du pH initial

Le pH est un paramètre opérationnel important dans le traitement des eaux usées. Dans les systèmes de dégradation sonochimique, l'influence du pH sur la cinétique de dégradation du colorant RB5 par sonolyse, a été étudiée dans des milieux du pH différents : 3 ; 5,8 ; 7 ; 9,5 ; 11,5. Le pH initial de la solution réactionnelle a été fixé par ajout des solutions d'acide sulfurique et de soude concentrée. Les procédés ultrasonores ont été réalisés pour des solutions de concentration initiale en RB5 de 50 mg/L.

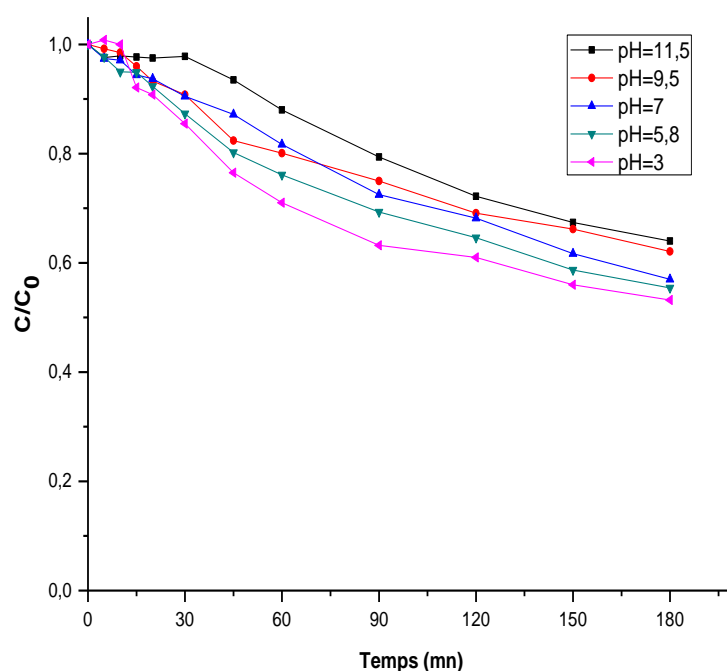


Figure 15 : Effet du pH sur la dégradation sonochimique du RB5,

(Conditions opératoires : $V=500\text{mL}$, $f=500\text{kHz}$, $[\text{RB5}]=50\text{ppm}$, $P_{\text{elec}}=80\text{W}$)

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau 6: Rendement de dégradation du RB5 par le procédé US seul, effet de pH.

| pH | 3 | 5.8 | 7 | 9.5 | 11.5 |
|------------------|-------|-------|-----|-------|------|
| Rendement | 46.6% | 44.6% | 43% | 37.9% | 36% |

Les résultats sur la figure et le tableau montrent que les rendements d'élimination obtenus pour le colorant est légèrement meilleure à pH= 3 avec un rendement de 46,6%. Ceci est dû à la charge que porte le colorant à chaque milieu. En milieu acide, les molécules du colorant sont chargées positivement ($pK_a=10.6$). Ces molécules s'accumuleront à l'interface liquide-bulle chargée négativement là où la concentration des radicaux hydroxyles réactifs et la température sont élevées par conséquent, la dégradation sera plus rapide.

b. Effet de la puissance électrique

L'élimination sonolytique du RB5 (50 mg/L) en solution aqueuse a été réalisée en variant les puissances électriques (40, 60, 80 et 100 W). Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 16.

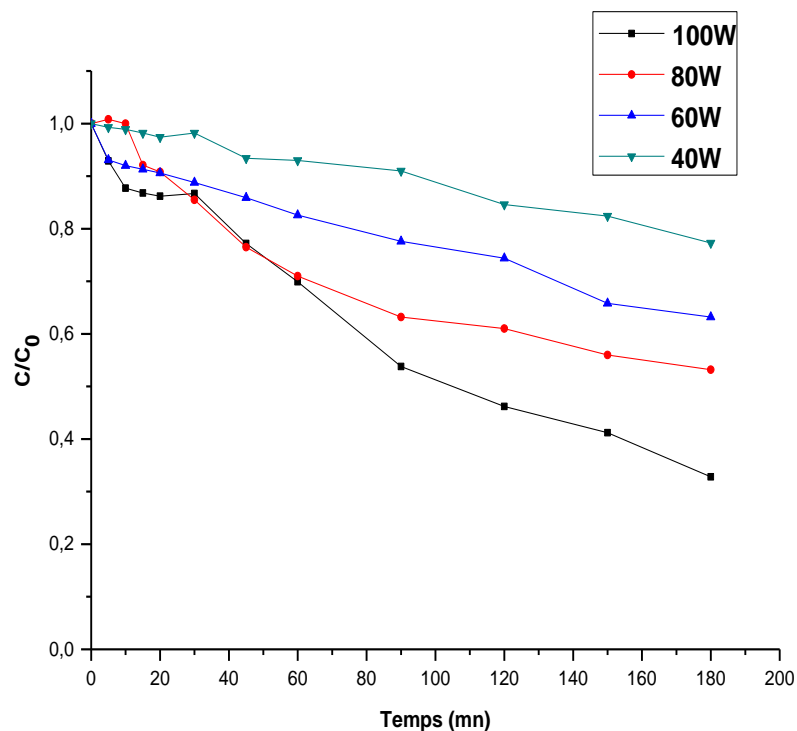


Figure 16 : Effet de la puissance sur la dégradation du RB5 par la sonolyse,

(Conditions opératoires : $V=500\text{mL}$, $f=500\text{kHz}$, $[\text{RB5}]=50\text{ppm}$, $\text{pH}=3$)

Il en ressort de la Figure 16 que la vitesse initiale d'élimination du substrat augmente avec l'augmentation des puissances électriques. On note qu'après 180 min d'irradiation les rendements de dégradation en RB5 sont de 67.2, 46.8, 36.8 et 22.7% pour des puissances de 100, 80, 60 et 40W respectivement. Il est clair que pour un volume de 500 mL d'une solution de 50 mg/L en RB5, il faut plus de 180 min de sonolyse pour atteindre un rendement de 100%.

L'accélération de la vitesse de dégradation avec l'augmentation de la puissance acoustique peut s'expliquer par l'intensité ultrasonore. L'intensité ultrasonore est le rapport entre la puissance acoustique et l'aire de la surface vibrante. Lorsque la puissance augmente, l'intensité augmente aussi. L'augmentation de l'intensité permet d'augmenter l'amplitude acoustique. La durée de l'implosion, la température et la pression générées augmentent avec l'amplitude, et les implosions seront d'autant plus violentes que l'amplitude sera élevée. Il en résulte une augmentation des effets sonochimiques dans les bulles lors de l'implosion lorsque

l'intensité augmente. Ceci se traduit par des vitesses de destruction plus élevées. Lorsque la puissance augmente, une importante énergie acoustique est transmise à la solution. En raison de cette énergie, le nombre de bulles de cavitation augmente entraînant une production importante des radicaux hydroxyles. Ces radicaux vont réagir avec les molécules du colorant, et la vitesse de cette réaction se trouve accélérée lorsque la puissance acoustique augmente. Aussi, l'abaissement du seuil de cavitation avec l'augmentation de la puissance acoustique est un autre facteur qui facilite la cavitation et améliore la qualité de l'effondrement des bulles de cavitation[53].

c. Effet de la concentration initiale du colorant

Afin d'étudier l'effet de la concentration initiale du colorant sur l'efficacité de la dégradation ultrasonore, des solutions de RB5 à différentes concentrations (20 ; 30 ; 40 et 50 mg/L) ont été irradiées à pH égal à 3. Les résultats obtenus sont illustrés sur la Figure 17.

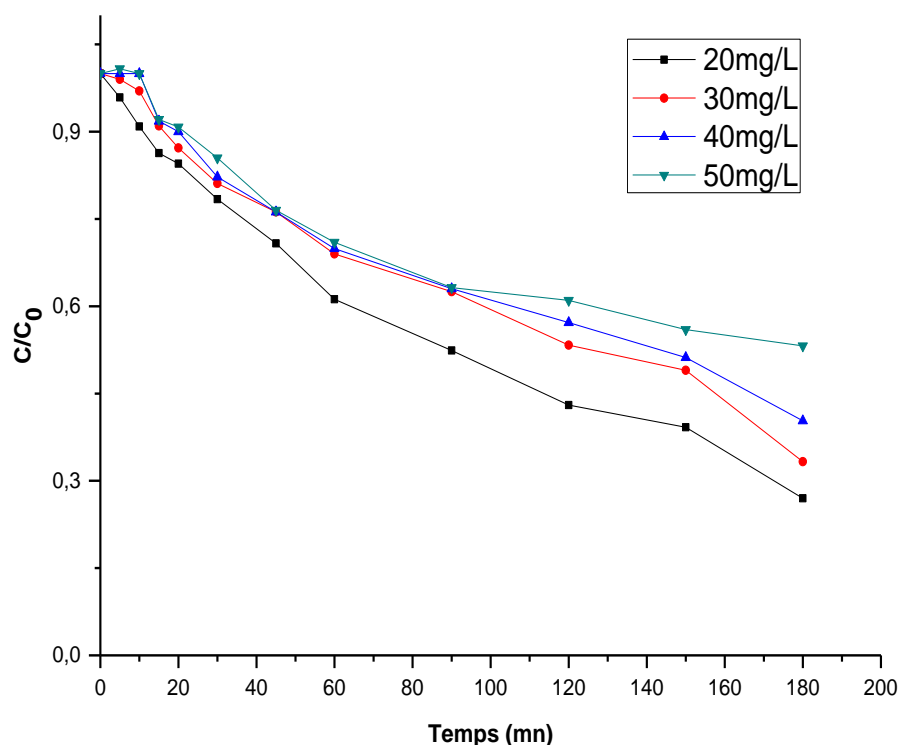


Figure 17 : Effet de la concentration initiale du colorant sur la dégradation sonolytique du RB5 (Conditions opératoires : $V=500\text{mL}$, $\nu=500\text{kHz}$, $\text{pH}=3$, $P_{\text{élec}}=80\text{W}$)

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Tableau 7: Rendement de dégradation du RB5 par le procédé US seul, effet de la concentration.

| Concentration du colorant | 20mg/L | 30mg/L | 40mg/L | 50mg/L |
|----------------------------------|--------|--------|--------|--------|
| Rendement | 73% | 66.7% | 59.7% | 46.8% |

D'après les résultats obtenus, l'efficacité de la dégradation diminue lorsque la concentration initiale de RB5 augmente. Cet acte peut être attribué au phénomène de compétition entre la molécule initiale du colorant et les intermédiaires issus de la sonolyse de la solution pour réagir avec les radicaux $\bullet\text{OH}$ à cause de la non-sélectivité de ces derniers. De plus, les cavités formées lors du processus ultrasonore atteignent la saturation avec l'augmentation de la concentration initiale du colorant. Ces deux facteurs contribuent à la diminution des vitesses de dégradation du RB5 avec l'augmentation de la concentration initiale du colorant [54-56]

a. Couplage US/ H_2O_2

Afin d'étudier l'effet de l'addition de l'eau oxygénée sur la dégradation sonolytique du RB5, nous avons ajouté au polluant une solution de H_2O_2 à différentes concentrations. L'examen de la figure (18), nous conduisons à dire qu'une augmentation de la concentration de peroxyde d'hydrogène provoque une augmentation de la quantité des $\bullet\text{OH}$ dans le milieu par conséquent elle augmente légèrement le rendement de dégradation.

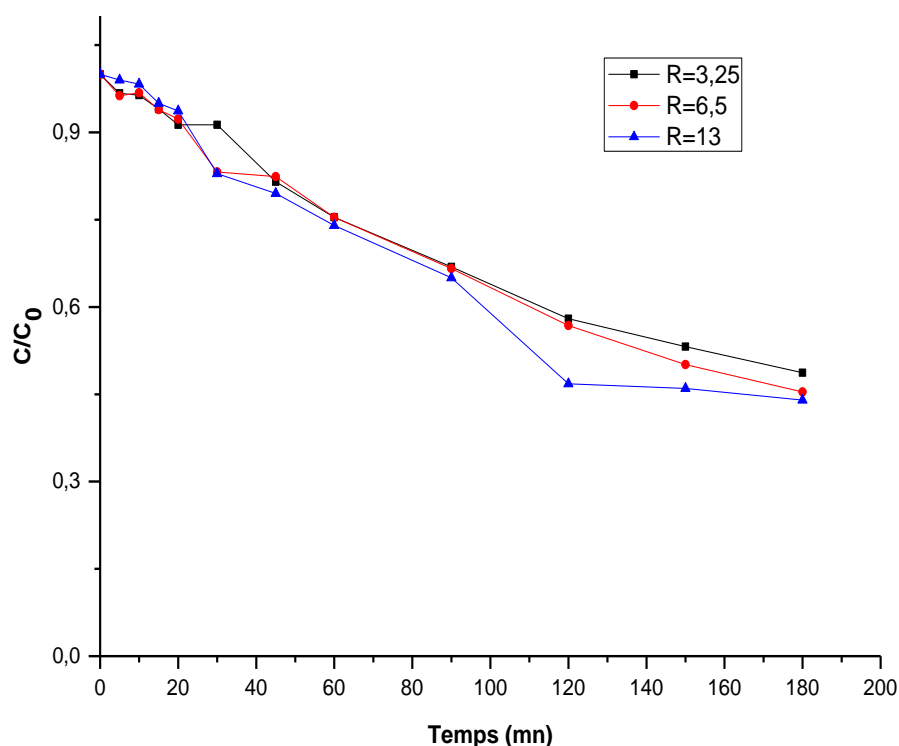


Figure 18 : Effet du rapport $R=[H_2O_2]/[RB5]$ sur la dégradation sonochimique du RB5
(Conditions opératoires : $V=500\text{mL}$, $f=500\text{kHz}$, $[RB5]=50\text{ppm}$, $P_{\text{elec}}=80\text{W}$ $\text{pH}=3$)

Tableau 8 : Rendement de dégradation du RB5 par le procédé $\text{US}/\text{H}_2\text{O}_2$.

| Rapport | 3.25 | 6.5 | 13 |
|-----------|-------|-------|-----|
| Rendement | 51.3% | 54.6% | 56% |

e. Effet de l'addition du fer

L'efficacité de la dégradation sonolytique des composés organiques peut être produite par la présence des ions de fer. Ces ions, qui sont généralement présents dans les eaux usées colorés, ont comme conséquence la décomposition de H_2O_2 et la génération des $\bullet\text{OH}$ par la réaction de Fenton [57].

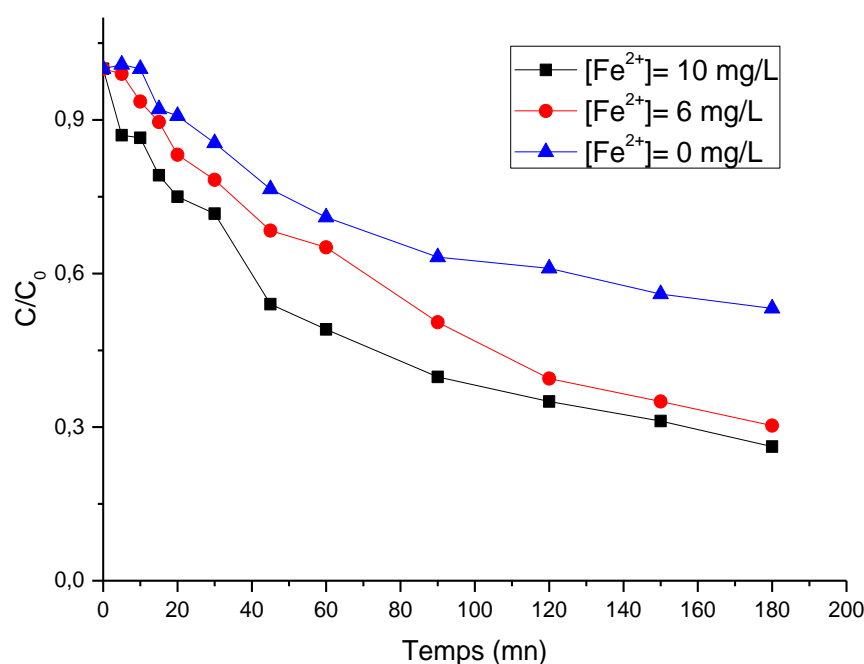


Figure 19 : Effet de l'addition des ions Fe^{2+} sur la dégradation sonochimique du RB5

(Conditions opératoires : $V=500\text{mL}$, $f=500\text{kHz}$, $[\text{RB5}]=50\text{ppm}$, $P_{\text{elec}}=80\text{W}$ $\text{pH}=3$)

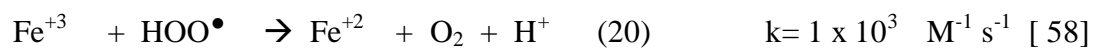
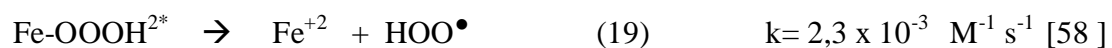
Tableau 9 : Rendement de dégradation sonochimique en présence du fer ferreux (Fe^{2+})

| $[Fe^{2+}]$ | 0 mg/L | 6 mg/L | 10 mg/L |
|------------------|--------|--------|---------|
| Rendement | 46.8% | 69.7% | 73.8% |

La Figure 19 montre clairement l'effet bénéfique de l'ajout du fer ferreux sur l'efficacité de la dégradation du RB5. Pour une concentration de 10 mg/L de Fe^{2+} , on note un rendement de dégradation de 73.8% après 180 minute de traitement. En absence des ions de Fe^{2+} , le rendement de la dégradation c'était a 46.8%

L'accélération de la dégradation par l'addition de $Fe(II)$ est due à la décomposition catalytique de H_2O_2 qui génère des radicaux hydroxyles par les procédés Fenton ($Fe(II)/H_2O_2$) et Fenton-like ($Fe(III)/H_2O_2$) (Réactions 16 à 20) [58-60].

CHAPITRE III : RESULTATS ET DISCUSSIONS





CONCLUSION

GENERALE

Conclusion générale

L'application des procédés d'oxydation avancée (POA) dans le domaine de traitement des eaux de rejets constitue une technologie intéressante et fait l'objet d'un intérêt croissant ces dernières années.


Ce travail avait pour but de dégrader le colorant RB5 qui est utilisé principalement dans l'industrie textile, il est représenté comme un polluant récalcitrant et considéré comme un danger demandant un traitement avant d'être rejeté. Cette dégradation s'est fait par différents procédés sonochimiques à savoir : (US seul), (US/H₂O₂) et (US/Fe²⁺).

Les résultats expérimentaux obtenus à partir de cette étude montrent bien que :

Les résultats concernant la sonolyse seule indiquent que la dégradation est favorisée en milieu acide avec une puissance égale à 100W et une faible concentration du colorant (20 mg/L).

L'ajout du peroxyde d'hydrogène au milieu réactionnel améliore la dégradation avec un rapport $R=[H_2O_2]/[RB5]=13$.

L'addition du fer joue un rôle important dans le processus de dégradation. L'augmentation de la quantité du Fe²⁺ accroît le rendement de dégradation de RB5 et la meilleure dégradation a été obtenue pour 10 mg/L de Fe²⁺.



REFERENCES
BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques

- [1] D.S. Babu, V. Srivastava, P.V. Nidheesh, M. Suresh Kumar , Detoxification of water and wastewater by advanced oxidation processes. *Science of The Total Environment* 696, 133961, 2019.
- [2] C.G. Joseph, G.L. Puma, A.Bono, D. Krishnaiah, Sonophotocatalysis in advanced oxidation process: A short review. *Ultrasonics Sonochemistry*, 16, 583-589, 2009.
- [3] F. Guenfoud, M. Mokhtari, and H. Akrouf, Electrochemical degradation of malachite green with BDD electrodes: Effect of electrochemical parameters. *Diamond and Related Materials*, 46, 8-14, 2014.
- [4] S. Abha, A. Javed and S.J.S. Flora, Application of advanced oxidation processes and toxicity assessment of transformation products, *Environmental Research* 167,223-233, 2018.
- [5] Wh. Glaze, K. Joon-wun et Dh Chapin. « The chemistry of water treatment processes involving ozone, hydrogen peroxide and ultraviolet radiation ». *Ozone: science & engineering* 9, 335-352, 1987.
- [6] O. Moumeni, Traitement Sonochimique des Eaux Contaminées par le Vert de Malachite, thèse de Doctorat, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2013.
- [7] E.Z. Guivacrch, Traitement des polluants organiques en milieux aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancé "Electro-Fenton": application à la minéralisation des colorants synthétiques, Thèse de doctorat, Université de Marne-la-Vallée, 2004.
- [8] T.J. Mason, J.P Lorimer, *Applied sonochemistry: use of power ultrasound in chemistry and Processing*, Wiley VCH Herlag GmbH and Co. KGaA, Weinheim, 2002.
- [9] A. Benomara, Élimination photolytique et photocatalytique de la diéthylènetriamine en solution aqueuse, Mémoire de Master, Université de Tlemcen, 2015.
- [10] H. Gaffour, Élimination du 4-nitrophenol par des procédés d'oxydation avancée, Mémoire de Magister, Université de Tlemcen, 2011.
- [11] F. Guenfoud , "Elimination du Vert Malachite par des procédés d'oxydation avancée", Thèse de doctorat, Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen, 2015.
- [12] P. Chowdhury, and T. Viraraghavan, Sonochemical degradation of chlorinated organic compounds, phenolic compounds and organic dyes – A review. *Science of The Total Environment* 407, 2474-2492, 2009.

- [13] C. Raghavacharya, Colour removal from industrial effluents-a comparative review of available technologies, *Chemical Engineering World* 32, 53–54, 1997.
- [14] F.M. Nowak, *Sonochemistry: Theory, syntheses and Applications*, Nova Sciences Publishers, New York, 2010.
- [15] F. Laugier, *Les ultrasons en procédés polyphasique: transfert gaz-liquide et réaction liquide –liquide*, Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, France, 2007.
- [16] C. Pétrier, M.F. Lamy, A. Franconny, A. Benahcene, B. David, V. Renaudin, N. Gondrexon, "Sonochemical Degradation of Phenol in Dilute Aqueous Solutions: Comparison of the Reactor Rates at 20 kHz and 487 kHz", *Journal of Physical Chemistry* 98, 10514-10520, 1994.
- [17] O. Hamdaoui, *Contribution à l'étude et la modélisation des phénomènes d'adsorption/désorption de composés organiques sur charbon actif en grain en l'absence et en présence d'ultrasons*, Thèse de doctorat de l'Université Badji Mokhtar-Annaba et de l'Université de Savoie, 2004.
- [18] H. Suty, C. De Traversay et M. Coste. Application of advanced oxidation processes: Present and future. Dans: *Proceedings of the 3rd Conference on Oxidation Technologies for Water and Wastewater Treatment*, 18 au 22 mai, Goslar, Allemagne, pp. 8, 2003.
- [19] N. Navarro, *Dégradation Sonocatalytiques de composés organiques*, thèse de Doctorat, Université Montpellier 2, 2012.
- [20] K.S. Suslick, the chemical effects of ultrasound, *Scientific American*, 260, 80-86, 1989
- [21] M. Paquin, *Conception et calibration d'un sonoréacteur pour l'oxydation de la cellulose par le système TEMPO/NaOCl/NaBr*, Mémoire de Master, Université du Québec, 2013.
- [22] E. L. Mead, R. G. Sutherland, R. E. Verrill «The effect of ultrasound on water in the presence of dissolved gases», *Can. J. Chem.* 54; 1114, (1976).
- [23] N.G. Her, J.S. Park, J. Oh, Y. Yoon, New design approaches for ultrasonic reactors: degradation of naphthalene and phenol in water, *Water, Air, Soil Pollution*, 220, 173-180, 2011.
- [24] Y. Asakura, T. Nishida, T. Matsuoka, S. Koda, Effects of ultrasonic frequency and liquid height on sonochemical efficiency of large-scale sonochemical reactors, *Ultrasonics Sonochemistry*, 244-250, 2008.

- [25] L.H. Thompson, L.K. Doraiswamy. Sonochemistry: science and engineering, Industrial and Engineering Chemistry Research 38 1215-1249, 1999.
- [26] Y.G. Adewuyi, Sonochemistry in environmental remediation 2: heterogeneous sonophotocatalytic oxidation processes for the treatment of pollutants in water, Environmental Science and Technology 39, 8557-8570, 2005.
- [27] M. Dükkancı, G. Gündüz, Ultrasonic degradation of oxalic acid in aqueous solutions, Ultrasonics Sonochemistry 13, 517-522, 2006.
- [28] Y. Jiang, C. Pétrier, T.D. Waite, Effect of pH on the ultrasonic degradation of ionic aromatic compounds in aqueous solution, Ultrasonics Sonochemistry 9, 163-168, 2002.
- [29] H. Ferkous, Elimination du colorant azoïque bleu noir naphthol dans l'eau par sonochimie et procédés innovants d'oxydation, these de doctorat, université Badji Mokhtar Annaba , 2016.
- [30] J. Timothy Mason, Sonochemistry and the environment – Providing a “green” link between chemistry, physics and engineering, Ultrasonic Sonochemistry, 14, 476-483, 2007.
- [31] H.B. Mansour, R. Mosrati, D. Corroler, D. Bariller, K. Ghedira, D. Bariller and L. Chekir- Ghedira, In vitro study of DNA damage induced by acid orange 52 and its biodegradation derivatives, Environ. Toxicol. Chem, 28, 489-495, 2009.
- [32] U. Pagga, D Brown , The degradation of dyestuffs part II: behaviour of dyestuffs in aerobic biodegradation tests. Chemosphere. 15, 4 ,479-491, 1986.
- [33] E. Zawlotzki Guivarch , Traitement des polluants organiques en milieux aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée "Electro-Fenton". Application à la minéralisation des colorants synthétiques. Thèse doctorat. Université de Marne-La Vallée, septembre 2004.
- [34] N. Barka. L'élimination des colorants de synthèse par adsorption sur un phosphate naturel et par dégradation photocatalytique sur TiO₂ supporté, thèse doctorat, Faculté des Sciences, Agadir, 2008.
- [35] M. Capon, V. Courilleu, C. Valette. Chimie des couleurs et des odeurs, Nantes, Culture et technique, 1999.
- [36] A. Zille, Laccase Reactions for Textile Applications, Thèse de Doctorat, Universidade do Minho Escola de Engenharia, 2005.

- [37] N. Benselka, Synthèses d'argiles anioniques ($MgFeCO_3$) par coprécipitation et dégradation thermique de l'urée et applications à l'élimination de colorants anioniques dans les effluents textiles, thèse de Doctorat, Université USTO « Mohamed Boudiaf », 2015.
- [38] D. Mac.Cann, A.Barret; A.Cooper, —Food additives and hyperactive behavior in 3yearsJ.The lancet, 37, 1560-1567, 2007.
- [39] H. Zollinger , — Synthesis, Properties and Applications of Organic dyesl , J.Dyes and Pigments, (2) 125–130, 1991.
- [40] L. Venant Haule, Lutamyo Nambela, Quintino Mgani, A Review on Source, Chemistry, Green Synthesis and Application of Textile Colorants, Journal of Cleaner Production,2019.
- [41] S. Rangabhashiyam, N. Anu, N. Selvaraj. Sequestration of dye from textile industry wastewater using agricultural waste products as adsorbents. Journal of Environmental Chemical Engineering, 1 , 629–641, 2013.
- [42] S. Hammami, N. Bellakhal, N. Oturan, M.A. Oturan, M. Dachraoui, Degradation of Acid Orange 7 by electrochemically generated $\bullet OH$ radicals in acidic aqueous medium using a boron-doped diamond or platinum anode: A mechanistic study. Chemosphere ,73 (5), 678-684, 2008.
- [43] W. Ouari, Oxydation des colorants par POAs sur catalyseurs à base d'argile commerciale K10 modifiée,mémoire de master, UNIVERSITÉ DE TLEMCEN, 2017.
- [44] F. Benamraoui , Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture, mémoire de magister, UNIVERSITE FERHAT ABBAS SETIF-1,2014.
- [45] S. Adjaoud, Elimination d'un colorant anionique par un adsorbant naturel , Mémoire de Master ,UNIVERSITE DE TIZI-OUZOU,2018.
- [46] N. Bouanimba, Etude comparative de la dégradation photochimique et photocatalytique de quatre colorants: Impact de la structure chimique et corrélation entre l'adsorption et l'activité photocatalytique de TiO_2 , thèse de doctorat, UNIVERSITE - CONSTANTINE 1, 2014.
- [47] H. Ghodbane, O. Hamdaoui, Degradation of Acid Blue 25 in aqueous media using 1700 kHz ultrasonic irradiation: Ultrasound/Fe(II) and ultrasound/ H_2O_2 combinations, Ultrasonics Sonochemistry 16 593-598, 2009.

- [48] M.R. Hoffmann, I. Hua, R. Hochemer, Application of ultrasonic irradiation for the degradation of chemical contaminants in water, *Ultrasonics Sonochemistry* 3 S163-S172, 1996.
- [49] C. Pétrier, D. Casadonte, The sonochemical degradation of aromatic and chloroaromatic contaminants, *Advances in Sonochemistry* 6 91-109, 2001.
- [50] M. Goela, H. Hongqianga, A.S. Mujumdarb, M.B. Ray, Sonochemical decomposition of volatile and non-volatile organic compounds -a comparative study-, *Water Research* 38 4247-4261, 2004.
- [51] Y. Iida, K. Yasui, T. Tuziuti, M. Sivakumar, Sonochemistry and its dosimetry. *Microchemical Journal*, 80 (2):p. 159-164, 2005.
- [52] S. Koda, T. Kimura, T. Kondo, H. Mitome, A standard method to calibrate sonochemical efficiency of an individual reaction system, *Ultrasonics Sonochemistry* 10 149-156, 2003.
- [53] G.B. Daware, and P.R. Gogate, Sonochemical degradation of 3-methylpyridine (3MP) intensified using combination with various oxidants. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2020. 67: p. 105120.] [Wu, Z., et al., Critical factors in sonochemical degradation of fumaric acid. *Ultrasonics Sonochemistry*, 27: p. 148-152, 2015.
- [54] Z. Rahmani, M. Kermani, M. Gholami, A.J. Jafari, N.M. Mahmoodi, Effectiveness of photochemical and sonochemical processes in degradation of Basic Violet 16 (BV 16) dye from aqueous solutions, *Iranian Journal of Environmental Health Science and engineering* 9 1-7, 2012.
- [55] A. Mehrizad, A. Behnajady P. Gharbani, S. Sabbagh Sonocatalytic degradation of Acid Red 1 by sonochemically synthesized zinc sulfide-titanium dioxide nanotubes: Optimization, kinetics and thermodynamics studies. *Journal of Cleaner Production*, 215: p. 1341-1350, 2019.
- [56] E. Villaroel, J. Silva-Agredo, C. Petrier , G. Taborda , A. Ricardo Torres-Palma , Ultrasonic degradation of acetaminophen in water: Effect of sonochemical parameters and water matrix. *Ultrasonics Sonochemistry*, 21(5): p. 1763-1769, 2014.
- [57] I. Grčić, S. Papić, and N. Koprivanac, Sonochemical effectiveness factor (eUS) in the reactors for wastewater treatment by sono-Fenton oxidation: Novel considerations. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20(4): p. 1037-1045, 2013.

- [58] B.P. Barber, C.C Wu, Löfstedt, Ritva; Roberts, H. Paul Putterman, J. Seth , Sensitivity of sonoluminescence to experimental parameters. *Physical Review Letters*, 72(9): p. 1380-1383 , 1994.
- [59] I. Grčić , S. Papić, and N. Koprivanac, Sonochemical effectiveness factor (eUS) in the reactors for wastewater treatment by sono-Fenton oxidation: Novel considerations. *Ultrasonics Sonochemistry*, 20(4): p. 1037-1045, 2013.
- [60] J. Lin, J, X-S. Zhao, D. Liu , Z.G. Yu ., The decoloration and mineralization of azo dye C.I. Acid Red 14 by sonochemical process: Rate improvement via Fenton's reactions. *Journal of Hazardous Materials*, 157(2): p. 541-546, 2008.

Résumé

L'utilisation des ondes ultrasonores constitue une voie pour le traitement des eaux chargées en composés toxiques et peu biodégradables. Cette étude a eu pour objectif de dégrader par sonolyse un colorant anionique appartenant à la famille des diazoïques qui est le réactive black 5 (RB5). Afin d'optimiser la dégradation sonochimique du RB5, différents paramètres ont été étudiés tels que le pH initial de la solution, la concentration initiale du colorant, la puissance des radiations ultrasonores, l'effet de l'ajout des ions de fer (II) et de peroxyde d'hydrogène. La dégradation sonochimique du RB5 a été suivie par spectrophotométrie (UV/Vis). Les résultats trouvés montrent qu'un rendement de 73.8% est obtenu après 180 minutes de traitement et sous les conditions optimales : $P_{elec}=80W$, $pH=3$, $[Fe^{2+}]=10mg/L$.

Mot clés : reactive black 5 RB5, sonolyse, dégradation

Abstract

The use of ultrasonic waves is one way of treating water laden with toxic and poorly biodegradable compounds. The objective of this study was to degrade by sonolysed 'an anionic dye belonging to the diazo family which is the reactive black 5 (RB5). In order to optimize the sonochemical degradation of RB5, various parameters were studied such as the initial pH of the solution, the initial concentration of the dye, the power of ultrasonic radiations, the effect of the addition of iron (II) ions and hydrogen peroxide. The sonochemical degradation of RB5 was followed by spectrophotometry (UV / Vis). The results found show that a yield of 73.8% is obtained after 180 minutes of treatment and under optimal conditions: $P_{elec} = 80W$, $pH = 3$, $[Fe^{2+}] = 10mg / L$.

Keywords: reactive black 5 (RB5), sonolysis, degradation

المخلص

عد استخدام الموجات فوق الصوتية إحدى طرق معالجة المياه المحملة بمركبات سامة وضعيفة التحلل. كان الهدف من هذه الدراسة هو التحلل باستخدام صبغة أنيونية السونولايز التي تنتمي إلى عائلة diazo وهي الصبغة السوداء التفاعلية 5 (RB5). من أجل تحسين التحلل الكيميائي الصوتي لـ RB5 ، تمت دراسة العديد من المعلمات مثل الرقم الهيدروجيني الأولي للمحلول ، والتركيز الأولي للصبغة ، وقوة الإشعاعات فوق الصوتية ، وتأثير إضافة أيونات الحديد (II) وبيروكسيد الهيدروجين. أعقب التدهور الكيميائي الصوتي لـ RB5 قياس الطيف الضوئي (UV / Vis) أظهرت النتائج التي تم العثور عليها أنه يتم الحصول على عائد 73.8٪ بعد 180 دقيقة من العلاج وفي ظل الظروف المثلى = P_{elec} : $[Fe^{2+}] = 10mg / L$ ، $pH = 3$ ، $80W$

الكلمات المفتاحية: الأسود التفاعلي RB5 ، الموجات فوق الصوتية ، الانحلال