

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE

Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCE DE LA MATIERE

FILIERE : CHIMIE

Spécialité : CHIMIE DE L'ENVIRONNEMENT

Mémoire de Master

Thème

**Évaluation d'un matériau composite de billes de cactus-pectine
pour la dépollution d'un rejet industriel textile**

Présenté par : M^{lle} : MAZRI Amel

M^{lle} : SMADHI Lisa

Le Jury composé de :

M ^{me} CHEIKH Assira	MCB	Présidente
M ^{me} HOCINE Ouahiba	MCB	Examinatrice
M ^r KADOUCHE Slimane	MCA	Encadreur
M ^r GRABI Hocine	Docteur	Co-promoteur

2020/2021



Remerciements

Le grand merci s'adresse au bon DIEU le tout-puissant, de nous avoir donné la force, la volonté et la patience, et qui nous a guidé et éclairé notre chemin tout au long de notre parcours jusqu'à ce jour.

Nous tenons à remercier d'une façon générale, l'ensemble de nos enseignants pour tout le savoir qu'ils nous ont donné à l'issue de notre cursus universitaire,

En particulier :

*Notre promoteur M^r **KADOUCHE Slimane** et notre Co promoteur M^r **GRABI Hocine**, pour nous avoir confié ce sujet, trouvez ici l'expression de notre profonde reconnaissance.*

*Nos vifs remerciements vont également aux membres de jury M^{me} **CHEIKH Assira** et M^{me} **HOCINE Ouahiba**, qui ont accepté d'examiner notre travail et de l'enrichir par leurs propositions.*

Enfin, nous tenons à remercier toutes les personnes qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Nous souhaitons que ce mémoire soit utile à tous les futurs étudiants et qu'il leurs apporte un progrès dans leur cursus Universitaire.



Dédicaces

Je remercie le Bon Dieu, tout puissant, qui m'a donné courage et volonté à l'élaboration de ce modeste travail que je dédie :

*Aux deux êtres les plus chers au monde, à mes **très chers parents***

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon respect, mon amour éternel et ma considération pour les sacrifices que vous avez consenti pour mon instruction et mon bien être ; vous avez toujours été à mes côtés, votre soutien fut une lumière dans tout mon parcours ; que dieu tout puissant vous garde et vous procure santé, bonheur, et longue vie.

*A mon cher et unique frère **Anis**, en témoignage de mon profond amour, mon affection fraternelle, auquel je souhaite le succès et le bonheur.*

A ma chère grande famille

*A mes chères amies **Céline, Anissa, Fatma Zohra** et mon binôme **Lisa** sans qui rien n'aurait été pareil, je vous souhaite tout le bonheur que vous souhaitez et méritez ainsi que la réussite dans vos carrières.*

A tous ceux qui ont participé de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

A tous ceux qui m'aiment ; à tous ceux que j'aime.

Amel



Dédicaces

Tous les mots de l'univers ne sauraient exprimer l'amour, la gratitude, le Respect...

*Je dédie ce modeste travail à mes **très chers parents**, la prunelle de mes yeux ; merci pour votre soutien, votre amour et les immenses sacrifices que vous avez faits pour que je réussisse. Sans votre présence dans ma vie et vos encouragements, je ne serai pas devenue ce que je suis aujourd'hui. Puisse le tout puissant vous accorde meilleure santé et longue vie.*

*A ma sœur jumelle **Sonia** et à mon frère **Yanis** qui ont été toujours là pour moi, Je ne vous remercierai jamais assez.*

*A ma **très chère grande famille** et spécialement **mes grands-parents** paternels et maternels que dieu vous accorde le paradis, et à ma grand-mère maternelle, qui a toujours su trouver les bonnes paroles pour m'encourager et me tirer vers le haut, Longue vie pour toi et prompt rétablissement.*

*Et à mes amis(e) : **Mami, Saïd, Dyhia , Saloua , Sihem, Amel, Hichem** et **Sami**, qui ont été toujours présents quand je n'avais le plus besoin, les mots seront certainement insuffisants pour vous exprimer tout mon amour et ma gratitude.*

Lisa

Liste des abréviations

ABS : absorbance

A : Abattement

DCO : demande chimique en oxygéné (mg/L)

DBO₅ : Demande biochimique en oxygène pendant 5 jours

MES : matière en suspension

OFI : Opuntia ficus idica

NTU : Nephelometric Turbidity Unit

UV : Ultra-Violet

pH : potentiel d'Hydrogène

CE : conductivité électrique

Cr III : Chrome de degré d'oxydation 3

Cr VI : Chrome de degré d'oxydation 6

Kj/mol : Kilo Joule par mole

Kcal/mol : Kilo calorie par mole

IR : Infra-rouge

FTIR : Infrarouge à transformer de Fourier

BET : Brunauer-Emmett-Teller

F : Facteur de dilution

T : Température (°C)

V : Volume (l)

m : masse (g)

CCP : composite Cactus-pectine

RT : rejet textile

Liste des figures

Figure	Nom	Page
Figure I.1	Les effets causés par les effluents de l'industrie textile sur l'environnement	07
Figure II.1	Distribution géographique du figuier de barbarie dans le monde	10
Figure II.2	Le figuier de Barbarie	11
Figure III.1	Schéma de l'adsorption physique de polluants par un charbon actif	14
Figure III.2	Représentation des étapes de l'adsorption de l'adsorbât à la surface d'un adsorbant	16
Figure III.3	Modèle de l'isotherme de Langmuir en monocouche	18
Figure III.4	Modèle d'adsorption de Freundlich en multicouches.	19
Figure IV.1	Étapes d'extraction du jus de cactus	26
Figure IV.2	Étapes de préparation de poudre de cactus	27
Figure IV.3	Étapes de préparation des billes gélifiées	28
Figure IV.4	Solution des rejets textile brute	28
Figure IV.5	Spectrophotomètre UV visible	30
Figure IV.6	Spectrophotomètre infrarouge	30
Figure IV.7	Protocole expérimental des différentes expériences d'optimisation des conditions opératoires.	31
Figure IV .8	Solutions des rejets textiles après adsorption de plusieurs jours	32
Figure IV.9	Bloc chauffant DCO	34
Figure V.1	Spectre IR des billes avant adsorption	36
Figure V.2	Variation de l'abattement en fonction de pH	38
Figure V.3	Variation de l'abattement en fonction de la masse de l'adsorbant	39
Figure V .4	Quantité adsorbée de pollution en fonction du temps	40

Figure V.5	Linéarisation du pseudo premier ordre	41
Figure V.6	Linéarisation du pseudo second ordre	41
Figure V.7	Linéarisation du modèle de la diffusion intra particulaire	42
Figure V.8	Les eaux résiduaires textiles avant et après traitement	45

Liste des tableaux

Tableau	Titre	Page
Tableau I.1	Classification des colorants	06
Tableau I.2	Normes algériennes de rejets liquides industriels textiles	08
Tableau II .1	Composition chimique des raquettes d'Opuntia	12
Tableau II .2	Les utilisations du figuier de Barbarie	13
Tableau IV .1	Produits utilisés	23
Tableau V.1	Caractéristiques physico-chimiques des rejets textiles avant traitement	35
Tableau V.2	Longueurs d'ondes des bandes IR des billes avant et après adsorption	37
Tableau V.3	Quantité adsorbée pendant 10jours	39
Tableau V.4	Paramètres cinétiques de la biosorption de la pollution sur les billes composites	42
Tableau V.5	Caractéristiques physico-chimiques du rejet textile après traitement	43
Tableau V.6	Comparaison des paramètres physico-chimiques avant et après traitement	44

Table de matières

INTRODUCTION GENERALE	1
------------------------------------	---

PARTIE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I : Généralités sur les rejets textiles

I. Introduction.....	3
1. Description de l'industrie textile	3
1.1. Utilisation de l'eau d'industrie textile	3
1.2. Caractéristiques des effluents textiles.....	4
2. Généralités sur les colorants.....	5
2.1. Définition du colorant.....	5
2.2. Classification des colorants	5
3. Mécanisme de Fixation des Colorants	6
4. Impacts des rejets textiles sur l'environnement	7
5. Normes algériennes de rejets liquides industriels	8
6. Méthodes de traitement des effluents textiles	8
6.1 Le traitement biologique	8
6.2 Les traitements physico-chimiques.....	8
6.2.1 Coagulation/floculation	8
6.2.2. Adsorption.....	9
6.2.3. Procédés de séparation membranaire	9

Chapitre II: Généralités sur le figuier de barbarie

1. Origine et répartition géographique	10
2. Biologie d' <i>Opuntia ficus indica</i>	11
3. Composition chimique du figuier de barbarie.....	12

3.1. Composition chimique des raquettes :.....	12
4. Les principales utilisations du figuier de barbarie	13

Chapitre III: Généralités sur l'adsorption

III. Introduction.....	14
1. Principe de l'adsorption	14
2. Types d'adsorption.....	15
2.1. Adsorption physique.....	15
2.2. Adsorption chimique	15
3. Mécanisme d'adsorption d'un colorant :.....	15
4. Facteurs influençant l'adsorption :.....	16
5. Modélisation des isothermes d'adsorption.....	17
5.1. Modèle de Langmuir.....	17
5.2. Modèle de Freundlich :.....	19
6. Cinétique d'adsorption.....	20
6.1. Modèle cinétique du pseudo premier ordre	20
6.2. Modèle cinétique du pseudo second ordre	21
6.3. Modèle de diffusion intra-particulaire	21
7. Domaines d'applications de l'adsorption.....	22

PARTIE EXPERIMENTALE

Chapitre IV : Matériel et méthodes

IV. Introduction.....	23
1. Produits et matériel utilisés	23
1.1. Produits utilisés.....	23
1.2. Matériel utilisé	24

2.	Préparation du matériau adsorbant	25
2.1.	Matériau végétal	25
2.2.	Récolte de l'échantillon	25
2.3.	Préparation du matériau adsorbant : les billes de cactus	25
2.3.1.	Préparation préliminaire de la matière première sèche	25
2.3.2.	Extraction de la poudre de cactus.....	26
2.3.3.	Préparation des billes gélifiées (matériau adsorbant).....	27
3.	Caractéristiques du résidu textile	28
3.1.	Les matières en suspension MES	28
3.2.	La demande chimique en oxygène (DCO)	29
4.	Analyse spectrale.....	29
4.1.	Spectroscopie UV-Visible	29
4.2.	Spectroscopie infrarouge	30
5.	Protocole expérimental de l'adsorption des polluants textiles	31
5.1.	Optimisation des conditions opératoires.....	31
5.1.1.	Détermination de la DCO initiale du rejet textile.....	31
5.1.2.	Effet de masse de l'adsorbant.....	31
5.1.3.	Effet de pH :	31
5.2.	La cinétique d'adsorption	32
6.	Méthode d'analyse : La DCO.....	33
6.1.	Principe de la DCO	33
6.2.	Mode opératoire de la DCO.....	33
7.	Pourcentage d'adsorption (taux d'abattement)	34

Chapitre V : résultats et discussions

V.	Introduction.....	35
1.	Caractéristiques des rejets avant traitement	35

2. Caractéristiques du matériau adsorbant.....	36
2.1. Infrarouge	36
3. Résultats des essais de l'adsorption	38
3.1. Etude de l'effet des conditions opératoires sur l'adsorption	38
3.1.1. Effet de pH	38
3.1.2. Effet de masse de biosorbant	38
4. Etude de la cinétique d'adsorption.....	39
4.1. La quantité de pollution adsorbée.....	39
4.2. Modèle pseudo-premier ordre.....	41
4.3. Modèle pseudo second-ordre.....	41
4.4. Le modèle de la diffusion intra-particulaire	42
4.5. L'analyse des résultats.....	43
5. Caractéristiques des rejets textiles après traitement	43
6. Comparaison des paramètres physico-chimiques de l'échantillon avant et après traitement	44
CONCLUSION GENERALE	47

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

ANNEXES

A decorative border resembling a scroll, with a blue outline and grey shaded scroll ends at the top-left, top-right, and bottom-left corners.

Introduction Générale

L'eau est un élément indispensable à l'existence. Son rôle est fondamental dans la civilisation humaine vu son utilisation dans de nombreux secteurs notamment l'industrie et l'agriculture. Cette source est connue par sa grande fragilité, d'où la nécessité d'amélioration des moyens efficaces pour sa protection contre la pollution.

L'accroissement de l'industrie et des activités humaines, ont eu un impact nocif sur l'environnement suite aux quantités de polluants émis dans la nature comme les eaux usées de l'industrie de teinture ...etc.

L'élimination de ce genre de polluants est toujours un grand défi. La technologie a développé plusieurs procédés de traitement afin de réduire les quantités de ces contaminants. Le traitement par la technique d'adsorption est la plus utilisée pour son efficacité dans l'abattement des micropolluants organiques. Par ailleurs, la recherche de nouveaux adsorbants naturels, abondants économiquement rentables et efficaces pour le traitement des écosystèmes est un grand challenge. Des biosorbants comme les biomasses, les algues et les argiles modifiées ou non ont montré une rentabilité prometteuse pour le piégeage des polluants.

Notre travail a pour l'objectif de préparer un biosorbant sous forme de billes à base de l'extrait des cladodes du figuier de barbarie et de pectine afin de voir son efficacité dans le phénomène d'adsorption et la dépollution du rejet textile.

La première partie de ce mémoire présente une synthèse bibliographique sur l'industrie textile, ses différents polluants et ses dangers sur l'environnement, aussi les caractéristiques du figuier de barbarie et ses différentes utilisations ; et finalement le phénomène d'adsorption, ses types, ses différentes isothermes et les facteurs influant sur la cinétique d'adsorption.

La deuxième partie de ce travail est divisée en deux chapitres. Nous présentons dans le premier les produits, le matériel ainsi que les méthodes de préparation des billes composites de cactus. Aussi les caractéristiques de l'adsorbat (rejet textile) : turbidité, conductivité, MES, DCO, pH. Et de l'adsorbant (billes de cactus) tels que : la Spectroscopie Infrarouge (IR). Nous avons aussi étudié les facteurs influençant l'adsorption qui ont été suivis par la demande chimique en oxygène (DCO). Ainsi que la modélisation de sa cinétique.

Dans le deuxième chapitre, les résultats d'analyses des caractéristiques de l'adsorbat avant et après traitement ont été discutés, et les résultats de la cinétique ont été modélisés selon les équations du pseudo-premier ordre, pseudo-deuxième ordre et intra particulaire.

Enfin nous achèverons par une conclusion qui récapitule les principaux résultats obtenus au cours de ce travail ainsi que des recommandations futures pour une éventuelle amélioration et continuation du travail.

A decorative border resembling a scroll, with a blue outline and grey shaded areas at the corners and along the left edge, suggesting a rolled-up document.

Etude Bibliographique

A decorative graphic of a scroll with a blue outline and grey shading at the top and bottom edges, framing the central text.

Chapitre I :

Généralités sur les rejets textiles

I. Introduction

Les eaux résiduaires de l'industrie textile présentent généralement des problèmes de couleur, d'odeur de concentration élevée de DBO₅, de DCO, de matières en suspension, ainsi que de toxicité et de conductivités élevées. Leurs caractéristiques peuvent être extrêmement variables en raison du large spectre de colorants, de pigment, de produits auxiliaires et de procédés utilisés [8].

Dans ce chapitre nous avons dans un premier temps rappelé les grandes familles chimiques de colorants qui constituent la grande part du marché des colorants industriels. Les techniques de dépollution des rejets textiles les plus répandues, sont succinctement abordées dans cette partie.

1. Description de l'industrie textile

L'industrie textile agglomère de nombreux métiers tout au long d'une chaîne de transformation partant de matières fibreuses jusqu'à des produits semi-ouvrés ou entièrement manufacturés. Elle présente l'avantage de livrer le produit final au consommateur issu de la matière brute à partir d'une filière complète [7 ;9].

Elle comprend essentiellement deux types d'activité : activité mécanique et activité d'ennoblissement.

- Activité mécanique

Elle regroupe les opérations de filature et de tissage [9].

- Activité d'ennoblissement

Elle regroupe les opérations de blanchiment, de teinture, d'impression et d'apprêts [9]. Et elle est l'activité la plus consommatrice d'eau et de rejets de colorants, solvant et substances utilisées pour la préparation des fibres [8].

1.1. Utilisation de l'eau d'industrie textile

Pour toutes les étapes de la fabrication, ces industries demandent de grandes quantités d'eaux qui sont l'objet des traitements suivants :

- Adoucissement ou déminéralisation des eaux destinées à la préparation du fil, spécialement lorsqu'il s'agit de textile artificiel. (Adoucissement, souvent précédé de décarbonatation des eaux destinées au blanchiment et à la teinture des fibres). [10]
- Traitement des eaux d'alimentation des chaudières, dont les volumes d'appoint sont souvent importants. [10]
- Déminéralisation des eaux destinées au conditionnement de l'air des salles de filature ou de tissage (osmose inverse, échange d'ions) [10].

1.2. Caractéristiques des effluents textiles

- La couleur

La coloration est due à la présence des matières organiques dissoutes, et de divers colloïdes. [48]

- L'odeur

Ce paramètre a un lien avec la couleur, c'est-à-dire avec les éléments dissous dans l'eau. Plus la couleur est foncée, plus l'odeur est forte. [47]

- La Température

Elle joue un rôle dans la solubilité des sels. La température accroît les vitesses des réactions chimiques et biochimiques et s'exprime en degré Celsius [47].

- Le pH

Le pH nous indique l'acidité ou l'alcalinité d'une eau. L'échelle des pH s'étend en pratique de 0 (très acide) à 14 (très alcalin) la valeur médiane 7 correspond à une solution neutre. [47 ;48]

- La conductivité :

La mesure de la conductivité permet d'évaluer, approximativement la minéralisation globale de l'eau. Elle est mesurée à l'aide d'un conductimètre. Son unité de mesure est le microsiemens. [47]

- La turbidité

Elle mesure le degré de pollution physique d'une eau due à la quantité de matières en suspension (MES) contenue dans l'eau. La turbidité est donc un des facteurs de la couleur de l'eau. Elle est mesurée à l'aide du turbidimètre et s'exprime en NTU (Nephelometric Turbidity Unit) [47].

- Les MES

Elles comprennent toutes les matières minérales ou organiques qui ne se solubilisent pas dans l'eau. Sa mesure est exprimée en mg/L [47].

- Demande biochimique en oxygène pendant 5 jours ou DBO5

Elle est la quantité d'oxygène qui s'exprime en milligramme par litre et consommée dans les conditions de l'essai (incubation à 20°C et à l'obscurité) pendant 5 jours pour assurer par voie biologique l'oxydation des matières organiques biodégradables présentes dans l'eau usée [48].

- Détermination de la demande chimique en oxygène ou DCO

Elle représente la quantité d'oxygène consommée, par voie chimique grâce à un oxydant puissant pour oxyder les matières réductrices contenues dans l'effluent [48].

2. Généralités sur les colorants

2.1. Définition du colorant

Un colorant est défini comme étant un produit capable de teindre une substance d'une manière durable. Il possède des groupements qui lui confèrent la couleur appelés chromophores (-N=N) et des groupements qui permettent sa fixation : auxochromes (-NH₂, -NHCH₃, -N(CH₃)₂, -HO, -OR). Les premières matières colorantes étaient d'origines végétales (garance, indigo, gaude.) ou même animales (carmin tiré de la cochenille). A l'heure actuelle, presque la totalité des matières colorantes sont synthétiques issues des dérivées des hydrocarbures contenus dans le goudron de houille [11 ; 12].

La coloration plus ou moins intense des différentes substances est liée à leur constitution chimique.

2.2. Classification des colorants

Tableau I.1 : classification des colorants

Classification technique	
Les colorants naturels	Les colorants synthétiques
<p>-Très répandus et ils sont extraits des plantes, des arbres, des lichens ou insectes et des mollusques.</p> <p>-On rencontre deux catégories de colorants naturels : les colorants à mordant et les colorants <i>de cuve</i>, seuls les premiers sont peu solubles dans l'eau. [14]</p>	<p>-Leurs propriétés peuvent être précisément adaptées à leur utilisation.</p> <p>-sont synthétisés principalement à partir des produits pétroliers, notamment du benzène et de ses dérivés (toluène, naphthalène, xylène et anthracène) [14].</p> <p>-Ils sont utilisés dans les industries de coloration et des textiles grâce à leur synthèse assez facile, à leur production rapide et à la variété de leurs couleurs comparées aux colorants naturels [15].</p>
Classification chimique	
Les colorants azoïques	Les colorants basiques ou cationiques
<p>Les colorants azoïques sont caractérisés par la présence au sein de la molécule d'un groupement azoïque (-N=N-). Ils sont les colorants les plus couramment utilisés dans l'industrie textile, ils sont des composés organiques contenant un groupe azoté qui s'avère être stable comme colorants de textile. Les colorants azotés sont résistants à la lumière, aux acides, aux bases et à l'oxygène qui font que leur utilisation dans l'industrie textile soit très répandue [16].</p>	<p>C'est la classe des colorants porteurs d'ions positifs et reconnus pour leurs nuances brillantes.</p> <p>Ils sont des sels d'amines organiques, ce qui leur confère une bonne solubilité dans l'eau [14].</p>

3. Mécanisme de Fixation des Colorants

Le colorant peut se fixer sur la fibre soit par les forces de Van der Waals, liaison d'hydrogène ou bien par les interactions hydrophobiques, cette fixation dépend de la nature du colorant et de ces constituants chimiques. Le bon attachement entre le colorant et la fibre est le résultat de la

formation de liaison covalente par des interactions électrostatiques quand le colorant et la fibre ont des charges opposées [48].

4. Impacts des rejets textiles sur l'environnement

Le principal problème environnemental qui se pose dans l'industrie textile est celui des quantités d'eau rejetées et de leur charge chimique. Voici quelques impacts sur l'environnement :

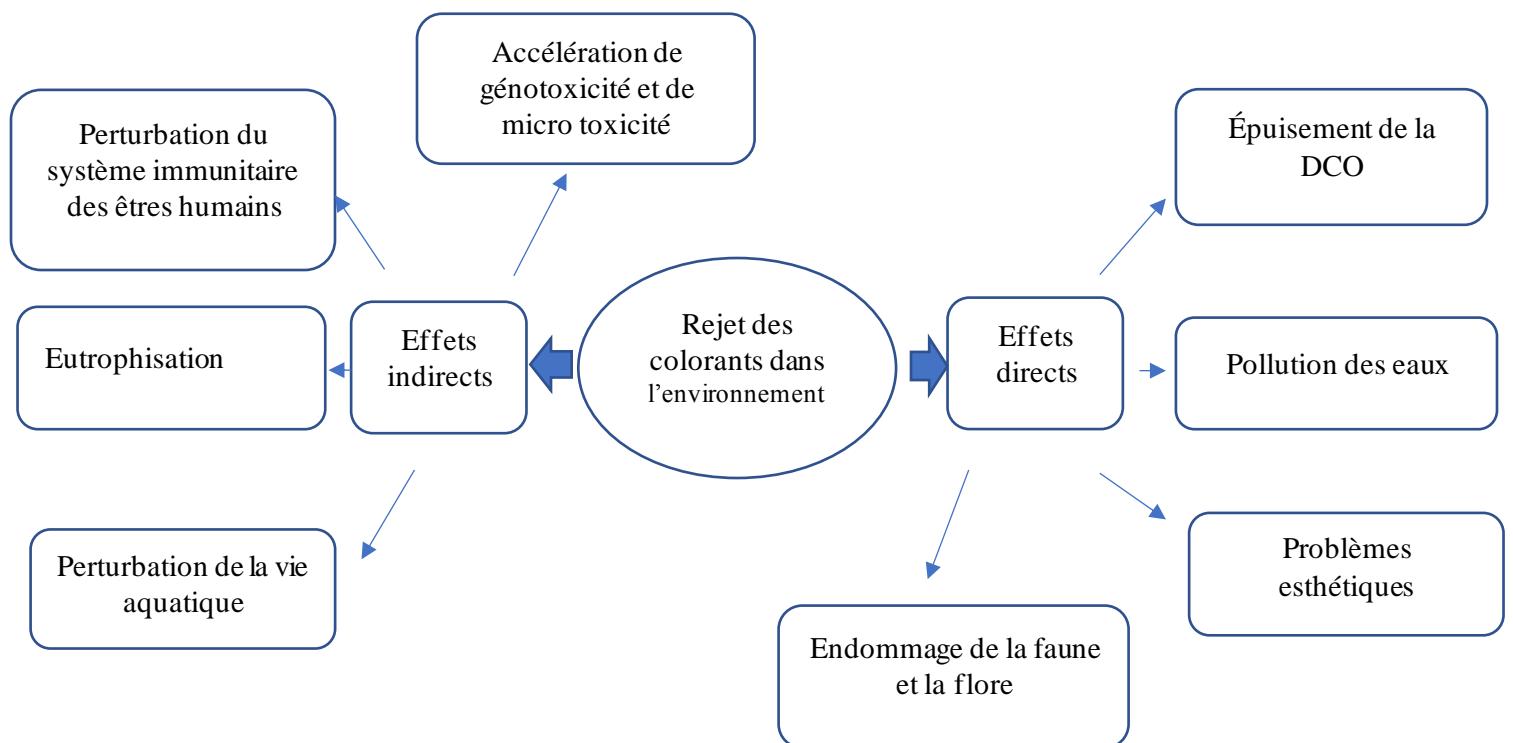


Figure I.1 : Les effets causés par les effluents de l'industrie textile sur l'environnement [17]

5. Normes algériennes de rejets liquides industriels

Tableau I.2 : Normes algériennes de rejets liquides industriels textiles [18]

Paramètres	Unités	Valeurs limites	Tolérances aux valeurs limites anciennes installations
Température	°C	30	35
pH	-	6,5-8,5	6-9
DBO ₅	mg\L	150	200
DCO	mg\L	250	300
Matière décantable	mg\L	0,4	0,5
Matière non dissoute	mg\L	30	40
Oxydabilité	mg\L	100	120
Permanganate	mg\L	20	25

6. Méthodes de traitement des effluents textiles

En général, le traitement des eaux usées de l'industrie textile se base par le traitement physico-chimique et le traitement biologique. Ces méthodes ont la capacité de retenir les colorants textiles :

6.1 Le traitement biologique

Pour le traitement des eaux résiduaires textiles, les deux méthodes du traitement biologique existent : aérobie et anaérobie

Dans le cas du traitement aérobie Les polluants sont décomposés dans une unité biologique constituée d'un bassin de boue activée par des bactéries aérobies et autres microorganismes en une boue qui sédimente en présence de l'oxygène. Contrairement au traitement anaérobie la digestion des composés organiques s'effectue en l'absence d'oxygène et forme du dioxyde de carbone, du méthane et de l'eau [19].

6.2 Les traitements physico-chimiques

6.2.1 Coagulation/floculation

La coagulation permet de supprimer ces répulsions inter colloïdales : les cations se lient aux colloïdes et les neutralisent. Les particules colloïdales peuvent désormais se rencontrer. La

floculation est la production d'un floc dans le traitement industriel de l'eau par l'ajout d'un réactif appelé floculant. Ce qui permet d'éliminer les particules en suspension et diminuer la turbidité de l'eau [20].

6.2.2. Adsorption

L'adsorption est la fixation de molécules à éliminer sur une surface réelle d'un solide ou adsorbant. Elle peut être physique ou chimique. Dans ce dernier cas, des liaisons chimiques sont créés entre l'adsorbant et les molécules adsorbées. Différents matériaux sont utilisés tels que le charbon actif, tourbe, gel de silice. Le charbon actif est l'adsorbant le plus utilisé dans le traitement des eaux et aussi le plus efficace dans l'adsorption des composés organique [19].

6.2.3. Procédés de séparation membranaire

Ces des procédés qui sont de plus en plus utilisés dans le traitement des eaux industrielles. Ils sont basés sur une séparation physique. Donc ils ne nécessitent pas d'ajout de produits chimiques

Les technologies membranaires sont : Microfiltration (MF), l'ultrafiltration (UF), la nanofiltration (NF) et l'osmose inverse [19].



Chapitre II :

Généralités sur le figuier de barbarie

II. Introduction

Le cactus vient du grec ancien désignant le chardon, il est parmi les plantes grasses, vivaces, terrestre. On les qualifie de plantes xérophytes. Ce terme signifie qu'elles stockent dans leurs tissus des réserves de « suc » pour faire face aux longues périodes de sécheresse. [4]

L'Opuntia comme les autres cactus est considéré comme une réserve d'eau vivante. Une réserve qui a permis de maintenir en vie des troupeaux sans apport d'eau pendant plusieurs mois. C'est pour cela que le cactus a mérité le nom de « plante miracle ». Et en plus de ça c'est une plante dont toutes les parties peuvent être consommées. [27]

1. Origine et répartition géographique

L'*Opuntia ficus indica* (L'OFI) appelé communément figuier de barbarie ou cactus, est une plante succulente originaire des régions arides et semi arides d'Amérique Tropicale (sud des Etats-Unis et Mexique). Le figuier de barbarie fut introduit en Espagne eu 15^{eme} siècle avant de se propager dans le bassin méditerranéen à partir du 16^{eme} siècle (Afrique du nord, Sicile, Sardaigne, Australie ...) avant d'atteindre l'Afrique du sud.

Sur le continent Amérique, c'est surtout au Mexique qu'il est le plus abandon avec plus de 3 millions d'hectares, par contre en Europe la culture a connu un développement surtout dans la partie nord de l'Europe, notamment dans le Sud de l'Espagne, du Portugal, de l'Italie.

En Algérie ou le figuier de barbarie est une plante familière du paysage, des expériences intéressantes ont été réalisées et cela même durant la période coloniale. Ainsi à partir de 1940, des collections d'Opuntia ont été réalisés dans de nombreuses régions dont Bouira, Hamma Bouziane. [3]

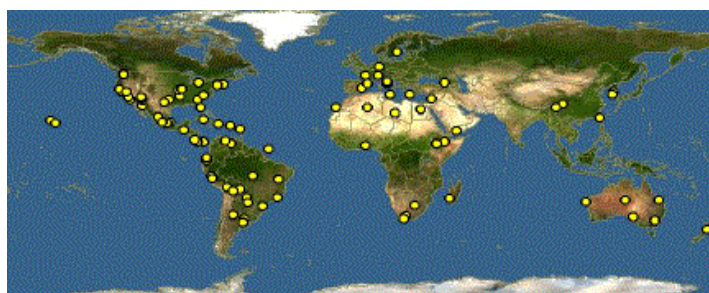


Figure II.1: Distribution géographique du figuier de barbarie dans le monde [53]

2. Biologie d'*Opuntia ficus indica*

Le figuier de barbarie est une plante arborescente de 2 à 6 m de hauteur caractérisée par un tronc épais et ligneux, des tiges en forme de raquettes aplaties appelées cladodes, des épines, des fleurs et des fruits.

Les raquettes ont une forme ovoïdale, de couleur verte, ayant une longueur de 30 à 50 cm et une épaisseur de 1,5 à 3 cm. Elles sont couvertes de petites aréoles, d'épines et de glochides blancs. Ces raquettes assurent la fonction chlorophyllienne. La capacité des cactaceae de maintenir l'eau même dans des conditions climatiques défavorables est due à la hausse production de mucilage dans les cladodes et les fruits

Le figuier de barbarie donne des fleurs au sommet des raquettes, de couleur jaune ou orange large de 4 à 10 cm. Ces fleurs donnent naissance à un fruit appelé figue de barbarie présent sous forme d'une grosse baie ovoïde et charnue, ornée de petites épines. Le fruit est généralement verdâtre, mais prend une couleur variant du jaune clair au rouge violacé à maturité.

Généralement, la plante fleurit en avril et mai et le fruit est cueilli fin juillet à septembre. [1 :52]



Figure II.2 : Le figuier de Barbarie

3. Composition chimique du figuier de barbarie

Il est à signaler que les différentes parties d'*Opuntia ficus-indica* : Cladode, fruit, fleurs contiennent essentiellement une grande quantité d'eau et sont riches en minéraux tels que le calcium, magnésium, potassium, phosphore et cuivre. Elles sont également une excellente source de protéines, y compris les acides aminés essentiels, en particulier la proline et la sérine. Les fibres du Nopal, comme la plupart des fibres végétales de qualité, régularisent le transit intestinal. Elles préviennent l'organisme de la constipation. Les vitamines A, B1, B2, B3 et C, présentes naturellement dans le Nopal, ses sels minéraux (sodium, potassium, fer...) et ses fibres (sous forme de lignine, de cellulose, d'hémicellulose, de pectine, de mucilages et de gommes, contribuent avec les acides aminés présents, à désintoxiquer l'organisme en général et plus particulièrement le foie. [2 ; 5 ;6]. Nous nous intéressons seulement à la composition chimique des raquettes.

3.1. Composition chimique des raquettes :

Les raquettes du Nopal sont caractérisées par un déséquilibre nutritionnel bien qu'il soit une source d'énergie et d'eau. Les teneurs en eau des raquettes fraîches varient de 80 à 90%. [27] Les raquettes sont réputées être riches en minéraux essentiellement le calcium et les oxalates et en mucilage, en pectines et en polysaccharides de structure chimique parfois très complexe.

La fraction majoritaire du mucilage du figuier de barbarie, est constituée d'un polysaccharide neutre et les analyses de sucres montrent une prédominance de D-galactose, de D-xylose, de L'arabinose, de L-rhamnose et d'acide D-galacturonique.

L'OFI a la capacité d'absorber des grandes quantités d'eau ou de solvants et se disperse en formant des colloïdes visqueux ou gélatineux. [55]

Des chercheurs ont signalé dans la composition du Nopal la présence d'un tannin, des traces de berbérine et d'un autre alcaloïde indéterminé. La substance mucilagineuse qui fait la richesse de l'opuntia c'est la pectine (1 kg de tiges fraîches fournit 7,5 grammes de pectate Calc magnésien). Ses cendres sont riches en fer. [54]

Tableau II .1 : Composition chimique des raquettes d'Opuntia [56]

Caractéristique	Valeur en% de matière sèche
Cellulose	15

Amidon	12
Matières azotées totales	5-7
Matières grasses	2
Cendres	16-18
Oxalates	13
Calcium	2-4
Phosphore	0.2

4. Les principales utilisations du figuier de barbarie

Les recherches scientifiques ont montré que le figuier de barbarie peut être efficacement utilisé comme source alimentaire, médicale ...etc.

Tableau II .2 : Les utilisations du figuier de Barbarie [3]

Aires commercial	Utilisation
Production alimentaire	Les confitures, marmelade et divers plats, jus de fruit, extraction d'huiles des graines, miel de tuna.
Production d'énergie	Source de bioénergie et de biogaz.
Usage médicale	Effet antioxydant, anti ulcère, diurétique, anti inflammatoire et cicatrisant et traitant le diabète
Usage industriel	La production d'emballages, des adhésifs, du papier, du caoutchouc
Aliments de bétails	Cultivé comme espèce fourragères.
Usage cosmétique	Additifs dans la fabrication de shampooing, crème, savon, humectant, gels hydratants pour le visage, assouplissant de cheveux

A decorative border resembling a scroll, with a blue outline and grey shaded areas at the top and bottom corners, framing the central text.

Chapitre III

Généralités sur l'adsorption

III. Introduction

L'adsorption est un phénomène de surface. En effet, toute surface est constituée d'atomes n'ayant pas toutes leurs liaisons chimiques satisfaites. Cette surface a donc tendance à combler ce manque en captant les atomes et molécules passant à proximité.

Le procédé de séparation par adsorption constitue aujourd'hui une des technologies les plus importantes, elle est largement utilisée pour la dépollution et la purification dans des domaines très variés.[51]

Dans ce chapitre nous allons donner quelques généralités sur l'adsorption pour mieux définir l'importance de ce processus, expliquer sa cinétique, ses caractéristiques et les éléments influant sur l'adsorption.

1. Principe de l'adsorption

L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des atomes ou des molécules de gaz ou de liquides (adsorbats) se fixent sur une surface solide (adsorbant) selon divers processus. Ce phénomène peut être représenté à l'aide du schéma de la **Figure III.1**.

L'adsorption peut être considérée d'une manière plus simple comme une augmentation de la concentration d'une substance à l'interface solide liquide. Ce phénomène ne devient mesurable à partir d'une modification de la composition du milieu réactionnel que lorsque le solide présente une grande interface avec le fluide avec lequel il est en contact : c'est le cas de solides divisés ou poreux qui possèdent une grande surface spécifique (c'est la surface active d'un matériau par unité de masse de ce matériau, elle est déterminée par la mesure de la quantité de substances adsorbées). La fixation de ces molécules provient de l'établissement de liaisons de type Van Der Waals entre le solide et les molécules (liaisons de type électrostatique de faible intensité, avec des énergies d'interaction comprises entre 5 et 40 kJ/mole. [41]

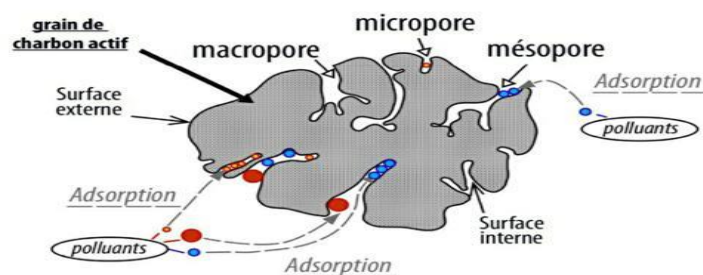


Figure III.1 : Schéma de l'adsorption physique de polluants par un charbon actif

2. Types d'adsorption

Selon les forces intervenantes entre les molécules de l'adsorbat et la surface d'adsorption on distingue :

2.1. Adsorption physique

L'adsorption physique appelée également physisorption, elle est caractérisée par une faible énergie de liaison inférieure à 10 Kcal/mol, correspond aux liaisons de nature électrostatique de type Van Der Waals. Dans le cas d'une telle adsorption, le temps de rétention de la substance adsorbée est court et la surface adsorbante peut-être recouverte de multiples couches moléculaires de produit adsorbé [42 ;43].

La physisorption est caractérisée par des énergies d'interaction comparables aux chaleurs de vaporisation (condensation). L'adsorbat est maintenu à la surface par des forces de Van der Waals relativement faibles et plusieurs couches peuvent être formées avec approximativement la même chaleur d'adsorption. La chaleur d'adsorption pour la physisorption est au maximum de quelques kcal/mole (5-40 kJ/mol) et donc ce type d'adsorption n'est stable qu'à des températures inférieures à 150 ° C. [45]

2.2. Adsorption chimique

Appelée également chimisorption, elle met en jeu une énergie élevée (supérieure à 10 Kcal/mol) et correspond aux liaisons covalentes plus permanentes entre l'adsorbant et la molécule adsorbée. Le mécanisme le plus fréquent dans ce cas est le mécanisme d'échange d'ions. Dans ce type d'adsorption, le temps de rétention est long et seule la première couche liée à la surface adsorbante est chimiquement adsorbée, les autres couches, dans le cas où elles existent, sont retenues par physisorption [44].

La chimisorption est caractérisée par des énergies d'interaction entre la surface et l'adsorbat comparables à la force des liaisons chimiques (40 - 800kJ/mol) Par conséquent cette dernière est beaucoup plus forte et plus stable à haute température que la physisorption. En général, une seule couche moléculaire peut être adsorbée. [46].

3. Mécanisme d'adsorption d'un colorant :

A chaque fois qu'un gaz ou un liquide est en contact avec un solide ; celui-ci est retenu par les atomes superficiels du solide et se concentre à sa surface. Ce processus se déroule en trois étapes :

- Diffusion extra-granulaire de la matière : transfert de soluté vers la surface de l'adsorbant.
- Transfert intra-granulaire de la matière : transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure de l'adsorbant vers les sites actifs (étape lente)
- Réaction d'adsorption au contact des sites actifs : une fois adsorbée, la molécule considérée comme immobile (étape rapide). [22]

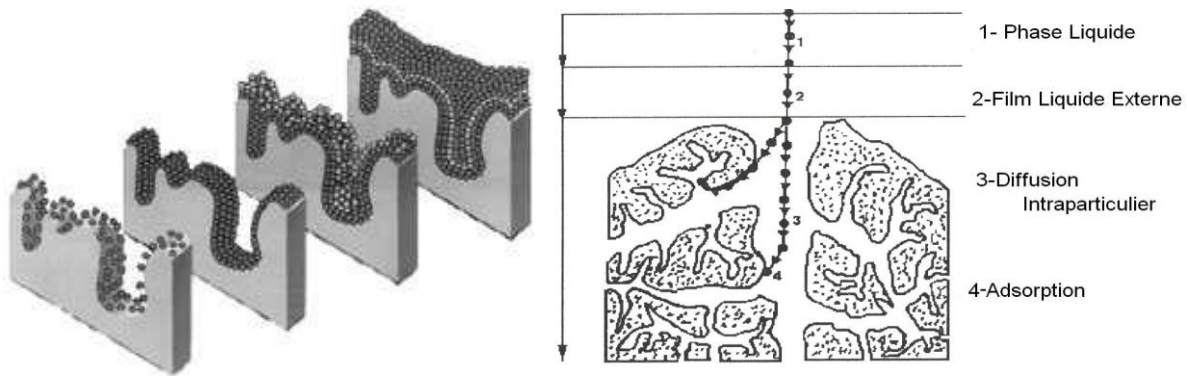


Figure III.2 : Représentation des étapes de l'adsorption de l'adsorbât à la surface d'un adsorbant [21 ;23].

Le transfert, lors de l'adsorption ou de la désorption, est principalement dû à une différence de concentration. On peut donc faire varier le taux d'adsorption en faisant varier la concentration de l'adsorbant ou de l'adsorbat pour avoir un meilleur rendement d'adsorption.

A noter aussi que les phénomènes d'adsorption et de désorption sont instantanés.

4. Facteurs influençant l'adsorption :

Un grand nombre de paramètres sont susceptibles d'avoir une influence sur le processus d'adsorption du soluté en phase liquide, entre autres, on distingue les facteurs liés à :

- La nature de l'adsorbant :[24]
 - Surface spécifique ;
 - La densité et la nature du groupe fonctionnel qui se trouve à sa surface ;
 - La distribution de la taille des pores ;
- La nature de l'adsorbat [25] :
 - Sa masse moléculaire ;
 - Sa polarité ;
 - Sa solubilité ;

- La taille des molécules ;
 - La nature des groupements fonctionnels (acides ou basiques) ;
- Les conditions opératoires [26] :
- La concentration en adsorbant et en adsorbat ;
 - La température de la solution ;
 - Les forces ioniques ;
 - Le pH du milieu ;
 - Le temps de contact entre l'adsorbant et l'adsorbat ;
 - Vitesse d'agitation

5. Modélisation des isothermes d'adsorption

Parmi un grand nombre de modèle, les isothermes de **Langmuir**, de **Freundlich** sont couramment utilisées pour la détermination de la capacité maximum d'adsorption des matériaux et la constante d'adsorption K_{ads} qui caractérise les interactions adsorbant-adsorbat. Par ailleurs, d'autres modèles utilisés dans le domaine de l'adsorption des gaz sur les solides ont été transposés à la phase liquide. Ce sont les équations de **Temkin**, **Fowler-Guggenheim**, **Hill** et **Elovich**. Ils sont linéarisables et permettent la détermination de deux paramètres : la constante d'équilibre adsorbant-adsorbant et l'énergie. Le modèle de **Temkin** est plus particulièrement utilisé pour la détermination de la variation d'énergie d'adsorption adsorbant-adsorbat. Des modèles encore plus récents de **Kiselev** et **Dubinin-Radushkevich** sont utilisés pour la détermination de constante de formation de complexe entre molécules adsorbées et surface solide. [32 ;33]

5.1. Modèle de Langmuir

Le modèle de Langmuir est basé sur les hypothèses suivantes :

- La formation d'une seule couche d'adsorbant sur la surface de l'adsorbant (chaque site ne peut fixer qu'une seule molécule).
- L'existence de sites définis d'adsorption, la surface est uniforme avec absence d'interaction entre les molécules adsorbées.
- Il n'y a pas d'interaction entre les molécules adsorbées.



Figure III.3: modèle de l'isotherme de Langmuir en monocouche

Ce modèle se traduit par l'équation (A) :

$$q_e = \frac{q_{max} \cdot K_L C_e}{1 + K_L C_e} \quad (A)$$

Où :

q_{max} : La capacité maximale d'adsorption en mg/g ;

K_L : Constante de Langmuir caractéristique en l/mg.

La linéarisation de l'équation (A) nous donnera une droite de pente $1/q_{max}$ et d'ordonnée à l'origine $1/K_L \cdot q_{max}$:

La linéarisation de l'équation nous donnera l'équation (B) :

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{q_{max}} C_e + \frac{1}{K_L q_{max}} \quad (B)$$

Les caractéristiques essentielles de l'isotherme de Langmuir peuvent être exprimées par un terme sans dimension, appelé paramètre d'équilibre ou facteur de séparation (RL) et qui est donné par la relation (C) :

$$R = \frac{1}{1 + K_L \cdot C_i} \quad (C)$$

Où :

C_i : la concentration initiale du colorant en mg/l.

La valeur du facteur de séparation (RL) donne une indication sur le type d'adsorption :

- $0 < RL < 1$ indique que l'adsorption est favorable ;

- $RL > 0$ l'adsorption défavorable ;
- $RL = 1$ adsorption linéaire ;
- $RL = 0$ adsorption irréversible. [36 ;37]

5.2. Modèle de Freundlich :

Ce modèle l'adsorption est localisée sur des sites bien définis qui possèdent la même énergie, les molécules adsorbées n'ont pas d'interaction entre elles. L'adsorption s'effectue dès le début en plusieurs couches, les molécules adsorbées dans la première couche servent de sites d'adsorption pour les molécules de la deuxième couche est ainsi de suite [35].



Figure III.4 : modèle d'adsorption de Freundlich en multicouches.

L'isotherme se présente sous la forme (D) :

$$Q_e = K_f C_e^{\frac{1}{n}} \quad (D)$$

Où :

Q_e : quantité de soluté adsorbé par unité de masse d'adsorbant à l'équilibre (mg /g)

K_f et $\frac{1}{n}$: constantes de Freundlich caractéristiques de l'efficacité d'un adsorbant donné vis-à-vis d'un soluté.

C_e : concentration de l'adsorbat à l'équilibre (mg/L).

La linéarisation de l'équation D en échelle logarithmique a le plus souvent la forme suivante :

$$\ln Q_e = \ln K_f + \left(\frac{1}{n}\right) \ln C_e \quad (E)$$

En traçant $\ln Q_e$ en fonction de $\ln C_e$, on obtient une droite de pente ($1/n$) et d'ordonnée à l'origine $\ln K_f$

La forme de l'isotherme dépendra de la valeur de $1/n$ qui représente l'intensité de l'adsorption et pourra donner des informations capitales quant aux mécanismes régissant l'adsorption du composé sur l'adsorbant. Selon la valeur de $1/n$, on distingue les différents cas suivants :

- $1/n=1$ l'isotherme est linéaire de type C.
- $1/n > 1$ l'isotherme est convexe de type S.
- $1/n < 1$ l'isotherme est concave de type L.
- $1/n \ll 1$ l'isotherme est de type H. [28]

6. Cinétique d'adsorption

La connaissance de la cinétique de l'adsorption qui dépend non seulement de la vitesse ; à laquelle les constituants du mélange à séparer diffusent dans l'adsorbant au sein du fluide; mais aussi de l'interaction adsorbant/adsorbant a un intérêt pratique considérable dans la mise en œuvre optimale d'un adsorbant au cours d'une opération industrielle, et dans la connaissance des facteurs à optimiser pour fabriquer ou améliorer un adsorbant conduisant à la cinétique la plus rapide possible.

6.1. Modèle cinétique du pseudo premier ordre [30,38]

Le modèle cinétique du premier ordre peut être exprimé par l'équation de Lagergren de la forme :

$$\frac{dq_t}{dt} = K_1(q_e - q_t) \quad (F)$$

L'intégration de l'équation (F) nous donne (G) :

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - K_1 t \quad (G)$$

Où :

q_e, q_t sont respectivement les quantités de soluté adsorbées (mg.g^{-1}) à l'équilibre et à l'instant t ;

k_1 est la constante de vitesse de pseudo-premier ordre (min^{-1}) dont la valeur est estimée en traçant $\ln(q_e - q_t) = f(t)$.

La valeur de q_t est obtenue par la relation (H)

$$q_t = (C_0 - C_t) \frac{v}{m} \quad (H)$$

C_t : La concentration résiduelle de la solution (mg.L^{-1}) à l'instant t .

C_0 : La concentration initiale de la solution (mg.L^{-1}).

V : Le volume de la solution(L).

m : La quantité d'adsorbant en solution (g).

La valeur de q_e est lue du graphe $\ln(q_e - q_t) = f(t)$. Et correspond à la quantité de soluté adsorbé à l'équilibre d'adsorption.

6.2. Modèle cinétique du pseudo second ordre [30,39]

Ce modèle qualifie les interactions entre soluté et adsorbant ou bien entre soluté et molécule du solvant, et son équation différentielle s'écrit :

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2 \quad (I)$$

L'intégration de l'équation (I) de 0 à t donne (J) :

$$\frac{1}{q_t} = \frac{1}{K_2 \cdot q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (J)$$

Où : k_2 : Constante de vitesse du second ordre ($\text{g.m g}^{-1}.\text{h}^{-1}$).

- Dans ce cas, la représentation de $\frac{t}{q_t}$ en fonction de t à une droite permettant d'accéder à la constante de vitesse k_2 , et l'ordonnée à l'origine permet de vérifier la valeur de q_t .

6.3. Modèle de diffusion intra-particulaire [30,40]

Les deux modèles précédents ne peuvent pas décrire exactement le mécanisme de diffusion, Weber et Morris ont proposé un modèle théorique basé sur la diffusion intra-particulaire, décrit par l'équation suivante

$$q_t = K_{i,d} t^{1/2} + C \quad (K)$$

Avec :

$k_{i,d}$: Constante de vitesse de diffusion intra-particulaire ($\text{g} \cdot \text{mg}^{-1} \cdot \text{min}^{-1/2}$).

C : Constante liée à l'épaisseur de la couche limite (mg/g).

La représentation de q_t en fonction de $t_{1/2}$ permet de calculer la constante de vitesse k_d

L'équation de Weber et Morris (K) a permis de déterminer les constantes $k_{i,d}$ et C du modèle à partir du graphe $q_t = f(t^{1/2})$.

7. Domaines d'applications de l'adsorption

Les nombreuses applications de l'adsorption on cite :[31]

- Le raffinage des produits pétroliers ;
- Le séchage, la purification, la déshumidification et la désodorisation de l'air ;
- La catalyse ;
- La récupération de solvants et d'alcool dans le processus de fermentation ;
- La décoloration des liquides ;
- industrie textiles
- traitements des huiles
- La chromatographie gazeuse (méthode de fractionnement basée sur les différences de vitesse d'adsorption de substances différentes, sur un adsorbant donné).

A decorative border resembling a scroll, with a blue outline and grey shaded areas at the top and bottom corners, framing the central text.

Etude Expérimentale



Chapitre IV

Matériel et méthodes

IV. Introduction

Les rejets des effluents de diverses industries textiles, pharmaceutiques...ect dans la nature n'est pas seulement désagréable pour l'environnement mais affecte beaucoup de cycles biologiques [1] ; en raison de leur stabilité et de leur faible biodégradabilité [2,3]. Plusieurs traitements ont été utilisés pour diminuer l'effet néfaste des effluents rejetés. Les procédés traditionnels tels que les procédés biologiques donnent des résultats non satisfaisants dans le traitement des eaux usées chargées en colorants [4], L'adsorption reste parmi les techniques les plus utilisées et facile à mettre en œuvre. L'élimination de colorants dans les solutions aqueuses par adsorption sur différents matériaux solides, en particulier sur le charbon actif, a fait l'objet de beaucoup de travaux [5-9]. L'adsorption des colorants sur le charbon actif est une technique de traitement très efficace, néanmoins dans le cas de certains colorants, des surdosages de charbon sont exigés pour une meilleure efficacité, ce qui rend le coût de l'opération excessif. [10,11]. Pour cette raison, de nouveaux matériaux font l'objet de plusieurs recherches ces dernières années. Dans ce contexte, nous nous sommes proposées de tester un bioadsorbant à base de Cactus ; de différents paramètres expérimentaux ont été optimisés : masse d'adsorbant, pH, et la capacité d'adsorption de la pollution sur le Cactus a été étudiée.

1. Produits et matériel utilisés

1.1. Produits utilisés

Tableau IV .1 : produits utilisés

Nom et Formule	Propriétés	Utilisation
L'acide sulfurique Formule : H₂SO₄	Masse molaire : 98,079 g/mol. Masse volumique : 1,84 g/cm ³ .	Utilisé pour préparer le réactif acide et la solution digestive.
Dichromate de potassium Formule : K₂Cr₂O₇	Masse molaire : 294,1846 g/mol Masse volumique : 2.7 g/cm ³	Utilisé pour la préparation de la solution digestive

Sulfate d'argent Formule : Ag₂SO₄	Masse molaire : 311,799g/mol Masse volumique : 5.45 g/cm ³	Utilisé pour la préparation du réactif acide
Sulfate de mercure Formule : HgSO₄	Masse molaire : 296,65 g/mol Masse volumique : 6.45g/cm ³	Utilisé pour la préparation de la solution digestive
Chlorure de calcium Formule : CaCl₂	Masse molaire : 110.98g/mol Masse volumique : 2.15g/cm ³	Utilisé pour la préparation des billes de cactus
L'hydroxyde de sodium Formule :NaOH	Masse molaire : 39.997g/mol Masse volumique : 2.13g/cm ³	Utilisé pour ajuster le pH (Basique)
L'acide chloridrique Formule :HCl	Masse molaire : 36.458g/mol Masse volumique : 1.19g/cm ³	Utilisé pour ajuster le pH (Acide)
Pectine Formule : C₁₂H₂₃O₁₁	Masse molaire : 342.30 g/mol Masse volumique : 0,15 g/cm ³	Utilisé pour la préparation des billes de cactus

1.2. Matériel utilisé

Le matériel utilisé dans ce travail est :

- pH mètre (modèle HANNA) ;
- Spectrophotomètre UV visible (SHIMADZU UV-1601)

- Balance (scout p10) ;
- L'étuve (Memmert GmbH+Co.KG D-91126Schwabach FRG) .
- Agitateur/chauffage (modèle Nahita)
- Bloc chauffant (modèle HANNA)
- Centrifugeuse (modèle HANNA)
- Broyeur (BEABA)
- Turbidimètre
- Conductimètre (modèle WTW)
- Spectrophotomètre Infrarouge (Quest)
- Agitateur multiposte on chauffant (DAIHAN SCIENTIFIC WISE STIR MS-MP8 – 8 POSTES)

2. Préparation du matériau adsorbant

2.1. Matériau végétal

Dans notre travail, nous avons choisi les raquettes de figue de barbarie«*Opuntia ficus indica*», d'après la littérature cette plante est bien connu pour leur richesse en composés bioactifs tels que les polysaccharides [60], aussi parce qu'il est naturel, facilement disponible et donc une biomasse à faible cout.

2.2. Récolte de l'échantillon

La cueillette des cladodes qui s'est déroulée au début de mai 2021 dans la région d'Oued-Aissi : une localité située à cinq kilomètres est de la ville de Tizi Ouzou, les cladodes étaient caractérisés par une couleur verte, et ils ont été recueillis soigneusement car ils sont très épineux.

2.3. Préparation du matériau adsorbant : les billes de cactus

2.3.1. Préparation préliminaire de la matière première sèche (mucilage des cladodes de cactus)

Dans ce travail l'extraction du jus a été réalisée selon les étapes suivantes :

- Enlever les épines de cladodes du cactus frais à l'aide d'un couteau
- Rincer soigneusement avec l'eau du robinet puis avec l'eau distillée

- Couper les cladodes en petit dés de 1 cm
- Broyer à l'aide d'un mixeur ou broyeur ;
- L'extrait aqueux de la plante recueilli est filtré à travers un tamis ou un tissu fin ;
- Le jus pur récupéré est un liquide visqueux de coloration verte, de pH = 6,5 et miscible à l'eau, a été conservé dans une bouteille en verre à T° égale environs 6°C.



Figure IV.1 : Etapes d'extraction du jus de cactus

2.3.2. Extraction de la poudre de cactus

Le mucilage d'origine végétale est constitué de polysaccharides (polymères naturels de famille des glucides, formés par la condensation de plusieurs sucres simples (oses) dont les compositions et les structures chimiques sont très différentes selon les espèces. Il est caractérisé par une bonne solubilité dans l'eau c'est pourquoi la plupart des extractions se font avec de l'eau généralement à température ambiante [29].

L'augmentation de la température a pour but d'éliminer les chlorophylles et favorise le rendement et la vitesse de l'extraction.[49]

Les étapes sont les suivantes :

- Mettre dans un bécher 200 ml du jus de cactus et 200 ml d'eau distillée ; mettre ensuite le mélange sous une température de 90°C et sous agitation moyenne (360tr/min) pendant 3 heures.
- Arrêter l'agitation, éteindre le chauffage et laisser décanter 10 min (obtention d'un mélange hétérogène dans lequel deux phases sont visibles.
- Filtrer le mélange et récupérer le résidu dans un bécher
- Rajouter au résidu 200ml d'eau distillée et mettre ensuite le mélange sous agitation pendant plusieurs cycles d'une heure. (Jusqu'à obtention d'un résidu blanchâtre).
- Mettre le résidu dans l'étuve à une T°=80°C pendant 24h

- Broyer ensuite à l'aide d'un mixeur



Figure IV.2: étapes de préparation de poudre de cactus

2.3.3. Préparation des billes gélifiées (matériau adsorbant)

- Verser 2g de poudre de cactus dans 100ml d'eau distillée et laisser agiter doucement pendant 30 min.
- Rajouter petit à petit 2g de pectine et laisser agiter pendant 1 heure.
- Aspirer une quantité du mélange dans une seringue de 50ml
- Dans 100 ml d'une solution de chlorure de calcium de 0,2M sous une agitation douce verser très doucement goutte à goutte (méthode d'extrusion) le contenu de la seringue.
- Arrêter l'agitation lors de l'épuisement du mélange ; couvrir et laisser reposer une nuit.
- Les billes sont ensuite filtrées et rincées plusieurs fois avec de l'eau distillée pour éliminer l'excès de chlorure de calcium à leurs surfaces.

Remarque

La pectine est une substance gélifiante que l'on retrouve naturellement dans les fruits. (Uniquement dans les végétaux. C'est un polysaccharide, qui, à l'instar de la cellulose ou de l'amidon, est dérivé du glucose.

La pectine est un assemblage de molécules composé d'acide (acide uronique) et de glucide (rhamnose). Elle se présente sous forme de poudre. Pour une meilleure dissolution.



Figure IV.3: étapes de préparation des billes gélifiées

3. Caractéristiques du résidu textile

L'échantillon est le rejet textile d'une entreprise ayant pour activité : Dégraissage, teinturerie et laverie à la nouvelle ville de la wilaya de Tizi Ouzou : une localité située à 900 m au sud de l'ancienne ville.



Figure IV.4 : solution des rejets textile brute

3.1. Les matières en suspension MES

- Placer un papier filtre séché à 105°C et peser dans un entonnoir de filtration. Soit m_0 la masse du papier filtre pesé en g.
- Filtrer ensuite notre échantillon de volume $V_{ech}=10ml$.
- Retirer le papier filtre et le placer dans l'étuve à 105°C pendant 24 heures jusqu'à évaporation totale de l'eau.

- Laisser refroidir l'échantillon dans un dessiccateur sous vide pour enlever toute l'humidité restante, puis le peser m_1 en g.

La concentration en MES analysés, exprimée en g/L est donnée par la relation suivante :

$$MES(mg/L) = \left(\frac{m_1 - m_0}{V_{ech}} \right) \times 1000$$

3.2. La demande chimique en oxygène (DCO)

La DCO est une mesure indiquant la quantité de dioxygène consommée par les oxydants chimiques forts, afin d'évaluer la charge polluante dans l'échantillon à analyser.

Protocole

L'échantillon du résidu textile doit être dilué avant analyse, ensuite suivre la méthode de la page (34).

4. Analyse spectrale

4.1. Spectroscopie UV-Visible

La spectrophotométrie est une technique d'analyse dans laquelle des radiations lumineuses d'intensité (I_0) traversent l'échantillon à analyser et cela provoque des transmissions électroniques entre les différents niveaux d'énergie des molécules. Une partie de ces radiations est absorbée par l'échantillon et une partie est transmise (I) Pour étudier la relation entre I_0 et I , on se base sur la loi de Beer – Lambert

$$A = \epsilon lc = \log \frac{I_0}{I}$$

$\frac{I_0}{I}$: **Transmittance** de la solution.

I_0 : L'intensité du rayon incident.

I : l'intensité du rayon transmis.

ϵ : coefficient d'absorbance ; c'est une caractéristique de la substance étudiée à une longueur d'onde donnée (en L.mol⁻¹.cm⁻¹).

l : épaisseur de la cuve (en cm).

C : concentration du soluté (en mg/L).



Figure IV.8 : Spectrophotomètre UV visible

4.2.Spectroscopie infrarouge

La Spectroscopie Infrarouge est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des groupements fonctionnels présents dans le matériau ainsi l'identification de composés ou la détermination de la composition d'un échantillon. Le domaine infrarouge est caractérisé par des radiations dont le nombre d'onde est compris entre 10 et 12500 cm^{-1} . Il peut être divisé en trois régions.

- Proche infrarouge : 12500 cm^{-1} - 4000 cm^{-1}
- Infrarouge moyen : 4000 cm^{-1} - 400 cm^{-1}
- Infrarouge lointain : 10 cm^{-1} - 400 cm^{-1}

Dans cette étude, les analyses Infrarouge ont été réalisées sur un spectrophotomètre à Transformée de Fourier (FTIR) de marque (Quest), piloté par un micro-ordinateur. Le domaine spectral étudié s'étend de 4000 cm^{-1} à 400 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} .



Figure IV.9 : spectrophotomètre infrarouge

5. Protocole expérimental de l'adsorption des polluants textiles

5.1. Optimisation des conditions opératoires

Les expériences ont été réalisées dans un agitateur multiposte ; et les solutions sont introduites dans des petites bouteilles.



Figure IV.10 : Protocole expérimental des différentes expériences d'optimisation des conditions opératoires.

5.1.1. Détermination de la DCO initiale du rejet textile

Pour évaluer la DCO initiale, on prend $V=50\text{ml}$ de solution mère et de solutions diluées allant de 5 à 20 fois, la DCO de chaque solution est ensuite analysé par la méthode page (34).

5.1.2. Effet de masse de l'adsorbant

La masse de l'adsorbant est un facteur important dans le processus d'adsorption Pour l'optimisation de la masse des billes de cactus.

Les expériences ont été menées en mode batch par la mise en contact de 50 ml de la solution des rejets textiles diluées 5 fois avec des masses variables d'adsorbant : 0.1g, 0.15g, 0.20g, 0.25g, 0.30g, 0.35g, 0.40g à une température ambiante et à un $\text{pH}=7$; La vitesse d'agitation a été maintenue à 360 tr/min et le temps d'équilibre est de 120 minutes.

Après décantation pendant 24h, les surnageants sont analysés par la méthode de la DCO.

5.1.3. Effet de pH :

Le pH initial des solutions colorés est un paramètre très important pour contrôler le processus d'adsorption [58]. Il a un effet sur la quantité adsorbée. Il peut changer :

- La charge de la surface de l'adsorbant.
- Le degré d'ionisation de l'adsorbat.
- Le degré de la dissociation des groupes fonctionnels des sites actifs de l'adsorbant [59].

Dans cette étude, ce facteur a été étudié dans l'intervalle de pH allant de 6,5 à 8,5 l'ajout de HCl et/ou NaOH (0.1 M) permet d'ajuster le pH.

Les expériences sont réalisées sur un agitateur multiposte ou les solutions de 50 ml de solution des rejets textiles dilués 5 fois ont été mises en contact avec une masse d'adsorbant (masse optimale trouvée auparavant) et agiter (200tr/min) pendant 2 heures à une température ambiante.

Après une décantation de 24h, les surnageants sont analysés par la méthode de la DCO.

5.2.La cinétique d'adsorption

Après avoir optimisé les paramètres (le pH, la température, la masse en adsorbant et la concentration en adsorbat), nous avons étudié la cinétique d'adsorption.

Les expériences de la cinétique ont été réalisées (en mode batch) par la préparation des échantillons de 50 ml de la solutions des rejets textiles dilués 5 fois à laquelle on rajoute 0.15g d'adsorbant qui sont mises sous agitations 4 heures à l'aide d'un agitateur multipostes à température ambiante puis laissées décanter 24 heures ; Des prélèvements des échantillons ont été réalisés toutes les 24 heures pendant 10 jours afin de suivre l'évolution de la pollution dans la solution au cours du temps. Les échantillons obtenus sont analysés en suivant leur DCO ce qui nous a permis de déduire la concentration en matière oxydable restante

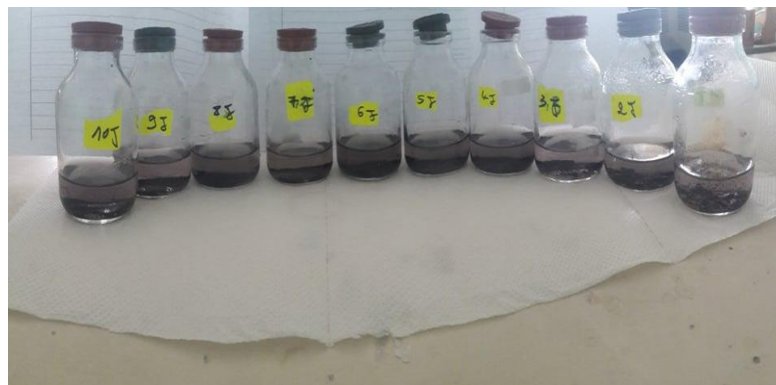


Figure IV .11 : solutions des rejets textiles après adsorption de plusieurs jours

6. Méthode d'analyse : La DCO

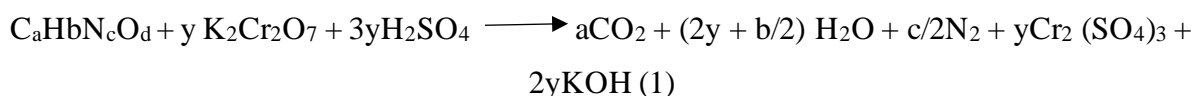
La demande chimique en oxygène (DCO) est une mesure de la quantité d'oxygène requise pour oxyder la matière organique et inorganique oxydable contenue dans un échantillon qui peut être dissoute ou en suspension (colloïdale). Ce paramètre donne une estimation de la quantité de polluants présents dans un effluent industriel ou une eau usée.

La valeur de la DCO peut également servir d'indicateur pour les dilutions nécessaires lors de la mesure de la demande biochimique en oxygène.

6.1.Principe de la DCO

L'agent oxydant ($K_2Cr_2O_7$) est mis en excès en quantité connue dans un milieu acide (H_2SO_4) en présence de sulfate d'argent (Ag_2SO_4) comme catalyseur et aussi en présence de $HgSO_4$ agent complexant des chlorures pour les empêcher de s'oxyder par les dichromates de potassium pour se transformer en Cl_2 gazeux. En plus cette forte oxydation se passe dans un réacteur fermé à $150^\circ C$.

La réaction globale de l'oxydation de la matière organique est la suivante :



Comme l'unité de la DCO n'est pas donnée en quantité de dichromate de potassium selon la réaction (1). Par contre elle s'exprime toujours en mg d'oxygène par litre (mgO_2/L). Par conséquent on devrait écrire la réaction fictive de l'oxydation par l'oxygène pour avoir son équivalence



La quantité de dichromate de potassium (y dans la réaction (1)) est déterminée expérimentalement. En connaissant la quantité d'oxygène qui se dégage par une mole de dichromate. La quantité d'oxygène nécessaire ($n/2$) de la réaction (2) pour réaliser la même oxydation que la réaction (1) pourra se déterminer par dosage par spectrophotométrie.

6.2.Mode opératoire de la DCO

Dans un premier temps, il faut bien rincer les piluliers dans lesquelles les solutions seront introduites pour éviter toute contamination, ensuite 2,5mL de l'échantillon à analyser sont introduites dans ces derniers, puis 1,5mL de la solution digestive de couleur orange sont ajoutés,

et enfin 3,5mL du réactif acide sont ajoutés progressivement. Les piluliers sont bien fermés et leurs introductions se fait très avec précaution dans le bloc chauffant, (**Figure IV.12**) pour 2h à 150°C. Une fois que les piluliers sont refroidis, effectuer un essai à blanc avec de l'eau distillée ensuite ajuster la longueur d'onde du spectrophotomètre à 600 nm et effectuer la lecture.

La DCO est calculé à l'aide de la courbe d'étalonnage du saccharose. (**Annexe 3**)



Figure IV.12: bloc chauffant DCO

7. Pourcentage d'adsorption (taux d'abattement)

L'estimation du pourcentage d'adsorption s'est faite en utilisant l'équation suivante :

$$R(\%) = \frac{DCO_i - DCO_f}{DCO_i} \times 100$$

A decorative graphic of a scroll with a blue outline and grey shading at the corners, framing the text.

Chapitre V

Résultats et discussions

V. Introduction

Ce chapitre résume les principaux résultats obtenus lors de la synthèse et la préparation des billes composites à base de cactus et de pectine, ainsi que leur caractérisation en utilisant les différentes techniques de caractérisation et d'analyse citées précédemment. Enfin ce chapitre présentera les résultats des applications des billes dans l'adsorption de la pollution contenue dans les effluents textiles.

1. Caractéristiques des rejets avant traitement

Tableau V.1 : caractéristiques physico-chimiques des rejets textiles avant traitement

Paramètre	Résultats
pH	7
T	18°C
MES	7,5 mg/L
Conductivité	5,76 ms /cm
Turbidité	634 NTU
DCO	2100 mg O ₂ /L

- Le pH de notre échantillon est compris entre 6,8 et 7,1 ; ces valeurs sont conformes aux directives algériennes des rejets industriels qui se situent entre 6,5 et 8,5.
- La température de l'effluent industriel oscille entre 14,5°C et 19 °C malgré le fait que le processus de fabrication utilise de l'eau tiède. L'eau perd une partie de sa chaleur, au cours du stockage. Ces valeurs concordent avec les normes algériennes de rejets industriels.
- La conductivité électrique (CE) est de 5,76 ms/cm, cette valeur élevée peut s'expliquer par la présence de matières chargées électriquement, notamment les colorants et la minéralisation globale des eaux.
- La turbidité de l'effluent est de 634 NTU, car il contient des matières non dissoutes
- La teneur des matières en suspension est de 7,5 mg/L, valeur conforme aux directives algériennes des rejets industrielles.
- La DCO est de 2100 mg/l, ce qui dépasse largement la norme algérienne, celle-ci étant de 250mg/l.

D'après ces résultats l'échantillon ne peut pas être directement rejeté dans le milieu extérieur car cela présentera un danger pour l'environnement. Ce qui nécessite un traitement.

2. Caractéristiques du matériau adsorbant

2.1. Infrarouge

Les résultats de l'analyse par spectroscopie FTIR des billes composites à base de cactus et de la pectine sont présentés sur les figures V.

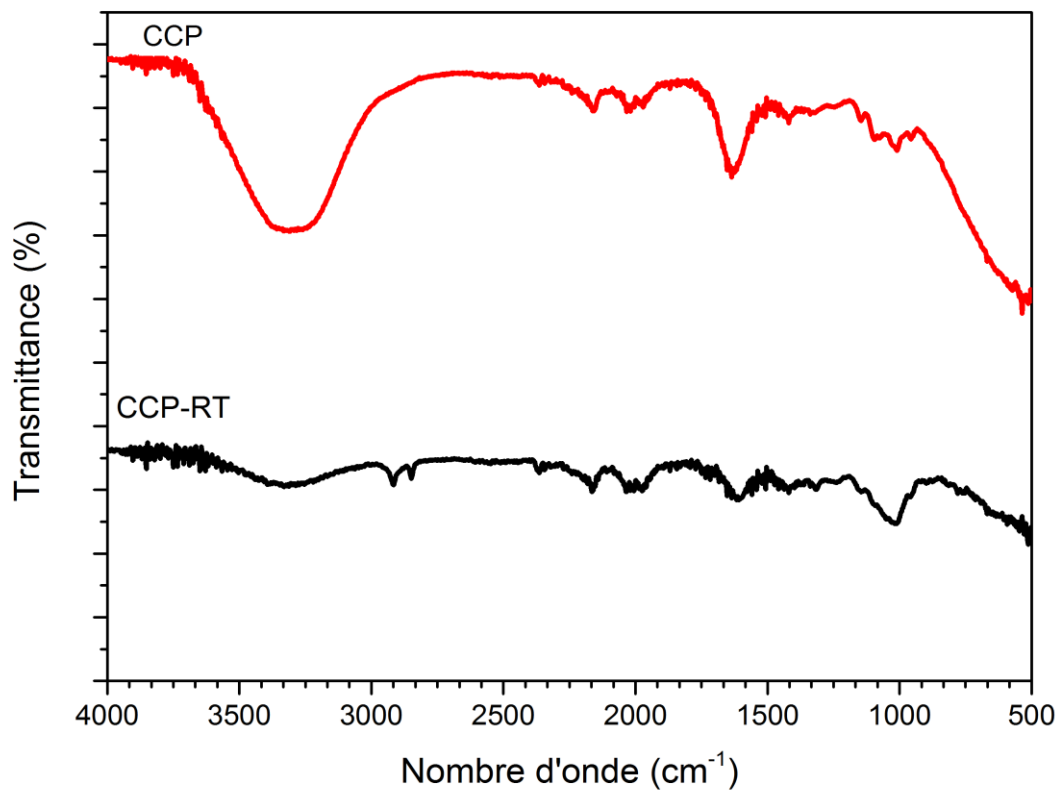


Figure V.1 : spectre infrarouge des billes avant et après l'adsorption

Le spectre infrarouge des billes composites montre la présence des bandes importantes aux fréquences :

Tableau V.2: Longueurs d'ondes des bandes IR des billes avant et après adsorption [57]

Nombre d'onde (Cm^{-1})		
Avant adsorption	Après adsorption	Attribution
1600		Vibrations d'élongations de C=C ou de C=O dans le groupement de l'acide carboxylique et la liaison hydrogène intermoléculaire
	[2000-2100]	Vibrations d'élongation du groupement C≡C.
	[2200-2300]	
	[3200-3500]	Vibrations d'élongations des groupements O-H et N-H
/	2800	Vibration d'élongation des C-H dans les groupements -CH ₃ et -CH ₂
/	2900	Vibration d'élongation des C-H dans les groupements -CH ₃ et -CH ₂
/	1000	Vibration d'élongation de -C-O-C- et OH

➤ Interprétation

Ces résultats montrent le déplacement après adsorption de certains pics, indiquant l'implication des groupements fonctionnels correspondants à ces pics dans le processus d'adsorption qui sont : 1600 Cm^{-1} ; de 2000 à 2100 Cm^{-1} ; de 2200 à 2300 Cm^{-1} et de 3200 à 3500 Cm^{-1} . Ainsi que l'apparition de nouveaux pics à 2800 Cm^{-1} , 2900 Cm^{-1} et à 1000 Cm^{-1}

3. Résultats des essais de l'adsorption

3.1. Etude de l'effet des conditions opératoires sur l'adsorption

Les expériences ont été menées en mode batch

3.1.1. Effet de pH

Le pH est un paramètre essentiel à prendre en compte dans les processus d'adsorption. Ce paramètre agit sur l'état d'ionisation de l'adsorbant et de l'adsorbé.

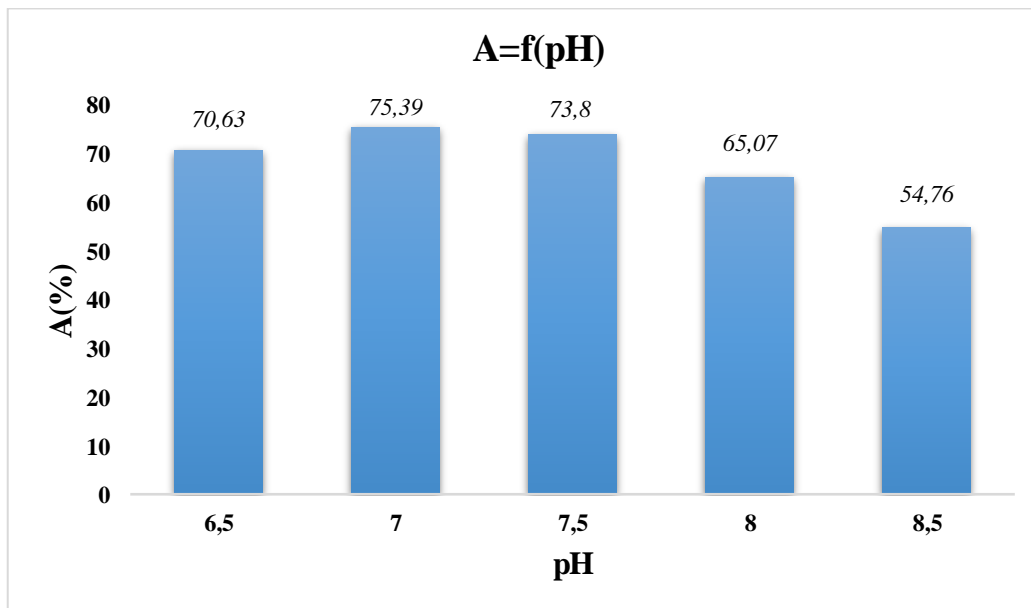


Figure V.2 : Variation de l'abattement en fonction de pH

L'efficacité de l'élimination de la pollution du rejet textile atteint 75.39% à pH=7 (pH du rejet sans ajustement) D'où cette valeur est maintenue pour la suite des expériences

Pour les valeurs de pH supérieures et inférieures à 7, nous observons une diminution de l'efficacité de la dépollution des rejets. Cela est dû à la compétition des molécules polluantes de leur fixation le composite.

3.1.2. Effet de masse de biosorbant

La masse du biosorbant est un paramètre important pour rendre l'ensemble du processus réalisable et applicable.

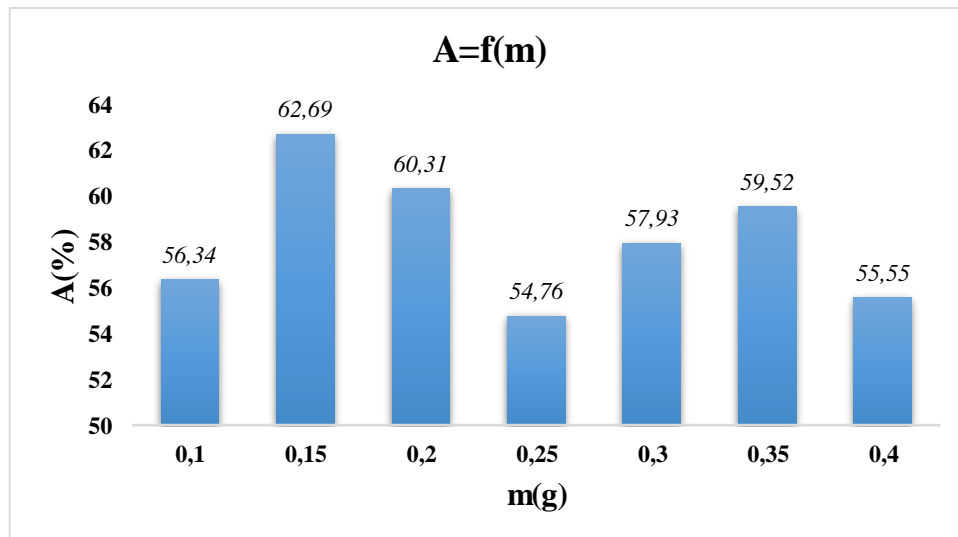


Figure V.3 : variation de l'abattement en fonction de la masse de l'adsorbant

Nous ne constatons que le meilleur taux d'élimination est de 62,69 % à une masse optimale de 0,15 g. D'où cette valeur est maintenue pour la suite des expériences.

L'augmentation de la dose d'adsorbant ou sa diminution conduit à la diminution de rétention d'où l'efficacité cela est dû probablement à la désorption ou à la compétition entre les molécules existantes dans les rejets textiles.

4. Etude de la cinétique d'adsorption

4.1. La quantité de pollution adsorbée

Tableau V.3 : quantité adsorbée pendant 10 jours

Jours	J1	J2	J3	J4	J5	J6	J7	J8	J9	J10
qt (mg/g)	438,89	527,78	416,66	333,33	344,66	344,66	366,66	\	350	328

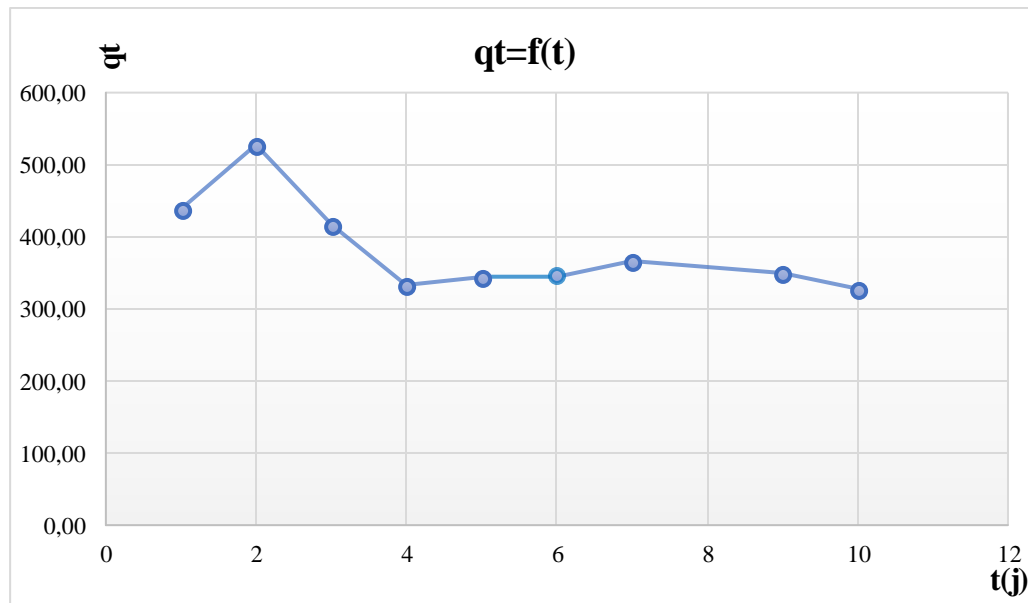


Figure V.4 : quantité adsorbée en pollution en fonction du temps

Nous observons dans le premier segment une biosorption rapide en 2 jours, cela peut être expliqué par la disponibilité de sites actifs d'ouverture sur la surface du biosorbant

Dans le deuxième segment on observe une diminution de la quantité adsorbée, il s'agit d'une désorption.

Dans le troisième segment, on constate que l'évolution de l'élimination de la pollution du rejet textile par les billes de cactus est de plus en plus lente jusqu'à atteindre l'équilibre. Cela s'explique que la plupart des sites sont probablement occupés [30].

La quantité maximale adsorbée à l'équilibre est de 527,78 mg/g en 2 jours, tandis que le reste de la quantité non adsorbée est due à la saturation des sites [30]. Pour mieux comprendre la cinétique et les mécanismes de la biosorption, différents modèles ont été rapportés dans la littérature.

4.2. Modèle pseudo-premier ordre

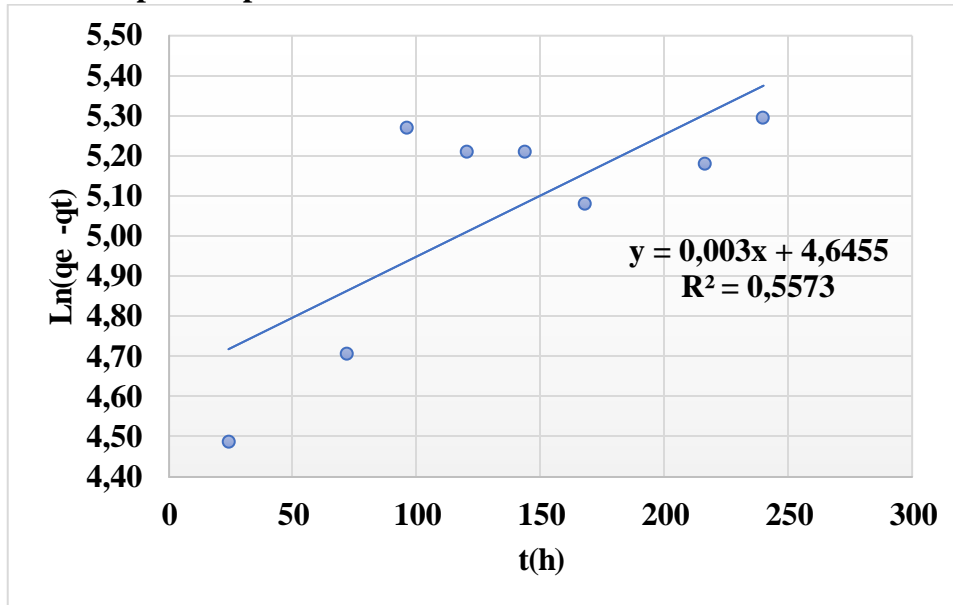


Figure V.5 : linéarisation du modèle pseudo- premier ordre

4.3. Modèle pseudo second-ordre

Selon les résultats obtenus

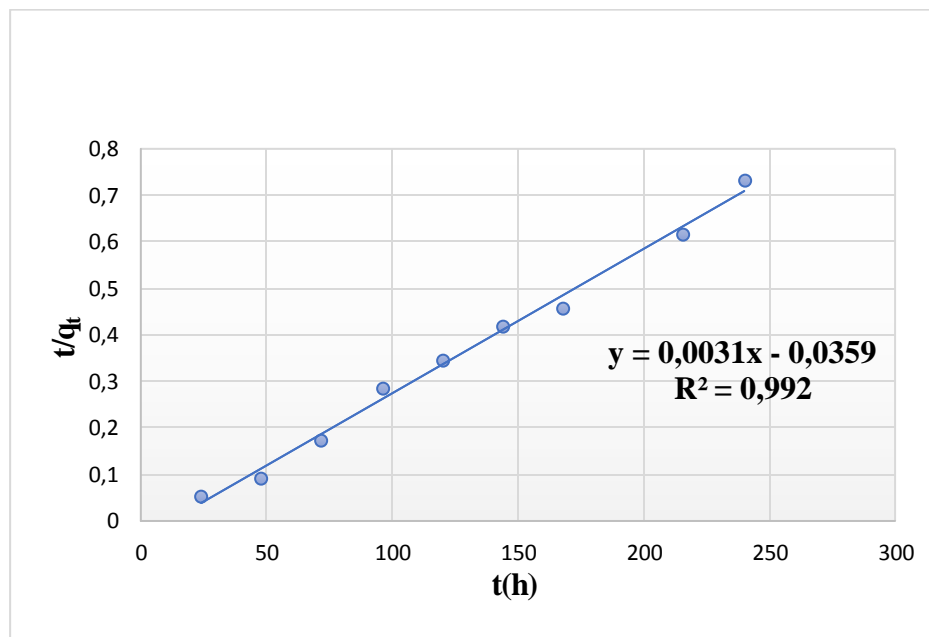


Figure V.6 : Linéarisation du pseudo second ordre

4.4. Le modèle de la diffusion intra-particulaire

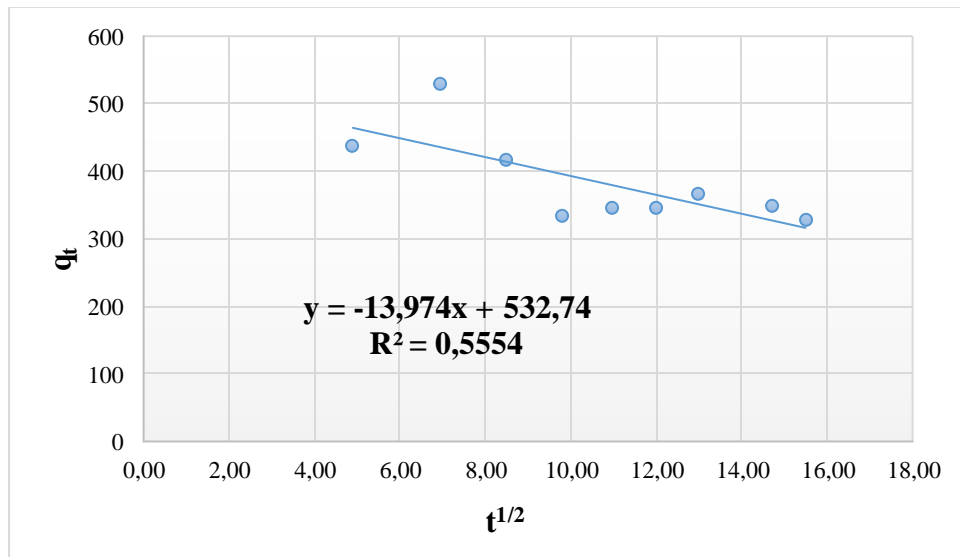


Figure V.7: Linéarisation du modèle de la diffusion intra-particulaire $q_t = (t^{1/2})$

Tableau V.4 : paramètres cinétiques de la biosorption de la pollution sur les billes composites.

Modèle cinétique	Paramètres	
Pseudo premier ordre	R^2	0.5573
	K_1 (h^{-1})	0.003
	Q_e (mg/g)	104.11
Pseudo second ordre	R^2	0.992
	K_2 (g/mg.h)	-0.000267
	Q_e (mg/g)	322.58
Diffusion Intra particulaire	R_1^2	0.5554
	$K_{d,i}$	-13.974
	C1	532.74

4.5. L'analyse des résultats

D'après les résultats obtenus, la faible valeur du coefficient de régression (R^2) égale à 0,5573 du modèle cinétique du premier ordre, laisse supposer que l'adsorption n'obéit pas à ce type de cinétique.

D'après les **figures V.6, V.7 et V.8** le pseudo-second ordre est le modèle approprié à décrire la fixation des molécules polluantes adsorbante. La valeur de coefficient de corrélations R^2 égale à 0,992 est très proche de l'unité. Ceci est confirmé par le fait que les valeurs des capacités maximales d'adsorption expérimentales et théoriques sont proches. D'autre part, le modèle intra particule a un coefficient de corrélation (R^2) égale à 0.5554. Ce résultat montre que les données expérimentales ne suivent pas la cinétique du modèle d'adsorption intra particule.

5. Caractéristiques des rejets textiles après traitement

Tableau V.5 : caractéristiques physico-chimiques du rejet textile après traitement

Paramètre	Résultats
pH	7
MES	3 mg/L
Conductivité	1.222 ms/Cm
Turbidité	58.49 NTU
Température	17°C
DCO	516.66 mg O ₂ /L

6. Comparaison des paramètres physico-chimiques de l'échantillon avant et après traitement

Tableau V.6 : comparaison des paramètres physico-chimique avant et après traitement.

Paramètre	Unité	Résultats avant traitement	Résultats après traitement	Abattement (%)	Normes de rejets [18]
pH	/	7	7	/	6.5-8.5
T	°C	18	17	/	
MES	mg/L	7,5	3	60	35
Conductivité	ms/Cm	5,76	1,22	78,81	/
Turbidité	NTU	634	58,49	90,77	/
DCO	mg O ₂ /L	2100	516,66	75,39	250-300

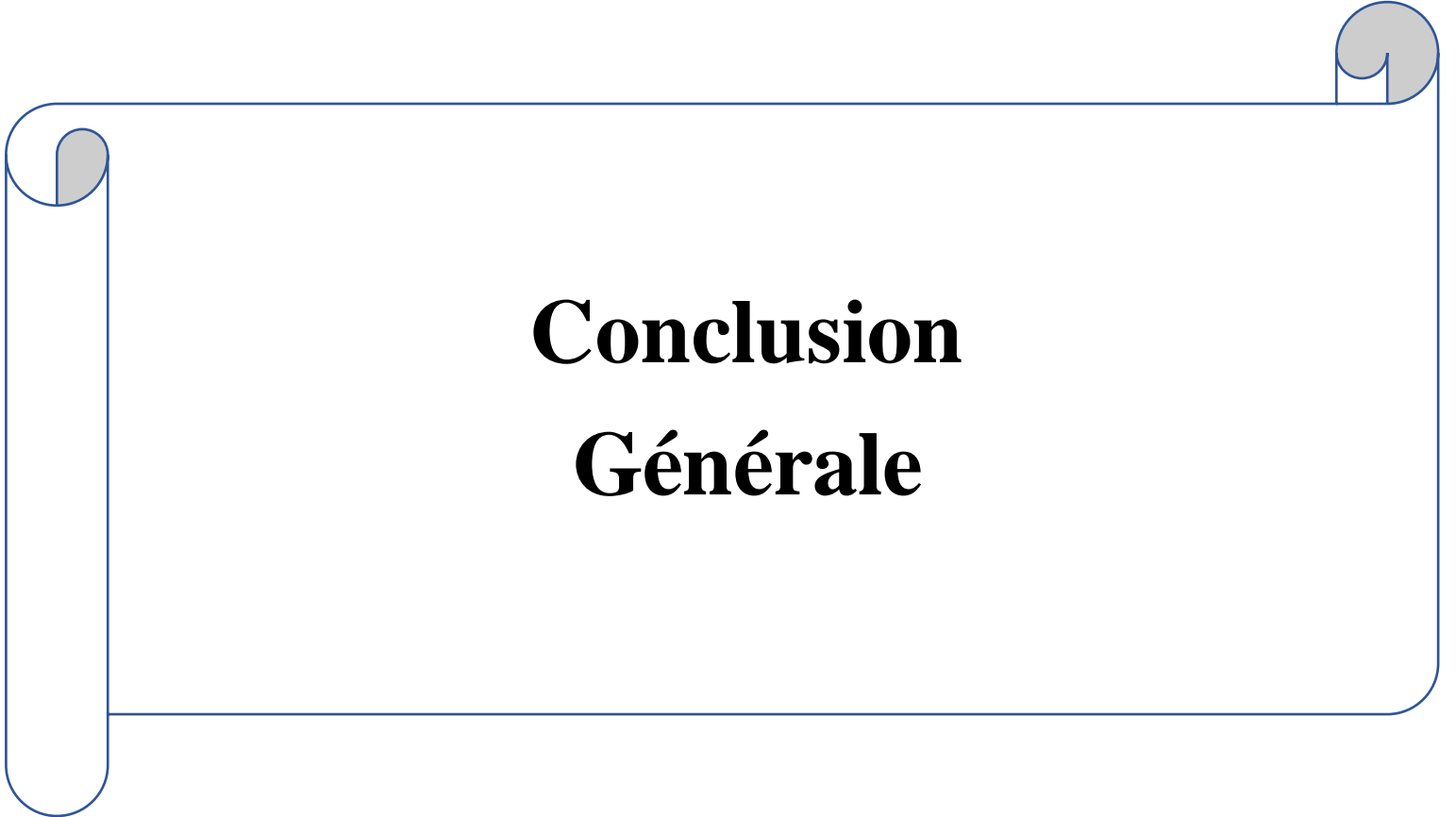
Analyse des résultats

- La valeur de température et de pH après le traitement par les billes sont toujours conformes aux directives algériennes des rejets industriels.
- Les MES avant le traitement, la valeur est d'environ 7,5 mg/L, la valeur à diminuer après le traitement jusqu'à 3 mg/L, son taux d'abattement est de 60%.
- La turbidité avant le traitement est d'environ 634 NTU, c'est une valeur supérieure à 50 NTU cela veut dire que c'est une eau trouble en raison des substances existantes dans le rejet textile, La valeur après le traitement est de 58,49 NTU, l'eau reste toujours trouble mais on constate une diminution importante de la turbidité pour un taux d'abattement de 87,61%.
- La conductivité a connu une baisse de 78%, ou sa valeur diminuer jusqu'à 1.22 ms/Cm. Cela revient à la diminution de la concentration des ions des polluants dans le rejet textile [58].
- La valeur de la DCO a baissé de 2100 mg /L d'O₂ jusqu'à 516.66 mg /L d'O₂ (cela signifie que le matériau adsorbant à un effet sur la matière oxydable existante dans notre échantillon, néanmoins cette valeur reste élevée par rapport aux normes de rejets

(250-300 mg/L d'O₂). Cela implique que le rejet de ces eaux représente encore un danger pour l'environnement [58]. Ce qui nécessite peut-être un traitement complémentaire.



Figure V.8 : les eaux résiduaires textiles avant et après traitement

A decorative border resembling a scroll, with a blue outline and grey shaded areas at the top and bottom corners, framing the central text.

Conclusion Générale

Le but de cette étude est l'élaboration et la préparation de nouvelle génération de billes composites à base de l'extrait de cladodes de cactus et de la pectine. Afin d'obtenir un produit applicable dans le traitement des eaux et notamment pour la dépollution des eaux usées industrielles par le procédé de l'adsorption. On a suivi cette dépollution avec la demande chimique en oxygène (DCO) pour estimer la quantité de polluants présents dans le rejet textile.

Ce travail nous permet de tirer des conclusions sur les caractéristiques sur l'adsorbat et l'adsorbant. Le matériau été caractérisé par la Spectroscopie Infrarouge (IR). L'échantillon de l'industrie textile (adsorbat) a été analysé avant et après l'adsorption par les paramètres physico-chimiques : Turbidité, conductivité, DCO, pH, MES à fin d'avoir une estimation de l'efficacité du matériau dans la dépollution du rejet textile.

Pour atteindre notre objectif, nous avons suivi les effets influant ce phénomène : effet de pH, effet de masse et modélisé les résultats de la cinétique selon les équations du pseudo-premier ordre, pseudo-deuxième ordre, intra particulaire.

D'après les résultats que nous avons obtenus, on constate que :

- L'adsorption se fait à pH neutre, $\text{pH} = 7$ et à 0,15 g de masse de billes composites à fin d'avoir un meilleur rendement.
- Le taux d'abattement de la turbidité est de : 87,61%
- Le taux d'abattement de la conductivité est de : 78,81%
- Le taux d'abattement de les MES est de : 60%
- Le taux d'abattement de la DCO est de : 75,39%
- L'équilibre d'adsorption est atteint au bout de 2 jours, valeur trouvée par rapport à la meilleure quantité adsorbé qui est égale à 527,78 mg. g⁻¹
- La modélisation des résultats des cinétiques d'adsorption des différents paramètres a été bien décrite par le modèle de pseudo second ordre.

Néanmoins les résultats de ce travail constituent les bases d'un travail à poursuivre et à améliorer pour une étude beaucoup plus approfondie qui pourra faire l'objet d'une thèse de doctorat.

➤ **Perspectives**

Afin de continuer et d'améliorer ce travail il est recommandé de :

- Etudier l'effet de certains paramètres pouvant influencer le phénomène d'adsorption tels que : la température, la vitesse d'agitation, la concentration initiale.
- Etudier l'efficacité des billes vis-à-vis de l'élimination d'autres composés inorganiques, métaux lourds ou des colorants spécifique
- Effectuer d'autres analyses pour le matériau tel que : le taux de cendres, MEB, taux d'humidité.
- Mesurer la DBO_5 et calculer le rapport DCO/DBO_5 avant de procéder les traitements afin d'avoir des indications sur la biodégradabilité des effluents à traiter.
- Chercher le bon rapport cactus/pectine c.-à-d., chercher la bonne dose de pectine et de cactus ou l'adsorption est meilleure.

A decorative border resembling a scroll, with a blue outline and grey scroll ends at the top-left, top-right, and bottom-left corners.

Références Bibliographiques

- [1] **SAENZ C., SEPULVEDA E., MATSUHIRO B. 2004.** Opuntia spp mucilage's: a functional component with industrial perspectives. J Arid Environ., 57, p275-290 ISSN
- [2] **CHING, S., DUDEK, R., TABET, E. 1994.** Cyclic voltammetry with ultramicro-electrodes. Journal of chemical education, 71(7), p602 ISSN.
- [3] **BENATTIA Farah Kenza, 2017,** Analyse et application des extraits de pépins de figues de barbarie, utilisation du figuier de barbarie, doctorat, chimie bio_organique et thérapeutique, université Aboubekr Belkaid- Tlemcen.
- [4] **NEFFAR Souad, 2012,** Etude de l'effet de l'âge des plantations de figuier de Barbarie (Opuntia ficus indica L. Miller) sur la variation des ressources naturelles (sol et végétation) des steppes algériennes de l'Est. Cas de Souk- ahras et Tébessa, utilisation du figuier de barbarie, doctorat, biologie végétale, Badji Mokhtar Annaba.
- [5] **NERD, A., KARADI A, MIZHARI Y. 1991.** Salt tolerance of prickly pear cactus (Opuntia ficus- indica). Plant soil, 137, p 201-207 ISSN.
- [6] **SCHWEIZER, M. 1997.** Docteur nopal le médecin du bon dieu. APB Edition, Paris, 81pp.
- [7] **FLANDRIN-M BLETTY, 1976,** Technologie et Chimie des Textiles. Edition Cépaduès, 70pp.
- [8] **BOUAFIA souad, 2010,** dégradation des colorants textiles par procédés d'oxydation avancée basée sur la réaction de Fenton, les effluents textiles, doctorat, génie des procédés, université Saad Dahlab
- [9] **I BROSSARD, 1997,** Technologie des Textiles. Edition Dunod, Paris.
- [10] **H.Roques, 1979** Fondements théoriques du traitement biologique des eaux. Volume I. Technique et Documentation, Paris.
- [11] **LAMRI Naidja, 2010,** Elimination du colorant orange en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption, Mémoire de magister en chimie, Université Mentouri de Constantine ;
- [12] **R.PERRIN, J.PSCHARFF.1999,** Chimie industrielle, 2ème Edition Dunod, pp : 661-679, Paris.
- [13] **M. Dore. 1989,** Chimie des oxydants et traitement des eaux. 1ère Edition, Paris

[14] **BERRAZOUM Abdelkader, 2017**, Application des Biomasses à la Récupération des Polluants des Eaux Usées, généralités sur les colorants, doctorat, chimie matériaux et environnement, Université Mustapha Stambouli Mascara.

[15] **GRIFFITHS. J. 1984**, Developments in the light absorption properties of dyes–colorand photochemical reaction. In: Developments in the Chemistry and Technology of Organic Dyes. Society of Chemistry Industry, Oxford, p 1-30.

[16] **K. WINNACKER, L.KUCGLER.1968**, Chimie organique 3ème partie, Edition Eyrolles, pp: 5-17, Paris.

[17] **BABUPONNUSAMI A., MUTHUKUMAR K. 2014**. A review on Fenton and improvements to the Fenton process for wastewater treatment. Journal of Environmental Chemical Engineering, 2, p557–572 ISSN.

[18] **ADJAOUD A.2006**. Caractérisation physico-chimique des eaux de la Soummam et contribution à l'étude de sa flore algale. Mém. Mag. en Biologie de la Conservation et Ecodéveloppement. Université A.MIRA, Bejaïa,

[19] **BADANI Zahia ,2019**, Application des bioréacteurs à Membranes dans le traitement et le recyclage des eaux usées industrielles , procédures du traitement des effluents textiles , thèse de doctorat , procédés chimique et Environnement , université sciences technologie Houari Boumediene.

[20] **P.C. VENDEVIVERE, R. BIANCHI, W. VERSTRAETE, J. 1998** ,Chem. Technol. Biotechnol. 72, p289-302 ISSN.

[21] **WEBER T.W.et CHAKRAVORTI R.K., 1974** - Pore and solid diffusion models for fixed-bed adsorbers. AIChE J, 20 (2), p228–238 ISSN.

[22] **ZKINALY I., DEKANY J.,1989**, Chem. Soc, Farady Trans. p1-85 ISSN.

[23] **M. GERARD MIQUEL ET AL**, Les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé,Rapport d'information N° 261 (2000-2001), fait au nom de l'Office parlementaire d'évaluationdes choix scient. Tech, déposé le 5 avril (2001).

[24] **A. TALIDI, 2006**,Etude de l'élimination du Chrome et du bleu de méthylène en milieux aqueux par adsorption sur la pyrophyllite traitée et non traitée, Thèse de doctorat, Université

Mohamed V-Agdal Rabat.

[25] **I.I. Salam, T. J. Bandoz, 2005**, Journal of colloid and interface Science 264, p37-312 ISSN.

[26] **BAGANE .M. 2000**, «Elimination d'un colorant des effluents de l'industrie textile par Adsorption», Annal de Chimie Paris.

[27] **HASSAN F, 2015**, Le figuier de Barbarie (l'Opuntia ficus-indica) : un produit de terroir pour le développement local Aknari des Aït Baâmrane (Anti-Atlas occidental, Maroc), Open Edition, p 375-400 ISSN.

[28] **BOULKRAH HAFIDA, 2008**, Etude comparative de l'adsorption des ions plomb sur différents adsorbant, modélisation des isothermes d'adsorption, thèse de magister, chimie, Université du 20 aout 1955 Skikda.

[29] **SOPHIE R, BARTHE, W .2012** .Les colorants organiques utilisés en Teinturerie : aspects physico-chimiques », Museum national d'histoire naturelle.

[30] **Grabi Hocine, 2021**, Purification d'une eau usée industrielle par des matériaux naturels et valorisation de la boue résultante, thèse de doctorat, chimie des matériaux et environnement, université de Mouloud Mammeri Tizi Ouzou.

[31] **KOLLER E. 2004**. « Génie chimique aide-mémoire » 2ème édition DUNOD, Paris (France).

[32] **FERRANDON O., BOUABANE H., MAZET Z. 1995**. Contribution à l'étude de la validité de différents modèles, utilisés lors de l'adsorption de solutés sur charbon actif. Revue des sciences de l'eau, 8, p183-200 ISSN.

[33] **ÖZCAN A., SAFA ÖZCAN A.,2005**. Adsorption of Acid Red 57 from aqueous solutions onto surfactant-modified sepiolite, Journal of Hazardous Materials B125, p252– 259 ISSN.

[34] **WEBER W.J., MC GINLET P., KTZ L. E. 1991**. Sorption in subsurface systems concept, models and effects on contaminant fate and transport, Water Research, 25, p 499-528 ISSN.

[35] **BOUACHRINE Souhila, 2013**, « élimination des polluants spécifiques par adsorption sur charbon actif et argile traitée et non traitée », cinétique d'adsorption , mémoire de magister, chimie physique et analytique , Université Mohamed Chérif Messaadia –Souk-Ahras.

- [36] **R.BACCARA ET AL, 2009**, Journal of Hazardous Materials 162, p1522-1529 ISSN.
- [37] **F. ROUESAC, A. ROUESAC, 2000** «Analyse chimique, méthode et technique instrumentales modernes », édition Dunod, Paris.
- [38] **W.RUDZINSKI, A WILLIAM. STEELE, G. ZGRABLICH, 1997**, «Equilibria and Dynamics of Gas Adsorption on Heterogeneous solid Surfaces», Publisher : Elsevier Science et Technology Books.
- [39]**V.FIERRO TORNE-FERNANDEZ, A.CELZARD, 2001**, Microporous and mesoporous Materials 101, p419-431 ISSN.
- [40] **EL KOSSORI, R. L., VILLAUME, C., EL BOUSTANI, E., SAUVAIRE, Y., & MEJEAN, L. 1998**. Composition of pulp, skin and seeds of prickly pears fruit (*Opuntia ficus indica* sp.). Plant Foods for Human Nutrition, 52(3), p263-270.
- [41] **khezami L ,2010** . Total valorisation of redcedarsawmillswastes by instantaneous controlled pressure drop process .isolation of extractive and production of actived carbon frome the solide residue.
- [42] **M. El AZZOUZI, 1999**, « persistance, mobilité et photodégradation de l'imazapyr dans le sol et l'eau », Thèse doctorat, Université Mohammed V-AGDAL Rabat, p18
- [43] **E. Mechrafi, 2002**, « adsorption, désorption et mobilité des herbicides au contact des adsorbants organiques et minéraux », Thèse doctorat, Université Mohammed VAGDAL Rabat, p 20.
- [44] **M. Mekraoui, 2001**, « Etude de l'adsorption, da la persistance et de la photodégradation de l'herbicide Tribenuron Méthyle (TBM) dans le sol et l'eau », Thèse doctorat, Université Mohammed V-AGDAL Rabat, p 30
- [45] **SEDIRAN ,2013**. Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes, Mémoire de Magister, Université Mohamed Chérif Massaadia Souk-Ahras
- [46]**BOUAZIZ A ,2009**. Biosorption du nickel par la biomasse *Pleurotusmutilus*, Ecole Nationale polytechnique.
- [47] **OUERD Nabila, 2010**, Traitement d'effluents liquides d'industries agroalimentaires par procédé biologique à boues activées (Cas des effluents synthétiques laitiers de l'unité GIPLAIT

de Draa Ben Khedda), paramètres chimiques, diplôme de magister, hydraulique agricole, Ecole Nationale Supérieure Agronomique El Harrach

[48] **RODIER J., 1978** Analyse de l'eau, eau naturelle, eau résiduaire, eau de mer. 5^{ème} édition. Edition Dunod, 363 p.

[49] **Habibi, Y. 2004.** Contribution à l'étude morphologique, ultrastructurale et chimique de la figue de barbarie. Les polysaccharides pariétaux: caractérisation et modification chimique (Doctoral dissertation, Université Joseph-Fourier-Grenoble I).

[50] **SOPHIE R, BARTHE, W .2012** .Les colorants organiques utilisés en Teinturerie : aspects physico-chimiques », Museum national d'histoire naturelle.

[51] **KROU N'guessan Joachim, 2010,** etude expérimentale et séquentielle AD-OX d'élimination de polluants organique, thèse de doctorat, UNIVERSITE de Toulouse.

[52] **PIGA A. (2004).** Cactus pear: a fruit of nutraceutical and functional importance .J Prof Assoc Cactus Develop. 6, p9-22 ISSN.

[53] **DISCOVERLIFE.** Consulté le 5\07\2021. <http://www.discoverlife.org>.

[54] **SCHWEIZER M.1997,** Docteur nopal le médecin du bon dieu. APB Edition, Paris, 81pp.

[55] **EL KOSSORI, R. L., VILLAUME, C., EL BOUSTANI, E., SAUVAIRE, Y., & MEJEAN, L. (1998).** Composition of pulp, skin and seeds of prickly pears fruit (*Opuntia ficus indica* sp.). Plant Foods for Human Nutrition, 52(3), p263-270 ISSN.

[56] Nouveaux aliments pour les ruminants à base de fruits de cactus, ministère de l'agriculture et de la pêche maritime, royaume du Maroc, N°176 Mai, 2009.

[57] **BERKANE Nabila, 2019,** développement et caractérisation de nouveaux adsorbants pour l'élimination des polluants organiques en solution aqueuses , thèse de doctorat , chimie de l'environnement, Université de mouloud Mammeri Tizi Ouzou

[58] **Datastream** , un guide de surveillance de la qualité de l'eau , consulté le 3\08\2021, datastream.org.

A decorative border resembling a scroll, with a light blue line and grey shaded areas at the corners and along the left edge, framing the central text.

Annexes

Annexe 1

Préparation du réactif acide et la solution de digestion

- **Réactif d'acide sulfurique**

✓ Ajouter Ag_2SO_4 (sulfate d'argent) dans H_2SO_4 (acide sulfurique) concentré à raison de 5.5g d' Ag_2SO_4 par Kg H_2SO_4

✓ Laisser reposer 1 à 2 jours afin qu' Ag_2SO_4 soit complètement dissous.

✓ La solution doit être conservée dans un endroit obscur.

- **Réactif de digestion**

✓ Dissoudre 10,2g de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (dichromate de potassium), préalablement chauffé à 105°C pendant 2 heures, dans 500 ml d'eau distillée.

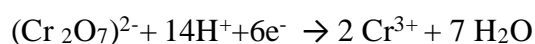
✓ Ajouter lentement 167 ml de H_2SO_4 concentré et 33.3 g de HgSO_4 (sulfate mercurique).

✓ Agiter jusqu'à dissolution complète, laisser refroidir et compléter à 1000 ml avec de l'eau distillée

Annexe 2

Application de la notion de degrés d'oxydation

Le chrome à l'état VI dans le dichromate de potassium (de couleur orange), passe à l'état III (en prenant la couleur verte) ; son équation de réduction fait intervenir les protons H^+ de l'acide, afin de capter l'oxygène provenant de l'ion dichromate :



Le nombre d'oxydation du couple redox ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}/\text{Cr}^{3+}$).

n.o de Cr = x on a le nombre d'oxydation de O_2 est (-2) celui de l'hydrogène est (+1)

$$\text{Donc } 2x + 7*(-2) = -2$$

$$\text{D'où } x = +6$$

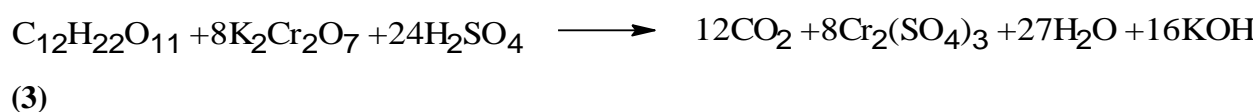
Le nombre d'oxydation du Cr^{3+} est de +3

Annexe 3

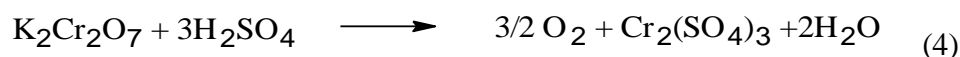
Principe d'étalonnage

Des concentrations de la solution étalon peuvent être rapportées en appliquant des dilutions appropriées aux échantillons avant le dosage. Après la lecture spectrophotométrique, une courbe d'étalonnage doit être représentée dont on tire la concentration de l'échantillon inconnue.

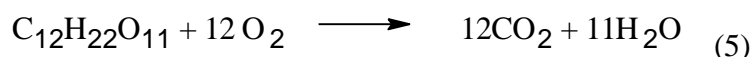
L'objectif de cette méthode est d'avoir une relation entre le Cr(III) réduit à partir du Cr(IV) selon la réaction suivante:



Et la consommation d'O₂ qui provient de dichromate de potassium selon la réaction suivante:



Compte tenu des coefficients stœchiométriques, pour une mole de dichromate qui réagit avec le saccharose réagit réellement avec 3/2 moles d'O₂. On combinant les deux réactions précédentes on obtient la réaction suivante.



Cela veut dire de trouver une relation entre l'absorbance du Cr (III) issu de réaction et la consommation d'oxygène. Autrement dit de tracer la courbe d'étalonnage à 600 nm (le maximum d'absorption du Cr (III) et la consommation d'O₂ (mg.L⁻¹) qui est la DCO

A partir d'une solution mère de saccharose dont la concentration est connue préparer par dilution C₁, C₂, C₃, C₄, C₅... qui vont subir une oxydation par les dichromates de potassium au milieu acide en présence de Ag₂SO₄ comme catalyser dans un réacteur à reflux (fermé) chauffé à 150 °C pendant 2 heures. A la fin de la réaction on lit l'absorbance à 600 nm pour chaque solution puis on calcule, selon la réaction (5), d'après la formule suivante (Pour oxyder 1 mole de saccharose (C₁₂H₂₂O₁₁) il faut 12 moles de dioxygène (O₂) d'où la consommation d'oxygène en mg.L⁻¹:

$$\text{DCO} = \frac{12 M_{O_2}}{M_{\text{sac}}} \times C_{\text{sac}}$$

M_{O_2} : Masse molaire de du dioxygène (32 g.mole⁻¹)

M_{sac} : Masse molaire de saccharose (342,30 g.mole⁻¹)

C_{sac} : Concentration massique en (mg.L⁻¹) de la solution de saccharose

et on obtient la courbe d'étalonnage :

$$\mathbf{A = f(DCO)}$$

Dissoudre 1g de saccharose dans un litre d'eau distillée. Pour obtenir une solution de 1000 mg.L⁻¹. Des dilutions ont été effectuées dans des fioles de 100mL. Pour calculer les concentrations des solutions filles du saccharose on applique la règle suivante :

$$C_i V_i = C_f V_f$$

C_i : Concentration de la solution mère.

C_f : Concentration de la solution fille.

V_i : Volume de la solution mère à prélevé.

V_f : Volume de la solution fille.

Tableau IV.2 : Données et résultats pour la solution étalon (saccharose) à 600 nm.

N° tube	1	2	3	6	7
Volume du saccharose prélevé (mL).	30	40	50	60	70
Concentration du saccarose (mg/L)	300	400	500	600	700
Absorbance	0.0905	0.1273	0.1627	0.2471	0.3176
DCO (mg d'O ₂ /L)	336.54	448.72	560.91	897.46	1121.82
Facteur de dilution	3.33	2.5	2	1.25	1
F×DCO	1120.67	1121.80	1121.82	1121.825	1121.82

De la même manière l'échantillon à analyser subira une oxydation dans les mêmes conditions que les solutions de saccharose puis on détermine son absorbance et à partir de la courbe d'étalonnage on déterminera sa DCO

Courbe d'étalonnage (absorbances en fonction des concentrations) du saccharose à 600 nm

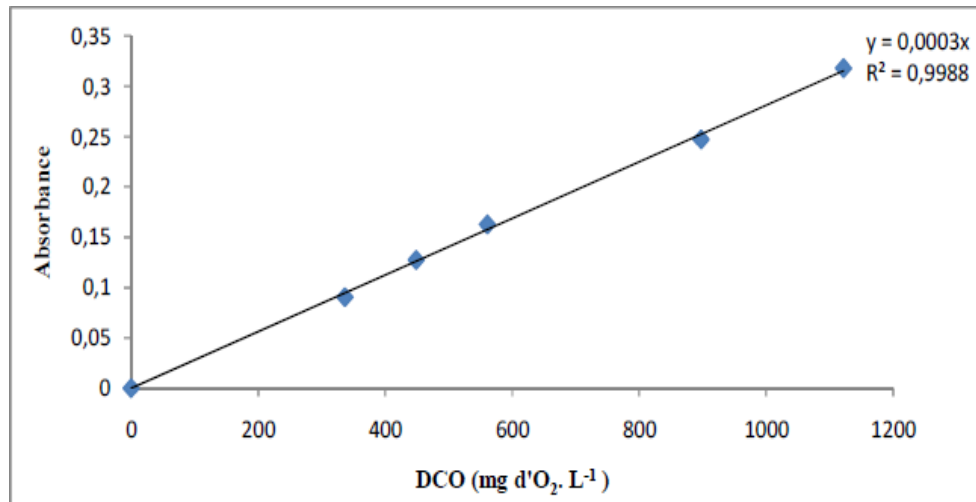


Figure IV.13 : courbe d'étalonnage du saccharose à 600nm

L'équation de la droite d'étalonnage est la suivante :

$$A = 0.0003 \text{ DCO}$$

En utilisant cette équation on pourra déduire la valeur de la DCO de notre échantillon en connaissant son absorbance :

$$\text{DCO} = \frac{A}{0.0003}$$

Si l'échantillon est dilué on multiplie par le facteur de dilution

Résumé

L'objectif principal de ce travail, est de s'inscrire dans une démarche relative à la recherche des supports naturels applicables au traitement des eaux ; nous nous sommes intéressées à la dépollution d'un rejet industriel textile à pH neutre et la température ambiante en mode batch par le traitement d'adsorption sur matériau végétal à base d'extrait de cladodes de cactus et de pectine. Le matériau a été caractérisé par la Spectroscopie Infrarouge (IR) afin d'évaluer sa capacité d'adsorption de la pollution existante dans les rejets textiles. Ces derniers ont été analysés avant et après le traitement par les paramètres physico-chimique : DCO, turbidité, pH, MES, conductivité à fin d'avoir un taux abattement de chaque paramètre et voir l'efficacité de notre matériau. L'influence de différents paramètres expérimentaux tels que le pH, la masse de l'adsorbant ont été suivi avec la demande chimique en oxygène (DCO) ainsi que la cinétique d'adsorption pendant 10 jours. Les résultats obtenus des taux d'abattelements des paramètres physico-chimiques ont donné des valeurs supérieures et/ou égale à 60% ceci explique que notre bio matériau est valable pour le traitement des rejets textiles, et ceux de la cinétique ont été modélisés selon les équations cinétiques du pseudo-premier ordre, pseudo-deuxième ordre et intra particulaire. Les résultats expérimentaux de la réaction globale s'avèrent parfaitement ajustable au pseudo-second ordre avec une bonne corrélation.

Mots clés : adsorption, cinétique, cactus, pectine, rejet textile, modèles, épuration.

Abstract

The main objective of this work, is to be part of an approach relating to the research of natural supports applicable to the treatment of water, we are interested in the decontamination of an industrial textile waste at neutral pH and ambient temperature in batch mode by adsorption treatment on plant material based on cactus cladodes extract and pectin. The material was characterized by Infrared Spectroscopy (IR) in order to evaluate its capacity of adsorption of the existing pollution in the textile waste. The latter were analyzed before and after the treatment by the physico-chemical parameters: COD, turbidity, pH, TSS, conductivity in order to have a rate of abatement of each parameter and to see the effectiveness of our material. The influence of different experimental parameters such as pH, the mass of the adsorbent were followed with the chemical oxygen demand (COD) as well as the adsorption kinetics during 10 days. The results obtained for the abatement rates of the physico-chemical parameters gave values higher than or equal to 60%, which explains that our bio-material is valid for the treatment of textile waste, and those of the kinetics were modeled according to the kinetic equations of the pseudo-first order, pseudo-second order and intra-particle. The experimental results of the global reaction are found to be perfectly adjustable to the pseudo-second order with a good correlation.

Keywords : adsorption, kinetics, cactus, pectin, textile discharge, models, purification.

