

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITÉ de BLIDA 1

Faculté de Technologie

Département de Génie des Procédés



Mémoire

En vue de l'obtention du diplôme de

MASTER EN GENIE DES PROCÉDES

Spécialité : GENIE DE L'ENVIRENNEMENT

Intitulé du mémoire

**ETUDE PARAMETRIQUE LA RETENTION DU COLORANT
FUCHSINE BASIQUE SUR LES GRAINES DE MORINGA
OLIEFERA**

Réalisé par :

MERABET Sarah

CHITACHE Chaimaa

Encadré par :

Dr. TAOUALIT Nadjet

Année universitaire **2021 /2022**

Remerciements

*Nous remercions **DIEU** tout puissant qui nous a donnés le courage, la force et la volonté pour réaliser ce modeste travail .*

Nous tenons à remercier notre promotrice Madame **Taoualit Nadjjet**, pour avoir accepté de diriger ce travail, pour ses grandes compétences autant pédagogiques que scientifiques, pour ses conseils, ses remarques fructueuses et nous la remercions vivement pour sa gentillesse et ses encouragements. Tout notre respect et notre gratitude, merci.

Nous remercions également les ingénieurs de laboratoire Mr **Dahmouche Rachid**, Madame **Terradi Nafissa**, Madame **Boumad Nesrine** pour leur disponibilité ainsi que pour nous avoir accueilli dans d'excellentes conditions de travail, nous leur exprimons notre gratitude.

Nos remerciements vont également aux membres du jury pour avoir accepté d'évaluer ce travail.

Un grand merci à nos familles pour leurs soutiens aussi bien pour leurs amours et leurs sacrifices.

Nous tenons à remercier vivement tous les enseignants et tous ceux à qui nous devons notre formation universitaire en général et ceux du département de **Génie des Procédés** en particulier. Nous présentons également nos sincères remerciements à tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail.

Dédicaces

Tout d'abord, je tiens à remercier DIEU, le tout puissant qui m'a ouvert les portes du savoir et m'a permis de réaliser ce travail.

Je dédie ce modeste travail aux deux êtres qui me sont très chers dans cette vie, à savoir mon père Mahfoud et ma mère Fazia, qui ont tout fait, pour moi pour arriver à cette place, je vous dis merci du fond de mon cœur pour tous vos sacrifices, votre amour, votre tendresse, votre soutien, votre patience tout au long de mes études, sans votre soutien ce mémoire ne serait jamais devenue une réalité, Je vous remercie d'avoir été toujours là pour moi. Avec toute ma fidélité et tout mon amour pour vous.

Je dédie ce travail aussi :

A mon cher frère Yacine

A ma chère binôme Sarah et sa mère

A tous mes amis en particulier Salema, Maroua, Amina, Sara, Romaiassa, Malia, Nadjiya,

Iman, Hadjer .

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail,

A l'être le plus chère de ma vie ma mère, pour son amour, son encouragement et ses sacrifices.

A mon frère NAIM, pour leur appui et leur encouragement,

A ma chère sœurs MERIEME et son mari AHMED, qui n'ont pas cessée de me conseiller, encourager et soutenir tout long de mes études,

A mon adorable petite sœur IKRAM, qui sait toujours comment procurer la joie pour toute la famille,

A ma chère binôme CHAIMAA, pour sa entent et sa sympathie et sa jolie mère T.FAZIA,

A ma famille, a tous mes amis de promo GE 2022, à qui je souhaite plus de succès.

ملخص:

الهدف الرئيسي من هذا العمل هو الاحتفاظ بصبغة الفوشين الأساسية على بذور المورينغا اوليفرا في حالتها الطبيعية ودون تعديل او تحضير كيميائي. تم اجراء توصيف المادة بواسطة تقنية التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء والمسح المجهرى الالكتروني المرتبط بالتحليل المجهرى بواسطة الطاقة للأشعة السينية . تم اجراء سلسلة من التجارب في نظام الدفعات في درجة حرارة المحيط من اجل دراسة بعض المعلمات على قدرة الاحتفاظ بالصبغة على بذور المورينغا اوليفرا مثل: وقت التلامس؛ كتلة الممتزات؛ تركيز الصبغة الاولي و درجة الحموضة . أظهرت النتائج التجريبية ان امتصاص الفوشين الأساسي على بذور المورينغا اوليفرا يصل الى توازنها بعد 3 ساعات عند درجة الحموضة 5 الى 10 ملجم/ل الرتبة الأولى حركية الامتزاز بشكل جيد تم وصف متساوي الامتزاز درجة حرارة الامتزاز لأنظمة الممتزات بشكل مرض من خلال نموذج فراندليش الذي يفترض امتصاصه متعدد الطبقات على الاسطح غير المتجانسة.

Résumé :

L'objectif principal de ce travail est la rétention du colorant Fuchsin basique (FB) sur les graines de Moringa Oleifera (GMO) à l'état naturel et sans modification. La caractérisation du matériau a été réalisée par la technique FTIR et la microscopie électronique à balayage associée à la microanalyse par énergie dispersive de rayon x MEB-EDX. Une série d'expériences a été réalisée en système batch à la température ambiante afin d'étudier l'influence de certains paramètres sur le rendement et la capacité de la rétention du colorant sur GMO tels que le temps de contact, la masse de l'adsorbant, la concentration initiale du colorant et le pH. Les résultats expérimentaux montrent que l'adsorption de FB sur les GMO atteint l'équilibre au bout de 3H à pH de 5 à 10mg/L de FB. Le modèle de pseudo-premier ordre décrit bien la cinétique d'adsorption. Les Isothermes d'adsorption des systèmes adsorbant/adsorbant sont décrites de manière satisfaisante par modèle de Freundlich qui suppose une absorption multicouche sur des surfaces hétérogènes.

Abstract :

The main of This Work is the retention of the basic fuchsin dye on moringa oleifra seeds in their natural state and without modification or chemical preparation. The characterization of the material was carried out by the FTIR technique and scanning electron microscopy associated with microanalysis by energy dispersive ray x SEM-EDX. A series of experiments was carried out in a batch system at ambient temperature in order to study the influence of certain parameters on the yield and the capacity of dye retention on moringa oliefera seeds such as contact time, mass of the adsorbent, the initial concentration of the dye and the pH.

The experimental results show that the adsorption of basic fuchsin to moringa oleifera seeds reaches equilibrium after 3h at pH of 5 to 10 mg/l of basic fuchsin. The pseudo-first order model well described by the freundlich model which assumes multilayer adsorption on heterogeneous surfaces.

Liste des abréviations

C0 :	concentration initiale de la solution.
Ce :	concentration en soluté dans la phase liquide à l'équilibre.
F B :	Fuchsine basique.
FTIR :	Spectroscopie infrarouge a transformée de Fourier.
IR :	Infrarouge.
GMO :	Grain Moringa Olifera
MEB :	Microscopie électronique à balayage.
pH :	Potentiel hydrogène.
pH _{PZC} :	Potentiel hydrogène au point zéro charge.
PZC :	Point zéro charge.
UV :	Ultraviolet.
Qe :	Quantité adsorbée a l'équilibre.
Qm :	Capacité maximale d'adsorption.
Qt :	Quantité de polluant adsorbée à l'instant t.

Constantes

K1 :	Constante de vitesse du modèle de pseudo premier ordre.
K2 :	Constante de vitesse du modèle de pseudo second ordre.
KL :	Constante de Langmuir.
Kf :	Constante de Freundlich.

Liste des tableaux

Tableau 1.1: Différence entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique .	5
Tableau 1.2: Différents types d'adsorbants.	11
Tableau 1.3: classification botanique de M. Oleifera	12
Tableau 1.4: Parties de la plante et leurs intérêts.	12
Tableau 1.5: Composition chimique des graines de Moringa Oleifera.	13
Tableau 2.1: principaux chromophores et auxochromes.	16
Tableau 3.1: Produits chimiques utilisés.	20
Tableau 3.2: Caractéristiques physico-chimiques de Fuchsine Basique.	22
Tableau 4.1: Paramètres cinétique de l'adsorption de FB sur GMO.....	34
Tableau 4.2: Tableau récapitulatif de la modélisation.....	36

Liste des Figures

Figure 1.1: Schéma de l'adsorption physique	4
Figure 1.2: Graine de Moringa Oleifera avec coque et sans coque.....	13
Figure 3.1: structure chimique de Fuchsine Basique.....	21
Figure 4.1: Spectres IR de Graines de Moringa Oleifera.....	25
Figure 4.2: Image MEB-EDX de GMO	27
Figure 4.3: Analyse par MEB-EDX	28
Figure 4.4: Effet du temps de contact	29
Figure 4.5: Rendement de la rétention de colorant fuchsine basique en fonction de la masse	30
Figure 4.6: Rendement de rétention du colorant fuchsine basique en fonction de pH.	31
Figure 4.7: Evolution de la quantité adsorbée de FB par le GMO en fonction de la concentration	32
Figure 4.8: Modèle de pseudo-premier ordre de l'adsorption de FB sur le GMO	33
Figure 4.9: Modèle de pseudo-second ordre de l'adsorption de FB sur le GMO.....	34
Figure 4.10: Modélisation linéaire par Freundlich	35
Figure 4.11: Modélisation linéaire par le modèle de Langmuir	35

Sommaire

CHAPITRE 1 : PROCEDE D'ADSORPTION.....	3
1.1. Généralités sur l'adsorption.....	3
1.1.1. Introduction	3
1.1.2. Définition.....	3
1.1.3. Type d'adsorption	3
1.1.4. Paramètres influant sur l'adsorption	5
1.1.5. Cinétique d'adsorption.....	6
1.1.6. Modélisation des cinétiques	7
1.1.7. Isothermes d'adsorption.....	8
1.1.8. Modèles d'adsorption.....	8
1.1.9. Adsorbants :.....	11
1.2. Généralistes sur Moringa Oleifera	11
1.2.1. Définition.....	11
1.2.2. Dénomination et taxonomie	11
1.2.3. Description botanique	12
1.2.4. Graines de Moringa Oleifera	13
1.2.5. Utilisation des graines de Moringa Oleifera dans la purification des eaux :.....	13
1.2.6. Avantages et inconvénients des graine Moringa Oleifera.....	14
CHAPITRE 2 : COLORANTS.....	15
2.2 Définition.....	15
2.2 Classification des colorants	16
2.2.1 Colorants solubles dans l'eau	16
2.2.2 Colorants insolubles dans l'eau	17
2.2 Aspect toxicologique.....	17
2.2.1 Toxicité sur la santé humaine :	17
2.2.2 Toxicité sur les milieux aquatiques :	18
2.3 Procèdes de traitement des colorants	18
CHAPITRE 3 : MATERIEL ET METHODES.....	20
3.1 Produits utilisés.....	20

3.2	Préparation de l'adsorbant.....	20
3.3	Adsorption de fuchsine basique sur les GMO:	21
3.3.1	Fuchsine basique	21
3.2.2	Préparations des solutions de Fuchsine Basique et établissement de la courbe d'étalonnage	22
3.4	Tests d'adsorption.....	22
3.4.1	Pourcentage d'adsorption :	22
3.4.2	Calcul des quantités adsorbées	22
3.5	Étude paramétriques de l'adsorption de Fuchsine Basique sur les GMO	23
3.5.1	Effet de temps de contact	23
3.5.2	Effet de la masse de l'adsorbant :	23
3.5.3	Effet de pH.....	24
3.5.4	Effet de la concentration initiale du colorant.....	24
3.6	Caractérisations des GMO.....	24
CHAPITRE 4 : RESULTATS ET DISCUSSIONS.....		25
4.1	Caractérisations de la poudre des graines de Moringa oleifera	25
4.1.1	Caractérisation par F T I R	25
4.2	Etude paramétrique de la rétention de FB sur GMO	29
4.2.1	Effet de temps de contact :	29
4.2.2	Effet de la masse d'adsorbant :	30
4.2.3	Effet de pH.....	30
4.2.4	Effet de la concentration initiale	32
4.3	Modélisation de la cinétique d'adsorption	33
4.4	Modélisation des isothermes d'adsorption	34
4.4.1	Modèle de Freundlich.....	35
4.4.2	Modèle de Langmuir	35
Conclusion.....		38

INTRODUCTION GENERALE

L'eau est l'une des ressources naturelles les plus précieuses de notre planète, qui représente plus de deux tiers de la surface de la terre, c'est pourquoi sa pollution par les colorants est une grave préoccupation environnementale [1].

L'augmentation des activités industrielles engendre une pression grandissant sur les réserves en eau douce de la planète. En effet, ces activités génèrent une grande diversité de produits chimiques qui se déversent dans l'eau usée sont difficilement biodégradables et le manque ou l'insuffisance de systèmes de traitement mène ainsi à leur accumulation dans le cycle de l'eau [2]. Parmi ces substances on trouve les colorants qui ont une large utilisation dans des nombreux secteurs industriels tels que les teintures de textile, du papier, du cuir et dans les industrie alimentaire et cosmétique. Les colorants ont la réputation d'être des substances toxique et persistance dans l'environnement, ils nécessitant des techniques physico-chimique pour les dégradés.

Parmi les procédés de traitements des rejets liquides, l'adsorption reste une technique relativement utilisée et facile à mettre en œuvre.

Des études ont montré que l'utilisation de matériaux synthétiques pour la purification de l'eau pouvait être dangereuse pour la santé et l'environnement [3].

Depuis la dernière décennie, il y a une avancée mondiale significative des applications et des technologies pour mettre en place et promouvoir des procédés d'épuration, mettant en œuvre des processus naturels et utilisant des végétaux telle que le *Moringa Oleifera* qui suscite un intérêt particulier des chercheurs du monde entier, malheureusement ce procédé reste encore peu connue en Algérie.

L'objectif principal de ce présent travail est la mise en forme d'un matériau ; une biomasse végétale ; les graines de *Moringa Oleifera* (GMO) pour leur application à la rétention d'un colorant cationique : la Fuchsine basique (FB).

L'effet des paramètres réactionnels tels que le temps de contact, la masse du biosorbant, la concentration initiale du colorant et le pH des solutions a été étudié.

Ce manuscrit expose ce travail en quatre chapitres :

- ✓ Le chapitre 1 est consacré aux rappels généraux sur le phénomène de l'adsorption et les différents modèles mathématiques employés pour analyser quantitativement les résultats obtenus.
- ✓ Le chapitre 2 est consacré aux généralités sur les colorants.
- ✓ Le chapitre 3 est consacré à la présentation des matériels, produits et méthodes utilisés dans ce travail. Les méthodes de caractérisation et les protocoles expérimentaux utilisés y sont présentés.
- ✓ Le chapitre 4 est consacré à la présentation des différents résultats obtenus.

À partir de l'interprétation générale des résultats expérimentaux, nous présentons une conclusion générale avec quelques perspectives à envisager pour la suite de ce travail.

1 CHAPITRE 1 : PROCEDE D'ADSORPTION

1.1. Généralités sur l'adsorption

1.1.1. Introduction

La technique de traitement par l'adsorption consiste aujourd'hui des technologies de séparation les plus répondus et les plus utilisées dans des domaines très variés, allant des industries pétrolières, pétrochimiques et chimiques, aux applications environnementales et pharmaceutiques.

Ce chapitre reprend les notions de base concernant le phénomène d'adsorption et présente un rappel sur les types et les mécanismes d'adsorption, les différents paramètres influant, les classes et les modèles les plus utilisés pour la description de ce phénomène.

1.1.2. Définition

L'adsorption est un procédé de traitement, bien adapté pour éliminer une très grande diversité de composés toxiques dans notre environnement. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et de l'aire. Au cours de ce processus les molécules d'un fluide(gazou liquide), appelé adsorbat, viennent se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. Ce procédé définit la propriété de certains matériaux de fixer à leur surface des molécules (gaz, ions métalliques, molécules organiques, Etc. d'une manière plus ou moins réversible .

Au cours de ce processus, il y aura donc un transfert de matière de la phase aqueuse ou gazeuse vers la surface solide. Le solide acquiert alors des propriétés superficielles (hydrophobie ou hydrophile) susceptibles de modifier l'état d'équilibre du milieu (dispersion , floculation) [4].

1.1.3. Type d'adsorption

Selon les types et la nature des interactions adsobat-adsorbant ou les forces qui maintiennent les adsorbats sur la surface solide, on distingue deux types d'adsorption : la physisorption et la chimisorption[5].

1.1.1.1 Physisorption

C'est une adsorption de type physique, qui résulte une interaction électrostatique entre l'adsorbat et l'adsorbant .les liaisons molécule-surface sont de faible énergie en générale inférieure a 40 KJ/mol [6] (Figure 1.1).

Ce type d'adsorption se caractérise par :

- La rapidité dans l'établissement de l'équilibre entre la phase adsorbée et la phase fluide ;
- Une chaleur d'adsorption sensiblement du même ordre que la chaleur de liquéfaction du gaz adsorbé;
- Une réversibilité relativement facile et une absence de spécificité.

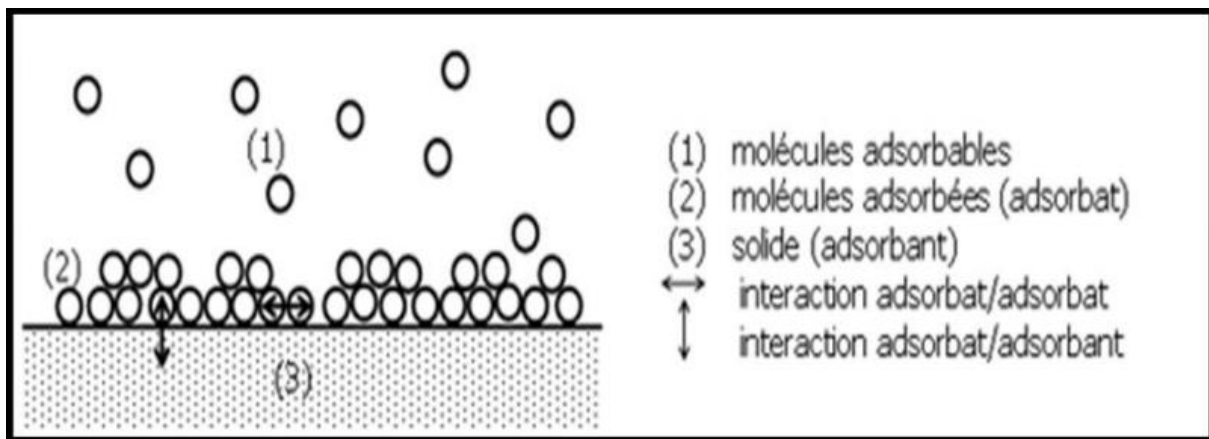


Figure 1.1: Schéma de l'adsorption physique [7].

1.1.1.2 Chimisorption

C'est une adsorption de type chimique, qui résulte des forces de liaison de nature chimique (nettement supérieures aux forces de Van der Waals) avec mise en commun ou transfert d'électrons; il y a donc des ruptures et des créations de liaisons chimiques en surface entre le réactif et les sites actifs de l'adsorbant [7].

La chimisorption se caractérise par :

- La distance entre la surface et la molécule adsorbée est plus courte que dans le cas de la physisorption ;

- Une chaleur d'adsorption relativement élevée, est comprise entre 20 et 200 Kcal/mol
- Une spécificité marquée, dans le sens que sur un adsorbant déterminé se fixent certains adsorbats.

Le Tableau suivant résume les principales différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

Tableau 1.1: Différence entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique [8].

Propriété	Adsorption physique	Adsorption chimique
Type de liaison	Physique	Chimique
Chaleur d'adsorption	1 a 10 kcal/mole	>10kcal /mole
Température du Processus	Favorisée par un abaissement de température.	Favorisée par accroissement de température.
Désorption	Facile	Difficile
Réversibilité	Réversible	Irréversible
Cinétique	Très rapide	Lente

1.1.4. Paramètres influant sur l'adsorption

Les propriétés d'adsorption des matériaux poreux reposent sur la présence de pores de dimensions moléculaires qui exercent sur toutes les molécules situées dans leur environnement immédiat, une attraction dont la force dépend entre autres, de la taille des pores, de leur géométrie, de leur connectivité mais aussi du nombre et de la nature des sites actifs présents à leur surface. Les principaux paramètres régissant le phénomène d'adsorption sont[9] :

A. Surface spécifique de l'adsorbant :

La quantité adsorbée est proportionnelle à la surface développée en contact avec le milieu fluide (gaz ou liquide), plus la surface est grande plus l'adsorption est meilleure.

B. Le pH du milieu :

Le pH que possède un effet sur le rendement d'adsorption, les meilleurs résultats sont obtenus aux pH acides pour les adsorbats cationiques et aux pH basiques pour les adsorbats anioniques, en tenant compte de point isoélectrique de l'adsorbant[10].

C. Température :

L'adsorption est un phénomène généralement exothermique, en pratique il n'y a pas de modifications significatives dans l'intervalle de température compris entre 5 et 20° C La vitesse d'adsorption varie en fonction de la température, généralement elle obéit à la loi d'Arrhenius [10].

D. La nature de l'adsorbant :

La caractérisation complète d'un adsorbant pourrait se concevoir comme la connaissance de quatre paramètres essentiels qui sont : la distribution de la taille des particules, le facteur de forme, la distribution de la taille des pores et la surface spécifique[10].

E. Concentration du produit à adsorber :

L'équilibre d'adsorption, qui s'établit entre les concentrations de la phase solide et de la phase liquide, dépend de la concentration initiale des substances adsorbables.

F. Temps de contact :

Pour atteindre l'équilibre, il faut que le temps de contact entre les deux phases adsorbant et adsorbat, soit suffisant ; et que le temps de contact perçoive aussi la vitesse d'adsorption [9].

1.1.5. Cinétique d'adsorption

La cinétique de l'adsorption décrit la diminution de la concentration de l'adsorbat dans la solution en fonction du temps de contact [11].

La connaissance de la cinétique de l'adsorption présente un intérêt pratique considérable dans la mise en œuvre optimale d'un adsorbant et dans la connaissance des facteurs à optimiser pour fabriquer ou améliorer un adsorbant conduisant à la cinétique la plus rapide possible [12].

La vitesse d'adsorption d'un soluté à partir d'une solution dépend de nombreux facteurs, notamment la nature de nature l'adsorbant, l'adsorbat, ainsi que la vitesse d'agitation du milieu [13].

La littérature fournit plusieurs modèles qui permettent d'examiner le ou les mécanismes qui contrôlent le processus d'adsorption. Parmi ces modèles, on distingue le modèle de pseudo-premier ordre, le modèle de pseudo-second ordre [14].

1.1.6. Modélisation des cinétiques

A. Modèle de pseudo premier ordre :

Développé par Y.S. Ho et G. MCKAY en 1998 pour traduire l'existence d'un équilibre entre espèce en solution et espèce adsorbée, le modèle pseudo-ordre 1 suit l'équation suivante :

$$\ln(Q_e - Q_t) = \ln Q_e - K_1 t \quad (\text{Eq. 1.1})$$

Q_e (mg /g) : représente la quantité de polluant adsorbée à l'équilibre.

Q_t (mg /g) : représente la quantité de polluant adsorbée à l'instant t .

K_1 (L/mg.temps) : constante de vitesse.

B. Modèle de pseudo second ordre :

Développé par Y.S. Ho et G. MCKAY en 1998 pour traduire l'existence d'un équilibre entre espèce en solution et espèce adsorbée, le modèle pseudo-ordre 2 suit l'équation suivante :

$$Q_t = \frac{Q_e^2 K_2 t}{1 + (Q_e K_2 t)} \quad (\text{Eq 1.2})$$

La forme linéaire :

$$\frac{t}{Q_t} = \frac{1}{Q_e} t + \frac{1}{k_2 Q_e^2} \quad (\text{Eq 1.3})$$

Q_e (mg /g) : représente la quantité de polluant adsorbée à l'équilibre.

Q_t (mg /g) : représente la quantité de polluant adsorbée à l'instant t .

K_2 (L/mg.temps) : constante de vitesse.

1.1.7. Isothermes d'adsorption

La relation entre la quantité adsorbée à l'équilibre (Q_e) et la concentration résiduelle à l'équilibre (C_e), à une température donnée, est décrite par les isothermes d'adsorption [15].

Plusieurs modèles théoriques ou empiriques sont proposés pour décrire cette relation $Q_e=f(c_e)$ à température constante, tout en se basant sur un ensemble d'hypothèses liées à l'hétérogénéité ou l'homogénéité de la surface solide, et à la possibilité d'interaction entre les molécules d'adsorbat, la quantité du soluté adsorbée à l'équilibre est donnée par l'équation suivante [16].

$$Q_e = \frac{V(C_0 - C_e)}{m} = \frac{X}{m} \quad (\text{Eq 1.4})$$

Avec :

Q_e : représente la capacité d'adsorption à l'équilibre (mg.g^{-1}).

C_e : concentration en soluté dans la phase liquide à l'équilibre (mg.L^{-1}).

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

X : quantité de soluté adsorbé à l'équilibre (mg); $X = (C_0 - C_e).V$

m : masse d'adsorbant (g).

V : volume de la solution (ml).

1.1.8. Modèles d'adsorption

Plusieurs lois ont été proposées pour l'étude d'adsorption, elles expriment la relation entre la quantité adsorbée et la concentration en soluté dans un solvant à une température donnée, nous citons ci-dessous les principaux types :

A. Modèle de Langmuir :

Le modèle de Langmuir (Langmuir 1916) rend compte de l'équilibre thermodynamique entre la quantité adsorbée et les concentrations libres du couple adsorbât/adsorbant. Ce modèle repose sur les hypothèses suivantes [17] :

- l'adsorption maximale correspond à un recouvrement monocouche de la surface de l'adsorbant;
- les sites d'adsorption sont homogènes avec une énergie d'adsorption constante quelle que soit la quantité adsorbée;

- les molécules adsorbées ne présentent pas d'interactions entre elles.

A l'équilibre, le modèle se traduit par l'équation suivante :

$$Q_e = \frac{Q_m \cdot K_L C_e}{1 + K_L C_e} \quad (\text{Eq 1.5})$$

Avec :

Q_e : Quantité adsorbée par unité de masse d'adsorbant.

Q_m (mg/g) : représente la capacité maximale d'adsorption.

C_e : La concentration à l'équilibre de la phase liquide.

K_L : Constante d'équilibre pour le couple : soluté / adsorbant.

B. Modèle de Freundlich

Le modèle de Freundlich a été présentée en 1926 il base sur la distribution des adsorbants entre la surface de l'adsorbant et la phase liquide à l'équilibre. Ce modèle repose sur les hypothèses suivantes[18] :

- Existence de multi couche adsorbées.
- Pas de phénomène de saturation.
- Possibilité d'interaction entre les espèces adsorbées
- Distribution hétérogène des énergies d'adsorption.

L'équation empirique de Freundlich est la suivante:

$$\frac{x}{m} = K C^n \quad (\text{Eq 1.6})$$

Avec:

x/m : La quantité du soluté adsorbé par unité de masse d'adsorbant (mg/g).

K, n : Constant

C: la concentration du soluté (mg/l).

D'où k et n sont des constantes qu'il faut évaluer pour chaque adsorbant à température T . La linéarisation par changement d'échelle de la relation de FREUNDLICH conduit à l'équation suivante :

$$\ln Q_e = \ln K + n \ln C \quad (\text{Eq 1.7})$$

Avec :

Q_e : quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g).

K, n : Constante.

Le coefficient K_f donne une information sur la capacité d'adsorption tandis que $1/n$ est relié à l'hétérogénéité de la surface. Il est généralement admis que des faibles valeurs de $1/n$ ($0,1 < 1/n < 0,5$) sont caractéristiques d'une bonne adsorption, alors que des valeurs plus élevées révèlent une adsorption modérée ($0,5 < 1/n < 1$) ou faible ($1/n > 1$).

A. Modèle de Temkin

L'isotherme de Temkin est défini par la relation suivante :

$$Q_e = \frac{RT}{b} \ln(a \cdot C_e) \quad (\text{Eq 1.8})$$

Sous sa forme linéaire :

$$Q_e = B \ln \alpha + B \ln C_e$$

Avec :

$$B = RT/b$$

α et b sont des constantes caractéristiques du système adsorbant/adsorbé. En portant (q_e) en fonction de ($\ln C_e$) on obtient une droite de pente B et d'ordonnée à l'origine $B \ln \alpha$, cela permet la détermination des deux paramètres de Temkin, a et b .

1.1.9. Adsorbants :

Tous les adsorbants sont caractérisés par un certain nombre de propriétés physiques tels que la porosité interne, masse volumique de la particule, masse volumique réelle, surface spécifique. ces adsorbant sont nécessairement microporeux avec des tailles de pores inférieure a 2 nm ou mésoporeux avec des tailles de pores comprise entre 2 nm et 50 nm.les adsorbants industriels les plus courants sont les suivantes :les charbon actifs , les zéolites, les alumines activées . Le tableau suivant présente les différents adsorbants industriels et leurs origines[19_20].

Tableau 1.2: Différents types d'adsorbants.

Types adsorbants	Les charbons actifs	Les zéolites	Les alumines activées
Origine	Charbon ou matériau végétal	Aluminosilicates Cristallises microporeux de formule globale ($QIO_2M, n SiO_2$). (M est un alcalin)	$Al_2O_3, 0,5H_2 O$

1.2. Généralistes sur *Moringa Oleifera*

1.2.1. Définition

Moringa Oleifera une plante à fleurs appartenant à la famille monogénérique des arbustes et des arbres des Moringacea qui est originaire de l'Inde, au sud de la chaîne de montagne de l'Himalaya, mais il est cultivé aujourd'hui dans toutes les régions tropicale et subtropicale du monde.

Le *Moringa*, aussi appelé « l'arbre de la vie » ou « arbre aux miracles » il est utilisé depuis des siècles en médecine Ayurvédique (remonterait à plus de 5000 ans), elle lui attribue le pouvoir de combattre plus de 300 maladies dont, le rhume, le diabète, l'hypertension artérielle, l'anémie, la fièvre, le rhumatisme ou encore pour stimuler le système immunitaire [21-22].

1.2.2. Dénomination et taxonomie

Le *M. Oleifera* appartient à la classification botanique indiquée dans le tableau 1.3 suivant:

Tableau 1.3: classification botanique de *M. Oleifera* [23].

Règne	Végétal
Embranchement	Spermatophytes
Sous Embranchement	Angiosperme
Classe	Dicotylédones
Sous Classe	Dilleniidae
Ordre	Capparales
Famille	Moringacea
Genre	Moringa
Espèce	Oleifera

1.2.3. Description botanique

Moringa Oleifera est un arbre polyvalent dont la plupart de ses parties sont utiles pour un certain nombre d'applications [24]. Le tableau 1. 4 regroupe les différentes utilisations des parties de la plante et leurs intérêts [25-24-17].

Tableau 1.4: Parties de la plante et leurs intérêts.

Partie de la plante	Usages ou intérêts
Feuilles	Alimentaire, fourrage, biomasse, hormone de croissance végétale, médicinal
Fleurs	Alimentaire, médicinal, miel
Fruits	Alimentaire, médicinal, miel
Racines	Médicinal
Graines	Cosmétiques, alimentaire, traitement des eaux, Médicinal
Bois	Papier, production d' alcool, alimentation animale (jeunes pousses), médicinal
Ecorces	Corde, teinture, gomme pour tannage, médicinal

1.2.4. Graines de Moringa Oleifera

Les graines sont rondes (Figure 1.2), avec une coque marron semi-perméable. La coque présente trois ailes blanches qui s'étendent de la base au sommet à 120 degrés d'intervalle. Un arbre peut produire 15000 à 25000 graines par an. Une graine pèse en moyenne 0,3 g et la coque représente 25% du poids de la graine [26 - 27 -28 - 29 - 30].



Figure 1.2: Graine de Moringa Oleifera avec coque et sans coque.

Tableau 1.5: Composition chimique des graines de Moringa Oleifera[26].

Composés	g/100g	%
Protéines	29,4 - 33,3	34,51-36,5
Huiles	34,7 - 40,4	38,62 - 40,06
Fibres	6,8 - 8,0	10,92 - 12,16
Carbohydrates	16,5 - 19,8	19,00 - 20,29

1.2.5. Utilisation des graines de Moringa Oleifera dans la purification des eaux :

Moringa Oleifera a été utilisé pour le traitement domestique de l'eau par des femmes au Soudan, qui ont placé des graines de poudre dans un petit sac en tissu qui a ensuite été tourbillonné dans l'eau trouble.

Les graines sèches de M. Oleifera contiennent un polyélectrolyte cationique qui a prouvé son efficacité dans le traitement des eaux. C'est un coagulant primaire qui provoque la formation des ponts entre les colloïdes [31], en neutralisant les matières colloïdales dans les eaux boueuses ou

sales, puisque la majorité de ces matières ont une charge électrique négative. Cette protéine peut donc être utilisée comme polypeptide naturel non toxique pour provoquer la sédimentation des particules minérales et organiques dans les processus de purification de l'eau potable [30].

1.2.6. Avantages et inconvénients des graine Moringa Oleifera

Avantage[28]

- C'est un produit d'origine tropicale, intéressant pour les pays du sud car ne faisant pas l'objet de taxes d'importation et ne nécessitant pas de paiement en devises.
- Le Moringa Oleifera a une bonne capacité d'adaptation aux différentes conditions environnementales ce qui lui confère une grande distribution spatiale dans le monde. Les graines de M. Oleifera qui sont bien conservées gardent de bonnes propriétés (jusqu'à 5 ans) mais de réelles études sur le stockage n'ont jamais été réalisées.
- Contrairement au sulfate d'aluminium, les graines de Moringa sont totalement biodégradables, ce qui peut être intéressant dans la conservation de la biodiversité.
- Les plantes utilisées pour la floculation doivent remplir certaines conditions. En effet, elles ne doivent pas présenter de toxicité, être faciles à produire et le coagulant facile à doser. Les graines de Moringa répondent très bien à ces critères.
- Les plantes utilisées doivent aussi être cultivables dans de nombreux pays et ne pas nécessiter trop d'espace.
- Une filtration lente après la décantation semble très efficace.
- Les coagulants métalliques induisent une pollution qu'il faut contrôler, le Moringa ne contient pas de produits chimiques nocifs laissant des traces dans les eaux traitées [32].

Inconvénients

- La décantation de floes est lente par rapport à celle du sulfate d'alumine.
- Les coûts de graine de Moringa Oleifera si onéreux.
- Les concentrations en coagulant sont supérieures par rapport au sulfate d'alumine.
- Difficile à stocker (en termes de volume et de conservation).

CHAPITRE 2 : COLORANTS

Introduction

L'industrie des colorants est née en 1856 quand le chimiste anglais W. Henry. Perkin, en essayant de synthétiser de la quinine artificielle pour soigner la malaria, a obtenu la première matière colorante synthétique qu'il appela "mauve" (aniline, colorant basique).

Les colorants synthétique représentent un groupe relativement large de composés chimique organique rencontrés dans pratiquement toutes les sphères de notre vie quotidienne. la production mondiale est estimée à 700 000 tonnes/an , dont 140 000 sont rejetées dans les effluents au cours des différents étapes application et de confection[29].

Ces rejets, composés de surfactants, composés biocides, colorants et métaux traces, sont toxique pour la plupart des organismes vivants. L'hétérogénéité de leur composition rend difficile voir quasiment impossible l'obtention de seuils de pollution inférieurs ou égaux à ceux imposés par les normes environnementales, après traitement par les techniques traditionnelles[29].

2.2 .Définition

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 et des groupements qui permettent sa fixation : auxochromes [29].

Les matières colorantes se caractérisent par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (de 380 à 750 nm). la transformation ou diffusion ,résulte de l'absorption sélective d'énergies par certains groupes d'atomes chromophores .la molécule colorante est un chromogène .plus le groupement chromophore donne facilement un électron, plus la couleur est intense. Le tableau 2.1 représente les principaux groupes chromophores et auxochrome [33].

Tableau 2.1: principaux chromophores et auxochromes.

Croupes chromophores	Groupes auxochromes
Azo (-N=N-)	Amino (-NH ₂)
Nitrosé (-N=O)	Méthylamino (-NHCH ₃)
Carbonyle (>C=O)	Diméthylamino (-N(CH ₃) ₂)
Vinyl (-C=C-)	Hydroxyl (-OH)
Vinyl (-C=C-)	Alkoxy (-OR)
Sulphure (>C=S)	Groupes donneurs d' électrons

2.2 .Classification des colorants

Les principes de classification les plus couramment rencontrés dans l'industrie textile, sont basés sur les structures chimiques des colorants synthétiques et sur les méthodes d'application aux différents substrats (textiles, papier, cuir, matière plastique ;...ect)

La classification selon leur domaine d'application présente un intérêt pour le fabricant de matières colorantes [34].

Les colorants peuvent être d'origine animale, végétale et chimique. Ces derniers sont les plus utilisés actuellement. Ils sont classés du point de vue technologique en deux groupes : le groupe des colorants directement solubles dans l'eau et celui des colorants insolubles dans l'eau.

1.2.2 Colorants solubles dans l'eau

A. Colorants acides ou anioniques

Ces sont des colorants qui comportent une ou plusieurs fonctions acides comme : -COOH, -SO₃H, -SO₃Na, ..., etc., ils sont solubles dans l'eau grâce à leurs groupements sulfonates carboxylates. Ils sont ainsi dénommés parce qu'ils permettent de teindre les fibres animales (laine et soie) et quelques fibres acryliques modifiées (nylon, polyamide) en bain légèrement acide [35].

B. Colorants basiques ou cationique

Les colorants basiques ou cationique sont des sels d'amines organique , ce qui leur confère une bonne solubilité dans l'eau .les liaison ce font entre les sites cationique des colorants et les sites anioniques des fibres . en passe de disparaître dans la teinture de la laine et de la soie , ces colorants ont bénéficié d'un regain d'intérêt avec l'apparition des fibres acryliques sur lesquelles ils permettent des nuances très vives et résistantes. [35].

C. Colorants directs

Ils contiennent ou sont capables de former des charges positives ou négatives électro – statiquement attirées par les charges des fibres. ils se distinguent par leur affinité pour les fibres cellulosiques sans application de mordant , liée a la structure plane de leur molécule. [36].

D. Colorants a mordants

Les colorants a mordants contiennent généralement un ligand fonctionnel capable de réagir fortement avec un sel d'aluminium [36] , de chrome de cobalt , de cuivre de nickel ou de fer pour donner différents complexes colores avec le textile . cette classe de colorants est généralement employée pour teindre la laine la soie le coton le papier[37].

1.2.3 Colorants insolubles dans l'eau

Tels que les colorants disperses, les colorants d'oxydation , les colorants pigmentaires , les colorant azoïque , les colorants au soufre.

1.2 Aspect toxicologique

Les colorants sont des composés difficilement biodégradables par les microorganismes,

ils sont toxiques ou nocifs pour l'homme et les animaux.

1.2.1 Toxicité sur la santé humaine :

Plusieurs travaux de recherche sur les effets toxiques des colorants sur la santé humaine ont été développés [38]. En effet, des chercheurs [39] ont montré que les colorants aminés sont souvent aptes à provoquer des irritations de la peau et des dermatites. Des effets similaires avec production d'eczéma et d'ulcération ont été observés chez les ouvriers d'usine de fabrication des colorants de la série du triphénylméthane [38]. Des réactions allergiques, asthme quelquefois et surtout des

dermites eczémateuses ont été observés avec divers colorants aminés azoïques, anthraquinoniques, ainsi qu'avec certains colorants du groupe des naphthalènes (chélite de rouge) [39].

1.2.2 Toxicité sur les milieux aquatiques :

Il est impossible de donner un résumé complet des risques d'impact sur l'environnement que représente les colorants en raison de la grande quantité de substance différente et du fait que ces impacts ne sont pas parfaitement connus dans toutes leurs ampleurs. Il convient cependant ce qui suit [40] :

A. Toxicité sur les plantes aquatiques

Le plus grand problème environnemental que présentent les agents colorants et leur capacité d'interne. Avec la transmission du limier dans l'eau, bloquant ainsi la photosynthèse des plantes aquatique et affectant alimentaire [40].

B. Toxicité sur les poissons

Le poisson est un très bon de l'essai de toxicité, non seulement parce qu'il est un bon indicateur des conditions générales des eaux, mais aussi parce qu'il est une source d'alimentation importante pour l'homme. ainsi, l'analyse des données disponibles de la toxicité . par rapport au poisson ,sur plus de 3000 produits commercialisés par des firmes membres de l'association des colorants indique qu' environ 98% ont des valeurs de concentration létale CL50 supérieures a 1mg/L , concentration a laquelle la pollution colorée d'une rivière peut être observable . les 2% restantes se décomposent sur 27 structures chimiques différentes y compris 16 colorants basiques parmi lesquels 10 sont de type triphénylméthane[40].

1.3 Procèdes de traitement des colorants

Le traitement des rejets textiles , compte tenu de leur hétérogénéité de composition , conduira toujours a la conception d'une chaîne de traitement assurant l'éliminer la pollution insoluble par l'intermédiaire de prétraitements (dégrillage , dessablage , déshuilage .)et / ou de traitements physiques ou physico –chimiques assurant une séparation solide/ liquide . les techniques de dépollution intervenant le plus couramment en deuxième dans les industries textiles[41_42] se divisent en trois types :

A. les procédés biologique

- Traitement aérobie ;
- Traitement anaérobie;

C. les procédés chimiques

- oxydation (oxygène ,ozone);
- Réduction ;
- Méthode complexométrique;

D. les procédés physicochimiques

- Adsorption;
- Osmose inverse;
- Filtration ;
- Coagulation , floculation;
- Procèdes d oxydation avancées ;

CHAPITRE 3 : MATERIEL ET METHODES

Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation de l'étude expérimentale de l'adsorption sur un support naturel, les graines de Moringa Olifera, pour la rétention d'un colorant cationique, la Fuchsine Basique. Il comprend les méthodes de préparation des différentes solutions, les modes opératoires ainsi que les techniques de caractérisation utilisées pour la réalisation de ce travail.

3.1.Produits utilisés

Les produits et les réactifs chimiques utilisés dans le présent travail sont rassemblés dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1: Produits chimiques utilisés.

Réactifs	Propriété
Acide chlorhydrique (HCl)	Pureté:37% Densité: 1.18 (g/cm ³) Masse molaire:36.458(g/mol)
Hydroxyde de sodium (NaOH)	Pureté:98% Densité: 2.13 (g/cm ³) Masse molaire:39.997(g/mol)
Fuchsine Basique (C ₂₀ H ₂₀ CIN ₃)	Pureté:85% Densité: 0.6 (g/cm ³) Masse molaire:337.85 (g/mol)

3.2.Préparation de l'adsorbant

Dans le but de la valorisation de la plante MORINGA OLIFERA qui se trouve d'une manière abondante dans la nature, les Graine de MORINGA OLIFERA ont été utilisée dans l'adsorption de colorant Fuchsine Basique. La préparation de l'adsorbant à la base des GMO a été obtenue après décorticage de fruit de plante. Cette dernière a été faite par deux étapes principales à savoir : le séchage et le décorticage [43].

- **Séchage**

Après lavage des GMO avec l'eau distillée, ce dernier a été séché à l'air libre jusqu'à ce qu'il durisse. Le séchage de l'adsorbant a été réalisé au moyen de l'énergie solaire et aussi dans une étuve, entre 50 et 60°C en vue de prévenir une éventuelle altération des propriétés physico-chimique de l'adsorbant [43].

- **Décorticage**

Après le passage des GMO, nous avons décortiqués manuellement ces dernières pour obtenir des graines de M .OLIFERA.

3.3. Adsorption de fuchsine basique sur les GMO:

3.3.1 .Fuchsine basique

La Fuchsine est un colorant de couleur rouge. Dans certain cas, elle peut virer au violet (fuchsia). Elle est utilisée dans la coloration de Gram, une coloration qui permet d'obtenir des informations sur les bactéries présentes dans une substance. En radiothérapie, elle sert à réaliser des tracés (tatouages). Un certain nombre de colorants présentes un caractère toxique sur le milieu aquatique provoquant la destruction directe des communautés aquatiques. La fuchsine, en concentration supérieure à 1mg/l, exerce un effet de ralentissement sur l'activité vitale des algues. La figure 3.1 représente la structure chimique du colorant Fuchsine Basique.

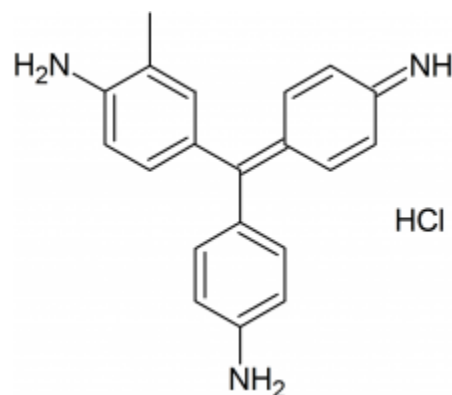


Figure 3.1: structure chimique de Fuchsine Basique

Le tableau 3.2 représente les caractéristiques physico-chimiques de Fuchsine Basique.

Tableau 3.2: Caractéristiques physico-chimiques de Fuchsine Basique.

Formule brute	C ₂₀ H ₂₀ ClN ₃
Famille	Colorant cationique
pH	5,6
Point de fusion	235°C
Solubilité	2650(mg.l ⁻¹) d' eau à 25°C
Pka	2,1

3.3.2. Préparations des solutions de Fuchsine Basique et établissement de la courbe d'étalonnage

La solution mère de la Fuchsine Basique a été préparée par la dissolution d'un 1g de colorant Fuchsine Basique dans un litre de l'eau distillée afin de préparer une solution mère de 1g.L⁻¹. Des solutions filles de Fuchsine Basique ont été préparées par dilution, à partir de la solution mère. La gamme de concentration choisie est : 5, 15, 30 et 50 mg.L⁻¹, pour tracer la courbe d'étalonnage. L'absorbance a été mesurée par un spectrophotomètre UV-Visible.

3.4. Tests d'adsorption

3.4.1. Pourcentage d'adsorption

Le calcul de pourcentage d'adsorption a été réalisé en utilisant la formule de l'équation suivant:

$$R_t(\%) = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100 \quad (\text{Eq 3.1})$$

3.4.2. Calcul des quantités adsorbées

Afin de calculer la quantité adsorbée à un instant t, nous avons utilisé l'équation suivant :

$$q_t = \frac{C_0 - C_t}{m} \times V \quad (\text{Eq 3.2})$$

3.5. Étude paramétriques de l'adsorption de Fuchsine Basique sur les GMO

Dans le présent travail, nous nous sommes intéressées à la rétention de la Fuchsine Basique en mettant l'accent sur l'effet de quelques paramètres opératoires tels que :

- 1) Effet de temps de contact adsorbant-adsorbé.
- 2) Effet de la quantité de l'adsorbant.
- 3) Effet de pH de la solution.
- 4) Effet de la concentration initiale de l'adsorbé.

3.5.1. Effet de temps de contact

Il s'agit de trouver le temps optimal d'adsorption qui assure le maximum de rétention à une concentration donnée de polluant.

Mode opératoire

Des flacons en verre fermés à bouchant contenant tous les mêmes quantités du solide GMO (1g) sont ajoutés séparément à 100 mL de la solution de Fuchsine Basique à $10 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$.

- Les flacons sont ensuite placés sur une table oscillante sous agitation.
- Le temps de contact adsorbant-adsorbé pour chaque flacon a été fixé respectivement à : 0, 10, 30, 60, 90, 180, 240 min et 24 h.
- Une fois la durée d'agitation achevée, la solution aqueuse de Fuchsine Basique est séparée des GMO. La solution ainsi récupérée est ensuite analysée dans le visible à 547 nm.

3.5.2. Effet de la masse de l'adsorbant

Il s'agit de trouver la masse optimale de l'adsorbant qui assure le maximum d'élimination à une concentration donnée de polluant dans un temps de contact supposé infini.

Mode opératoire

Des masses croissantes en adsorbant ont été fixées respectivement à : 0,2 ; 0,5 ; 1 ; 1,2 et 1,5g et ont été mises en contact avec 100 mL de la solution de Fuchsine Basique à $10 \text{ mg} \cdot \text{L}^{-1}$.

- Le mélange ainsi obtenu a été ensuite mis en agitation magnétique pendant 3 heures

- En fin d'agitation la solution résiduelle du colorant est séparée des GMO.
- La solution a été récupérée afin de mesurer son absorbance puis analysée à 547nm.

Enfin, exprimer les résultats obtenus sous forme de courbe, donnant le rendement d'élimination en fonction de la masse, afin de choisir la masse optimale.

3.5.3. Effet de pH

Pour déterminer l'influence de pH sur le phénomène d'adsorption le mode opératoire suivant a été effectué :

- Le pH de la solution de Fuchsine Basique a été ajusté à des valeurs allant de 2 à 11 par l'addition de HCL ou de NaOH de façon que le changement de concentration par l'ajoute est négligeable ;
- Une masse de 1,2 g de GMO a été placée dans 100 mL de la solution de Fuchsine Basique à 10 mg.L^{-1} ;
- Le mélange obtenu a été ensuite agité pendant 3h ; la solution a été récupérée puis analysée à 547 nm;
- Les différents résultats obtenus ont été exprimés sous forme de courbe, le rendement d'élimination en fonction de pH, afin de connaître le meilleur milieu d'adsorption.

3.5.4. Effet de la concentration initiale du colorant

Des flacons en verre contenant tous les mêmes quantités (1,2g) du solide GMO, ont été ajoutés séparément à 100 mL de la solution de FB à différentes concentrations. La gamme de concentration choisie est : 5, 30, 50 et 100 mg.L^{-1} .

- Le mélange obtenu a été ensuite mis sous agitation pendant 3h;
- La solution est récupérée afin de mesurer son absorbance à 547 nm;
- Enfin, exprimer les résultats obtenus sous forme de courbe, quantité adsorbée en fonction de la concentration initiale ;

3.6. Caractérisations des GMO

Les GMO ont été caractérisés par les deux techniques : la Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) et la Microscopie Électronique à Balayage (MEB) associée à la Microanalyse par Énergie Dispersive de Rayon X (EDX).

CHAPITRE 4 : RESULTATS ET DISCUSSIONS

Ce chapitre a pour objectif de montrer et interpréter les résultats expérimentaux liés à la caractérisation des graines *Moringa Oleifera* et à l'étude cinétique de l'adsorption du colorant fuchsine basique sur les GMO.

4.1. Caractérisations de la poudre des graines de *Moringa oleifera*

4.1.1. Caractérisation par F T I R

La figure 4.1 montre les spectres IR spécifiques des graines de *Moringa oleifera*.

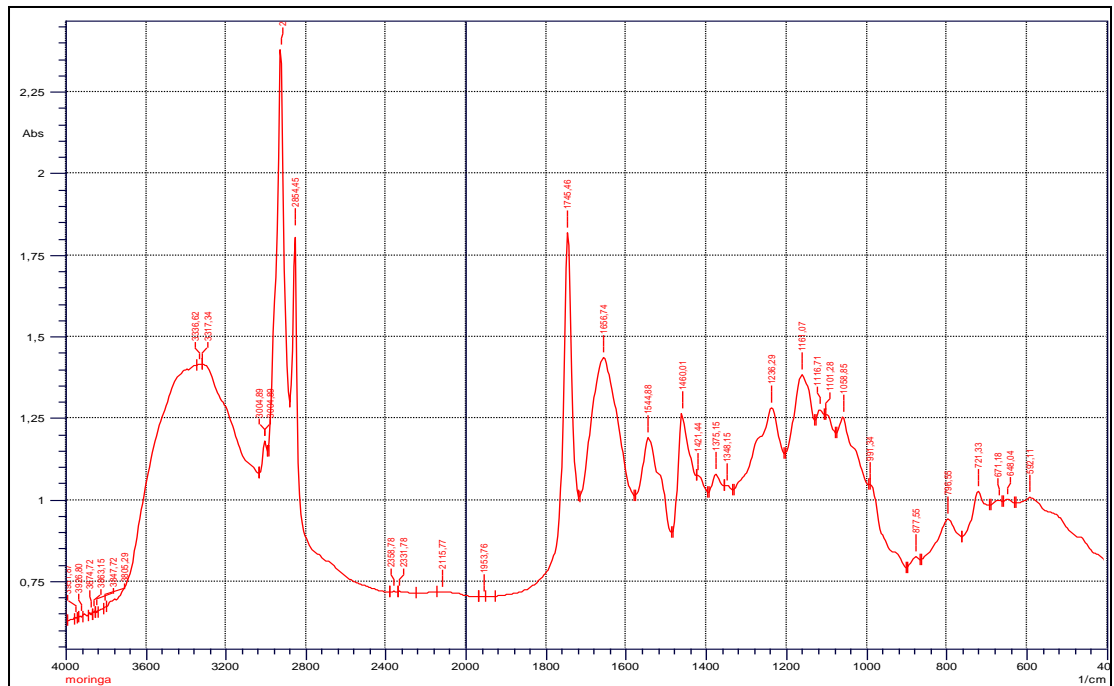


Figure 4.1: Spectres IR de Graines de *Moringa Oleifera*.

Ce spectre montre l'apparition de plusieurs pics traduisant l'existence de nombreux groupements fonctionnels au sein du biocoagulant, indiquant ainsi sa nature complexe.

Deux bandes larges, sont repérées, comprises entre 3400–3200 cm^{-1} pouvant être attribuées aux vibrations d'élongation de l'hydrogène des groupes hydroxyles O-H asymétriques présentes dans les protéines, les acides gras, la cellulose, la pectine, les glucides et les unités de lignine présentes dans les graines de Moringa et/ou de l'eau adsorbée.

En raison de la teneur élevée des protéines dans ces graines, ces deux bandes peuvent contribuer également à l'étirement N-H de la liaison amide.

En outre, deux bandes de forte intensité à 2900 cm^{-1} et 2854,45 cm^{-1} ont été détectées liées probablement aux vibrations d'élongation C-H asymétrique des molécules aliphatiques.

Dans la région comprise entre 1760 et 1400 cm^{-1} .

Plusieurs bandes sont observées et peuvent être attribuées à l'étirement de la liaison carbonyle C=O (bande de forte intensité à 1745,6 cm^{-1}).

En raison de la nature hétérogène des graines de Moringa Oleifera, le groupe carbonyle peut être lié à différentes parties dont la partie lipidique des acides gras à 1745,6 cm^{-1} (une forte bande) ou la partie protéique des amides à 1656,74 cm^{-1} .

Un étirement de la liaison entre le groupe $\text{C}\equiv\text{N}$ et/ou une déformation de la liaison N-H présente dans les protéines des graines est observé à 1544,88 cm^{-1} qui peut confirmer la structure protéique dans les graines de Moringa.

De plus, des vibrations d'élongation d'ester accompagnées de plusieurs bandes autour de 1161,07 ; 1116,71 ; 1101,28 et 1058,86 cm^{-1} attribuées aux vibrations d'élongation asymétriques et symétriques de C-O-C.

Deux bandes observées à 1460,01 et 1421,44 cm^{-1} sont attribuées respectivement aux (CH_2) cisaillement et (C-C) aromatique (conjugué à C=C) .

Les bandes observées à 1375,15 ; 1346,15 et 1236,29 cm^{-1} sont attribuées respectivement à l'absorption par C-H et C-O d'élongation dans les groupes acétyle des groupements méthoxy de la lignine et les hémicelluloses.

Une bande de faible intensité est située à 877,55 cm^{-1} , peut être attribuée aux liens β glucidiques entre les unités de sucre dans les hémicelluloses et la cellulose[44].

Caractérisation par MEB-EDX :

La figure 4.2 montre l'image MEB d'un échantillon de poudre de graines de *M. oleifera*. La surface du matériau semble être irrégulière et rugueuse à certains endroits et lisse à d'autres (Figure 4.2a). De petits pores ont été trouvés sur les bords, indiquant la possibilité d'une sorption à une plus petite échelle (Figure 4.2b).

La morphologie de ce matériau montre une matrice hétérogène et relativement poreuse.

Cette structure facilite les processus d'adsorption des espèces considérées, en raison des interstices et, surtout, de la présence de la composante protéique de la graine.

Ainsi, sur la base de ces caractéristiques, on peut conclure que ce matériau a un profil morphologique adéquat pour retenir le colorant utilisé.

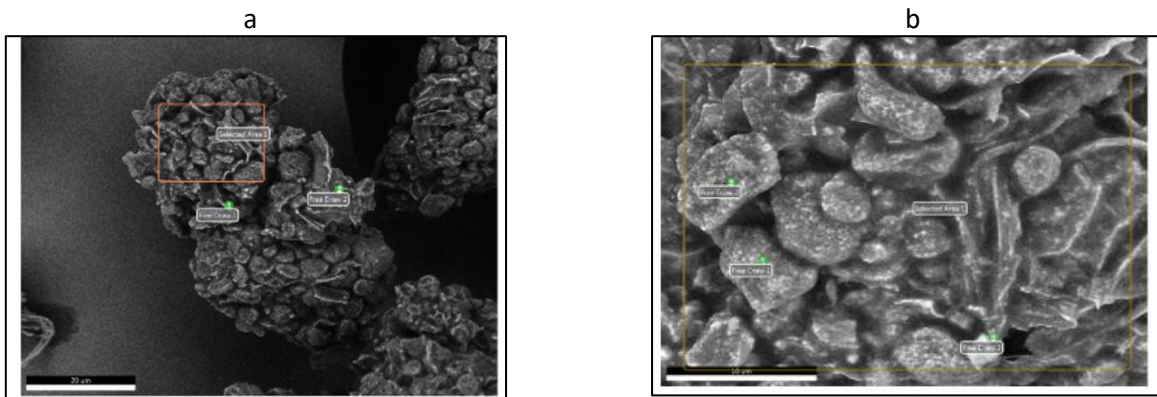
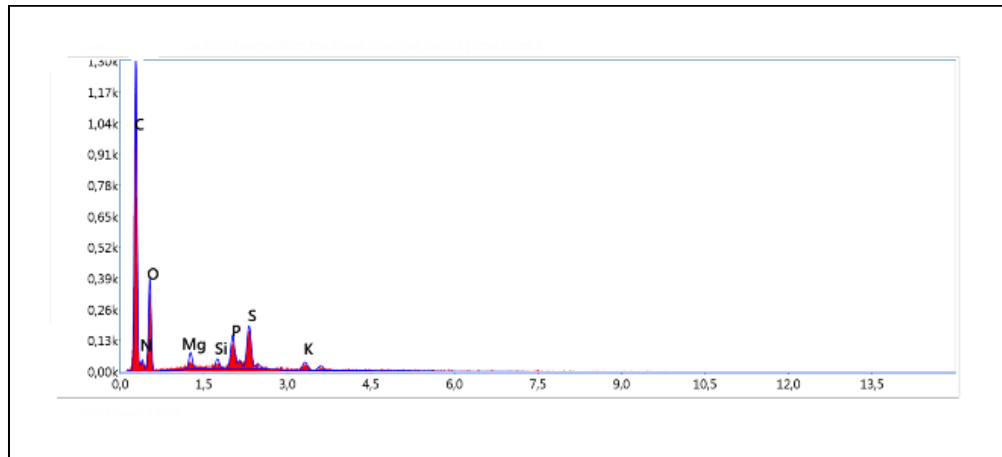


Figure 4.2: Image(a ,b) MEB-EDX de GMO.

Les résultats obtenus de la microanalyse chimique élémentaire de la surface de la poudre de MO par la méthode EDX (énergie dispersive de rayons X) qui est associée à la microscopie électronique à balayage (MEB-EDX) sont illustrés sur la figure 4.3 (a) et (b).

Nous observons clairement la présence des différents éléments atomiques constituant la graine de MO tel que : le carbone, l'oxygène, l'azote, le soufre, en quantités différentes.

a



b

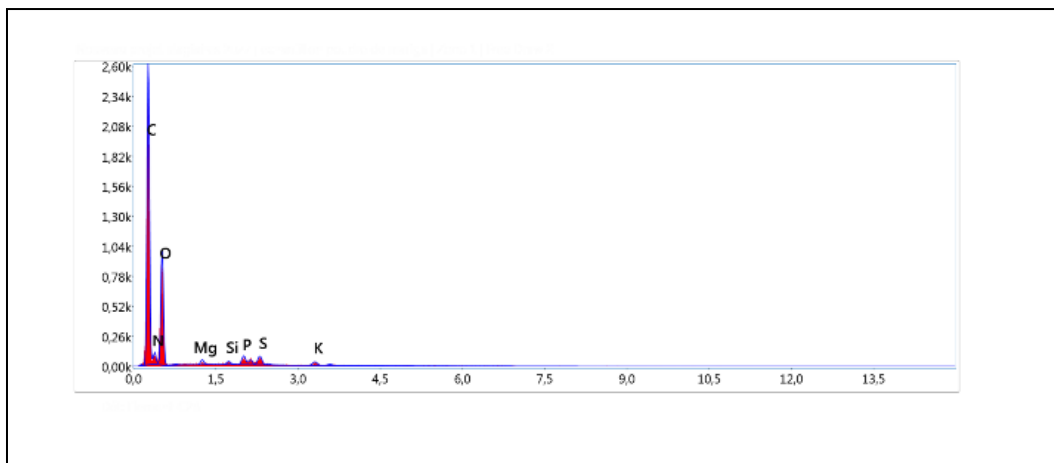


Figure 4.3: Analyse par MEB-EDX.

4.2. Etude paramétrique de la rétention de FB sur GMO

4.2.1. Effet de temps de contact :

Les résultats obtenus montrent que la capacité d'adsorption de polluant augmente en fonction du temps de contact jusqu'à atteindre un palier de saturation. La figure 4.4 représente l'effet du temps de contact sur le rendement de la rétention du colorant fuchsine basique.

La courbe met en évidence deux parties distinctes : la première partie consiste en une adsorption rapide, cette phase correspond à un transfert de l'adsorbât de la phase liquide à la surface du matériau. Ce phénomène est constaté pendant 3 heures de la réaction, ceci peut être interprété par le fait qu'en début d'adsorption, le nombre des sites actifs disponibles à la surface du matériau adsorbant est beaucoup plus important que celui des sites restant après un certain temps. La deuxième partie est plus lente. Cette zone correspond à l'établissement d'un équilibre entre les vitesses d'adsorption et de désorption.

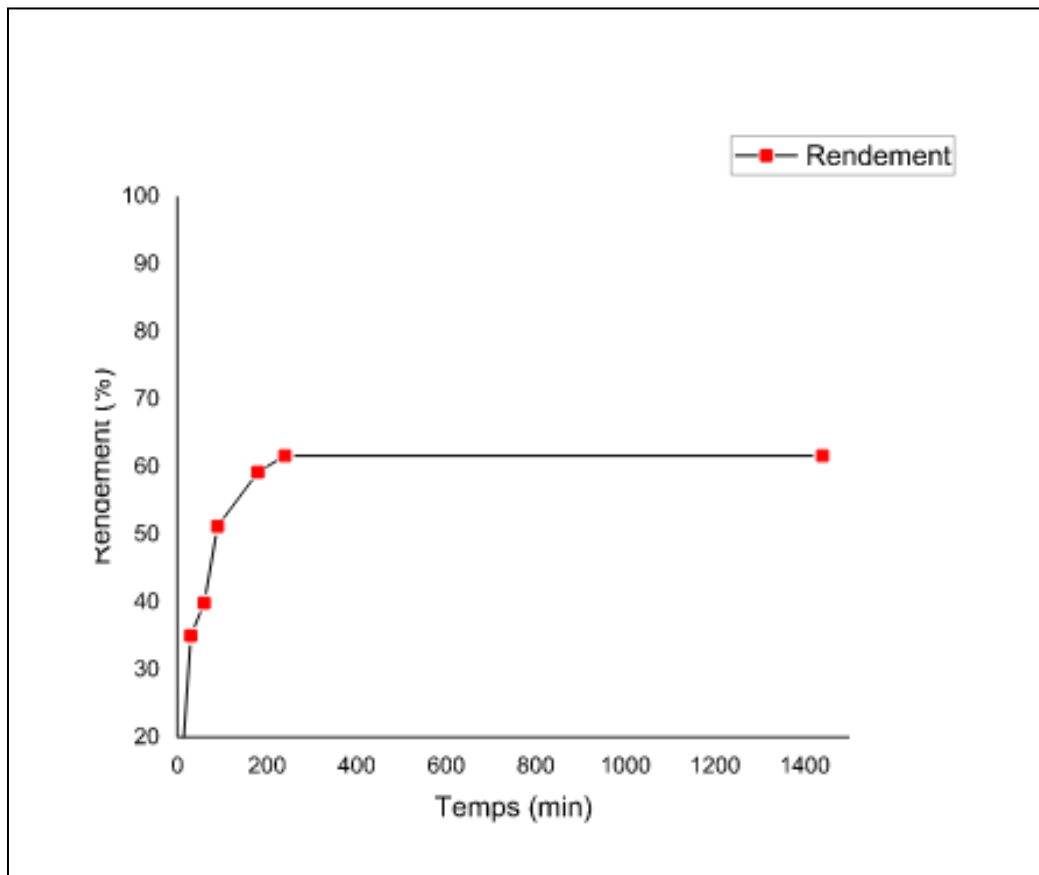


Figure 4.4: Effet du temps de contact (pH=5, C=10mg/L).

D'après les résultats obtenus, nous remarquons que la cinétique de l'adsorption de colorant fuchsine basique sur l'adsorbant (MO) augmente avec le temps jusqu'à atteindre un pseudo équilibre au bout de 3 heures et le rendement se stabilise à la valeur de 61,62 %. par conséquent un temps de contact de 3 heures est choisi comme suffisant pour la suite de notre travail.

4.2.2.Effet de la masse d'adsorbant

Les essais d'adsorption ont été réalisés pour un temps de 3h est une concentration initiale de colorant fuchsine basique de l'ordre de 10mg/l et un pH de 5.

Les résultats de sont représentés sur la figure 4.5.

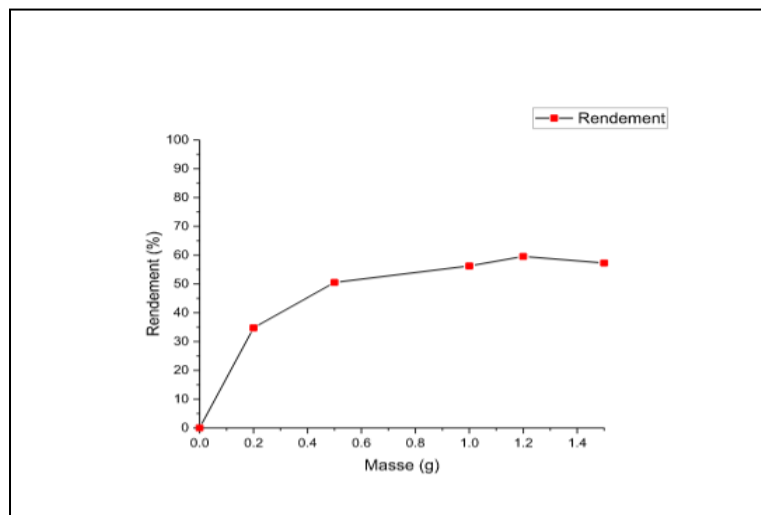


Figure 4.5: Rendement de la rétention de colorant fuchsine basique en fonction de la masse de GMO(pH=5, t=3h, C=10mg/L)

Les résultats obtenus montrent que lorsque la masse est de 1,2 g, le rendement de rétention atteint son équilibre de 59.54%, lorsque la masse de MO varie entre 0.2 et 1.5g et un état stationnaire est atteint. Une masse de 1,2 g est jugée optimale.

4.2.3.Effet de pH

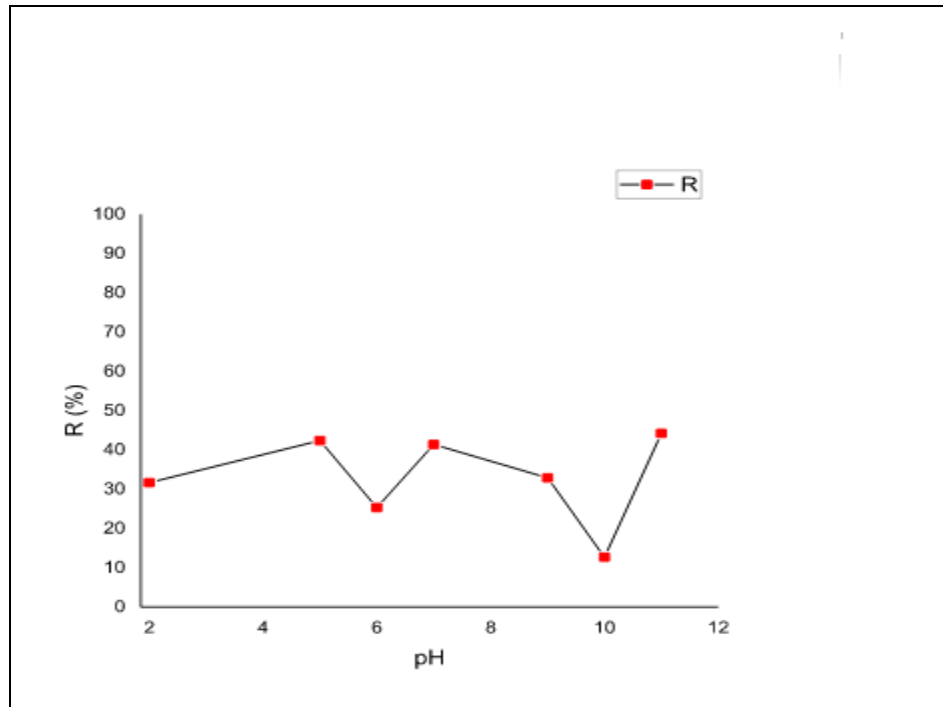


Figure 4.6: Rendement de rétention du colorant fuchsine basique en fonction de pH.

En effet aux valeurs de pH inférieure au pH_{pzc} de 6,36 [45], l'adsorbant est chargé positivement ce qui implique des interactions entre les sites chargés positivement du matériau et le polluant cationique ($pK_a = 2,1$).

Par contre aux pH supérieurs à 6,36, le matériau est chargé négativement ce qui engendre des répulsions électrostatique entre les anions du polluant et la surface des GMO. Les résultats présentés sur la figure 4.6 montrent que le meilleur rendement de rétention du colorant fuchsine basique est de 42,37%. Par conséquent, un pH de 5,6 (celui de la solution synthétique préparée) est considéré comme étant le pH optimal.

4.2.4.Effet de la concentration initiale

La figure 4.7 représente l'évolution de la quantité de FB adsorbée par le GMO en fonction de la concentration de l'adsorbat.

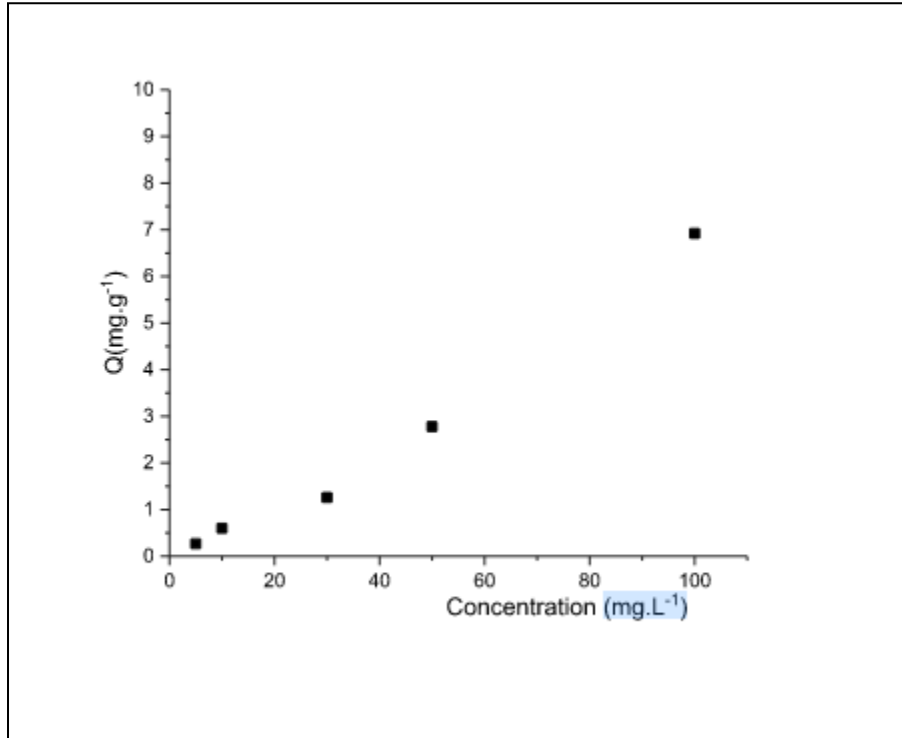


Figure 4.7: Evolution de la quantité adsorbée de FB par le GMO en fonction de la concentration initiale

Nous remarquons que la quantité du colorant fixée sur l'adsorbant s'accroît progressivement jusqu'à atteindre une concentration optimale de 100 mg/L. Elle croît ensuite avec l'augmentation de la concentration initiale. Cette concentration est considérée comme valeur optimale pour la suite des différents tests d'adsorption du colorant sur les GMO.

4.3. Modélisation de la cinétique d'adsorption

Il est très important de prédire la vitesse pour laquelle le polluant a été éliminé. Pour quantifier les changements de l'adsorption avec le temps et également pour évaluer les paramètres de la cinétique, deux modèles ont été appliqués : Modèle de pseudo-premier ordre et modèle de pseudo-second ordre.

A. Modèle cinétique de pseudo-premier ordre

Le tracé de la courbe : $\ln(Q_e - Q_t)$ en fonction du t permet de déterminer la constante k_1 et la quantité adsorbée à l'équilibre Q_e . Les résultats sont représentés dans la figure 4.8.

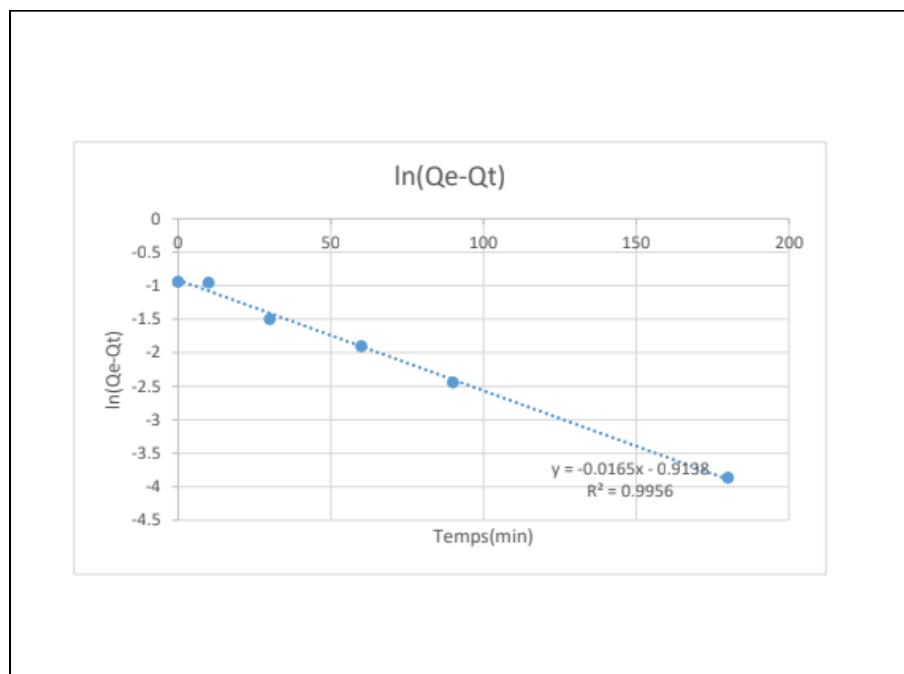


Figure 4.8: Modèle de pseudo-premier ordre de l'adsorption de FB sur le GMO.

B. Modèle cinétique de pseudo-second ordre :

On trace la courbe t/Q_t en fonction de t on obtient une droite qui détermine la constante K_2 . Les résultats sont rapportés sur la figure 4.9.

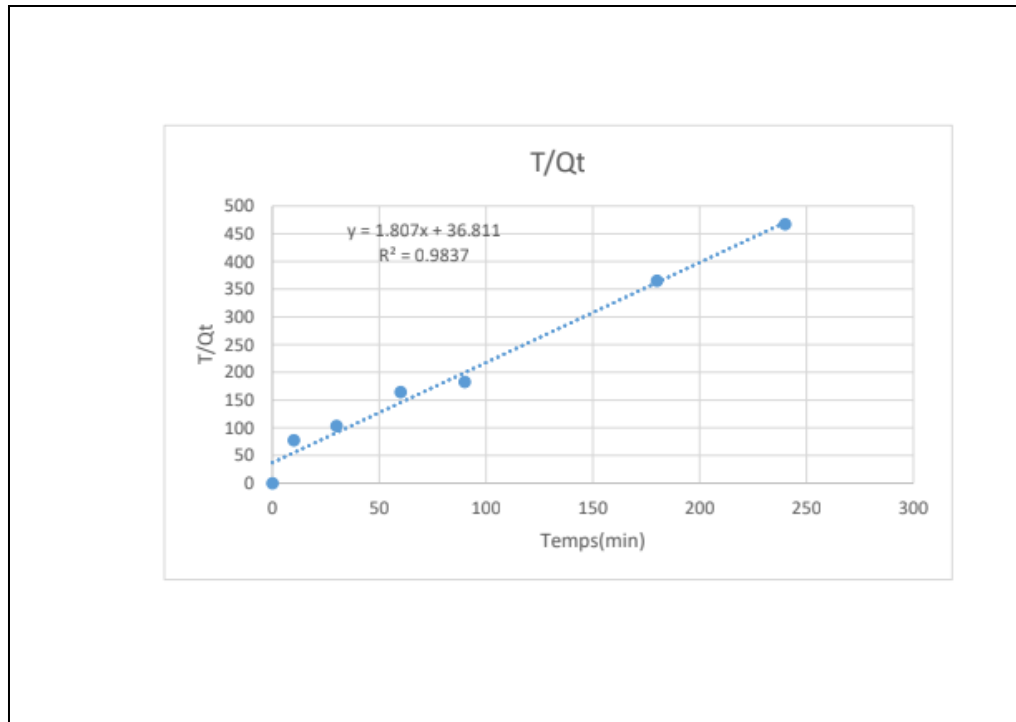


Figure 4.9: Modèle de pseudo-second ordre de l'adsorption de FB sur le GMO.

D'après les résultats obtenus indiqués dans le tableau 4.1, il a été remarqué que le modèle du pseudo premier ordre est meilleur pour déterminer l'ordre de la cinétique d'adsorption de FB puisque le coefficient de corrélation est proche de l'unité ($R^2=0.9956$). De même, il a été constaté que la valeur de la capacité d'adsorption calculée est très proche de celle déterminée expérimentalement.

Le modèle du pseudo premier ordre est le mieux adapté pour décrire le comportement de FB sur les GMO.

Tableau 4.1: Paramètres cinétique de l'adsorption de FB sur GMO

Pseudo premier ordre			Pseudo second ordre		
$K_1=0.037$	$Q_e=2.49$	$R^2=0.995$	$K_2=0.00088$	$Q_e=0.553$	$R^2=0.9837$

4.4.Modélisation des isothermes d'adsorption

Il existe de nombreux modèles théoriques qui ont été développés pour décrire les isothermes d'adsorption. Cependant dans notre étude, nous nous sommes intéressées aux deux modèles les plus répandus à savoir : Langmuir et de Freundlich.

4.4.1. Modèle de Freundlich

En traçant $\ln(Q_e) = f(\ln C_e)$, les résultats obtenus sont représentés par la figure 4.10, d'où la pente de la droite est n et l'ordonnée à l'origine est $\log K_F$.

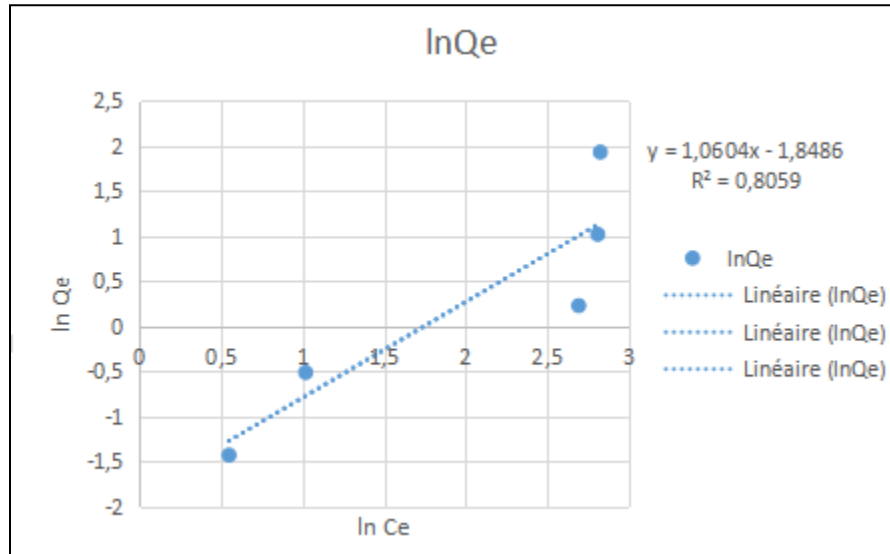


Figure 4.10: Modélisation linéaire par Freundlich

4.4.2. Modèle de Langmuir

En traçant $(C_e/Q_e) = f(C_e)$, les résultats obtenus sont représentés par la figure 4.12.

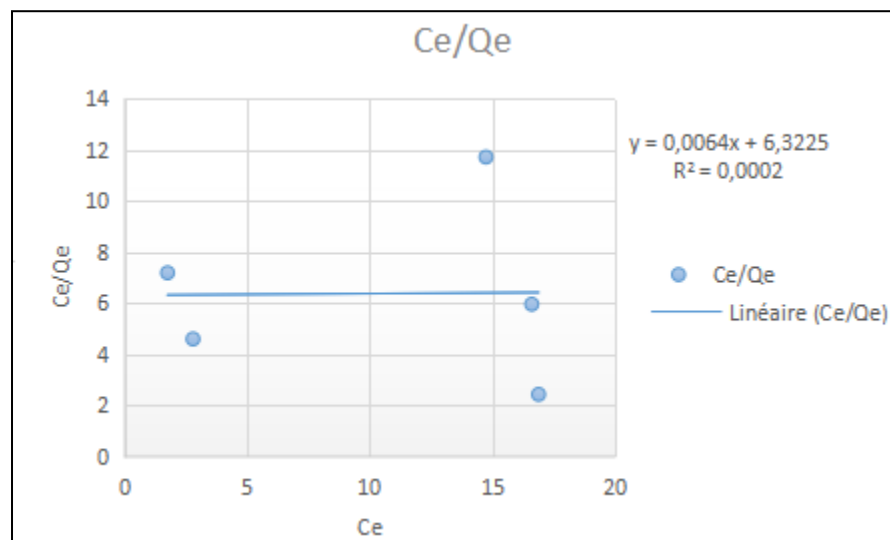


Figure 4.11: Modélisation linéaire par le modèle de Langmuir.

Les résultats expérimentaux obtenus dans la figure 4.11 sont regroupés dans le tableau 4.3 et montrent que le coefficient de corrélation R^2 du modèle de Freundlich est supérieur à celui de Langmuir, donc nous constatons que l'adsorption de colorant fuchsine basique sur Moringa suit le modèle Freundlich .

Tableau 4.2: Tableau récapitulatif de la modélisation

Freundlich			Langmuir		
K_f (l/mg)	N	R^2	Q_m (mg/g)	B	R^2
0.014	1.06	0.8059	0.01	6.32	0.0002

CONCLUSION GENERALE

L'objectif principal de notre travail est l'application des grains des Moringa Oleifera pour la rétention d'un colorant cationique, la Fuchsine Basique.

Plusieurs essais d'adsorption ont été réalisés en prenant en compte de l'influence de plusieurs paramètres opératoires à savoir : le temps de contact, la concentration initiale du colorant, la masse d'adsorbant et le pH.

A travers les résultats obtenus, nous pouvons conclure que :

- La cinétique d'adsorption du colorant Fuchsine Basique atteint son équilibre durant

3 heures.

- Le rendement de la rétention de l'adsorbat peut atteindre son maximum pour une masse d'adsorbant de 1,2 g.
- La rétention de FB est bien influencée par la variation de pH. Un rendement de l'ordre de 42,37% a été atteint au pH égale à 5.
- La quantité adsorbée augmente lorsque la concentration initiale augmente.
- Le modèle cinétique du pseudo premier ordre s'applique bien dans le cas du système

adsorbant/adsorbat étudié avec un coefficient de corrélation $R^2 = 0,99$.

- Le modèle de Freundlich est bien adapté pour décrire l'isotherme d'adsorption de

La Fuchsine Basique.

En respectives, on envisage de :

- Approfondir la caractérisation de l'adsorbant étudié avec d'autres techniques
- Compléter l'étude d'adsorption en effectuant d'autres paramètres tels que l'effet de la température, l'agitation.....etc.
- Déterminer le mécanisme réactionnel régissant le processus d'adsorption de FB sur GMO

Références Bibliographiques

- [1] : **Hachemi, F et Mortad, W.** « Elimination des deux colorants par adsorption sur un matériau issu de la coquille d'escargot ». Université Abou-Bekr Belkaid Telemcen : mémoire de master, 2019.
- [2] : **Ammara Khodja, L. Ait Khelifa, L.** « Elimination des colorants textiles par adsorption sur un déchet naturel. » Mémoire master, université A.M oulhadj Bouira : 2015.
- [3] : **Coffee Calvin, T et Traor, A.** « Adsorption d'une pollution minérale et organique sur les feuilles et graines de moringa. » Université D'Oran Mouhamed Boudiaf : mémoire master, 2019.
- [4] : **Bouzian N.** « Elimination du 2-Mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre. » mémoire magister en chimie Université Mentouri Constantine 2007.
- [6] : **N., Hadj Salah.** « Etude de la dégradation photocatalytique de polluants organique en présence de dioxyde de titane en suspension aqueuse et en lit fixe. » thèse de doctorat , Université Mentouri Constantine , 2012.
- [7] : **B.M Groy,** « technique de l'ingénieur », spectroscopie d'absorption dans l'ultraviolet et le visible. 1978.
- [8] : **Ayral C,** « Elimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif. » thèse de doctorat, Université de Toulouse 2009.
- [9] : **S, Bournane.** « Extraction des métaux lourds par membranes liquides émulsionnées » .mémoire Magister université Badji Mokhtar Annaba 2000
- [10] : **M Abbas** « Valorisation de noyau d'abricot dans la dépollution des eaux. » thèse de doctorat université M'hamed Bougara Boumerdes 2014.
- [11] : **Djebbar M,** « argile de Maghnia purification et adsorption de polluants, » thèse de doctorat, Université Oran 2014.
- [12] : **Koller, Emilian** Aide-mémoire de génie chimique -4^e éd. Dunod, 2013

[13] : **Guignard D**, «l'essentiel de la cinétique et de la thermodynamique chimique a travers les problèmes de concours 1992».

[14] : **Saidou S khenniche L et al** «préparation et caractérisation de charbons ferromagnétiques appliqués a l'élimination de la sulfaméthazine par adsorption en milieu aqueux .» [Rapport]. - Bejai : these de doctorat .Université abderrahmane mira ., 2018.

[15]: Avon J. Ketcha _Mbadcan j., M A T I P, MRL et German P., African journal of Science and technology (AJST) 2001.

[16] : **F Edeline** L'equation physico-chimique , Théorie et technologie des eaux Ed [Livre]. - [s.l.] : **Cebedoc Sprgl, Liège, 1998.**

[17] : **Y Abdellali El** synthèse a base d'argiles en capsulées dans des alginates , application au traitement des eaux [Rapport]. - these de doctorat Limoges : [s.n.], 2010.

[18] : **Kebaili M**, Valorisation des déchets verts et de biomasses de traitement des eaux, Université Akli Mohand Bourra, 2019.

[19] : **I, Ostmane** Etude de l'élimination des acides humiques sur l'hydroxyde double lamellaire (Cu-Fe-HDL et Cu-Fe-HDL-SDS) mémoire de master. Université de Blida2015.

[20] : **Yahiaoui N**. Etude de l'adsorption des compose phénolique des margines d'olive sur carbonate de calcium hydroxyapatite et charbon actif. Magister chimie de l'environnement Tizi Ouzou2012

[21] : **Microfel** Moringa Oleifera Lamarck [Rapport]. - [s.l.] : L'arbre miracle, 2008.

[22] : **M Hassanata** Le Moringa:intéret nutritionnels et sanitaires ECHO West Africa Forum , Institut de Recherche en Science Centre national de la Recherche scientifique et technologie (IRSS/CNRST) Ouagadougou,Burkina faso. [Rapport]. - 2016.

[23] : **S .M, Mangale ,Chonde S.G Jadhav A,S et Raut P ,D** ,Study of Moring Oleifera (Drumstick) seed as natural Absorbent and Antimicrobial agent for River water treatment J , Nat Prod Plant Resour ,2(1) :89 _100 Inde,ISSN:2231_3184 CODEN (USA):JNPPB7(2012).

[24]: **Kebreab G** Natural Resources for Appropriate Water Treatment ,Sustainable development of water resources, water supply and environmental sanitation [Rapport]. - 2006.

[25]: **S Louni** Extraction et Caractérisation physicochimioque de l'huile de graines de Moringa Oleifera [Rapport]. - [s.l.] : Mémoire de Magister ,Ecole Nationale Supérieure Agronomique El-Harrach Algérie., 2009.

[26]: **M Ramananjahary** Valorisation scintifique du graine du moringa oleifera en alimentation animale [Rapport]. - [s.l.] : thèse de doctorat université D'antananarivo Madagascar., 2016.

[27]: **Armelle Broin .M** produire et transformer les feuilles de Moringa [Rapport]. - 2010.

[28]: **Balkacem S, Ben Saïfi H,** Coagulation- Floculation des acides humiques par un bio coagulant poudre Graine Moringa, mémoire de master

[29]: **Microfel, Moringa Oleifera** Lamarck L'arbre miracle.2008.

[30]: **Foidl N Makkar H.p.S. et Becker k** the Potentail of Moringe Oleifera for aricultural and industrial use (45-76) In :Fuglie L.J(editor).the miracle tree :the multiple attributes of Moringa .- Wageningen : CTA;Dakar :CWS. [Rapport]. - 2001.

[31]: **Aminata K Boubakar S,Alfred S.Dayéri D** Optimization of the effectiveness of the Moringa oleifera seeds in the treatment of drinking water in sub-Saharan Africa, Case study of the waters of Burkina Faso, sciences de l'eau [Article]. - 2013.

[32]: **A Hadj** syntheses d'argiles anioniques (Mg Fe CO₃) par coprecipitation et degradation thermique de l'ureé et application a l'élimination de colorants anioniques dans les effluents tzxtiles [Rapport]. - Oran : these de doctorat Universite Oran Mohames Boudiaf, 2014.

[33]: **Dali Y, Z., H Bouabdasselem, and N.Bettahar,** élimination des composés organiques par des argiles locales. Comptes rendus chimie 9(10) :p.1295-1300.2006.

[34]: **K. Winnacker, L. Küchler,** «Traité de Chimie appliquée», Tome 7 : Chimie Organique, 3ème partie, Editions Eyrolles, Paris 5 e, 1968, 165-166.

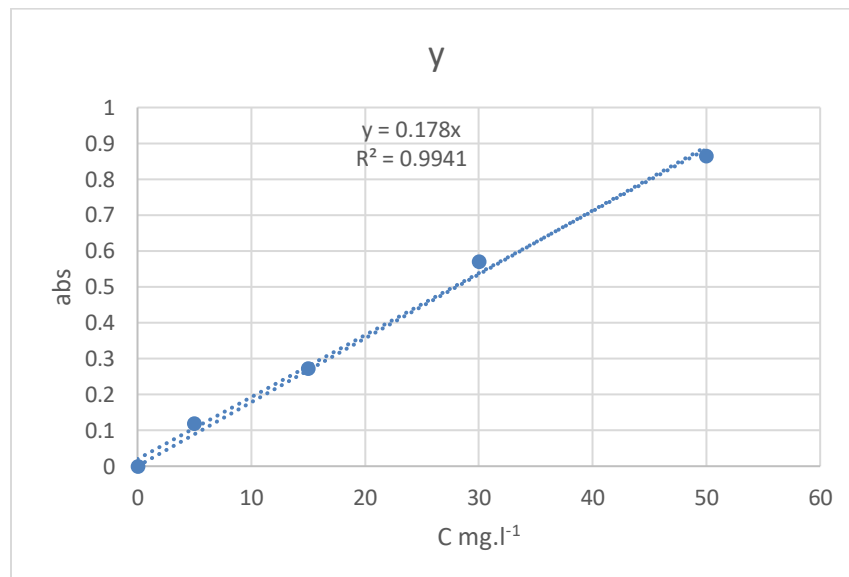
- [35] : **S. BENHABILES**, « Elaboration et caractérisation d'un charbon actif à base de résidu Du café : application à l'étude de l'adsorption des colorants en solution aqueuse», mémoire De magister, Université, Abderrahmane mira de Bejaia (2009).
- [36] :**L. NAIDJA**, « élimination du colorant orange II en solution aqueuse, par voie Photochimique et par adsorption», mémoire magister en chimie analytique, physique et Environnement, Université Mentouri de Constantine (2010).
- [37]: **Allaoui, H, Bernou.O**, «adsorption de fuchsine basique sur les adsorbants naturelles» mémoire de master, Université A.M oulhadj bouira, 2020.
- [38] : **WINNACKER K., L. Küchler**, «Traité de Chimie appliquée», Tome 7 : Chimie Organique, 3ème partie, Editions Eyrolles, Paris 5e, 1968, 165-166.
- [39] : **ABOUZAID A.**, « Etude de différents traitements des effluents de l'industrie textile». Thèse de Doctorat, Université Chouaib Doukkali, Maroc, 2001.
- [40] : **Bouguerra M, Ali Azouz M**, étude adsorption d'un biosorbant naturel à base de coquillage de monde comme support fixateur du rouge Congo. Université Blida 2017.
- [41]: **F Weiss Harber . and j** the catalytic decomposition of hydrogen by iron Proc R.Soc Lond A [Livre]. - [s.l.] : 147(861) p.332-351, 1934.
- [42]: **Gallard H J de laat , and B .Legube** Effect of pH on the oxidation rate of organic compounds by Fe_{II}/H₂O₂.Mechanisms and simulation [Revue]. - [s.l.] : New Journal of Chemistry,22(3):p.263-268, 1998.
- [43]: **Guettafi M, Sadouk R**, « adsorption des polluants émergents pharmaceutiques sur les écorces de moringa oleifera ».Université Saad Dahleb Blida 1, mémoire de master, 2021.
- [44] : **Abbas H Boubekour S**, « Contribution a l' etude de l'adsorption du bleu de mythylien sur deux adsorbants ;synthetique et naturel». [Revue]. Universite Saad Dahleb Blida 1, mémoire de master 2020.

[45] : Djamah.A ,Ouadi Merabet.L, « Valorisation des déchets des épluchures de pomme de terre pour l'élimination de bleu de méthylène ,Universite A.M , Oulhadj bouira, mémoire de master» , 2021.

ANNEXES

Annexes

C mg.l⁻¹	0	5	15	30	50
V ml	0	0.25	0.75	1.5	2.5



La courbe d'étalonnage de Fuchsine Basique

Recherche des conditions optimales de l'essai d'adsorption

Effet de temps de contact

T (min)	0	10	30	60	90	180	240	1440
ABS	1.519	1.505	1.158	1	0.866	0.727	0.683	0.683
C (mg.l⁻¹)	8.52	8.445	6.498	6.015	4.859	4,077	3.837	3.837
R%	14.75	15.54	35.01	39.84	51.40	59.20	61.62	61.62

Effet de masse d'adsorbant

M(g)	0	0.2	0.5	1	1.2	1.5
ABS	1.782	1.163	0.882	0.78	0.721	0.762
C (mg.l⁻¹)	10	6.526	4.949	4.377	4.046	4.276
R%	0	34.736	50.50	56.22	59.53	57.23

Effet de pH

pH	2	5	6	7	9	10	11
R%	25.59	42.37	25.31	41.37	32.87	12.69	41.21

Effet de concentration

C_i (mg.l⁻¹)	5	10	30	50	100
C_f (mg.l⁻¹)	1.73	2.77	14.78	16.61	16.89
Q (mg.g⁻¹)	0.27	0.60	1.26	2.78	6.92



Figure 1 : spectroscopie infrarouge



Figure 2 : spectrophotomètre UV/VISIBLE
(UV-1700 pharmaSpec)



Figure 3 : Centrifugeuse analytique

