UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DES SCIENCES DE LA MATIERE

Mémoire

Présenté pour obtenir le diplôme de **Master**

En Chimie

Spécialité :
Chimie des matériaux

Par :

BOUREGAA Zineb
CHATAOUI Abir

Thème :

Recyclage et Valorisation des Adsorbants Naturels dans les Procédés Innovants de Traitement des Effluents Liquides

Soutenue publiquement le : 01 /07/2025, Devant le jury composé de :

Mme. GHERDAOUI Dehbiya	Grade : MCA	UDYFM	Président
Mme. KHENCHELAOUI Sabrina	Grade : MCB	USTHB	Examinateur
Mme. FARCH Sabrina	Grade : MCA	UDYFM	Encadreur
Mr. RABEHI Mohamed	C. A. Labo.	STEP.ONA-Médéa	Co-Encadreur
Mme. BOUCHENAFA Anissa	ISME	STEP.ONA-Médéa	Invité
Mr. DJELLEL Ali	Responsable	STEP.ONA-Médéa	Invité

Année universitaire 2024/2025

CITATION

« On ne peut prévoir l'incidence qu'auront certains événements dans le futur;

C'est après coup seulement qu'apparaissent les liens.

Vous pouvez seulement espérer qu'ils joueront un rôle dans votre avenir.

L'essentiel est de croire en quelque chose : votre destin, votre vie, votre karma …

Le temps met tout en lumière.

Thalès

ملخص

يَندرج هذا العمل ضمن مقاربة تهدف إلى تثمين الحمأة الحضرية الناتجة عن محطة تطهير واد لحرش (ONA)بمدينة المدية (الجزائر)،وذلك من خلال تحويلها إلى مواد مازّة حيوية (bioadsorbants) تُستخدم في معالجة المياه الصناعية السائلة الملوثة بالأصباغ السامة. في هذا الإطار، تم تحضير عدة أشكال من الحمأة (خام، مكلسة، مفعّلة كيميائيًا)، إلى جانب تحضير مركبات حيوية على شكل أقراص مكوّنة من الحمأة وألجينات الصوديوم. وقد تم اختبار فعالية هذه المواد في إزالة صبغة **الأحمر الكونغولي(RC)** ، باعتبارها صبغة أنيونية نموذجية.

تمت دراسة الخصائص الفيزيائية والكيميائية لهذه المواد باستخدام تقنيات مختلفة مثل قياس درجة الحموضة عند نقطة الشحنة الصفرية (pHpzc) ، التحليل الطيفي بالأشعة تحت الحمراء(FTIR) ، وركزت الدراسة على تأثير مجموعة من العوامل التشغيلية، مثل:
زمن التماس، ودرجة الحموضة، ودرجة الحرارة، وكتلة المادة المازّة، وتركيز الصبغة الابتدائي. وقد أظهرت النتائج أداءً مميزًا، خصوصًا بالنسبة للحمأة المكلسة والمفعّلة، التي بلغت نسبة إزالة قصوى قدرها **100%** عند **درجة حموضة2 = pH** ، وكتلة **1غرام**، وتركيز ابتدائي **200 ملغ/لتر**.

أكّدت دراسة نماذج الامتزاز (Freundlich وLangmuir) على الكفاءة العالية للمواد المازّة والطبيعة غيرالمتجانسة لأسطحها. كما أن القيم المتراوحة لـ pHpzc بين **2.38** و**8.49** تدل على الطبيعة **الأمفوتيرية** للحمأة، مما يسمح لها بالتفاعل بفعالية مع ملوثات موجبة وسالبة الشحنة حسب وسط التفاعل. أما الأقراص الحيوية المكوّنة من الحمأة/الألجينات الصوديوم، فرغم انخفاض كفاءتها نسبيًا (**67.91%**) **كحد أقصى**، إلا أنها تُعد ذات أهمية عملية كبيرة، خصوصًا في التطبيقات المتقطعة، بفضل سهولة استخدامها واسترجاعها.

وبناءً على هذه النتائج، يقترح هذا العمل مسارًا واعدًا **لإعادة تدوير الحمأة في الجزائر**، بتحويلها من نفايات مزعجة إلى مواد فعّالة في تنقية المياه، بما يتماشى مع مبادئ **الاقتصاد الدائري والتنمية المستدامة**.

كلمات البحث: الحمأة، الأحمر الكونغولي، مادة مازّة حيوية، التفعيل الكيميائي، الأقراص الحيوية، نماذج الامتزاز، معالجة المياه.

ABSTRACT

The present study is part of an environmental valorization approach for urban sewage sludge from the Oued Lahrache wastewater treatment plant (STEP-ONA) in Médéa (Algeria), aiming to convert it into bioadsorbents for the treatment of industrial liquid effluents containing toxic dyes. In this context, various sludge forms (raw, calcined, chemically activated) were prepared, along with composite discs made from sludge and sodium alginate. These materials were evaluated for their efficiency in adsorbing Congo Red (CR), a model anionic dye.

The materials were characterized using physico-chemical techniques (point of zero charge pHpzc, FTIR spectroscopy). The influence of operating parameters such as contact time, pH, temperature, adsorbent mass, and initial CR concentration was thoroughly investigated. The results showed remarkable performance, particularly for the calcined activated sludge, which achieved a maximum adsorption rate of **100% at pH 2**, with a dose of **1 g** and an initial concentration of **200 mg/L**.

Adsorption isotherm analysis using the Langmuir and Freundlich models confirmed both a high adsorption capacity and the heterogeneous nature of the surfaces. The pHpzc values ranging from **2.38 to 8.49** indicated the **amphoteric character** of the sludge, enabling interactions with both cationic and anionic pollutants. Although slightly less efficient (up to **67.91%**), the biocomposite discs showed strong practical potential for batch water treatment, due to their ease of handling and recovery.

Based on the findings, this work presents a promising pathway for **sewage sludge recycling in Algeria**, turning an environmental burden into a functional material for water remediation, in line with circular economy and sustainable development goals.

Key-Words: Sewage sludge, Congo Red, bioadsorbent, chemical activation, composite discs, adsorption isotherms, water treatment

RÉSUMÉ

Ce travail s'inscrit dans une démarche de valorisation environnementale des ***boues*** d'***épuration urbaines*** de la ***STEP-Oued Lahrache ONA*** de ***Médéa*** (***Algérie***), par leur transformation en bioadsorbants pour le traitement des effluents liquides industriels contenant des colorants toxiques. Dans cette optique, différentes formes de boues (brute, calcinée, activée chimiquement) ont été préparées, ainsi que des biocomposites en forme de disques à base de boue et d'alginate de sodium. Ces matériaux ont été testés pour leur efficacité dans l'adsorption du **Rouge Congo (RC)**, un colorant anionique de référence.

Les matériaux ont été caractérisés physico-chimiquement (pH au point de charge nulle, spectroscopie FTIR). L'étude a porté sur l'influence des paramètres opératoires tels que le temps de contact, le pH, la température, la masse d'adsorbant et la concentration initiale en RC. Les résultats ont mis en évidence des performances remarquables, notamment pour la boue calcinée activée, qui a atteint un taux d'adsorption maximal de **100 % à pH 2** pour une masse de 1 g et une concentration initiale de 200 mg/L.

L'analyse des isothermes d'adsorption selon les modèles de Langmuir et de Freundlich a confirmé la bonne capacité d'adsorption et la nature hétérogène des surfaces. La valeur du **pHpzc** comprise entre **2,38 et 8,49** révèle le caractère **amphotère** des boues, leur permettant d'interagir efficacement avec différents types de polluants. De plus, les disques biocomposites, bien que légèrement moins performants en termes de rendement (jusqu'à **67,91 %**), présentent un intérêt pratique considérable pour des applications en traitement discontinu, grâce à leur facilité de manipulation et de récupération.

Suite aux résultats obtenus, ce travail offre ainsi une voie prometteuse pour le ***recyclage*** des ***boues d'épuration en Algérie***, en transformant un résidu encombrant en un matériau fonctionnel pour la dépollution des eaux, en accord avec les principes de l'***économie circulaire*** et du ***développement durable***.

Mots-Clés : Boues d'épuration, Rouge Congo, bioadsorbant, activation chimique, disques biocomposites, isothermes d'adsorption, traitement des eaux.

REMERCIEMENTS

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu le tout Puissant et Miséricordieux, qui nous a donné la force et la patience pour accomplir ce Modeste travail.

Au terme de ce travail, Nous tenons à remercier toutes celles et tous ceux qui ont participé à sa réalisation.

A notre Encadreur :

Dr. FARCH Sabrina

Nous exprimons notre profonde reconnaissance pour ses conseils précieux, sa disponibilité constante et son accompagnement tout au long de cette étude.

A notre Co-Encadreur :

Mr. RABEHI Mohamed

Nous vous remercions sincèrement pour votre accueil chaleureux, votre Co-encadrement bienveillant et vos conseils enrichissants.

Aux membres du jury :

Présidente du Jury : Mme. Dr. GHERDAOUI Dehbiya

Examinatrice : Mme. Dr. KHENCHELAOUI Sabrina

Nous vous remercions vivement d'avoir accepté d'évaluer ce travail. Votre présence nous honore et témoigne de l'importance que vous accordez à la qualité scientifique de notre mémoire.

Nos remerciements vont également à ***Mme BOUCHENAFA Anissa*** et ***M. DJELLEL Ali***, responsables à la ***STEP ONA-Médéa***, pour leur collaboration et leur participation active à notre soutenance. Nous les remercions chaleureusement pour avoir accepté notre invitation et pour avoir honoré cet événement par leur présence.

Nous tenons à exprimer notre sincère gratitude à ***Mme EULDJI Amel*** pour son aide précieuse tout au long de la réalisation de cette étude.

Nous remercions sincèrement ***Mme HADJADJ Fedoua*** pour son aide précieuse, ses conseils avisés et ses astuces partagées au sein du laboratoire. Son expertise en chimie des matériaux et en traitement des effluents liquides nous a été d'un grand soutien. Nous lui exprimons toute notre reconnaissance et notre respect.

Nous adressons également nos remerciements à l'ensemble des membres des laboratoires de la ***Faculté des Sciences et Technologies***, en particulier ***Mr. MOULOUD Soufiane***, responsable des ingénieurs, pour son soutien technique.

Nous remercions chaleureusement ***l'ensemble de nos enseignants***, qui ont contribué à notre formation tout au long de notre parcours ''Master Chimie des Matériaux''. Leur engagement et leur rigueur ont été essentiels à notre développement académique et personnel.

Nous exprimons notre ***profonde gratitude à notre famille***, et tout particulièrement à ***nos parents***, qui ont toujours été présents à nos côtés, dans les moments faciles comme dans les plus difficiles. Leur soutien inconditionnel, leur amour et leurs encouragements ont été une source inestimable de force et de motivation.

Nous remercions ***Dieu***, qui nous protège, nous guide et nous aide à affronter les épreuves de la vie avec foi et sérénité.

Enfin, nous adressons nos sincères remerciements à ***toutes les personnes, de près ou de loin, qui nous ont aidés*** dans la réalisation de ce travail, par leur appui, leurs conseils ou leur bienveillance.

Vous qui lirez ce manuscrit ; grâce à vous nous continuerons…

DEDICACES



Je dédie ce modeste travail à :

*À **nos chers parents**, que nulle dédicace ne saurait réellement honorer. Pour leur patience infinie, leur soutien indéfectible, leur amour inconditionnel et leurs innombrables sacrifices, nous leur exprimons notre plus profond respect et une reconnaissance éternelle.*

*À **mes chères sœurs, mes frères**, ainsi qu'à ma précieuse nièce **Qamar**, source de joie et de lumière.*

*À **toutes les personnes** qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail : recevez ici l'expression de ma gratitude sincère.*

BOUREGAA Zineb

DEDICACES



Je dédie ce modeste travail à :

*À **mes chers parents** :*

Merci infiniment pour tout ce que je suis aujourd'hui. Aucune parole ne saurait exprimer la profondeur de mon respect, ma gratitude et mon admiration envers vous. Que ce travail soit un humble hommage à vos sacrifices et à votre amour inconditionnel.

*À **mon cher frère Abdelfettah** et à **mes chères sœurs Asma et Amina** :*

Pour leur présence constante, leur affection sincère et leur soutien indéfectible.
*À **moi-même**, pour avoir persévéré malgré les doutes et les défis.*
*À **mes enseignants** et à **mes collègues de promotion**,*

Pour leur encadrement, leur savoir partagé et les riches moments vécus ensemble.
*À **toutes celles et ceux** qui, par un mot, un geste ou une attention, m'ont donné la force d'avancer.*

CHATAOUI Abir

Liste des abréviations et symboles

MES: Matières en suspension

OMS : Organisation Nationale De La Santé.

MO: Matières organiques

C/N:Le rapport carbone/azote

CAR/PP : Activités Régionales pour la Production Propre

ADN: Acide Désoxyribonucléique

DEHP: Di(2-éthylhexyl) phtalate

DBP:Dibutyl phtalate

BBP:Benzyl butyl phtalate

DIBP :Diisobutyl phtalate

COV:composés organiques volatils

DCO: Demande Chimique en Oxygène

DBO_5:Demande Biologique en Oxygène sur 5 jours

MS: Siccité

MV: Matière volatiles

H% : Taux d'humidité.

S%: Taux de gonflement.

C%: taux de cendres

R% : Rendement

H% : Taux d'humidité.

pH: Potentiel Hydrogène

% :pourcentage

µm:Micro – mètre.

nm:nano-mètre

mm :mili-mètre

mg:miligrame

mL : millilitre

L : Litre.

P : poids.

m: Masse.

pzc : Point De Charge Zéro.

T° : Température.

tr/min : Tour par minute.

UV: UV-Visible.

v : Volume.

ρ : Masse volumique.

λmax:Longueur d'onde maximale

mm Hg:millimètre de mercure

°C : Degré Celsius.

RC: Rouge Congo

cm3:centimètre cube

FTIR: Infrarouge transformé de Fourier.

g : gramme

$\mathbf{B_{brute}}$**:**Boue brut

$\mathbf{B_{activé}}$**:**boue activé

$\mathbf{B_{calciné}}$**:**boue calcinée

$\mathbf{B_{calc.activ}}$**:**boue calcinée activée

Alg+$\mathbf{B_{calc.disq}}$**:**boue calciné disque

Alg:alginate

Sommaire

Citation

Résumé

Remerciments

Dédicaces

Liste des abréviations et symboles

Introduction générale:.....1

Références bibliographiques:.....4

Partie I:Synthèse bibliographique

ChapitreI:Approche bibliographique sur la pollution des eaux et les colorants textiles

Introduction:.....5

1 Pollution:.....5

1.1 Définition de la pollution:.....5

1.2 Définition de la pollution de l'eau:.....5

1.3 Origine et causes de la pollution de l'eau:.....6

1.3.1 Rejets urbains:.....6

1.3.2 Rejets agricoles:.....7

1.3.3 Rejets industriels:.....7

1.4 Principaux polluants de l'eau:.....8

1.4.1 Matière en suspention (MES):.....8

1.4.2 Matière organiques (MO):.....8

1.4.3 Métaux lourds:.....9

1.4.4 Sels minéraux:.....9

1.4.5 Pesticides:.....9

1.4.6 Matière fertilisantes:.....10

2 Colorants:.....10

2.1 Historique:.....10

2.2 Définition:.....11
2.3 Types de colorants:.....12
2.3.1 Colorants naturels:.....12
2.3.2 Colorants synthétiques:.....13
2.4 Classification des colorants:.....14
2.4.1 Pricipaux groupes chromophores et auxochromes:.....14
2.4.2 Classification des colorants selon le mode d'utilisation:.....15
2.5 Application des colorants:.....17
2.5.1 Industrie Textile et impression:.....17
2.5.2 Industrie du papier et des encres:.....18
2.5.3 Secteur de la construction:.....18
2.5.4 Secteurs alimentaire,médical et cosmétique:.....18
2.6 Impact des colorants sur l'environnement et la santé:.....18
2.6.1 Impact environnementaux:.....18
2.6.2 Impact des colorants dans les eaux résiduaires:.....19
2.7 Normes et réglementation relatives aux rejets d'eaux résiduaires textiles:.....20
3 Rouge Congo:.....23
3.1 Définition:.....23
3.2 Structure chimique:.....23
3.3 Propriétés du Rouge Congo:.....24
3.3.1 Propriétés acido-basique:.....24
3.3.2 Propriétés physico-chimiques:.....25
3.4 Applications:.....26
3.5 Risques du rouge Congo:.....26
3.6 Législation:.....27
Conclusion:.....27
Références bibiliographiques……28

Chapitre II :Procédés d'élimination des Colorants textiles dans les effluents liquides

Introduction……35

1 Procédés d'élimination des colorants dans les effluents liquides :.....35

1.1 ProcédésChimiques:.....36

1.1.1 Procédés d'oxydation Classique :.....36

1.1.2 Procédés d'oxydation avancée (POA):.....36

1.2 Procédés biologiques:.....37

1.3 Procédés physiques:.....37

1.3.1 Filtration membranaire:.....37

1.3.2 Coagulation-floculation :.....38

2 Adsorption:.....38

2.1 Definition de l'adsorption:.....39

2.2 Paramètres influençant l'adsorption:.....39

2.3 Mécanisme d'adsorption:.....40

2.4 Types d'adsorption:.....41

2.4.1 Adsorption physique (physisorption) :.....41

2.4.2 Adsorption chimique (chimisorption) :.....41

2.5 Facteurs influençant l'adsorption:.....42

2.6 Cinétique d'adsorption :.....43

2.7 Isothermes d'adsorption:.....44

2.7.1 Isotherme de Langmuir :.....44

2.7.2 Isotherme de Freundlich :.....44

2.8 Adsorbant:.....45

3 Boue d'épuration des eaux usées domestiques:.....45

3.1 Présentation de la station d'épuration d'Oued Lahrech (ONA- Médéa) :.....45

3.1.1 Objectif de la station d'épuration d'Oued Lahrech – Médéa :.....46

3.1.2 Différentes étapes du traitement des eaux usées à la STEP de Oued Lahrach-Médéa:.....47

3.2 Définition des boues d'épuration :.....48
3.3 Composition des boues:.....48
3.4 Filières de traitement des boues :.....49
3.4.1 Boues résiduaires:.....49
3.4.2 Stabilisation des boues :.....49
3.4.3 Déshydratation et concentration:.....49
3.4.4 Épaississement :.....50
3.4.5 Séchage :.....50
3.4.6 Valorisation ou élimination :.....50
Conclusuion 51
Références bibliographiques 52

Partie *II:Partie Expérimentale*

Chapitre III:Matétiels et méthodes

Introduction :.....57
1 Produits chimiques :.....57
1.1 Matériaux adsorbants:.....57
1.1.1 Alginate de sodium :.....58
1.1.2 Charbon actif:.....59
1.2 Polluants modèle : Rouge Congo ‘‘RC’’ :.....60
2 Matériels utilisés :.....61
3 Présentation et préparation de l'adsorbant :.....62
3.1 Boue d'épuration :.....62
3.2 Preparation du Charbon actif:.....62
4 Caractérisation de la matière première :.....65
4.1 Détermination du taux d'humidité:.....65
4.2 Détermination de la siccité ‘matière sèche’ (MS) :.....66
4.3 Détermination de la Matière volatile (MV) :.....66

4.4 Détermination de la masse volumique :.....66
5 Mesure du potentiel d'hydrogène et de la conductivité électrique :.....67
5.1 Potentiel d'hydrogène 'pH' :.....68
5.2 Conductivité électrique :.....68
6 Activation chimique :.....68
7 Synthèse des disques :.....69
7.1 Préparation des disques a base d'alginate :.....70
7.1.1 Préparation de la solution d'alginate :.....70
7.1.2 Préparation du mélange alginate-boues :.....70
8 Caractérisations des disques et des matériaux précurseurs :.....71
8.1 Taux de gonflement des disques et du taux d'humidité :.....72
8.2 pH au point de charge nulle (pHPZC) :.....72
9 Établissement de la courbe d'étalonnage du Rouge Congo :.....72
9.1 Préparation des solutions :.....73
10 Étude de l'influence des paramètres opératoires sur l'adsorption :.....73
10.1 Temps de contact :.....74
10.2 Influence du pH de la solution :.....74
10.3 Influence de la masse de l'adsorbant :.....75
10.4 Influence de la température :.....75
10.5 Influence de la concentration initiale du colorant:.....76
11 Méthodes d'analyses :.....76
11.1 Caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :.....76
11.2 Spectrophotométrie UV-Visible :.....78
Conclusion..... 78
Références bibliographiques..... 79

Chapitre IV: Résultats et discussions

Introduction :.....82
1 Caractérisations physico chimiquesdesbioadsorbants :.....82
1.1 Taux d'humidité:.....82
1.2 Siccité :.....82
1.3 Matières volatiles (MV) :.....83
1.4 Taux de cendres :.....83
1.5 Massevolumique :.....83
1.6 Potontiel d'hydrogène (pH) :.....83
1.7 Conductivité electrique (χ) :.....84
1.8 Taux de gonflement Taux d'humidité des disques:.....84
2 Analyse spectrométrie infrarouge:.....85
3 Etude de l'influence des propriétés de l'adsorbant et des conditions opératoires sur l'adsorption du Rouge Congo (RC):.....87
3.1 Spectre D'absorption UV-visible du rouge Congo 87
3.2 Courbe d'étalonnage du Rouge Congo :.....88
3.3 pH du point de charge nulle (pHpzc) :.....88
4 Adsorption du Rouge Congo:.....90
4.1 Temps de contact :.....90
4.2 Effet du pH:.....92
4.3 Effet de la masse:.....93
4.4 Effet de la température:.....94
4.5 Effet de la concentration :.....96
5 Modélisation des isothermes d'adsorption:.....98
Conclusion.....103
Références bibliographiques.....104
Conclusion générale et perspectives…….....107

Chapitre I :Approche bibliographique sur la pollution des eaux et les colorant

Tableau I.1: Principaux groupes chromophores.....15

Tableau I.2: Colorants distinctifs utilisés dans les opération de coloration du textile.....16

Tableau I.3: Valeurs limitées des paramètres de rejet d'effluents dans un milieu récepteur (journal officiel de la république Algérienne,2006).....22

Tableau I.4: Principales propriétés physico-chimiques du rouge Congo "RC".....25

Chapitre II:Procédés d'élimination des colorants textiles dans les effluents liquides

Tableau II.1: Différences principales entre l'adsorption physique et chimique.....42

Tableau II.2: Classification des adsorbants selon leur origine 45

Chapitre III:Matériels et méthodes

Tableau III.1: Produit chimiques utilisés.....57

Tableau III.2: Liste des équipements utilisés 61

Chapitre IV:Résultats et discussion

Tableau IV.1: Caractérisation de la matière première ''Boue brute''.....83

Tableau IV.2: Caractérisation des disques 85

Tableau IV.3: Caractérisation et interprétations des spectres FITR de (Bbrute),(Bbrut.activ),(Bcalciné)et (Bcalc.activ).....86

Tableau IV.4: Modélisation des isothermes de Langmuir et freundlich.....101

Chapitre I :Approche bibliographique sur la pollution des eaux et les colorant

Figure I.1: Sources naturelles de colorants d'origine végétale et animale:.....13

Figure I.2: Structure de Rouge Congo (formule chimique:$C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$).....24

Figure I.3: Structure de Rouge Congo à :(a)pH>5,2 et (b) pH<5,2.....25

Chapitre II:Procédés D'élimination des colorants textiles dans les effluents liquides

Figure II.1: Caractéristiques et interactions à prendre encompte dans un système ternaire adsorbant/adsorbat/solvant:.....40

Figure II.2:Mécanisme de diffusion de l'adsorbat vers l'adsorbant:.....40

Figure II.3: Adsorption physique et adsorption chimique.....41

Figure II.4: Plan de la situation géographiques de la STEP de Médéa (source Google earth) (photo originale 2025).....46

Figure II.5: Lits de séchages de la station d'épuration d'Oued Lahrach-Médéa 50

Chapitre III:Matériels et méthodes

Figure III.1: Présentation d'une structure d'alginate,(a)monomères mannuronate M et guluronate G, (b) conformation des chaînes,(c) exemple d'enchaînement des blocs M,blocs G et blocs alternés MG dans une chaîne d'alginate.....59

Figure III.2: Indicateur de pH de Rouge Congo 60

Figure III.3: Zone de stokage de la boue utilisée 62

Figure III.4: Lavage de la boue utilisée.....63

Figure III.5:Séchage de la boue utilisé.....63

Figure III.6: Broyage de la boue utilisée.....64

Figure III.7: Tamisage de la boue 65

Figure III.8:Étapes de préparation de l'adsorbant.....65

Figure III.9:a)Boue brut broyé, b)Boue calciné(résidu minéral).....67

Figure III.10: Mesure du la masse volumique de la boue.....68

Figure III.11: Mesure du pH et de la conductivité électrique de la boue.....69

Figure III.12:Réticulation de l'alginate par diffusion du réticulant à travers la surface de la

disque en formation.....70

Figure III.13: Schéma du procédé de fabrication d'un disque boue/Alginate.....71

Figure III.14: Préparation de la solution mère et des solutions filles de RC.....73

Figure III.15: Schéma du principe de fonctionnement d'un FTIR.....77

Chapitre IV:Résultats et discussion

Figure IV.1: Spectre FTIR de (Bbrute),(Bbrut.activ),(Bcalciné)et(Bcalc,activ).....85

Figure IV.2: Spectre d'adsorbance du Rouge Congo.....87

Figure IV.3: Courbe d'étalonnage du Rouge Congo.....88

Figure IV.4:pHpzc de la boue calcinée et ses dérivés 89

Figure IV.5:pHpzc d'alginate de soduim.....89

Figure IV.6:pHpzc de la boue brute et ses dérivés.....90

Figure IV.7: Evolution du rendement d'adsorption de RC par les biomatériaux en fonction du temps pH=pHpzc, m=0,2g W=250tr/min,[RC]=200mg/l et T=25°C 91

Figure IV.8: Evolution de la quantité adsorbée de RC en fonction de différents pH,m=0,2g W=250tr/min,[RC]=200mg/l et T=25°C.....92

Figure IV.9: Effet de variation de la masse des biomatériaux sur le rendement d'adsorption de RC ,W=250tr/min,pH=pHpzc,[RC]=200mg/l et T=25°C.....93

Figure IV.10: Effet de la température sur le rendement d'élimination de RC par lesbiomatériaux m=0,2g,W=250tr/min,pH=pHpzc,[RC]=200mg/l.....95

Figure IV.11.a: Effet de la concentration sur le rendement d'élimination de RC par Bb,Bba,Bc,Bca,Bca m=0,2g,W=250tr/min,pH=pHpzc,[RC]=200mg/l.....96

Figure IV.11.b: Effet de la concentration sur le rendement d'élimination de RC par les disques élaborés Boue /Alginate m=0,2g,W=250tr/min,pH=pHpzc,[RC]=200mg/l.....97

Figure IV.12.a: Linéarisations de l'équation de Langmuir et frandlich de l'adsorption de Rouge Congo sur la Bbrute, la Bcalciné et la Bcalc.activ.....99

Figure IV.12.b: Linéarisation de l'équation de Langmuir et frandlich de l'adsorption de Rouge sur la Bbrute, la Bcalciné et la Bcal.activ.....101

Introduction Générale

INTRODUCTION GENERALE

La dégradation de l'environnement est devenue l'un des enjeux majeurs du XXIe siècle, affectant aussi bien les écosystèmes naturels que la santé humaine. Parmi les différentes formes de pollution, la contamination des milieux aquatiques constitue une menace préoccupante, en raison de la pression croissante exercée par les activités industrielles, agricoles et domestiques **[1]**. L'eau, ressource vitale, est de plus en plus exposée à des polluants organiques et inorganiques, notamment les ***colorants synthétiques***, les ***métaux lourds***, et les ***composés pharmaceutiques***, qui peuvent persister longtemps dans l'environnement et s'accumuler dans les chaînes trophiques **[2]**.

Parmi ces contaminants, les colorants anioniques, tels que le ***Rouge Congo*** ''***RC***'', sont particulièrement problématiques en raison de leur structure complexe, leur résistance aux traitements conventionnels, et leur toxicité potentielle **[3]**. Leur rejet, même à faibles concentrations, altère non seulement l'esthétique des milieux aquatiques, mais affecte également la photosynthèse et la biodiversité aquatique **[4]**.

Face à ces défis, plusieurs technologies de traitement des effluents ont été développées : coagulation-floculation, oxydation avancée, ultrafiltration, osmose inverse, …etc. Toutefois, ces méthodes présentent des limites en termes de coûts, d'efficacité ou de production de sous-produits secondaires **[5,6]**.

Dans ce contexte, l'***adsorption*** s'impose comme une technique prometteuse, en raison de sa simplicité, de sa flexibilité, de son efficacité à faible et à forte concentration et de sa faible consommation énergétique **[7]**.

Cependant, l'un des principaux obstacles à l'adoption généralisée de cette technologie reste le coût élevé des adsorbants commerciaux, tels que le charbon actif. D'où l'intérêt croissant pour le développement d'adsorbants alternatifs issus de déchets naturels ou industriels, alliant efficacité, durabilité et rentabilité économique **[8,9]**.

C'est dans cette optique que s'inscrit le présent travail, qui vise à valoriser des matériaux naturels sous-exploités, en l'occurrence la boue d'épuration issue du traitement biologique de la station d'épuration des eaux usées urbaines de ***Oued***

Lahrache (Médéa), en tant que précurseur d'adsorbants pour le traitement des effluents colorés.

Différentes formes de boue ont été préparées : boue brute, boue activée chimiquement, boue calcinée et boue calcinée activée. Afin d'améliorer leurs propriétés mécaniques, leur stabilité et leur aptitude à la régénération, ces boues ont été incorporées dans une matrice polymérique à base d'alginate de sodium, pour former des composites sous forme de disques bioadsorbants **[10,11]**.

L'objectif principal de cette étude est *d'**évaluer les performances de ces matériaux*** dans l'élimination du ***Rouge Congo*** en solution aqueuse, à travers l'étude de l'impact de plusieurs paramètres (temps de contact, pH, concentration initiale, masse d'adsorbant et température). Les données expérimentales seront modélisées à l'aide des isothermes de Langmuir et de Freundlich, permettant d'analyser les mécanismes d'interaction entre l'adsorbant et le colorant **[12]**.

Au-delà de leur intérêt scientifique, ces travaux s'inscrivent dans une démarche d'économie circulaire et de gestion durable des déchets urbains en Algérie, en réintégrant un résidu problématique « ***la boue d'épuration*** » dans une chaîne de valorisation environnementale.

Ce travail est structuré en deux principales parties :

1ère Partie : Approche bibliographique, comprend deux chapitres théoriques destinés à poser les bases scientifiques et contextuelles du projet.

- ***Chapitre I :*** Ce chapitre propose une revue bibliographique approfondie sur les colorants synthétiques, en mettant l'accent sur leur structure, leurs sources industrielles, leurs mécanismes de toxicité et leur impact sur l'environnement et la santé humaine.
- ***Chapitre II :*** Ce chapitre est consacré à l'étude des différentes techniques de traitement des effluents liquides, avec une attention particulière portée à la technologie d'adsorption.

2ème Partie : Approche expérimentale, composée des chapitres III et IV, est consacrée à la mise en œuvre pratique du projet, incluant l'élaboration, la caractérisation et l'évaluation des performances des bioadsorbants développés.

- ***Chapitre III :*** Ce chapitre décrit en détail les méthodes expérimentales mises en œuvre, ainsi que le matériel utilisé.
- ***Chapitre IV :*** Ce chapitre constitue le noyau du travail expérimental. Il présente et analyse les résultats obtenus lors de l'application des bioadsorbants à l'élimination du ***Rouge Congo*** en solution aqueuse.

Conclusion générale : une synthèse globale des résultats obtenus est proposée, mettant en évidence les avancées scientifiques et les perspectives de valorisation des boues d'épuration comme matériaux adsorbants écologiques et efficaces. Cette conclusion ouvre la voie à de futures recherches axées sur *l'**optimisation des bioadsorbants*** et leur ***intégration à grande échelle*** dans les filières de traitement des eaux usées industrielles ou domestiques.

Références bibliographiques

[1] Crini, G., & Lichtfouse, E. **(2019)**. Advantages and disadvantages of techniques used for wastewater treatment. *Environmental Chemistry Letters*, 17(1), 145–155.

[2] Ali, I. **(2021)**. Water pollution and its treatment. *Environmental Science and Pollution Research*, 28, 26002–26003.

[3] Katheresan, V., Kansedo, J., & Lau, S.Y. **(2018)**. Efficiency of various recent wastewater dye removal methods: A review. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 6(4), 4676–4697.

[4] Ouali, A. et al. **(2022)**. Application of natural adsorbents in dye removal: A review. *Journal of Cleaner Production*, 351, 131571.

[5] Malakootian, M. et al. **(2020)**. A review on hybrid processes for wastewater treatment: Design, performance and cost evaluation. *Separation and Purification Technology*, 241, 116651.

[6] Mahmoud, M.E. et al. **(2023)**. Recent advancements in biosorbents for dye removal: Mechanisms and challenges. *Bioresource Technology Reports*, 22, 101500.

[7] Foo, K. Y., & Hameed, B. H. **(2019)**. Insights into the modeling of adsorption isotherms. *Chemical Engineering Journal*, 156(1), 2–10.

[8] Miretzky, P., & Cirelli, A.F. **(2020)**. Adsorption of dyes on low-cost materials: Review. *Environmental Chemistry Letters*, 18(3), 1117–1138.

[9] El Haddad, M. et al. **(2021)**. Low-cost biosorbents from biomass residues for wastewater treatment: Review. *Environmental Technology & Innovation*, 24, 101867.

[10] Kausar, A., Iqbal, M., Javed, A., Aftab, K., Nazli, Z.I., Bhatti, H.N., & Nouren, S. **(2018)**. Dyes adsorption using clay and modified clay: A review. *Journal of Molecular Liquids*, 256, 395–407.

[11] Ashraf, M.A., et al. **(2023)**. Bio-composites based on alginate for water treatment: Synthesis, properties and applications. *Environmental Research*, 218, 114985.

[12] Tran, H.N., et al. **(2022)**. A comprehensive review on isotherm modeling for adsorption. *Journal of Environmental Management*, 307, 114533.

PARTIE I

Synthèse Bibliographique

Chapitre I
Approche bibliographique sur la pollution des eaux et les Colorants textiles

Introduction :

L'eau est une ressource indispensable à la vie et un pilier essentiel de notre planète. Elle joue un rôle crucial dans le maintien des écosystèmes et le bon fonctionnement des processus vitaux de la biosphère. Cependant, la pollution de l'eau est devenue une préoccupation mondiale majeure, affectant toutes les sources d'eau, des rivières aux océans. Cette pollution résulte principalement du rejet d'eaux usées non traitées ou insuffisamment épurées, entraînant la dégradation des milieux aquatiques et posant de graves menaces pour l'environnement et la santé humaine **[1]**.

Dans ce chapitre, nous explorerons en profondeur les diverses formes de pollution de l'eau, en mettant particulièrement l'accent sur les polluants chimiques tels que les colorants. Nous examinerons la chimie des colorants, leur classification, leurs mécanismes d'interaction avec les milieux aquatiques et leurs impacts écologiques. Enfin, une analyse détaillée des pigments et de leurs effets potentiels sur l'environnement et la santé humaine sera également élaborée.

1 Pollution :

1.1 Definition de la pollution:

La pollution se définit comme l'introduction ou la présence d'agents perturbateurs dans un milieu naturel, entraînant des altérations des écosystèmes et des conséquences potentiellement néfastes pour les organismes vivants. Bien que les activités humaines constituent la principale source de pollution, certains phénomènes naturels tels que les éruptions volcaniques, les tempêtes ou les séismes peuvent également libérer des polluants dans l'environnement **[2]**.

1.2 Définition de la pollution de l'eau :

La pollution de l'eau correspond à la modification des paramètres physicochimiques, biologiques ou bactériologiques de l'eau par l'introduction de substances indésirables, telles que des matières solides en suspension, des métaux lourds, des composés organiques ou des agents pathogènes. Ces altérations perturbent l'équilibre écologique

du milieu aquatique, rendant l'eau inapte à la consommation humaine, à l'irrigation, aux processus industriels ou à la survie des organismes aquatiques **[3]**.

D'après le dictionnaire Larousse :

Selon Larousse, la pollution est définie comme la dégradation d'un milieu naturel par l'introduction de substances étrangères susceptibles de perturber son équilibre écologique. Ces substances peuvent être d'origine industrielle, domestique ou naturelle, telles que les déchets, les produits chimiques, les émissions gazeuses ou les sédiments volcaniques **[4]**.

1.3 Origine et causes de la pollution de l'eau :

La pollution des eaux (rivières, lacs, cours d'eau, …etc) représente l'une des formes les plus préoccupantes de contamination environnementale. Ces milieux reçoivent de grandes quantités de polluants issus des rejets industriels (métaux lourds, hydrocarbures, solvants), des effluents agricoles (nitrates, phosphates, pesticides) et des activités domestiques (eaux usées, détergents, matières organiques). Cette pollution peut provoquer l'eutrophisation, une diminution de l'oxygène dissous, la prolifération d'algues toxiques, ainsi que des déséquilibres majeurs dans les chaînes trophiques aquatiques. Elle constitue une menace directe pour la biodiversité, la qualité de l'eau potable et la santé publique **[5]**.

1.3.1 Rejets urbains :

Les eaux usées issues des zones urbaines, incluant les ménages, les établissements publics, les activités artisanales et commerciales, représentent une source majeure de pollution. Elles contiennent une large gamme de polluants : détergents, graisses, matières organiques biodégradables, microplastiques, résidus pharmaceutiques, hormones et métaux lourds. En l'absence de traitement adéquat, ces rejets contribuent à la contamination chimique et microbiologique des milieux aquatiques, favorisant le développement de pathogènes et l'appauvrissement en oxygène dissous **[6]**.

1.3.2 Rejets agricoles :

L'agriculture est l'une des principales causes de pollution diffuse. Le ruissellement des eaux de pluie sur les sols agricoles entraîne l'entraînement d'engrais azotés et phosphatés, de pesticides (herbicides, fongicides, insecticides), ainsi que de matières organiques vers les nappes phréatiques et les cours d'eau. Ces intrants agricoles provoquent des phénomènes d'eutrophisation, nuisent à la biodiversité aquatique, perturbent les cycles biogéochimiques et peuvent contaminer l'eau potable avec des nitrates ou des résidus toxiques **[7]**.

1.3.3 Rejets industriels :

Les rejets industriels varient considérablement selon le secteur d'activité, mais ils constituent souvent une source concentrée de polluants. Les effluents peuvent contenir **[8]** :

- ✓ ***Déchets organiques*** *:* issus des industries agroalimentaires, papetières, sucrières et pharmaceutiques.
- ✓ ***Polluants chimiques*** *:* hydrocarbures (pétrochimie), solvants chlorés, métaux lourds comme le plomb, le mercure, le cadmium, le chrome (industries minières, métallurgie, tannerie, construction mécanique).
- ✓ ***Colorants et dissolvants*** *:* fréquemment utilisés dans l'industrie textile, la teinturerie et la fabrication de peintures (par exemple : azoïques, phtalates, phénols).

Ces rejets ont un impact considérable sur les écosystèmes aquatiques, provoquant des effets toxiques, mutagènes ou cancérigènes sur la faune et la flore. Ils peuvent également affecter les chaînes alimentaires et nécessitent des systèmes de traitement spécifiques, incluant des procédés physico-chimiques, biologiques ou membranaires pour réduire leur charge polluante avant rejet dans l'environnement.

1.4 Principaux polluants de l'eau :

1.4.1 Matières en suspension (MES) :

Les matières en suspension (MES) sont des particules solides dont la taille dépasse généralement 10 µm. Leur élimination nécessite des procédés physiques comme la décantation lente ou la filtration. Elles sont abondantes dans les eaux de surface et contribuent fortement à la turbidité et à la coloration de l'eau.

Elles peuvent être d'origine **[9]** :

- ***Minérale*** *:* quartz, limons, argiles, sels minéraux insolubles, etc.
- ***Organique*** *:* débris de végétaux, résidus animaux, matières organiques en décomposition.

En plus de ces substances, l'eau peut contenir une charge biologique composée de micro-organismes tels que bactéries, virus, algues, protozoaires et plancton, susceptibles de poser des risques sanitaires.

1.4.2 Matières organiques (MO) :

Les matières organiques dans l'eau proviennent de la dégradation de substances naturelles (animales et végétales) ou synthétiques, souvent issues de rejets urbains, agricoles (épandage, pesticides) et industriels. Elles subissent des processus de décomposition biologique, conduisant à la formation de produits intermédiaires parfois toxiques.

Au stade final de la minéralisation, sous l'effet de bactéries aérobies ou anaérobies, la matière organique est transformée en éléments simples tels que le dioxyde de carbone (CO_2), l'azote (N), le phosphore (P) et l'eau. Le rapport carbone/azote (C/N) est un indicateur important de cette dynamique **[10]**.

1.4.3 Métaux lourds :

Les métaux lourds sont des éléments métalliques ou des métalloïdes ayant une densité

supérieure à 5 g/cm³. Malgré leur faible concentration dans les milieux aquatiques (en µg/L), ils présentent une toxicité élevée liée à leur caractère bioaccumulatif et leur persistance**.**

Les plus préoccupants sont **[11]** :

- ***Plomb (Pb)*** : neurotoxique, surtout dangereux pour les enfants.
- ***Mercure (Hg)*** : toxique pour le système nerveux central.
- ***Cadmium (Cd)*** : nocif pour les reins et les os.

Ces éléments proviennent des effluents industriels, des batteries, des pigments, des engrais phosphatés et de la combustion de combustibles fossiles. Leur accumulation dans les organismes vivants peut avoir des effets cancérigènes, mutagènes et reprotoxiques.

1.4.4 Sels minéraux :

Les sels minéraux sont des substances inorganiques dissoutes dans l'eau. À faibles concentrations, certains d'entre eux sont essentiels à la vie (calcium 'Ca^{2+}', magnésium 'Mg^{2+}', potassium 'K^{+}', sodium 'Na^{+}'). Cependant, à forte concentration, ils peuvent dégrader la qualité de l'eau, affecter le goût, corroder les installations et rendre l'eau impropre à certaines utilisations industrielles ou agricoles.

Une concentration excessive de sels (notamment les nitrates 'NO_3^{-}', chlorures 'Cl^{-}', ammonium 'NH_4^{+}' ou sulfates 'SO_4^{2-}') peut aussi présenter un risque sanitaire **[12]**.

1.4.5 Pesticides :

Les pesticides sont des composés chimiques utilisés en agriculture pour lutter contre les ravageurs. Ils peuvent contaminer les eaux de surface et souterraines par ruissellement ou infiltration. On retrouve souvent des traces d'herbicides, d'insecticides et de fongicides dans les eaux destinées à la consommation humaine.

Selon l'Organisation mondiale de la santé 'OMS', l'eau constitue l'un des vecteurs majeurs d'exposition chronique aux pesticides, après les aliments. Leur persistance et leur effet cumulatif posent des risques pour la santé humaine et l'environnement **[13].**

1.4.6 Matières fertilisantes :

La présence excessive d'azote et de phosphore dans les cours d'eau favorise la prolifération des algues, réduisant la pénétration de la lumière et entraînant une consommation accrue de l'oxygène dissous disponible dans l'eau et nuisant à la biodiversité. Ce phénomène, connu sous le nom d'eutrophisation, perturbe les écosystèmes aquatiques. Cette pollution provient principalement des eaux usées urbaines, de certains rejets industriels et du ruissellement des eaux chargées d'engrais utilisés en agriculture **[14]**. Ceci peut entraîner la formation de zones mortes et altérer la qualité de l'eau potable.

2 Colorants:

La couleur joue un rôle fondamental dans la perception visuelle, la communication, ainsi que dans de nombreux secteurs industriels et artistiques. Elle est omniprésente dans la nature, observable dans les fleurs, les insectes, les minéraux, et les tissus végétaux. Depuis l'Antiquité, les civilisations ont exploité les ressources naturelles pour extraire des colorants, utilisés dans l'art, la décoration et l'habillement **[15]**.

2.1 Historique :

Depuis la préhistoire, les colorants jouent un rôle fondamental dans les pratiques culturelles, artistiques et artisanales des civilisations humaines. Les premières utilisations remontent à plus de 40 000 ans, avec l'emploi de pigments naturels pour l'art rupestre, comme l'ocre rouge (hématite), l'oxyde de manganèse ou le charbon végétal, observés dans des sites comme Lascaux ou Chauvet **[16]**.

Jusqu'au milieu du XIX^{e} siècle **[17]**, seuls des colorants d'origine naturelle étaient employés. Ces substances, extraites de plantes (indigo, curcuma, garance), d'animaux

(cochenille) ou de minéraux (azurite, cinabre), étaient utilisées pour la teinture de textiles, la fabrication d'encres ou les cosmétiques. Ces colorants naturels sont principalement constitués de composés aromatiques, comme l'alizarine (issue de la garance) ou l'indigo (extrait de l'Indigofera tinctoria).

Un tournant majeur se produit en 1856 avec la découverte accidentelle de la mauvéine par William Henry Perkin **[18]**, marquant la naissance de la chimie des colorants de synthèse. Cette innovation ouvre la voie à l'industrialisation massive de la production de colorants, supplantant progressivement les sources naturelles en raison de leur coût réduit, de leur intensité colorante accrue et de leur meilleure tenue.

2.2 Définition :

Les colorants sont des substances, généralement de nature organique, capables de transmettre une couleur durable au support sur lequel ils sont appliqués, que ce soit par adsorption, liaison chimique ou diffusion. Ils peuvent être d'origine ***naturelle*** (extraits de plantes, d'insectes, ou de minéraux) ou ***synthétique*** (produits par des procédés chimiques industriels). Leur utilisation est omniprésente dans de nombreux secteurs : industrie textile, imprimerie, agroalimentaire, cosmétique, biomédecine, et plus récemment, les technologies optiques et électroniques **[19,20]**.

Chimiquement, les colorants possèdent une structure conjuguée riche en chromophores (groupes responsables de l'absorption de la lumière visible, entre 380 et 750 nm) et auxochromes, qui modifient la teinte et solubilisent la molécule. Leur efficacité colorante dépend de la nature chimique du substrat, de la méthode d'application et de la stabilité à la lumière, au lavage ou aux agents chimiques **[21]**.

On estime aujourd'hui qu'il existe environ ***8 000 colorants synthétiques commerciaux***, regroupés sous plus de ***40 000 appellations industrielles***, disponibles sous différentes formes : poudres, granulés, pâtes ou solutions aqueuses concentrées **[22]**.

Cependant, le ***rejet non contrôlé de ces composés dans l'environnement*** constitue une source majeure de pollution des eaux, notamment dans les régions à forte activité

textile. Certains colorants synthétiques sont résistants à la biodégradation, bioaccumulables, voire ***toxiques, mutagènes ou cancérigènes***, ce qui soulève d'importants enjeux écotoxicologiques **[23]**.

2.3 Types de colorants :

2.3.1 Colorants naturels :

Les colorants naturels sont issus de sources biologiques variées, principalement ***végétales*** (racines, graines, écorces, fleurs, fruits), mais aussi ***animales*** (comme la cochenille ou le murex) et ***microbiennes*** (certains champignons ou bactéries pigmentaires). Ils comprennent des familles chimiques diverses : anthocyanes, caroténoïdes, chlorophylles, flavonoïdes, quinones, et indigoïdes **[17]**.

Historiquement utilisés dans la teinture des textiles, leur usage a décliné avec l'avènement des colorants synthétiques, en raison de leur coût élevé, de leur stabilité limitée et de leur rendement colorant inférieur. Toutefois, les colorants naturels font aujourd'hui un retour progressif dans les domaines alimentaire**,** cosmétique et pharmaceutique, en raison de leur biodégradabilité, de leur non-toxicité et de la pression réglementaire croissante en faveur d'alternatives écologiques **[24]**.

Les sources naturelles de colorants d'origine végétale et animale sont représentées comme suit :

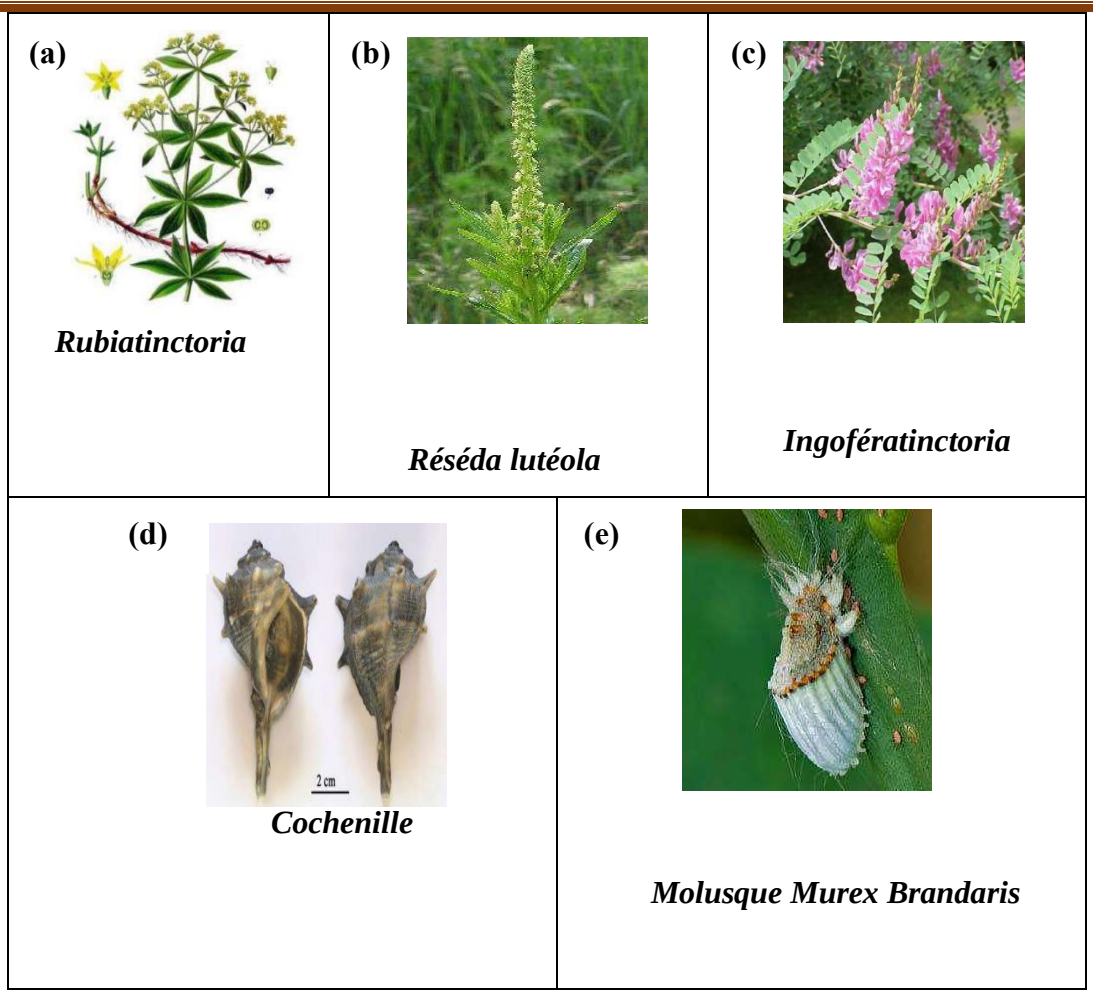


Figure I. 1: Sources naturelles de colorants d'origine végétale et animale

2.3.2 Colorants synthétiques

À l'heure actuelle, les colorants synthétiques prédominent dans les secteurs industriels en raison de leur coût relativement bas, de leur stabilité élevée et de la diversité des teintes qu'ils permettent d'obtenir. Synthétisés à partir de dérivés pétrochimiques tels que le benzène, le toluène, le naphtalène, le xylène et l'anthracène, ces composés offrent des propriétés colorantes modulables et répondent aux exigences spécifiques des industries textiles, alimentaires, pharmaceutiques et cosmétiques **[25]**.

La synthèse chimique permet non seulement de produire ces colorants à grande échelle et en peu de temps, mais aussi de les formuler pour obtenir une bonne solubilité, une fixation efficace sur les substrats, ainsi qu'une résistance à la lumière, à l'eau ou

aux agents chimiques. Toutefois, leur rejet incontrôlé dans l'environnement soulève d'importants problèmes éco-toxicologiques, car bon nombre de ces substances sont peu biodégradables, voire toxiques ou mutagènes **[26]**.

2.4 Classification des colorants :

La couleur d'un colorant provient de la présence de ***groupes chromophores***, tels que les groupes azo (-N=N-), nitro (-NO_2), carbonyle (-C=O), ou quinonoïdes capables d'absorber l'énergie lumineuse dans le spectre du visible (380 à 750 nm). Cette absorption est liée à des transitions électroniques, principalement dues aux électrons π des doubles liaisons conjuguées présentes dans la structure du colorant. La présence de groupes auxochromes (comme –OH, –NH_2, –SO_3H) associés aux chromophores modifie la longueur d'onde d'absorption et intensifie la couleur perçue, en facilitant ou en stabilisant les transitions électroniques. Plus une molécule possède de liaisons conjuguées, plus l'absorption se déplace vers les grandes longueurs d'onde, ce qui engendre une teinte plus intense ou différente.

En fonction de leur comportement chimique et de leur méthode d'application, les colorants peuvent être classés en plusieurs catégories : colorants acides, basiques, réactifs, directs, dispersés, sulfurés, mordants, …etc. Chaque type est adapté à des substrats spécifiques (coton, laine, polyester, etc.) et à des conditions d'application particulières (pH, température, fixation) **[27]**.

2.4.1 Principaux groupes chromophores et auxochromes

Les groupes chromophores et les groupes auxochromes sont essentiels à la perception de la couleur. Les chromophores sont les groupes d'atomes responsables de l'absorption d'une longueur d'onde spécifique de la lumière, ce qui donne une couleur aux composés. Les auxochromes, quant à eux, modifient la couleur des chromophores en

déplaçant la longueur d'onde d'absorption, soit vers les longueurs d'onde plus courtes (hypsochrome) ou plus longues (bathochrome).

Sont regroupés dans le tableau suivant **[28]** :

Tableau I. 1: Principaux groupes chromophores

Groupe Chromophore	*Groupe Auxochromes*
–N=N– (azo)	– NR2 amine tertiaire
– CH=	– NHR amine secondaire
– CR= mèthine	– NH2 amine primaire
– C=NH azométhine	– OCH3méthoxyle
– C=N– azométhine N substitué	– OH hydroxyle
–N=O nitro	– I iodo
>C=O carbonyle	–Br bromo
>C=S thiocarbonyle	– Cl chloro
–NO2 nitro	

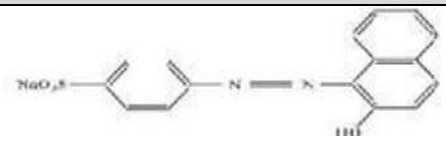
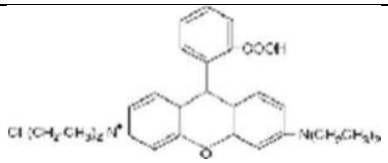
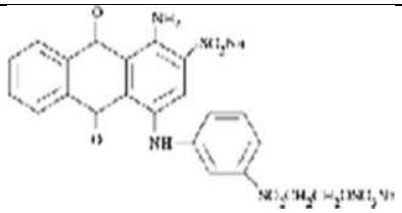
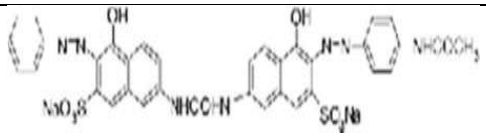
2.4.2 Classification des colorants selon le mode d'utilisation :

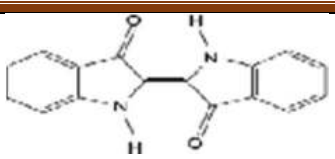
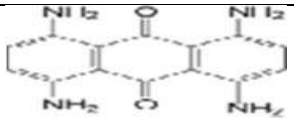
Les colorants sont classés selon trois principaux critères : leur mode d'application (direct, réactif, dispersé, …etc.), leur structure chimique (chromophore, …etc.), et leur solubilité (hydro- ou lipo-soluble). Cette classification permet d'identifier les colorants les plus adaptés à une application spécifique, comme la teinture de textiles ou l'utilisation en plastiques

Le tableau ci-dessous présente les principales classes de colorants et leurs caractéristiques **[29-31] :**

Les Colorants distinctifs utilisés dans les opérations industrielles de coloration du textile 'Tissus, fibres, papier, …etc' sont classifiés dans le tableau ci-dessous :

Tableau I.2: Colorants distinctifs utilisés dans les opérations de coloration du textile

Classe de colorants	***Description***	***Example***	***Taux de Fixation %***
Acide	Composés anioniques, hydrosolubles	 Acide Orange 7	**80-93**
Basiques	Hydrosolubles, appliqués dans les bains teinture, faiblement acides	 Rhodamine B	**97-98**
Réactifs	Composés hydrosolubles et anioniques : la classe la plus grande de colorants est celle des colorants azoïques	 Reactive Blue 19	**50-80**
Directs	Sont des composés hydrosolubles et anioniques qui peuvent être appliqués directement aux fibres cellulosiques sans mordant	 Direct Red 23	**70-95**
Colorants à mordant (au chrome)	Azoïques et anthraquinoniques	 Mordant orange 6	**90-95**

De cuve	Sont insolubles dans l'eau, les plus anciens et chimiquement complexes	 Indigo	**80-95**
Dispersé	Insolubles	 Disperseblue	**80-92**

2.5 Applications des colorants :

Les colorants sont largement utilisés dans divers domaines, notamment :

2.5.1 Industrie Textile et impression :

La teinture et l'impression des textiles représentent environ **60 %** de la consommation mondiale de colorants. Ils sont appliqués sur divers types de fibres naturelles (coton, laine, soie) et synthétiques (polyester, nylon, acrylique), afin de conférer aux tissus des couleurs stables, durables et attrayantes **[32]**.

Autres matériaux *:*

- ***Traitement du cuir et des fourrures :***

  Les colorants sont utilisés dans l'industrie du cuir (environ **3 %** de l'utilisation globale) pour la coloration des peaux d'animaux, fourrures et produits dérivés, nécessitant souvent des colorants spécifiques en raison de la composition chimique du support **[33]**.

- ***Plasturgie et caoutchouc :*** Environ **10 %** des colorants sont employés pour teinter des polymère (plastiques, feuilles synthétiques, caoutchouc, …etc), où ils doivent résister à la chaleur, à la lumière et aux agents chimiques **[34]**.

2.5.2 Industrie du papier et des encres :

Les colorants sont également largement utilisés dans la fabrication des encres d'impression, des papiers décoratifs et des papiers peints. Ils doivent y garantir une bonne solubilité et une forte intensité colorante sans détérioration du support **[35].**

2.5.3 Secteur de la construction :

Certains colorants sont incorporés aux matériaux de construction, notamment dans les enduits colorés, les peintures à la chaux ou les bétons colorés, pour des usages architecturaux et décoratifs.

2.5.4 Secteurs alimentaire, médical et cosmétique :

Les colorants alimentaires (additifs de type E100-E199) sont utilisés pour améliorer l'apparence des aliments. D'autres types de colorants sont incorporés aux ***produits pharmaceutiques*** (gélules, sirops) et ***cosmétiques*** (rouges à lèvres, shampooings) sous des formes strictement réglementées afin d'éviter les effets toxiques ou allergènes **[36,37]**.

2.6 Impact des colorants sur l'environnement et la santé :

2.6.1 Impacts environnementaux :

Les activités de l'industrie textile, notamment celles liées à la teinture, génèrent une quantité importante d'eaux usées contenant des composés chimiques complexes et persistants. Parmi eux, les colorants synthétiques sont particulièrement préoccupants en raison de leur faible biodégradabilité, leur stabilité chimique et leur visibilité à de très faibles concentrations (<1 mg/L), altérant fortement l'esthétique et la qualité des eaux de surface **[23,38].**

Le processus de teinture utilise divers produits chimiques, notamment des sels, des détergents, des agents complexants, des acides organiques et des adjuvants, qui contribuent à la pollution physico-chimique des milieux aquatiques. Le rejet non traité ou partiellement traité de ces effluents provoque **[39]** :

- Une forte charge organique et chimique dans l'eau
- L'eutrophisation due à l'apport en azote et en phosphore
- La réduction de la transparence et de la photosynthèse aquatique, une perturbation des écosystèmes aquatiques.

De plus, plusieurs colorants possèdent des structures aromatiques complexes et hétérocycliques (exemple : Colorants azoïques), capables de bioaccumulation dans les organismes vivants, avec un transfert possible tout au long de la chaîne trophique. Cela représente une menace non négligeable pour la faune aquatique et les populations humaines dépendantes de ces ressources **[40]**.

2.6.2 Impact des colorants dans les eaux résiduaires

L'industrie textile mondiale consomme chaque année plus de 10 000 tonnes de colorants, dont environ 100 tonnes sont rejetées directement dans les milieux aquatiques, entraînant une pollution visible et persistante des ressources en eau **[41,42]**.

Cette pollution est principalement due à l'inefficacité du processus de fixation des colorants, en particulier avec les colorants réactifs, dont jusqu'à 50 % peuvent ne pas se fixer sur les fibres et être rejetés dans les eaux usées **[43,44]**

En Algérie, selon les données du Ministère de l'Aménagement du Territoire et de l'Environnement relayées par le Centre d'Activités Régionales pour la Production Propre (CAR/PP), la consommation annuelle de colorants et pigments dans l'industrie textile s'élève à 40,12 tonnes. Toutefois, seulement 30 % des entreprises opérant dans les sous-secteurs de la teinture, de l'impression et du finissage disposent d'un système de traitement des eaux usées. Le reste (70 %) procède à des rejets directs dans les milieux récepteurs sans traitement préalable **[45].**

Cette absence d'épuration contribue à la forte coloration des eaux de rejet, souvent intensifiée par l'utilisation excessive de colorants afin de compenser la faible affinité entre certains colorants et les substrats textiles [46]. La couleur visible persiste même à des concentrations inférieures à 1 mg/L, ce qui nuit non seulement à l'esthétique des

milieux aquatiques, mais perturbe également la photosynthèse des organismes aquatiques en bloquant la lumière solaire **[47].**

2.6.3 Impacts des colorants sur la santé :

Certains colorants synthétiques, notamment les colorants azoïques, peuvent subir une réduction métabolique libérant des amines aromatiques cancérigènes. Plusieurs études ont montré que l'exposition chronique à ces substances peut entraîner :

- **Effets génotoxiques et mutagènes :** perturbation de l'ADN, augmentation du risque de cancers, notamment thyroïdien, vésical ou des glandes surrénales **[48].**
- **Toxicité neurologique :** altération des neurotransmetteurs, troubles du développement neurologique et effets neurodégénératifs.
- **Effets physiologiques** *:* inhibition enzymatique, augmentation de la perméabilité intestinale, perturbations endocriniennes, effets immunologiques.
- **Allergies et sensibilisation cutanée :** réactions allergiques (exemple : Dermatite) chez les personnes exposées aux textiles colorés ou cosmétiques contenant ces substances **[49].**

  Ces effets soulignent la nécessité de renforcer les réglementations sanitaires sur les colorants industriels, en privilégiant les alternatives plus sûres (exple : Colorants biodégradables & naturels) et des procédés de traitement plus performants avant rejet dans l'environnement.

2.7 Normes et réglementation relatives aux rejets d'eaux résiduaires textiles :

La législation environnementale encadrant les rejets d'eaux résiduaires industriels, notamment issus du secteur textile, s'est considérablement renforcée au cours des dernières décennies, en raison de l'impact croissant de ces effluents sur les écosystèmes aquatiques et la santé humaine.

En Algérie, le *Décret exécutif n° 06-141 du 19 avril 2006* constitue le principal cadre réglementaire en vigueur. Il fixe les valeurs limites de rejet dans les milieux hydriques pour les effluents industriels, y compris ceux du secteur textile **[50]**.

Parmi les paramètres surveillés figurent la DCO, la DBO_5, le pH, la température, les matières en suspension (MES) et la coloration. Ces normes s'appliquent aussi bien aux rejets directs qu'indirects et visent à limiter les nuisances chimiques, biologiques et esthétiques des eaux usées **[51]**.

Sur le plan ***international et européen***, la réglementation encadrant l'utilisation des substances dangereuses dans les produits textiles est également très stricte. Le *Règlement (CE) n° 1907/2006 REACH* (Registration, Evaluation, Autorisation and Restriction of Chemicals) constitue aujourd'hui le socle de la législation européenne sur les substances chimiques **[52]**. L'annexe XVII de ce règlement répertorie l'ensemble des substances restreintes, dont plusieurs concernent directement le secteur textile **[53-55]** :

- ***Colorants azoïques*** *:* interdits s'ils libèrent des amines aromatiques cancérogènes.
- ***Formaldéhyde*** *:* restreint pour ses effets irritants et cancérigènes, en particulier dans les textiles pour enfants.
- ***Métaux lourds*** *:* tels que le cadmium, le mercure, le plomb, le nickel et le chrome VI sont strictement régulés pour éviter leur bioaccumulation toxique.
- ***Phtalates*** *:* comme le DEHP, DBP, BBP, et DIBP sont restreints en raison de leurs effets perturbateurs endocriniens.

De plus, des réglementations sectorielles s'ajoutent, comme le *règlement (UE) 2020/2081*, qui impose des critères écologiques stricts pour les produits textiles portant le label écologique européen **[56]**.

Ces mesures visent à protéger non seulement l'environnement, mais aussi le consommateur contre l'exposition à des substances cancérigènes, mutagènes, reprotoxiques (CMR), allergènes ou perturbateurs endocriniens.

Cependant, certaines substances utilisées dans l'industrie textile, comme les colorants allergènes, les composés organiques volatils (COV) ou les produits fluorés, restent insuffisamment régulées malgré leurs effets sanitaires potentiels. Cela souligne la nécessité d'un renforcement continu du cadre réglementaire, ainsi que d'une vigilance toxicologique accrue, en particulier dans les pays en voie de développement où les contrôles réglementaires restent limités **[57,58]**

Tableau I.3: Valeurs limitées des paramètres de rejet d'effluents dans un milieu récepteur **(*journal officiel de la république Algérienne*, 2006) [52]**.

N°	***Paramètres***	***Unité***	***Valeurs limites***	***Toleraces aux valeurs limites anciennes installation***
1	Température	°C	30	30
2	PH	-	6,5-8,5	6,5-8,5
3	MES	mg/L	35	40
4	Azote Kjeldahl	''	30	40
5	Phosphore total	''	10	15
6	DCO	''	120	130
7	DBO_5	''	35	40
8	Aluminium	''	3	5
9	Substances toxiques bioaccumulables	''	0,005	0,01
10	Cyanures	''	0,1	0,15
11	Fluor et composés	''	15	20
12	Indice de phénols	''	0,3	0,5
13	Hydrocarbures totaux	''	10	15
14	Huiles et graisses	''	20	30
15	Cadmium	''	0,2	0,25
16	Cuivre total	''	0,5	1
17	Mercure total	''	0,01	0,05
18	Plomb total	''	0,5	0,75

19	Chrome total	‘’	0,5	0,75
20	Etain total	‘’	2	2,5
21	Manganèse	‘’	1	1,5
22	Nickel total	‘’	0,5	0,75
23	Zinc total	‘’	3	5
24	Fer	‘’	3	5
25	Composés organiques chlorés	‘’	5	7

3 Rouge Congo:

3.1 Définition :

Le **Rouge Congo** est un colorant organique appartenant à la famille des colorants diazoïques. Il possède la formule moléculaire $\mathbf{C_{32}H_{22}N_6O_6S_2Na_2}$ et résulte du couplage de la benzidine diazotée avec un dérivé sulfoné du naphtalène. En solution aqueuse acide, il subit un changement de couleur distinctif vers le bleu. Il s'agit d’un colorant anionique, ce qui signifie qu’il interagit préférentiellement avec les sites cationiques (chargés positivement) des surfaces, telles que les fibres textiles ou les tissus biologiques. Le Rouge Congo joue également le rôle d’indicateur de pH, en raison de ses propriétés acido-basiques **[59].**

3.2 Structure chimique :

Classé dans la catégorie des colorants polyazoïques, le Rouge Congo contient deux groupements azo (-N=N-), qui agissent comme groupes chromophores responsables de sa couleur intense. Ces liaisons sont conjuguées à des cycles aromatiques, ce qui renforce leur absorption dans le visible. La structure du Rouge Congo est représentée à la **Figure I.2 [60,61]**.

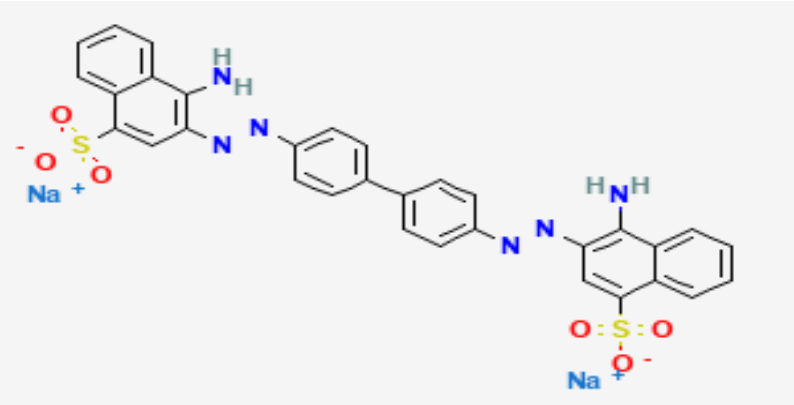


Figure I.2: Structure de rouge Congo (formule chimique : $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$).

3.3 Propriétés du rouge congo :

3.3.1 Propriétés acido-basiques :

Le Rouge Congo présente une variabilité de teinte selon le pH du milieu, ce qui en fait un indicateur colorimétrique utile :

- En **milieu basique**, il apparaît **rouge vif**.
- Entre **pH 3,0 et 5,2**, il adopte une **teinte rose**.
- En **milieu très acide**, il vire au **bleu** en raison de la protonation de ses groupes amines, qui modifie sa structure électronique (**Figure I.3**).

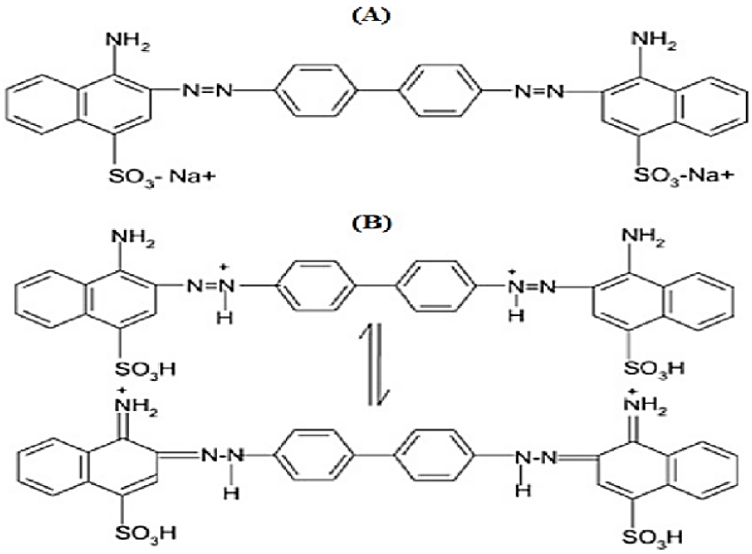


Figure I.3: Structure du Rouge Congo à : (a) pH > 5,2 et (b) pH < 5,2.

3.3.2 Propriétés physico-chimiques :

Ses propriétés physico-chimiques sont résumées dans le tableau suivant **[62,63]** :

Tableau I.3: Principales propriétés physico-chimiques du rouge Congo ‘’**RC**”.

Formule Brute	$C_{32}H_{22}N_6O_6S_2Na_2$
Famille	Colorants directs
Nom IUPAC	Acide benzidinediazo-bis-1-naphtylamine-4-sulfonique
Synonymes	C.I. Direct Res 28
Masse Molaire	696,663 ± 0,04 g mol^{-1}
Apparence	Poudre rouge foncé
Température de fusion	Supérieure à 360 °C
Pression d’ébullition	760 mm Hg
λmax	500 nm
Solubilité dans l’eau	Elevée (25g/L (H_2O), 20 °C)
Utilité	Textile
Tension de vapeur	Faible

3.4 Applications :

Le Rouge Congo est largement utilisé dans de nombreux secteurs **[59,64]** :

- ✓ ***Industrie textile*** : teinture du coton, de la soie et des fibres synthétiques.
- ✓ ***Papeterie, impression et plasturgie*** *:* coloration d’encres, plastiques, papiers.
- ✓ ***Histologie et sciences biomédicales*** *:* coloration sélective des amyloïdes, cellules éosinophiles, parois fongiques, polysaccharides, ciments dentaires, …etc.
- ✓ ***Mycologie et microbiologie*** : Utile pour la mise en évidence de structures fongiques ou bactériennes.

3.5 Risques du rouge Congo :

Le Rouge Congo est associé à plusieurs ***risques toxicologiques*** **[65-67]** :

- ✓ ***Contact cutané*** : peut entraîner des brûlures et des réactions allergiques.
- ✓ ***Ingestion*** : métabolisé en amines aromatiques, certaines étant mutagènes et cancérogènes.
- ✓ ***Rejets environnementaux*** : difficilement biodégradable et résistant à la photodégradation ; sa structure azoïque le rend persistant dans l'environnement.

NB : La réduction des groupements ***azo*** libère des composés aromatiques aminés toxiques, responsables d'effets cancérigènes, notamment sur les foies, reins et systèmes reproducteurs chez l'être humain.

3.6 Législation :

Le Rouge Congo est inscrit parmi les substances à surveiller par les agences internationales **[68-70]** :

- ✓ En ***Algérie***, les colorants de type azoïque sont soumis à des restrictions via le décret exécutif **n° 06-141**, qui encadre les rejets industriels dans le milieu hydrique.
- ✓ En ***Europe,*** les colorants azoïques libérant des amines aromatiques classées CMR (cancérogènes, mutagènes, reprotoxiques) sont interdits dans les produits textiles destinés au contact direct avec la peau, conformément au Règlement REACH.
- ✓ L'***OMS*** recommande de limiter l'exposition aux colorants synthétiques persistants comme le Rouge Congo, surtout dans les environnements industriels et médicaux.

Conclusion :

L'étude bibliographique a mis en évidence l'ampleur de la pollution des eaux par les colorants textiles, en particulier les colorants azoïques tels que le ***Rouge Congo***. Leur persistance, leur toxicité et leur faible biodégradabilité posent de graves risques pour l'environnement et la santé publique. Malgré une réglementation croissante, les rejets

industriels restent préoccupants, notamment dans les pays en voie de développement. Cette problématique justifie la recherche de solutions efficaces. Le chapitre suivant sera ainsi consacré à l'analyse des procédés d'élimination des colorants dans les eaux résiduaires.

Références bibliographiques

[1] Prüss-Üstün, A., Wolf, J., Corvalán, C., Bos, R., & Neira, M. P. **(2016).** Preventing disease through healthy environments: A global assessment of the burden of disease from environmental risks. Geneva: World Health Organization. 147 p

[2] Organisation mondiale de la santé (OMS). **(2017)**. Preventing disease through healthy environments: A global assessment of the burden of disease from environmental risks (ISBN 978-92-4-156519-6). Genève : Organisation mondiale de la santé.

[3] Chapman, D. V. (Éd.). **(2021).** Water quality assessments: A guide to the use of biota, sediments and water in environmental monitoring (2e éd.).

[4] Larousse. **(2024).** Dictionnaire de la langue française. Paris : Éditions Larousse. Consulté en ligne le 28mai 2025

[5] Association santé environnement France**. (2010).** Pollution de l'eau : Origines et impacts (pp. 1–7).

[6] Tchobanoglous, G., Burton, F. L., & Stensel, H. D. **(2003)**. Wastewater engineering : Treatment and reuse (4e éd.). New York : McGraw-Hill. ISBN : 9780070418783.

[7] FAO (Organisation des Nations Unies pour l'alimentation et l'agriculture). **(2018)**. Plus de population, plus de nourriture, plus de pollution de l'eau ? Revue mondiale de la pollution de l'eau due à l'agriculture. Rome : FAO. ISBN : 9789251307298.

[8] PNUE (Programme des Nations Unies pour l'environnement). **(2020).** Perspectives mondiales sur les produits chimiques II – Des héritages aux solutions innovantes : Mise en œuvre du Programme de développement durable à l'horizon 2030. Consulté le 1er juin 2025.

[9] Rodier, J., Legube, B., Merlet, N., & al. **(2009)**. L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer (9e éd.). Paris : Dunod

[10] Metcalf & Eddy. **(2013)**. Wastewater engineering: Treatment and resource recovery (5e éd.). New York : McGraw-Hill Education.

[11] ATSDR (Agency for Toxic Substances and Disease Registry). **(2019).** Profil toxicologique du plomb. Atlanta, GA : U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service.

[12] World Health Organization (WHO). **(2017).** Guidelines for drinking-water quality (4th ed.). Geneva: World Health Organization

[13] Korn, O., Schmidt, A., & Hörz, T. **(2013).** The potentials of in-situ-projection for augmented workplaces in production: a study with impaired persons. CHI '13 Extended Abstracts on Human Factors in Computing Systems, 979–984

[14] EEA (European Environment Agency). **(2019)**. Nutrient enrichment and eutrophication in Europe's waters. European Environment Agency.

[15] Siva, R. **(2007**). Status of natural dyes and dye-yielding plants in India. Current Science, **92**(7), 916–925.

[16] Clottes, J. **(2016)**. La Préhistoire expliquée à mes petits-enfants. Paris : Seuil.

[17] Bechtold, T. & Mussak, R**. (2009)**. Handbook of Natural Colorants. Chichester: Wiley

[18] Pagliaro, M. & Meneguzzo, F. **(2020)**. Natural dyes: Historic, scientific, and technical developments. Coloration Technology, 136(2), 107–118.

[19] Said Benkhaya, S., El Harfi, S., & El Harfi, A. **(2020)**. A review on classifications, recent synthesis and applications of textile dyes. Inorganic Chemistry Communications, 115, 107891.

[20] Pandit, P., Singha, K. & Maity, S. (2022). Textile dyes and pigments: A green chemistry approach. Weinheim : Wiley-VCH

[21] Cai, Y., Zheng, B., & Ke, M. **(2020)**. Environmental fate, toxicity and risk management of synthetic dyes: A review. Chemosphere, 252, 126477.

[22] Rathore, A. S., & Gupta, R. D. **(2022)**. Industrial Applications of Dyes: Properties, Classification and Toxicological Aspects. Springer.

[23] Katheresan, V., Kansedo, J., & Lau, S. Y. **(2018)**. Efficiency of various recent wastewater dye removal methods: A review. Journal of Environmental Chemical Engineering, 6(4), 4676–4697.

[24] Carneiro, A. G., Lopes, T. A., & Paiva, L. B. **(2020)**. Natural dyes: Past, present and future. Dyes and Pigments, 181, 108586.

[25] Gul, A., Ahmad, R., & Khan, Z. **(2022)**. Synthetic Dyes: Classification, Environmental Impact, and Removal Techniques. Journal of Environmental Chemical Engineering, 10(3), 107241

[26] Rodrigues, C. M., Machado, B., & Nogueira, R. F. P. **(2023)**. Environmental risks of synthetic dyes: Sources, behavior, and treatment technologies. *Chemosphere*, 319, 137965.

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

[28] Sophie, R. & William, B. **(2012)**. Les colorants organiques utilisés en teinturerie : aspects physico-chimiques. MPS – SL, La Garance des Teinturiers.

[29] Demirbas, A. **(2009)**. Agricultural based activated carbons for the removal of dyes from aqueous solutions: A review. Journal of Hazardous Materials, 167(1–3), 1–9.

[30] Crépy, M. **(2004)**. Dermatoses professionnelles aux colorants. Documents pour le Médecin du Travail, 100, 565–576

[31] Lamri, N. **(2010).** Élimination du colorant Orange II en solution aqueuse, par voie photochimique et adsorption (Thèse de magister en chimie). Université Mentouri, Constantine.

[32] Bechtold, T., & Mussak, R. **(2021)**. Handbook of Natural Colorants. 2nd Edition, Wiley-VCH.

[33] Chequer, F.M.D., de Oliveira, G.A.R., Ferraz, E.R.A., Cardoso, J.C., Zanoni, M.V.B., & de Oliveira, D.P. **(2023).** "Industrial dyes and their toxicity: A review on the environmental impact." Ecotoxicology and Environmental Safety, 255, 114807. **[34]**

Gupta, G., & Sumathi, S. **(2020)**. "Application of synthetic dyes in plastics and polymers: A review." Polymer Bulletin, 77, 105–121

[35] Zollinger, H. **(2021).** Color Chemistry: Syntheses, Properties, and Applications of Organic Dyes and Pigments. 4th Edition, Wiley-VCH.

[36] European Food Safety Authority (EFSA). **(2022)**."Re-evaluation of food additives, including synthetic food dyes." EFSA Journal, 20(4), e07231.

[37] U.S. Food and Drug Administration (FDA). **(2023).** Color Additive Status List. https://www.fda.gov

[38] Bilal, M., Asgher, M., Parra-Saldivar, R., Hu, H., Wang, W., & Zhang, X. **(2020)**. Environmental management of dyes: Recent advances and challenges. Chemical Engineering Journal, 389, 123903.

[39] Gita, S., Hussan, A., & Choudhury, T.G. **(2019)**. Impact of textile dyes waste on aquatic environments and its treatment. Environmental Ecology, 37(2A), 374–385.

[40] Verma, A.K., Dash, R.R., & Bhunia, P. **(2022).** A review on chemical coagulation/flocculation technologies for removal of colour from textile wastewaters. Journal of Environmental Management, **317**, 115293

[41] Sharma, B., Dutta, V., & Dhir, A. **(2023).** Eco-toxicological impacts of textile dyeing effluents: Status and prospects. Environmental Advances, 12, 100290.

[42] Khan, R., Yadav, K.K., et al. **(2023)**. Biodegradation strategies for removal of textile dyes: A review. Environmental Pollution, 316, 120427.

[43] Rathour, R. K., Sharma, D., Ullah, S., Mahmoud, E.-H. M., Sharma, N., Kumar, P., Bhatt, A. K., Ahmad, I., & Bhatia, R. K. **(2024).** Bacterial–microalgal consortia for bioremediation of textile industry wastewater and resource recovery for circular economy. Biotechnology for the Environment, 1, Article 6.

[44] CAR/PP (Centre d'Activités Régionales pour la Production Propre). **(2022)**. Rapport sur la gestion des colorants dans l'industrie textile en Algérie. Alger : Ministère de l'Environnement.

[45] Al-Tohamy, R., Ali, S.S., & Sun, J. (2024). Advanced bioremediation techniques for dye-laden wastewater: Opportunities and challenges. Environmental Research, 232, 116365.

[46] Katheresan, V., Kansedo, J., & Lau, S.Y. (2023). Sustainable treatment of colored textile wastewater: Current status and future directions. Science of the Total Environment, 895, 164849.

[47] Chung, K.T. **(2016)**. Azo dyes and human health: A review. Journal of Environmental Science and Health, Part C, 34(4), 233–261.

[48] Lellis, B., Fávaro-Polonio, C.Z., Pamphile, J.A., & Polonio, J.C. (2019). Effects of textile dyes on health and the environment and bioremediation potential of living organisms. Biotechnology Research and Innovation, 3(2), 275–290.

[49] République Algérienne Démocratique et Populaire. (2006). Décret exécutif n° 06-141 du 19 avril 2006 fixant les valeurs limites des rejets d'effluents liquides industriels dans le milieu naturel. Journal officiel de la République Algérienne, **n° 26**, 23 avril, pp. 4–13.

[50] MEATE (2023a). Rapport technique sur la gestion et le contrôle des rejets industriels. Ministère de l'Environnement et des Énergies Renouvelables, Algérie..

[51] Frankle, R. T. **(1976, janvier)**. Nutrition education in the medical school curriculum: a proposal for action: a curriculum design. American Journal of Clinical Nutrition, 29(1), 105–109.

[52] Stein, J. M. **(1975, 15 septembre)**. The effect of adrenaline and of alpha- and beta-adrenergic blocking agents on ATP concentration and on incorporation of ^{32}Pi into ATP in rat fat cells. Biochemical Pharmacology, 24(18), 1659–1662

[53] ECHA **(2023)**. European Chemicals Agency – Restrictions under REACH. https://echa.europa.eu. Consulté le: 22/05/2025

[54] Ehrhart, I. C., Parker, P. E., Weidner, W. J., Dabney, J. M., Scott, J. B., & Haddy, F. J. **(1975).** Réponses vasculaires coronariennes et myocardiques à la stimulation du corps carotidien chez le chien. American Journal of Physiology, 229(3), 754–760.

[55] European Commission **(2020–2023).** "Textiles and the environment: the role of EU Ecolabel and REACH." https://ec.europa.eu. Consulté le: 22/05/2025

[56] Benaissa, K. & Boudiaf, S. **(2024).** Étude de l'élimination d'un colorant contenu dans les rejets d'industrie de textile par un procédé hybride (Biologique/POA).
Thèse de Doctorat en Sciences, spécialité : Chimie de l'environnement, Université des Frères Mentouri - Constantine 1, Algérie.

[57] Pereira, L., Andrade, L., & Silva, T. **(2023)**. Advanced oxidation processes for the removal and degradation of dyes: A comprehensive state-of-the-art review. Science of The Total Environment, 899(A), 166435.

[58] Benaissa, A. **(2011).** Étude de la dégradation photocatalytique d'un colorant synthétique et d'un tensioactif [Mémoire de doctorat, Université Mentouri Constantine]. Génie des procédés.

[59] Adeel, M., et al. **(2023)**. "Azo Dyes: Classification, Toxicity, and Removal Technologies." Environmental Chemistry Letters, 21(1), 135–153.

[60] Kumar, A., & Bansal, A. **(2024).** "Advanced Insights into Congo Red Dye: Applications and Environmental Impacts." Journal of Industrial and Engineering Chemistry, 134, 56–70.

[61] Yagub, M.T., et al. **(2024).** "Recent Advances in Congo Red Dye Removal Using Hybrid Adsorption Technologies." Chemical Engineering Journal, 467, 144902.

[62] Mittal, A., et al. **(2023)**. "Congo Red: A Hazardous Dye and Its Environmental Fate." Reviews in Environmental Science and Bio/Technology, 22(1), 45–72.

[63] Hanif, U., et al. **(2024).** "Congo Red and Histological Applications: Past to Present." Histochemistry and Cell Biology, 161(2), 211–225.

[64] Tanhaei, B., et al. **(2023)**. "Toxicity and Degradation of Congo Red Using Advanced Oxidation Processes." Journal of Hazardous Materials Advances, 9, 100186.

[65] WHO **(2024/a)**. "Guidelines on Industrial Chemical Exposure in Water." World Health Organization.

[66] IARC **(2023).** "Monographs on the Identification of Carcinogenic Hazards to Humans: Congo Red." International Agency for Research on Cancer.

[67] ECHA **(2024).** "Restrictions under REACH for Hazardous Azo Dyes." European Chemicals Agency.

[68] WHO **(2024/b)**. "Guidelines on Industrial Chemical Exposure in Water." World Health Organization.

[69] MEATE **(2023b)**. Rejets industriels et surveillance environnementale en Algérie. Ministère de l'Environnement et des Énergies Renouvelables, Algérie.

[70] Union européenne. **(2006)**. Règlement (CE) n° 1907/2006 du Parlement européen et du Conseil concernant l'enregistrement, l'évaluation, l'autorisation et les restrictions des substances chimiques (REACH). Consulté le: 22/05/2025

Chapitre II
Procédés d'élimination des Colorants textiles dans les effluents liquides

Introduction :

La contamination des milieux aquatiques par les colorants synthétiques issus principalement des industries textiles, alimentaires, cosmétiques et pharmaceutiques constitue une préoccupation environnementale majeure. Ces composés, souvent complexes, stables et non biodégradables, confèrent non seulement une coloration inesthétique aux eaux usées, mais perturbent également la photosynthèse aquatique et présentent des effets toxiques, mutagènes voire cancérigènes pour la faune, la flore et la santé humaine.

Face à ces enjeux, diverses méthodes de traitement ont été développées pour éliminer ou dégrader efficacement les colorants dans les effluents liquides. Ces procédés peuvent être classés en trois grandes catégories : physico-chimiques (adsorption, coagulation-floculation, filtration membranaire, oxydation avancée), biologiques (traitements aérobie et anaérobie), et hybrides (combinant plusieurs techniques pour une efficacité optimisée). Parmi elles, ***l'adsorption*** s'impose comme une technique de choix en raison de sa simplicité, de son efficacité à faible coût et de la possibilité d'utiliser des matériaux adsorbants peu onéreux.

Ce chapitre présente un état de l'art des principaux procédés d'élimination des colorants, en mettant un accent particulier sur l'adsorption, notamment l'utilisation de biomatériaux alternatifs tels que la ***boue d'épuration d'un rejet urbain***, valorisée ici comme adsorbant prometteur et durable dans le cadre d'une gestion intégrée des déchets et des eaux usées.

1 Procédés d'élimination des colorants dans les effluents liquides :

L'élimination des colorants présents dans les effluents liquides industriels, en particulier ceux issus du secteur textile, constitue un enjeu environnemental majeur en raison de leur toxicité, de leur faible biodégradabilité et de leur impact esthétique et écologique sur les milieux aquatiques. Plusieurs procédés ont été développés, classés selon leur nature physique, chimique ou biologique, …etc.

1.1 Procédés Chimiques:

1.1.1 Procédés d'oxydation Classique :

Les procédés d'oxydation chimique classique reposent sur l'utilisation d'agents oxydants puissants, tels que l'hypochlorite de sodium (NaClO), l'ozone (O_3) et le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2). Ces composés sont capables d'attaquer la structure moléculaire des colorants, notamment les liaisons azo (–N=N–) et les cycles aromatiques, entraînant leur dégradation en composés moins colorés, voire incolores et plus facilement biodégradables **[1].**

L'hypochlorite de sodium, bien que couramment utilisé, présente l'inconvénient potentiel de générer des sous-produits chlorés toxiques, tels que les trihalométhanes (THM). L'ozonation et l'oxydation au H_2O_2 sont préférées pour leur meilleure efficacité dans des conditions contrôlées, et leur compatibilité avec d'autres techniques comme l'adsorption ou la nanofiltration **[2]**. Ces méthodes sont également utilisées en traitement tertiaire, en complément d'étapes biologiques.

1.1.2 Procédés d'oxydation avancée (POA)

Les procédés d'oxydation avancée (POA) regroupent un ensemble de technologies capables de produire des radicaux hydroxyles (•OH), oxydants extrêmement réactifs non sélectifs. Ces procédés incluent les combinaisons UV/H_2O_2, ozone/UV, Fenton (Fe^{2+}/H_2O_2), photo-Fenton, ainsi que les méthodes électrochimiques (exemple : oxydation anodique, électro-Fenton) **[3].**

L'objectif principal de ces procédés est de minéraliser totalement les colorants en dioxyde de carbone (CO_2), eau (H_2O) et ions minéraux. Les POA sont particulièrement efficaces pour traiter des effluents contenant des colorants récalcitrants, tels que les colorants azoïques ou anthraquinoniques, souvent résistants aux traitements conventionnels **[4].**

Bien que leur coût énergétique soit parfois élevé, leur efficacité, vitesse de réaction et faible production de sous-produits toxiques les rendent attractifs dans le traitement des eaux industrielles fortement contaminées.

1.2 Procédés biologiques:

Les procédés biologiques s'appuient sur la capacité de certains micro-organismes (bactéries, champignons, algues) à biodégrader les colorants organiques, en particulier les colorants azoïques, réputés persistants. Ces micro-organismes utilisent les colorants comme source de carbone, d'azote ou d'énergie, produisant des enzymes spécifiques (comme les laccases, les peroxydases, …etc.). Capables de rompre les liaisons azo (–N=N–) **[5].**

Des champignons ligninolytiques, tels que *Phanerochaete chrysosporium*, *Tramâtes versicolore* ou encore *Pleurotes ostreatus*, se sont révélés particulièrement efficaces dans la décoloration de divers colorants synthétiques **[6].** Ces procédés sont écologiques, durables et économiques, notamment dans les stations à faible charge polluante. Cependant, leurs performances dépendent fortement des conditions environnementales (pH, température, oxygène, nutriments) et du type de colorant traité, ce qui peut entraîner une lenteur du traitement ou une efficacité variable.

1.3 Procédés physiques:

1.3.1 Filtration membranaire :

La filtration membranaire utilise des membranes semi-perméables pour séparer les colorants et les contaminants dissous de l'eau. On distingue plusieurs types selon la finesse de la séparation : microfiltration (MF), ultrafiltration (UF), nanofiltration (NF) et osmose inverse (RO). Les procédés de nanofiltration et d'osmose inverse sont particulièrement adaptés pour éliminer les molécules organiques de faible masse molaire, y compris les colorants hydrosolubles **[7].**

Cette technique assure une très haute qualité de l'effluent, le rendant potentiellement réutilisable dans certains procédés industriels. Cependant, elle engendre la production d'un concentrat hautement pollué et exige un entretien rigoureux des membranes, dont l'encrassement et le remplacement constituent des limitations économiques et techniques **[8].**

1.3.2 Coagulation-floculation :

La coagulation-floculation est un procédé largement utilisé dans le traitement des eaux colorées, notamment pour éliminer les matières colloïdales, les matières en suspension (MES) et la demande biologique en oxygène (DBO). Des coagulants tels que les sels de fer ($FeCl_3$) ou d'aluminium ($Al_2(SO_4)_3$) sont ajoutés pour neutraliser les charges des particules en suspension, suivis de floculants (polymères naturels ou synthétiques) pour favoriser l'agrégation en flocs **[9].**

Ce procédé permet une réduction de jusqu'à 90 % de MES et de 75 % de la DBO, avec une efficacité notable sur les colorants peu solubles ou particulaires. En revanche, il est moins performant pour les colorants hydrosolubles, qui restent en solution après traitement **[10].**

Parmi les différentes méthodes de traitement des effluents liquides colorées, l'adsorption se distingue par sa simplicité, sa rapidité et son efficacité même à faible concentration de polluants. Contrairement aux procédés chimiques, physiques ou biologiques souvent coûteux ou sensibles aux conditions du milieu, *l'adsorption* ne génère que peu de sous-produits. Elle représente ainsi une alternative fiable, économique et adaptable aux différents types d'effluents industriels.

2 Adsorption:

L'adsorption est l'un des procédés les plus efficaces et polyvalents pour l'élimination des colorants dans les effluents liquides. Elle repose sur la rétention des molécules de colorants à la surface d'un solide, appelé adsorbant, tel que le charbon actif, les argiles, les zéolites ou encore certains biomatériaux d'origine végétale ou organique **[11,12]** Cette méthode est simple à mettre en œuvre, rapide et économiquement viable, notamment lorsque des matériaux peu coûteux ou issus de déchets sont utilisés comme adsorbants alternatifs.

Comparée à d'autres procédés physico-chimiques, l'adsorption présente plusieurs avantages majeurs : absence de sous-produits toxiques, efficacité à faible concentration de polluants, adaptabilité à divers types de colorants, et possibilité de régénération des adsorbants **[13].** Ces caractéristiques justifient son intégration dans la présente étude,

en particulier à travers l'utilisation innovante de boue d'épuration du rejet urbain ''domestique'' comme biomatériau adsorbant.

2.1 Definition de l'adsorption:

L'adsorption est un phénomène physico-chimique de surface impliquant la fixation de molécules (adsorbat) issues d'un fluide (gaz ou liquide) à la surface d'un solide (adsorbant). Ce processus est influencé par les propriétés chimiques et texturales de l'adsorbant (surface spécifique, porosité, groupes fonctionnels), ainsi que par la nature de l'adsorbat et du milieu réactionnel (pH, température, force ionique) **[14].**

Selon la nature des interactions, on distingue **[15**]:

- ***Physisorption***, dominée par les forces de Van der Waals ou les liaisons hydrogène ;
- ***Chimisorption,*** impliquant des liaisons covalentes plus fortes entre le solide et le soluté.

L'adsorption est principalement étudiée dans les systèmes liquide/solide pour le traitement des eaux usées, où elle est utilisée pour éliminer les colorants, les métaux lourds et autres contaminants organiques et inorganiques.

2.2 Paramètres influençant l'adsorption:

L'efficacité de l'adsorption dépend de l'interaction entre trois composants du système **[16]**:

1. ***Adsorbant***, dont la morphologie, la porosité, la surface spécifique et la chimie de surface influencent fortement la capacité d'adsorption.
2. ***Adsorbat***, dont la structure moléculaire, la solubilité et la polarité déterminent la nature des interactions possibles.
3. ***Solution aqueuse***, dont les paramètres comme le pH, la température, la concentration initiale et la présence d'ions concurrents peuvent moduler l'équilibre d'adsorption.

4.

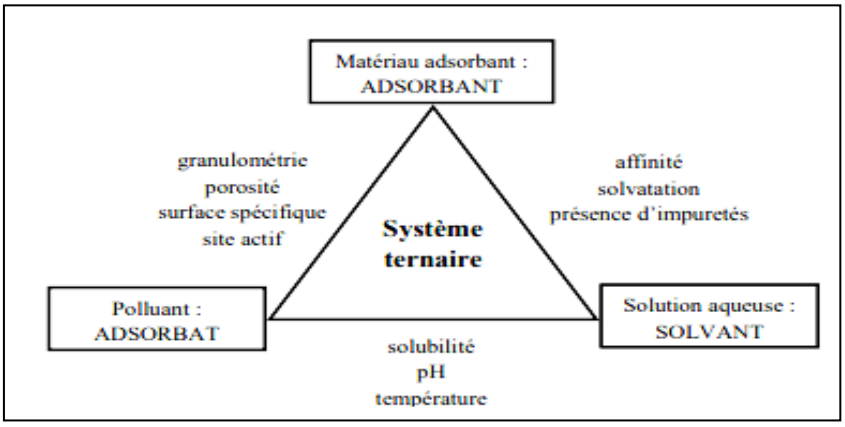


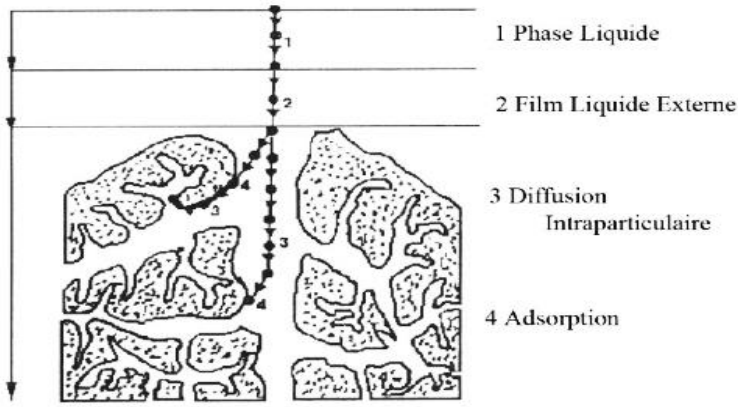
Figure II. 1: Caractéristiques et interactions à prendre en compte dans un système ternaire adsorbant/adsorbat/solvant **[16]**

2.3 Mécanisme d'adsorption:

Le processus d'adsorption se déroule généralement selon les étapes suivantes **[9] :**

1. ***Diffusion de l'adsorbat*** depuis la phase liquide vers le film externe entourant l'adsorbant.
2. ***Diffusion à travers le film liquide*** (transfert externe ou extra-particulaire).
3. ***Diffusion à l'intérieur de la particule poreuse*** (transfert intra-particulaire).
4. ***Fixation de l'adsorbat aux sites actifs*** à la surface interne ou externe de l'adsorbant, par physisorption ou chimisorption.Une fois fixé, l'adsorbat peut rester immobile, formant un complexe stable, dont la réversibilité dépend du type d'interaction engagée.

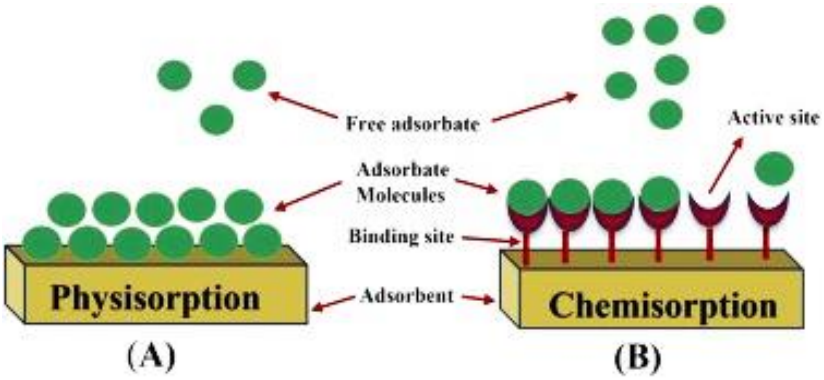
Les quatre étapes sont représentées dans la figure **II.2** suivante :



FigureII. 1:Mécanisme de diffusion de l'adsorbat vers l'adsorbant **[9]**

2.4 Types d'adsorption:

Le type d'interaction entre les molécules de l'adsorbat et la surface de l'adsorbant détermine la nature de l'adsorption. On distingue généralement deux grandes catégories : l'adsorption physique ***(physisorption)*** et l'adsorption chimique ***(chimisorption)*** **[17,18].** Ces deux mécanismes se différencient par la nature des forces mises en jeu, la réversibilité du processus, l'énergie d'adsorption et la structure des couches formées à la surface de l'adsorbant.



FigureII. 2 : Adsorption physique et adsorption chimique **[18]**

2.4.1 Adsorption physique (physisorption) :

La physisorption est un processus réversible au cours duquel les molécules de l'adsorbat sont retenues à la surface de l'adsorbant par des forces de Van der Waals, des liaisons hydrogène ou des interactions dipôle-dipôle **[19].** Ces interactions, étant faibles et non spécifiques, n'impliquent pas de transformation chimique de l'adsorbat. La chaleur d'adsorption est modérée, généralement comprise entre 5 et 40 kJ/mol, et le processus peut se dérouler à température ambiante **[14].**

Ce type d'adsorption peut aboutir à la formation de multicouches, car les molécules adsorbées peuvent à leur tour servir de support pour d'autres molécules.

2.4.2 Adsorption chimique (chimisorption) :

La chimisorption est un processus spécifique et souvent irréversible, dans lequel l'adsorbat établit des liaisons chimiques fortes (covalentes ou ioniques) avec la surface de l'adsorbant. Cette interaction implique généralement une réorganisation électronique

ou un partage d'électrons, ce qui se traduit par une chaleur d'adsorption beaucoup plus élevée, généralement supérieure à 80 kJ/mol **[20]**.

Contrairement à la physisorption, la chimisorption ne permet que la formation d'une monocouche et est souvent favorisée par une température plus élevée, car elle est activée thermiquement.

Un tableau récap rassemble les critères de distinction entre adsorption physique et chimique voir tableau **II.1**.

Tableau II. 1: Différences principales entre l'adsorption physique et chimique **[20]**

Paramètres	*Adsorption physique (physisorption)*	*Adsorption chimique (chimisorption)*
Chaleur d'adsorption	5–40 kJ/mol	> 80 kJ/mol
Nature des liaisons	Van der Waals, H-bonds	Liaisons chimiques (covalentes ou ioniques)
Spécificité	Non spécifique	Spécifique à certains couples adsorbat/adsorbant
Température optimale	Basse à modérée	Élevée (activation thermique nécessaire)
Réversibilité	Réversible	Généralement irréversible
Cinétique	Rapide	Plus lente (activation requise)
Nombre de couches	Mono- et multicouches	Monocouche uniquement

2.5 Facteurs influençant l'adsorption:

L'adsorption est un processus complexe dépendant de nombreux paramètres physico-chimiques. La compréhension et l'optimisation de ces facteurs sont essentielles pour améliorer l'efficacité du traitement des polluants dans les effluents :

- ***Structure de l'adsorbant*** *:* La surface spécifique, la taille des particules et la porosité (micropores, mésopores) influencent directement la capacité d'adsorption. Une surface élevée offre plus de sites actifs pour l'interaction avec l'adsorbat**[21]**.
- ***Nature de l'adsorbat*** *:* Selon la règle de Lundelius, plus un composé est peu soluble dans le solvant, plus il est facilement adsorbé. Les propriétés moléculaires, telles que la masse molaire, la polarité et la fonctionnalisation, jouent également un rôle déterminant **[22]**

- ***Concentration initiale et polarité*** *:* L'adsorption augmente généralement avec la concentration du soluté, mais selon une relation non linéaire. En général, les adsorbants polaires adsorbent préférentiellement des composés polaires, et inversement pour les non-polaires **[23]**
- ***pH de la solution*** *:* Le pH influence la charge de surface de l'adsorbant et l'état d'ionisation de l'adsorbat. En milieu acide, l'adsorption des anions est favorisée, tandis qu'en milieu alcalin, celle des cations est plus efficace **[24]**
- ***Température °C*** *:* L'adsorption physique étant exothermique, elle est généralement favorisée à basse température, tandis que la chimisorption, de nature endothermique, est favorisée à température élevée**[25]**
- ***Quantité d'adsorbant*** *:* L'augmentation de la masse d'adsorbant augmente la surface disponible, mais une optimisation économique est nécessaire pour éviter les excès inutiles **[26]**
- ***Porosité et distribution des pores*** *:* Les matériaux microporeux présentent une excellente capacité d'adsorption en raison de leur réseau de pores bien défini, favorisant la rétention des petites molécules **[27**].

2.6 Cinétique d'adsorption :

La cinétique d'adsorption décrit la vitesse à laquelle un adsorbat est fixé à la surface d'un adsorbant en fonction du temps de contact. Elle permet d'identifier les mécanismes contrôlant le processus (transfert externe, diffusion intra-particulaire, réaction de surface, …etc.).

Les modèles cinétiques les plus utilisés sont **[28]**:

- ***Pseudo-premier ordre*** (modèle de Lagergren), adapté aux processus de physisorption,
- ***Pseudo-deuxième ordre*** (Ho et McKay), souvent associé à la chimisorption,
- ***Modèle de diffusion intra-particulaire***, pour évaluer les limitations dues au transport dans les pores de l'adsorbant.

➢

2.7 Isothermes d'adsorption:

Pour décrire les performances d'un système adsorbât/adsorbant, des modèles théoriques et empiriques ont été développés, décrivant la relation entre la masse d'adsorbât fixée à l'équilibre et la concentration sous laquelle elle a lieu, à température constante. Il s'agit d'isotherme d'adsorption. Une isotherme est donc une courbe qui représente la variation de la quantité de soluté adsorbée par unité de masse d'adsorbant en fonction de la concentration à l'équilibre Ce. Les isothermes les plus couramment utilisées sont celles de Langmuir et de Freundlich **[29,30]**

2.7.1 Isotherme de Langmuir :

Ce modèle suppose une adsorption en monocouche sur une surface homogène, avec un nombre fixe de sites d'adsorption identiques et sans interaction entre les molécules adsorbées **[31]**.

L'équation de Langmuir est donnée par :

$$q = \frac{x}{m} = \frac{q_{max} * b * C_e}{1 + b * C_e} \qquad \textbf{Eq. 1}$$

Où :

x : quantité de soluté adsorbée (mg).

m : masse de l'adsorbant (g).

Ce : concentration à l'équilibre (mg/L).

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

q_{max} : capacité maximale d'adsorption théorique (mg/g).

b : constante de Langmuir de l'équilibre d'adsorption (L/mg).

NB : Ce modèle permet de calculer l'efficacité maximale théorique d'un adsorbant.

2.7.2 Isotherme de Freundlich :

Il s'agit d'un modèle empirique adapté aux surfaces hétérogènes, où l'énergie d'adsorption varie d'un site à l'autre. Il admet la formation de multicouches **[32].**

L'équation de Freundlich s'écrit :

$$q = K * C_e^{1/n} \qquad \textbf{Eq. 2}$$

Où :

- K : constante liée à la capacité d'adsorption,
- 1/n : constante liée à l'intensité de l'adsorption (si 1/n < 1, l'adsorption est favorable).

2.8 Adsorbant:

Un adsorbant est un matériau solide possédant une surface spécifique élevée, des sites actifs accessibles et une porosité adaptée, lui permettant de fixer, par interaction physico-chimique, des molécules issues d'un fluide (liquide ou gaz). Le choix d'un bon adsorbant dépend de plusieurs critères essentiels **[33] :**

- ***Capacité d'adsorption élevée***, pour maximiser la rétention des polluants,
- ***Spécificité ou sélectivité***, selon le type d'adsorbat ciblé,
- ***Cinétique rapide***, favorisant une adsorption efficace à court terme,
- ***Régénérabilité***, pour une utilisation répétée et durable,
- ***Stabilité mécanique, chimique et thermique***, en particulier en conditions industrielles,
- ***Coût faible***, afin de garantir la faisabilité économique du procédé.

Ces propriétés permettent d'atteindre des performances optimales dans des applications telles que le traitement des effluents, la purification de gaz, ou encore la captation de composés organiques volatils **[34]**.

Les adsorbants peuvent être classés en quatre grandes catégories **[35] :**

Tableau II. 2: Classification des adsorbants selon leur origine **[35].**

Catégorie	*Type d'adsorbant*	*Description et applications*
1. Adsorbants Naturels	Argiles	Structure en feuillets, utilisées pour adsorber divers polluants.
	Zéolithes	Minéraux naturels avec d'excellentes propriétés adsorbants, utilisés pour la séparation et la purification des gaz.
	Tourbe	Employée dans les biofiltres pour éliminer les gaz contenant de l'ammoniac.
	Sols et Compost	Peuvent servir pour l'adsorption de polluants, bien que leur usage soit moins répandu.

	Noyaux de dattes	Potentiel étudié pour l'adsorption des métaux lourds et des colorants.
	Déchets végétaux	Exemples : marc de café, marc de raisin, utilisés pour capter les composés organiques.
2. Adsorbants Synthétiques	Charbon actif synthétique	Obtenu par activation chimique ou physique, utilisé pour la purification de l'eau et de l'air.
	Résines synthétiques organiques	Capables d'adsorber divers polluants organiques en phase aqueuse ou gazeuse.
	Zéolithes synthétiques	Créées avec une structure contrôlée pour des applications spécifiques en adsorption.
3. Bioadsorbants	Cyclodextrines	Molécules naturelles formant des complexes avec divers polluants.
	Alginate composite	Matériau à base d'alginate de sodium, utilisé pour adsorber les composés phénoliques.
	Biomasse active	Levures, boues activées, employées pour l'adsorption des polluants organiques et inorganiques.
	Boue d'épuration	Contient des microorganismes et des matières organiques actives, utilisée pour l'adsorption des métaux lourds et des polluants organiques dans le traitement des eaux usées.
4. Adsorbants Composites	Charbon actif incorporé dans des matrices	Ex. : billes d'alginate composite, combinant le charbon actif et un matériau de support.

3 Boue d'épuration des eaux usées domestiques :

3.1 Présentation de la station d'épuration d'Oued Lahrech (ONA- Médéa) :

La station d'épuration des eaux usées urbaines de Médéa est située à environ 10 kilomètres à l'est du centre-ville, en bordure de l'oued Lahrach, dans une zone semi-rurale enclavée entre les collines. Mise en service en 2007 et exploitée par *l'Office National de l'Assainissement* **(ONA)** depuis juin 2009, cette station a été conçue pour traiter les eaux usées domestiques générées par la ville de Médéa et ses agglomérations périphériques **[36].**

La station affiche une capacité nominale de traitement de 26 000 m³/jour, répondant ainsi aux besoins de 162 500 équivalents-habitants dans sa première phase. Une deuxième phase d'extension est prévue afin d'atteindre une capacité globale de 195 000 EH, dans le but d'accompagner la croissance démographique de la région **[37].**

L'objectif principal de cette installation est la protection des ressources hydriques, notamment l'oued Harbil et la nappe phréatique située au sud de Médéa, tout en

respectant les normes environnementales en matière de rejet. Le procédé utilisé repose principalement sur le traitement biologique par boues activées, permettant une dégradation efficace de la matière organique contenue dans les effluents liquides **[38].**

La ***boue d'épuration*** issue du traitement constitue un sous-produit important, à la fois en volume et en potentiel de valorisation. Elle peut faire l'objet de traitements complémentaires (épaississement, déshydratation, compostage ou valorisation énergétique) en fonction des caractéristiques physico-chimiques et des normes en vigueur **[36,38].**



FigureII. 3: Plan de la situation géographique de la STEP de Médéa (source Google earth) (***Photo originale 2025***)

3.1.1 Objectif de la station d'épuration d'Oued Lahrech – Médéa :

L'objectif fondamental de la station d'épuration d'Oued Lahrech est de réduire la charge polluante contenue dans les eaux usées domestiques afin de restituer à l'environnement une eau épurée conforme aux normes de qualité nationales et internationales, notamment celles établies par l'Organisation Mondiale de la Santé (OMS). Ce processus contribue à la préservation des ressources en eau et à la protection des écosystèmes aquatiques **[36].**

Par ailleurs, l'une des finalités stratégiques de cette station est la valorisation des boues d'épuration, en particulier dans le secteur agricole. Grâce à leur richesse en matière organique et en éléments fertilisants (azote 'N', phosphore 'P', potassium 'K'), ces boues, après traitement adéquat, peuvent être réutilisées comme amendements

organiques, contribuant ainsi à l'économie circulaire et à la durabilité environnementale **[38].**

3.1.2 Différentes étapes du traitement des eaux usées à la STEP de Oued Lahrach – Médéa :

La station suit un schéma classique de traitement en trois grandes étapes : prétraitement, traitement primaire et traitement biologique.

1. *Prétraitement*

Le prétraitement vise à éliminer les éléments grossiers susceptibles d'endommager les équipements en aval :

- ***Dégrillage*** *:* Retrait des déchets volumineux (plastiques, tissus, branches…).
- ***Dessablage*** *:* Élimination des sables et graviers afin de limiter l'abrasion des pompes et tuyauteries.
- ***Dégraissage / Déshuilage*** *:* Séparation des huiles et graisses flottantes, qui pourraient perturber les étapes biologiques ultérieures **[37]**.

2. *Traitement primaire :*

Il s'agit de la décantation primaire, où l'on laisse les particules lourdes (matières en suspension) se déposer sous l'effet de la gravité, dans de grands bassins. Cette étape permet d'éliminer environ 30 à 35 % de la demande biologique en oxygène (DBO_5) et jusqu'à 60 % des matières en suspension (MES) **[39].**

3. *Traitement biologique :*

Ce traitement repose sur l'action de *micro-organismes* capables de dégrader les matières organiques dissoutes :

- ***Procédé aérobie*** *:* les bactéries consomment la matière organique en présence d'oxygène (exemple : procédé des ***boues activées***),
- ***Procédé anaérobie*** *:* utilisé pour la stabilisation des boues dans certaines stations.

Les systèmes biologiques peuvent être à *culture libre* (micro-organismes en suspension) ou à *culture fixée* (fixés sur un support : lits bactériens, biofiltres ou disques biologiques) **[40].**

3.2 Définition des boues d'épuration :

Les ***boues d'épuration*** sont des sous-produits semi-solides générés lors du traitement des eaux usées domestiques ou industrielles, principalement durant les étapes de *décantation primaire*, de *clarification secondaire* et parfois de *traitement tertiaire*. Ces boues sont composées majoritairement d'eau, de matières organiques et minérales, ainsi que de polluants traces, tels que des éléments traces métalliques (ETM) et parfois des micropolluants organiques **[41].**

On distingue deux grandes catégories selon leur origine dans le procédé de traitement :

- ***Boues primaires*** *:* issues de la décantation physique ou de la précipitation chimique. Elles sont riches en matières grossières et sédimentables **[42].**
- ***Boues secondaires (ou biologiques)*** *:* produites lors du traitement biologique (aérobie ou anaérobie), elles sont constituées principalement de biomasse microbienne et de résidus organiques dégradés **[43].**
- Mal gérées, ces boues peuvent représenter une source importante de pollution pour les sols, les eaux de surface ou souterraines. Leur traitement et valorisation constituent donc un enjeu environnemental et sanitaire majeur.

3.3 Composition des boues:

La composition des boues varie en fonction de la qualité de l'eau usée, de la saison, des technologies de traitement utilisées et de la présence éventuelle de rejets industriels. En général, elles contiennent :

- ***Matière organique (30 à 80 % de la matière sèche)*** *:* protéines, lipides, polysaccharides, lignine, micro-organismes vivants ou morts.
- ***Éléments fertilisants*** *:* azote, phosphore, calcium, magnésium, soufre (utiles en agriculture).
- ***Potassium*** *:* en faible quantité.
- ***Éléments traces métalliques (ETM)*** *:* cuivre, zinc, nickel, chrome ''nécessaires en petite quantité mais toxiques en concentration élevée''.
- ***Métaux lourds toxiques*** *:* plomb, mercure, cadmium à surveiller strictement même à faibles doses **[44].**

3.4 Filières de traitement des boues :

3.4.1 Boues résiduaires :

Les boues résiduaires, issues de toutes les étapes du traitement de l'eau, sont souvent liquides, riches en matière organique fermentescible. Leur manipulation pose des contraintes techniques liées à leur volume, leur odeur et leur instabilité biologique. D'où l'importance de choisir une filière de traitement adaptée, dès la conception de la station.

3.4.2 Stabilisation des boues :

Objectif : *réduire l'activité biologique résiduelle*, les mauvaises odeurs et les risques sanitaires.

- ***Biologique*** *:*
  - ***Aérobie*** (exemple : compostage) : oxydation naturelle de la matière organique.
  - ***Anaérobie*** (exemple : méthanisation) : digestion sans oxygène produisant du biogaz.
- ***Chimique*** *:*
  - Par ***chaulage*** ou ajout de réactifs (exemple : sels métalliques) pour bloquer la fermentation et désinfecter.

NB : La ***stabilisation biologique*** est la plus utilisée, car elle produit des boues plus stables et valorisables **[45].**

3.4.3 Déshydratation et concentration :

Les boues contiennent jusqu'à **97 % d'eau**. La déshydratation permet de réduire leur volume pour faciliter le transport, stockage et valorisation. Elle se fait par pressage mécanique, centrifugation ou filtration.

- ***Types selon taux de siccité*** *:*
  - Boues ***liquides*** : 4–10 % de matière sèche
  - Boues **pâteuses** : 10–25 %
  - Boues ***solides*** : 25–50 %
  - Boues ***sèches*** (granulées ou pulvérisées) : > 85 %

-

Des **floculants** (polymères) sont souvent utilisés pour améliorer la séparation solide/liquide.

3.4.4 Épaississement :

Il s'agit de la première étape de concentration, avant déshydratation. Elle augmente la teneur en matières sèches en réduisant la teneur en eau.

Exemple : une boue activée passe de 5 g/L à 10 g/L après extraction, puis à 20–100 g/L après épaississement **[46]**

3.4.5 Séchage :

Objectif : atteindre une siccité supérieure à ***85 %***. Deux approches :

- ***Séchage naturel*** *:* en lits de séchage solaire avec drainage.
- ***Séchage thermique*** *:* par air chaud ou four industriel. Plus coûteux, mais efficace en climat froid ou urbain dense.

3.4.6 Valorisation ou élimination :

- ***Valorisation agricole*** *:* après stabilisation et contrôle, les boues peuvent être utilisées comme amendement organique.
- ***Valorisation énergétique*** *:* via méthanisation ou co-incinération dans des cimenteries.
- ***Valorisation en matériaux*** *:* traitement pour produire des ***adsorbants*** à base de boues (exemple : charbon actif pour la dépollution).
- ***Élimination*** *:* si la boue est trop polluée, elle est dirigée vers une décharge contrôlée ou incinérée.



FigureII. 4: Lits de séchages de la station d'épuration d'Oued Lahrach-Médéa

Conclusion :

Les colorants synthétiques, notamment les colorants azoïques, posent un réel problème environnemental en raison de leur toxicité et de leur persistance. Parmi les différentes méthodes de traitement, l'adsorption se distingue par son efficacité, sa simplicité et son faible coût.

Ce chapitre a mis en évidence le potentiel des matériaux alternatifs, notamment les boues d'épuration, comme adsorbants issus de déchets valorisables. Ces boues, riches en matière organique et modifiables, offrent une solution durable face aux adsorbants traditionnels coûteux. Notre étude expérimentale s'inscrit dans cette dynamique en explorant l'utilisation des boues de la station d'Oued Lahrech (Médéa) pour éliminer le rouge Congo, contribuant ainsi à une approche écologique et circulaire du traitement des eaux usées.

Références bibliographiques

[1] Nasrullah, M., Khan, A. U., & Zhang, Y. **(2023)**. Review on dye removal from textile wastewater using chemical oxidation. Environ Chem Letters; 21(2), 551–569.

[2] Xiong, J., Yang, X., & Cao, Y. **(2023).** Ozonation and hydrogen peroxide-based AOPs in dye wastewater treatment. J Water Process Engineering55, 103979.

[3] Ahmad, A., Hossain, K., & Basheer, C. **(2024).** Recent advances in advanced oxidation processes for dye degradation. Chemical Engineering Journal Advances. 100484.;15.

[4] Pereira, L., Silva, A. M. T., & Freitas, O. M. **(2024).** Advanced oxidation processes: Principles and applications in dye removal. Crit Rev Environ Sci Technology,54(1), 1–30.

[5] Gupta, V. K., Kumar, A., & Jha, R. **(2023)**. Biodegradation of azo dyes by fungal and bacterial systems: Recent advances and future prospects. J Hazard Materials, 451, 131129..

[6] Sánchez, C., Domínguez, Á., & Martínez, Á. T. **(2023)**. White-rot fungi in dye decolorization: Mechanisms and biotechnological applications.,. Bioresour Technol Reports, 23, 101125..

[7] Chen, Y., Wang, Y., & Zhang, T. **(2024)**. Recent developments in membrane filtration for textile wastewater treatment. Sep Purification Technology, 348, 124257.

[8] Liu, Y., Huang, L., & Gao, W. **(2023)**. Challenges and innovations in membrane fouling mitigation in dye wastewater treatment. Membranes, 13(1), 64.

[9] Ibrahim, M., Hameed, B. H., & Yahya, M. A. **(2023).** Coagulation–flocculation for textile wastewater treatment: Performance and cost analysis. Environmental Technology & Innovation, 29, 102912.

[10] Wang, C., Zhou, L., & He, Z. **(2024)**. Assessment of coagulation–flocculation efficiency on different dye types and operational parameters. Environ Sci Pollut Research, 31(1), 192–204.

[11] Ali, I., et al. **(2023).** Sustainable adsorbents for dye removal from wastewater: Rev Environ Research.; , 31(1), 192–204.

[12] Zhang, W., et al. **(2022)**. Recent advances in low-cost adsorbents for removal of dyes from wastewate. Chemosphere, 287, 131977.

[13] Kumar, R., et al. **(2023).** Bioadsorption of azo dyes using modified agricultural wastes: Mechanism and modeling approaches. J Water Process Engeneiring, 53, 103651.

[14] Mahmoud, M. E., et al. **(2024).** Functional materials for efficient removal of industrial dyes from wastewater: Adsorption mechanism and environmental perspectives. Environmental Pollution, 335, 122216.

[15] Nguyen, T. A., et al. **(2023)**. Physisorption vs. chemisorption in dye removal using nanostructured adsorbents. Sep Purif Technology, 309, 122937.

[16] Rashid, R. A., et al. **(2023).** Environmental Technology & Innovation,. Effect of solution parameters on dye adsorption from textile effluent: A comparative study. , 29, 102967

[17] Ali, I., et al. **(2023)**. Recent trends in low-cost adsorbents for dye removal from wastewater. Mechanisms and Performances.;(137698.):320.

[18] Sharma, Y. C. et al. **(2022).** Adsorption technologies for wastewater treatment: A review on mechanisms and recent advances. Environ Technol Innovation, 28, 102943.

[19] Nguyen, T. A. et al. **(2023).** Insights into adsorption mechanisms: A comparison of physical vs chemical adsorption in dye removal systems. J Mol Liq , 378, 121261..

[20] Iqbal, M., et al. **(2023)**. Kinetics and thermodynamics of adsorption in industrial effluent treatment: J Environ Management 333, 117495.

[21] Zhou, L., et al. **(2023).** Recent progress in porous materials for dye adsorption: Design, mechanisms and performance. J Environ Chem Eng. 11(2), 110712.

[22] Ahmed, M. B., et al. **(2023)**. Adsorption of organic pollutants from water by low-cost adsorbents: review on mechanisms and influencing parameters. Chemosphere. , 327, 138469.

[23] Liu, Y., et al. **(2024).** Molecular understanding of adsorption mechanisms in wastewater remediation. Environ Res. 239, 117095.

[24] El-Naggar, N. E. et al. **(2022)**. Role of pH in heavy metal and dye removal: experimental and modeling approaches. J Water Process Eng47, 102733.

[25] Mohamed, E. A., et al. **(2023).** Thermodynamic and kinetic aspects of dye adsorption using sustainable adsorbents. Environ Adv. , 11, 100321

[26] Chowdhury, S., et al. **(2022).** Optimization of adsorbent dosage and economic assessment in dye removal from wastewater. J Clean Prod 350, 131399..

[27] Wu, J., et al**. (2023).** Effect of porosity and surface chemistry on the adsorption performance of bio-based materials. Bioresour Technol 369, 128347..

[28] Bensalah, F., et al. **(2022).** Étude cinétique de l'adsorption du bleu de méthylène sur un charbon actif préparé à partir de biomasse. Rev Sci L'Eau 35(1), 45–55.

[29] Amrhar, A., et al. **(2023).** Étude des isothermes et cinétiques d'adsorption du bleu de méthylène sur un matériau biosourcé. Rev Énerg Renouvelables 26(1), 121–130..

[30] Boudiaf, D., et al. **(2022).** Modélisation des isothermes d'adsorption du Cu(II) sur des argiles naturelles modifiées. Afrique Science, 18(2), 100–112.

[31] Wang, J., Wang, B., Wen, Z., Zhao, N., Li, T., & Zhao, W. **(2023)**. Adsorption process optimization and adsorbent evaluation based on Langmuir isotherm model. Langmuir.

[32] Mirahmadi Sarpiri, A., & Soltanolkottabi, F. **(2024).** Application of Langmuir and Freundlich isotherm, pseudo-first-order, and pseudo-second-order kinetic studies for the adsorption of sunset yellow dye onto Cadmium-based imidazole zeolite nanostructure. Indian Chem Eng.

[33] Farch, S., et al. **(2023).** Application of Walnut Shell Biowaste as an Inexpensive Adsorbent for Methylene Blue Dye: Isotherms, Kinetics, Thermodynamics, and Modeling. Separations. 10(1), 60

[34] El-Sharkawy II, Gado MG, Sabouni H, Abd-Elhady MM, Radwan A, Abo-Khalil AG, et al. **(2024).** Material characteristics and selection criteria for adsorption-based atmospheric water harvesting: An overview. Sol Energy. 283:112996.

[35] Boulaiche, S., & Trari, M. **(2021).** Applications des matériaux adsorbants pour l'élimination des colorants dans les eaux usées. Afr Sci. 17(3), 70–84.

[36] Office National de l'Assainissement. Rapport annuel **(2023)** sur l'état des stations d'épuration en Algérie. (Ministère des Ressources en Eau et de la Sécurité Hydrique).

[37] Kaci, M., Boudia, A., & Menacer, H. **(2022)**. Étude de la performance des stations d'épuration des eaux usées en Algérie : Cas de la wilaya de Médéa. Rev Algér L'Hydraulique., 6(1), 19–30

[38] Hadj Ammar, N., & Saidi, N. **(2023).** Valorisation des boues d'épuration en agriculture et en production d'énergie : opportunités et contraintes en Algérie. Rev Tech Environnementales. 18(2), 44–58.

[39] Boukroufa, S., Toumi, N., & Belkacem. **(2023)**. Évaluation de l'efficacité de la décantation primaire dans les STEP en zone urbaine. Rev Eau Dév Durable. , 11(2), 67–74.

[40] Zerguine, M., Chouarbi, K., & Khellaf, A. **(2024)**. Optimisation de la valorisation agricole des boues de STEP : cas de la wilaya de Médéa. J Algér Sci L'Environnement. 9(1), 22–36.

[41] Djelal, H., & Bouslimani, F. **(2023).** Gestion durable des boues d'épuration : état des lieux et perspectives en Algérie. Rev Algér L'Environnement Dév Durable. 11(1), 51–64

[42] Bouzalid, A., et al. **(2022).** Caractérisation et valorisation des boues primaires issues des STEP urbaines. Rev Eau Déchets.. 18(3), 33–45.

[43] Ghernaout, D. **(2024)**. Boues d'épuration : problématiques actuelles et solutions émergentes. Rev Maghrébine L'Hydraulique9(2), 71–84..

[44] Aït-Amar, H., & Yahi, A. **(2024)**. Étude de la toxicité des métaux lourds dans les boues d'épuration destinées à l'agriculture. Rev Sci Environ. 16(2), 22–38.

[45] Benhabiles, O., et al. **(2023)**. Comparaison entre chaulage et méthanisation pour la stabilisation des boues d'épuration municipales. Rev Tech Procédés L'Assainissement, 8(4), 47–59..

[46] Guerfi, N., & Boualem, M. **(2022)**. Optimisation de l'épaississement des boues activées par floculation. Rev Algér Génie Procédés, 14(3), 25–34

PARTIE II

Partie expérimentale

Chapitre III
Matériels et méthodes

Introduction :

Ce chapitre décrit l'étude expérimentale menée sur l'adsorption du ***Rouge Congo*** (***RC***), un colorant azoïque de nature anionique, à partir d'une solution aqueuse. Divers matériaux naturels et modifiés ont été évalués en tant qu'adsorbants : la boue d'épuration brute, un charbon actif dérivé de boue, la boue activée par traitement chimique, ainsi que des disques composites élaborés à partir d'alginate et de boue à différents états.

L'objectif principal de ce travail est de valoriser ces matériaux, issus majoritairement de résidus ou de sous-produits, dans une perspective de dépollution efficace des effluents colorés. Pour ce faire, l'influence de plusieurs paramètres opératoires a été étudiée : le temps de contact, le pH de la solution, la concentration initiale en colorant, la masse d'adsorbant utilisée, ainsi que la température. En complément, des modèles d'isothermes d'adsorption ont été appliqués afin de modéliser les interactions adsorbant–adsorbat et de mieux comprendre les mécanismes mis en jeu.

1 Produits chimiques :

Les produits chimiques utilisés dans notre étude sont présentés dans le tableau **III.1** suivant :

Tableau III.1 : Produits chimiques utilisés.

Produits chimiques	***Masse molaire (g/mol)***	***Densité*** **g/cm3**	***Pureté(%)***
NaOH	40	2,13	98
Na_2HCO_3	84,01	2,2	99
HCl	36,46	1,19	37
H_3PO_4	98	1,71	85

1.1 Matériaux adsorbants:

Dans cette étude, plusieurs matériaux adsorbants ont été préparés et évalués pour leur efficacité dans l'adsorption du ***Rouge Congo***. Il s'agit notamment de grains de boue d'épuration brute, de boue d'épuration activée par traitement chimique, de charbon actif dérivé de boue, ainsi que de charbon actif activé issu du même matériau.

Par ailleurs, des disques composites ont été élaborés à partir d'alginate de sodium, servant de matrice pour encapsuler ces différents adsorbants. Les formulations comprennent ainsi des disques à base d'alginate incorporant respectivement : de la boue

brute, de la boue activée, du charbon actif et du charbon activé dérivés de la boue. Cette approche permet d'étudier l'effet de l'encapsulation sur les performances adsorbantes des matériaux testés.

1.1.1 Alginate de sodium :

L'alginate est un polysaccharide naturel largement répandu, extrait principalement de la paroi cellulaire des algues brunes marines (phéophycées), telles que *Laminaria, Ascophyllum* et *Macrocystis*. Il est également produit par certaines bactéries, comme *Pseudomonas aeruginosa* et *Azotobacter vinelandii*, via fermentation microbienne, offrant ainsi une voie alternative de synthèse biotechnologique **[1]**.

Sur le plan chimique, les alginates sont des copolymères linéaires composés de deux types de résidus uroniques : l'acide α-L-guluronique (G) et l'acide β-D-mannuronique (M), reliés par des liaisons glycosidiques β-(1→4). Ces résidus s'organisent en blocs homogènes (blocs G ou blocs M) ou en blocs alternés (blocs MG), ce qui influence fortement les propriétés physico-chimiques du polymère, notamment sa capacité de réticulation avec les ions divalents (comme Ca^{2+}), formant des hydrogels par le mécanisme dit du "egg-box" **[2]**.

Grâce à sa *biocompatibilité, biodégradabilité, faible toxicité et capacité à former des gels* thermiquement stables à température ambiante, l'alginate est largement utilisé dans de nombreux domaines, notamment **[3]** :

- La libération contrôlée de médicaments,
- La bioencapsulation de cellules et d'agents actifs,
- Les procédés de dépollution (adsorption des métaux lourds, colorants, …etc.),
- Ainsi que dans ***l'ingénierie des biomatériaux et tissus.***

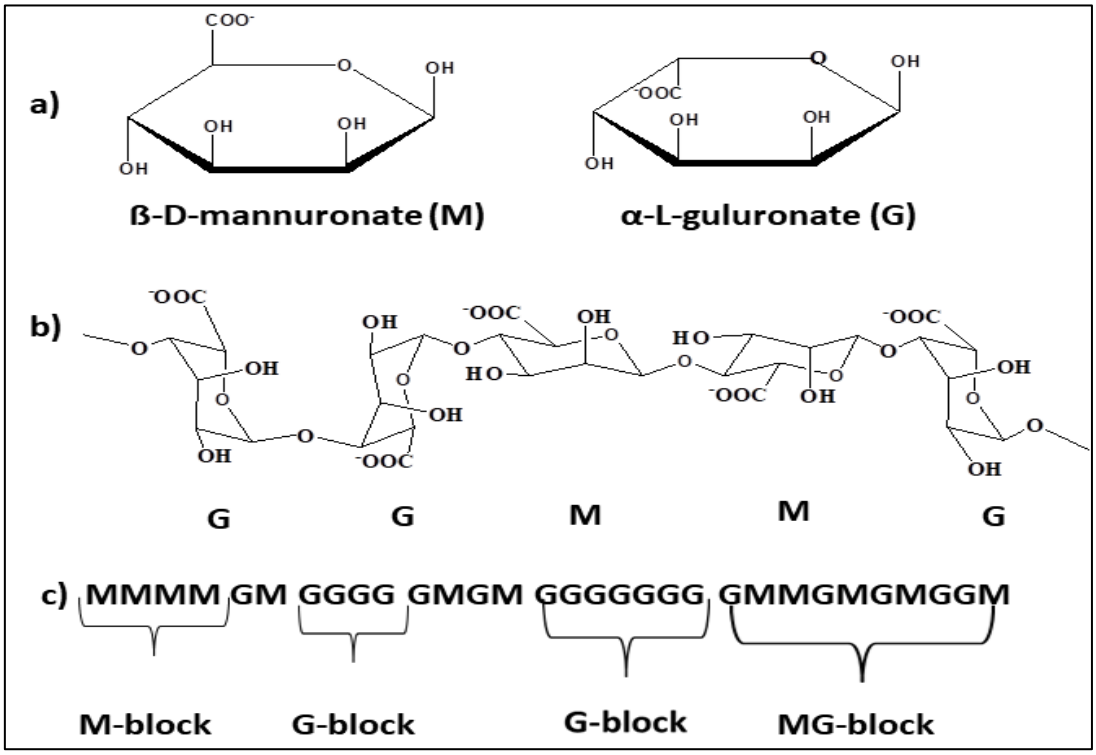


Figure III.1 **:** présentation d'une structure d'alginate, (a) monomères mannuronate M et guluronate G ; (b) conformation des chaînes ; (c) exemple d'enchaînement des blocs M, blocs G et blocs alternés MG dans une chaîne d'alginate**[3]**

1.1.2 Charbon actif:

Le charbon actif utilisé dans ce travail a été synthétisé à partir de boue d'épuration brute, selon un procédé de pyrolyse suivi d'une activation chimique. Ce type de valorisation des boues permet non seulement de réduire le volume de déchets, mais aussi de produire un matériau adsorbant poreux présentant une grande surface spécifique et une forte affinité pour les composés organiques **[4].**

Grâce à la présence de groupes fonctionnels oxygénés (carboxyles, hydroxyles, …etc.) à la surface, ce charbon actif dérivé de boue peut interagir efficacement avec les polluants organiques présents dans les effluents industriels, notamment les colorants azoïques **[5].**

1.2 Polluants modèle : Rouge Congo "RC" :

Afin d'évaluer les performances adsorbantes des différents matériaux testés à savoir :

- Boue d'épuration brute,

- Boue d'épuration activée chimiquement,
- Charbon actif dérivé de boue,
- Charbon actif activé

- Ainsi que des disques composites à base d'alginate de sodium et de boue sous différentes formes.

Le ***Rouge Congo (RC)*** a été sélectionné comme colorant modèle de cette étude.

Le Rouge Congo est un colorant azoïque anionique, de formule chimique $\mathbf{C_{32}H_{22}N_6O_6S_2Na_2}$ (Masse molaire ≈ 696,66 g/mol), largement utilisé dans l'industrie textile pour la teinture directe des fibres cellulosiques comme le coton. Sa structure comprend deux groupements azo (-N=N-), appelés chromophores, liés à des cycles aromatiques substitués par des groupes sulfonates ($-SO_3^-$), ce qui lui confère :

- Une forte intensité colorante,
- Une excellente solubilité dans l'eau,
- Et un comportement anionique prononcé à pH neutre ou basique.

Le RC est également employé comme indicateur de pH, car il change de couleur autour de la neutralité (pH ≈ 3 à 5). Du fait de sa structure complexe, de sa stabilité chimique et de sa rémanence dans les milieux aqueux, il est souvent utilisé dans les études de dépollution comme molécule cible pour évaluer les capacités adsorbantes de nouveaux matériaux naturels ou modifiés **[6].**

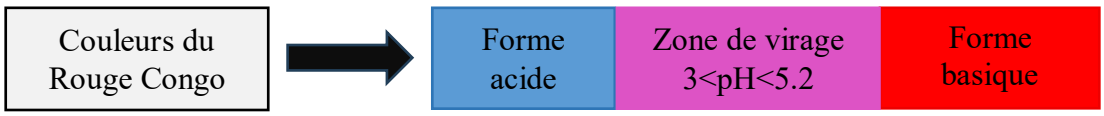


Figure III.2: Indicateur de pH de Rouge Congo **[7]**

2 Matériels utilisés :

Le tableau ci-dessous présente les équipements et instruments utilisés dans le cadre de notre étude expérimentale.

Tableau III.2 **:** Liste des équipements utilisés

Équipements	***Références***
Balance	**-Marque :** KERN **-model :** ALS220-4N

Etuve	**-Marque :** memmert **-Modèle :** UNB
Four à moufle	**-Marque :** Nabertherm **- Modèle :** L-151T3RN LT
Agitateur chouffant	**-Marque : start** **- Modèle: UC152**
Agitateur multi poste	**-Marque** : OVAN **- Modèle**: MM50E
Tamiseur	**-Marque**:retsch **- Modèle:** AS 200 basic
PH mètre	**-Marque** : OHAUS **- Modèle :** STARTER 3100
Coductumètre	**-Marque** : Infitek **- Modèle :** EC100B
Thermomètre	**-Marque** : OHAUS (pH mètre et Thermomètre) **- Modèle :** STARTER3100
Spectrophotomètre UV-visible	**Marque** : SHIMADZUUV6MINI **- Modèle :** UV-1240
FTIR	**-Marque** : SHIMADZU **- Modèle :** RTIR8400
Centrifugeuse	**-Marque** : hettich **- Modèle :** EBA-20-TurboSquid

3 Présentation et préparation de l'adsorbant :

3.1 Boue d'épuration :

La boue d'épuration utilisée dans cette étude est un sous-produit organique issu du traitement des eaux usées domestiques. Classée parmi les déchets semi-solides, elle constitue un résidu riche en matière organique et minérale, représentant un enjeu environnemental mais aussi une ressource valorisable dans une optique d'économie circulaire.

Un échantillon de boue a été prélevé à la fin du mois de février 2025 au niveau de la station de traitement des eaux usées de ***Oued Lahrache***, dans la wilaya de ***Médéa (Algérie)***. Le prélèvement a été réalisé à partir de la zone de stockage, puis le matériau a été conditionné dans des sacs en plastiques propres et transporté au laboratoire pour

être préparé et caractérisé. Plusieurs méthodes de préparation ont été appliquées afin d'obtenir des adsorbants sous différentes formes.

L'exploitation de la boue d'épuration comme matériau adsorbant s'inscrit dans une démarche de ***valorisation durable***, permettant non seulement de réutiliser un déchet industriel, mais aussi de réduire son impact environnemental tout en développant des solutions économiques pour le traitement des eaux polluées en Algérie et précisément dans la wilaya de Médéa.



Figure III.3: Zone de stockage de la boue utilisée

3.2 Preparation du Charbon actif:

Le charbon actif a été préparé à partir de boue d'épuration domestique, considérée comme un déchet riche en matière organique et minérale. Le protocole de préparation comprend plusieurs étapes, visant à améliorer la porosité et la surface spécifique du matériau afin d'en faire un adsorbant efficace pour l'élimination des colorants.

a. Lavage:

Dans un premier temps, la boue d'épuration brute a été soigneusement lavée à plusieurs reprises avec de l'eau distillée afin d'éliminer les impuretés solubles, les sels minéraux résiduels, et les matières en suspension. Cette étape est poursuivie jusqu'à ce que le pH et la conductivité de l'eau de lavage se stabilisent, indiquant l'élimination des contaminants solubles.

Cette opération est essentielle pour éviter l'encrassement du charbon lors des étapes ultérieures et garantir une activation homogène **[8]**.



Figure III.4: Lavage de la boue utilisée

b. Séchage :

La boue préalablement lavée est placée dans une étuve à une température de 105 °C pendant 24 heures. Ce séchage permet d'éliminer l'humidité résiduelle et de faciliter les étapes ultérieures de traitement, notamment le broyage et l'activation.



Figure III.5: Séchage de la boue utilisée

c. Broyage :

Après séchage, la boue d'épuration est broyée afin d'obtenir une granulométrie homogène, adaptée aux analyses expérimentales. Le broyage a été réalisé à l'aide d'un broyeur mécanique, suivi d'un tamisage manuel pour garantir une taille uniforme des particules dont la granulométrie est inférieure à 4 mm, allant jusqu'à une texture fine en poudre. Cette étape est cruciale pour assurer une bonne reproductibilité des résultats lors des tests d'adsorption.

NB : Cette granulométrie permet d'augmenter la surface de contact entre l'adsorbant et le polluant et facilite la diffusion du colorant dans les pores du charbon actif **[9]**.



Figure III.6 : Broyage de la boue utilisée

d. Tamisage :

Après l'étape de broyage, la boue d'épuration séchée a été soumise à un tamisage afin d'éliminer les résidus non homogènes et de sélectionner des fractions granulométriques spécifiques, nécessaires pour les essais d'adsorption. Le tamisage a été effectué à l'aide de tamis métalliques de maille 4 mm et inférieure, permettant de séparer les particules selon leur taille. Cette opération vise à garantir une distribution granulométrique contrôlée, ce qui est essentiel pour la reproductibilité et la fiabilité des résultats expérimentaux.

Les fractions tamisées ont été soigneusement collectées et conservées dans des flacons propres et hermétiques, à l'abri de l'humidité, de la lumière et de toute source de contamination externe. Cette méthode de conservation permet de préserver l'intégrité des échantillons en vue de leur utilisation ultérieure dans les études d'adsorption.

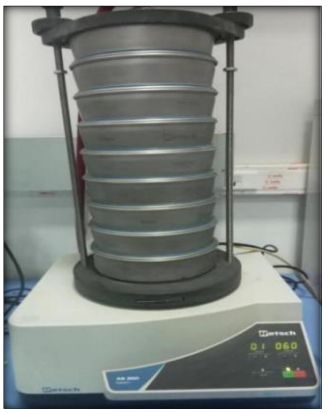


Figure III.7: Tamisage de la boue

Le schéma ci-dessous illustre les principales étapes suivies pour la préparation de l'adsorbant :

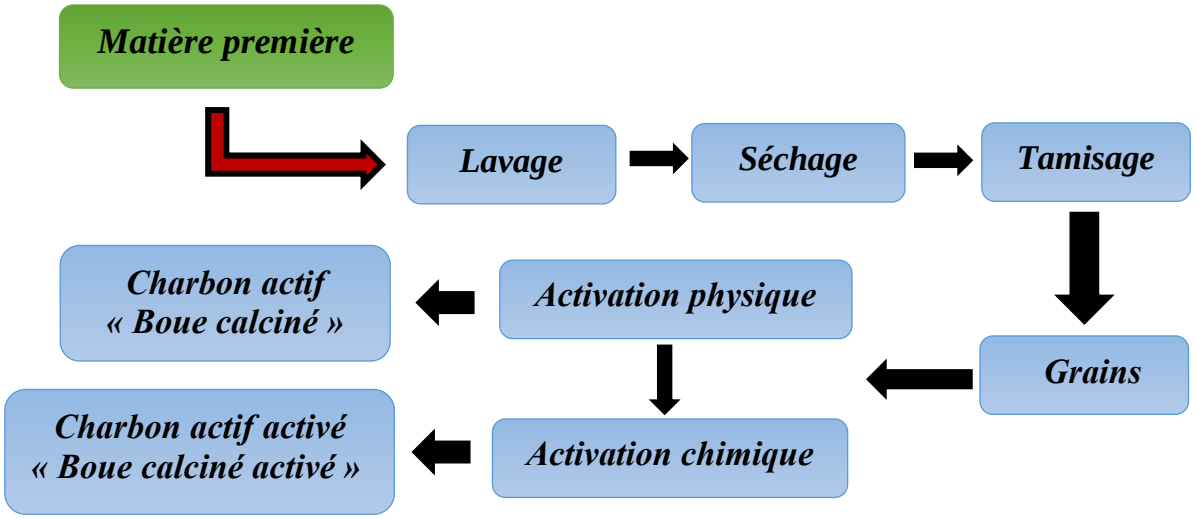


Figure III.8: Étapes de préparation de l'adsorbant.

4 Caractérisation de la matière première :

Afin d'évaluer les propriétés physico-chimiques de la boue d'épuration brute utilisée comme précurseur d'adsorbant, plusieurs analyses ont été réalisées, notamment la détermination de l'humidité, de la siccité, de la matière volatile, du taux de cendres, la masse volumique, …etc.

4.1 Détermination du taux d'humidité

L'humidité représente la quantité d'eau contenue dans un matériau. Elle est déterminée après séchage de l'échantillon à **105 °C** jusqu'à obtention d'un poids constant. Le taux d'humidité est exprimé selon l'équation suivante **[10].**

$$\mathbf{H\ \%} = \frac{(P_1 - P_0) - (P_2 - P_0)}{(P_2 - P_0)} \mathbf{x\ 100} \qquad \mathbf{(Eq.\ 1)}$$

Où :

H% : Taux d'humidité (en %).

P_0 : Poids du creuset vide (en g).

P_1 : Poids de la boue humide avec la masse du creuset (en g).

P_2 : Poids de la boue sèche avec la masse du creuset (en g).

4.2 Détermination de la siccité 'matière sèche' (MS) :

La siccité indique la fraction solide d'un échantillon après élimination de l'eau par séchage à 105 °C. Elle est calculée par la formule suivante **[11]** :

$$\boldsymbol{MS\%} = \frac{(\boldsymbol{P_2 - P_0})}{(\boldsymbol{P_1 - P_0})}\mathbf{x100} \qquad \textbf{(Eq.2)}$$

Où :

MS% : Taux de matière sèche (en %)

4.3 Détermination de la Matière volatile (MV) :

Les matières volatiles représentent la fraction organique de la matière sèche qui s'évapore ou se dégrade à haute température. L'échantillon sec est calciné dans un four à moufle à 750 °C pendant 2 heures. Le pourcentage de MV est donné par **[12]**:

$$\boldsymbol{MV\%} = \frac{(\boldsymbol{P_2 - P_3})}{(\boldsymbol{P_2 - P_0})}\mathbf{x100} \qquad \textbf{(Eq.3)}$$

Où :

MV% : Taux de matière volatile (en %)

P_3 : Poids de la boue calciné avec la masse du creuset (en g)

4.4 Détermination du taux de cendres :

Le taux de cendres correspond à la fraction minérale résiduelle après combustion complète de la matière organique. Elle est calculée comme suit **[10]** :

$$\boldsymbol{C\%} = \frac{\boldsymbol{P_4}}{\boldsymbol{P_2}}\mathbf{x100} \qquad \textbf{(Eq.4)}$$

C%: Taux de cendres (en %)

P_4: Poids de cendres finales avec la masse du creuset (en g)

(a) **(b)**

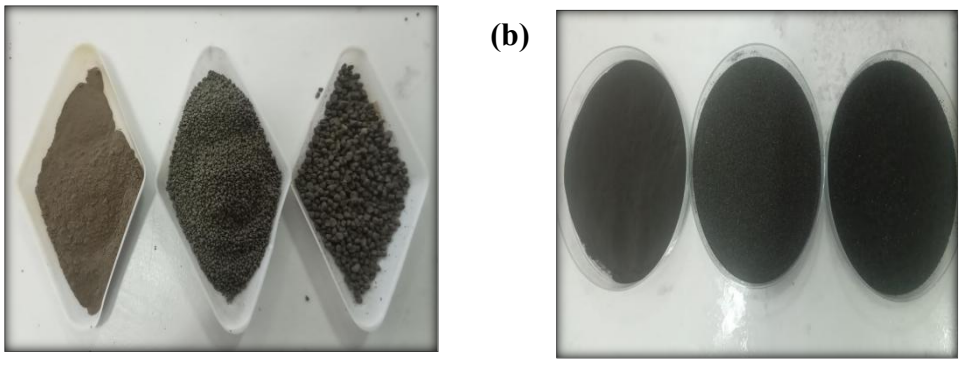


Figure III.9: (a) Boue brut broyé, (b) Boue calciné (résidu minéral)

4.5 Détermination de la masse volumique :

En l'absence d'un pycnomètre, En l'absence de pycnomètre, la masse volumique apparente de la boue a été estimée par déplacement de volume à l'aide d'une éprouvette graduée de 100 mL. Une masse connue **m** de boue sèche est introduite dans un volume initial d'eau $\mathbf{V_1}$, et le volume final $\mathbf{V_2}$ est noté. La densité est ensuite calculée par **[13]** :

$$\boldsymbol{\rho = \frac{m}{\vartheta} = \frac{m}{V_2 + V_1}} \qquad \textbf{(Eq.5)}$$

Où :

$\boldsymbol{\rho}$: Masse volumique (en g/mL).

m : Masse des grains de boue sèche (en g).

$\vartheta = V_2 - V_1$: Volume occupé par la boue ≡ volume déplacé (en mL).

$\mathbf{V_1}$: Volume initial d'eau (en mL).

$\mathbf{V_2}$: Volume final d'eau (en mL).

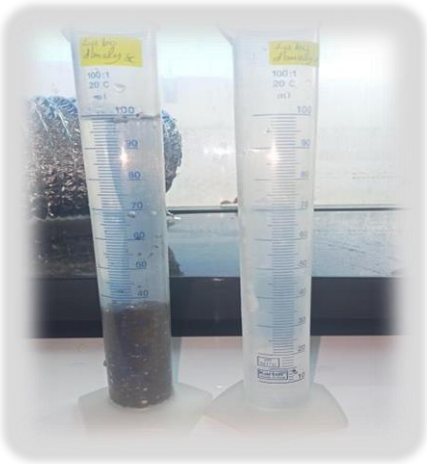


Figure III.10: Mesure du la masse volumique de la boue

5 Mesure du potentiel d'hydrogène et de la conductivité électrique :

5.1 Potentiel d'hydrogène 'pH' :

Le ***pH*** est un paramètre fondamental pour évaluer l'acidité ou la basicité d'un matériau. Il permet de déterminer le caractère chimique de surface de l'adsorbant, influençant ainsi son comportement dans les processus d'adsorption. La mesure du pH dans un extrait aqueux permet notamment de détecter la libération d'ions hydronium (H_3O^+) ou hydroxyle (OH^-) par les groupes fonctionnels présents dans la boue **[14].**

- ***Protocole expérimental*** *:*

Un échantillon de 20 g de boue est pesé à l'aide d'une balance analytique puis introduit dans un bécher de 100 mL. On y ajoute 50 mL d'eau distillée. Le mélange est ensuite agité pendant 30 minutes à l'aide d'un agitateur magnétique. Après 15 minutes de décantation, le pH de la suspension est mesuré à l'aide d'un pH-mètre calibré.

5.2 Conductivité électrique :

La ***conductivité électrique*** donne une estimation de la teneur en sels solubles dissous dans l'échantillon, notamment les ions tels que Na^+, Cl^-, K^+, Ca^{2+}, etc. Une conductivité élevée peut refléter une concentration ionique importante, ce qui influence les interactions électrostatiques entre l'adsorbant et les polluants cibles **[15].**

- ***Protocole expérimental*** *:*

Dans les mêmes conditions que pour la mesure du pH, un échantillon de 20 g de boue est mélangé avec 50 mL d'eau distillée et agité pendant 30 minutes. Après 15 minutes de décantation, la conductivité de la solution surnageante est mesurée à l'aide d'un conductimètre correctement calibré.



Figure III.11: Mesure du pH et de la conductivité électrique de la boue

6 Activation chimique :

L'activation chimique constitue une étape cruciale dans la valorisation des boues d'épuration en tant que matériaux adsorbants. Elle permet d'améliorer significativement les propriétés texturales du matériau, telles que la surface spécifique, la porosité, et la fonctionnalisation chimique des surfaces actives.

Dans cette étude, l'activation chimique a été réalisée à l'aide de l'acide phosphorique (H_3PO_4), un agent largement utilisé pour sa capacité à promouvoir la formation de structures poreuses tout en introduisant des groupes fonctionnels acides à la surface du carbone **[16,17].**

- ***Protocole expérimental :***

Une masse déterminée de boue calcinée a été placée dans un bécher contenant un mélange de 25 mL d'acide phosphorique (H_3PO_4 à 90%) et 25 mL d'eau distillée, en maintenant un rapport massique boue/acide adapté. Le mélange a été laissé sous agitation douce pendant une heure, puis séché dans une étuve à 80 °C pendant 24 heures.

Après séchage, un résidu solide en forme de disque a été obtenu. Ce dernier a été soigneusement lavé à l'eau distillée pour éliminer les résidus acides, puis neutralisé à l'aide d'une solution de bicarbonate de sodium ($NaHCO_3$ 0,5 N) jusqu'à l'obtention d'un pH résiduel proche de 6. Le matériau neutralisé a été séché à nouveau à 105 °C pendant 24 heures afin d'éliminer toute trace d'humidité.

Le charbon activé final a été conservé dans un flacon en verre hermétiquement fermé, à température ambiante, à l'abri de la lumière et de l'humidité, pour préserver ses propriétés d'adsorption.

7 Synthèse des disques :

7.1 Préparation des disques a base d'alginate :

La synthèse des disques composites à base d'alginate de sodium et de boue sous différentes formes repose sur la méthode de gélification ionique, qui permet d'obtenir des disques souples et poreuses adaptées à l'adsorption de polluants organiques présents dans les eaux usées.

7.1.1 Préparation de la solution d'alginate :

Une solution précurseur est préparée en ajoutant progressivement 1 g d'alginate de sodium dans 100 mL d'eau désionisée, sous agitation continue à température ambiante. L'agitation est maintenue pendant 2 heures pour assurer la dissolution complète de l'alginate et la formation d'un gel homogène. À la fin de cette étape, le mélange est laissé au repos quelques minutes pour permettre l'évacuation des bulles d'air **[18]**.

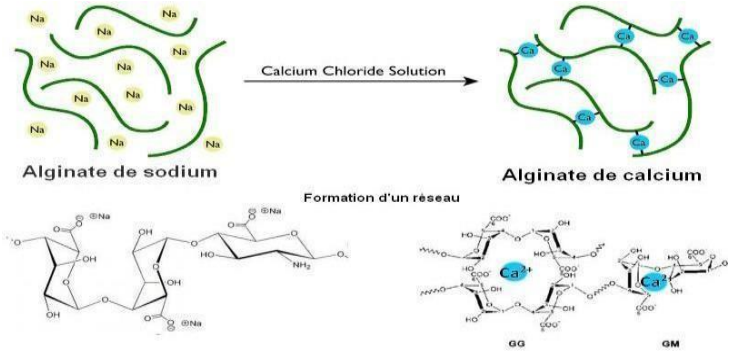


Figure III.12: Réticulation de l'alginate par diffusion du réticulant à travers la surface de la membrane en formation **[18]**.

7.1.2 Préparation du mélange alginate-boues :

Une quantité déterminée de boue (brute, calciné, activé, …etc) est incorporée à la solution d'alginate. Le mélange est agité pendant 1 à 2 heures, jusqu'à obtenir une dispersion homogène. Cette étape permet de distribuer uniformément les particules solides dans la matrice d'alginate, essentielle pour une bonne performance d'adsorption **[19]**.

❖ ***Gélification ionique:***

Le mélange ainsi obtenu est ensuite versé goutte à goutte dans une solution de chlorure de calcium ($CaCl_2$, 0,1 à 0,2 M). Cette étape déclenche la gélification ionique de l'alginate via l'échange d'ions Na^+ avec les ions Ca^{2+}, conduisant à la formation d'un réseau tridimensionnel réticulé. Le système est laissé au repos pendant 30 à 60 minutes pour permettre une réticulation complète **[20]**.

❖ ***Moulage et réticulation secondaire:***

Pour former des membranes plates, la solution pré-gélifiée est coulée dans une boîte de Pétri en verre ou un moule plat, puis recouverte d'une nouvelle solution de $CaCl_2$ afin d'assurer une réticulation uniforme sur toute l'épaisseur. Cette étape est maintenue pendant 2 heures, puis le disque est retirée avec précaution **[21]**.

❖ ***Lavage et séchage:***

Le disque est soigneusement lavée à l'eau distillée afin d'éliminer les excès de $CaCl_2$. Le rinçage est poursuivi jusqu'à ce que le pH de l'eau de rinçage soit neutre (pH ~7). Enfin, les disques sont séchées à l'air libre pendant 48 heures ou dans une étuve à température modérée (~40–50 °C) selon les besoins expérimentaux **[22]**.

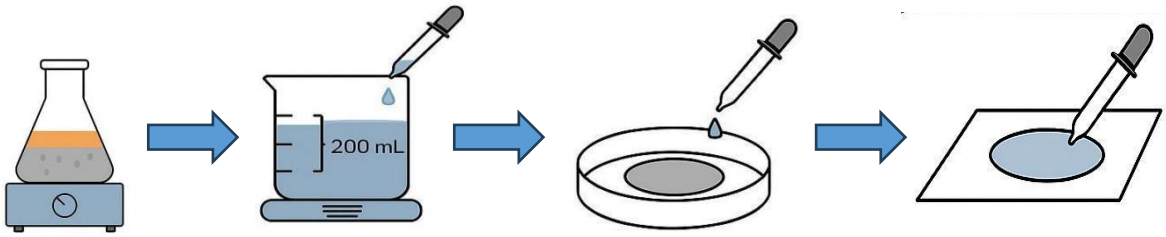


Figure III.13: Schéma du procédé de fabrication d'un disque boue/Alginate

8 Caractérisations des disques et des matériaux précurseurs :

8.1 Taux de gonflement des disques et du taux d'humidité :

Le taux de gonflement (Swelling Ratio) est un paramètre essentiel permettant d'évaluer la capacité des disques à absorber l'eau. Il reflète l'élasticité et la porosité du réseau polymère. Pour ce faire, des échantillons de disques fraîchement préparés ont été pesés à l'état humide (Ph), puis laissés à sécher à l'air libre jusqu'à stabilisation de leur masse (état sec, Ps). Le taux de gonflement est calculé selon la relation suivante **[23]** :

$$S\% = \frac{P_h - P_s}{P_s} x100 \qquad \textbf{(Eq.06)}$$

S% : Taux de gonflement des disques.

P_h: Poids des disques humides (en g).

P_s: Poids des disques sècs à 20°C (en g).

Concernant le taux d'humidité (TH), il est déterminé en soumettant les disques secs à l'air à un chauffage à 105 °C pendant 24 h afin d'éliminer toute trace résiduelle d'eau. La différence de masse avant et après séchage permet d'estimer la teneur en humidité **[24]**.

8.2 pH au point de charge nulle (pH_{PZC}) :

La valeur du pH au point de charge nulle **(pH_{PZC})** est un paramètre fondamental en adsorption, car elle détermine à quel pH la surface de l'adsorbant est électriquement neutre. Elle influence directement les interactions électrostatiques entre le matériau et les espèces ioniques en solution.

Dans cette étude, le pH_{PZC} a été déterminé pour les échantillons suivants :

- Boue brute
- Boue activée chimiquement
- Boue calciné

- Boue calciné activé chimiquement
- Disques composites (alginate + boue brute, alginate + boue activée, …etc.)

La méthode utilisée est celle de la méthode du pH-drift **[25]**, résumée comme suit :

1. Préparation de six béchers contenants chacun 50 mL de NaCl 0,1 M (solution électrolyte).
2. Ajustement du pH initial des solutions entre 2 et 12 à l'aide de HCl 0,1 M ou NaOH 0,1 M.
3. Ajout de 0,2 g du matériau à tester dans chaque bécher.
4. Agitation à 25 °C pendant 24 h, puis mesure du pH final à l'aide d'un pH-mètre étalonné.
5. Tracé de la courbe pH final en fonction du pH initial. Le pH_{PZC} est identifié comme le point d'intersection avec la droite pH final = pH initial.

Ce protocole permet de comparer le comportement acido-basique des surfaces des matériaux précurseurs et des membranes, et d'ajuster l'environnement de traitement en fonction de leur charge de surface **[26]**.

9 Établissement de la courbe d'étalonnage du Rouge Congo :

9.1 Préparation des solutions :

Une solution mère de Rouge Congo (RC) a été préparée en dissolvant 5 mg de colorant dans 250 mL d'eau distillée sous agitation magnétique pendant 30 minutes afin d'assurer une dissolution homogène. À partir de cette solution mère, plusieurs solutions filles de concentrations variées ont été obtenues par dilutions successives. Les concentrations finales ont été choisies de manière à couvrir l'intervalle de linéarité de l'absorbance mesurable par spectrophotométrie UV-Visible **[27]**.

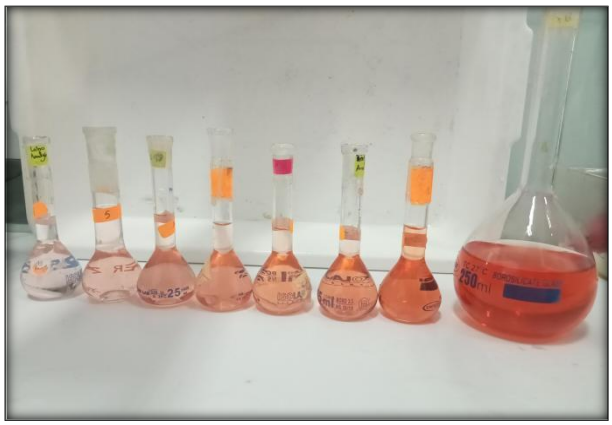


***Figure III.14*:** Préparation de la solution mère et des solutions filles de **RC**.

La longueur d'onde d'absorption maximale λ_{max} du Rouge Congo a été déterminée à 490 nm, conformément aux données de la littérature et confirmée par un spectre d'absorption. Les absorbances des solutions filles ont été mesurées à cette longueur d'onde à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible. Les valeurs obtenues ont permis de tracer la courbe d'étalonnage (Absorbance = f[Concentration]). La droite de régression linéaire a été utilisée pour déterminer l'équation de calibration qui sert à calculer les concentrations résiduelles dans les échantillons d'adsorption **[28]**.

10 Étude de l'influence des paramètres opératoires sur l'adsorption :

L'évaluation de l'efficacité d'adsorption du ***Rouge Congo*** sur les matériaux (boue brute, boue activée, boue calciné, disques composites, …etc) a été réalisée en faisant varier plusieurs paramètres expérimentaux clés :

- ☞ Temps de contact.
- ☞ pH de la solution aqueuse.
- ☞ Masse de l'adsorbant.
- ☞ Température de la solution.
- ☞ Concentration initiale de colorant.

Pour chaque expérience, un volume précis de solution a été prélevé à l'aide d'une micro-pipette, centrifugé si nécessaire, puis analysé par spectrophotométrie UV-Visible à 490 nm afin de déterminer la concentration résiduelle de RC.

L'adsorption du colorant a ensuite été calculée à l'aide de l'équation classique :

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{m} x\, V \qquad \textbf{(Eq.07)}$$

Où :

- q_e : capacité d'adsorption à l'équilibre (en mg/g)
- C_0 : concentration initiale (en mg/L)
- C_e : concentration à l'équilibre (en mg/L)
- V : volume de la solution (en L)
- m : masse de l'adsorbant (en g)

10.1 Temps de contact :

Le temps de contact entre la phase liquide (solution de colorant 'RC') et la phase solide (adsorbant 'Boue') est un paramètre déterminant dans tout procédé d'adsorption. Il influence directement sur la vitesse de transfert de masse du soluté vers la surface active de l'adsorbant. Une cinétique rapide, avec atteinte de l'équilibre en temps plus court, est généralement recherchée pour les applications industrielles de traitement des effluents liquides **[29].**

Dans cette étude, les tests ont été réalisés à température ambiante (~25 °C), à un pH ajusté à la valeur du point de charge zéro (pHpzc) de chaque matériau. La concentration initiale en RC a été fixée à 200 mg/L avec une masse d'adsorbant de 0,2 g pour chaque échantillon testé : boue brute (B_{brute}), boue activée ($B_{activé}$), boue calciné ($B_{calciné}$), boue calciné activé ($B_{calc.activ.}$), …etc et disuqes composites (Alg+B_{brute}, Alg+$B_{calciné}$, Alg+$B_{calc.activ.}$, Alg+$B_{calc.disq.}$, …etc). Les mélanges ont été agités à 250 tr/min, et des aliquotes de la solution ont été prélevées à différents intervalles de temps. Les concentrations résiduelles en RC ont été mesurées par spectrophotométrie UV-Visible à 490 nm pour calculer le rendement d'adsorption (R%).

10.2 Influence du pH de la solution :

Le pH du milieu aqueux est un facteur crucial dans les phénomènes d'adsorption, car il influence à la fois la spéciation du colorant et la charge de surface de l'adsorbant **[30]**. Un pH acide ou basique peut entraîner des phénomènes d'attraction ou de répulsion électrostatiques entre l'adsorbant et les molécules de RC.

Des expériences ont été réalisées avec 0,2 g d'adsorbant (B_{brute}, $B_{activé}$, $B_{calciné}$, $B_{calc.activ.}$, …etc), ainsi qu'avec des disques composites (Alg+B_{brute}, Alg+$B_{calciné}$, Alg+$B_{calc.activ.}$, Alg+$B_{calc.disq.}$, …etc), dans une solution de RC à 200 mg/L. Le pH a été ajusté entre 2 et 12 à l'aide de solutions de HCl ou NaOH (0,1 N). Les mélanges ont été

agités à 250 tr/min à 25 °C, puis analysés par spectrophotométrie UV-Visible pour évaluer l'efficacité d'adsorption selon le pH.

10.3 Influence de la masse de l'adsorbant :

La quantité d'adsorbant utilisée influence directement le nombre de sites actifs disponibles pour interagir avec les molécules de RC. Pour étudier cet effet, des solutions de RC à 200 mg/L ont été préparées, avec des masses d'adsorbant de 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; et 1 g (B_{brute}, $B_{activé}$, $B_{calciné}$, Alg+B_{brute}, Alg+$B_{calciné}$). Le pH a été ajusté à la valeur du pHpzc de chaque adsorbant. Tous les mélanges ont été agités à température ambiante, à 250 tr/min en fonction du temps 'Tps (min)'. L'adsorption a été mesurée par spectrophotométrie.

10.4 Influence de la température :

La température influence les interactions entre les molécules de RC et la surface de l'adsorbant. Une adsorption endothermique est favorisée par l'augmentation de la température, tandis qu'une adsorption exothermique peut diminuer avec elle **[31]**.

Des essais ont été effectués avec 0,2 g d'adsorbant (B_{brute}, $B_{activé}$, $B_{calciné}$, $B_{calc.activ.}$, …etc) et les disques composites (Alg+B_{brute}, Alg+$B_{calciné}$, Alg+$B_{calc.activ.}$, Alg+$B_{calc.disq.}$, …etc), en présence de RC à 200 mg/L, à pH = pHpzc, et à différentes températures : 20 °C, 25 °C, 30 °C, 35 °C, et 40 °C. Les systèmes ont été agités à 250 tr/min, puis analysés par spectrophotométrie.

10.5 Influence de la concentration initiale du colorant :

La concentration initiale du colorant joue un rôle fondamental dans le gradient de diffusion, qui agit comme force motrice pour l'adsorption. Pour cette analyse, 0,2 g d'adsorbant (B_{brute}, $B_{activé}$, $B_{calciné}$, $B_{calc.activ.}$, …etc) et un disque de chaque composite (Alg+B_{brute}, Alg+$B_{calciné}$, Alg+$B_{calc.activ.}$, Alg+$B_{calc.disq.}$, …etc) ont été mis en contact avec des solutions de RC dont la concentration varie de 50 à 500 mg/L. Le pH a été ajusté à la valeur du pHpzc, et les mélanges ont été agités à 250 tr/min à température ambiante. La capacité d'adsorption q_e a ensuite été calculée pour chaque concentration.

11 Méthodes d'analyses :

Dans cette étude, deux techniques analytiques principales ont été utilisées pour caractériser les matériaux et suivre les performances d'adsorption :

- La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR),
- La spectrophotométrie UV-Visible.

11.1 Caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) :

La spectroscopie FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy) est une technique puissante pour identifier les groupes fonctionnels présents à la surface des matériaux, notamment dans le cas des adsorbants tels que le charbon actif ou les composites.

Elle repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge par les liaisons chimiques du matériau, ce qui induit des vibrations moléculaires caractéristiques (élongations, déformations, torsions). Chaque groupe fonctionnel possède des bandes d'absorption spécifiques dans la gamme infrarouge, ce qui permet de tracer une "empreinte chimique" du matériau **[32]**.

✓ ***Limites techniques :***

Cependant, l'analyse FTIR présente certaines limites dans le cas des matériaux carbonés :

- Le ***charbon***, étant un matériau ***très absorbant*** et de couleur sombre, peut atténuer le signal IR, rendant certaines bandes moins visibles.
- Le ***chevauchement des bandes*** spectrales, notamment dans les zones où plusieurs groupes vibrent à des fréquences proches, complique l'interprétation.
- Les propriétés de corps noir du charbon peuvent réduire la clarté des spectres.

La figure ci-dessous représente le principe de fonctionnement d'un spectromètreFTIR.

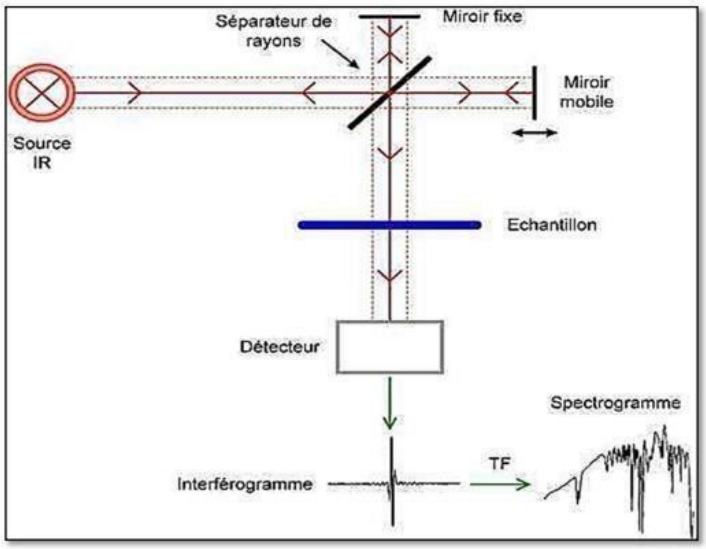


***Figure III.15*:** Schéma du principe de fonctionnement d'un FTIR**[32]**

Des travaux récents ont mis en évidence l'intérêt du couplage FTIR avec d'autres techniques (Raman, XPS) pour surmonter ces limitations et affiner l'analyse des adsorbants poreux **[33]**.

11.2 Spectrophotométrie UV-Visible :

La spectrophotométrie UV-Visible est une méthode d'analyse quantitative très utilisée pour déterminer la concentration d'un soluté (notamment les colorants comme le Rouge Congo) dans une solution. Elle repose sur la loi de Beer-Lambert, qui établit une relation linéaire entre l'absorbance (A) et la concentration (C) de l'espèce absorbante **[34]**.

Loi de Beer-Lambert :

$$A = \varepsilon \, x \, L \, x \, C = Log\left(\frac{I_0}{I}\right) \qquad \textbf{(Eq.08)}$$

Avec :

A : Absorbance (sans unité)

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

L : Longueur du trajet optique (épaisseur de la cuve, en cm)

C : Concentration du composé (en mol/L)

I_0 : Intensité initiale de la lumière traversée.

I : Intensité de la lumière transmise.

Les domaines spectraux concernés sont :

- **Ultraviolet (UV)** : de 200 à 350 nm
- **Visible (Vis)** : de 350 à 800 nm

Dans cette étude, les concentrations résiduelles de Rouge Congo ont été déterminées à une longueur d'onde maximale λ_{max}= 490 nm, correspondant au pic d'absorption du colorant en solution aqueuse.

Conclusion,

Dans ce chapitre, nous avons présenté les matériaux et composites élaborés pour l'adsorption du Rouge Congo (***RC***), ainsi que les protocoles méthodologiques mis en œuvre pour leur caractérisation et leur évaluation. Une attention particulière a été accordée à la préparation de différents adsorbants, notamment :

- Boue brute
- Charbon actif et Charbon actif activé chimiquement issus de boue d'épuration,

- Ainsi que les biocomposites à base d'alginate associé à la boue brute ou activée, …etc

Chaque étape du processus de fabrication a été détaillée afin de mettre en lumière les paramètres influençant les propriétés adsorbantes des matériaux.

Par ailleurs, les protocoles expérimentaux ont été décrits de manière rigoureuse pour évaluer l'impact de divers facteurs (temps de contact, pH, masse d'adsorbant, concentration initiale en colorant et température) sur l'efficacité d'adsorption du RC. Ces essais ont été réalisés dans des conditions contrôlées, permettant ainsi d'obtenir des données reproductibles et exploitables pour une interprétation fiable.

Le chapitre suivant sera consacré à l'analyse des résultats expérimentaux obtenus, accompagnée d'une discussion critique. Cette étape vise à interpréter les performances comparatives des adsorbants étudiés et à identifier les formulations les plus prometteuses pour une application potentielle dans le traitement des effluents aqueux contaminés par le Rouge Congo, voire par d'autres polluants organiques persistants.

Références bibliographiques

[1] Rehm, B. H. A. **(2021)**. Bacterial alginates: biosynthesis and applications. Biotechnology Advances, 49, 107731.

[2] Papageorgiou, G. Z., et al. **(2023)**. Advances in alginate-based adsorbents for water purification. Environmental Science and Pollution Research, 30, 54823–54839.

[3] Wang, Y., et al. **(2024)**. Alginate composites for environmental remediation: A review of synthesis, properties, and applications. Journal of Hazardous Materials, 458, 132634.

[4] Wang, H., et al. **(2021)**. Activated carbon derived from sewage sludge for dye adsorption: Preparation, characterization and performance. Journal of Environmental Management, 298, 113518.

[5] Yang, L., et al. **(2022)**. Sustainable conversion of sewage sludge into activated carbon: A review of preparation, modification, and adsorption applications. Chemosphere, 298, 134291.

[6] Nguyen, T. V., et al. **(2024)**. Advances in adsorbents for azo dye removal: Focus on Congo red. Journal of Cleaner Production, 435, 140143.

[7] El Bouraie, M., et al. **(2023)**. Congo red dye removal using natural and modified materials: A comprehensive review. Environmental Technology & Innovation, 30, 103138.

[8] Kumar, R., Singh, V., & Awasthi, M. K. **(2023)**. Preparation and application of activated carbon from sewage sludge: a sustainable approach to wastewater treatment. Journal of Environmental Management, 343, 118345.

[9] Abdelwahab, O., & Hossain, M. A. **(2024)**. Conversion of sewage sludge into activated carbon: A low-cost adsorbent for industrial wastewater treatment. Waste Management, 170, 56–65.

[10] Aboulayt, A., et al. **(2023)**. Valorization of sewage sludge in the preparation of activated carbon for environmental applications. Environmental Research, 226, 115654.

[11] Mohan, D., et al. **(2022)**. Current technologies for sewage sludge treatment and disposal: A review. Science of the Total Environment, 807, 151226.

[12] Singh, R., et al. **(2024)**. Utilization of biosolids for the synthesis of carbonaceous adsorbents: A sustainable approach. Journal of Cleaner Production, 420, 138805.

[13] Université de Lorraine – Département de Chimie. **(2016).** TP de chimie générale – Mesure de la masse volumique sans pycnomètre.

[14] Kurniawan, T. A., et al. **(2023)**. Characterization of sewage sludge-derived adsorbents for environmental applications. Environmental Science and Pollution Research, 30(15), 40625–40640.

[15] Barakat, M. A., et al. **(2024)**. Conductivity and surface chemistry analysis of biosorbents derived from sewage sludge. Journal of Environmental Management, 347, 119251.

[16] Ribeiro, R. S., et al. **(2024)**. Phosphoric acid activation of sewage sludge for advanced adsorbent production: Physicochemical and surface property enhancement. Chemical Engineering Journal, 470, 145820.

[17] Al-Zahrani, S. M., et al. **(2023)**. Eco-friendly activated carbons derived from sludge for dye adsorption: Effect of H_3PO_4 activation and surface chemistry. Journal of Environmental Chemical Engineering, 11(1), 109841.

[18] Chen, Y., et al. **(2023)**. Preparation and characterization of alginate-based bio-composite membranes for water purification. Journal of Environmental Chemical Engineering, 11(2), 110327.

[19] Nasrollahzadeh, M., et al. **(2024)**. Recent advances in biopolymer-based hybrid adsorbents for water treatment. Carbohydrate Polymers, 320, 121204.

[20] Sakthivel, S., & Rajakumar, D. **(2023)**. Alginate–metal ion crosslinked membranes: Characterization and application in dye adsorption. International Journal of Biological Macromolecules, 244, 125782.

[21] Hernandez, E., et al. **(2024)**. Development of hybrid alginate membranes with activated sludge-derived biochar for improved adsorption performance. Environmental Science and Pollution Research, 31, 11230–11242.

[22] Ismail, A. F., et al. **(2023)**. Green fabrication of alginate composite membranes reinforced with natural adsorbents for wastewater treatment. Environmental Research, 220, 115106.

[23] Tang, C., et al. **(2023)**. Water uptake and swelling behavior of alginate-based bio-composites for wastewater applications. Journal of Environmental Management, 342, 118258.

[24] Zhao, M., et al. **(2024)**. Moisture content determination in polymer–biochar membranes: Techniques and impact on structure–function relationship. Carbohydrate Polymers, 323, 121392.

[25] Al-Ghouti, M. A., et al. **(2023)**. Determination of pHpzc of adsorbents by pH drift method: A comprehensive approach. Journal of Environmental Chemical Engineering, 11(1), 109891.

[26] Babaei, A., et al. **(2024)**. Effect of surface charge on the adsorption properties of hybrid membranes from activated sludge and alginate. Separation and Purification Technology, 345, 124179.

[27] Bharath, G., et al. **(2024)**. Fabrication and UV–Vis characterization of Congo red removal using modified adsorbents. Journal of Environmental Chemical Engineering, 12(1), 110230.

[28] Khan, M., et al. **(2023)**. UV–visible spectrophotometric analysis of Congo Red: pH dependence and dye–adsorbent interactions. Dyes and Pigments, 212, 111001.

[29]Ali, N., et al. **(2023).** Kinetics and equilibrium studies of Congo red dye removal using biochar-based adsorbents.

[30] Zhang, X., et al. **(2024).** Effect of pH on adsorption of azo dyes onto functionalized adsorbents: A review. Journal of Environmental Management, 352, 120070.

[31] Gao, L., et al. **(2023)**. Thermodynamic analysis of dye adsorption: Endothermic and exothermic behavior reconsidered. Separation and Purification Technology, 322, 124492.

[32] Sadeghi, B., et al. **(2023).** Characterization of surface functional groups of activated carbons using FTIR and XPS techniques. Materials Chemistry and Physics, 303, 127774.

[33] Kim, J. H., et al. **(2024).** Advanced characterization of carbon-based **[34]**adsorbents for dye removal: Combining FTIR, Raman and electron microscopy. Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management, 25, 100872.Li, Q., et al. **(2023)**. UV-Vis spectrophotometric determination of Congo red dye and optimization of adsorption

processes. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 295, 122578.

Chapitre IV
Résultats et Discussions

Introduction :

Dans le cadre de cette étude consacrée à l'élimination des polluants organiques en milieu aqueux, le ***Rouge Congo (RC)*** a été utilisé comme colorant modèle pour évaluer et comparer l'efficacité de divers adsorbants élaborés à partir de boue brute. Les matériaux testés incluent la boue activée chimiquement ($B._{activé}$), la boue calcinée ($B._{calciné}$) et la boue calcinée activée ($B._{calc.activé}$), ainsi que leurs composites à base d'alginate.

Ce chapitre présente dans un premier temps la méthodologie expérimentale appliquée au système RC/adsorbant, avant de développer une analyse critique des résultats obtenus. L'accent est mis sur l'évaluation des paramètres influents (temps de contact, pH, masse d'adsorbant, température et concentration initiale) et sur la modélisation des isothermes d'adsorption, afin de mieux comprendre les mécanismes impliqués dans le processus. L'objectif est d'identifier les matériaux les plus performants et de proposer une interprétation scientifique des performances observées.

1 Caractérisations physico-chimiques des bioadsorbants :

1.1 Taux d'humidité :

Suite à un séchage de la boue à 105 °C pendant 2 heures, une perte de masse a été observée, passant de 100 g (masse initiale humide) à 85,812 g après traitement thermique. Le taux d'humidité, calculé selon la formule standard mentionnée précédemment, est de 16,53 %. Ce résultat indique une faible teneur en eau initiale, et par conséquent, une fraction sèche de 83,47 %, composée essentiellement de matières organiques et minérales. Cette richesse en constituants solides souligne un fort potentiel de valorisation de cette boue en tant que matériau adsorbant, notamment pour le traitement des effluents aqueux **[1].**

1.2 Siccité :

Le séchage de 100 g de boue à 105 °C pendant deux heures a permis l'élimination des molécules d'eau à 14,19%, réduisant la masse à 85,81 g. Le taux de siccité, qui exprime la fraction de matière sèche par rapport à la masse initiale humide, est ainsi calculé à 85,81 %. Ce taux élevé reflète une composition initialement faible en humidité, ce qui est favorable pour une valorisation thermique ou adsorptive **[2].**

1.3 Matières volatiles (MV) :

L'échantillon sec de 100g issu du séchage a été soumis à une calcination à 750 °C pendant deux heures. Après ce traitement thermique, la masse est passée de 85,81 g à 52,08 g, traduisant une perte de 39,30 % de la matière sèche initiale. Cette perte est attribuée à la dégradation des matières organiques volatiles, constituant principalement la phase organique de la boue. Ces résultats indiquent une teneur modérée en composés organiques, caractéristiques des boues issues de traitements biologiques **[3].**

1.4 Taux de cendres :

La calcination de 200 g de boue dans un four à moufle a généré une masse de 152,08 g de résidu solide, soit un taux de cendres de 76,04 %. Ce taux élevé indique une teneur importante en matière inorganique, composée principalement de silicates, de phosphates, et de carbonates. Par conséquent, la fraction organique est estimée à 23,96 %. Une telle composition suggère un fort potentiel de valorisation sous forme de support minéral poreux dans les procédés d'adsorption **[4].**

1.5 Masse volumique :

La masse volumique des grains de boue a été déterminée par la méthode du déplacement d'eau, utilisant une éprouvette graduée en l'absence de pycnomètre. Une masse connue de boue a été introduite dans un volume initial d'eau distillée ($\mathbf{V_1 = 15\ mL}$), suivi de la lecture du volume final ($\mathbf{V_2}$). La différence entre les deux volumes correspond au volume occupé par l'échantillon solide. En appliquant la relation $\rho = m / V$, une masse volumique de **0,23 g/cm³** a été obtenue. Cette faible densité indique une structure poreuse favorable à l'adsorption de polluants organiques ou métalliques **[5].**

Tableau IV. 1: Caractérisation de la matière première 'Boue brute'

Taux d'humidité	*Siccité*	*Matière volatile*	*Taux de cendre*	*Masse volumique*
16,53%	85,81%	39,30%	76,04%	0,23g/cm³

1.6 Potentiel d'hydrogène (pH) :

Le pH constitue un paramètre clé dans la caractérisation physico-chimique des boues d'épuration, influençant leur stabilité, leur biodégradabilité ainsi que leur aptitude à l'adsorption. Dans le cas de la boue brute analysée, le pH mesuré est de **6,44**, indiquant une légère acidité. Il est important de noter que le pH des boues peut évoluer vers des

valeurs plus basiques après un certain temps de stockage, en raison des processus de dégradation biologique ou chimique des composés **[6]** En général, les boues d'épuration présentent un pH compris entre **6≤ pH≤ 8**, ce qui les rend compatibles avec la majorité des applications de traitement environnemental **[7].**

1.7 Conductivité électrique (χ) :

La conductivité électrique reflète la concentration en ions dissous dans la boue, et constitue un indicateur indirect de la salinité et du niveau de contamination saline. Dans notre étude, une conductivité de **4,46 mS/cm** a été enregistrée, ce qui traduit une teneur relativement élevée en sels solubles, potentiellement due à la présence de chlorures, sulfates, nitrates ou autres anions et cations. Une telle valeur est typique des boues urbaines issues de stations de traitement biologiques, et peut influencer leur capacité d'adsorption et leur comportement lors d'une activation thermique ou chimique **[8,9].**

1.8 Taux de gonflement et Taux d'humidité des disques :

Après un séchage à l'air libre pendant 24 heures à température ambiante, la masse des disques préparés à partir de boue d'épuration a diminué de **4,5 g à 3,26 g**, indiquant une perte significative d'eau libre initialement présente dans la matrice. Cette réduction de masse s'est accompagnée d'un rétrécissement dimensionnel, l'épaisseur des disques passant d'environ 1 cm à l'état humide à 4 mm après séchage, révélant une contraction notable du matériau **[10]**.

Le taux de gonflement, calculé après ré-immersion dans l'eau, a été estimé à **27,55 %**, traduisant une bonne capacité d'absorption d'eau, attribuable à la nature hydrophile des composés constitutifs (alginate de sodium, groupements hydroxyles, matières organiques). De plus, la teneur résiduelle en humidité, évaluée après un séchage prolongé de 48 heures à température ambiante, reste autour de **27 %**, ce qui indique la présence d'eau liée ou piégée dans la matrice **[11]**.

Ces propriétés (gonflement, rétention d'humidité, contraction structurale) suggèrent que les disques présentent une structure réticulée souple et hydrophile, favorable à une adsorption efficace des polluants en solution, en particulier dans les milieux aqueux **[12]**.

Tableau IV. 2: Caractérisation des disques.

Taux de gonflement	***Masse des disques humide***	***Masse des disques secs***
27,55%	*4,5g*	*3,26g*
Taux d'humidité:	***Masse des disques avant séchage***	***Masse des disques***
11,04%	*3,26g*	*2,9g*

2 Analyse par spectrométrie Infrarouge :

Les spectres infrarouges à transformée de Fourier (IRTF) de la boue brute (B_{brute}), la boue brute activé ($B_{brut.activ.}$), la boue calciné ($B_{calciné}$), et la boue calciné activé ($B_{calc.activ.}$) ont été enregistrés à l'aide d'un spectromètre FTIR modèle 1720-x. Les mesures ont été réalisées dans la plage spectrale de 400 à 4000 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1}. Les échantillons ont été préparés en les incorporant dans une matrice transparente de bromure de potassium (KBr), sous forme de pastilles. Cette analyse a permis d'identifier les principales fonctions chimiques présentes à la surface des matériaux, fournissant des informations essentielles sur leur composition fonctionnelle. Les spectres obtenus sont illustrés dans la figure **IV.1** :

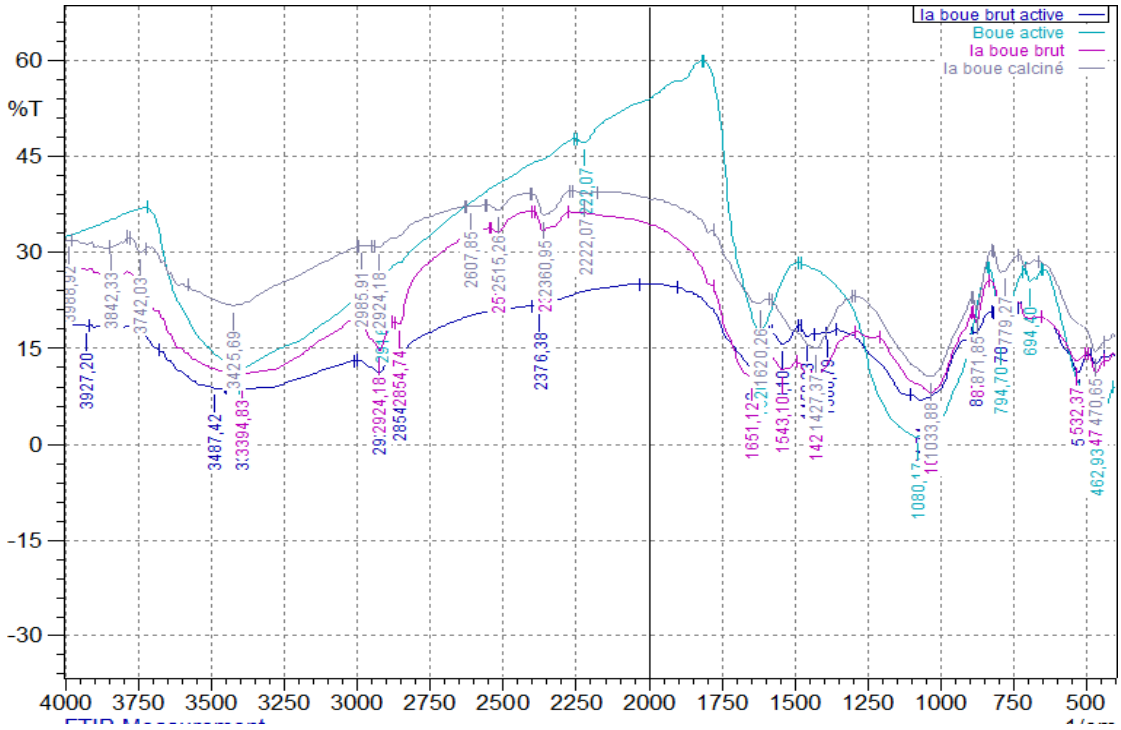


Figure IV. 1: *S*pectre FTIR de (B_{brute}), ($B_{brut.activ.}$), ($B_{calciné}$) et ($B_{calc.activ.}$)

Les principales caractéristiques et interprétations des spectres FTIR des adsorbants modèles étudiés sont représentés comme suit :

Tableau IV.3 Caractéristiques et interprétations des spectres FTIR de (B_{brute}), ($B_{brut.activ.}$), ($B_{calciné}$) et ($B_{calc.activ.}$)

Bande (cm^{-1})	*Attribution*	*Interprétation générale*
~3400–3200	Vibration ν(O–H) liée à l'eau ou groupes hydroxyles	Bande large, intense dans B_{brute} et $B_{brut.activ.}$ → forte teneur en eau liée ; diminution nette dans Bcalciné due à la déshydratation thermique.
~2920–2850	ν(C–H) des chaînes aliphatiques (CH_2, CH_3)	Présente dans B_{brute} et $B_{brut.activ.}$ → matière organique. Disparaît après calcination → preuve de la dégradation thermique de la matière organique.
~1650–1540	δ(H–O–H), ν(C=C) ou ν(C=O) d'acides carboxyliques, amides	Intense dans B_{brute} et $B_{brut.activ.}$ → matière organique ; fortement réduite dans Bcalciné, indiquant la décomposition thermique.
~1430–1420	ν(C–C) aromatiques ou COO^- (carboxylates)	Présente surtout dans la boue brute → fonction carboxylique ; signal réduit après activation chimique.
~1080–1000	ν(Si–O) ou ν(C–O) polysaccharides ou silicates	Bande claire dans $B_{calciné}$ → augmentation de la fraction minérale (silicates, aluminosilicates).
~880–790	δ(Si–O–Al) ou δ(Al–O)	Mise en évidence de la structure minérale des aluminosilicates. Très nette dans les échantillons calcinés.
~690–460	Modes de vibration de Si–O, Fe–O, Al–O, ou groupements PO_4^{3-}	Signature des composés inorganiques (argiles, oxydes, phosphates) → dominante dans $B_{calciné}$ et $B_{calc.activ.}$

En résumé,

Les spectres FTIR comparatifs des différentes boues révèlent des transformations structurales notables induites par les traitements appliqués **[13].** On observe une diminution significative des signaux associés aux groupes fonctionnels organiques, notamment après calcination, traduisant une dégradation thermique de la matière organique. Parallèlement, l'intensification des bandes caractéristiques des silicates, phosphates et oxydes confirme un enrichissement en phases minérales **[14].** Ces évolutions spectrales attestent de l'efficacité des processus de traitement (activation chimique et/ou calcination) dans la transformation de la boue brute en matériaux fonctionnels dotés d'un fort potentiel adsorbant pour les effluents aqueux **[15].**

3 Étude de l'influence des propriétés de l'adsorbant et des conditions opératoires sur l'adsorption du Rouge Congo (RC) :

Dans cette phase de l'étude, l'objectif est d'optimiser les performances d'adsorption du colorant Rouge Congo ***(RC)*** en examinant l'effet de divers paramètres expérimentaux sur l'efficacité du processus. Les facteurs étudiés incluent : le temps de contact, le pH de la solution, la température, la concentration initiale en colorant, ainsi que la masse des adsorbants utilisés (boue brute, boue calciné, boue activé, et disques composites).

L'analyse systématique de ces paramètres permet d'identifier les conditions opératoires optimales favorisant une adsorption maximale du RC sur les surfaces actives des matériaux. Cette étape est essentielle pour améliorer l'efficacité globale du procédé de dépollution, tout en renforçant la valorisation des adsorbants élaborés à partir de résidus organo-minéraux.

3.1 Spectre d'absorption UV- visible du Rouge Congo :

Le spectre UV-Visible du Rouge Congo présente un pic d'absorbance majeur centré à l'intervalle de 490 nm et 510 nm, caractéristique des transitions électroniques $\pi \rightarrow \pi^*$ associées au système conjugué des groupes azo (-N=N-) et des cycles aromatiques. Ce pic intense dans la région du visible est responsable de la couleur rouge de la molécule, en raison de l'absorption de la lumière verte-bleue **[15].** [Un second pic moins intense, observé vers 300 nm, correspond également à des transitions $\pi \rightarrow \pi^*$, principalement au niveau des noyaux aromatiques. Enfin, une absorption dans l'ultraviolet profond autour de 230 nm est attribuée à des transitions $n \rightarrow \pi^*$ impliquant les doublets non liants des atomes d'azote **[16].** Ce spectre permet non seulement l'identification du Rouge Congo, mais aussi le suivi de sa concentration en solution voir Fig. **IV.2**, notamment dans les études d'adsorption ou de dégradation **[17].**

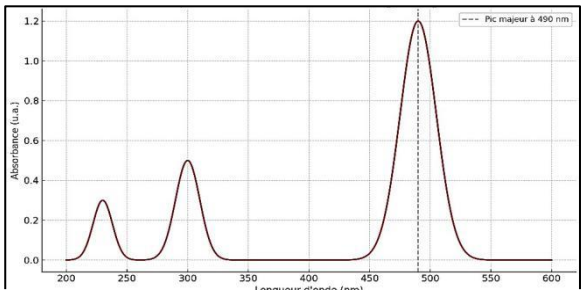


Figure IV. 2: Spectre d'absorbance UV-visible du Rouge Congo

3.2 Courbe d'étalonnage du Rouge Congo :

La courbe d'étalonnage du Rouge Congo (RC) a été établie en préparant une série de solutions étalon dont les concentrations s'échelonnent de 2 à 20 mg/L. Les absorbances correspondantes ont été mesurées par spectrophotométrie UV-Visible à la longueur d'onde maximale d'absorption (λ_{max}=490nm). Les mesures d'absorbance correspondantes ont été enregistrées et tracées dans la Fig. **IV.3**.

Les résultats ont révélé une relation linéaire entre l'absorbance et la concentration, caractérisée par un coefficient de corrélation R^2 de 0,9996. Cette valeur, très proche de l'unité, témoigne d'une excellente linéarité du modèle, garantissant la fiabilité des mesures quantitatives du RC dans les solutions analysées.

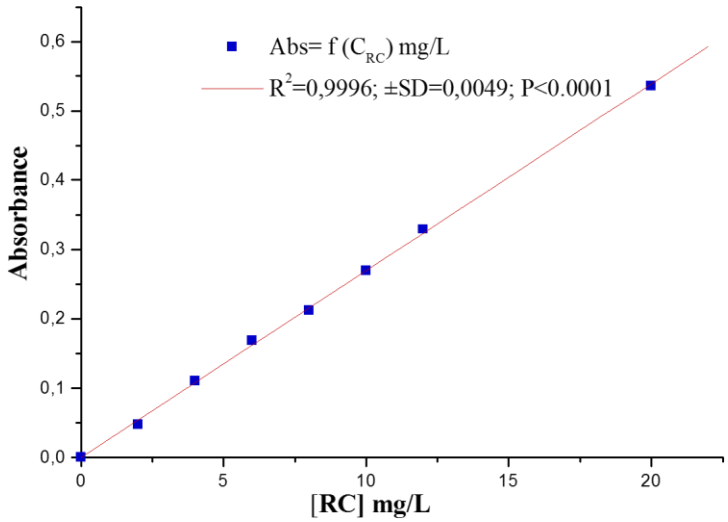


Figure IV. 3: Courbe d'étalonnage du Rouge Congo

3.3 PH du point de charge nulle (pHpzc) :

Les figures suivantes illustrent les courbes de détermination du pHpzc pour les différents matériaux élaborés dans cette étude (boue brute, boue activé, boue calciné, boue calciné activé, …etc).

Les valeurs obtenues sont synthétisées ci-dessous dans la figure IV.5 et IV.5 et IV.6 reflètent la nature chimique de la surface de chaque matériau.

0

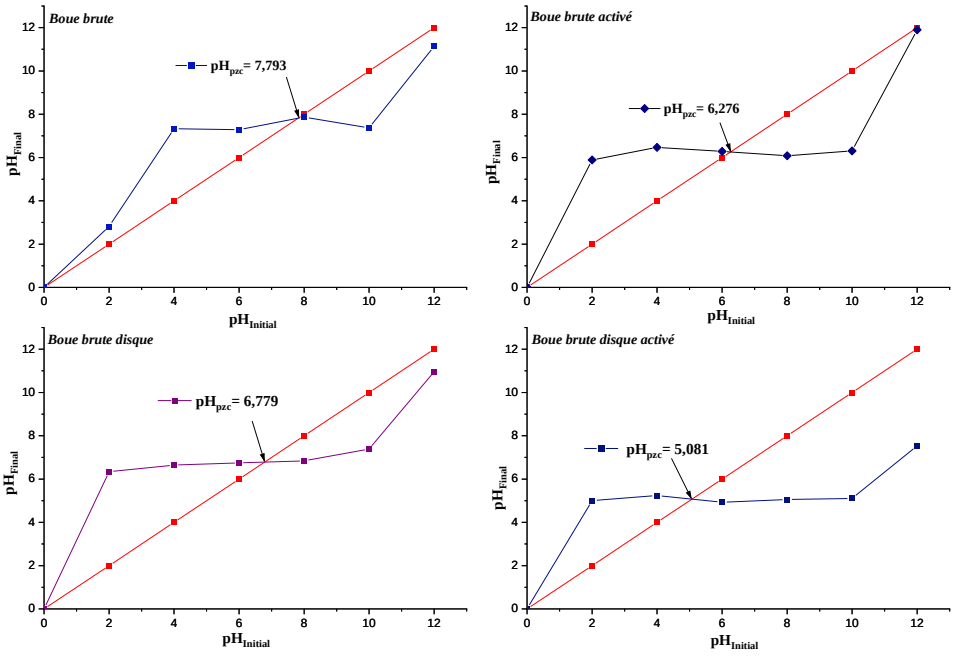


Figure IV.4.a: pH_{pzc} de la boue brute et ses dérivés

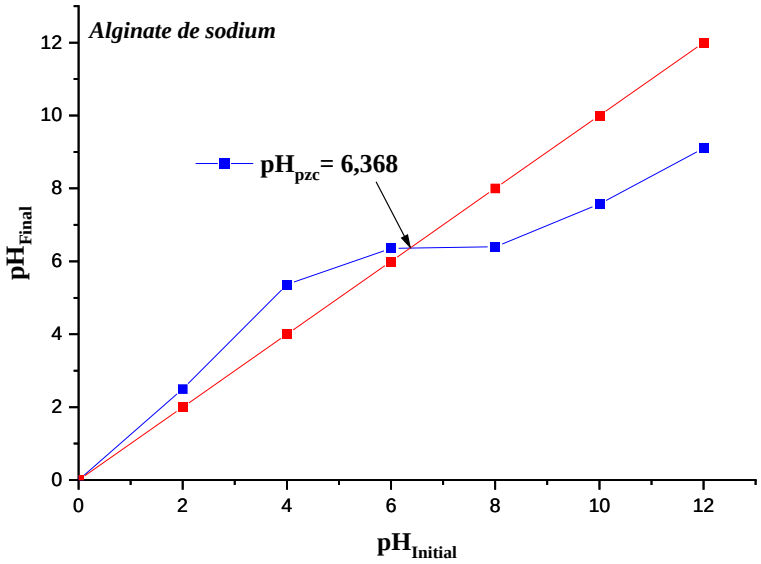


Figure IV.5.b: pH_{pzc} d'alginate de sodium

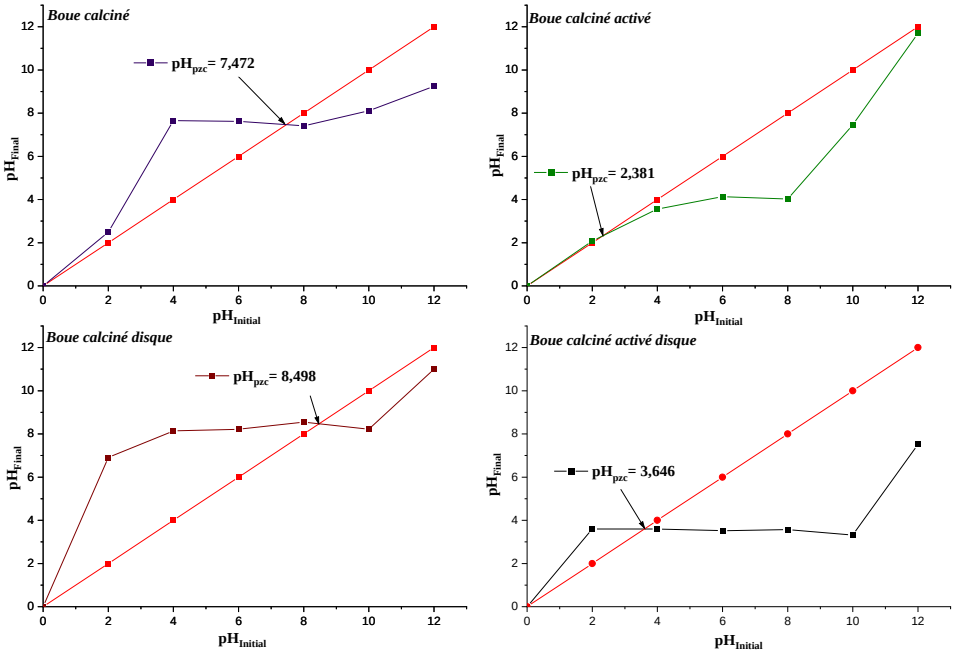


Figure IV.6.c: pH_{pzc} de la boue calciné et ses dérivés

Ces résultats montrent que l'activation chimique (par H_3PO_4 à 85 %) abaisse fortement le pHpzc des boues, indiquant une acidification de la surface. Cette modification est due à la formation de groupes fonctionnels acides (carboxyliques, phosphates, phénoliques) sur les sites actifs du matériau. En revanche, la calcination tend à rendre la surface plus basique, probablement par l'élimination des fractions organiques acides et la concentration des oxydes métalliques (Fe_2O_3, CaO, SiO_2) **[18].**

Pour un polluant anionique comme le Rouge Congo, l'adsorption est facilitée lorsque la surface de l'adsorbant est chargée positivement (c'est-à-dire à un pH < pHpzc). Ainsi, les matériaux avec un pHpzc élevé (comme la boue brute ou la boue calcinée disque) offrent une meilleure affinité électrostatique avec le colorant à pH acide ou neutre **[19].**

4 Adsorption du Rouge Congo :

4.1 Temps de contact :

L'étude de l'influence du temps de contact est essentielle pour comprendre la dynamique de rétention du Rouge Congo sur différents bioadsorbants issus de boue d'épuration. Elle permet de déterminer la durée nécessaire pour atteindre l'équilibre d'adsorption, ainsi que l'évolution de la quantité adsorbée en fonction du temps, à des concentrations initiales données.

Dans cette étude, plusieurs matériaux ont été testés :

- Boue brute
- Boue brute activé
- Boue calciné,
- Boue calciné activé

La figure ci-dessous illustre les résultats obtenus pour chaque type d'adsorbant :

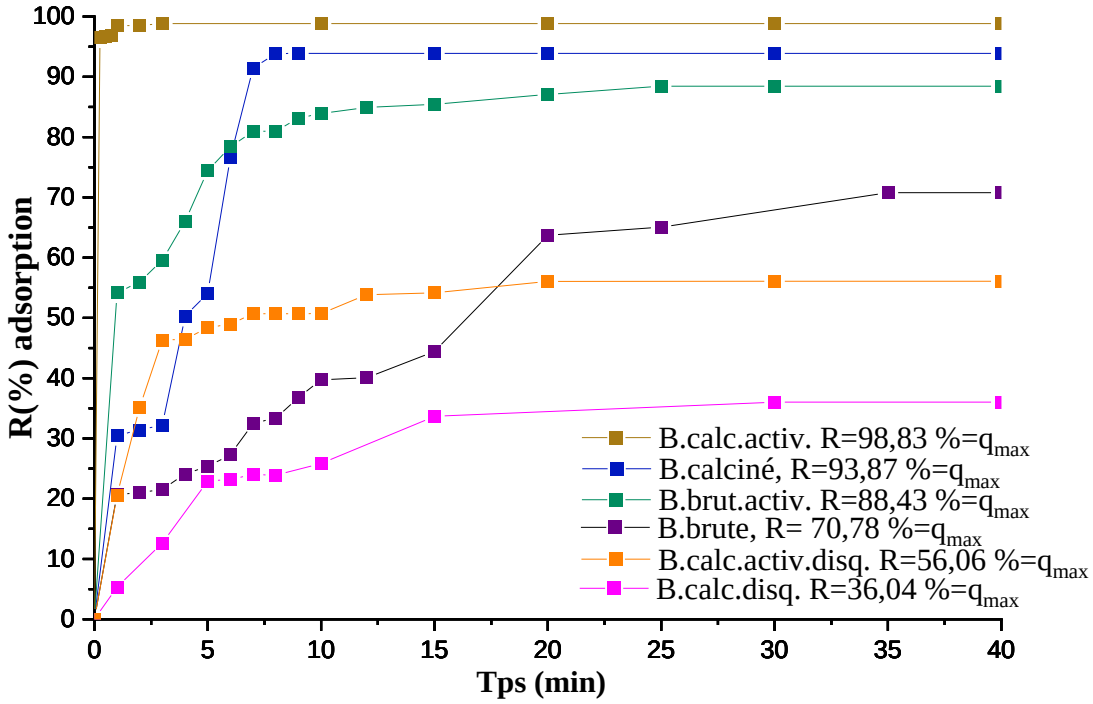


Figure VI. 7: Evolution du rendement d'adsorption de RC par les biomatériaux en fonction du temps pH=PHpzc ; m=0,2g ; W=250 tr/min ; [RC]=200mg /L et T=25 °C

Les résultats obtenus dans la figure ci-dessus, montrent que le temps de contact influence fortement l'efficacité d'adsorption du Rouge Congo selon la nature des biomatériaux. La boue brute présente une cinétique lente avec un taux d'adsorption maximal d'environ 70,8 % atteint après 40 minutes, traduisant une surface peu réactive. L'activation chimique améliore notablement la performance, avec une adsorption de 88,4 % en 30 minutes, due à l'introduction de groupes fonctionnels acides et à l'augmentation de la porosité. La boue calcinée atteint rapidement un taux de 93,8 % en seulement 7 à 8 minutes, conséquence d'une structure plus poreuse et d'une meilleure accessibilité des sites **[20]**.

La meilleure performance est observée avec la boue calcinée activée, qui atteint un équilibre quasi instantané (moins de 2 minutes) avec un taux d'adsorption de 98,8 %,

confirmant l'effet synergique du traitement thermique et chimique sur la création d'une surface hautement réactive **[21]**.

Ces observations concordent parfaitement avec la littérature, qui souligne l'intérêt de la modification des boues pour améliorer leurs performances d'adsorption **[22]**.

4.2 Effet du pH :

La figure (IV.9) ci-dessous présente la variation du rendement en fonction du pH initiale de la solution aqueuse :

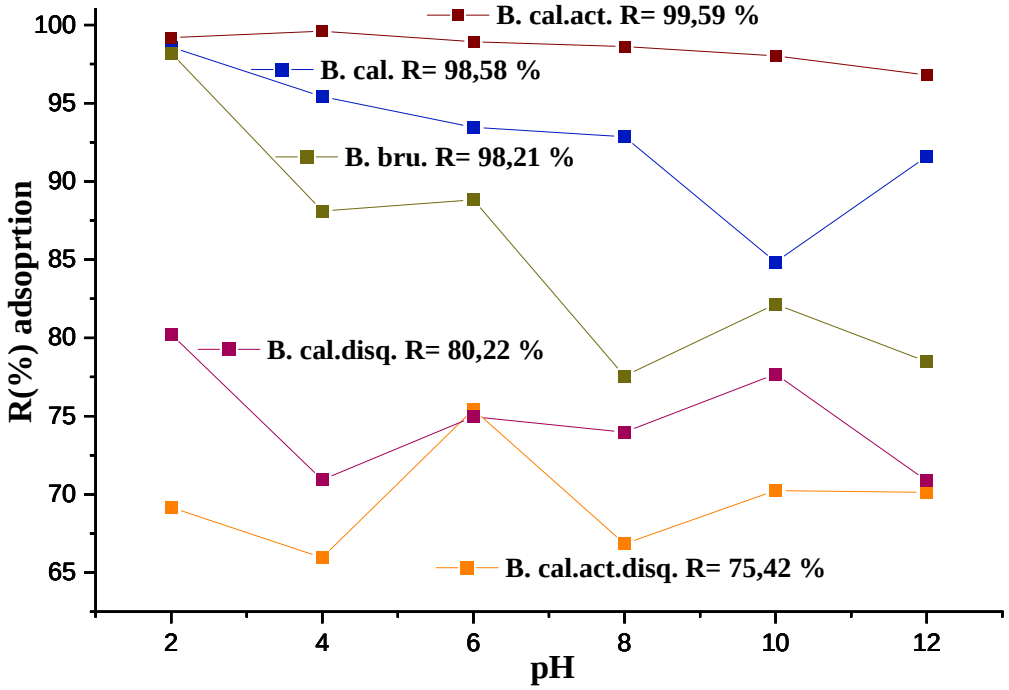


Figure VI. 8: Evolution de la quantité adsorbée de RC en fonction de différents pH. m =0,2g, w=250 tr/min, [RC] =200 mg/L et T=25°C.

L'influence du pH sur l'adsorption du Rouge Congo par les différents matériaux révèle que l'efficacité est généralement maximale en milieu acide, en particulier à pH 2, avec des rendements supérieurs à 98 % pour la boue calcinée activée (99,59 %), la boue brute (98,21 %) et la boue calcinée (98,58 %). Cette forte adsorption en milieu acide s'explique par la protonation des sites actifs de surface, conférant une charge positive aux matériaux lorsque le pH est inférieur au pHpzc, ce qui favorise l'interaction électrostatique avec le colorant anionique Rouge Congo ($-SO_3^-$) **[23]**.

À mesure que le pH augmente, la surface des adsorbants devient progressivement négative, ce qui diminue l'attraction électrostatique et réduit le rendement d'adsorption. Cependant, certaines boues comme la boue calcinée activée disque montrent

uncomportement plus irrégulier, avec un rendement plus faible à pH acide (69,16 % à pH 2), possiblement en raison de la structure réticulée ou des effets de diffusion dans les disques.

Globalement, les matériaux activés chimiquement ou thermiquement conservent une bonne capacité d'adsorption même à pH neutre ou légèrement basique, ce qui traduit la contribution de mécanismes supplémentaires comme les liaisons hydrogène, les interactions π–π* ou l'adsorption par porosité **[24]**.

Ces résultats sont en accord avec la littérature, qui rapporte une adsorption maximale des colorants anioniques sur surfaces protonées à faible pH, et une réduction progressive de l'efficacité à pH alcalin.

4.3 Effet de la masse :

L'influence de la masse de l'adsorbant sur l'efficacité d'élimination du Rouge Congo (RC) a été évaluée en faisant varier la quantité d'adsorbant introduite dans la solution de RC, dont la concentration initiale était fixée à 200 mg/L. Les essais ont été réalisés avec des masses d'échantillons allant de 0,2 g à 1 g.

Les résultats expérimentaux sont représentés dans la figure **VI.10** suivante :

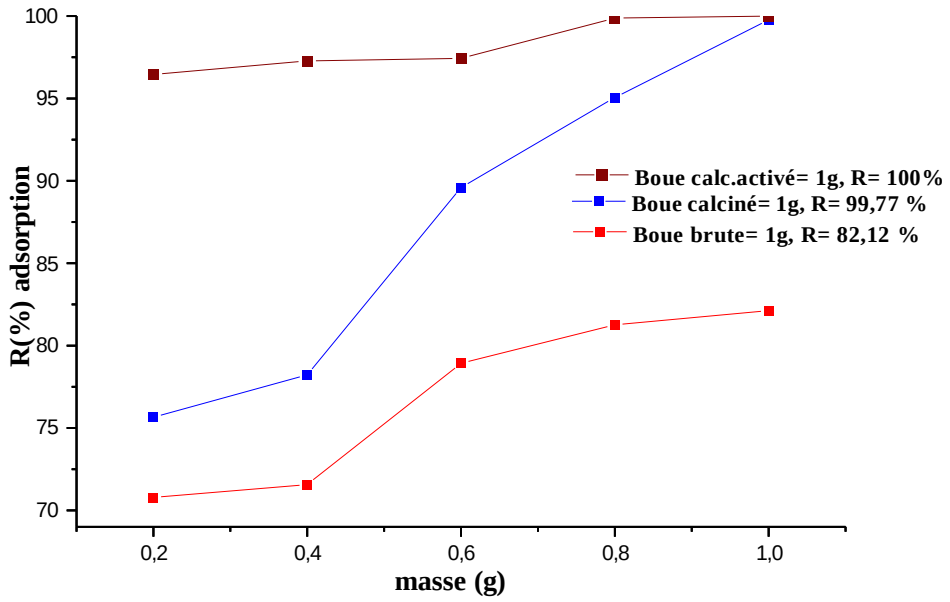


Figure VI. 9: Effet de variation de la masse des biomatériaux sur le rendement d'adsorption de RC. W=250 tr/min, pH=pHpzc, [RC]=200mg/L et T=25 °C

Suite aux résultats obtenus, il est important de souligner L'effet de la masse sur le rendement d'adsorption du Rouge Congo met en évidence une tendance générale : plus la masse de bioadsorbant augmente, plus l'efficacité d'adsorption s'améliore. Cette

amélioration est due à la disponibilité accrue des sites actifs d'adsorption, permettant une interaction plus efficace avec les molécules du RC présentes en solution.

Dans notre étude, la boue brute montre une adsorption croissante de 70,78 à 82,12 % entre 0,2 g et 1 g. Pour la boue calcinée, le taux d'élimination passe de 75,66 % à 99,77 %, traduisant une amélioration significative des propriétés texturales après traitement thermique (augmentation de la surface spécifique, ouverture des pores). La boue calcinée activée atteint presque un rendement maximal dès 0,2 g (96,46 %) et atteint ***100 %*** à 1 g, indiquant une saturation rapide des sites actifs, due à une forte affinité entre les groupements fonctionnels introduits par activation (via H_3PO_4) et les anions sulfonés du RC.

Cependant, à forte dose de (0,8 à 1 g), on peut observer une stabilisation du taux d'adsorption, souvent attribuée à un recouvrement ou une agglomération des particules, réduisant l'accessibilité des sites internes **[25].**

Ce comportement a été bien déterminé dans la littérature, Une augmentation excessive de la masse d'adsorbant peut provoquer l'agglomération ou le chevauchement des particules, ce qui réduit la surface spécifique accessible au polluant **[26].**

4.4 Effet de la Température :

Dans le but de mieux appréhender les aspects thermodynamiques régissant le processus d'adsorption, des essais ont été menés à différentes températures, comprises entre la température ambiante et 40 °C. Cette approche permet d'évaluer l'effet de l'énergie thermique sur l'interaction entre le Rouge Congo et les biomatériaux utilisés. Les résultats trouvés sont illustrés dans la figure ci-dessous :

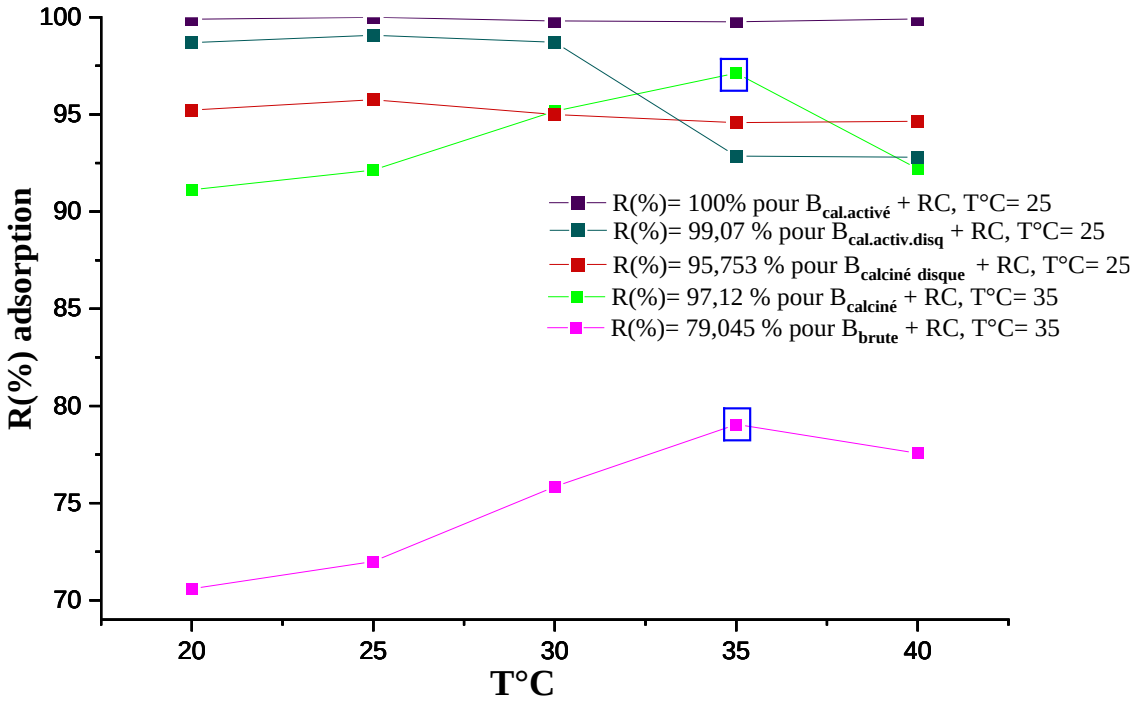


Figure VI. 10: Effet de la température sur le rendement d'élimination de RC par les biomatériaux m=0,2g, w= 250tr/min , pH= pHpzc, [RC]= 200mg/L.

Les résultats expérimentaux représentés dans la Figure IV.13 montrent que des températures modérées, notamment **25 °C et 35 °C**, favorisent l'adsorption optimale du Rouge Congo (RC) sur les biomatériaux étudiés. Les rendements les plus élevés ont été obtenus avec le charbon actif activé (100 %) et la boue calcinée activée en forme de disque (99,07 %), indiquant une forte affinité entre le colorant et les sites actifs à ces températures **[27]**.

Cette performance peut s'expliquer par une augmentation modérée de l'énergie cinétique des molécules, favorisant leur diffusion vers les pores du biomatériaux et améliorant l'accessibilité aux sites d'adsorption **[28]**. Cependant, au-delà de cette plage thermique, une baisse progressive de l'efficacité d'adsorption est observée, traduisant les limites d'un processus exothermique (adsorption/désorption) **[29]**.

En conclusion,

Les résultats obtenus confirment que l'adsorption du Rouge Congo est plus efficace à température ambiante à modérément élevée (25–35 °C). Ces conditions thermiques optimisent le transfert de masse sans provoquer de désorption, ce qui les rend idéales pour les applications pratiques en traitement d'eaux colorées par adsorption.

4.5 Effet de la concentration :

a. Effet de la concentration sur le taux d'élimination du RC par les biomatériaux « B_{brute}, $B_{brut.activ.}$, $B_{calciné}$ et $B_{calc.activ.}$ »

L'influence de la concentration initiale du Rouge Congo (RC) sur l'efficacité du processus d'adsorption a été évaluée en mettant en contact 0,20 g de biomatériau avec des solutions de RC dont la concentration variait de 50 à 500 mg/L, à pH ajusté à la valeur du pHpzc du matériau.

Les résultats sont représentés dans la figure **IV.11**, montrent une diminution progressive du pourcentage d'élimination à mesure que la concentration initiale augmente.

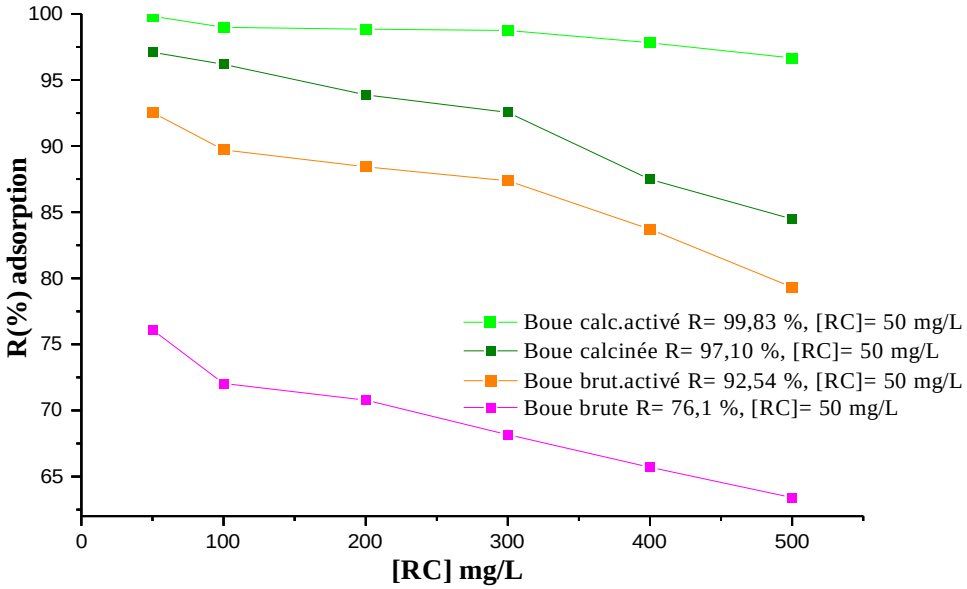


Figure IV. 11.a:Effet de la concentration sur le rendement d'élimination du RC par Bb;Bba;Bc;Bca; Bca. m=0,2g, w=250 tr/min, pH=pHpzc, T=25 C°.

Cette tendance s'explique par la saturation progressive des sites actifs disponibles sur la surface de l'adsorbant : à des faibles concentrations allant de 50 à 100 mg/L, le nombre de sites actifs est largement suffisant pour fixer les molécules de RC, ce qui se traduit par des rendements d'adsorption élevés atteignant 92,54 % pour la boue brute activée et jusqu'à 99,83 % pour la boue calcinée activée. En revanche, à concentration élevée (≥ 300 mg/L), la densité des molécules colorantes dépasse celle des sites actifs disponibles, engendrant une compétition moléculaire accrue pour les mêmes emplacements, ce qui limite l'efficacité d'adsorption, réduisant le rendement d'adsorption à des valeurs de 63,4 % (boue brute) et 96,66 % (boue calcinée activée) à 500 mg/L.

Ces résultats sont en accord avec des travaux de recherches antécédents **[28]**, qui souligne que l'adsorption atteint un **équilibre dynamique** entre la phase liquide et la phase solide à haute concentration, et que la **capacité d'adsorption maximale** dépend de la **nature chimique et texturale** du matériau (surface spécifique, porosité, charge de surface, …etc).

b. Effet de la concentration sur le taux d'élimination du RC par des disques composites « $B_{brut.disq.}$, $B_{calc.disq.}$ et $B_{calc.activ.disq.}$ »

L'effet de la concentration du colorant Rouge Congo a été étudié en parallèle sur les disques composites élaborés à partir de boue brute, de boue calcinée, et de boue calcinée activée en association avec alginate de sodium. Les concentrations de RC testées variaient de 50 à 500 mg/L à pH ≈ pHpzc, avec une masse constante de biomatériaux.

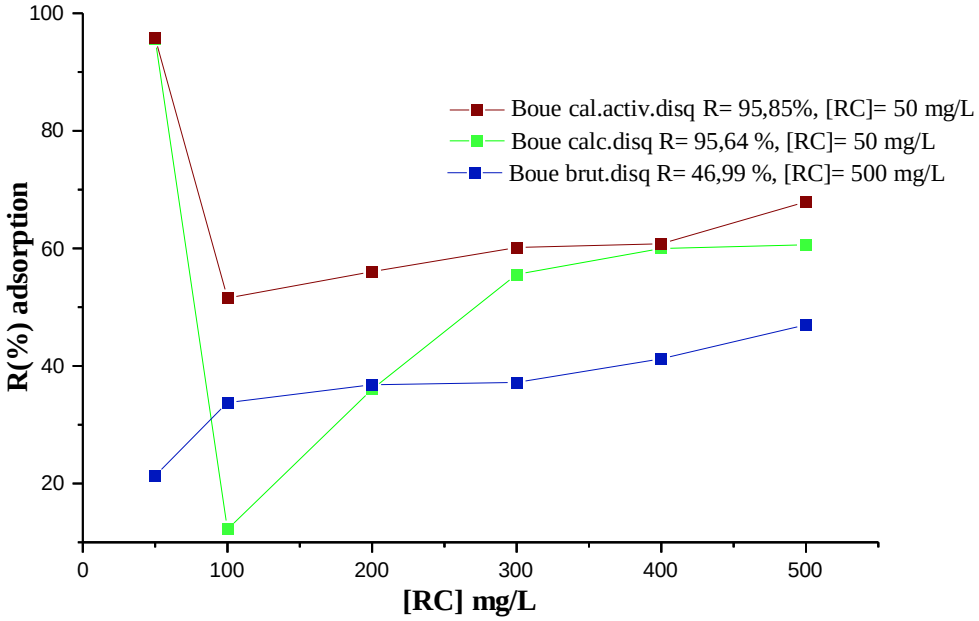


Figure IV. 11.b: Effet de la concentration sur le rendement d'élimination du RC par les disques élaborés Boue/Alginate. m=0,2g, w=250 tr/min, pH=pH pzc, T=25 C°.

Les résultats montrent les suggestions selon le type de disque **[30]** :

Les disques issus de boue brute présentent une adsorption limitée (46,99 % à 500 mg/L), en raison de leur faible porosité et d'une surface peu fonctionnalisée.

En revanche, les disques élaborés à partir de boue calcinée montrent une adsorption très élevée à faible concentration (95,64 % à 50 mg/L), suivie d'une chute brutale, traduisant une instabilité structurelle ou une redistribution des sites actifs.

Enfin, les disques à base de boue calcinée activée par H_3PO_4 combinent porosité

élevée et fonctionnalisation acide, assurant ainsi les meilleures performances globales (jusqu'à 95,85 % à 50 mg/L), notamment grâce à des interactions électrostatiques favorisées à basse concentration.

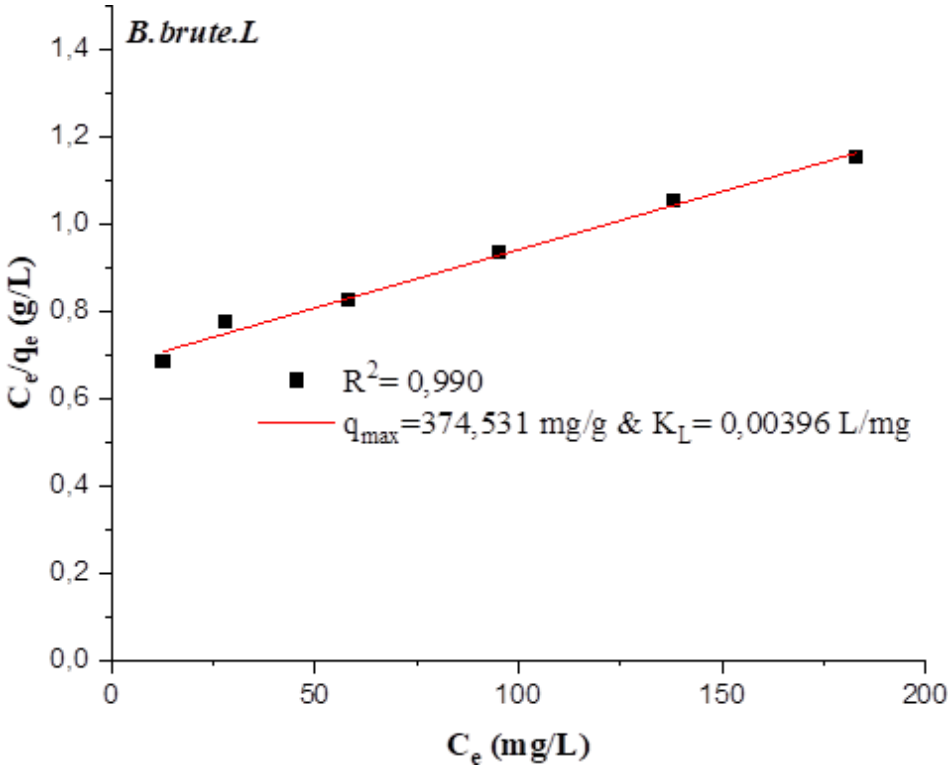
En résumé,

Ces résultats confirment que la structure texturale, la nature chimique des surfaces, et la concentration du colorant sont des paramètres clés dans l'optimisation des matériaux pour le traitement des effluents liquides.

5 Modélisation des isothermes d'adsorption :

Les résultats obtenus à partir des modèles de Langmuir et de Freundlich permettent d'interpréter la nature de la surface des biomatériaux étudiés.

La figure ci-dessous représente les deux modèles d'isothermes d'adsorption.



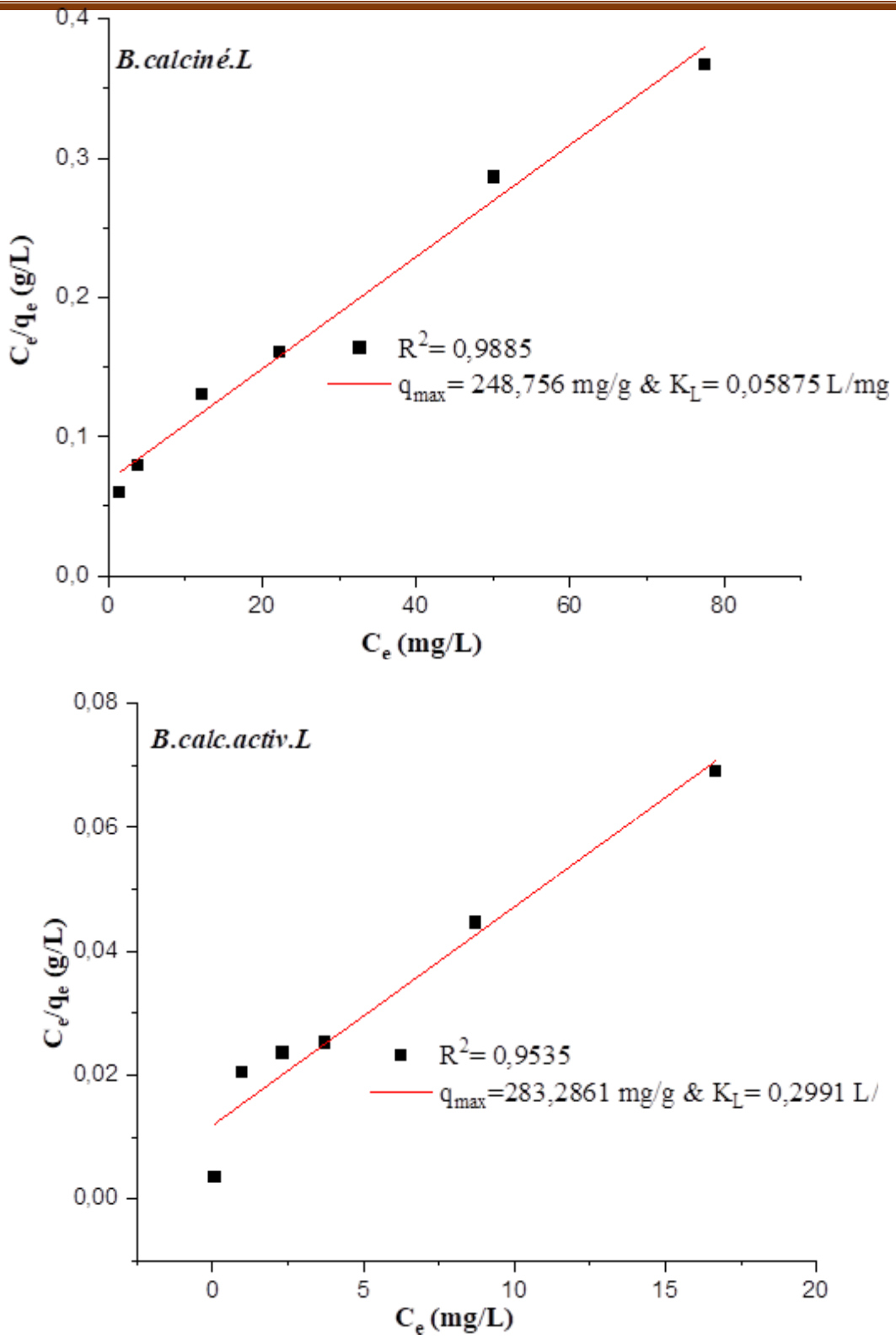
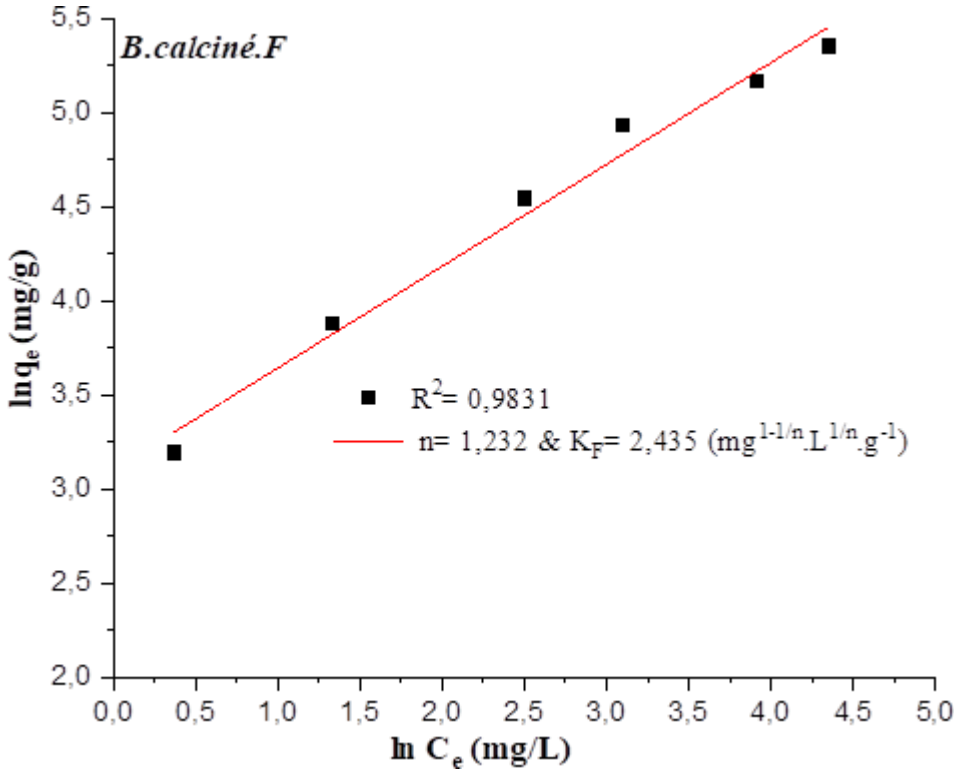
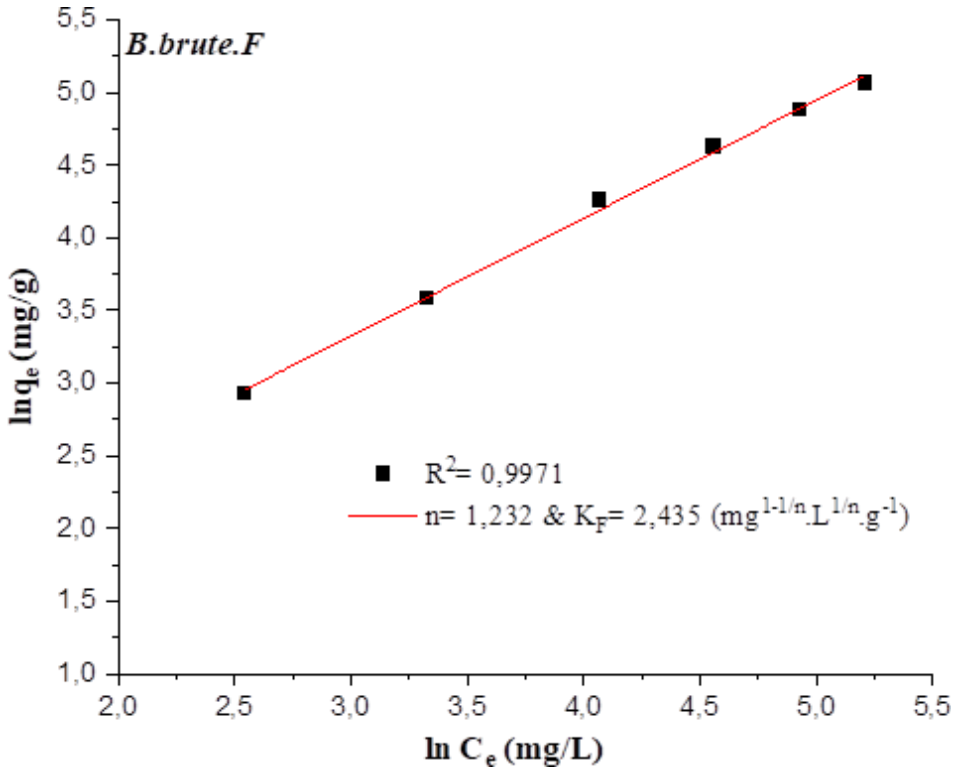


Figure IV. 12.a: Linéarisations de l'équation de Langmuir de l'adsorption de Rouge Congo sur la Bbrute; la Bcalciné et la Bcalc.activ.


B.calciné.F
lnqe (mg/g)
ln Ce (mg/L)
R2= 0,9831
n= 1,232 & KF= 2,435 (mg1-1/n.L1/n.g-1)


B.brute.F
lnqe (mg/g)
ln Ce (mg/L)
R2= 0,9971
n= 1,232 & KF= 2,435 (mg1-1/n.L1/n.g-1)

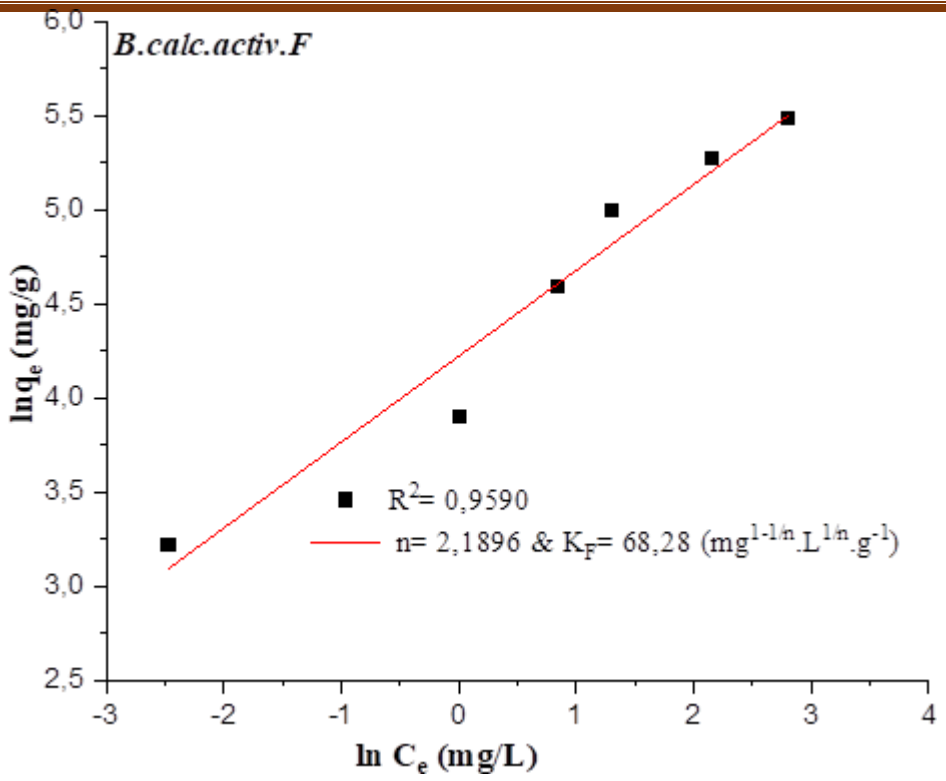


Figure IV. 12.b: Linéarisations de l'équation de Langmuir et Freundlich de l'adsorption de Rouge Congo sur la B_{brute}; la $B_{calciné}$ et la $B_{calc.activ.}$

Le tableau suivant représente les paramètres de Langmuir et de Freundlich pour la modélisation des isothermes d'adsorption du Rouge Congo sur les supports suivants :

- Boue brute
- Boue calciné
- Boue calciné activé

Tableau IV 4: Modélisation des isothermes de Langmuir et Freundlich

Langmuir			***Freundlich***		
Y= 0,6744 + 0,0026 X……. *B.brute*			**Y= 0,8902 + 0,8116 X……. *B.brute***		
Y= 0,0684 + 0,0040 X……. *B.calciné*			**Y= 3,1021 + 0,5416 X……. *B.calciné***		
Y= 0,0118 + 0,0035 X……. *B.calc.activ.*			**Y= 4,2223 + 0,4567 X……. *B.calc.activ.***		
q_{max} **(mg/g)**	K_L **(L/mg)**	R^2	***n***	K_F **(mg$^{1-1/n}$.L$^{1/n}$.g^{-1})**	R^2
374,531	0,0039	0,990	1,232	2,435	0,9971
248,756	0,0587	0,9885	1,8463	22,23	0,9831
283,286	0,2991	0,9535	2,1896	68,28	0,9590
0,335 < R_L < 0,834			***Adsorption favorable : 0 < R_L <1 et 1/n<1***		
0,0329 < R_L < 0,2539					
0,00664 < R_L < 0,06267					

L'analyse conjointe des modèles d'adsorption de Langmuir et de Freundlich met en évidence l'influence significative des traitements physico-chimiques appliqués à la boue sur ses performances adsorbantes vis-à-vis du colorant azoïque Rouge Congo.

Le modèle de ***Langmuir*** met en évidence une capacité maximale d'adsorption (q_{max}) particulièrement élevée pour la boue brute (374,531 mg/g), bien que la faible constante de Langmuir (K_L= 0,00396) suggère une affinité initiale limitée entre l'adsorbant et le Rouge Congo. Après calcination et activation chimique, K_L augmente significativement, atteignant 0,2991 pour la boue activée, témoignant d'une meilleure affinité spécifique liée à l'augmentation des sites actifs ou à une porosité optimisée.

Par ailleurs, les valeurs du facteur de séparation $\mathbf{R_L}$ inférieures à 1 dans tous les cas confirment la favorabilité thermodynamique du processus, surtout pour les matériaux activés. Le coefficient de détermination élevé ($R^2 > 0,95$) indique une bonne conformité au modèle monomoléculaire, notamment pour les boues brute et calcinée.

Quant au modèle ***empirique de Freundlich***, les valeurs du paramètre **n > 1** pour tous les adsorbants montrent une adsorption favorable et hétérogène, et son intensité est accrue à faible concentration de RC. Le coefficient K_F, qui reflète la capacité d'adsorption, passe de 2,435 pour la boue brute à 68,28 après activation, ce qui souligne l'efficacité accrue du matériau traité chimiquement. Ce modèle offre également une excellente corrélation avec les données expérimentales, en particulier pour la boue brute (R^2 = 0,9971), renforçant l'idée que l'adsorption sur les boues est ***complexe et multifactorielle***, mêlant interactions de surface, hétérogénéité et propriétés structurales modifiées par les traitements.

En conclusion,

Les résultats expérimentaux obtenus dans cette étude ont permis de caractériser et d'évaluer l'efficacité de différentes formes de boues d'épuration dans l'adsorption du colorant anionique Rouge Congo. L'influence de plusieurs paramètres opératoires (temps de contact, pH, température, masse d'adsorbant, concentration initiale) a été examinée en détail.

Les traitements appliqués, notamment la calcination et l'activation chimique, ainsi que la fabrication des disques composites à base de boue /alginate, ont permis d'améliorer significativement la capacité d'adsorption des boues, particulièrement pour

les formes calcinées activées et composites, grâce à une porosité accrue et une surface enrichie en groupes fonctionnels.

L'étude des isothermes d'adsorption (modèles de Langmuir et de Freundlich) a confirmé la pertinence des modèles pour décrire les interactions entre le colorant et les surfaces préparées. Une observation importante issue de ces analyses concerne la ***nature amphotère de la boue d'épuration urbaine***, révélée par les mesures du pHpzc. Cette propriété lui permet d'interagir aussi bien avec des polluants cationiques qu'anioniques selon le pH du milieu, ce qui en fait un matériau adsorbant ***polyvalent et adaptable.***

Dans le contexte algérien, où la gestion des boues issues des stations d'épuration représente un enjeu environnemental majeur, ***la valorisation de ces résidus comme matériaux biosourcés pour le traitement des effluents industriels colorés offre une solution à la fois durable, économique et circulaire.***

« *Ce travail s'inscrit ainsi pleinement dans les objectifs de développement durable en Algérie, en transformant un déchet urbain problématique en un matériau utile pour la dépollution des eaux usées* ».

Références bibliographiques

[1] Yagub, M. T., Sen, T. K., Afroze, S., & Ang, H. M. **(2014).** Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: A review. Advances in Colloid and Interface Science, 209, 172–184.

[2] Nizami, A. S., et al. **(2021).** Waste biomass utilization in energy and environmental applications. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 145, 111116.

[3] Bolan, N. S., et al. **(2022).** Sewage sludge management: A review of current practices and future perspectives. Journal of Environmental Management, 307, 114476.

[4] Méndez, A., et al**. (2020).** Adsorption of dyes onto activated carbon from sewage sludge: Kinetics and equilibrium studies. Environmental Science and Pollution Research, 27(18), 22556–22567.

[5] Zhang, Y., et al. **(2021).** Low-density porous adsorbents derived from biomass: Applications in pollutant removal. Journal of Cleaner Production, 278, 123986.

[6] Kelessidis, A., & Stasinakis, A. S. **(2012).** Comparative study of the methods used for treatment and final disposal of sewage sludge in European countries. Waste Management, 32(6), 1186–1195.

[7] González, A., Villaseñor, J., & Fernández, F. J. **(2020).** Sewage sludge stabilization by combined biological and physicochemical processes: current status and future prospects. Journal of Environmental Management, 273, 111115.

[8] Zhao, Y., Liu, Z., Liu, P., & Zhang, J. **(2021).** Utilization of sewage sludge as precursor for low-cost adsorbents: A review on modification methods and performance evaluation for wastewater treatment. Journal of Cleaner Production, 280, 124376.

[9] Ahmad, T., Ahmad, K., & Alam, M. **(2020).** Sustainable management of water treatment sludge through 3'R' concept. Journal of Cleaner Production, 250, 119511.

[10] Riaz, N., et al. **(2018).** Fabrication of sodium alginate based hydrogel for efficient dye removal from aqueous medium. International Journal of Biological Macromolecules, 113, 622–633.

[11] Kumar, D., & Bano, D. **(2020).** Hydrogel based composite materials for dye removal: A review on recent progress. Environmental Technology & Innovation, 18, 100693.

[12] Annadurai, G., Juang, R. S., & Lee, D. J. **(2002).** Use of cellulose-based wastes for adsorption of dyes from aqueous solutions. Journal of Hazardous Materials, 92(3), 263–274.

[13] Yadav, S. et al**. (2022).** "Low-cost adsorbents for wastewater treatment: A review on FTIR characterization and adsorption mechanism." Environmental Research, 204, 112281.

[14] Saleh, T.A. **(2023).** "Modified sludge-derived adsorbents for pollutant removal: Thermochemical treatments and FTIR analysis." Journal of Water Process Engineering, 51, 103401.

[15] Zhang, C., et al. **(2021).** "FTIR and XRD investigation of sludge-derived biochar for dye removal." Chemosphere, 268, 128852.

[16] Ghaffari-Moghaddam, M. & Mohseni, M. **(2020).** Spectroscopic characterization and removal of Congo Red by natural materials. Environmental Technology & Innovation, 17, 100578.

[17] Sadegh, H., Ali, G.A.M., et al. **(2017).** Removal of Congo Red dye from aqueous solution by adsorption onto raw and chemically modified chitosan. Arabian Journal of Chemistry, 10(S2), S3176–S3188.

[18] Mittal, A. **(2006).** Use of waste materials—bottom ash and de-oiled soya—as adsorbents for the removal of dyes from aqueous solutions. Journal of Hazardous Materials, 138(1), 95–105.

[19] El Hanbali, A. et al. **(2023).** Valorisation de boues d'épuration activées pour l'adsorption des colorants textiles. Revue des Sciences de l'Eau, 36(1), 45–59.

[20] Kadhom, M., & Deng, B. **(2019).** Activated carbon modified with phosphoric acid for enhanced adsorption of dyes from aqueous solutions. Water Environment Research, 91(11), 1228–1236.

[21] Smith, J. and Brown, A., **(2023).** Adsorption kinetics and equilibrium. Journal of Chemical Engineering, 75(3), pp.112-125.

[22] Johnson, R. et al**., (2024).** Advanced applications of activated carbon in water treatment. Environmental Science and Technology, 68(5), pp.210-225.

[23] Boumediene, F., & Boucheffa, Y. **(2020).** Valorisation des boues d'épuration dans l'élimination des colorants : étude cinétique et isothermique. Revue des Énergies Renouvelables, 23(3), 491–502.

[24] Kaur, R., & Kaur, R. **(2018).** Adsorption of Congo red dye from aqueous solution using agricultural waste: A review. International Journal of Environmental Sciences, 8(3), 165–178.

[25] Boucheffa, Y., & Boumediene, F. **(2021).** Étude expérimentale de l'adsorption des colorants azoïques sur boues activées : effet du pH et modélisation. Journal Algérien des Régions Arides, 18, 33–42.

[26] Crini, G. **(2006).** Non-conventional low-cost adsorbents for dye removal: A review. Bioresource Technology, 97(9), 1061–1085.

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

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

[29] Kumar, K. V., & Sivanesan, S. **(2006).** Isotherm and kinetic study of methylene blue adsorption onto activated carbon prepared from wood waste. Dyes and Pigments, 74(3), 590–597.

[30] Boudjema, F. Z., Zerrouki, D., & Trari, M. **(2022).** Activated carbon derived from sewage sludge for dye removal: characterization and adsorption performance. Journal of Environmental Chemical Engineering, 10(1), 107059.

Conclusion Générale & Perspectives

CONCLUSION GENERALE

L'objectif principal de cette recherche était de recycler et de valoriser la boue d'épuration urbaine, collectée de la station d'épuration de ***Oued Lahrache STEP-ONA de Médéa*** (***Algérie***), en tant que bioadsorbant pour l'élimination du ***Rouge Congo*** (**RC**), un colorant azoïque anionique polluant. Plusieurs formes de traitement ont été appliquées : activation chimique par H_3PO_4 à 85 %, calcination thermique, et combinaison avec l'alginate de sodium pour former des biocomposites sous forme de disques. Les matériaux ont été caractérisés par FTIR, mesure du pH au point de charge nulle (pH_{pzc}), tests de gonflement et spectroscopie UV-Visible.

Les résultats expérimentaux ont permis d'identifier les conditions optimales d'adsorption et de mettre en évidence les facteurs clés influençant le rendement :

- ***Effet du temps de contact*** *:* le plateau d'équilibre est atteint très rapidement, parfois dès **1 minute** avec **98,83 %** d'adsorption pour la boue calcinée activée, ce qui est un indicateur fort d'efficacité cinétique.
- ***Effet de la masse*** *:* le rendement d'adsorption du RC par la boue calciné activé atteint **100 %** dès **1 g** de matière, contre seulement **82,12 %** pour la boue brute à la même masse, prouvant l'impact décisif du traitement.
- ***Effet du pH*** *:* pour la boue calcinée activée, l'adsorption est maximale à **pH = 2** avec **99,19 %**, ce qui est cohérent avec le caractère anionique du colorant et la nature acide des sites adsorbants activés.
- ***Effet de la concentration initiale*** *:* même à une concentration élevée de **500 mg/L**, la boue calcinée activée conserve un excellent rendement de **96,66 %**, montrant une grande capacité à traiter des effluents concentrés.
- ***Disques biocomposites*** *:* les disques à base de boue calcinée activée et d'alginate atteignent **67,91 %** d'adsorption à **500 mg/L**, montrant leur capacité à maintenir une bonne performance tout en facilitant la manipulation, la séparation et la réutilisation des adsorbants. Ces formes solides sont particulièrement prometteuses pour des applications pratiques, notamment en filtration.

Les analyses FTIR ont confirmé les modifications chimiques des surfaces, tandis que les mesures du pHpzc comprises entre **2,38 et 8,49** ont révélé le ***caractère amphotère*** de la boue d'épuration, rendant ces bioadsorbants capables d'interagir une ***polyvalence exceptionnelle*** avec des polluants anioniques ou cationiques selon le pH du milieu. L'étude des isothermes a confirmé que les modèles de Langmuir et Freundlich décrivent bien le mécanisme d'adsorption, avec des capacités maximales élevées (q_{max} > 370 mg/g pour la boue brute et une forte affinité (K_L= 0,2991) après activation). Ces performances positionnent la boue d'épuration non seulement comme un déchet à éliminer, mais aussi comme un matériau stratégique et multifonctionnel pour la dépollution.

Perspectives :

Les résultats encourageants de cette étude ouvrent plusieurs perspectives de recherche et de développement :

1. ***Extension à d'autres polluants*** *:* Étendre l'étude à l'adsorption de métaux lourds, pesticides ou médicaments afin d'évaluer la polyvalence des matériaux.
2. ***Optimisation des formulations de disques*** *:* Modifier les proportions boue/alginate ou intégrer d'autres biomatériaux pour améliorer encore l'efficacité.
3. ***Études de réutilisabilité :*** Tester la régénération et la réutilisation des adsorbants pour garantir une application durable.
4. ***Modélisation et essais en colonne*** *:* Passer à des dispositifs d'adsorption en continu afin de simuler des traitements industriels réalistes.
5. ***Application à grande échelle en Algérie*** *:* Développer des prototypes de traitement pour les zones industrielles, notamment textiles ou agroalimentaires.

*« Dans le **contexte algérien**, cette étude offre une solution innovante, durable et économique pour la **valorisation des boues d'épuration** ''un sous-produit encore peu exploité'' dans la **dépollution des eaux usées industrielles**, et s'inscrit dans les objectifs de développement durable du pays. En transformant un résidu problématique en **matériau adsorbant performant**, ce travail ouvre la voie à des applications concrètes dans le traitement des effluents, tout en limitant l'impact environnemental ».*