REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE YAHIA FARES-MEDEA



Faculté De Technologies

Mémoire de fin d'étude de Master

Filière : Génie Des Procédés Et De L'environnement

Spécialité : Génie Des Procédés Et De L'environnement

Mémoire De Fin D'étude De Master

Thème

Modélisation par le plan d'expérience l'adsorption des composes récalcitrants présent dans les effluents aqueux

---

Réalisé par :

- **K**ERDAD **W**AFAA
- **N**asri **S**ouad

Encadreur :

- **Dr. S**arrai **A**bd **E**l **A**ziz

Devant jury

Dr. Belaissa Yahia	maitre de conférences	**P**résident
Dr. Kermet Said Hadjira	maitre de conférence	**E**xaminateur

Année Universitaire : **2021/2022**


بسم الله الرحمن الرحيم

Remerciement

Nous remercions notre « Dieu » de nous avoir donné la force, la volonté, la sagesse et la patience pour arriver à ce stade d'études.

En premier lieu nous tenons à présenter notre sincère remerciement à notre consultant ***Mr Sarrai.A*** *pour son aide précieuse, ainsi qu'à tous les professeurs de génie de procédés et de l'environnement qui ont contribué à notre formation durant ce cycle.*

Profonde reconnaissance avec le remerciement les plus respectueux a notre Co-promotrice ***Melle.Lounice.S***

Nous remercions ***Mme Meriem Ben Haoua*** *de nous avoir aider pour réaliser ce travail dans son laboratoire*

Nous ne manquerions pas non plus de dire un grand merci à toutes les personnes qui de près ou de loin nous ont supportés, encouragés, aidés tout au long de cette année. Elles sont trop nombreuses ! Mais nous estimons essentielle de dire un grand merci à tous les membres de groupe M2 GpE.

Dédicace

*A ma très chère mère***Chouache Noura**

Quoi que je fasse ou que je dise,je ne saurai point te remercie comme il se doit.

Ton affection me couvre,ta bienveillance me guide et ta présence à mes côtés a toujours été ma source de force pour affronter les différents obstacles.

A l'homme de ma vie, mon exemple éternel, celui qui s'est toujours sacrifié

Pour me voir réussir, à toi mon père **Bouzar**

Que ce travail traduit ma gratitude et mon affection.

A la mémoire de ma grande mère que dieu la repose et la mette au paradis.

A mon cher et unique frère***Mohamed***

Pour leur appui et leur encouragement.

A mes belles sœurs ***Basma, Houria, Loubna, Amel***

Pour leurs encouragements permanents, et leur soutien moral durant ces années d'études.

A m nièce ***Israa*** *,et son petit frère* ***Moncef***

A mes beaux-frères ***Zouhir, Kader***

A tout la famille ***Nasri et Chouache***

A ***Wafaa****, chère amie avant d'êtrebinôme et toute la famille* ***Kerdad***

A mes amis

Au nom de l'amitié qui nous réunit, et au nom de nos souvenirs inoubliables.

SOUAD

Dédicace :

Dédicace

Je dédie cet évènement marquant de ma vie !

A la mémoire de ***ma mère*** *disparue* ***KheiraAzzouz****! J'espère que, du monde qui est sien maintenant, il apprécie cet humble geste comme preuve de reconnaissance de la part de sa fille qui a toujours prié pour le salut de son âme. Puisse Dieu, le tout puissant, l'avoir en sa sainte miséricorde !*

A qui possède un bon cœur plein d'amour et de douceur, à mon père ***Boumediene*** *pour son amour, son compréhension et son soutien qu'il m'a donné pendant tous les moments de ma vie.*

A les plus chères, les plus proches personnes dans ma vie, Mes trois sœurs !

Amina, Chahra, Meriem

À nos adorables enfants : ***Mohamed,Abd El Aziz,Redhwan,Manel,Moncef, Iyad et Douaa.***

A mes beaux-frères : ***Bilel, Missoum,Nassim***

A la mémoire de mes grands parents que dieu les repose et les mette au paradis.

A toutes la famille ***Azzouz, Kerdad****.*

A mon binôme ***Souad*** *pour son soutien moral, sa patience et sa compréhension tout au long de ce projet, Et à toute la famille* ***Nasri****.*

A toutes mes amies et mes collègues.

WAFAA

RESUME :

Dans cette étude, nous avons étudié l'adsorption du paracétamol sur la biomasse et sur le charbon actif obtenu à partir du noyau de jujube.L'effet du plusieurs paramètres à été appliqués à savoir : la masse initiale de l'adsorbant, la concentration initiale de polluant et le pH du milieu. La valeur optimale de la meilleure adsorption expérimentale pour chaque effet a été déterminée par des valeurs multiples appliquées à chaque expérience. Les résultats obtenus sont soumis à la modélisation cinétique et celle de l'isotherme, le modèle d'ordre pseudo secondaire était le meilleur pour la modélisation cinétique, pour l'isotherme c'était le modèle de Langmuir.

Mots clé : L'Adsorption, paracétamol,biomasse,charbon actif

ملخص:

في هذه الدراسة ، قمنا بالتحقيق في امتزاز الباراسيتامول على الكتلة الحيوية وعلى الكربون المنشط الذي تم الحصول عليه من قلب العناب. تم تطبيق تأثير العديد من المعلمات وهي: الكتلة الأولية للممتزات ، والتركيز الأولي للملوثات ودرجة الحموضة في الوسط. تم تحديد القيمة المثلى لأفضل امتزاز تجريبي لكل تأثير من خلال قيم متعددة مطبقة على كل تجربة. تخضع النتائج التي تم الحصول عليها للنمذجة الحركية وتلك الخاصة بايزوثارم ، كان نموذج الترتيب الثانوي الزائف هو الأفضل للنمذجة الحركية ، وبالنسبة لإيزوثارم كان نموذج لنغمير.

الكلمات المفتاحية: الامتزاز، الباراسيتامول، الكتلة الحيوية، الكربون المنشط.

ABSTRACT:

In this study, we investigated the adsorption of paracetamol on biomass and on activated carbon obtained from the jujube core. The effect of several parameters was applied namely: the initial mass of the adsorbent, the initial concentration of pollutant and the pH of the medium. The optimal value of the best experimental adsorption for each effect was determined by multiple values applied to each experiment. The results obtained are subject to kinetic modeling and that of the isotherm, the pseudo-secondary order model was the best for kinetic modeling, for the isotherm it was the Langmuir model.

Keywords: Adsorption, paracetamol, biomass, activated carbon

Table des matières

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des abréviations

Introduction générale ……. **01**

Chapitre I : Etude bibliographique

I.Introduction……..... 03
I.1 Les enjeux de l'eau ……..... 03
I.1.1 Généralité sur l'eau ……. 03
I.1.2Pollution de l'eau ……. 04
I.1.3 Principaux types de contamination de l'eau ……..… 05
I.1.3.1Les polluants biologiques…….. 05
I.1.3.2 Les polluants physiques…….….. 05
I.1.3.3 Les polluants chimiques ……..……..… 06

I.1.4.Les médicaments ……...……..... 07
I.1.4.1Pollution par les produits pharmaceutiques ……..……... 07

I.1.5 Les différents techniques et procédés de traitement des eau…... 07
I.1.5.1 Traitements physiques ……..…….…….. 08
I.1.5.2. Traitements physico-chimiques ……..…….……... 08
I.1.5.3Procédés biologiques ……..…….……. 09
I.1.5.4. Incinération ……...…….. 09
I.1.5.5.Procédés d'oxydation avancée ……..….. 09
I.1.5.6 La photocatalyse ……. 09
I.1.5.7 L'adsorption …… 10

Chapitre II : Le phénomène d'adsorption :

II.1.Généralite sur le phénomène d'adsorption et le charbon actif …. 11
II.1.1.Généralité sur le phénomène d'adsorption …… 11
II.1.2.Définition de l'adsorption ……. 11
II.1.3.Types d'adsorption …… 12
II.1.3.1.La chimisorption …… 12
II.1.3.2.La physisorption …… 13
II.1.4.Description du mecanisme d'adsorption …….. 13
II.1.5.Facteurs influençant l'adsorption …… 14
II.1.6.La cinétique d'adsorption ……. 15
II.1.6.1.Modèle de la cinétique du pseudo premier ordre (Lagergren) . 15

II.1.6.2. Modèle de la cinétique du pseudo seconde ordre ……. 16
II.1.7.Isotherme d'adsorption ……... 17
II.1.7.1.Modélisation des isothermes d'adsorption ……. 17
II.1.7.1.1. Le modèle de Langmuir ……. 17
II.1.7.1.2. Le modèle de Freundlich …… 18
II.1.8.Les adsorbants ……... 19
II.2.Charbon actif …….. 20
II.2.1.Introduction …….. 20
II.2.2.Définition …….. 20
II.2.3. Les différentes formes du charbon actif …….. 20
II.2.3.1. Charbon actif en poudre (CAP)……. 20
II.2.3.2. Charbon actif en grain (CAG) …….. 21
II.2.3.3.charbon actif en extrudé …… 21
II.2.4.Préparation du charbon actif …… 22
II.2.4.1. La carbonisation (ou la pyrolyse)…….. 22
II.2.4.2.Activation …….. 22
II.2.4.2.1.L'activation physique ……. 23
II.2.4.2.2.L'activation chimique ……. 23
II.2.5. Les propriétés de charbon actif …… 23
II.2.5.1.Propriétés physique …… 23
II.2.5.2. Propriétés chimiques ……. 26
II.2.6.Généralité sur noyaux de jujube …… 27
II.2.7.Elaboration du charbon actif à partir des noyaux du jujube ….. 28

Chapitre III : Matériels et méthode

III.Introduction …… 29
III.1. Produits et matériaux de laboratoire ……. 29
III.2. Propriétés physico-chimiques du paracétamol …….. 30
III.3. Caractérisation de noyaux de jujube utilisé …… 31
III.4. Préparation et caractérisation des charbons actifs ……. 31
III.4.1. Mode opératoire …….. 31
III.4.1.1. Biomasse …….. 31
III.4.1.2.CA ……. 32
III.5. Les techniques analytiques ……... 33
III.5.1. Analyse par spectroscopie infrarouge (IR)……. 33
III.5.2. Analyse par spectrophotométrie d'adsorption UV visible ….. 33
III.6. Adsorption de polluant étudie …… 34
III.6.1. Préparation de la solution mère …….. 34
III.6.2. La courbe d'étalonnnage …… 35

Partie A : Adsorption de polluant étudie sur la biomasse …….. 36

III.7 Adsorption de polluant étudie sur la biomasse …… 36

III.7.1. Effet de pH …… 36
III.7.2. Effet de la concentration initial sur la cinétique d'adsorption. 36
III.7.3. Effet de la masse de la biomasse sur l'adsorption de paracétamol ……. 36
Partie B : Adsorption de polluant étudie sur le charbon actif …... 37

III.8. Adsorption de polluant étudie sur le charbon actif ……. 37

III.8.1. Détermination du pH de charge nulle ……. 37
III.8.2. Effet de pH …… 37
III.8.3. Effet de la concentration initial sur la cinétique d'adsorption. 38
III.8.4. Effet de la masse du charbon actif sur l'adsorption de paracétamol ……. 38
Chapitre IV. Résultats et discussions

IV Introduction …… 39
IV.1. Analyse spectrale de deux adsorbant (BIO et CA) …… 39
IV.1.1. Analyse par IR …… 39
IV.2. Détermination de la courbe d'étalonnage …….. 40
Partie A : Adsorption de polluant étudie sur la biomasse ……. 42

IV.3. Adsorption de polluant étudie sur la biomasse……..…… 42
IV.3.1. Effet de pH ……. 42
IV.3.2. Effet de la concentration initial de paracétamol sur le taux d'adsorption …… 42
IV.3.3. Effet de la masse du biomasse sur l'adsorption de paracétamol ……...…….. 43
Partie B : Adsorption de polluant étudie sur le charbon actif …... 45

IV.4. Adsorption de polluant étudie sur le charbon actif ……. 45

IV.4.1. Détermination de pH de charge nulle …… 45
IV.4.2. Effet de pH …… 46
IV.4.3. Effet de la concentration initial de paracétamol sur letaux d'adsorption …… 47
IV.4.4. Effet de la masse de le charbon actif sur l'adsorption de paracétamol…….. 47
IV.5. Modélisation de la cinétique d'adsorption …… 48
IV.5.1.Le modèle de pseudo-premier ordre …… 48
IV.5.1. Le modèle de pseudo-second ordre …… 49
IV.6. Application des modèles d'adsorption …….. 51
IV.6.1.Le modèle de Langmuir …….. 51

IV.6.2. Le modèle de Freundlich …… 52
Conclusion générale …… 55

Annex

Liste de figures :

Chapitre I. étude bibliographique		
Figure I.1	Distribution de l'eau dans le monde	**04**

Chapitre II. Le phénomène d'adsorption		
Figure II.1	Schéma représentant le phénomène d'adsorption	**12**
Figure II.2	Mécanisme d'adsorption	**14**
Figure II.3	Charbon actif en poudre	**21**
Figure II.4	Charbon actif en grain	**21**
Figure II.5	Charbon actif en extrudé	**22**
Figure II.6	Structure cristalline :(a) graphite , (b) :charbon actif	**24**
Figure II.7	Représentation schématique de la structure des pores d'un charbon actif obtenu par activation chimique	**25**
Figure II.8	Représentation schématique des différents types de pores	**26**
Figure II.9	Représentation les groupements de surface du CA	**27**
Figure II.10	Photo représente les fruits jujubier	**28**

Chapitre III. Matériels et méthodes		
Figure III.1	Représente le Ph mètre	**30**
Figure III.2	Représente la structure moléculaire du paracétamol	**30**
Figure III.3	Représente les deux adsorbants utilisés	**31**
Figure III.4	Représente la biomasse utilisé	**32**
Figure III.5	Représente le CA utilisé	**32**
Figure III.6	Représente le prince d'un spectrophotomètre	**34**
Figure III.7	Représente le polluant utilisé (le paracétamol)	**35**

Chapitre IV. Résultats et discussions		
Figure IV.1	Spectre IRTF de (CA+BIO)	**39**
Figure IV.2	Courbe d'étalonnage de paracétamol en solution aqueuse à 365.5 nm	**41**
Figure IV.3	L'effet de pH sur l'adsorption (BIO)	**42**
Figure IV.4	L'effet de concentration initial de paracétamol sur le taux d'adsorption	**43**
Figure IV.5	L'effet de la masse de biomasse sur l'adsorption de paracétamol	**43**
Figure IV.6	Point de charge nulle (CA)	**45**

Figure IV.7	L'effet de pH (CA) sur l'adsorption de paracétamol	**46**
Figure IV.8	L'effet de concentration initial de paracétamol sur le taux d'adsorption (cas d'adsorbant CA)	**47**
Figure IV.9	L'effet de la masse de CA sur l'adsorption de paracétamol	**48**
Figure IV.10	représente la modélisation de la cinétique sur l'adsorption du paracétamol sur le. CA et Bio Le modèle de pseudo-premier ordre.	**49**
Figure IV.11	représente la modélisation de la cinétique sur l'adsorption du paracétamol sur le CA et la Bio.Le modèle pseudo-second ordre.	**50**
Figure IV.12	Application de modèle de Langmuir à l'adsorption de paracétamol sur la BIO et CA	**52**
Figure IV.13	Application de modèle de Freundlich à l'adsorption de paracétamol sur la BIO et CA	**53**

Liste des tableaux :

Chapitre I. Etude bibliographique

Chapitre II. Le phénomène d'adsorption

Chapitre III. Matériels et méthodes

Tableaux III.1	Les produits utilisés	**29**
Tableaux III.2	Les verreries-matériels de laboratoire	**29**

Chapitre IV. Résultats et discussions

Tableau.IV.1	Les valeurs de pH final et pH initial	**45**
Tableaux IV.2	Paramètres des modèles cinétiques et quantités d'adsorption maximales de paracétamol sur le CA et la Bio	**50**
Tableaux IV.3	Constantes des modèles de Langmuir et Freundlich	**54**

Abréviations et symboles :

Ab/Sym	Signification
CA	Charbon Actif
Bio	Biomasse
PH	potentiel d'hydrogène
PHpzc	potentiel d'hydrogène au point de charge zéro
UV	Ultra-violet
IR	Infra-Rouge
DO	densité optique
H Cl	Acide de chlorhydrique
Na OH	Hydroxyde de sodium
PPO	pseudo-premier ordre
PSO	pseudo-second ordre
R2	Coefficient de corrélation
CAG	charbons actifs en grain
CAT	charbons actifs en tissu
CAP	charbons actifs en poudre
R	Rendement
k_1	La constante de vitesse pour une cinétique du pseudo premier ordre
k_2	la constante de vitesse pour une cinétique du deuxième ordre
n	Constante de FREUNDLICH
b	Coefficient d'adsorption de LANGMUIR
q_{max}	représente la quantité maximale d'adsorbat
ppm	partie par million
Q_e	quantité d'adsorption à l'équilibre

Introduction

Introduction générale :

Les activités anthropiques impactent les écosystèmes depuis plusieurs décennies, posant de réels problèmes environnementaux en ce qui concerne la biodiversité et les ressources, notamment dans le milieu marin, réceptacle final des polluants chimiques. Certaines substances, dites émergentes parce que leur détection à l'état de trace dans les écosystèmes est devenue possible par le développement de nouvelles techniques analytiques, inquiètent actuellement la communauté scientifique. Parmi ces contaminants émergents, les composés pharmaceutiques humains et vétérinaires deviennent une source de préoccupation environnementale **.**

Les produits pharmaceutiques sont principalement retrouvés dans les eaux usées suite à leur excrétion métabolique par l'homme et les animaux, notamment via les effluents hospitaliers ou les effluents agricoles (médicaments vétérinaires). De plus, les composés pharmaceutiques assimilés par l'homme et les animaux peuvent se dégrader au sein des organismes vivants, et les produits de dégradation issus de la métabolisation, également excrétés dans les urines ou les fèces, peuvent aussi être considérés comme micropolluants. Certains d'entre eux sont considérés comme des micropolluants cancérigènes, mutagène et dangereux même lorsqu'ils existent sous forme de traces **.**

Parmi ces produits, nous avons le paracétamol, molécule pharmaceutique la plus consommée au monde, est aussi celle que l'on retrouve le plus dans les milieux aquatiques et dans les effluents de stations d'épuration urbaines, il se transforme en hydroquinone et benzoquinone par l'intermédiaire du para-aminophénol qui selon les normes de l'OMS est cancérigène, ce qui a motivé notre choix pour ce polluant.

Il est donc nécessaire de procéder au traitement des effluents chargés en paracétamol afin de minimiser leurs impacts sur l'environnement et sur la santé. De ce fait, différentes techniques ont été développées ces dernières années pour l'élimination des produits pharmaceutique dans l'eau. Les méthodes usuelles sont: procédés d'oxydations classiques; procédés d'oxydations avancées; filtration sur membrane; l'adsorption . L'adsorption par les charbons actifs s'est avérée comme l'une des meilleures techniques**.**

Le charbon actif est l'adsorbant le plus utilisé pour l'adsorption avec grand succès grâce à sa grande surface spécifique (500-2000 m^2/g), sa structure microporeuse (0,2-0,6

cm^3/g) et sa capacité d'adsorption élevée**.** La biomasse utilisée dans le cadre de ce travail est les noyaux de jujubiers.

nous avons utilisé deux adsorbants (la biomasse et le charbons actif préparé à partir des noyaux de jujubier pour réduire la concentration du paracétamol dans les eaux usées par le processus d'adsorption.

Il est question pour nous, d'évaluer à température ambiante, la capacité de les deux adsorbants préparés à partir des noyaux de jujubiers à adsorber en mode batch le paracétamol en solution aqueuse.

De manière spécifique, nous nous proposons de :

Préparer les charbons actifs à partir des noyaux des jujubiers et déterminer les paramètres optimums d'adsorption comme, la concentration, la masse d'adsorbant, le pH et; Étudier l'influence de la concentration initiale de l'adsorbat ;

Étudier la cinétique d'adsorption du paracétamol sur le charbon en utilisant lesmodèles basés sur la composition du milieu;

Déterminer à température ambiante l'isotherme appropriée à cette adsorption;

Pour mener à bien ce travail, nous procéderons comme suit :

Le premier chapitre présentera une revue de la littérature sur la pollution de l'eau, puis les différentes techniques qui sont utilisés pour le traitement des eaux comme l'incinération, les procédés biologiques, les procédés physiques, le procédé d'adsorption et enfin les généralités sur les noyaux de jujubiers.

Le seconde chapitre présente le phénomène d'adsorption d'une manière très précise.

Le troisième chapitre présente les matériaux, les réactifs et donne une brève description des équipements et du mode opératoire utilisés dans le cadre de ce travail.

Le quatrième chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des résultats de caractérisation des adsorbants et des résultats obtenus lors de l'adsorption du paracétamol en solution aqueuse.

Chapitre I : Généralité

I.Introduction :

L’eau est un composé chimique ubiquitaire sur terre, essentiel pour tous les organismes vivants connus. L'eau est un composé chimique simple, liquide à température et pression ambiantes. L'eau est gazeuse au-dessus de 100°C (212°F) et solide en dessous de 0°C (32°F). Sa formule chimique est H2O, c'est-à-dire que chaque molécule d'eau se compose d'un atome d'oxygène et de deux atomes d’hydrogène **[1].** C’est notamment un solvant efficace pour la plupart des corps solides trouvé sur terre, l’eau est quelque fois désigné sous le nom de « solvant universel ».

L’eau, élément indispensable à la vie, est une part essentielle du patrimoine mondial, mais aussi essentielle aux activités humaines (Agricoles, industrielles, domestiques…). Une eau est dite potable ou eau de consommation quand elle satisfait un certain nombre de caractéristiques la rendant propre à la consommation humaine **[1].**

Du fait de la croissance démographique, de l’accroissement des besoins pour l’agriculture et l’industrie, du changement des habitudes de consommation, de l’expansion des réseaux d’approvisionnement en eau, des changements climatiques, la demande en eau, dans son ensemble **[2].**

I.1 Les enjeux de l’eau :

I.1.1 Généralité sur l’eau :

L’eau couvre environ 70% de la planète, c'est-à-dire environ 1.4 milliards de km^3. C'est pour cela qu'on donne souvent à la Terre le nom de planète bleue.
Dans toute cette eau, 97% est de l'eau salée et seulement 3% est de l'eau douce.

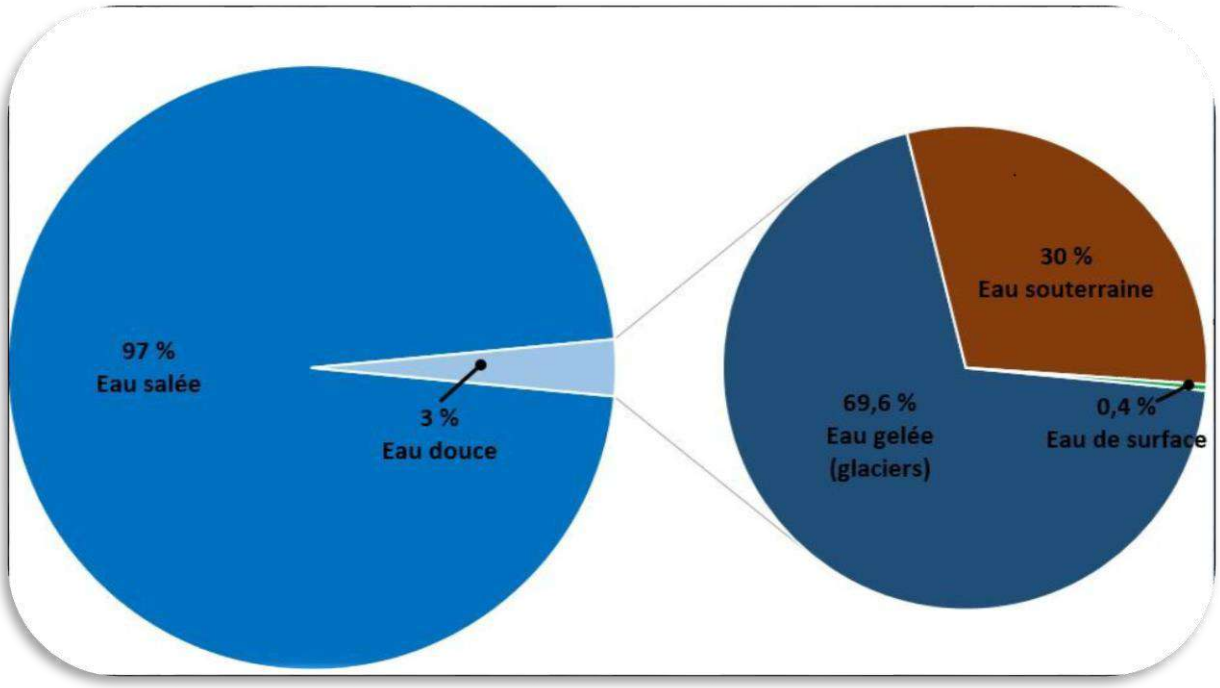


Figure I.1 Distribution de l'eau dans le monde.

Les 3 % d'eau douce se répartissent de la façon suivante :

- 69.6% de glace polaire

- 30% d'eaux souterraines

- 0.4% d'eaux de surface (lacs, fleuves, rivières…)

La majorité de l'eau douce est sous forme de glace polaire qui est inutilisable. Il ne reste donc qu'environ 1/4 de l'eau douce pour que tous les habitants de la planète bleue puissent assouvir leurs besoins, c'est donc très peu. Heureusement, cette eau se renouvelle assez rapidement : cela prend en moyenne 16 jours pour une rivière et 17 ans pour un lac. Cependant, il faut veiller à maintenir cette eau douce propre pour que la pollution ne détruise pas cette très petite partie d'eau utilisable par les hommes**.[3]**

I.1.2Pollution de l'eau :

La pollution de l'eau est actuellement placée en tête des problèmes de l'environnement, car l'eau est l'interface entre l'air et le sol, subit donc les dégradations de ces deux milieux.

L'eau compte tenu de sa propriété physico-chimique est trop souvent utilisée par l'homme comme un vecteur d'évacuation de la majorité de ses déchets, ainsi pollué, elle devienne un vecteur de pollution **[4].**

La pollution de l'eau est peut-être observée à différents niveaux dont on cite :

- Les nappes ou les sources d'eaux par suite d'infiltration d'eaux usées.
- Les eaux de surfaces : les fleuves et les rivières qui sont rouilles par les déversements des eaux non traités.
- Les canalisations et les réseaux d'alimentations en **[5].**

I.1.3 Principaux types de contamination de l'eau :

L'eau, qu'elle soit douce, salée, de l'eau de pluie, de l'eau souterraine ou de l'eau superficielle, peut être souillée par des matières qui peuvent la rendent nocive. Selon l'origine des déchets (industriels, agricoles, urbains...), qui est majoritairement anthropique, Les polluants peuvent être classés, selon leur nature, en trois grandes catégories : chimique, physique et biologique**.[6]**

I.1.3.1Les polluants biologiques :

Les humains sont les plus importants pollueurs biologiques de la planète : les contaminants fécaux sont parmi les polluants biologiques des sources d'eau potable ; par conséquence l'homme et les animaux domestiques sont souvent contaminés par des microbes pathogènes. Les bactéries présentes dans la matière organique peuvent avoir des effets néfastes sur la santé humaine et animale. Telles que les streptocoques, Escherichia coli, etc. En autre la pollution virale de la biosphère peut aussi avoir des effets dévastateurs et selon les estimations, il y en a dix fois plus de virus sur la Terre que l'ensemble des cellules vivantes **[7].**

I.1.3.2 Les polluants physiques :

La pollution physique est due essentiellement aux substances en suspension (matières solides). Bien que sa forme commune est la pollution thermale **[8]**. Elle peut englober également plusieurs autres aspects : couleur, transparence, pH dont on peut citer :

a. Les polluants nucléaires :

Résultent des accidents divers ou des rejets des centrales nucléaires, ou dans le pire des cas, à partir d'une explosion nucléaire. Ces polluants sont notamment une série

d'éléments et des composés radioactifs y compris les éléments dérivés de l'uranium, le plutonium, le césium, et l'iode **[9].**

b. Les polluants thermiques :

Peut-être naturelle, dans le cas des sources chaudes ou des étangs peu profonds pendant l'été, ou causée par les humains, par la décharge de l'eau qui a été utilisée pour refroidir les centrales électriques ou autre équipement industriel **[10].**

c. Les matières en suspension

Désignent toutes les matières minérales ou organiques qui ne se solubilisent pas dans l'eau et la troublent **[11].**

I.1.3.3 Les polluants chimiques :

Les industries chimiques continuent à synthétiser des milliers des substances chaque année. Plusieurs de ces produits sont spécifiquement conçus pour être toxiques et persistants **[12]**. Cependant, les contaminants les plus nuisibles à la santé sont les produits chimiques d'origines naturelles qui se trouvent habituellement dans les eaux souterraines **[13]**.

a. Les éléments minéraux nutritifs :

et phosphates : provenant pour l'essentiel de l'agriculture et des efflues domestiques il est à l'origine du phénomène d'eutrophisation c'est-à-dire la prolifération excessive d'algues et plancton dans les milieux aquatiques **[14]**.

b. Les métaux lourds :

Constituent un problème préoccupant lorsqu'ils sont impliqués dans la pollution des ressources en eau. Non seulement leur toxicité peut être fort dommageable pour le milieu aquatique, mais leur accumulation au fil de la chaîne alimentaire pourrait avoir des effets plus ou moins graves sur la santé humaine **[15]**.

c. L'uranium :

Se trouve dans les eaux souterraines, associé aux roches granitiques et aux autres dépôts minéraux **[16]**.

d. Les produits pharmaceutiques :

Plus de 150 produits pharmaceutiques de différentes classes thérapeutiques ont été détectés avec des concentrations atteignant le µg/l dans diverses matrices environnementales **[17]**, incluant une grande variété de composés tels les hormones, les régulateurs de lipides, les antibiotiques, anticancéreux et d'autres cytotoxiques, antiépileptiques, etc **[18].**

I.1.4Les médicaments :

L'évolution des connaissances toxicologiques et l'abaissement des seuils de détection des méthodes analytiques amènent de nouvelles questions quant à la présence de polluants, tels que les médicaments ou les perturbateurs endocriniens **[19].**

I.1.4.1Pollution par les produits pharmaceutiques :

Après usage, les produits pharmaceutiques sont excrétés sous leur forme native ou sous forme de métabolites et peuvent accéder aux systèmes aquatiques par différentes voies. Ce sont les eaux usées municipales qui constituent la source principale décontamination de l'environnement par les médicaments à usage humain. Les effluents des hôpitaux et de l'industrie pharmaceutique, ainsi que les lixiviats de décharge des centres d'enfouissement représentent aussi une source non négligeable. Ces produits pharmaceutiques sont plus ou moins éliminés par les stations de traitement de l'eau et se retrouvent dans les rivières, les lacs, les estuaires, voire plus rarement dans les eaux souterraines et l'eau potable. L'épandage de boues d'épuration contaminées peut également entraîner la pollution des sols et des eaux de surface par ruissellement. En outre, les produits pharmaceutiques à usage vétérinaire peuvent entrer dans les systèmes aquatiques à travers l'utilisation de fumier dans les champs, mais aussi directement en aquaculture. Les risques pour l'environnement ne sont pas forcément liés aux volumes de produits pharmaceutiques utilisés, mais à leur persistance et leur activité biologique critique (toxicité élevée, possibilité d'effets sur les fonctions biologiques majeures, comme la reproduction)**[20].**

I.1.5 Les différents techniques et procédés de traitement des eaux :

Il est audacieux de chercher à décrire de façon simple et complète les divers traitements des eaux. En effet, il existe autant de procédés élémentaires de traitement que de

combinaisons. On peut cependant proposer une classification générale des procédés de base et une description des étapes les plus courantes du traitement.

I.1.5.1 Traitements physiques :

Ce sont des opérations de séparation de phases non-miscibles dont l'une au moins est liquide **[21]**.

Parmi ces procédés, les plus courantes sont :

Le dégrillage : permettant d'éliminer les corps flottants et les gros déchets par l'intermédiaire de grilles placées en travers du canal d'amenée afin de protéger les installations contre les obstructions **[22].**

La filtration : passage d'un mélange liquide-solide à travers un milieu poreux (filtre) qui retient les solides (gâteau de filtration) et laisse passer les liquides (filtrat) **[23]**.

La décantation : utilisant les forces de gravité pour séparer les particules de densité supérieure à celle du liquide en provoquant leur dépôt **[24].**

La centrifugation : opération de séparation par action de la force centrifuge, du mélange entraîné dans un mouvement de rotation **[25]**.

La flottation : visant à séparer les phases solides des phases liquides par la poussée d'Archimède. En flottation naturelle, les flocs de faible densité remontent librement à la surface. La flottation assistée s'obtient par l'injection d'air **[26]**.

I.1.5.2. Traitements physico-chimiques :

Utilisés en général comme moyens de traitement complémentaires, ces procédés combinent les principes de la chimie et de la physique **[27]**. Certaines substances comme les colloïdes sont particulièrement stables en suspension et leur durée de décantation peut être trop longue. Afin de favoriser leur décantation, le décanteur est probablement conditionné avec les réactifs chimiques qui facilitent l'agglomération des particules **[28]**. Deux techniques sont utilisées :

- La coagulation annule les charges électriques des particules en suspension par l'ajout de réactifs minéraux.

- La floculation provoque l'agglomération des particules déchargées par les coagulants. La fraction des flocs peut être améliorée par addition de floculants **[29]**.

I.1.5.3Procédés biologiques :

Les procédés d'épuration par voie biologique sont communément utilisés pour le traitement des produits pharmaceutiques **[30]**. Ces procédés ne sont pas toujours applicables sur les effluents industriels en raison des fortes concentrations de polluants, de la toxicité ou de latéré faible biodégradabilité. Dans le cas des produits pharmaceutiques non favorables au traitement biologique, il est nécessaire d'utiliser des systèmes réactifs beaucoup plus efficaces que ceux adoptés dans les procédés de purification conventionnels. De plus, ces procédés biologiques génèrent des quantités importantes de boues biologiques à traiter **[31]**.

I.1.5.4 Incinération :

L'incinération est un procédé très efficace mais génère un coût de traitement très élevé. Cette technique est très pratique dans le cas de petits volumes présentant une forte concentration. Cependant, elle est soumise à une réglementation de plus en plus stricte à cause de la possibilité de production de dioxines provenant des fumées d'incinération. Ils ont étudié expérimentalement, en four tubulaire, la Co-incinération de 23 médicaments avec des déchets de soin à 850 °C. Dans ces conditions, 13 de ces médicaments ne sont pas complètement détruits mais le pourcentage de produits résiduels ne dépasse jamais 1,19%. [32].

I.1.5.5Procédés d'oxydation avancée :

Les procédés d'oxydation avancée pour le traitement des eaux et des influents industriels. Ces procédés mettent pour la plupart en combinaison deux ou trois réactifs (oxydant) afin de produire des radicaux hydroxyles. Les radicaux libres sont des espèces hautement actives capable de réagir rapidement et de manière non sélective sur la plupart des composés organiques, réputés difficilement oxydables par voie biologique ou par des traitements chimiques conventionnels.

I.1.5.6 La photocatalyse :

La photocatalyse est utilisée dans la présente thèse comme prétraitement conduisant à la formation de sous-produits probablement moins toxiques et plus biodégradables que le polluant initial. L'étape de traitement biologique permet ensuite de compléter l'épuration de

l‘effluent. Ce couplage se justifie par la volonté d‘accéder à une minéralisation complète des colorants, en réduisant le temps de traitement par photocatalyse et, par conséquent, les coûts de fonctionnement. La particularité de ce procédé est l‘utilisation de bactéries non pathogènes donc sans danger pour l‘homme et l‘environnement.

L‘intérêt principal pour l’étude de la dégradation photo catalytique de polluants aqueux est surtout de minéraliser la pollution jusqu‘à la formation de CO2, H2O et sels, ou au minimum, augmenter la biodégradabilité, diminuer la toxicité. Cependant, peu de réacteurs sont capables de traiter de grands débits à l‘échelle pilote [33].

I.1.5.7 L’adsorption :

Les procèdes l’adsorption utilisant sont souvent une technique de choix, et complémentaire à la filière de base, parce que l’adsorption s’avère efficace dans la rétention, et l’élimination des composés organiques et minéraux solubles dans eau sans être modifies. Une solution alternative comporterait à utiliser d’autres matériaux adsorbants l’alumine activée, les argiles (bentonites) qui furent les premiers adsorbants utilisés pour le dégraissage de la laine, puis pour la floculation d’eaux turbides [34].

Plusieurs définitions ont été données par divers auteurs, nous reportons dans ces paragraphes les plus usuels :

- L'adsorption est un phénomène physico-chimique se traduisant par une modification de Concentration à l'interface de deux phases non miscibles : (liquide / solide) ou (gaz / sol) On parlera donc de couples (adsorbât / adsorbant) ;
- L'adsorption par un solide est définie comme étant le phénomène de fixation des molécules d'une phase gazeuse ou liquide, sur la surface de ce solide ;
- L'adsorption peut aussi être définie comme étant une opération physique de séparation des mélanges, et le processus dans lequel une substance est éliminée par une autre, dans laquelle elle se trouve concentrée à l'interphase [35].
- L'adsorption est un phénomène de surface par lequel des atomes ou des molécules d'un fluide (adsorbats) se fixent sur une surface solide (adsorbant) selon divers processus plus ou moins intenses grâce aux interactions physiques et/ou chimiques [36].
- De manière générale, l'adsorption est définie comme un processus résultant en une accumulation nette d’une substance à l’interface entre deux phases [37].

Les références 1 :

[1] : Technique de la gestion et de la distribution de l'eau ; édition (2009).

[2] : (Falizi et al., 2018 ; Quist-Jensen et al., 2015).

[3] : La société Publique de Gestion de l'eau (SPGE)

[4] : Emillain K. Traitement des pollutions industrielles, (2004) ; p 1-24.

[5] : Bouzaini M, L'eau de la pénurie maladie. Ed. I BN-KHALDOUN, Oran, (2000); p59-64

[6] : BahaSouad et BENSARI Fatima ; Epuration des eaux usées domestiques par les boues actives. Mémoire de master. Faculté de Technologie : Département d'Hydraulique.2014.90P.

[7] : GAAMOUNE Sofiane. Le rôle des biofilms d'algues dans les traitements biologiques des eaux, Mémoire de magister. Universite Ferhat Abbas –Sétif. Département de Biologie ; 2010.

[8] : NSIKAK BENSON. (2008). Encyclopedia of Global Warming and Climate Change. Ed. S. Philander. Vol 3. Thousand Oaks. CA: Sage Publications Inc .3:813-817.

[9] [10]: Balouki Karima.Etude de la Qualité Physico-chimique et Biologique de trois Sources dans la Région de Midelt (Haut Moulouya).Mémoire de magister. Faculté des Sciences et Techniques.2012.74p.

[11]: KOLLER EMILIAN. (2004).Trainement des pollutions industrielles, Dunod, Paris P23

[12] ; Anonyme. (2007). Dictionary of Public Health. Oxford University Press.Ed. John M. Last.Oxford Reference Online.

[13]: Roberts Stephen M, Munson John W, Lowney Yvette W. ET Ruby Michael V, (2007). Relative oral bioavailability of arsenic from contaminated soils measured in the cynomolgus monkey. Toxicological sciences. 95(1) : 281–288.

[14] [15] [16]: Mayet J., La pratique de l'eau, le Moniteur, Paris 2eme édition 1994 Mahramanlioğlu, M. Kızılcıklı I .and Biçer, I.O, J. Flour. Chem., 2002, 115 (1), 41– 47.

[17]: T. HEBERER, Occurrence, fate, and removal of pharmaceutical residues in the aquatic environment: a review of recent research data. Toxicology Letters, vol. 131 (2002) 5-17.

[18] : M. GROS, T. M. PIZZOLATO, M. PETROVIĆ, M. J. L DE ALDA, D. BARCELO. Trace level determination of β-blockers in waste waters by highly selective molecularly imprinted polymers extraction followed by liquid chromatography-quadrupole-linear ion trap mass spectrometry. Journal of Chromatography A, 1189 (2008) 374-384**.**

[19] ; F.ZAVISKA, Modélisation de traitement de micropolluants organique par oxydation électronique Université du Québec.

[20] : Hazourli, S., Boudiba, L., & Ziati, M. (2007). Caractérisation de la pollution des eaux résiduaires de la zone industrielle d'El-Hadjar, Annaba. LARHYSS Journal P-ISSN 1112-3680/EISSN 2602-7828, 6.

[21] [25] [27] [29]: Hadj-Sadok, Z. M., 1999 Modélisation et estimation dans les bioréacteurs ; prise en compte des incertitudes : application au traitement de l'eau. -Thèse : Faculté des sciences de l'ingénieur, Université de Nice – Sophia Antipolis, France.

[22] : Alexandre, O, Boutin, C., Duchène, Ph., Lagrange C., Lakel, A., Liénard, A. and Orditz, D., 1998 Filières d'épuration adaptées aux petites collectivités. -Technique et documentation Lavoisier (FNDAE N22), Paris, France.

[23] : Iwema, A. Raby, D. Lesavre, J. and Boutin, C., 2005 Epuration des eaux usées domestiques par filtres plantes de macrophytes : recommandations techniques pour la conception et la réalisation. -Groupe macrophytes et traitement des eaux, Agence de l'eau, France.

[24]: Bürger, R and Wendland, W., 2001 Sedimentation and suspension flows: Historical perspective and some recent developments. -Journal of Engineering Mathematics Vol 41, pp 101-116.

[26]: Norström, A., 2005 Treatment of domestic wastewater using microbiological processes and hydroponics in Sweden-Department of Biotechnology, Division of Applied Environmental Microbiology, Royal Institute of Technology, AlbaNova University Center, Stockholm, Sweden, Printed at Intellecta DocuSys AB, Nacka, Sweden.

[28] : Berland, J. M., Boutin, C., Molle, P. and Cooper, P., 2001 Procédés extensifs d'épuration des eaux usées. -Office des publications des communautés européennes, Luxemburg.

[30] : Gauthier, H., Yargeau, V.Gooper, D. G. 2010. Biodegradation of pharmaceuticals by Rhococcus rhodochrous and Aspergillus niger by co-metabolism. Science of the Total Environment, 408, 1701-1706.

[31] : Blieffert C, Perraud, R. 2001. Chimie de l'environnement, air, eau, sols, déchets. Paris: Editions DeBoek Université, Paris 2001, p. 102-477.

[32] : M.Ben Osman, Sensibilité de la réaction de conversion de l'éthanol en n-butanol à lastructure des hydroxyapatites : mode de fonctionnement. Thèse de Doctorat, UniversitéPierre et Marie Curie, France, 2014

[33] : Bahnemann D., Photocatalytic water treatment : solar energy applications. Solar Energy, 77 (2004), pp. 445- 459.

[34] : : Guergazi S. Amimeur D. Achour S. Elimination des substances humiques de deux eaux de surface algériennes par adsorption sur charbon actif et sur bentonite,Larhyss Journal, ISSN 1112-3680, n°13, pp. 125-137, Mars 2013.

[35] : Daoud T. Bio sorption Simultanée du Plomb et du Fer sur une Biomasse Morte «La Streptomyces Rimosus », Ecole nationale polytechnique -ENP- 10 avenue hassan badi, el-harrach -Alger, juin, 2007.

[36] : Chikhi K. Adsorption du zinc sur la bentonite de Maghnia, Master Académique,Université Kasdi Merbah -Ouargla, 19/06/2013.

[37] : Khalfaoui A. Etude Expérimentale de L'élimination de Polluants Organiques et Inorganiques par Adsorption sur des Matériaux Naturels: Application aux Peaux d'Orange et de Banane, Thèse de Doctorat, Université Mentouri -Constantine,2012.

CHAPITRE II :Le Phénomène d'Adsorption

Le Phénomène d'Adsorption :

II.1.Généralite sur le phénomène d'adsorption et le charbon actif :

II.1.1.Généralité sur le phénomène d'adsorption :

La problématique des micropolluants fait de plus en plus parler d'elle à cause de leurs effets négatifs sur la santé et l'environnement. Afin de limiter l'augmentation des concentrations de micropolluants dans les différents compartiments environnementaux existant (en particulierl'eau, le sol et le biote), différents procédés sont utilisés. Au nombre ceux-ci on peut citer l'adsorption sur charbon actif et sur résinesynthétique qui sont les procédés les plus attrayants en raison de leur simplicité, commodité et haute efficacité.

Cependant, en raison de leur coût de production élevé, le traitement de l'eau à l'aide de ces deux adsorbants revient plutôt cher ces traitements cités plus haut, il existe des traitements biologiques comme la biosorption, généralement utilisés pour diminuer le taux de métaux cuivre .**[1]**

II.1.2.Définition de l'adsorption :

L'adsorption est un procédé de traitement, bien adapté pour éliminer une très grande diversité de composés toxiques dans notre environnement. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et de l'aire. Au cours de ce processus les molécules d'un fluide (gaz ou liquide), appelé adsorbat, viennent se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. Ce procédé définit la propriété de certains matériaux de fixer à leur surface des molécules (gaz, ions métalliques, molécules organiques, etc.) d'une manière plus ou moins réversible**.** Au cours de ce processus, il y aura donc un transfert de matière de la phase aqueuse ou gazeuse vers la surface solide. Le solide acquiert alors des propriétés superficielles (hydrophobie ou hydrophilie) susceptibles de modifier l'état d'équilibre du milieu (dispersion, floculation).**[2]**

La nature des liaisons formées ainsi que la quantité d'énergie dégagée lors de la rétention d'une molécule à la surface d'un solide permettent de distinguer deux types d'adsorption : adsorption physique et adsorption chimique **[3]**.

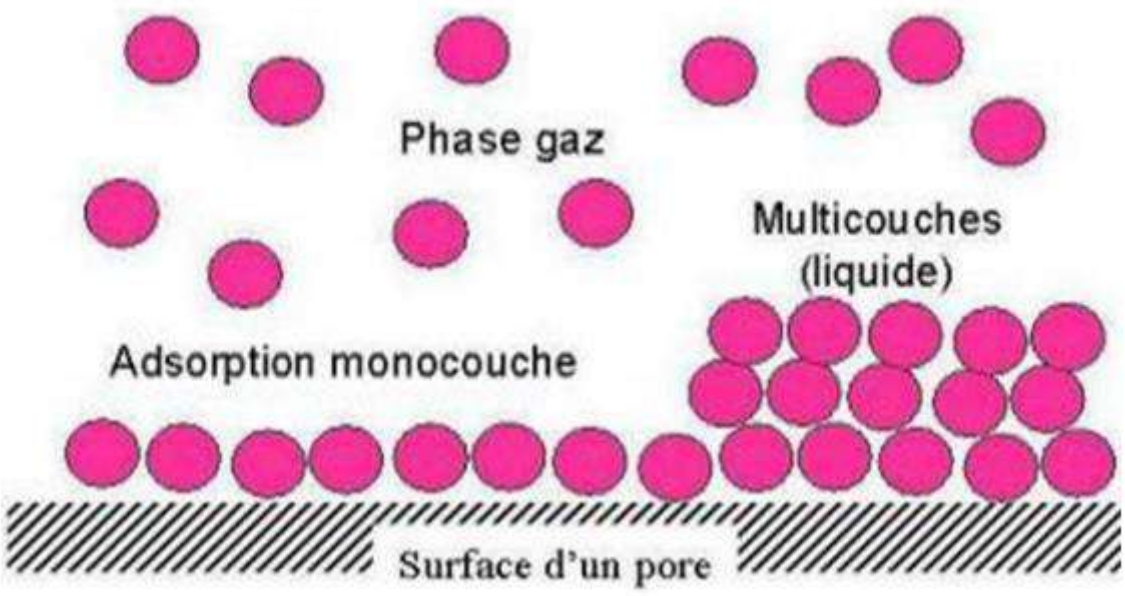


Figure II.1 : Schéma représentant le phénomène d'adsorption .[4]

II.1.3.Types d'adsorption :

II.1.3.1.La chimisorption :

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

La chimisorption se caractérise par:

- Un équilibre long à atteindre entre la phase adsorbée et le milieu fluide;
- Une augmentation de la quantité de matière adsorbée avec la température ;⎪
- Une chaleur dégagée durant l'adsorption comparable aux chaleurs de réaction (de 40 à⎪ 100 kJ/mol), environ 10 fois supérieure à l'adsorption physique ;
- La non-réversibilité ;⎪
- Une spécificité marquée, dans le sens que sur un adsorbant déterminé se fixent certains⎪ adsorbats.

L'enthalpie relative à la chimisorption est plus grande que celle de la physisorption et les valeurs se situent généralement autour de 200 kJ/mol**.[5]**

II.1.3.2.La physisorption :

Ce type d'adsorption résulte de l'établissement d'un échange de forces de faibleénergie entre la surface d'un solide et des molécules à proximité de cette surface.Dans ce cas la rétention est le résultat des liaisons de nature électrostatique de type Van Der Walls **[6]**.la physisorption se caractérise par :

- Il se produit aux basses températures ;
- Des énergies de l'ordre de 10 Kcal.mol-1 tout au plus ;
- Elle correspond à un processus réversible (équilibre dynamique d'adsorption et de désorption) et ne conduit pas à une modification de l'identité chimique de la molécule adsorbée ;
- le temps de rétention de la substance adsorbée est court ;
- la surface adsorbante peut être recouverte de multiples couches moléculaires de produit adsorbé **[7]** ;

II.1.4.Description du mecanisme d'adsorption :

Il s'agit d'un transfert d'une phase liquide ou gaz contenant l'adsorbat vers une phase solide avec rétention des solutés à la surface du l'adsorbant. Ce processus se déroule en trois étapes :

- Diffusion externe : elle correspond au transfert du soluté (molécule de la phase liquide) du sein de la solution à la surface externe des particules. le transfert de la matière externe dépend des conditions hydrodynamiques de l'écoulement d'un fluide dans un lit d'adsorbant.
- Diffusion interne : les particules de fluide pénètrent dans les pores. elle dépend du gradient de concentration du soluté.
- Diffusion de surface : elle correspond à la fixation des molécules à la surface des pores **[8].**

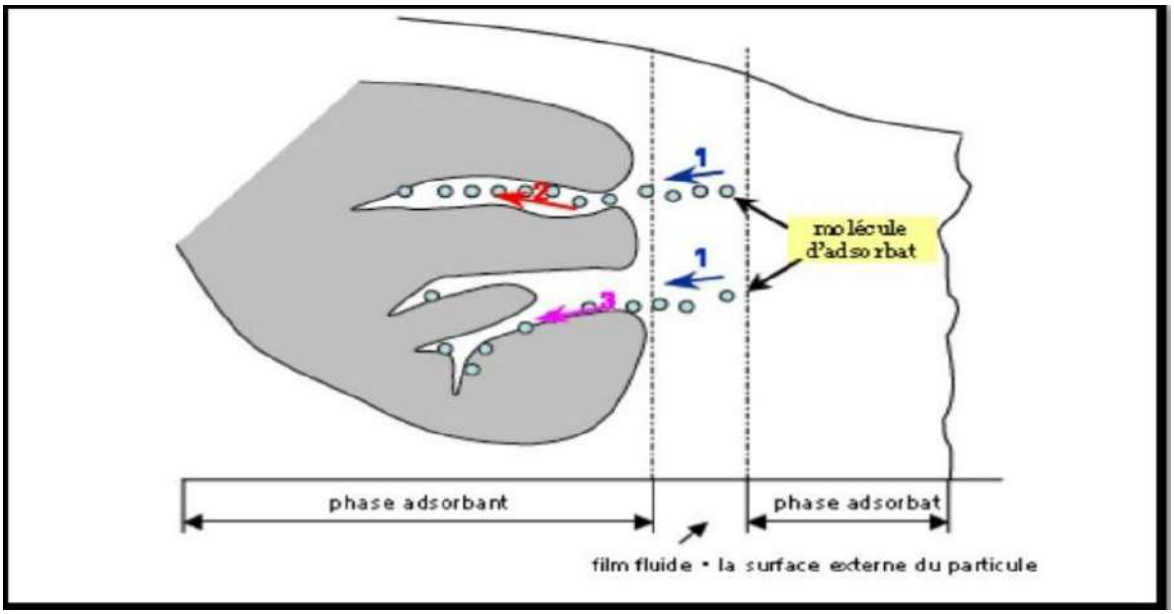


Figure II.2: Mécanisme d'adsorption.[9]

II.1.5.Facteurs influençant l'adsorption :

L'adsorption dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont :

Les caractéristiques de d'adsorbant:

- ✓ Polarité ;
- ✓ Volume poreux ;
- ✓ Surface spécifique ;
- ✓ Fonctions superficielles;

Les caractéristiques de l'adsorbat:

- ✓ Polarité ;
- ✓ solubilité ;
- ✓ poids moléculaire ; **[10]**

Les paramètres lies au mode opératoire :

- ✓ Le pH (le potentiel hydrique)
- ✓ La température du milieu
- ✓ La vitesse d'agitation du milieu réactionnel
- ✓ La compétition entre les espèces présentes dans le milieu
- ✓ Le temps de contact entre l'adsorbat et l'adsorbant
- ✓ La force ionique **[11].**

II.1.6.La cinétique d'adsorption :

L'étude de la cinétique d'adsorption permet de déterminer le temps d'équilibre en fonction du CA utilisé et des conditions opératoires. Dans la littérature, plusieurs modèles cinétiques sont utilisés afin de décrire les cinétiques d'adsorption. Ils permettent de modéliser les cinétiques de nombreux systèmes et de déterminer certains paramètres cinétiques comme la constante de vitesse et la quantité adsorbée à l'équilibre. Ils permettent également de comprendre les phénomènes à l'interface entre l'adsorbant et les molécules de polluants en termes de diffusion et de mécanisme d'adsorption (j). La cinétique d'adsorption est représentée par la courbe donnant la capacité d'adsorption qt (mol g-1) en fonction du temps. La capacité d'adsorption au temps t est calculée selon l'équation suivante: qt= (C0-Ct) v/m (mol g-1) **[12].** Les modèles cinétiques étudiés afin de décrire le phénomène d'adsorption sont les modèles basés sur la composition des milieux) **[13] .**

II.1.6.1.Modèle de la cinétique du pseudo premier ordre (Lagergren) :

Lagergren (1898) a proposé un modèle cinétique de pseudo premier ordre **[24].**Il a été supposé dans ce modèle que la vitesse de sorption à l'instant t est proportionnelle à la différence entre la quantité adsorbée à l'équilibre **(q)** et la quantité q adsorbée à cet instant et que l'adsorption est réversible. Autrement dit, la sorption est d'autant plus rapide que le système est loin de l'équilibre **[15]**.

La loi de vitesse s'écrit :

$$dq_t/dt = K_1 (q_e - q_t)$$

Où :

q_t : quantité d'adsorption à l'instant t (mg /g)

q_e : quantité d'adsorption à l'équilibre (mg/g)

k_1 : la constante de la vitesse pour une cinétique du pseudo ordre ;

Après intégration entre 0 et t pour le temps et entre 0 et qt pour la quantité adsorbée, on obtient la formule linéaire de Lagergren **[16].**

$$\mathbf{Ln\ (q_e - q_t) = ln\ q_e - k_{1t}}$$

Avec :

q_e et q_t : les quantités adsorbées à l'équilibre et à l'instant t respectivement

K_1 : la constante de vitesse (min-1)

II.1.6.2. Modèle de la cinétique du pseudo seconde ordre :

Une expression également très souvent utilisée est celle du pseudo-deuxième ordre ce modèle suggère l'existence d'une chimisorption, un échange d'électrons par exemple entre molécule d'adsorbat et l'adsorbant solide. Il est représenté par la formule suivante :

$$\mathbf{dq_t/dt = k_2\ (q_e - q_t)^2}$$

q_t et q_e : représentent respectivement la capacité d'adsorption (en mg/g) à l'équilibre et au temps

t et $k_2$est la constante de vitesse d'adsorption du modèle de pseudo- deuxième -ordre (g/mg.min) **[17].**

L'intégration entre 0 et t pour le temps et 0 et qt pour la quantité adsorbée conduit à :

$$\mathbf{t/q_t = 1/k_2 qe^2 + 1t/q_e}$$

Le tracé la courbe **t/q_t** en fonction de t permet de déterminer la constante **k_2** et la quantité adsorbée à l'équilibre **[18].**

II.1.7.Isotherme d'adsorption :

Les isothermes d'adsorption sont des courbes expérimentales qui représentent les variations (masse ou volume) du substrat adsorbé (gaz ou liquide) par poids d'adsorbant en fonction de la concentration (en phase liquide) ou de la pression (en phase gazeuse). Elles sont exprimées généralement sous formes d'équations mathématiques, non cinétiques, lesquelles sont obtenues à partir d'expériences réalisées en réacteur statique **[19]** Elles permettent essentiellement :

- ✓ de déterminer le taux de recouvrement de la surface d'un support par un substrat,
- ✓ d'identifier le type d'adsorption pouvant se produire,
- ✓ de choisir l'adsorbant qui conviendrait le mieux à la rétention de l'adsorbat.

Cependant, il convient de mentionner que les isothermes d'adsorption n'expliquent pas les mécanismes d'adsorption. Ils conduisent seulement à une comparaison de différents systèmes entre eux..**[20]**

II.1.7.1.Modélisation des isothermes d'adsorption :

L'isotherme décrit la relation existant à l'équilibre pour une température donnée, entre la concentration de l'adsorbat dans la phase liquide et celle adsorbée à la surface de l'adsorbant **[21].**

Plusieurs théories ont été proposées pour décrire ces isothermes. Les trois isothermes les plus connus sont ceux de Langmuir, Freundlich et BET (modèle de Brunauer, Emmett et Teller). Les deux premiers modèles sont appliqués pour l'adsorption en monocouches. Par contre celui de BET est mieux adapté à l'adsorption en multicouches.

II.1.7.1.1. Le modèle de Langmuir :

La théorie de Langmuir **[22]** permet de rendre compte d'isotherme de type I de l'isotherme d'adsorption. Ce modèle est très utile pour l'adsorption monomoléculaire d'un soluté à la surface monocouche d'un adsorbant ; C'est un modèle simple qui est utilisé quand les conditions suivantes sont remplies :

- l'espèce adsorbée est fixée sur un seul site bien défini ;
- chaque site n'est capable de fixer qu'une seule espèce adsorbée ;
- l'énergie d'adsorption de tous les sites est identique et indépendante des autres espèces déjà adsorbées sur des sites voisins ;

Il est décrit par l'expression suivante :

$$\mathbf{Q_e = Q_m\,[KL.C_e / (1+ KL.C_e)]\ (1.1)}$$

Avec

C_e : Concentration à l'équilibre, exprimé en (mg/l).

Q_e : quantité du produit adsorbé par unité de masse d'adsorbant exprimé en (mg/g).

Q_m : capacité maximale d'adsorption théorique exprimée en (mg/g).

KL : constante de l'équilibre thermodynamique d'adsorption.

Dans le cas d'une faible adsorption le terme **KLC_e** tend vers 0 car il est très inférieur à 1 et peut être donc négligé, dans ce cas la relation de Langmuir deviendra :

$$\mathbf{Q_e = Q_m.\ KLC_e}$$

Dans le cas d'une forte quantité de soluté adsorbée, **KLC_e** devient largement supérieur à 1 ce qui implique que Q tend vers **Q_m.**

La linéarisation de l'équation donne :

$$\mathbf{C_e/Q_e = [1/ Q_m\ ] .\ C_e + 1/ (KL .\ Q_m)\ (1.2)}$$

On obtient l'équation d'une droite de pente **$1/ Q_m$** et d'ordonnée à l'origine **$1/ (KL .\ Q_m)$. [23]**

II.1.7.1.2. Le modèle de Freundlich :

L'isotherme représentée selon le modèle de Freundlich peut convenir dans toutes les situations pour décrire l'adsorption en solution. L'équation de Freundlich est donnée sous la forme :

$$\mathbf{Q_e = KF\ x\ C_e\ 1/n\ (1.3)}$$

Avec :

C_e : Concentration à l'équilibre, exprimé en (mg/l).

Q_e : quantité du produit adsorbé par unité de masse d'adsorbant exprimé en (mg/g).

KF : constante de Freundlich caractérisant le pouvoir adsorbant du solide

1/n : constante de Freundlich caractérisant l'affinité du produit pour adsorbant L'isotherme de Freundlich est généralement représentée sous sa forme linéairisée :

$$\textbf{Log } Q_e = \textbf{log KF + 1/n log } C_e \textbf{ (1.4)}$$

La forme de l'isotherme dépendra de la valeur de 1/n et pourra donner des informations capitales quant aux mécanismes régissant l'adsorption du composé sur le solide. Selon la valeur de 1/n, diffèrent les allures des isothermes qui ont été définies auparavant ; ainsi on distingue :

- 1/n = 1 l'isotherme linéaire de type C ;
- 1/n>1 l'isotherme concave de type S;
- 1/n<1 l'isotherme convexe de type L ;
- 1/n<<1 l'isotherme de type H.

Plus 1/n est important plus la soluté a de l'affinité pour l'adsorbant **[24]**.

II.1.8.Les adsorbants :

Généralement, les adsorbants permettent de réaliser la séparation des composants d'un mélange en retenant plus ou moins, ceux-ci, par le biais de liaisons dont l'intensité varie selon la nature des molécules présentes dans le mélange. Au sens strict, tous les solides sont des adsorbants. Ce pendant, seuls les adsorbants ayant une surface spécifique suffisante (surface par unité de masse) peuvent avoir des intérêts pratiques. Les adsorbants industriels ont généralement des surfaces spécifiques audelà de 100 m2.g-1, atteignant même quelques milliers de(m2.g-1).Ces adsorbants sont nécessairement microporeux avec des tailles de pores inférieures à 2 nm ou méso-poreux avec des tailles de pores comprises entre 2 nm et 50 nm (selon la classification de l'IUPAC). Les adsorbants industriels les

plus courants sont les suivants : les charbons actifs, les zéolithes, les gels de silice, les argiles activées (ou terres décolorantes) et les alumines activées **[25].**

II.2.Charbon actif :

II.2.1.Introduction:

Parmi les différentes formes de carbone il en existe seulement deux qui soient cristallines, le diamant et le graphite. Les autres espèces : noir de carbone, charbon actif et cokes, sont moins bien cristallisées et possèdent des propriétés adsorbants .L'expression « charbon actif » désigne tout matériau carboné d'origine animale ou végétale ayant subi des traitements spéciaux (carbonisation, activation), sa surface interne peut atteindre 2000-4000 m^2/g .**[26]**

II.2.2.Définition:

Le charbon actif est un carbone microporeux inerte qui a subi un traitement pour augmenter sa surface. Il possède ainsi une très grande surface spécifique pouvant aller de 100 à 2000 m2/g d'où sa grande capacité d'adsorption. La structure du charbon actif est proche de celle du graphite, ordonnée sous la forme d'un empilement de couches successives planes d'atomes de carbone disposés en hexagones réguliers **[27]**

II.2.3. Les différentes formes du charbon actif :

Plus de 100 types de charbons actifs pour toutes vos applications.

Nous mentionnons trois types célèbres:

- Charbon actif en grain (CAG)
- Charbon actif tissu (CAT)
- Charbon actif en poudre (CAP) **[28]**

II.2.3.1. Charbon actif en poudre (CAP) :

Le charbon actif en poudre prend la forme de grains de taille comprise entre 10 et 50 µm. Sous cette forme, il s'utilise souvent pour le traitement de l'eau et du gaz. Dans le premier cas, il est généralement utilisé en combinaison avec un traitement clarificateur pour augmenter le temps de contact entre le charbon et l'eau. **[29]**



Figure II.3 : charbon actif en poudre [30]

II.2.3.2. Charbon actif en grain (CAG) :

La forme du CAG est irrégulière et sa taille est comprise entre 0.2 – 5 mm. Il est majoritairement utilisé pour l' élimination des micros polluants organiques et de la matière organique des eaux, mais il est également appliqué au traitement des gaz. Les caractéristiques physiques du CAG varient considérablement selon les matériaux constitutifs et le mode de fabrication. **[31]**



Figure II.4 : charbon actif en grain [32]

II.2.3.3.charbon actif en extrudé :

Il existe un troisième type de CA appelé **charbon actif extrudé**. Il prend la forme de cylindre et sa taille est comprise entre 0.8 et 5 mm. Il est plutôt utilisé pour traiter les gaz. Sa structure permet de limiter les pertes de charge lors du passage du gaz à travers le lit. Il contient peu de poussières et possède une forte résistance mécanique. **[33]**



Figure II.5 : charbon actif en extrudé[34]

II.2.4.Préparation du charbon actif :

Le charbon actif peut être produit à partir de tout matériau, contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique. Ils sont généralement obtenus à partir de bois, charbon, noix de coco, lignite, tourbe. La valorisation de différents déchets, tels que ceux issus de l'industrie du pétrole et des huiles lubrifiantes, connaît actuellement un essor important **[35]**. Le principe est de créer une structure rigide et poreuse: on calcine le matériau pour obtenir un solide en carbone amorphe et on réalise une "activation" pour dégager un réseau de pores. Deux étapes sont nécessaires lors de leur fabrication.

II.2.4.1. La carbonisation (ou la pyrolyse) :

La pyrolyse est la décomposition thermique d'un matériau organique sous vide ou sous atmosphère inerte à des températures comprises entre 400 et 600°C. Cette étape permet l'élimination d'une partie des hétéro éléments (oxygène, hydrogène et azote) sous forme de gaz, ainsi que la formation préliminaire d'une structure poreuse (surface spécifique d'environ 10 m2 /g). La structure poreuse est étendue durant le processus d'activation. **[36]**

II.2.4.2.Activation :

Le but du processus d'activation est d'augmenter le volume et, dans une certaine mesure, d'élargir les pores créés durant le processus de pyrolyse. La nature du matériau de départ ainsi que les conditions de pyrolyse prédéterminent la structure et la largeur des

pores. L'activation supprime les structures carbonées désorganisées, exposant ainsi les feuillets aromatiques aux agents d'activation. La structure interne du composé ainsi obtenu est constituée d'un assemblage aléatoire de «cristallites» de type graphitique. L'espace entre ces unités constitue la microporosité du charbon. **[37]**

Il existe deux procédés d'activation, l'activation physique et l'activation chimique :

II.2.4.2.1.L'activation physique :

Le matériau brut est carbonisé à une température d'environ 600°C pendant 6 à 8h. L'activation est une oxydation ménagée à haute température (700 à 1000°C) en présence d'un mélange faiblement oxydant de vapeur d'eau et de dioxyde de carbone pendant 24 à 72h. Le carbone est consommé par la réaction :

$$C + H_2O \longrightarrow CO + H_2$$

La réaction se développant plus facilement suivant des directions où le carbone est moins dense, elle crée des « tunnels », ce qui développe la microporosité. **[38]**

II.2.4.2.2.L'activation chimique :

La carbonisation et l'activation sont réalisées simultanément entre 400 et 600°C en présence d'acide phosphorique ou de chlorure de zinc (ce dernier est interdit pour les applications agroalimentaires). Ces agents interviennent comme catalyseur d'oxydation et permettent à la fois le développement de la microporosité et de la méso porosité par élargissement du diamètre des pores. La fabrication s'achève par des opérations de granulations, de tamisage et de conditionnement **[39]**.

II.2.5. Les propriétés de charbon actif :

II.2.5.1.Propriétés physique :

- **Structure du charbon actif**

La structure du charbon actif est semblable à celle du graphite. En effet la structure cristalline de ce dernier consiste en un ensemble de couches planes d'atomes de carbone, ordonnés en hexagone réguliers, comparables aux cycles aromatiques (Figure II.8). L'analyse de diffraction aux rayons X, révèle que sa structure est graphitique, mais avec

quelques différences, notamment par la disposition des ces couches planes d'atomes de carbone en un agencement désordonné et par la formation de groupements fonctionnels, dus à la présence d'hétéroatomes (oxygène, métaux, hydrogène…) dans le réseau cristallin **[40].** Ces modifications de structure pourront engendrer des interactions spécifiques (groupements fonctionnels) et des interactions non spécifiques (hétérogénéité du réseau) pour cet adsorbant **[41].**

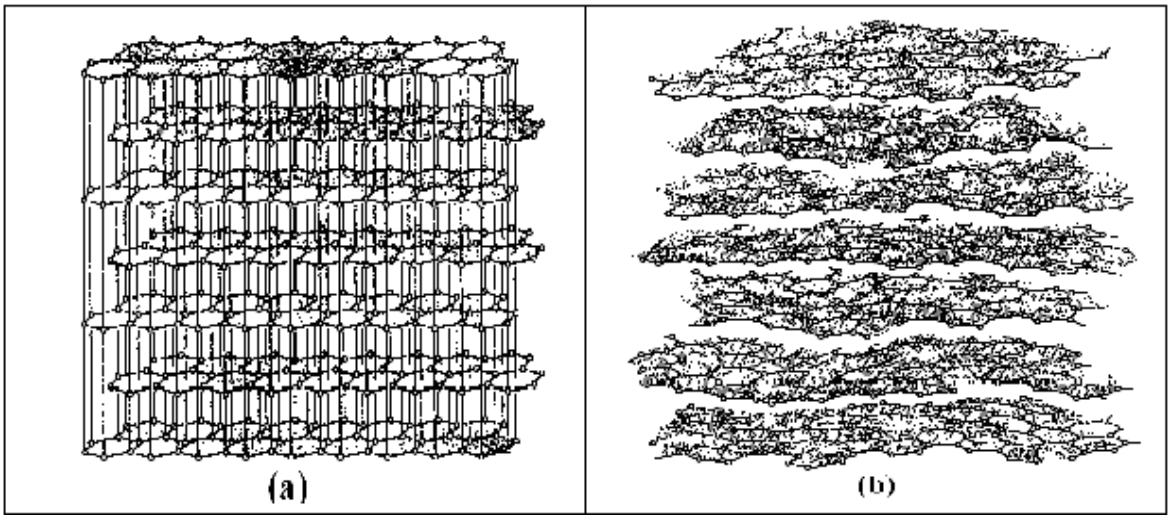


Figure II.6 : Structure cristalline: (a) graphite ; (b) charbon actif .[42]

- **La surface spécifique (aire massique)**

La surface spécifique ou aire massique (en m2.g-1) est la surface totale par unité de masse d'adsorbant accessible aux molécules.

Toute la surface des particules de l'adsorbant est considérée, porosité ouverte comprise, pour le calcul de la surface spécifique qui cumule donc la surface intérieure de tous les pores constituant le grain d'adsorbant. La surface spécifique comprend la surface externe et la surface interne d'un adsorbant (Figure II.8). **[43]**

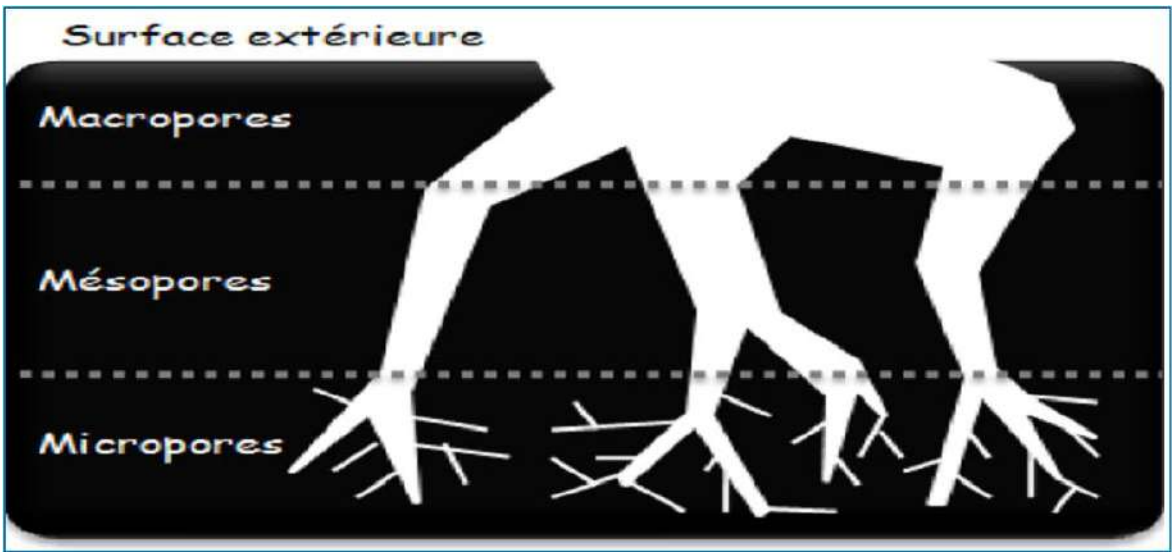


Figure II.7: Représentation schématique de la structure des pores d'un charbon actif obtenu par activation chimique.[44]

La surface interne est la surface microporeuse représentée par les parois des micro-pores. La surface externe est la surface non-microporeuse qui comprend les parois des mésopores et des macro-pores, ainsi que la surface non poreuse de l'échantillon.

❖ La surface spécifique d'un charbon actif peut atteindre 2700m^2/g **[45]**

➢ **La porosité :**

Un solide poreux peut être défini à partir du volume de substance adsorbée nécessaire pour saturer tous les pores ouverts d'un gramme de ce solide. Un pore ouvert est un pore dont l'accès se situe a la surface du grain, il est donc accessible au fluide. Ce volume poreux, en cm3.g-1, est donc uniquement caractéristique de la porosité ouverte.

Selon la classification I.U.P.A.C. (International Union of Pure and Applied Chemistry), les tailles de pores sont reparties en 3 groupes : **[46]**

- **Macropores** : ils possèdent un rayon moyen compris entre 500 et 1000 Å et peut atteindre jusqu'à 20000 Å. L'ordre de grandeur de leurs aires massiques (0,5 à 2 m2/g) montre qu'ils influencent faiblement la capacité d'adsorption.
- **Mésopores** : ils ont un rayon compris entre 18-20 Å et 500-1000 Å. Leurs surfaces spécifiques (25 à 75 m2. g-1) montrent qu'ils peuvent influencer moyennement la capacité d'adsorption. En effet, les phénomènes de condensation capillaire ne peuvent se dérouler

qu'à l'intérieur de ces mésopores. Ils sont considérés comme des pores de transition en contrôlant le passage des adsorbats vers les micropores.

• **Micropores** : ils constituent pratiquement l'essentiel de la surface spécifique totale (95 %). Leur rayon qui est inférieur à 18-20 Å (de l'ordre de la taille des molécules simples) leur confère un très grand rôle dans le processus d'adsorption. Concernant le pouvoir adsorbant du charbon actif, il a été clairement établi que la porosité peut limiter les capacités de ce matériau vis-à-vis des molécules complexes, principalement celles à haut poids moléculaire. Ce qui va contrôler la vitesse de diffusion des substrats à l'intérieur des particules du charbon actif. **[47]**

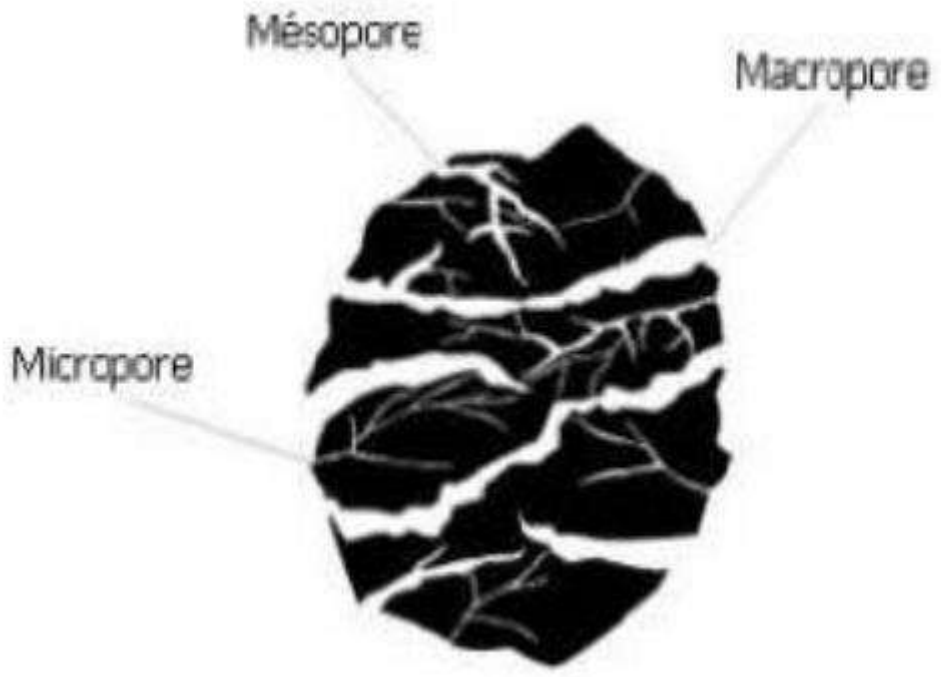


Figure II.8: Représentation schématique des différents types de pores.[48]

II.2.5.2. Propriétés chimiques :

Le carbone soit l'élément majoritaire du charbon actif, il peut également contenir des quantités variables d'oxygène et d'hydrogène disant les groupements carboxyliques, anhydrides carboxyliques, phénoliques, carbonyles et lactones sont les plus couramment rencontrés.

Ces groupements de surface sont à l'origine du caractère hydrophile du charbon actif et de son potentiel électrocinétique.

Ils confèrent au charbon actif des propriétés acido-basiques. Mais également en quantités résiduelles des atomes de chlore, de phosphore, de soufre...etc **[49]**

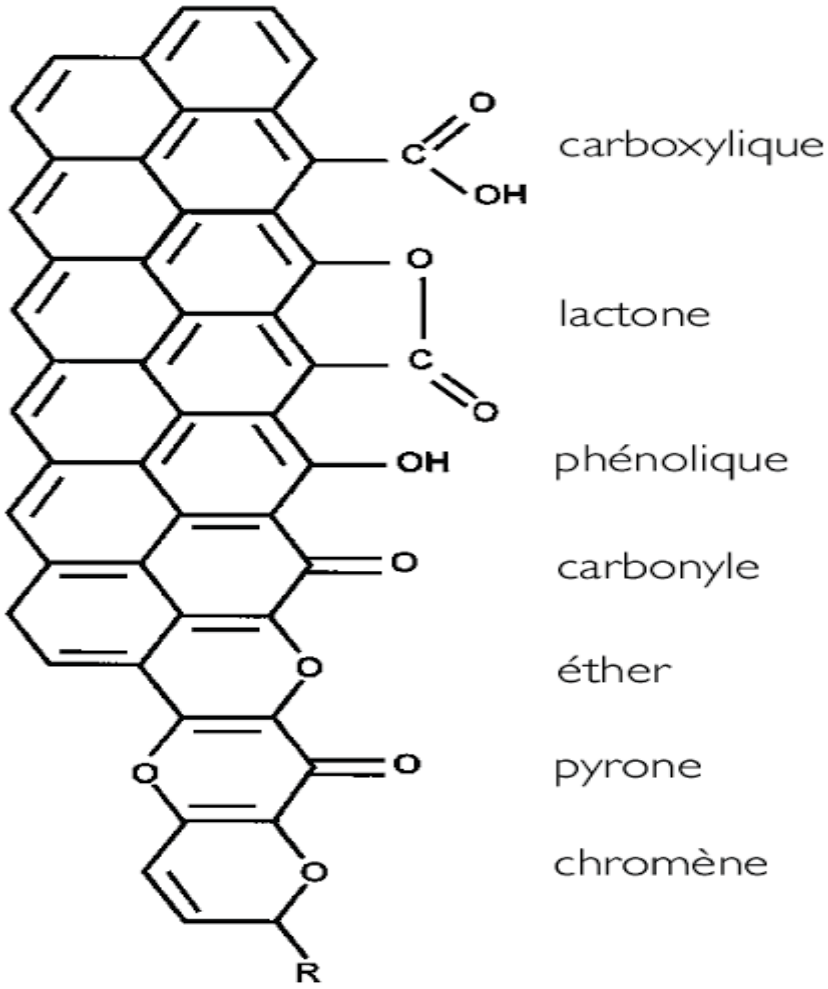


Figure II.9 : Représente les groupements de surfece du CA

II.2.6.Généralité sur noyaux de jujube :

Les jujubiers sont des arbres ou des arbustes, prenant parfois un aspect buissonnant, à système radiculaire trè s développé. Les rameaux étalés portent souvent des épines , isolées ou groupées par deux ; certaines espèces et variétés sont inermes . Les feuilles sont petites ou moyennes, plus ou moins distiquées, ovales ou allongées, parfois acuminées , dentées ou non, glabres ou velues . Les fleurs sont petites, de couleur vert-jaunâtre . Le fruit est drupacé à noyau ligneux , dur, de forme arrondie ou allongée, comprenant

ordinairement deux loges,dont une seule contient une petite amande . La pulpe est charnue ou sèche, très riche en sucre, de taille et de forme très variables. **[50]**



Figure II.10 : photo représente les fruits jujubier

II.2.7.Elaboration du charbon actif à partir des noyaux du jujube :

Les noyaux de jujubes ou bien petit jujube provientde la variété appelée « Zizyphus jujuba » (nommé NEBKA) dont l'abondance est importante dans notre pays et dont l'usage se limite souvent à la consommation alimentaire et médicinale pour ses vertus thérapeutiques, a été utilisé comme précurseur pour la fabrication du charbon actif en utilisant l'acide phosphorique (H3PO4) pour l'activation chimique.**[51]**

Références Chapitre II :

[1] : (M. Choi, J. Jang ,2008) ; (P. Francesca ,M. Sara, T. Luigi, 2008). Outre ; (ZHENGA et al, 2009)

[2] : Desjardins., 1990 ; El Azzouzi., 1999 ; Arias *et coll*., 2002 ;

[3] : El Azzouzi., 1999 ; Rachidi.,1994; Mechrafi, 2002 ;

[4] : M. Crine ,"Traitement des eaux chargées en métaux lourds", situation actuelle et perspective de développement. comm. n° 23 au congrès « industrie et environnement » liège,6-7.2.1992.

[5] : Sedira N. Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes, Mémoire de Magister, Université Mohamed Chérif Massaadia Souk-Ahras, 2012/2013.

[6] : Desjardins,1990

[7] : El Azzouzi, 1999 ; El Madani, 2004

[8] : Nouacer.S; 2014

[9] : C.M. Creanga, procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalytique), Université de Toulouse, France. Thèse de Doctorat, 2007.

[10] : Kanouri R. Labide A. Adsorption du phénol sur la bentonite de Maghnia,Mémoire master Académique, Université KasdiMerbah-Ouargla, 2012/2013.

[11] : Bouchelkia.N;2015

[12] : Azzouz .A; 2011

[14] : Khalfaoui .A;2012

[16] : Medjdoub.F ; 2017

[13] [15] : Nigro.S ; 2015

[17]: Sylvain Masson ; 2017

[18] : Aksas .H ; 2013

[19] : [Bellir, 2002]

[20] : [Bellir, 2002 ; Slejko et Dekker, 1985].

[21] : R. Desjardins, Le traitement des eaux, 2eme edition Revue amilioré. Ing/professeur à l'ecole polytéchnique de Montréal.

[22] : M. Bouvet. Transfert dans des sols routiers des métaux lourds issus de l'utilisation de déchets, Thèse de doctorat, Institut national polytechnique de Lorraine, Ensaia, 2005

[23]: V. Lenoble. Elimination de l'arcenic pour la production de l'eau potable : Oxydation chimique et adsorption sur des substrats solides innovants, Thèse de doctorat, université de Limoge, (2003).

[24] : F. Stoeckli, A. Slasli, A. Guillot, D. Hugi-Cleary; Microporous and Mesoporous Materials 51, 197, (2002).

[25] : ChouatM. laboubiF. Etude de l'adsorption du bleu méthylène par charbon actif, Mémoire de Master, Université Mohamed Khaider-Biskra, Juin2013.

[26] : BAMBA Drissa, Elimination du DIURON des eaux par des techniques utilisant les ressources naturelles de la côte d'ivoire : photocatalyse solaire et charbon actif de coques de noix de coco, thèse de doctorat, 2007

[27] : J. Omlin, L. Chesaux, Evaluation de charbons actifs en poudre (CAP) pour l'élimination des micropolluants dans les eaux résiduaires urbaines, Ecole Polytechnique Fédérale de Lausanne2010.

[28] [30] [32] [34] : N. J. Krou. Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD-OX d'élimination de polluants organiques; thèse de doctorat ; Université de Toulouse ; (2010).

[29] [31] : Lenntech, 2004

[35] : (Chemviron, 2004)

[36] : Manole Greanca C., AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables (par adsorption puis oxydation catalitique), Thèse de doctorat de INP Touluse, 2007.

[37] : Bansal, R.C., Donnet, J.B., Stoeckli, F. (1988). Active Carbon, New York..

[38] : T. Wigmans ; Carbon, 27, 13, (1989).

[39] : G. Grévillot, « traitement d'air chargé en composés organiques volatils par adsorption sur solides microporeux », Laboratoire des sciences du génie chimique, Paris, 2004

[40] : O. Joseph. Etude du potentiel d'utilisation de résidus agricoles haïtiens pour le traitement par biosorption d'effluents pollués, Thèse doctorat, chimie de Lyon (2009).

[41] : Smisek, 1970 ; De Laat 1988 ; Cookson, 1978

[42] : Snoyink, 1967 ; Matson, 1971

[43] : De Laat, 1988

[44] : S. Hazourli, « adsorption et electrosorption de composés organiques sur charbon actif rn grains », Thèse de doctorat, USTHB 1991.

[45] : Kania (2010)

[46] :N.Bouziane {Elimination du 2-mercapto Benzo thiazole par voie photochimique et par adsorption sur le bentonite et le charbon actif en poudre} .Ingenieur d'état en chimie pharmaceutique de Boumerdes.

[47] : C.C. Manole.), thèse de doctorat, Polytechnique de Toulouse (2007).

[48] : Dubinin, 1955 ; Atkins, 1978 ; De Laat, 1988

[49] : N KANIA, Utilisations de charbons actifs dans des procédés d'adsorption de Composés Organiques Volatils et des procédés de catalyse dans, Thèse de Doctorat, Université d'Artois, France, 2010.

[50] : (Mimanne 2012); (Benarima Abd El Hakim 2017)].

[51] : LE JUJUBIER ET SA CULTURE P. MUNIER" Fruits, mai 1973,

Chapitre III : Matériels Et Méthodes

III.Introduction :

Les premiers usages du charbon actif (ou « activated carbon ») remontent aux Égyptiens qui utilisaient ses propriétés adsorbantes à des fins médicinales et pour purifier les huiles. Mais en fait, il s'agissait de charbon de bois, le charbon actif au sens moderne du terme n'étant apparu qu'à la fin du XIXe siècle.L'invention du produit est attribuée à un Russe, Raphael Ostrejko,qui cherchait à améliorer les propriétés absorbantes des charbons dans la décoloration des sucres dans les années 1900 **[1].**

L'objectif de cette partie consiste en la préparation des matériaux adsorbants issus de noyaux de jujube afin d'obtenir un produit applicable dans le traitement des eaux. Et déterminer les conditions optimale de dégradation du paracétamol par ce charbon obtenue.

- **But de travail :** est de détérminer :
  - L'effet de la concentration initiale ;
  - Le pH de charge nulle ;
  - L'effet de pH ;
  - L'effet de masse d'adsorbant ;

III.1.Produits et matériaux de laboratoire :

On a réaliser des expériences on utilisant :

Tableau III.1 : représente les produits utilisés

Paracétamol	Acide chloridrique HCL 0.1N
Charbon de base de noyaux de jujube	Hydroxyde de sodium NAOH 0.1
L'eau distillée pour préparer les solutions	

Tableau III.2 : représente les verreries-matériels de laboratoire utilisés

Fioles (50,100,200,250,500,1000)ml	Agitateur à plaque chaffante
Erlenmyers (250)ml	balance
béchers	Four
Broyeurs à mortier	Tubes à essais
Pipettes graduées	Barreaux magnétique

❖ **Appareils de mesure :**

➢ **PH Mètre :** Le pH des solutions a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre à microprocesseur de type OHAUS Starter 3100 . L'étalonnage de l'appareil a été effectué avec des tampons commerciaux de pH 4, 7 et 10. Le pH a été ajusté à différentes valeurs en utilisant Hydroxyde de sodium, l'acide chlorhydrique.



Figure III.1 : représente le PH mètre

III.2.Propriétés physico-chimiques du paracétamol :

Rappelons que le paracétamol, encore connu sous le nom d'acétaminophène, est la substance active de nombreux médicaments, seule ou en combinaison, pour le soulagement de la fièvre, des maux de tête et de certaines douleurs mineures. C'est la molécule la plus utilisée, avec une consommation annuelle dépassant 3300 tonnes par an **[2]**.

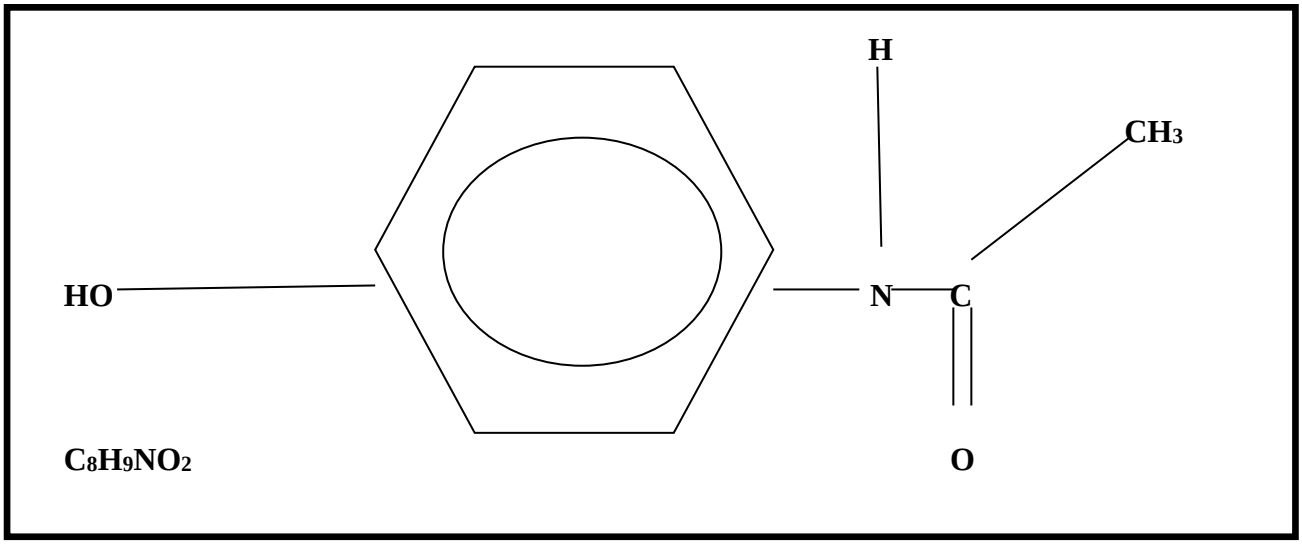


Figure III.2 : représente la structure moléculaire du paracétamol

III.3.Caractérisation des noyaux de jujube utlisé :

Noyaux de jujube ou bien petite jujube, le fruit est nommée **(NEBKA)**. Le noyau de jujube provient de la variété appelée **{Zizyphus jujuba}**, dans l'abondance est importante dans notre pays et dans l'usage se limite souvent à la consommation alimentaire. Nous avons utilisé les noyaux de jujube de la région de MEDEA.

La matière prémière utilisée (noyau de jujube) est lavée a l'eau ensuite l'eau distillé, ensuite stocké à l'abri de l'humidité avant son utilisation pour la préparation de charbon actif.

III.4.Préparation et caractérisation des charbons actifs :

On a utilisé deux adsorbants biomasse et calciné.



Figure III.3 : représente les deux adsorbants utilisés

III.4.1.Mode opératoire :

III.4.1.1.Biomasse :

Le noyau de jujube ont été lavé avec de l'eau distillée, puis séché. Il est ensuite broyés et tamisé dans un tamis de 45µm.



Figure III.4 : représente la biomasse utilisé

III.4.1.2.CA :

Le noyau de jujube ont été lavés avec de l'eau distillée, puis séché.L'échantillon est mis dans un ramquen d'orgueil (en absence d'oxygène) il est ensuite chauffé dans un four moufle pendant 4h (1h à 150°C , 2h à 300°C , 3h à 500°C , 4h à 700°C). Après 24h nous avons le prendre et broyés et tamisé dans un tamis de 45µm.

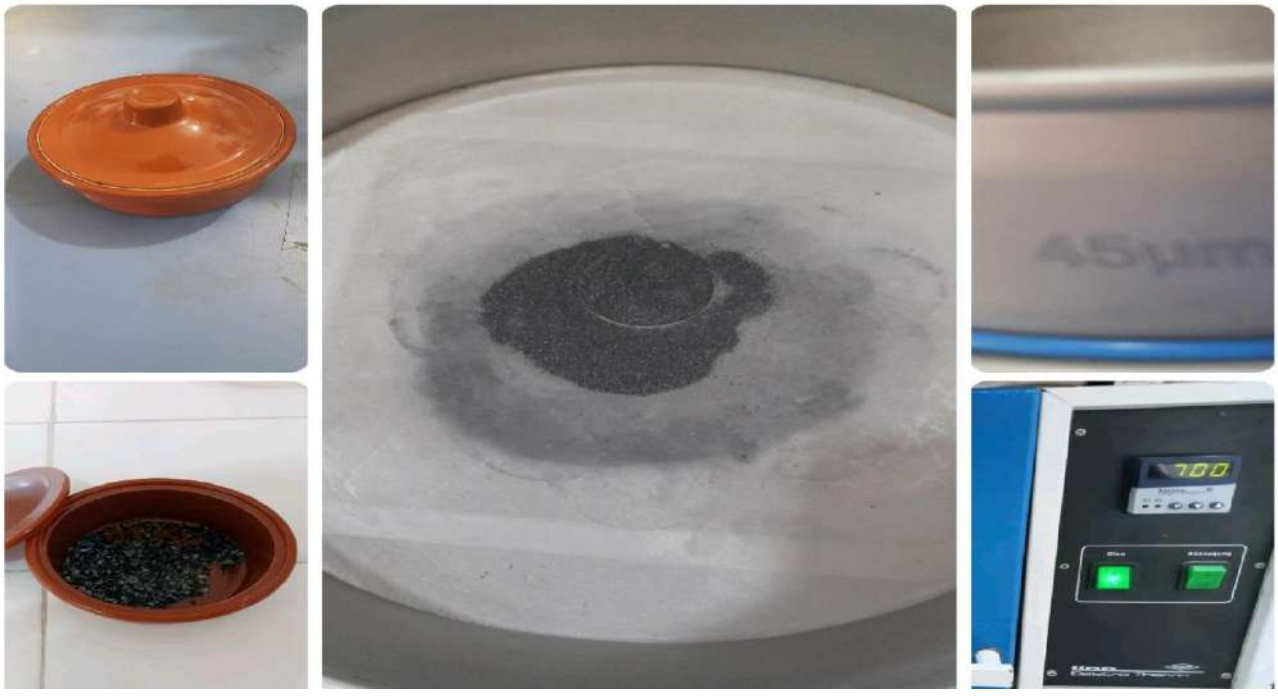


Figure III.5 : représente le CA utilisé

III.5.Les techniques analytiques :

Il existe plusieurs technique analytique,dans notre travail on a utilisé l'UV visible et l'Infra rouge

III.5.1.Analyse par spectroscopie infrarouge (IR) :

La Spectroscopie Infrarouge est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé. Elle permet via la détection des vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des groupements fonctionnels présents dans le matériau**[3]**.Le domaine infrarouge est caractérisé par des radiations dont le nombre d'onde est compris entre 10 et 12500 cm-1. Il peut être divisé en trois régions

• Proche infrarouge : 12500 cm-1 - 4000 cm-1

• Infrarouge moyen : 4000 cm-1 - 400 cm-1

• Infrarouge lointain : 10 cm-1 - 400 cm-1 **[4]**

III.5.2Analyse par spectrophotométrie d'adsorption UV visible :

On a utilisé un spectrophomètre de type Uvmini-1240, on a :

Eliminé l'eau distillé

- Mesuré premièrement les longeurs d'onde des échantillons
- Choisi le spechtrophomètre
- Fixé la valeur maximale
- Prendre la cuve et mesuré l'adsorbance de chaque essai

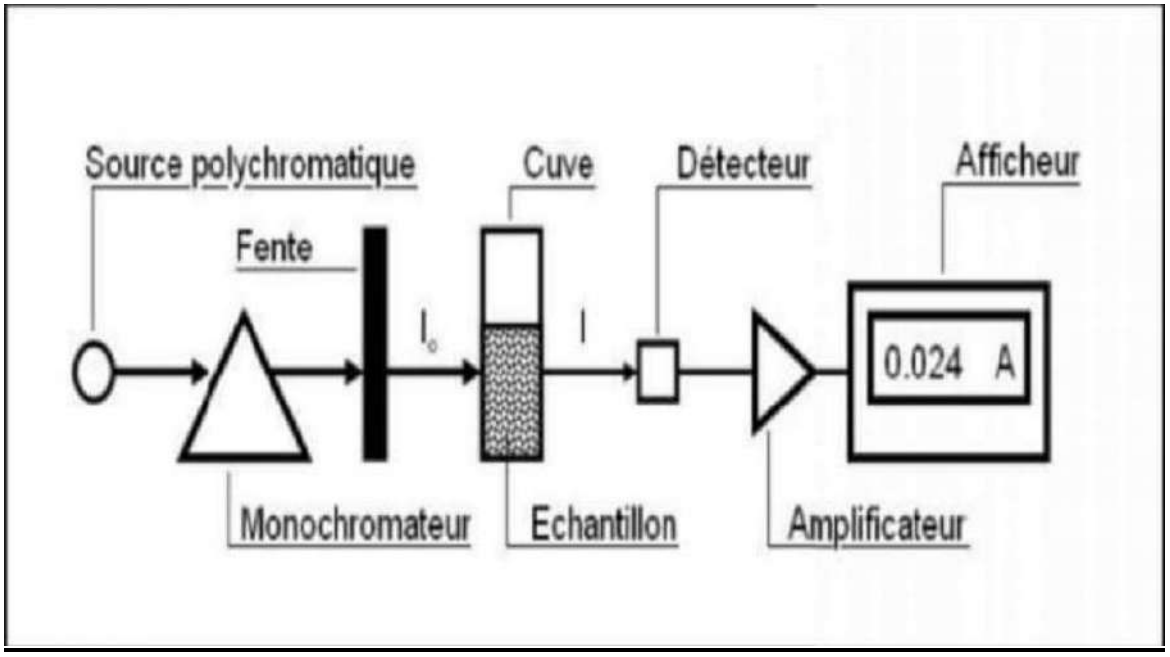


Figure III.6 : représente le prince d'un spechtrophotomètre [5]

II.6.Adsorption de polluant étudie :

Dans cette partie, nous avons étudie les différents paramètres influents sur l'adsorption de paracétamol sur le charbon actif (calciné) et la biomasse (pH nule , pH , la masse et la concentration)

III.6.1.Préparation de la solution mère :

L'objectif étant d'étudier l'elemination des micropolluants dans les effluents pharmaceutique cas de paracetamol (comprimé DOLYC 500mg) par l'adsorption nous avons préparé des solutions mères . Elles sont constituées d'eau distillée polluée avec du paracétamol broyé à l'aide d'un mortier. Le mélange a été effectué à l'aide d'un agitateur magnétique pendant une durée de 15 minutes. Ce qui nous permet un suivi de l'adsorption des micropolluants présent dans le milieu.

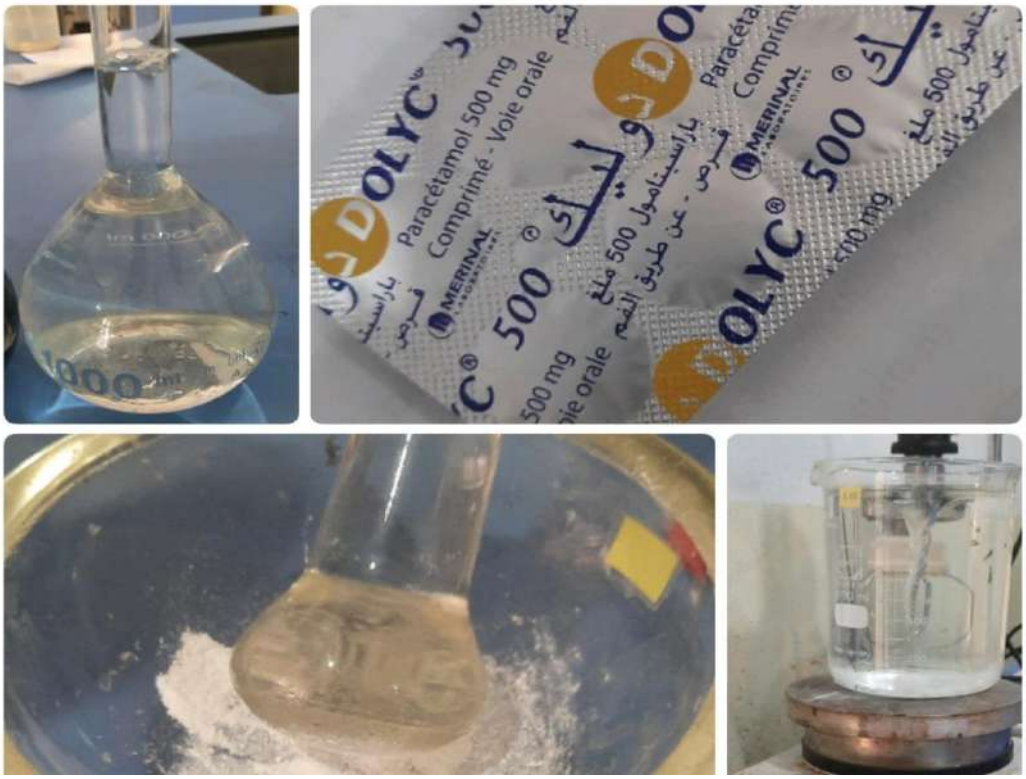


Figure III.7 : représente le polluant utilisé (le paracétamol)

III.6.2.La courbe d'etalonnage :

Une courbe d'étalonnage de densité optique (DO) en fonction de concentration de paracétamol été obtenue en employant les solutions de paracétamol de concentrations comprises entre 12.5, 25 , 50 ,75 et 100ppm, les densités optiques ont été mesurées par le spéctrophotomètre UV-visible à 232 nm .

Partie A : Adsorption de polluant étudie sur la biomasse

III.7Adsorption de polluant étudie sur la biomasse

III.7.1 Effet de pH :

La mesure du pH des solutions préparées (100ml de solution mère et 50ppm de biomasse) s'est faite au moyen d'un pH mètre de type (**OHAUS Starter 3100**), préalablement étalonné à l'aide de solutions tampon adéquates. Le pH a été ajusté à différentes valeurs (3,5,9,). pour les milieux acides en utilisant l'acide chloridrique (**HCl**) 1N, et en utilisant la soude (**NaOH**) 0.1N pour les milieux basiques. Agitées pendant 3h à une température ambiante avec une rotation de 200tpm.

Les échantillons sont prélevés effectués dans un intervalle du temps (5,15,30,45,……...,180) min et filtrés à travers des filtres de types millipores, ensuite les filtrats recueillies dans des tubes en plastique, sont analysés par spectrophotomètre d'adsorption UV-visible.

III.7.2.Effet de la concentration initial sur la cinétique d'adsorption :

Pour étudier l'effet du dosage d'adsorbant sur le taux d'adsorption, Nous avons préparés des sollutios de concentrations en polluant pharmaceutique (paracétamol) comprises entre 25,50,75 et 100 ppm en contact de 50ppm de biomasse , la série des erlenmeyrs est placées sur des agitateurs pendant 3h à 200tpm.Les échantillons sont prélevés effectués dans un intervalle du temps (5,15,30,45,……...,180)min, sont filtré par un microfiltre. Ils sont analysés par UV-visible.

III.7.3.Effet de la masse du biomasse sur l'adsorption de paracétamol :

Au but de détermination de l'effet de la masse du biomasse sur l'adsorption de paracétamol,nous avons réalisé dans des erlenmeyrs de 250ml des sollutions de 100ml de solution mère avec des différents masse de biomasse (0.5,1,1.5)g agitées pendant 3h à 200tpm. Les échantillons sont prélevés à des intervalles de temps préterminés (5,15,30,45,……...,180)min, filtrées par un microfiltre de type millipore et analysés par UV-visible.

Partie B : Adsorption de polluant étudie sur le charbon actif

III.8. Adsorption de polluant étudie sur le charbon actif

III.8.1.Détermination du pH de charge nulle :

Pour déterminer le pHpzc .Nous avons préparé 3 échantillons d'une solution de paracétamol avec un volume de 100ml, et le charbon actif à une quantité de 50ppm chaque échantillons est réalisé sous un pH différent à l'autre (3,5,9,).a l'aide d'un Acide chloridrique (HCL 0.1N) et un Hydroxyde de sodium(NAOH 0.1).Les mélanges sont agités à l'abri de la lumière pendant 24h à température ambiant.Chaque sollution est ensuite filtré à l'aide d'un microfiltre.

A la fin de l'expérience on mesure les nouvelles valeurs de pH pour chaque sollution et on trace la courbe de pHnulle.

III.8.2.Effet de pH :

La mesure du pH des solutions préparées 100ml de solution mère avec 50ppm de charbon actif s'est faite au moyen d'un pH mètre de type (**OHAUS Starter 3100**), préalablement étalonné à l'aide de solutions tampon adéquates. Le pH a été ajusté à différentes valeurs (3,5,9,). pour les milieux acides en utilisant l'acide chloridrique (**HCl**) 1N, et en utilisant la soude (**NaOH**) 0.1N pour les milieux basiques. Agitées pendant 3h à une température ambiante avec une rotation de 200tpm.

Les échantillons sont prélevés effectués dans un intervalle du temp(5,15,30,45,……...,180)min et filtrés à travers des filtres de types millipores, ensuite les filtrats recueillies dans des tubes en plastique, sont analysés par spectrophotomètre d'adsorption UV-visible.

III.8.3.Effet de la concentration initial sur la cinétique d'adsorption :

Pour étudier l'effet du dosage d'adsorbant sur le taux d'adsorption, Nous avons préparés des sollutios de concentrations en polluant pharmaceutique (paracétamol) comprises entre 25,50,75 et 100 ppm en contact de 50ppm de charbon actif , la série des erlenmeyrs est placées sur des agitateurs pendant 3h à 200tpm.Les échantillons sont prélevés effectués dans un intervalle du temps (5,15,30,45,……...,180)min, sont filtré par un microfiltre. Ils sont analysés par UV-visible.

III.8.4.Effet de la masse du charbon actif sur l'adsorption de paracétamol :

Au but de détermination de l'effet de la masse du charbon actif sur l'adsorption de paracétamol,nous avons réalisé dans des erlenmeyrs de 250ml des sollutions de 100ml de solution mère avec des différents masse de CA (0.5,1,1.5)g agitées pendant 3h à 200tpm. Les échantillons sont prélevés à des intervalles de temps préterminés (5,15,30,45,……...,180)min, filtrées par un microfiltre de type millipore et analysés par UV-visible.

Références Chapitre III :

[1] : Avec ϕ en m, Vp en m3/g et SS en m2/g ou ϕ en μm, Vp en cm3/g et SS en m2/g ; k varie de 2 à 4 selon le type de pores créés par l'empilement des particules (lamellaire, conique ou sphérique).

[2] : Besse J.P. & Garric J., 2008

[3] : H.Sebei ; 2013

[4] : M.Hadioui ; 2007

[5] : lelaborantin.com

Résultats et *discussions*

IV.Introduction :

Cette partie aborde les résultats d'analyse des matériaux étudiés: les noyaux de jujube (biomasse (Bio))et le charbon actif (CA),ainsi que l' étude de l'influence des différents paramètres sur la capacité d'adsorption. Nous terminerons par une étude détaillée de la cinétique d'adsorption de paracétamol sur le deux adsorbant (Bio + CA).

Les isothermes d'adsorption peuvent être générées sur la base de nombreux modèles théorique, les modèles de Langmuir et de Freundlich sont le plus utilisés.

IV.1. Analyse spectrale de deux adsorbant (Bio + CA) :

IV.1.1. Analyse par infra-rouge IR :

La technique IR est indispensable pour l'identification des constituants du jujube préparé (BIO + CA), les spectres IR des deux adsorbants utilisés sont représentéssur la figure suivante.

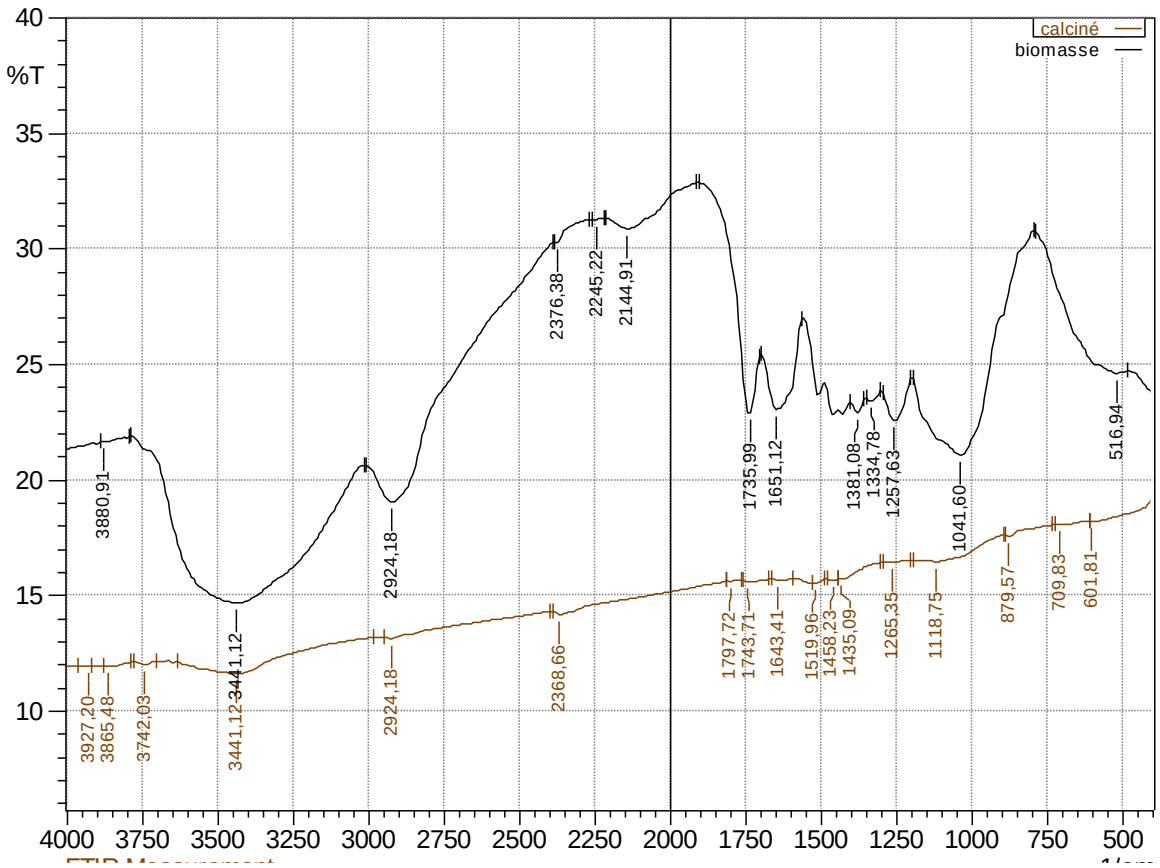


Figure IV.1 : Spectre IRTF de (CA+Bio).

L'analyse était réalisé sur une plage de longueur d'ondes allant de 4000 – 500 cm^{-1}. La présence des groupements hydroxyles de la fonction phénolique et la fonction carboxylique

offrent à la surface un caractère acide, tandis que la présence des fonctions carbonyle et quinone donnent un caractère basique à la surface des adsorbants.

Les bandes d'adsorption observées entre 3200 et 3650 cm^{-1} sont attribuées à la présence et à la vibration des groupements hydroxyles libres (OH) des alcools et des phénols [1]. Les bandes observées entre 2850 et 2930 cm^{-1} correspondent à la vibration de valence symétrique et asymétrique des liaisons C-H présentes dans les groupements alkyles, par exemple les groupements méthyles et méthylène [2et3].

Les bandes observées dans l'intervalle 2348-2370 cm^{-1} peuvent être attribuées à la vibration de la valence asymétrique du CO2 [3]. Les bandes observées dans l'intervalle 1700-1748 cm-1 sont attribuées à la vibration des groupements carbonyle C=O présentent dans des esters, aldéhydes, groupes cétone et des dérivés acétyles [1, 2]. Les bandes observées dans l'intervalle 1680 et 1630 cm-1 sont attribuées à la vibration des groupements carbonyle C=O des amides secondaires simples, à chaîne ouverte. Entre 1500-1600cm-1 : présence des bandes d'absorption correspondant à la vibration de valence des liaisons C=C aromatiques (4) Les bandes observées dans l'intervalle 1205-1240cm-1peuvent être attribuées à la vibration des liaisons C-O des alcools [3], des esters et éthers

IV.2. Détermination de la courbe d'étalonnage :

La figure IV.2 représente la courbe d'étalonnage de la molécule de paracétamol. On voit que les valeurs de l'absorbances mesurées sont en corrélation avec les valeurs des concentrations puisque les points sont proches de la première bissectrice avec un coefficient de régression $R^2 = 0.9719$.

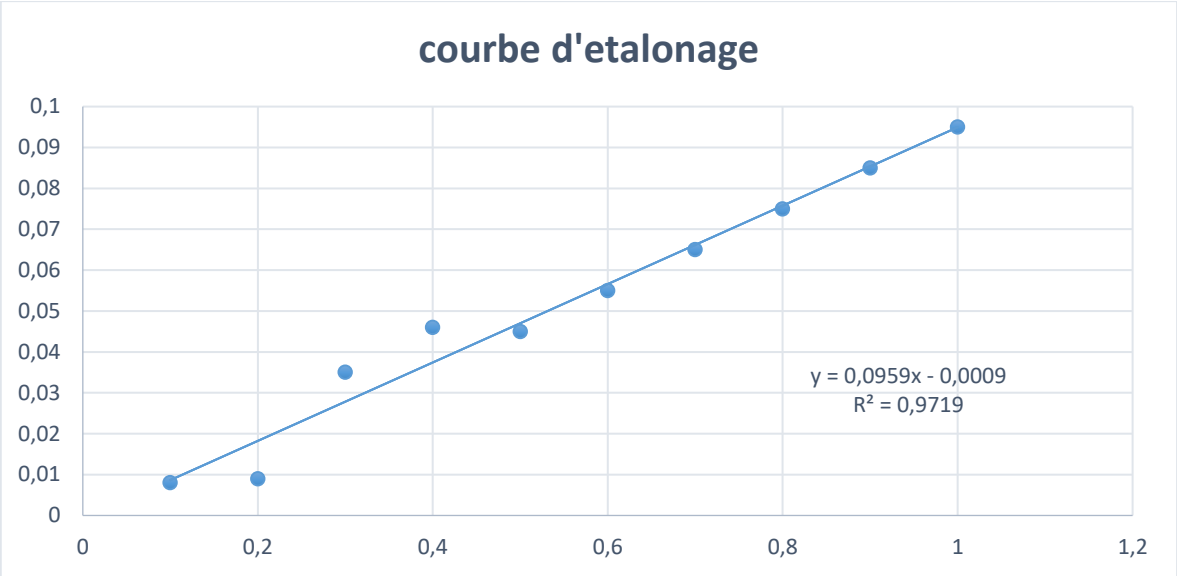


Figure IV.2 : Courbe d'étalonnage de la molécule de paracétamol dans une solution aqueuse.

Partie A : Adsorption de polluant étudie sur la Biomasse :

IV.3.Adsorption de polluant étudie sur la Biomasse

IV.3.1 Effet de pH :

L'effet du pH de la solution de paracétamol sur la capacité d'adsorption du Biomasse a été étudié aux pH suivants : 3, 5, et 9.

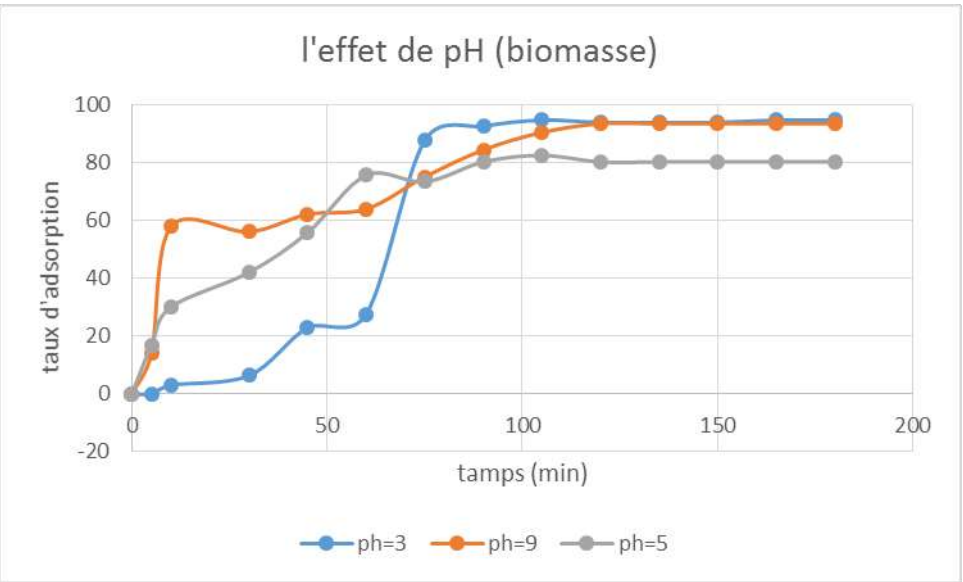


Figure IV.3. L'effet de pH sur l'adsorption (BIO)

Le pH de la solution est un paramètre important qui affecte le processus d'adsorption, en influençant la capacité d'adsorption et la solubilité de l'adsorbat. Les résultats obtenus de la figure **IV.3** montrent que le temps d'équilibre et le taux d'élimination de paracétamol changent selon le pH initial de la solution. Les résultats montrent une meilleure efficacité d'adsorption dans le milieux basique pH=9.

IV.3.2. Effet de la concentration initial de paracétamol sur le taux d'adsorption :

Pour déterminer l'effet de la concentration initiale de paracétamol sur le taux d'adsorption, des expériences ont été effectuées à un pH= 9 et à une concentration initiale de biomasse de 25 ppm. à 100ppm.

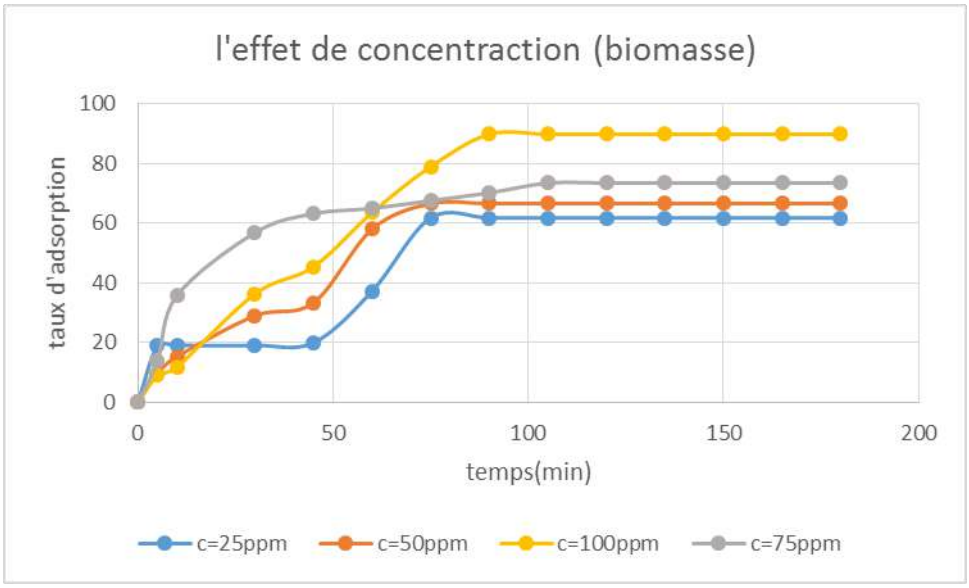


Figure IV.4. l'effet de concentration initial de paracétamol sur le taux d'adsorption

A partir de la **IV.4**, on peut voir qu'il y a une augmentation du taux d'adsorption du paracétamol avec l'augmentation de la concentration initiale de TYL de 25 à 100 ppm. Un taux d'adsorption maximal a été observé pour une concentration initiale égale à 100 ppm. Ces résultats impliquent que le processus d'adsorption dépend fortement de la concentration initiale du paracétamol.

IV.3.3. Effet de la masse (BIO) :

Pour étudier l'effet du dosage de l'adsorbant sur le taux d'adsorption, des expériences ont été effectuées sous différentes concentrations de Biomasse.

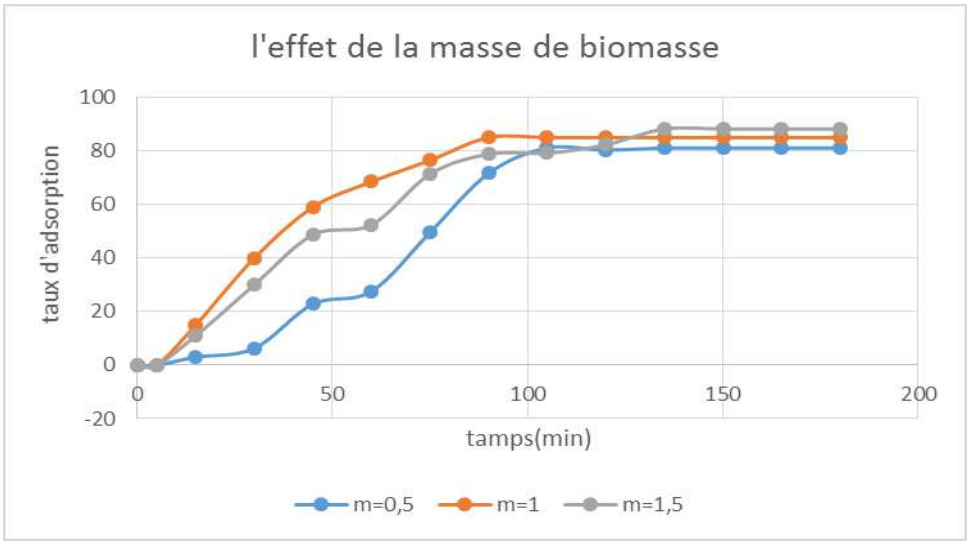


Figure IV.5. L'effet de la masse de biomasse sur l'adsorption de paracétamol

La **Figure IV.5** indique que le taux d'adsorption du Paracétamol augmente avec l'augmentation de la concentration initiale de l'adsorbant. Cette augmentation peut être attribuée à celle du nombre de sites adsorbants avec l'augmentation de la concentration initiale de l'adsorbant. On observe aussi qu'une concentration de 1.5 $g.L^{-1}$ entraîne une élimination proche de 88.2%.

Partie B : Adsorption de polluant étudie sur charbon Actif (CA) :

IV.4.Adsorption de polluant étudie sur Charbon actif

IV.4.1. Détermination de pH nulle :

Le pH_{pzc} correspond alors au pH de la solution pour laquelle pour la courbe C traverse la première bissectrice (Y=X) (pH final = PH initial).

Tableau IV.1 : les valeurs de pH final et pH initial

pH initial	pH final
100ml de KCl+1g/l CA à PH=3	pH=5.7
100ml de KCl+1g/l CA à PH=5	pH=6.96
100ml de KCl+1g/l CA à PH=7	pH=7.36
100ml de KCl+1g/l CA à PH=9	pH=7.49
100ml de KCl+1g/l CA à PH=11	pH=8.71

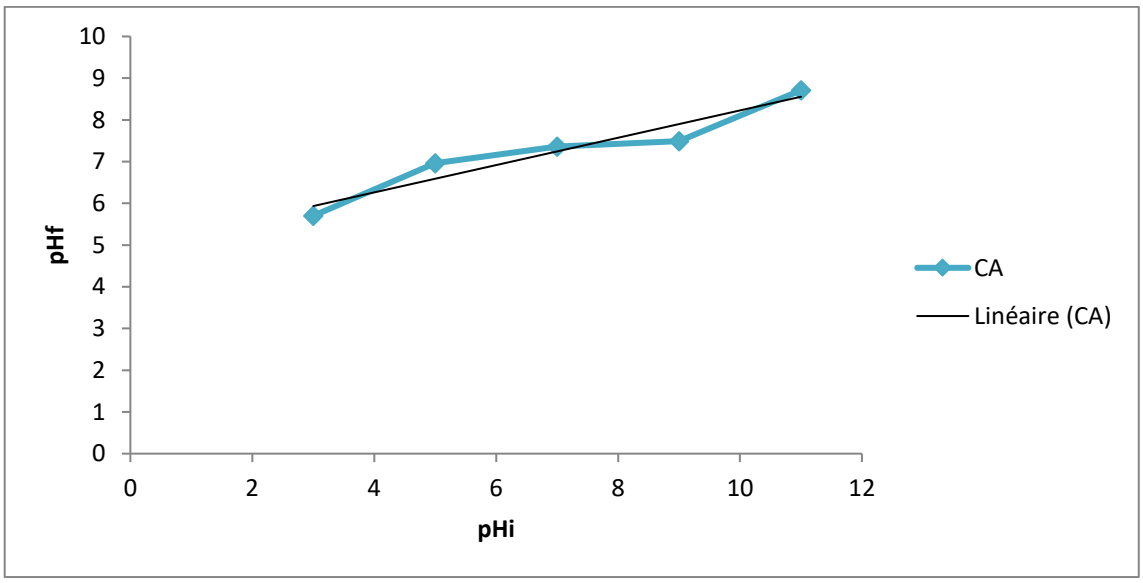


Figure IV.6 : point de charge nulle

pHpzc obtenues permettent de déterminer le caractère acide ou basique de CA élaboré et de connaître, selon le pH de la solution, sa charge nette de surface. Ainsi, pour les manipulations à pH =7.0, le CA dont le pHpzc>7 aura leur surface chargée positivement (pHpzc>pH) tandis que dont le pHpzc<7 (pHpzc< pH) aura une surface chargée négativement.

PH > PKa la charge de paracétamol est négative.

PH < PKa la charge de paracétamol est positive.

Le groupe qui se caractérise par une PKa = 2.4 sa charge est négatif.

Le groupe qui se caractérise par une PKa = 7.4 sa charge est positif.

Le groupe qui se caractérise par une PKa = 9 sa charge est positif.

IV.4.2. Effet de pH :

L'effet de pH initial des solutions sur l'adsorption a été étudié dans l'intervalle de 3-9.

Les résultats illustres dans la figure IV.7

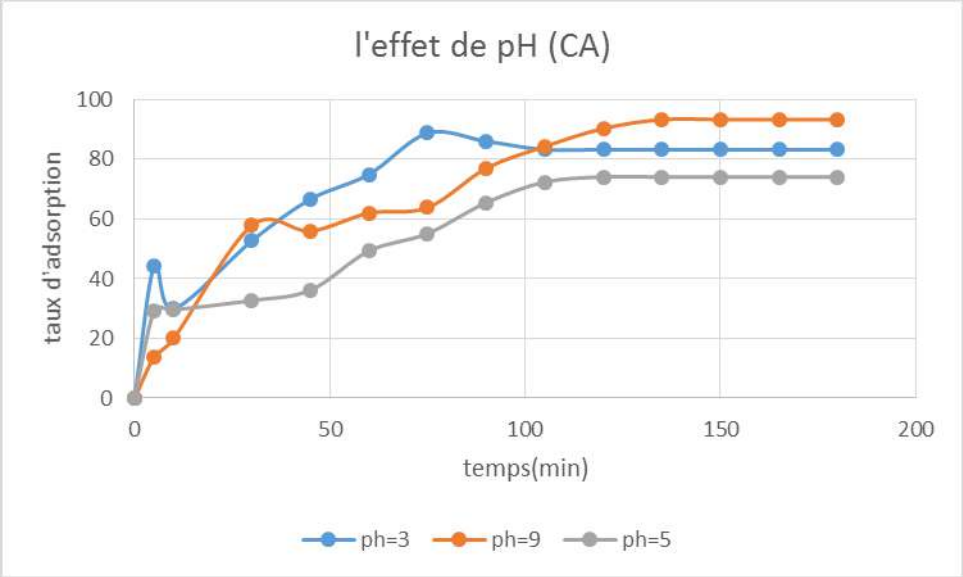


Figure IV.7 : L'effet de pH (CA) sur l'adsorption de paracétamol

L'effet du changement de pH sur la quantité adsorbé a été étudié en changeant le pH de 3 à 9 des données et graphiques obtenus.

Nous observons une augmentation significative de taux d'adsorption dans la gamme de temps de contacte.

La raison du choix de ces valeurs de pH pour étudier leur effet était que l'adsorption de paracétamol était la plus élevée lorsqu'on augmentait le pH d'environ deux degrés. Le pH optimal a été estimé à 9.

IV.4.3. Effet de la concentration initial de paracétamol sur le taux d'adsorption :

La figure suivante représente l'évolution du taux d'adsorption de paracétamol en fonction de la concentration

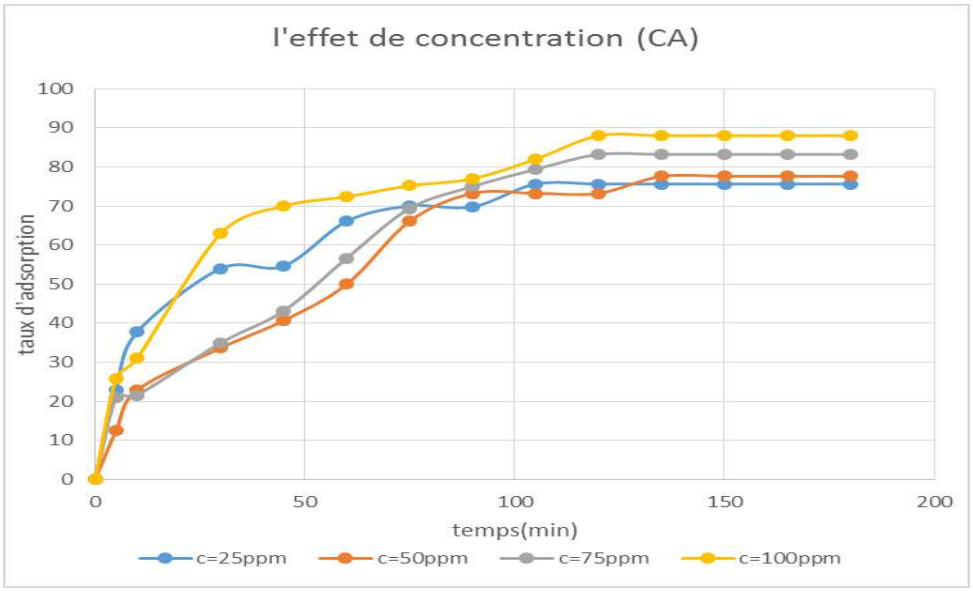


Figure IV.8 : L'effet de concentration initial de paracétamol sur le taux d'adsorption (cas de adsorbant CA)

Les résultats indiquent que la concentration initiale est un facteur qui affecte l'activité d'adsorption. Plus la concentration initiale de la solution est forte, plus l'adsorption va être importante. A faible concentration la surface du CA n'est pas complètement saturée par les molécules d'antibiotique, généralement dans le phénomène d'adsorption le rondement augmente avec l'augmentation de la concentration de l'adsorbat. Cette augmentation peut être expliquée par la saturation des sites actifs de l'adsorbant à un certain seuil de concentration de l'adsorbat.

IV.4.4. L'effet de masse de charbon actif (CA) :

La figure suivante représente l'évolution du taux d'adsorption du paracétamol avec l'augmentation de la masse de charbon actif

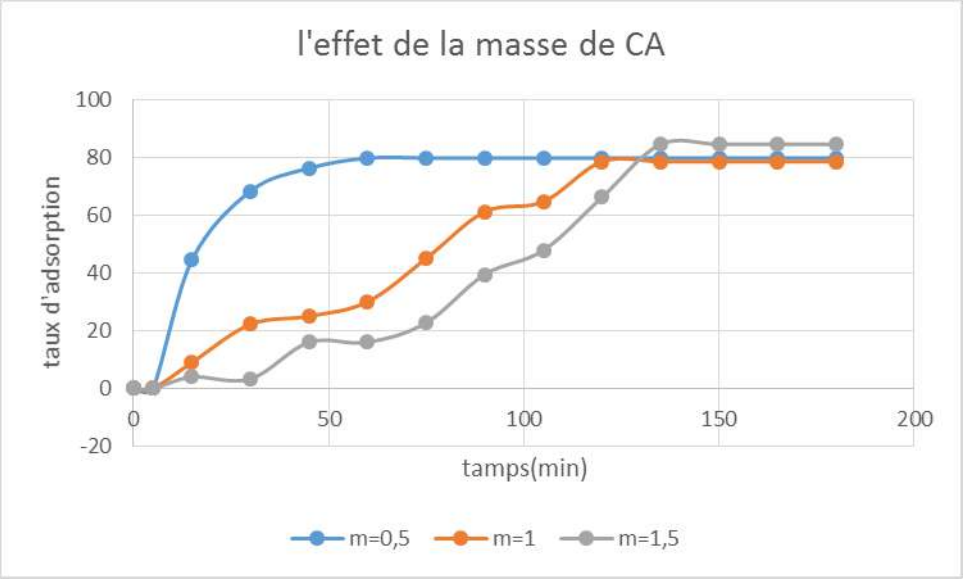


Figure IV.9 : L'effet de la masse de CA sur l'adsorption de paracétamol

L'étude de l'effet de la masse du charbon actif sur le processus d'adsorption montre qu'une masse de 1.5g du charbon actif préparé est suffissant pour éliminer 84.44% de polluant étudie. L'augmentation de la masse du charbon actif conduit à l'augmentation du taux d'adsorption de paracétamol. Ce phénomène s'explique par l'augmentation de nombre de sites actifs intervenant dans le phénomène d'adsorption avec l'augmentation de la masse de charbon actif mise en contact avec la même quantité d'adsorbat.

IV.5. Modélisation de la cinétique sur l'adsorption du paracétamol sur le CA et la Bio. :

La modélisation de la cinétique d'adsorption de paracetamol sur le CA et la Biomasse est faite à l'aide des modèles cinétiques de la réaction de surface. Les modèles cinétiques couramment utilisés pour la réaction de surface sont ceux de pseudo-ordre 1 et de pseudo-ordre 2.

IV.5.1.Le modèle de pseudo-premier ordre :

L'expression est donnée par Lagergren:

La linéarisation de l'équation précédente donne:

$$\ln(q_e - q_t) = \ln q_e - k_1.t$$

On trace ln (qe-qt) = f(t), on obtient une droite qui donne k1 et qe.

Ce modèle permet de décrire les phénomènes ayant lieu lors des premières minutes du processus d'adsorption .

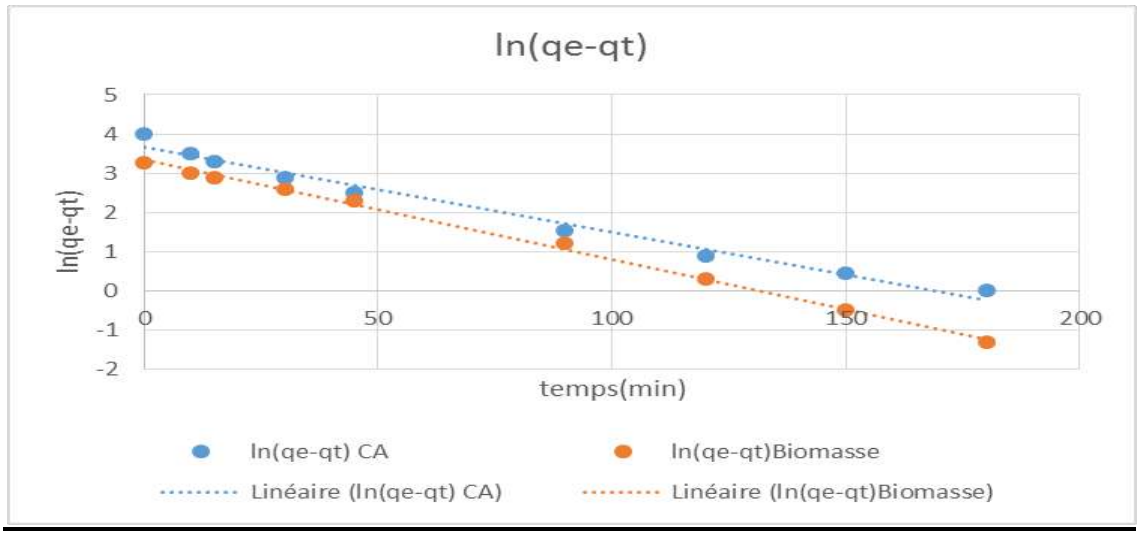


Figure IV.10 : représente la modélisation de la cinétique sur l'adsorption du paracétamol sur le CA et Bio. Le modèle de pseudo-premier ordre.

Ce modèle permet de décrire les phénomènes ayant lieu lors des premières minutes du processus d'adsorption

IV.5.2.Le modèle pseudo-second ordre :

Le modèle pseudo-second-ordre (PSO) est donné par l'expression suivante:

$$1/q_t = 1/K_2.q_{e2} + (1/q_e).t$$

On trace t/qt = f(t), on obtient une droite qui donne k2 et qe

Contrairement au modèle de premier ordre, le modèle de pseudo second ordre est applicable à un intervalle de temps plus large (généralement l'ensemble du processus d'adsorption).

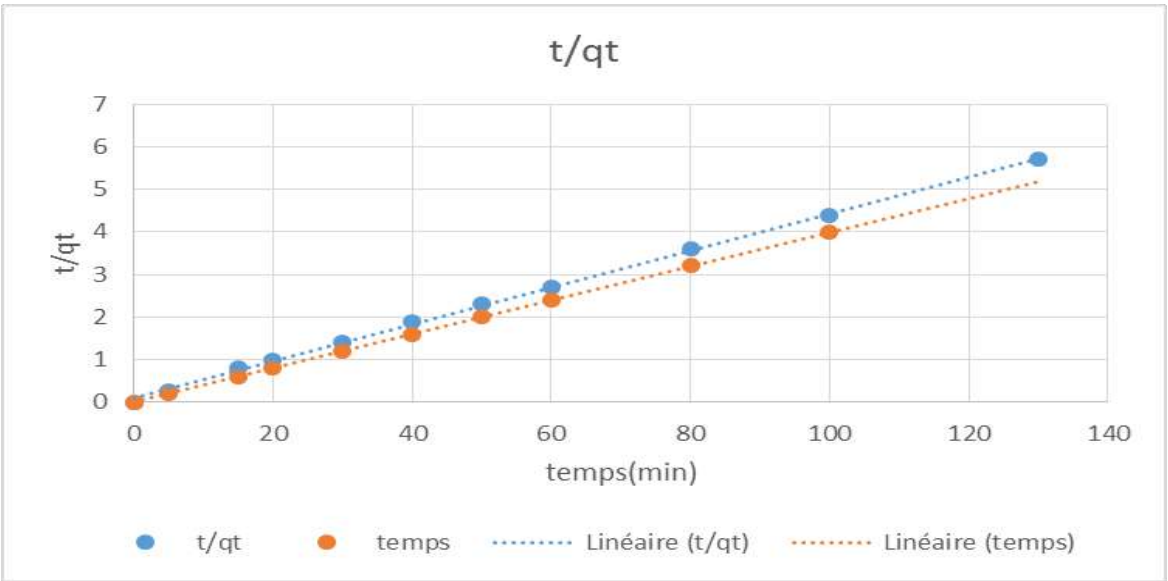


Figure IV.11 : représente la modélisation de la cinétique sur l'adsorption du paracétamol sur le CA et la Bio. Le modèle pseudo-second ordre.

Contrairement au modèle de premier ordre, le modèle de pseudo second ordre est applicable à un intervalle de temps plus large (généralement l'ensemble du processus d'adsorption) **.**

Les paramètres cinétiques de la réaction de surface de pseudo-ordre 1 et pseudo-ordre 2 sont donnés dans le Tableau IV.2.

Tableau IV.2 : représente les paramètres des modèles cinétique et quantitiés d'adsorption maximales sur le CA et la Bio

Modèle	Paramètre	CA	Biomasse
Pseudo 1ere ordre	R^2 K_1(min-1) $Q_{e.cal}$(mg/g) $Q_{e.exp}$(mg/g)	0.932 0.0345 0.831 9.45	0.874 0.0687 0.702 7.02
Pseudo 2eme ordre	R^2 K_1(min-1) $Q_{e.cal}$(mg/g) $Q_{e.exp}$(mg/g)	0.999 0.0067 85.32 82.94	0.992 0.0054 75.641 73.651

D'après notre étude on peut dire que le Pseudo-Second Ordre est le meilleur modèle pour étudier la cinétique d'adsorption du paracétamol sur le charbon actif.

Pseudo-Second Ordre est le meilleur modèle pour étudier la cinétique d'adsorption du paracétamol sur le charbon actif.
Parce que ce modèle dépend d'une plus longue période de temps qui entraîne une adsorption proche ou complète de l'élément absorbant.

Et expérimentalement à partir de la courbe et les paramètres obtenues dans le tableau, il existe une corrélation entre la quantité d'adsorbant et les périodes de temps .

IV.6.Modélisation des isothermes:

Les paramètres obtenus à partir de la modélisation des isothermes fournissent des informations importantes sur le mécanisme d'adsorption, les propriétés de surface et les affinités adsorbant-adsorbat.

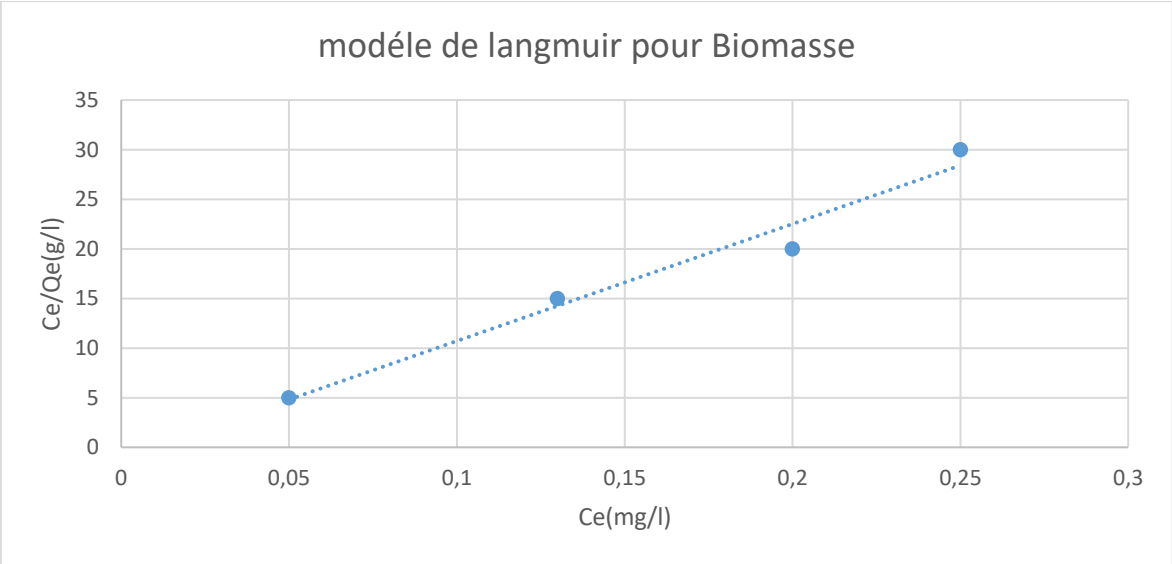
Les deux modèles les plus couramment employés sont les modèles de Langmuir et Freundlich .

IV.6.1.Modèle de Langmuir :

Le modèle de Langmuir a été utilisé sous sa forme linéaire donnée par l'équation ci-dessous :

$$\frac{1}{Q_e} = \frac{1}{Q_m} + \frac{1}{Q_m K_L} \cdot \frac{1}{C_e}$$

Avec : Qe: quantité du soluté fixée par unité de masse de l'adsorbant (capacité apparente d'adsorption) ; Qm : quantité maximale du soluté fixée par unité de masse d'adsorbant. En portant 1/Qe en fonction de 1/Ce , cette équation permet de calculer les paramètres Qm et KL, à partir de l'ordonnée à l'origine et de la pente, respectivement.



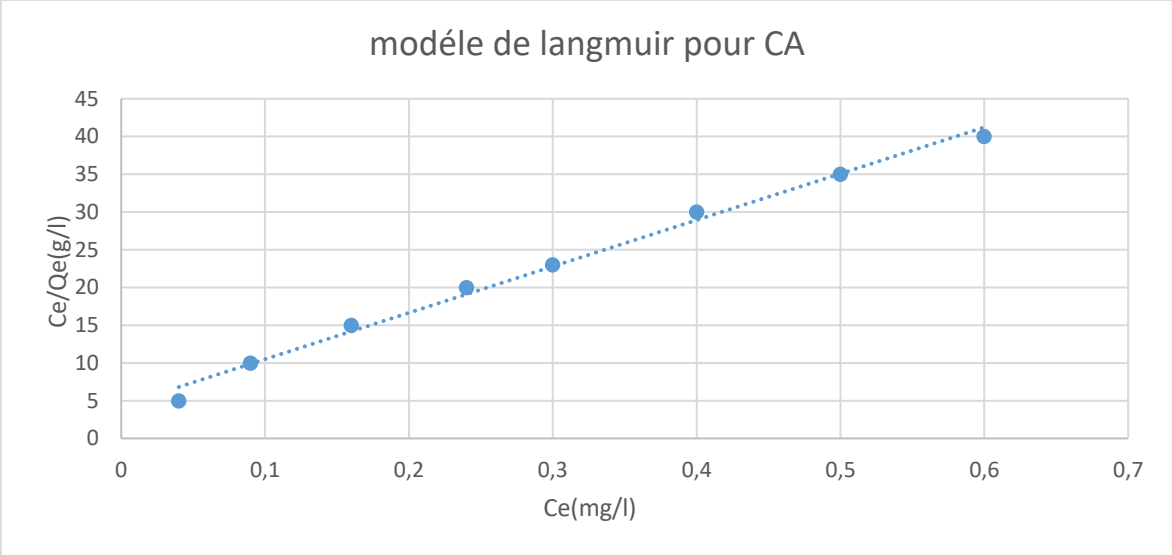


Figure IV.12 : représente le modèle de Langmuir des isothermes d'adsorption du paracétamol

La linéarisation des isothermes d'adsorption du paracétamol parle CA et le Bio est satisfaisant avec de bons coefficients de corrélation.

IV.6.2.Modèle de Freundlich :

L'équation linéaire de Freundlich a été utilisée:

$$\log Q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e$$

*Q*e et *C*e sont les concentrations du soluté dans le complexe solide et en solution, respectivement ; *K*F constante de Freundlich, une constante qui est relative à la capacité

d'adsorption ; c'est donc la capacité d'adsorption lorsque la concentration à l'équilibre est unitaire.

La représentation graphique de la variation de Lnq_e en fonction de LnC conduit à des droites de régressions à partir desquelles les valeurs théoriques 1/n et K_1 sont calculées.

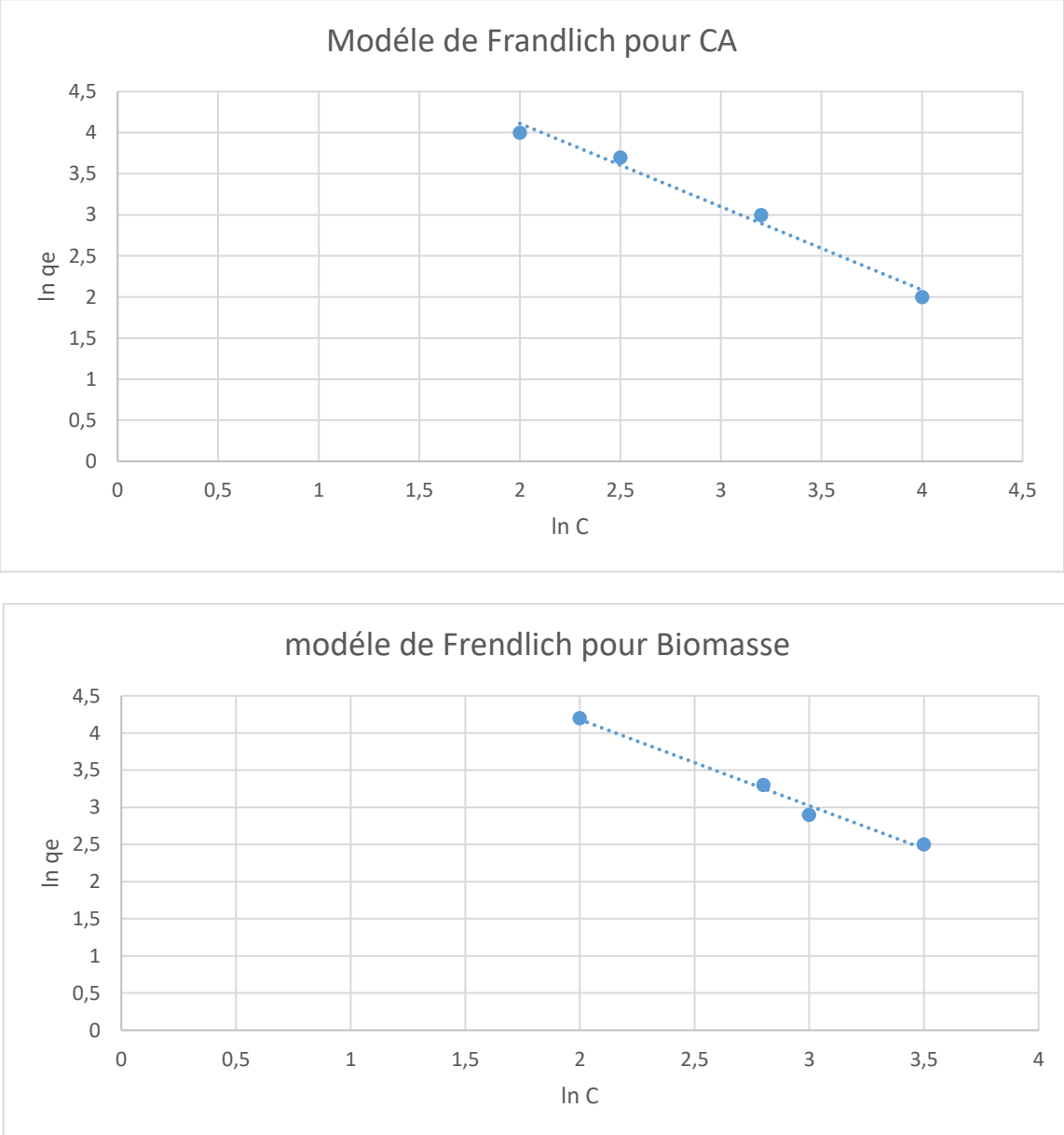


Figure IV.13 : Modèle de Freundlich des isothermes d'adsorption du paracétamol

Les paramètres de Langmuir et Freundlich calculés sont consignés dans le Tableau IV.3

Tableau IV.3 : Constantes des modèles de Freundlich et Langmuir

Modèle	paramètre	CA	Biomasse
Langmuir	q_{max}(mg/g) b (l/mg) R^2	0.1023 3.2362 0.9987	38.36 0.2548 0.9234
Freundlich	K_1(min-1) 1/n R^2	11.62 0.1584 0.9723	14.32 0.4750 0.9135

Notons que de ajustement des données expérimentales avec les isothermes de Langmuir et Freundlich par la figure IV.12 et IV.13.

Langmuir est le meilleur modèle pour étudier l'isotherme d'adsorption du paracétamol sur le charbon actif. C'est parce que ce modèle est très utile pour l'adsorption mono-moléculaire d'adsorbant. Et ce en se basant sur le coefficient de détermination très élevé (99 %) pour le CA et (92%) pour la Bio.

Les références de chapitre IV :

[1]:T.Yang et A.C.Lua, « Characteristics of activated carbons prepared from pistachio-nut shells by physical activation», 267, p: 408–417, 2003

[2] : Abdel-Nasser, A. El-Hendawy, «Variation in the FTIR spectra of a biomass under impregnation, carbonization and oxidation conditions», journal of analytical and applied pyrolysis, 75, p:159–166, 2006

[3] :R.M.Silverstein, G.C.Bassler, T.C.Morrill, « Identification spectrométrique de composés organiques», livre, édition de Bouek. , 1991

[4] : John Lynch, analyses physico chimiques des catalyseurs industriels : manuel pratique decaratérisation, Edition TECHNIP, page 246, 2001

Conclusion générale

Conclusion générale :

D’après les études réalisées en laboratoire sur la biomasse et sur le charbon actif, nous avons constaté que le charbon actif est plus efficace que la biomasse

La méthodologie d’optimisation du taux d’adsorption par une étude paramétrique basée notamment sur la variation : du pH, la concentration initiale de Biomasse ou de charbon actif ET la concentration initiale de paracétamol (TYL).

Les résultats de biomasse ont révélé que :

- pH : le taux d'adsorption augmente avec l'augmentation du pH, (93.37% pour pH=9).
- Concentration initiale de la biomasse : pour une grande valeur de concentration, le taux d'adsorption aux maxima.
- Concentration initiale de paracétamol : le taux d'adsorption est augmenté en augmentant la masse à 100ppm.

Les résultats de biomasse ont révélé que

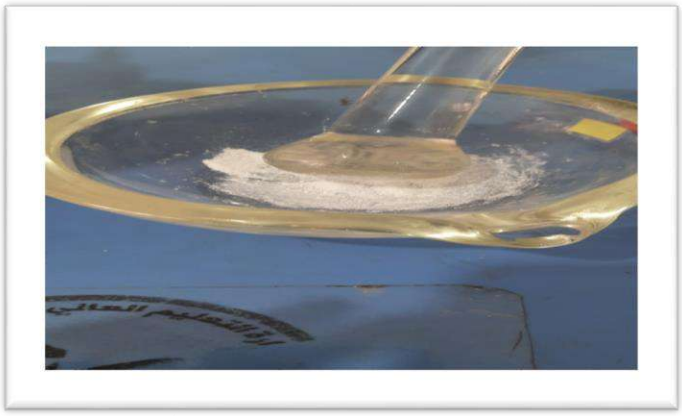
- pH : L'adsorption augmente avec l'augmentation du ph
- Concentration initiale de la biomasse : pour 100ppm le taux d'adsorption est le millième 98.85%.
- Concentration initiale de paracétamol : à m=1.5 g le taux d’adsorption est 84.44%.

La modélisation du cinétique d’adsorption et par les isothermes ont montré que :

- Le modèle pseudo-second ordre était le meilleur modèle pour interpréter la cinétique d’adsorption
- L'isotherme était bien interpréter par le de Langmuir.

Enfin, on peut conclure que le charbon actif d'origine de noyau de jujube est une substance efficace dans l'adsorption du paracétamol dissous dans des solutions aqueuses et peut être utilisé dans le domaine de la traitement des eaux par les polluants pharmaceutiques.

Annex :



La mortie



Le ramquen d’orgueil



Le spectrophotomètre



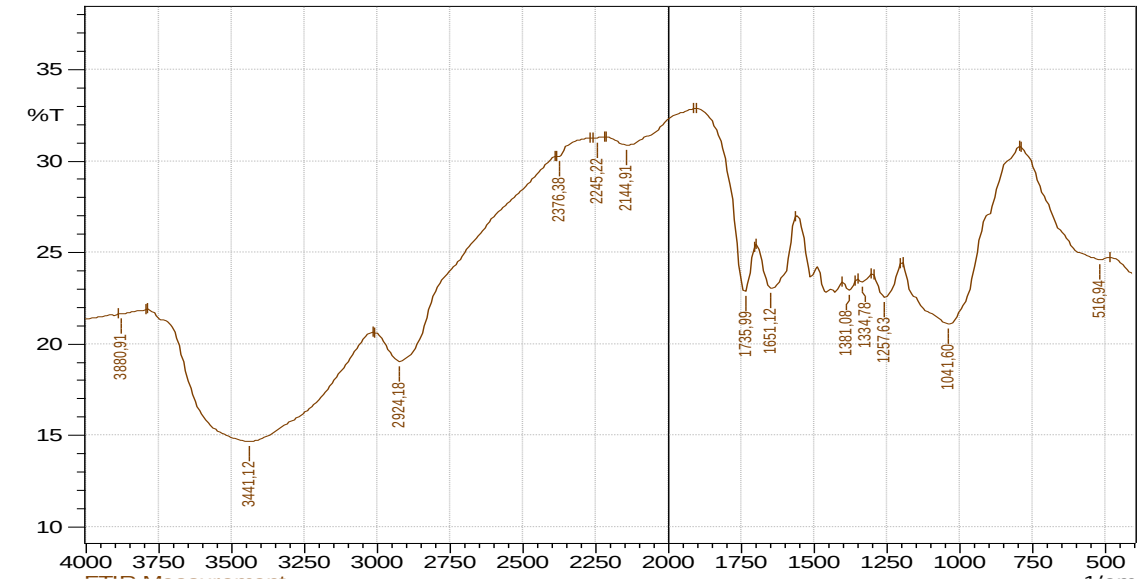
Tamiseuse

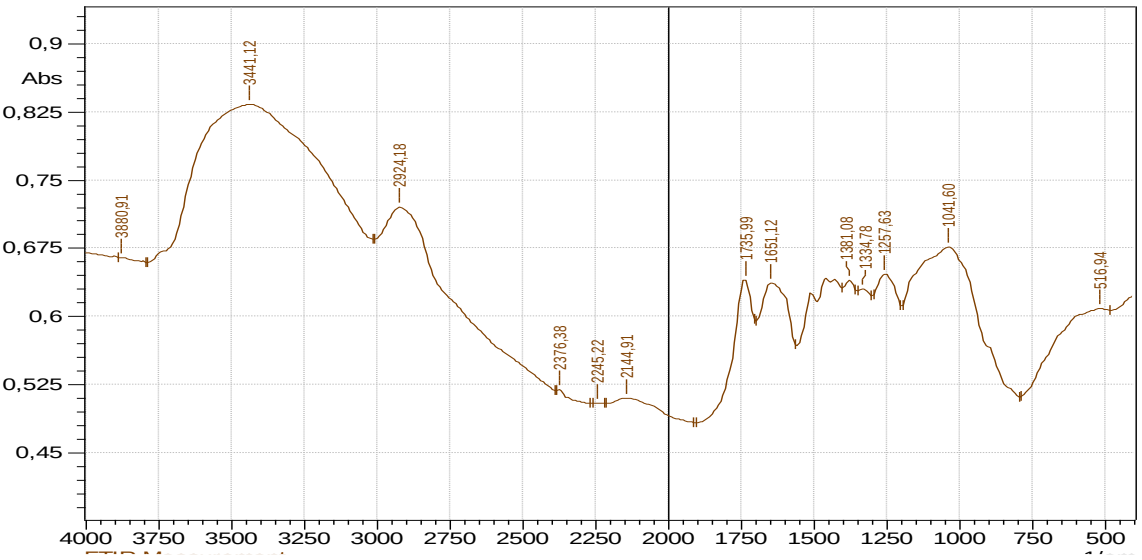


La balance

Les graphes de l'IR:

Biomasse (graphe 01 TRANS / graphe 02 abs)





Calciné (graphe 01 TRANS / graphe 02 abs)

