



Université Mohamed Khider de Biskra
Faculté des sciences et de la technologie
Département de chimie industrielle

UNIVERSITÉ
DE BISKRA

MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie chimique

Réf. : Entrez la référence du document

Présenté et soutenu par :

Ghanemi Bouthena

Le : 02/06 /2025

Développement d'un composite MgO-biochar par synthèse verte pour la dégradation des polluants organiques

Jury :

Dr	Nouioua Asma	MCA	Université de Biskra	Président
Dr	Digheche Kelthoum	MCA	Université de Biskra	Examinateur
Dr	Rehali Hanane	MCA	Université de Biskra	Encadrant

Remerciement

Je remercie le **Dieu** pour son aide et son soutien. C'est grâce à Lui que j'ai pu trouver la force et la patience nécessaires pour mener à bien ce travail.

Je tiens à remercier **Dr Rehali Hanane**, mon encadrante, pour son suivi et ses conseils tout au long de ce travail. Je lui suis reconnaissante pour sa disponibilité et sa compréhension.

Je remercie également **Dr Charif Majda**, encadrante assistante, pour son aide et sa présence durant mon parcours. Elle a toujours su répondre à mes questions et m'orienter quand j'en avais besoin.

Je remercie **Dr Nouioua Asma** de l'Université Mohamed Khider Biskra pour l'honneur qu'elle m'a fait en acceptant de présider le jury de soutenance et pour l'attention qu'elle a portée à ce travail.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à **Dr Digheche Kelhoum** de l'Université Mohamed Khider Biskra, pour avoir accepté de discuter ce travail.

Ma reconnaissance va aussi à l'ensemble des enseignants du département de chimie industrielle, pour la qualité de l'enseignement dispensé, leur accompagnement et leur engagement tout au long de ma formation.

Enfin, j'adresse mes plus sincères remerciements à madame **Radhia Naili**, responsable du laboratoire, pour les moyens mis à disposition et les facilités offertes durant la phase expérimentale de ce travail.

Toute ma gratitude à toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de ce mémoire.

Dédicaces

*Je dédie ce travail à mes **chers parents**, véritables symboles de force et de dévouement, et à leur courage qui m'a soutenu(e) à chaque étape. Ensuite, à mes frères et sœurs bien-aimés, pour leur amour et leur soutien inestimables tout au long de mon parcours.*

À mes neveux et nièces, ces fleurs qui illuminent notre famille par leurs sourires innocents et leur présence réconfortante.

À chaque membre de ma famille, chacun portant un prénom cher à mon cœur.

À tous mes amis fidèles.

*Et surtout, à la bougie de ma vie : **ma chère maman***

GhanemiBouthena

Sommaire

Sommaire

Remerciement.....	i
Dédicaces.....	ii
Sommaire.....	iv
Liste des figure	viii
Listes des tableaux	xii
Liste des Abréviations	xiii
Résumé	xv
Introduction générale.....	1
CHAPITRE.I : Partie théorique	4
I.1.Introduction.....	5
I.2.Pollution de l'eau	5
I.2.1.Modes de transfert des polluants	6
I.2.1.1.Pollution ponctuelle	6
I.2.1.2.Pollutiondiffuse	6
I.2.1.3. Pollution temporaire	7
I.2.2. principales sources de pollution d'eau.....	7
I.2.2.1. pollution domestique	7
I.2.2.2. pollution industrielle	8
I.2.2.3. pollution agricole.....	8
I.2.2.4. pollution due aux transports maritimes	8
I.2.3.Types de pollution de l'eau, leurs sources et leurs effets	8
I.2.3.1. Pollution micro-biologique.....	8
I.2.3.2. Pollution chimique.....	8
I.2.3.3. Pollution par les déchets aquatiques.....	8
I.3.colorants	10
I.3.1.Historique des colorants	10

sommaire

I.3.2.Classification des colorants	11
I.3.2.1.classifications des colorants comprennent	11
I.3.2.2.Classification chimique des colorants	12
I.3.2.3.Classification tinctoriale	16
I.3.3.Rhodamine-B	17
I.3.3.1.Définition de Rhodamine-B	17
I.3.3.2.Propriétés physico-chimiques.....	18
I.3.4.Impacts environnementaux des colorants.....	19
I.4.Méthodes de traitement de l'eau	19
I.4.1. Procédés d'oxydation avancée	20
I.5. photocatalyse.....	21
I.5.1.Mécanisme	21
I.6. méthode de synthèse verte	23
I.6.1. Définition de la méthode de synthèse verte.....	23
I.6.2. Principes des méthodes de synthèse verte	23
I.6.3. Exemples d'applications dans le domaine de la purification de l'eau	23
I.7. biochar.....	23
I.7.1.Production de biochar	24
I.7.2.Applicationset avantages du biochar dans le traitement des polluants	25
I.8. L'oxyde de magnésium (MgO)	26
I.8.1. Définition du MgO	26
I.8.2. Propriétés fondamentales du MgO	27
Figure.I.17 :MgO Sous forme de poudre[44].	28
I.8.3.Méthode traditionnelle de préparation du MgO	28
I.8.4.Propriétésphotocatalytiques du MgO et leur utilisation dans le traitement des polluants	29
I.8.5.Applications récentes du MgO dans les procédés de purification de l'eau :	30
I.9.Composite Biochar-MgO.....	30

sommaire

I.9.1.Définition et fabrication du composite Biochar-MgO	30
I.9.2.propriétés physique et chimique du MgO-Biochar	31
I.9.3Fabrication du composite Biochar-Mg	32
I.9.4. Applications potentielles de ce compositedans la dégradation de polluants par photocatalyse et sonophotocatalyse	33
I.10.Conclusion	34
CHAPITRE.II: Partie pratique	35
II.1.Introduction	36
II.2. Matériaux et Réactifs utilisés dans la synthèse de V-MgO, FVC.....	36
II.3Méthodes expérimentales	38
II.3.1. Préparation de l'extrait de feuilles d'olivier.....	38
II.3.2. Synthèse du V-MgO.....	39
II.3.2.1. Extraction des composés actifs des feuilles d'olivier	39
II.3.2.2.Préparation de la solution de MgCl ₂	40
II.3.2.3.Précipitation du V-MgO.....	41
II.3.2.3. Séparation des précipités V-MgO par centrifugation	42
II.3.2.4.Séchage préliminaire en étuve de V-MgO.....	43
II.3.2.5.Calcinationde V-MgO	44
II.3.2.6. Broyage de V-MgO.....	45
II.3.3. Préparation du biochar (FVC)	46
II.3.3.1 Séchage.....	46
II.3.3.2 Broyage	46
II.3.3.3 Pyrolyse du Biochar(FVC).....	47
II.3.3.4 Refroidissement et broyage final	47
II.3.3.5 Activation du FVCà l'aide de Hcl.....	48
II.3.4. Procédé de combinaison du V-MgO/FVC	50
II.4. Techniques de caractérisation des précurseurs et des composites synthétisés	50
II.4.1. Analyse par diffraction des rayons X de V-MgO,V-MgO/FVC0.5, et V-MgO/FVC0.25	50

sommaire

II.4.2. Analyse par spectroscopie Infrarouge trois des composites	51
II.4 Etude de la dégradation Photocatalytique de la Rhodamine-B	52
II.4.1. Protocole expérimentale	52
II.4.2. Courbe d'étalonnage.....	54
II.4.3.Cinétique.....	55
II.5. Conclusion	55
CHAPITRE	56
.III : Résultats et discussions.....	56
III.1. Introduction	57
III.2. Caractérisation des composites V-MgO, V-MgO/FVC25 et V- MgO/FVC50.....	57
III.2.2. Analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR) de V-MgO, V- MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50.....	59
III.3. Tests de dégradation photocatalytique de V-MgO, et les composites V- MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50	60
III.4.Cinétique de dégradation photocatalytique	61
III.4.1. Cinétique par ajustement non-linéaire de modèle pseudo-premier ordre	63
III.5. Mécanisme proposé de la photocatalyse	66
III.6. Conclusion.....	67
Conclusion générale	68
Références	71

Liste des figures

Liste des figures

Les figures	Titre des figures	Page
Figure .I.1	Pollution d'eau	6
Figure .I.2	Sources diffuses et ponctuelles de pollution des eaux de surface par les micropolluants	7
Figure .I. 3	Azoïques	12
Figure .I. 4	Anthraquinoniques	13
Figure .I. 5	Indigoïdes	13
Figure .I.6	Xanthènes	14
Figure .I.7	Nitrés et Nitrosés	14
Figure .I.8	Phtalocyanines	15
Figure .I.9	Triphénylméthanes	15
Figure .I.10	La rhodamine B	17
Figure .I.11	Schéma récapitulatif des procédés d'oxydation avancée	21
Figure .I.12	Schéma de principe de la photocatalyse	22
Figure .I.13	Le biochar	24
Figure .I.14	Processus de production de biochar du type de matière première à la génération de biochar	25
Figure .I.15	Schéma des multiples utilisations du biochar	26
Figure .I.16	Structure chimique Oxyde de magnésium MgO	27
Figure .I.17	MgO sous forme de poudre	28
Figure .I.18	Représentation schématique du mécanisme possible de décomposition d'un colorant par des échantillons de MgO	29
Figure .I.19	(a) l'oxyde de magnésium (MgO), (b) le biochar de balle de riz (BCR) et (c, d) le composite (MgO-BCR)	31
Figure .II.1	Lavage des Feuilles des oliviers	39
Figure .II.2	Extraction des composés actifs.	40
Figure .II.3	Préparation de la solution de MgCl ₂ .	41
Figure .II.4	Étapes de Précipitation du V-MgO	42
Figure .II.5	Procédé de séparation du V-MgO de l'eau à l'aide d'une centrifugeuse	43
Figure .II.6	Séchage de V-MgO synthétisé à 100°C	44

Liste des figures

Figure .II.7	L'étuve	44
Figure .II.8	l'échantillon	44
Figure .II.9	Four thermique	44
Figure .II.10	MgO apres calcination	45
Figure .II.11	V-MgOpoudre finale	45
Figure .II.12	Feuilles d'olivier sèches	46
Figure .II.13	Feuilles d'olivier en poudre	46
Figure .II.14	l'échantillon de feuilles d'olivier en poudre	47
Figure .II.15	four thermique	47
Figure .II.16	Broyage au FVC	47
Figure .II.17	Activation du FVC	48
Figure .II.18	Filtration et lavage de FVC	49
Figure .II.19	Séchage, et broyage de FVC	49
Figure .II.20	Les trois composites V-MgO,V-MgO/FVC0.5, et V-MgO/FVC0.25	50
Figure .II.21	Diffractomètre à rayons X	51
Figure .II.22	L'instrument deFT-IR	52
Figure .II.23	Masse de 0,1 g de chacun des composés	52
Figure .II.24	les échantillons ont été exposés à la lumière solaire naturelle.	53
Figure .II.25	Filtre a seringue de 0.22µm.	53
Figure .II.26	le spectre d'absorption de la solution de colorant RhB	54
Figure.III.1	Diffraction des rayons X (DRX) de V-MgO, V-MgO@FVC25 et V-MgO@FVC50	58
Figure.III.2	Spectres infrarouges de V-MgO, V-MgO@FVC25 et V-MgO@FVC50	60
Figure.III.3	Les spectres UV-Visible de la dégradation photocatalytique de RhB sur V-MgO, V-MgO@FVC25, et V-MgO@FVC50	61
Figure.III.4	L'effet du temps de contact (120 min) sur la dégradation de RhB par V-MgO, V-MgO@FVC25, et V-MgO@FVC50	63
Figure.III.5	La cinétique par ajustement linéaire et non-linéaire de modèle pseudo-premier ordre pour les catalyseurs	65

Listes des tableaux

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableaux	Titre des tableaux	Page
Table .I.1	Types de polluants de l'eau, leurs sources et leurs effets	9
Table .I.2	Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité croissante	11
Table .I.3	Classification tinctoriale des colorants	16
Table .I.4	Propriétés physico-chimiques	18
Table .I.5	Comparaison des procédés classiques de traitement des eaux	19
Table .I.6	Propriétés de MgO	27
Table .I.7	Les propriétés du MgO-Biochar	31
Table .II.1	Les réactifs chimiques, les matières premières et les équipements utilisés	36
Table.III.1	Les valeurs de K.	65

Liste des Abréviations

Liste des Abréviations

Abréviation	Définition
FVC	Le biochar préparer par les feuilles des oliviers
V-MgO /FVC	L'abréviation de notre composite(MgO-biochar)
V-MgO	L'oxyde de magnésium préparer par la méthode de synthèse verte
Rh-B	Rhodamine-B
(MgO NPs)	Nanoparticules d'oxyde de magnésium
MB	L'oxyde métallique
POA	Les procédés d'oxydation avancée
ROS	Espèces réactives de l'oxygène
FTIR	La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
DRX	Diffraction des rayons X

Résumé

Résumé

Dans le cadre de cette étude, l'efficacité photocatalytique du composite a été évaluée pour la dégradation de la Rhodamine-B qui figure parmi les colorants les plus résistants et persistants dans l'environnement sous irradiation solaire. Des composites V-MgO(1-x)/FVC_(X), avec x variant de 25 % à 50 % en poids, ont été préparés dans le but d'évaluer l'influence de la proportion de biochar sur l'activité photocatalytique de V-MgO.

Le composé MgO/FVC50 a démontré une efficacité optimale et présente un taux de dégradation de 95,9 % en 120 minutes d'exposition à la lumière solaire, ce qui atteste de son haut potentiel photocatalytique. La cinétique de dégradation a été analysée selon le modèle du pseudo-second-ordre.

Cette performance est attribuée à la combinaison de la vaste surface active du biocharbon et de l'activité photocatalytique du MgO, formant ainsi un système synergetique. Cette approche a permis de réduire la bande interdite et d'optimiser l'absorption dans le domaine du visible.

Ces résultats permettent de confirmer que le composé MgO/FVC50 constitue une alternative efficace, durable et peu coûteuse pour le traitement des eaux polluées par les colorants organiques.

Mots clés: Synthèse verte, Photocatalyse, Feuilles d'olivier (FVC), Composite V-MgO(1-x)/FVC_(X), Rhodamine b (RhB).

Résumé

Abstract :

In this study, the photocatalytic efficiency of the composite was evaluated for the degradation of Rhodamine B (RhB), one of the most persistent and resistant dyes in the environment, under solar irradiation. Composites of V-MgO(1-x)/FVC_(x), with x ranging from 25% to 50% by weight, were prepared to assess the influence of the biochar proportion on the photocatalytic activity of V-MgO.

The MgO/FVC50 composite demonstrated optimal efficiency, achieving a degradation rate of 95.9% within 120 minutes of solar light exposure, confirming its high photocatalytic potential. The degradation kinetics were well described by the pseudo-second-order model.

This performance is attributed to the synergy between the large active surface area of the biochar and the photocatalytic activity of MgO, resulting in a reduced band gap and enhanced absorption in the visible range.

These findings confirm that the MgO/FVC50 composite represents an efficient, sustainable, and low-cost alternative for the treatment of water polluted with organic dyes.

Keywords: Green synthesis, Photocatalysis, Olive leaves (FVC),V-MgO(1-x)/FVC_(x), composite, Rhodamine B (RhB).

Introduction générale

Introduction générale

La pollution de l'eau est l'un des phénomènes les plus dangereux qui menacent l'environnement et la vie humaine et animale, en particulier avec l'augmentation de l'activité industrielle et l'introduction de déchets sans traitement dans les milieux aquatiques, en plus desquels se trouvent les colorants industriels, qui sont difficiles à décomposer de manière traditionnelle, et parmi ces colorants, la teinture rhodamine B est parmi les colorants les plus importants utilisés dans l'industrie textile et en raison de sa nature chimique toxique et de ses effets dangereux même à de petites concentrations, ce qui appelle à la recherche de solutions efficaces et sûres pour les éliminer.

Face aux limites des techniques de traitement classiques, les chercheurs se sont tournés vers des solutions plus efficaces, comme les procédés d'oxydation avancée (POA). Parmi ceux-ci, la photocatalyse est une méthode prometteuse, utilisant l'énergie lumineuse (notamment la lumière solaire) pour activer des catalyseurs capables de générer des espèces oxydantes puissantes, capables de dégrader les polluants organiques complexes.

Dans ce travail, ces matériaux ont été produits via une synthèse verte, reposant sur l'utilisation de feuilles d'olivier séchées collectées à El-Hadjeb – Wilaya de Biskra (Algérie) comme ressource végétale locale. Le biochar a été obtenu par carbonisation, tandis que le MgO a été préparé par une synthèse verte combinée à la méthode Sol-Gel, avant d'être incorporé dans un composite hybride. Ce dernier a été testé comme photocatalyseur dans l'élimination du Rhodamine B en solution aqueuse sous irradiation solaire naturelle, en étudiant l'effet de divers paramètres opératoires sur l'efficacité du traitement.

Ce mémoire est structuré en introduction générale et trois chapitres principaux :

- **Le Chapitre I** présente le cadre théorique de l'étude. Il aborde la problématique de la pollution de l'eau, ses origines, ses formes et ses conséquences, avec un focus sur les colorants synthétiques (définition, classification, impacts). Il propose ensuite une revue des méthodes classiques de traitement des eaux, avant de s'attarder sur les procédés d'oxydation avancée, en particulier la photocatalyse. Le concept de synthèse verte est également développé, ainsi que les propriétés et applications du biochar et du MgO dans ce contexte.
- **Le Chapitre II** est consacré à la partie expérimentale. Il décrit les matériaux et équipements utilisés, les protocoles de préparation du biochar et du MgO, la

Introduction générale

synthèse du composite hybride, ainsi que les conditions opératoires de l’expérience de dégradation de la Rhodamine B.

- **SLe Chapitre III** présente et discute les résultats obtenus. L’efficacité du composite Biochar/MgO dans la dégradation du colorant est évaluée en fonction des différents paramètres étudiés. Les mécanismes réactionnels sont analysés et les performances obtenues sont comparées à celles rapportées dans la littérature. Ce chapitre se conclut par des perspectives et recommandations pour de futurs travaux.

L’objectif de ce mémoire est de proposer une solution durable, économique et locale pour le traitement des eaux colorées, en valorisant des ressources naturelles végétales à travers une approche éco-responsable, contribuant ainsi à la préservation de l’environnement et aux objectifs du développement durable.

CHAPITRE.I

: Partie théorique

I.1.Introduction

Ce chapitre se penche sur divers éléments concernant la contamination de l'eau et les solutions novatrices pour le traitement des polluants, notamment les colorants comme la rhodamine B. Cette approche comprendra plusieurs étapes structurées. Dans un premier temps, nous allons traiter de la pollution de l'eau, un problème environnemental de grande importance, surtout en ce qui concerne la présence de teintures industrielles telles que la rhodamine B dans les eaux résiduaires. En second lieu, nous analyserons les colorants, notamment la rhodamine B, en tant que contaminants de l'eau. Nous porterons par la suite notre attention sur les méthodes d'oxydation avancée, en privilégiant la photocatalyse. Cette technologie, qui utilise des catalyseurs pour décomposer les polluants sous l'effet de la lumière, est l'une des méthodes les plus prometteuses pour traiter des contaminants. Quatrièmement, nous aborderons la méthode de synthèse verte pour la préparation des catalyseurs, en particulier ceux à base de magnésium (MgO). Cette approche innovante vise à produire des catalyseurs photo catalytiques tout en minimisant l'impact environnemental de leur fabrication, ce qui rend le processus plus durable.

Enfin, nous clôturerons par une analyse approfondie des avantages de l'intégration du biochar aux catalyseurs. En effet, le biochar, grâce à ses propriétés de sorption et d'activation de la lumière, améliore la réactivité des catalyseurs, ce qui accroît l'efficacité de la dégradation de la rhodamine B.

Cette approche nous permettra de mieux comprendre les défis associés à la pollution de l'eau et d'explorer des solutions innovantes, telles que la photocatalyse et la synthèse verte, pour y faire face de manière efficace et durable

I.2.Pollution de l'eau

Les activités anthropiques, ou activités humaines, peuvent avoir un impact significatif sur la qualité de l'eau et des milieux aquatiques. En effet, ces activités peuvent introduire diverses substances polluantes dans les écosystèmes aquatiques. Ces substances peuvent être rejetées directement dans les masses d'eau, comme dans le cas des pollutions ponctuelles, ou se disperser de manière diffuse sur l'ensemble du bassin versant. Cela peut entraîner une dégradation notable de la qualité de l'eau et des milieux aquatiques[1].



Figure.I.1 : Pollution d'eau [2].

I.2.1.Modes de transfert des polluants

La pollution est un enjeu majeur pour notre planète. Il s'agit de la dégradation d'un écosystème par la diffusion directe ou indirecte de substances chimiques, physiques ou biologiques. Ces polluants peuvent avoir des conséquences sur la santé humaine ou perturber le fonctionnement naturel des écosystèmes. L'activité humaine est la principale cause de cette pollution. Elle peut prendre diverses formes : ponctuelle, diffuse, temporaire ou chronique.

I.2.1.1.Pollution ponctuelle :

C'est une source petite et concentrée, causée par un gros déversement de produit dans l'eau à la suite d'un accident. Ce type de pollution est souvent accidentel ou chronique et facile à identifier.

I.2.1.2.Pollution diffuse:

Elle se produit lorsque de nombreux polluants se répandent dans le temps et l'espace. Cela affecte de grandes zones avec des concentrations plus faibles à la source. Identifier et mesurer les sources précises de cette pollution est très difficile, en raison des phénomènes complexes de transfert des polluants du sol vers l'eau (ruissellement, drainage et lessivage). Ces transferts dépendent des caractéristiques du produit (dose, paramètres physico-chimiques), du milieu (type de sol, activité microbienne) et du climat ainsi que de la période d'application.

I.2.1.3. Pollution temporaire :

Elle peut survenir en raison d'une émission exceptionnelle de substances polluantes à la suite d'un incident, comme une mauvaise manœuvre dans une usine ou un accident de la circulation[3].

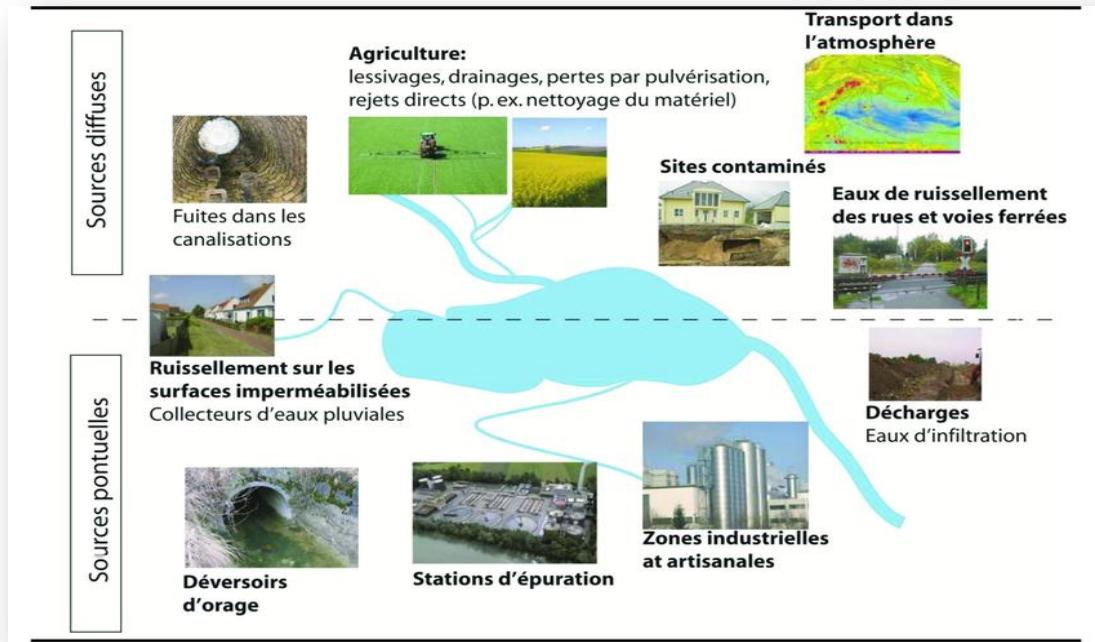


Figure I.2:Sources diffuses et ponctuelles de pollution des eaux de surface par les micropolluants[4].

I.2.2. principales sources de pollution d'eau

La pollution de l'eau est une des principales formes de pollution environnementale, tout comme la pollution de l'air. La qualité et la disponibilité de l'eau sont des enjeux cruciaux de notre époque. La pollution de l'eau peut être microbiologique (due aux bactéries, virus ou parasites) ou chimique. Ces pollutions proviennent de différentes sources :

I.2.2.1. pollution domestique :

Elle est liée aux rejets des eaux usées provenant de l'utilisation quotidienne de l'eau (toilettes, cuisine, douche) ou des produits ménagers contenant des polluants chimiques nocifs pour l'environnement.

I.2.2.2. pollution industrielle :

Les industries produisent des types variés de pollution selon leur secteur. Par exemple, les rejets de produits chimiques comme les hydrocarbures ou les PCB par les usines.

I.2.2.3. pollution agricole :

Les pesticides et engrains utilisés en agriculture causent une pollution chimique et, en cas d'utilisation massive d'engrais naturels, une pollution bactériologique. Ces substances peuvent pénétrer les sols et atteindre les eaux souterraines.

I.2.2.4. pollution due aux transports maritimes:

Le transport maritime peut causer des pollutions chimiques, souvent à cause de rejets d'hydrocarbures dans l'océan, que ce soit volontairement ou non. Les marées noires sont un exemple notable de ce type de pollution[5].

I.2.3.Types de pollution de l'eau, leurs sources et leurs effets

On peut classer la pollution de l'eau en trois catégories principales :

I.2.3.1. Pollution micro-biologique

Elle provient de bactéries, de parasites ou de virus.

I.2.3.2. Pollution chimique : Elle est causée par les rejets d'eaux usées contenant des produits d'entretien, des hydrocarbures et des métaux lourds.

I.2.3.3. Pollution par les déchets aquatiques: Il s'agit de tout matériau ou objet fabriqué par l'homme qui est directement ou indirectement jeté ou abandonné dans les milieux aquatiques[6].

Chapitre I : Partie théorique

Tableau.I.1 :Types de polluants de l'eau, leurs sources et leurs effets[7].

Polluant	Sources de polluants	Effets signification
1-Agents pathogènes	-Eaux usées humaines et animales déchets, ruissellement naturel et urbain des sols, déchets industriels	-Appauvrissement de l'oxygène dissous dans l'eau (odeur nauséabonde) effets sur la santé (épidémies de maladies d'origine hydrique)
2-Polluants organiques <ul style="list-style-type: none">• Huile et graisse• Pesticides et Les désherbants• Matière plastique• Détergents	-Déchets automobiles et de machines. Déversements de pétroliers, fuites de pétrole en mer Produits chimiques utilisés pour améliorer le rendement de l'agriculture Déchets industriels et ménagers	-Perturbation de la vie marine, dommages esthétiques Effets toxiques (nocifs pour la vie aquatique), défauts génétiques possibles et cancer ; tue les poissons Eutrophisation, esthétique
3-Polluants inorganiques Engrais (phosphates et nitrates) Acides et alcalis	-Ruisseaulement agricole Drainage minier, déchets industriels, ruissellement naturel et urbain Sources naturelles, extraction de l'uranium et le traitement .	-Prolifération d'algues et eutrophisation, les nitrates provoquent la méthémoglobénémie Tuent les organismes d'eau douce, impropre à la boisson, à l'irrigation et l'utilisation industrielle.
4-Matières radioactives	-les hôpitaux et laboratoires	-Cancer et anomalies génétiques

Chapitre I : Partie théorique

	de recherche utilisant Radio-isotopes	
5-Chaleur	-Eau de refroidissement pour les installations industrielles, nucléaires et thermiques	-Diminue la solubilité de l'oxygène dans l'eau, perturbe les écosystèmes aquatiques
6-Sédiments	-Érosion naturelle, ruissellement des terres agricoles et des chantiers de construction	-Affecte la qualité de l'eau et réduit la population de poissons

I.3.colorants :

I.3.1.Historique des colorants

Le colorant est une substance très colorée qui interagit avec son environnement et le colore par dissolution et dispersion. Depuis la préhistoire, les colorants naturels d'origine animale et végétale, ainsi que ceux extraits de minéraux comme l'ocre et l'hématite, ont été utilisés. Dans l'histoire ancienne, les Égyptiens ont synthétisé des colorants minéraux tels que le bleu d'Alexandrie et le bleu égyptien. Depuis le XVIIe siècle, le développement des colorants organiques synthétiques pour le textile a été reconnu. Parmi les colorants célèbres, on trouve : la mauvéine (1856), la magenta (1859), la chrysoïdine (1876), la phénothiazine (1883), les phtalocyanines (1928), le triazinyl (1954) et le diketopyrrolopyrrole (DPP) (1974). Nous distinguons les colorants naturels des synthétiques, qui sont utilisés dans divers domaines industriels tels que l'industrie agroalimentaire, le textile et les peintures. Plus de 100 000 colorants différents et 700 000 tonnes de colorants sont produits chaque année dans le monde, et 8 à 12 % des colorants non utilisés sont directement déversés dans les cours d'eau. Ces déversements colorés causent des problèmes écologiques et sont dangereux pour certains organismes en raison

Chapitre I : Partie théorique

de leurs effets toxiques et/ou cancérogènes. Par conséquent, le traitement de ces effluents est nécessaire pour la protection de l'environnement [8].

Tableau.I.2: Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité croissante[9].

Groupes chromophores	Groupes auxochromes
Azo (-N=N-)	Amino (-NH ₂)
Nitroso (-NO ou -N-OH)	Méthylamino (-NHCH ₃)
Carbonyl (=C=O)	Diméthylamino (-N(CH ₃) ₂)
Vinyl (-C=C-)	Hydroxyl (-HO)
Nitro (-NO₂ ou =NO-OH)	Alkoxy (-OR)
Sulfure (>C=S)	Groupes donneurs d'électrons

I.3.2. Classification des colorants :

La classification des colorants repose soit sur leur structure chimique, soit sur leurs méthodes d'application sur divers substrats tels que les fibres textiles, le papier, le cuir et les matières plastiques. La structure chimique repose principalement sur la nature du chromophore, qui contient des doubles liaisons conjuguées et des noyaux aromatiques ou pseudo-aromatiques. Les auxochromes, quant à eux, sont des groupes ionisables de type NH₂, OH, COOH, et SO₃H, qui déterminent la solubilité du colorant dans l'eau et la capacité à créer un lien avec le substrat [10].

I.3.2.1.classifications des colorants comprennent :

- a) **Colorants Artificiels** : Les colorants artificiels sont des composés complexes dérivés de l'aniline
- b) **Colorants acides** : Ils ont une affinité particulière pour les cytoplasmes et les substances fondamentales. Les structures ayant une affinité pour ces colorants sont qualifiées d'acidophiles.
- c) **Colorants basiques** : Ils se fixent préférentiellement sur la chromatine et les nucléoprotéïndu cytoplasme. Ces colorants sont dits nucléaires et les substances qui se teignent dans leurs solutions sont qualifiées de basophiles.
- d) **Colorants Naturels** : Les colorants naturels se trouvent dans la nature et peuvent être d'origine :

-**Végétale** : Exemples incluent l'hématoxyline, l'orcéine, et le safran.

-**Animale:** Exemple notable est le carmin[11].

I.3.2.2. Classification chimique des colorants

La classification des colorants selon leur structure chimique repose sur la nature du chromophore, ce qui permet de distinguer les principales familles suivantes : les colorants azoïques, anthraquinoniques, indigoïdes, polyméthiniques, du diphenylméthane et du triphényleméthane, les phtalocyanines, ainsi que les colorants nitrés et nitrosés.

a) colorants azoïques :

Les colorants azoïques sont les plus importants, représentant plus de 50 % de la production mondiale de matières colorantes. Ils sont basés sur le squelette de l'azobenzène ($-N=N-$). Ces colorants peuvent avoir plusieurs groupes azo dans une même molécule (disazoïques, trisazoïques, etc.). L'ajout de substituants donneurs ou accepteurs d'électrons sur les cycles aromatiques augmente le phénomène de résonance, influençant ainsi la couleur et les propriétés de teinture. Les **pyrazolones** ou dérivés **acétoacétyles** produisent des **jaunes**, les **naphthols** simples donnent des **teintes orangées et rouges**, et les **aminonaphthols** génèrent des **bleus, bruns et noirs**. Les nuances vertes sont plus difficiles à obtenir à cause du déplacement bathochrome qui réduit la pureté des couleurs. La méthode courante pour préparer les colorants azoïques inclut la **diazotation** d'une amine primaire aromatique et la **copulation** du sel de diazonium avec un phénol ou une amine[10].

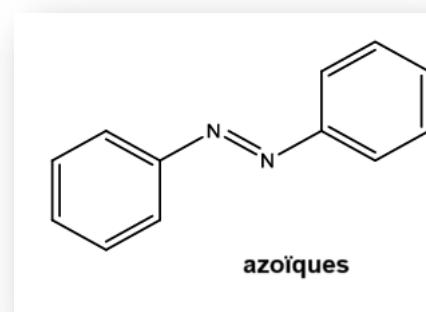


Figure.I.3 :Azoïques[12].

b) colorants anthraquinoniques:

Chapitre I : Partie théorique

Les colorants anthraquinoniques sont, après les colorants azoïques, les plus commercialement importants. Ils couvrent efficacement la gamme de nuances allant du jaune à l'orange et au rouge. En revanche, pour les teintes bleues et turquoises, les colorants anthraquinoniques offrent de meilleures caractéristiques de solidité à la lumière et de vivacité des couleurs. Ainsi, ces deux classes de colorants se complètent parfaitement pour composer une palette de nuances équilibrée[10].

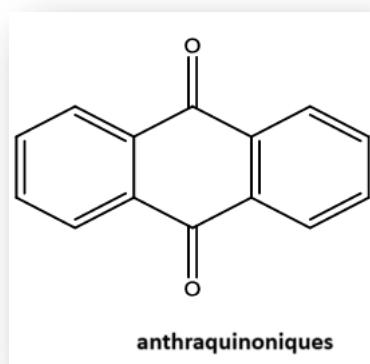


Figure.I.4 : Anthraquinoniques[13].

a) colorants indigoïdes :

Les colorants indigoïdes sont des colorants naturels dérivés de l'indigo, une substance chimique trouvée dans certaines plantes comme l'indigotier. Ces colorants sont principalement utilisés pour teindre les tissus en bleu grâce à leur capacité à produire une teinte bleue intense et durable. Ils sont aussi utilisés pour colorer les encres, les peintures et les plastiques [14].

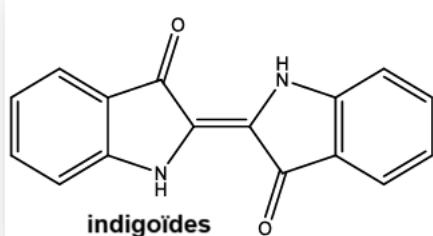


Figure.I.5 : Indigoïdes [15].

b) colorants xanthènes :

Chapitre I : Partie théorique

Les colorants xanthénoïdes proviennent de la structure xanthène, qui consiste en deux anneaux benzéniques fusionnés avec un atome d'oxygène. Utilisés principalement pour teindre les fibres textiles, ils sont également appliqués dans les encres, les peintures et les cosmétiques. Ces colorants sont appréciés pour leur large palette de couleurs vives et leur résistance à la décoloration[14].

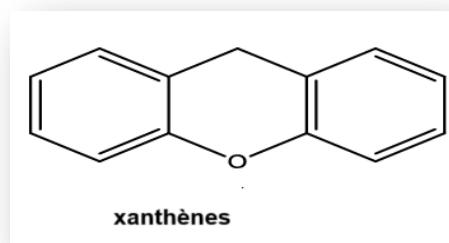


Figure.I.6:Xanthènes [16].

c) colorants nitrés et nitrosés :

Les colorants nitrés et nitrosés contiennent des groupes nitro (-NO₂) ou nitroso (-NO). Ces groupes donnent aux colorants des couleurs vives et durables. Les colorants nitrosés ont été couramment utilisés dans l'industrie textile, mais leur utilisation a diminué en raison de préoccupations sur leur sécurité. Les colorants nitrés sont utilisés pour colorer les plastiques, les encres et les revêtements industriels[14].



Figure.I.7 : Nitrés et nitrosés [14].

d) colorants phtalocyanines :

Les phtalocyanines sont des pigments organiques de couleur bleue à verte, caractérisés par une structure en anneau macrocyclique avec quatre groupes d'azote

Chapitre I : Partie théorique

et des atomes de carbone. Utilisés largement dans les encres d'impression, les peintures, les plastiques, les textiles et les cosmétiques, ces colorants sont prisés pour leur stabilité, leur résistance à la lumière et leur capacité à produire des couleurs vives et durables. Ils servent également de catalyseurs en chimie et trouvent des applications en photographie et dans les technologies de cellules solaires [14].

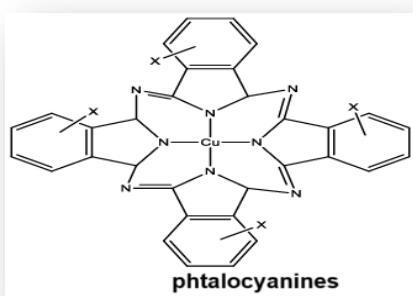


Figure.I.8 :Phtalocyanines [14].

e) colorants triphénylméthanes :

Les triphénylméthanes sont des composés dérivés du méthane où les atomes d'hydrogène sont remplacés par des groupes phényles substitués, dont au moins un est porteur d'un atome d'oxygène ou d'azote en position para par rapport au carbone méthanique. Le triphénylméthane et ses dérivés forment les hydrocarbures de base à partir desquels une variété de colorants est produite [9].

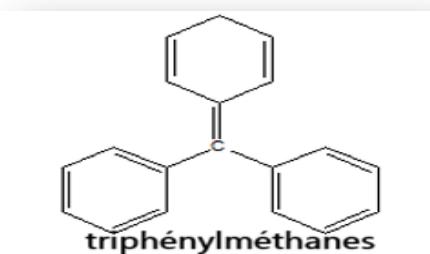


Figure.I.9 :Triphénylméthanes [14].

I.3.2.3. Classification tinctoriale

Si la classification chimique est utile pour les fabricants de matières colorantes, les teinturiers préfèrent un classement basé sur les domaines d'application. Ainsi, ils peuvent être informés sur la solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour différentes fibres, et la nature de sa fixation. La force de cette fixation varie selon le type de liaison entre le colorant et le substrat, qu'elle soit ionique, hydrogène, de Van der Waals ou covalente. On distingue alors différentes catégories tinctoriales définies cette fois par les auxochromes[13].

Tableau I.3: Classification tinctoriale des colorants [10, 17].

Type de colorant	Caractéristiques	Utilisation	Autres informations	Structure chimique
Colorants de cuve	Insolubles, nécessitent une réduction alcaline. Réoxydation pour fixation.	Teinture du jean et du denim (ex : indigo).	Bonne résistance aux agents de dégradation.	<p>Leucoindigo (soluble)</p> <p>The diagram shows the chemical structure of leucoindigo, which is a derivative of indigo. It consists of two fused benzene rings with nitrogen atoms at positions 1 and 4. At position 2, there is a double bond between the rings, with a hydrogen atom (H) attached to one ring and a sodium cation (Na+) attached to the other. At position 5, there is another double bond, with a sodium cation (Na+) attached to one ring and an oxygen atom (O) attached to the other. The nitrogen atoms are labeled with NH and NH2 groups.</p>
Colorants réactifs	Contiennent des groupes chromophores (azoïques, anthraquinonique, phtalocyanine).	Teinture du coton, laine et polyamides.	Formation d'une liaison covalente forte avec les fibres.	<p>Réactifs</p> <p>The diagram shows the chemical structure of a reactive dye reagent, specifically 2-chloro-4-aminopyrimidine. It features a pyrimidine ring with a chlorine atom (Cl) at position 2 and an amino group (NH2) at position 4.</p>
Colorants directs	Charges positives ou négatives attirées par les fibres. Affinité pour les fibres cellulosiques.	Teinture sans application de mordant.	Structure plane de la molécule.	<p>Directs</p> <p>The diagram shows the chemical structure of a direct dye, specifically 2,4-dinitrophenylamine. It features a benzene ring with nitro groups (NO2) at positions 2 and 4, and an amino group (NH2) at position 1. There is also a hydrogen atom (H) attached to the ring.</p>

Colorants à mordants	Contiennent un ligand fonctionnel réactif avec des sels métalliques (aluminium, chrome, etc.).	Teinture des textiles avec différents complexes colorés.	Forte réactivité avec les sels métalliques.	
Colorants dispersés	Très peu solubles dans l'eau, utilisés sous forme de poudre fine dispersée.	Teinture des fibres synthétiques à haute température.	Teinture des fibres synthétiques à haute température. k	

I.3.3.Rhodamine-B :

I.3.3.1.Définition de Rhodamine-B :

La rhodamine B, également connue sous le nom de Rh-B[18].est un colorant de type xanthène utilisé comme traceur fluorescent pour l'eau. Elle est également employée comme colorant dans les textiles et les aliments. Cependant, la rhodamine B est connue pour provoquer des irritations des yeux, de la peau et des voies respiratoires [19].



Figure.I.10: La rhodamine-B[20].

I.3.3.2.Propriétés physico-chimiques :

Tableau I.4: propriétés physico-chimiques [21].

Propriété	Description
Nom IUPAC	Rhodamine 610, C.I. Pigment Violet 1, Basic Violet 10, C.I. 45170
Numéro CAS	81-88-9
Numéro EINECS	201-383-9
Apparence	Poudre rouge à violet
Formule brute	C ₂₈ H ₃₁ ClN ₂ O ₃
Masse molaire	479,01 ± 0,028 g·mol ⁻¹
Température de fusion	210-211 °C (décomposition)
Solubilité dans l'eau	50 g·l ⁻¹ à 20 °C
Masse volumique	0,79 g·cm ⁻³
NFPA 704 	
Groupe 3 : Inclassable quant à sa cancérogénicité pour l'Homme	
Classification CIRC	
Composés apparentés	Rhodamine, Rhodamine B, Rhodamine 123
Structure de Rhodamine	

I.3.4.Impacts environnementaux des colorants :

De nombreux colorants sont visibles dans l'eau même en très petites quantités ($< 1 \text{ mg L}^{-1}$). Ils contribuent ainsi à la pollution par la génération de grandes quantités d'eaux usées contenant des colorants résiduels. Lorsque ces eaux usées sont rejetées dans l'écosystème, elles provoquent une grave pollution, une eutrophisation et perturbent la vie aquatique de manière non esthétique. Cela peut entraîner une bioaccumulation dangereuse qui affecte l'homme via la chaîne alimentaire [8].

I.4.Méthodes de traitement de l'eau

Le traitement de l'eau comprend à la fois la purification des eaux usées et l'assainissement de l'eau pour la rendre potable. Le choix d'une méthode de traitement dépend des caractéristiques et de la concentration des polluants. Une méthode efficace pour un type de pollution peut ne pas être adaptée pour un autre. Il existe plusieurs méthodes de traitement, classées en trois catégories [22].

Tableau .I.5: Comparaison des procédés classiques de traitement des eaux [22].

Procédés	Caractéristiques	Avantages	Inconvénients
Biologique	Utilisation des cultures bactériennes Ex: Traitement aérobie; o Traitement anaérobio	-Peu onéreux; - Eliminent NH, NH^{4+} , le fer et la matière organique biodégradable.	-Production importante de boue; -inefficace en présence des polluants toxiques et non biodégradables.
Physico- chimique	Fixation des polluants par coagulation et séparation des flocs formées Ex: La coagulation flocculation ;Filtration sur membrane; L'osmose inverse; L'adsorption	-Séparation des polluants en suspension et des particules colloïdales.	-Utilisation des produits chimiques; -Formation des boues.

Chapitre I : Partie théorique

	(charbon actif, l'alumine, les argiles, les zéolites).		
Chimiques	Utilisation des oxydants (Cl_2 , ClO_2 , O_3 ...) Ex: procédés classiques d'oxydation chimique les procédés d'oxydation avancée	-Oxydation chimique des polluants; -Peu ou pas des déchets; - Augmentation de la biodégradabilité.	-Oxydation partielle (formation d'intermédiaires); - Gestion des oxydants.

I.4.1. Procédés d'oxydation avancée:

Les procédés d'oxydation avancée (POA) sont des méthodes utilisées pour traiter l'eau en éliminant les contaminants organiques résistants. Ils fonctionnent en générant des radicaux hydroxyles très réactifs. Principalement utilisés pour purifier les eaux usées, ces procédés sont très efficaces pour décomposer les composés chimiques difficiles à éliminer avec les méthodes classiques. Apprendre les POA permet de mieux comprendre comment la chimie de l'eau peut améliorer la qualité de l'environnement et encourager la durabilité [23].

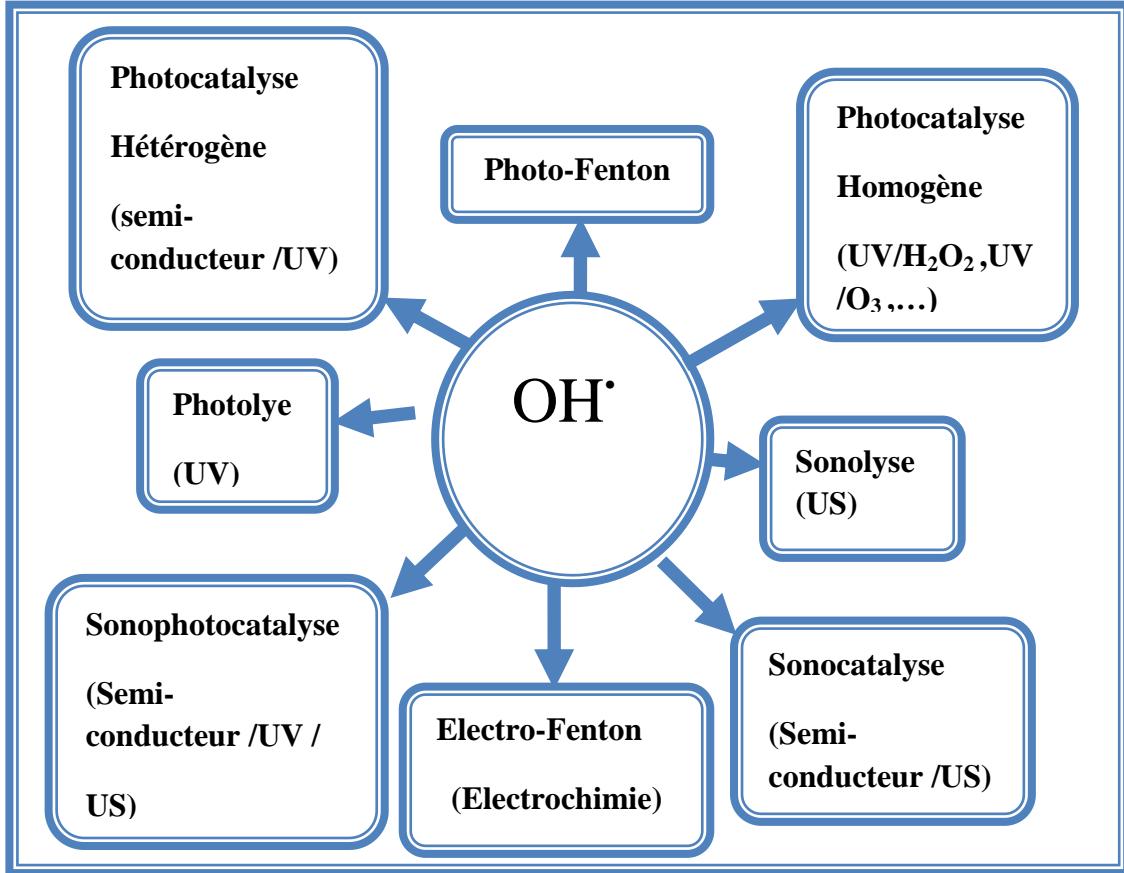


Figure.I.11:Schéma récapitulatif des procédés d'oxydation avancée[24].

I.5. photocatalyse

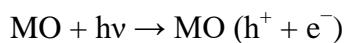
La photocatalyse est un processus qui implique l'interaction de la lumière avec un matériau particulier (généralement un semi-conducteur) pour déclencher des réactions d'oxydation et de réduction. Ce processus génère des trous et des électrons photo générés qui aident à décomposer les polluants chimiques et à les convertir en substances moins toxiques ou non toxiques. Cette technique peut être utilisée pour le traitement de l'eau, l'amélioration de la qualité de l'air, et la conversion de la biomasse en produits de valeur[25].

I.5.1.Mécanisme

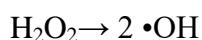
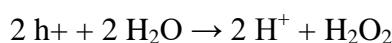
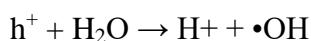
La photocatalyse est un processus qui commence par l'interaction de la lumière avec la surface du matériau, ce qui entraîne la génération d'électrons et de trous. Ces électrons et ces trous déclenchent des réactions d'oxydation et de réduction qui aident à décomposer les polluants en substances moins toxiques ou non toxiques. Le photocatalyseur lui-même doit rester inchangé tout au long du processus. Pour améliorer l'efficacité, de nouveaux

Chapitre I : Partie théorique

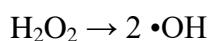
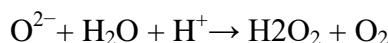
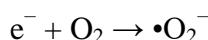
matériaux nanométriques sont développés et les conditions de réaction sont optimisées. En résumé, la photocatalyse est une méthode durable pour décomposer les polluants en utilisant la lumière et les réactions d'oxydation et de réduction[26].(MO représentant l'oxyde métallique) :



Les réactions oxydatives dues à l'effet photocatalytique sont les suivantes :



Les réactions réductrices dues à l'effet photocatalytique sont les suivantes :



Enfin, la génération de radical hydroxyle ($\cdot OH$) a lieu dans les deux réactions mentionnées ci-dessus. Ce radical hydroxyle ($\cdot OH$) est extrêmement oxydant par nature et non sélectif avec un potentiel redox de ($E_0 = +3.06$ V) [25].

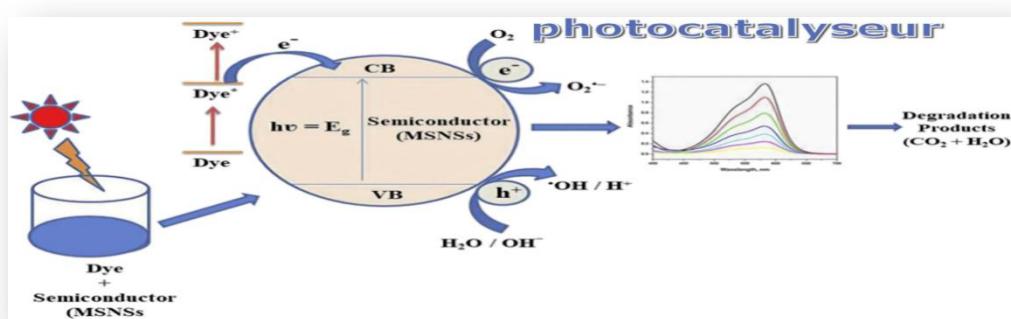


Figure.I.12 : Schéma de principe de la photocatalyse[27].

I.6. méthode de synthèse verte :

I.6.1. Définition de la méthode de synthèse verte :

La synthèse verte constitue une méthode respectueuse de l'environnement pour la production de nanoparticules, en s'appuyant sur l'utilisation d'extraits de plantes, de micro-organismes ou d'enzymes en tant qu'agents réducteurs et stabilisants. En évitant le recours à des substances chimiques nocives ou dangereuses, cette approche se présente comme une alternative plus sûre et durable par rapport aux méthodes traditionnelles. Elle exploite les capacités réductrices et stabilisantes des biomolécules présentes dans les extraits végétaux, les micro-organismes ou les enzymes. Parmi ces biomolécules, on trouve les polyphénols, les protéines et les polysaccharides, qui jouent un rôle essentiel dans la réduction des ions métalliques en nanoparticules tout en empêchant leur agglomération. Ce procédé, à la fois simple et écologique, s'effectue dans des conditions douces, telles qu'une température ambiante et une pression atmosphérique normale[28].

I.6.2. Principes des méthodes de synthèse verte :

Les techniques de synthèse verte utilisent des produits chimiques faiblement polluants pour produire des nanoparticules et privilégient des solvants écologiques tels que l'eau et les extraits naturels. La chimie verte vise à minimiser la pollution à la source. Elle met davantage l'accent sur la prévention des déchets plutôt que sur leur traitement ou leur élimination après leur formation. Bien que les méthodes physiques et chimiques soient plus répandues pour la synthèse des nanoparticules, la fabrication biologique est une alternative plus respectueuse de l'environnement[29].

I.6.3. Exemples d'applications dans le domaine de la purification de l'eau :

Une étude a été réalisée par(**Abdul Muhaymin, et autres**),l'étude se concentre sur la synthèse des nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO NPs) en utilisant l'extrait du palmier doum (*Hyphaenethebaica*), selon une méthode écologique et respectueuse de l'environnement. Pour dégrader le bleu de méthylène (MB) présent dans l'eau [30].

I.7. biochar

Le biochar, terme dérivé de l'anglais "bio charcoal", désigne un matériau solide et poreux formé suite à la décomposition thermique de matières organiques, telles que des résidus de bois ou des déchets agricoles, à des températures élevées dépassant 350 °C. Ce

processus, appelé pyrolyse, se déroule dans un environnement extrêmement pauvre en oxygène, voire dépourvu d'oxygène. La composition chimique du biochar dépend largement des matières premières utilisées et des conditions spécifiques de fabrication[31]. Le biochar, reconnu pour sa structure poreuse, est composé principalement de carbone, représentant plus de 80% de sa masse ,Dans certaines conditions, notamment lorsqu'il est produit à partir de matière ligneuse pauvre en éléments inorganiques et soumis à des températures avoisinant les 1000°C, sa teneur en carbone peut dépasser 95% sur une base sèche. Grâce à cette stabilité remarquable, il est considéré comme un moyen efficace de séquestrer le carbone sur le long terme, pouvant durer plusieurs siècles[32].

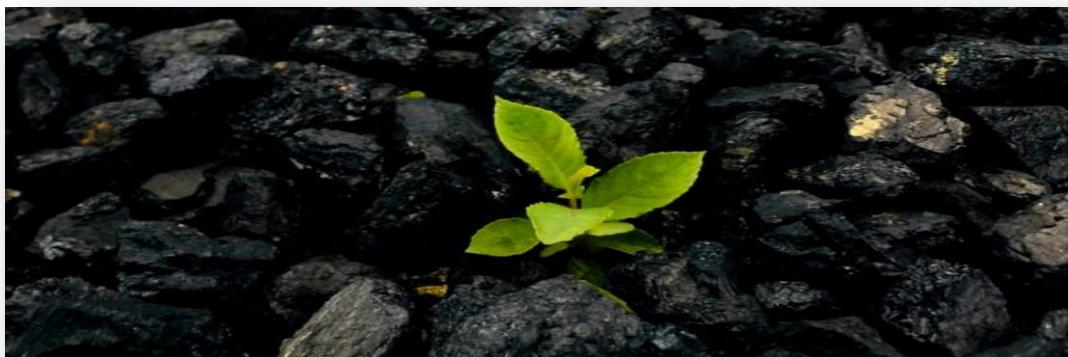
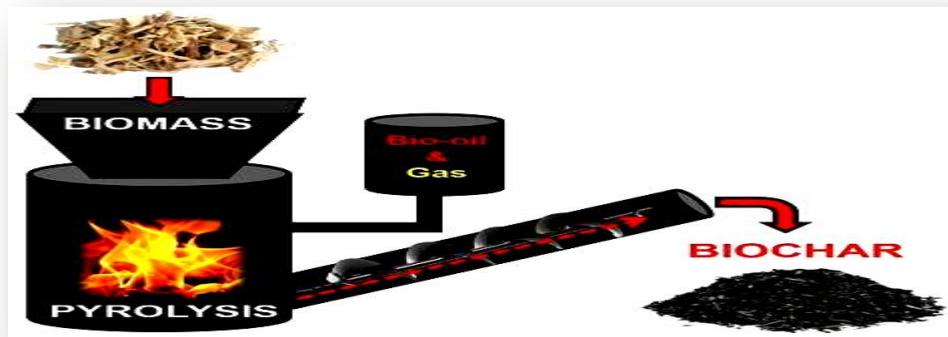


Figure .I.13: Le biochar [33].

I.7.1. Production de biochar

La biomasse est d'abord entreposée dans des silos, puis elle traverse une phase de séchage visant à minimiser son taux d'humidité. Par la suite, les résidus sont soumis à une chauffe intense, atteignant des températures comprises entre 350 et 650 degrés environ, dans un environnement dépourvu d'oxygène, au sein d'un réacteur de pyrolyse[34]. La pyrolyse est un procédé utilisé pour produire du biochar en décomposant la biomasse afin de la transformer en carbone thermiquement stable. Ce processus implique également une étape de polymérisation secondaire, qui convertit les produits dangereux et volatils en gaz, y compris à travers des réactions de craquage. Différents types de pyrolyse existent tels que la pyrolyse lente, la pyrolyse rapide, la pyrolyse éclair, la torréfaction, la gazéification pyrolytique et la carbonisation hydrothermale. La fabrication du biochar via la pyrolyse peut être influencée par divers facteurs, comme les plages de températures et les durées de chauffage. Selon les conditions de la pyrolyse, le biochar obtenu présente une porosité spécifique[35].



FigureI.14: Processus de production de biochar du type de matière première à la génération de biochar [36].

I.7.2. Applications et avantages du biochar dans le traitement des polluants :

Le biochar fait l'objet d'utilisations très variées : il est notamment employé pour **traitement de l'eau**. Grâce à sa capacité à adsorber les polluants en phase liquide, le biochar a été largement étudié pour le traitement des eaux et des eaux usées. Il est principalement utilisé pour l'adsorption des métaux potentiellement toxiques (46 %) et des polluants organiques (39 %). Il peut également être employé pour l'adsorption du phosphore et de l'azote (13 %). Les 2 % restants sont destinés à l'adsorption d'autres polluants, en raison de sa grande surface spécifique, de sa structure poreuse et de ses groupes fonctionnels de surface[37].**Gestion des déchets** : Le biochar permet de transformer les déchets organiques en une ressource précieuse, contribuant ainsi à la réduction des déchets enfouis[33].**de l'air** - à l'image de l'épuration[34]. Cette matière organique se révèle parfaite pour la restauration des sols pollués, grâce à sa capacité à capter les métaux lourds. Elle joue également un rôle essentiel dans la prévention de la détérioration des sols. Le Biochar contribue à diminuer les émissions de gaz à effet de serre de 12 à 50 %. En retenant les eaux de pluie, il prévient leur infiltration dans les nappes phréatiques, réduisant ainsi la pollution causée par les activités humaines[38].ralentissant la concentration de CO₂ dans l'atmosphère[39].

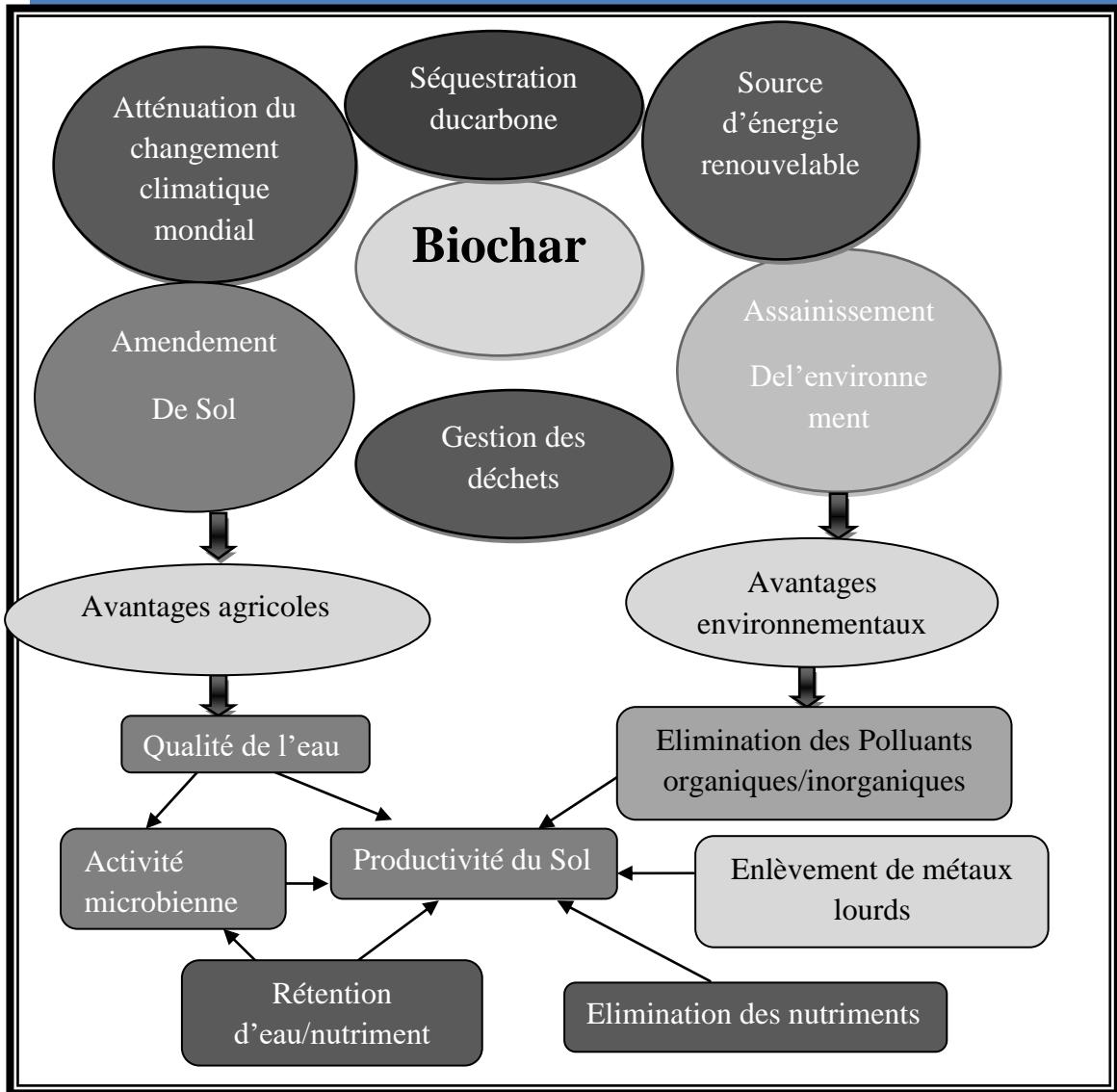


Figure .I.15 : Schéma des multiples utilisations du biochar [40].

I.8. L'oxyde de magnésium (MgO) :

I.8.1. Définition du MgO :

L'oxyde de magnésium (MgO) est un composé ionique résultant de l'association entre les ions magnésium (Mg^{2+}) et les ions oxyde (O^{2-})[41]. Il s'agit d'un minéral solide blanc et hygroscopique, qui existe naturellement sous forme de périclase. Il constitue une source importante de magnésium, avec une formule empirique MgO et une teneur en magnésium (sous forme de MgO) de 39,70 % [42].

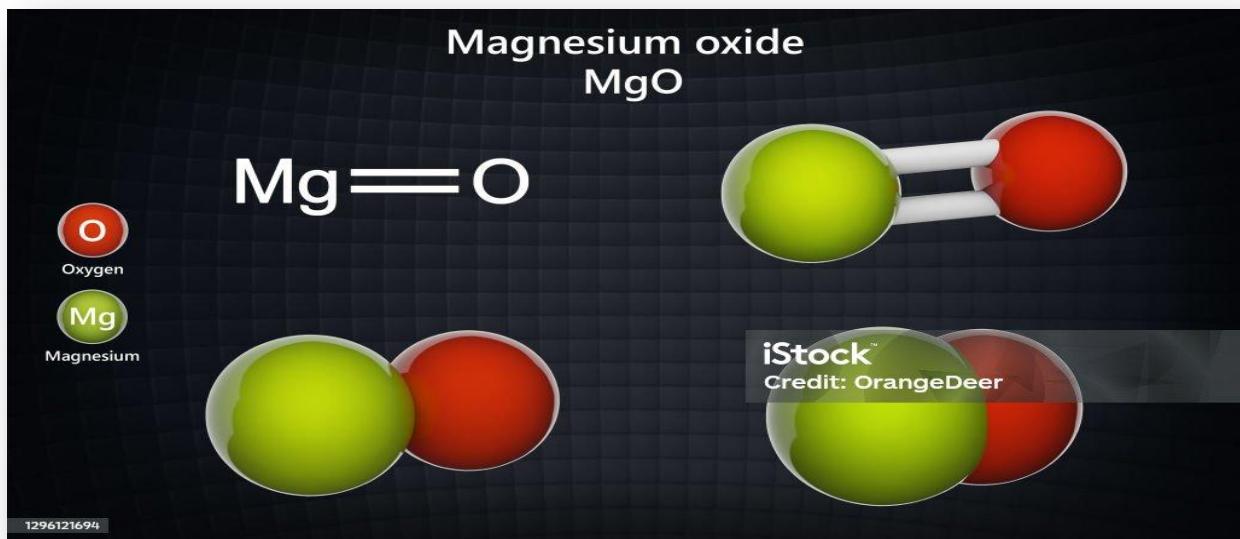


Figure .I.16: Structure chimique Oxyde de magnésium MgO[43].

I.8.2. Propriétés fondamentales du MgO :

Tableau .I.6 : Propriétés physique et chimique de MgO[44].

Propriété	Description
Autres noms	Magnésie, Périclase, Oxomagnésium
État physique	Solide, cristallin, blanc. Impuretés de fer : couleur verdâtre ou brune.
Dureté (Mohs)	5,5 - 6
Poids moléculaire	40,304 g/mol
Point de fusion	2827 °C
Densité	3,581 g/cm ³
Solubilité	Dans l'eau : 0,00062 g/100 ml à 20 °C ; 0,0086 g/100 ml à 30 °C - Insoluble dans l'éthanol
pH	Solution aqueuse saturée : 10,3
Indice de	1,7355 à 589 nm - 1,7283 à 750 nm

réfraction	
Propriétés optiques	Transparent, incolore, blanc grisâtre ou jaune brunâtre.
Non toxicité	Ce composé n'est pas toxique. Cependant, il est essentiel de prendre des précautions lorsqu'il est manipulé sous forme de poussière, en particulier lorsque les particules sont de petite taille.

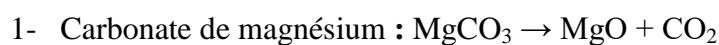


Figure.I.17 :MgO Sous forme de poudre[44].

I.8.3.Méthode traditionnelle de préparation du MgO

L'oxyde de magnésium est généralement obtenu par calcination du carbonate de magnésium ou de l'hydroxyde de magnésium. Ce procédé consiste à chauffer ces substances à des températures élevées, ce qui entraîne la perte d'eau ou de dioxyde de carbone, transformant ainsi la matière en oxyde de magnésium.

Réactions de calcination :



La calcination du carbonate de magnésium a lieu entre 350 et 500°C, tandis que celle de l'hydroxyde de magnésium se déroule entre 350 et 400°C. Ces procédés permettent d'obtenir un oxyde de magnésium de haute pureté[45].

I.8.4. Propriétés photocatalytiques du MgO et leur utilisation dans le traitement des polluants

La relation entre l'oxyde de magnésium (MgO) et son rôle dans la photocatalyse pour l'élimination des polluants, comme les colorants, repose sur ses propriétés uniques qui en font un catalyseur efficace. Le MgO possède une activité photocatalytique élevée, attribuée à sa large bande interdite et à ses défauts structurels, tels que les ions à faible coordination et les lacunes, qui créent des niveaux d'énergie intermédiaires. Ces défauts facilitent le transfert des électrons vers les centres de défaut, réduisant ainsi la recombinaison des paires électron/trou (e^-/h^+) et augmentant le nombre d'espèces photogénérées disponibles pour les réactions.

Par ailleurs, les espèces réactives de l'oxygène, comme les radicaux hydroxyles ($\cdot OH$) et les ions superoxydes ($\cdot O_2^-$), jouent un rôle clé dans la dégradation des polluants, les radicaux hydroxyles étant les plus réactifs. Ces caractéristiques permettent au MgO d'être particulièrement efficace dans la décomposition des colorants, par des processus photocatalytiques[46].



Figure.I.18 : Représentation schématique du mécanisme possible de décomposition d'un colorant par des échantillons de MgO[46].

I.8.5.Applications récentes du MgO dans les procédés de purification de l'eau :

Il est utilisé dans le traitement de l'eau potable[47]. Les nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO) possèdent des propriétés exceptionnelles qui les rendent idéales pour le traitement de l'eau. Elles se distinguent par leur excellente luminescence, leur biodégradabilité et leur nature non toxique, ce qui les rend également adaptées aux applications photoniques. De plus, elles agissent comme des agents anti-biofilms et possèdent une activité autonettoyante, leur permettant de dégrader des colorants comme le violet de méthyle et d'éliminer le phosphore des eaux usées, un élément responsable de l'inhibition de la croissance des plantes. Par ailleurs, les effluents industriels riches en métaux lourds, tels que le cadmium (Cd^{2+}) et le plomb (Pb^{2+}), peuvent avoir des effets négatifs sur les plantes, les animaux et les humains[48]. Selon (Y. Cai et al) HA-MgO, synthétisé par la méthode sol-gel, a démontré une efficacité remarquable pour l'inactivation des bactéries et l'élimination des ions de métaux lourds dans l'eau. Par rapport à CM-MgO, il offre de meilleures performances : 100 mg/L de HA-MgO peuvent inactiver presque complètement 7-log de cellules bactériennes en 30 minutes et éliminer 50 mg/L de Cd^{2+} en seulement 10 minutes. Ces résultats mettent en évidence le rôle clé de l'oxyde de magnésium dans la purification de l'eau grâce à ses propriétés uniques[49]. Selon Khayatian, G., Jodan, M., et Hassanpoor, S., l'utilisation des nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO) dans le traitement de l'eau repose également sur leur capacité à agir comme modificateurs pour l'oxyde de graphène. Cette propriété permet une extraction efficace et sélective des métaux lourds tels que le cadmium, le cuivre et le nickel. Toujours d'après ces auteurs, le MgO contribue à augmenter le facteur de concentration par 11 fois, à réduire les limites de détection à des niveaux très bas et à assurer une grande sélectivité face aux interférences potentielles. Cette méthode a été appliquée avec succès sur des échantillons d'eau et de produits alimentaires, démontrant ainsi son efficacité dans l'élimination des métaux lourds et l'amélioration de la qualité de l'eau[50].

I.9.Composite Biochar-MgO :

I.9.1.Définition et fabrication du composite Biochar-MgO :

Le **MgO-Biochar** est un matériau nanocomposite composé de nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO) intégrées dans une matrice de biochar riche en carbone. Ce composite combine les propriétés de l'oxyde de magnésium et la porosité du biochar pour créer un matériau doté d'une haute capacité d'adsorption pour offrir une solution efficace à

la décontamination de l'eau[51].L'oxyde de magnésium (MgO) améliore les propriétés de surface en augmentant les sites actifs pour l'adsorption, tandis que le biochar agit comme support pour éviter l'agrégation des nanoparticules. Leur interaction crée un composite synergique avec une efficacité accrue pour l'adsorption, tout en étant économique et écologique, idéal pour purifier les eaux polluées[52].

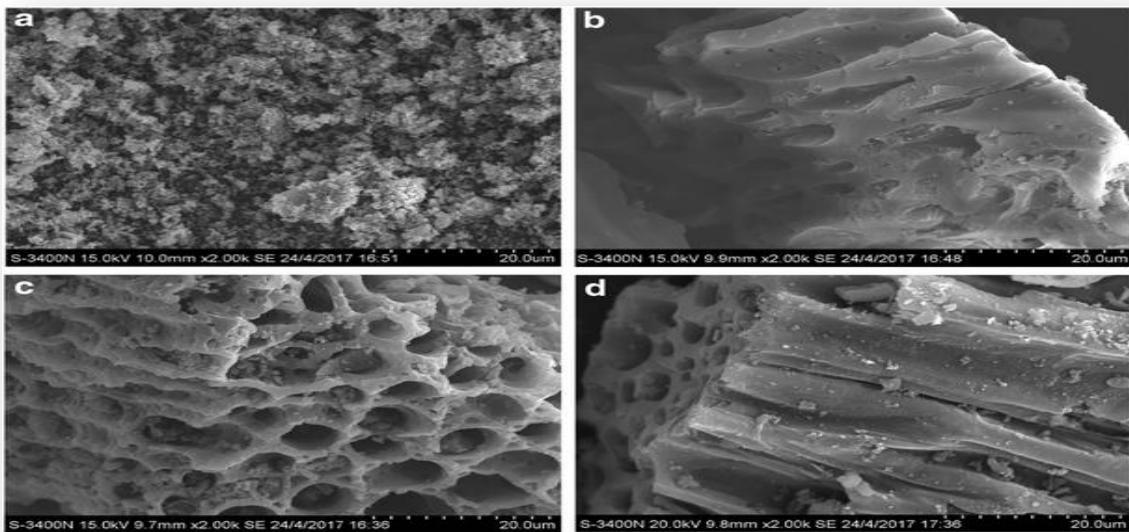


Figure.I.19 : (a) l'oxyde de magnésium (MgO),(b) le biochar de balle de riz (BCR) et (c, d)le composite (MgO-BCR)[53].

I.9.2.propriétés physique et chimique du MgO-Biochar

Tableau .I.7:propriétés physique et chimique du MgO-Biochar[54].

Propriétés physique et chimique	Description
Porosité élevée	Contient une structure poreuse qui augmente la surface spécifique active, améliorant l'efficacité d'adsorption.
Polarité	La modification avec MgO ajoute des groupes fonctionnels polaires, augmentant la polarité et favorisant l'interaction avec les anions comme le phosphate
Capacité d'adsorption	Possède une capacité d'adsorption exceptionnelle pour le phosphate, atteignant jusqu'à 523,91 mg/g.

Chapitre I : Partie théorique

Répartition uniforme	Les nanoparticules de MgO sont uniformément réparties sur la surface du biochar, évitant l'agrégation et améliorant les performances
Stabilité thermique	Montre une grande stabilité à haute température pendant la production ou l'utilisation.
Utilisation écologique	Peut être utilisé comme engrais après avoir adsorbé le phosphate, fournissant les nutriments nécessaires aux sols.
Coût économique	Constitue une solution économique par rapport à d'autres matériaux comme le charbon actif tout en offrant une efficacité optimale.
Matières premières	Produit à partir de biomasse (par exemple, les résidus de la plante canna), ce qui réduit les coûts et est respectueux de l'environnement.

I.9.3Fabrication du composite Biochar-Mg

Pour produire le composé MgO-Biochar, il existe plusieurs méthodes, notamment

A. Méthode de synthèse chimique et mécanique :

1. Méthode de broyage manuel

La poudre d'oxyde de magnésium MgO est mélangée avec du biochar et en ajoutant des gouttes d'un solvant tel que de l'eau ou de l'éthanol à l'aide d'un pilon et d'un mortier pendant 30 minutes[55].

2. Broyage à billes en tant que non/moins-solvant

La synthèse chimique mécanique du nanobiochar par la technologie de broyage à billes attire l'attention en raison de nature peu coûteuse et respectueuse de l'environnement. Le broyage de la bille en tant que technique sans solvant ou moins solvant peut stimuler l'environnement et la production évolutive de nanomatériaux de biochar aux propriétés supérieures[56]. Il a été utilisé dans l'étude menée par (Y. Cheng et...) dans la production du composé MgO-biochar[57].

B. Méthode de sol-gel

Le composite biochar-MgO a été synthétisé par la méthode sol-gel. Pour ce faire, 20g de biochar ont été ajoutés à 100 ml de solution de $Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$, puis 50 ml de NaOH avec concentration 1M a été ajoutée en mode goutte à goutte pendant 12 h à la solution. La solution a été agitée magnétiquement (100tr/min) à température ambiante.

Le mélange a été passé à travers Filtre Wattman n° 42 pour obtenir un matériau gélatineux. Le gel obtenu a été lavé plusieurs fois avec un double disque labouré et séchée à 80°C pendant 24 h. La matière séchée finalement a été calciné dans le four électrique à 450°C pendant 2 h pour obtenir un composite biochar-MgO[58].

C. Méthode d'imprégnation

Production composite terminée MgO-biochar en utilisant le procédé d'imprégnation, du biochar est ajouté à la solution de MgCl, puis le mélange est agité, puis nous filtrons et séchons et enfin nous calcinons au four comme dans l'étude qu'il a réalisée (M.M Ibrahim et al)[59].

I.9.4. Applications potentielles de ce composé dans la dégradation de polluants par photocatalyse et sonophotocatalyse

L'usage de nanocomposites d'oxyde métallique/biochar à haute capacité d'adsorption et de décomposition photocatalytique pour traiter diverses eaux usées organiques est devenu réalisable grâce à l'incorporation de nanoparticules de MgO uniformément réparties sur les surfaces du biochar dans la matrice du biochar. Cette opération fissure le biochar et compacte le MgO, la poudre métallique favorisant l'élargissement des pores moyens et larges des nanocomposites. L'ajout d'une quantité adéquate de MgO au biochar a renforcé la capacité des nanocomposites à éliminer les teintures nocives par le biais de l'adsorption et de la photosynthèse. Ceci a été prouvé dans une recherche de (R. Venkatesh et al.), où l'évaluation photocatalytique de nouveaux composés suggérés pour la suppression de la tétracycline (CT) a été réalisée sous diverses conditions. Une efficacité de photolyse de 80,26 % a été constatée[60]. L'utilisation des ultrasons peut servir d'outil d'intensité de processus pour la photographie spécifique et partielle du modèle d'entraînement de la biomasse. Sonophotocatalyse composée versus photocatalyse. Une telle sélectivité est attribuée aux effets dérivés des phénomènes de cavitation. Les effets uniques du rayonnement ultrasonore peuvent être utilisés comme méthode hybride pour intensifier le

processus dans des réactions chimiques plus complexes et manipuler la photoaktiviténanocatalytique dans les applications de mise à niveau catalytique[61].

I.10. Conclusion

Conclusion Ce chapitre a abordé la problématique de la pollution des eaux causée par les colorants organiques, en mettant l'accent sur le Rhodamine B en tant que colorant modèle. Ses propriétés ainsi que son impact environnemental ont été présentés. Nous avons ensuite passé en revue les différentes techniques de traitement conventionnel biologiques, chimiques, physiques et physico-chimiques tout en soulignant leurs limites face aux polluants organiques complexes. Nous nous sommes ensuite orientés vers les techniques d'oxydation avancée, notamment la photocatalyse et la sonophotocatalyse, en tant que solutions efficaces pour la dégradation des composés organiques. Dans ce contexte, nous avons introduit le concept de synthèse verte, en expliquant ses principes fondamentaux et ses applications dans le domaine de l'épuration des eaux. Une attention particulière a été portée sur les nanoparticules d'oxyde de magnésium (MgO) synthétisées par voie verte. Par la suite, nous avons étudié séparément le biochar et le MgO , en mettant en évidence leurs méthodes de préparation, leurs propriétés physico-chimiques, ainsi que leurs applications en tant que photocatalyseurs et sonophotocatalyseurs. Enfin, nous avons présenté la synthèse d'un composite MgO -biochar par une méthode de synthèse verte, combinant les atouts des deux matériaux. Ce composite a été testé pour l'élimination du Rhodamine B via les procédés de photocatalyse et sonophotocatalyse, montrant une efficacité prometteuse et confirmant son potentiel en tant que solution écologique et durable pour le traitement des eaux industrielles polluées

CHAPITRE.II

: Partie pratique

II.1.Introduction

Ce chapitre est consacré à la préparation des matériaux catalytiques et à la mise en œuvre du protocole de photocatalyse pour le traitement de polluants organiques présents dans l'eau. Dans ce cadre, deux matériaux ont été synthétisés selon une approche de synthèse verte : un biochar obtenu à partir de feuilles d'olivier (nommé **FVC**) et un oxyde de magnésium nanométrique préparé par voie verte (nommé **V-MgO**). Ces deux composants ont ensuite été combinés pour former des composites photocatalytiques hybrides, désignés **V-MgO/FVC25** et **V-MgO/FVC50**, contenant respectivement 25 % et 50 % massiques de biochar. Les feuilles d'olivier utilisées pour la production du biochar ont été collectées dans la commune d'El-Hadjeb (wilaya de Biskra, Algérie). Ce choix s'inscrit dans une démarche de valorisation de résidus agricoles locaux, abondants et sous-exploités, en les intégrant dans des solutions environnementales durables. Le colorant Rhodamine B a été sélectionné comme polluant organique modèle, en raison de sa grande stabilité chimique et de sa résistance aux procédés de traitement traditionnels. Les matériaux synthétisés, en particulier le composite V-MgO/FVC, ont été testés pour leur capacité à dégrader ce colorant en solution aqueuse sous irradiation solaire.

L'étude expérimentale a permis d'évaluer l'effet de différents paramètres opératoires tels que la concentration du catalyseur, le temps de réaction, la température et le pH sur l'efficacité de la dégradation photocatalytique. Ce travail vise ainsi à optimiser les conditions de traitement et à démontrer le potentiel de ces catalyseurs biosourcés dans le cadre d'une stratégie de dépollution respectueuse de l'environnement.

II.2. Matériaux et Réactifs utilisés dans la synthèse de V-MgO, FVC

Le tableau ci-dessous récapitule les différentes matières premières, réactifs et équipements utilisés tout au long de l'expérimentation. Chaque composant joue un rôle spécifique, allant de la synthèse du catalyseur à l'évaluation de son efficacité. Cette organisation méthodique garantit la reproductibilité et la rigueur du protocole expérimental.

Tableau II.1 :Les réactifs chimiques, les matières premières et les équipements utilisés.

Matières premières		
Matières	Utilisation	Forme/Pureté
Feuilles d'olivier	Source pour la préparation de MgO et du	Naturel,non séché

Chapitre .II : Partie pratique

	biochar	
Chlorure de magnésium ($MgCl_2$)	Source d'ions magnésium pour la formation de MgO	Solide, pur
Réactifs chimiques		
Réactif	Utilisation	Forme/Pureté
Hydroxyde de sodium (NaOH)	Ajuster le pH de la solution de MgO	Solution aqueuse
Acide chlorhydrique (HCl)	Activation chimique du biochar	Solution aqueuse
Éthanol (C_2H_5OH)	Association homogène du MgO avec le biochar	Liquide pur
Rhodamine-B	Polluant modèle pour tester l'efficacité de la photocatalyse	Solution aqueuse
Eau distillée	Préparation des solutions et lavage des échantillons	Pure
Équipements de laboratoire		
Four de calcination	Pyrolyse du biochar et calcination de MgO	
Étuve (Oven)	Séchage des échantillons	
Agitateur magnétique	Mélange et activation du biochar	
Broyeur électrique	Broyage des feuilles d'olivier séchées	
Mortier et pilon	Broyage du biochar et de MgO	
pH-mètre	Mesure du pH des solutions	
Spectrophotomètre	Suivi de la dégradation de la Rhodamine	
UV-Vis	B	
Verrerie de laboratoire (béchers, erlenmeyers, fioles jaugées, pipettes)	Préparation et manipulation des solutions	
Plaque chauffante	Chauffage et agitation des solutions avec	

avec agitation	précision électronique
Creusets	Calcination des matériaux à haute température
Balance électronique	Mesure précise des quantités des substances
Entonnoir et papier filtre	Lavage et activation du biochar
Centrifugeuse	Séparation des phases solides et liquides
Thermomètre	Mesure de la température des solutions et des réactions

II.3 Méthodes expérimentales

II.3.1. Préparation de l'extrait de feuilles d'olivier :

Les feuilles d'olivier fraîches ont été soigneusement récoltées, puis lavées à plusieurs reprises à l'eau distillée afin d'éliminer toute trace d'impuretés, de poussière ou de contaminants. Après le séchage à l'air libre, les feuilles ont été divisées en deux fractions selon leur destination expérimentale :

- ✚ La première a été utilisée pour l'extraction des composés bioactifs nécessaires à la synthèse de l'oxyde de magnésium (V-MgO).
- ✚ La seconde a été réservée à la production de biochar, dans le cadre d'un procédé de valorisation thermique.



Figure.II.1.Lavage des Feuilles des oliviers.

II.3.2. Synthèse du V-MgO

La synthèse du V-MgO a été effectuée à partir de chlorure de magnésium ($MgCl_2$) et d'un extrait de feuilles d'olivier, selon une approche écologique. Le protocole se décline en plusieurs étapes, dont les suivantes :

II.3.2.1. Extraction des composés actifs des feuilles d'olivier

Un échantillon de 5 g de feuilles d'olivier finement découpées a été immergé dans 100 mL d'eau distillée. Ce mélange a été chauffé à une température comprise entre 70 et 90 °C pendant 30 minutes sous agitation continue, afin de faciliter l'extraction des composés bioactifs. Une fois le chauffage terminé, la solution a été filtrée à l'aide d'un papier filtre, permettant d'obtenir un extrait aqueux enrichi en polyphénols, minéraux et autres agents réducteurs naturels.

Dans l'étude menée par (Silva et al ...) [62], les composés bioactifs ont été extraits des feuilles de *Camellia sinensis* à l'aide d'une infusion aqueuse chauffée à 80 °C, une température située dans l'intervalle utilisé dans notre travail (70–90 °C). L'extrait obtenu a ensuite été utilisé pour la biosynthèse verte de l'oxyde de magnésium (MgO), démontrant ainsi l'efficacité de l'extraction aqueuse à chaud pour isoler des composés végétaux actifs applicables dans des procédés industriels durables.

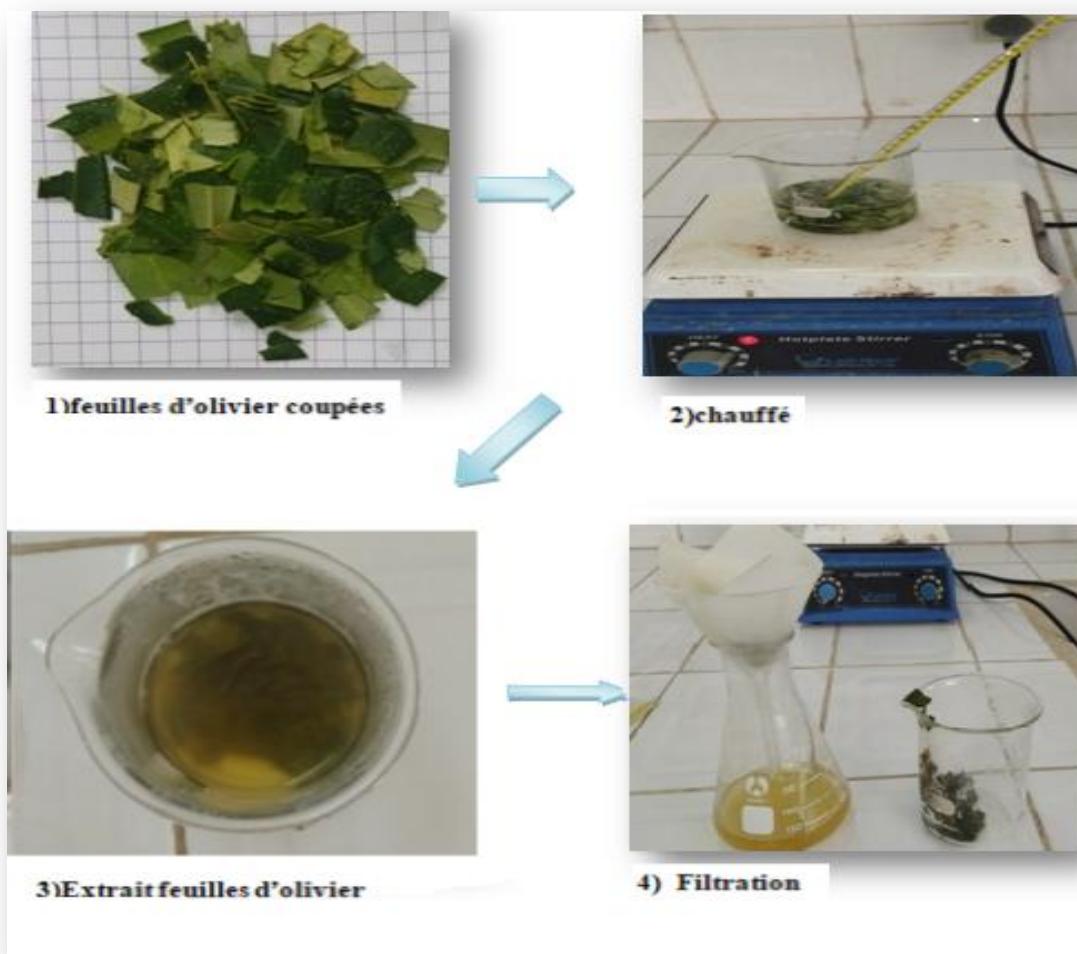


Figure. II.2.Extraction des composés actifs.

II.3.2.2.Préparation de la solution de MgCl₂

Nous avons dissous 2,856 g de chlorure de magnésium (MgCl₂) dans 300 ml d'eau distillée en agitant avec un agitateur magnétique, jusqu'à obtenir une solution uniforme. Puis, on a prélevé un volume de 270 ml de cette solution et l'on l'a mélangé avec 30 ml de l'extrait aqueux obtenu à partir des feuilles d'olivier. On a mesuré un pH initial de 5,47 pour le mélange, ce qui indique une ambiance légèrement acide

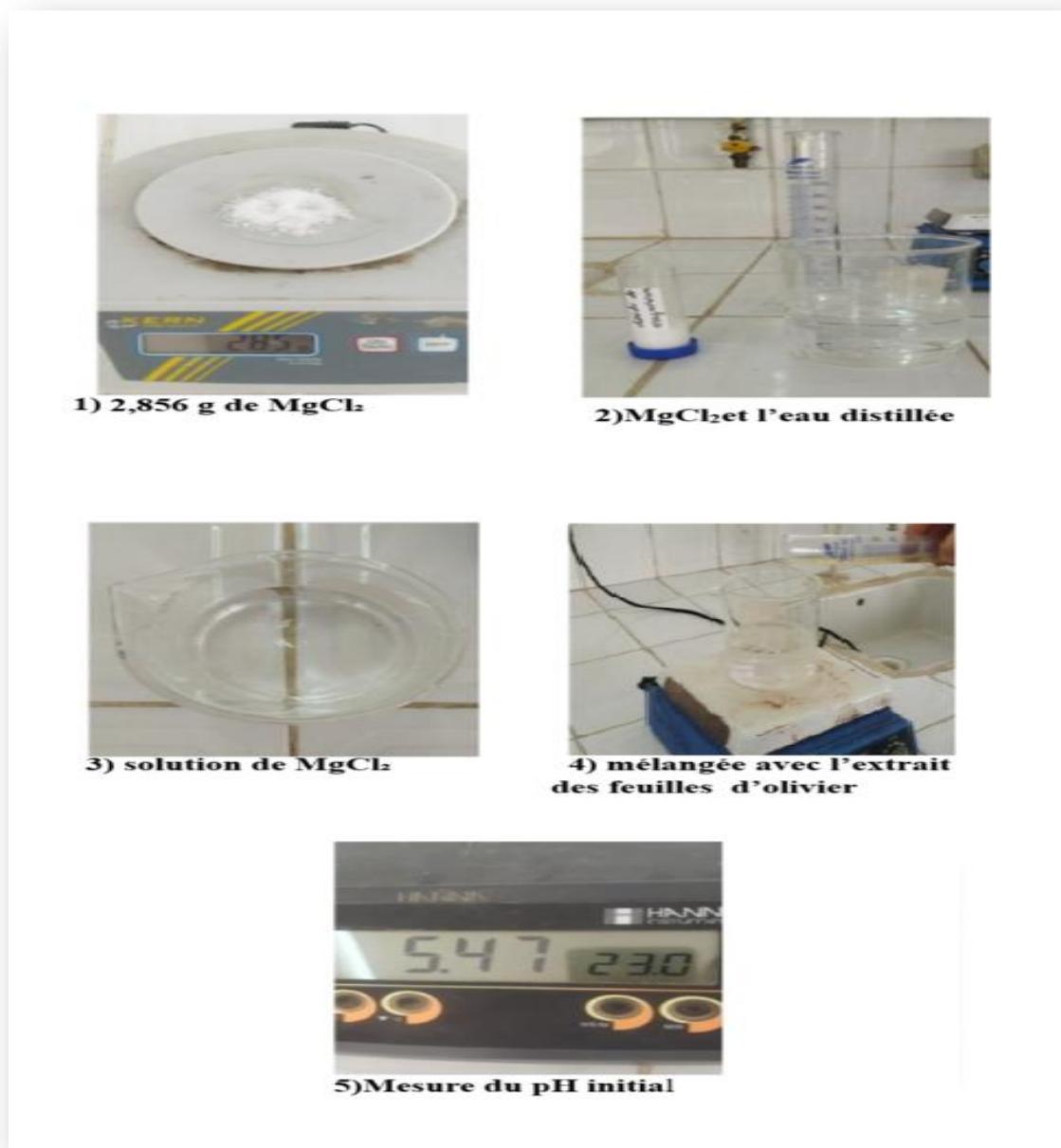


Figure. II.3.Préparation de la solution de MgCl₂.

II.3.2.3.Précipitation du V-MgO

Le mélange obtenu a été transféré sur une plaque chauffante équipée d'une agitation magnétique réglée à 400 rpm, conformément aux procédures internes. Il a ensuite été porté à une température de 70 °C, en respectant les paramètres de cuisson définis. Une solution de NaOH à 0,1 N ensuite été ajoutée goutte à goutte pendant une heure, avec un suivi continu du pH jusqu'à l'obtention d'un milieu basique (pH = 11,64). Au cours de cette étape, nous avons constaté une modification de la couleur de la solution, qui est progressivement devenue orange. Cette transformation s'est accompagnée d'une légère augmentation de la viscosité et de la formation d'un précipité solide.

Chapitre .II : Partie pratique

Dans lecontinuité du processus, une homogénéisation thermique a été effectuée durant une seconde heure, garantissant ainsi une distribution uniforme de la température dans l'ensemble du milieu réactionnel [60°C-70°C]. À la fin de cette étape, la formation du MgO a été confirmée par l'apparition visible du précipité.

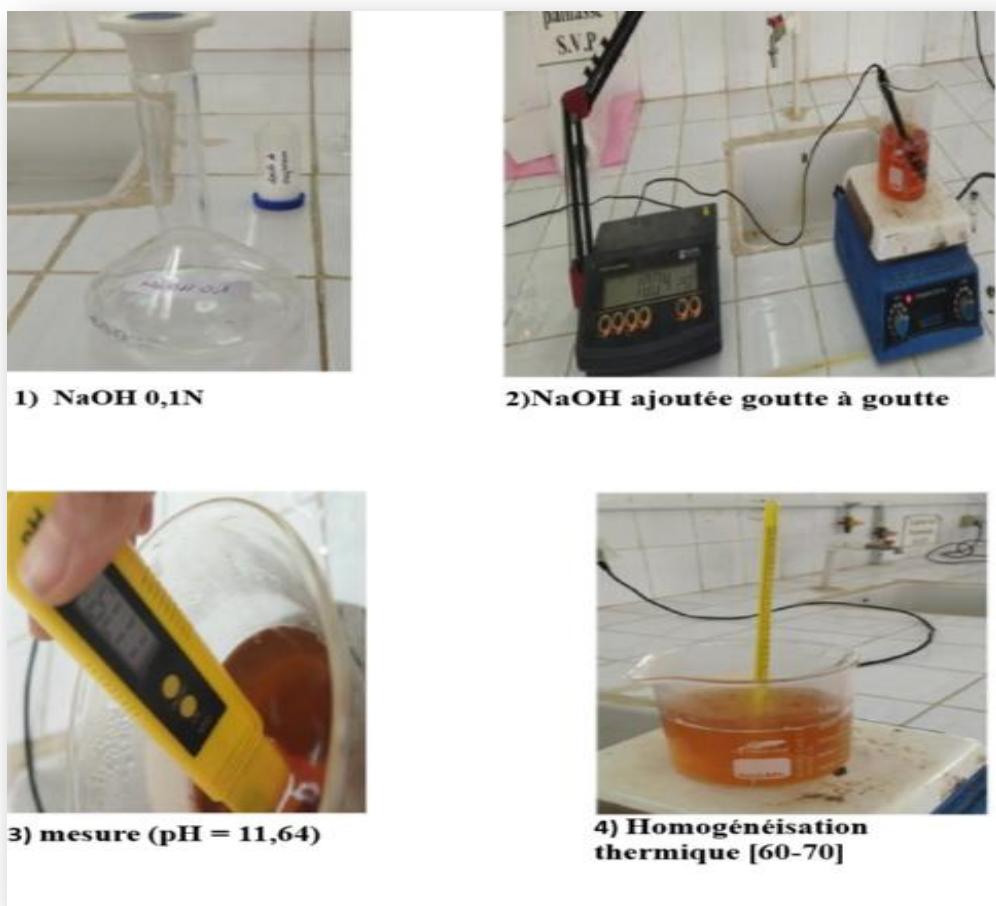


Figure.II.4. Étapes de Précipitation du V-MgO.

II.3.2.3. Séparation des précipités V-MgO par centrifugation :

Après la formation du précipité de Mg(OH)₂, une centrifugation a été réalisée à 3000 tours par minute pendant 15 minutes afin de séparer la phase solide du surnageant. Le filtrat a été éliminé, tandis que le précipité solide a été récupéré pour subir un traitement thermique.

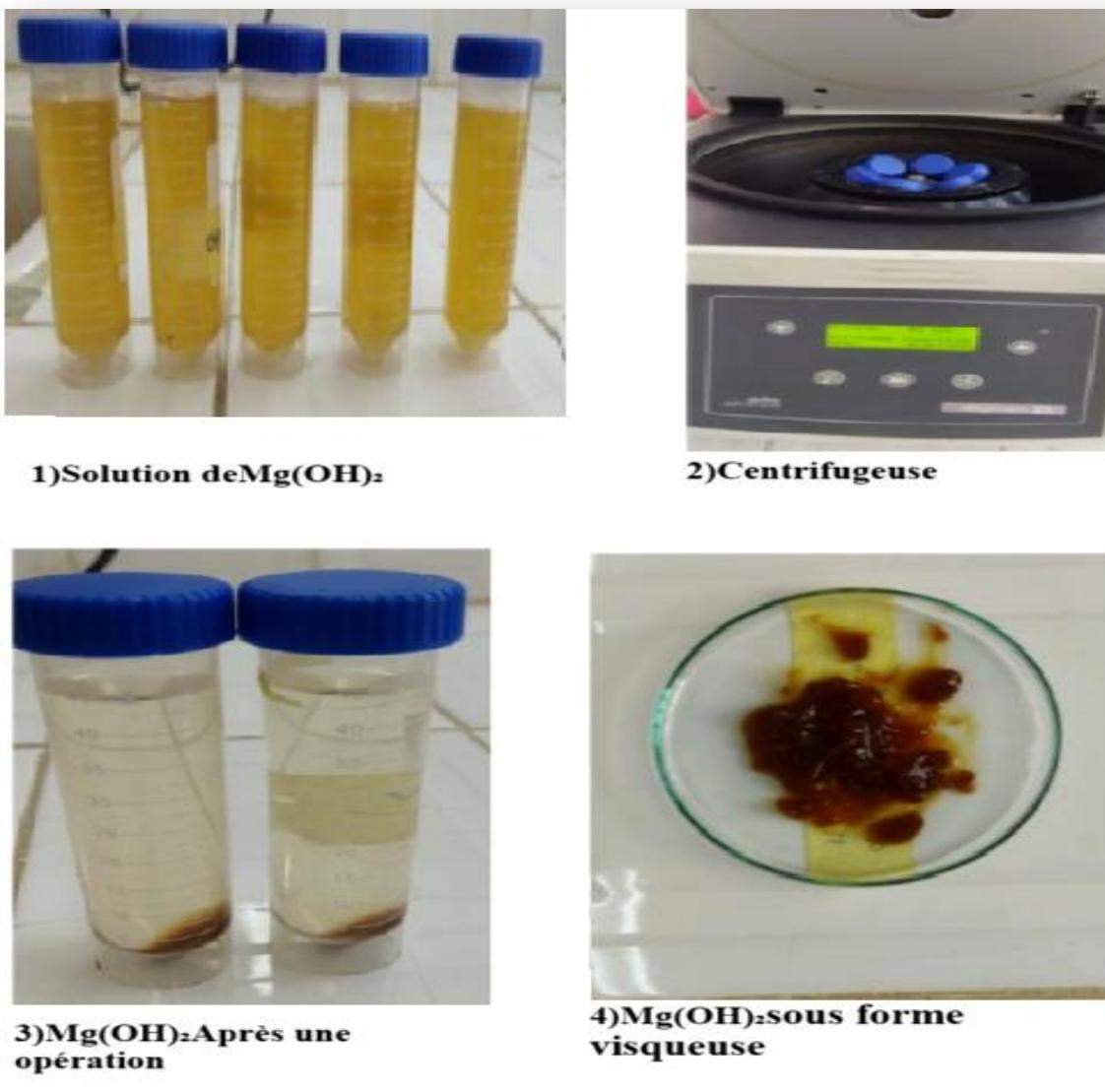


Figure.II.5. Procédé de séparation du V-MgO de l'eau à l'aide d'une centrifugeuse.

II.3.2.4.Séchage préliminaire en étuve de V-MgO

Le précipité obtenu a été transféré dans des boîtes de Pétri, puis placé dans une étuve à 100°C pendant 3 à 4 heures, afin d'éliminer l'humidité résiduelle.



Figure.II.6. Séchage de V-MgOsynthétisé à 100°C.

Figure.II.7. L'étuve.

II.3.2.5. Calcination de V-MgO

Après le séchage, l'échantillon a été introduit dans un four thermique à 500 °C pendant 30 min. Durant cette étape, le Mg(OH)₂ formé au cours de la précipitation subit une décomposition thermique selon la réaction suivante :



Ce processus thermique permet la conversion complète de l'hydroxyde de magnésium en oxyde de magnésium (MgO), avec libération de vapeur d'eau.



FigureII.8:L'échantillonV-MgO calciné.

FigureII.9:Four thermique.



Figure.II.10. V-MgO apres calcination .

II.3.2.6. Broyage de V-MgO

Après la calcination, l'échantillon obtenu a été laissé à refroidir à température ambiante. Ensuite, le produit calciné (V-MgO) a été broyé manuellement à l'aide d'un mortier et d'un pilon jusqu'à obtenir une poudre fine et homogène. Cette étape est essentielle pour augmenter la surface spécifique du matériau et améliorer ses performances catalytiques



Figure.II.11. V-MgO poudre finale.

II.3.3. Préparation du biochar (FVC)

II.3.3.1 Séchage

Séchage des feuilles d'olivier Après lavage à l'eau distillée, les feuilles d'olivier sont placées dans une étuve à 100°C pendant 12 heures afin d'éliminer toute l'humidité résiduelle.



Figure.II.12. Feuilles d'olivier sèches.

II.3.3.2 Broyage

Une fois séchées, les feuilles sont broyées à l'aide d'un broyeur électrique jusqu'à l'obtention d'une poudre fine, ce qui facilite leur transformation en biochar.



Figure.II.13. Feuilles d'olivier en poudre.

II.3.3.3 Pyrolyse du Biochar(FVC)

La poudre obtenue est placée dans un creuset avec couvercle pour limiter l'exposition à l'oxygène. Elle est ensuite chauffée dans un four thermique à 500°C pendant 4 heures, avec un taux de montée en température de 2°C par minute. Ce processus de carbonisation thermique permet la décomposition des matières organiques et la formation du biochar.



Figure.II.14:L'échantillon de feuilles d'olivier en poudre. **Figure.II.15:**Four thermique.

II.3.3.4 Refroidissement et broyage final

Après la pyrolyse, le biochar est laissé à refroidir à température ambiante, puis il est broyé à l'aide d'un mortier et d'un pilon jusqu'à obtention d'une poudre homogène.



FigureII.16. Broyage du FVC.

II.3.3.5 Activation du FVC à l'aide de Hcl

II.3.3.5.1 Préparation de la solution de Hcl à 0.01M

Pour préparer 52.11 ml de Hcl à 0.01M à partir d'une solution mère de 0.1M, les étapes suivantes sont suivies : Prélever 5.21 ml de Hcl à 0.1M. Ajouter 46.9 ml d'eau distillée pour atteindre le volume final de 52.11 ml.

II.3.3.5 .2 Activation du FVC

Peser 5.79 g de FVC et le placer dans un bécher de 100 ml. Ajouter 52.11 ml de la solution de Hcl 0.01M préparée précédemment. Laisser le mélange sous agitation continue pendant 2 heures pour assurer une interaction complète entre l'acide et le FVC. Après ce temps, laisser le mélange reposer avant la filtration.



FigureII.17Activation du biochar(FVC).

II.3.3.5.3 Filtration et lavage de FVC

Filtrer le mélange à l'aide d'un papier filtre et d'un entonnoir pour séparer le biochar(FVC) de la solution acide. Laver d'abord le FVC avec de l'eau distillée chaude à 100°C pour éliminer les impuretés solubles. Ensuite, le rincer avec de l'eau distillée froide pour stabiliser la structure poreuse. Mesurer le pH du filtrat, qui doit être compris entre 6 et 7. Si le pH est inférieur, continuer le lavage jusqu'à atteindre la neutralité.



FigureII.18. Filtration et lavage de FVC.

II.3.3.5.4 Séchage et broyage de FVC

Sécher le FVC dans l'étuve à 100°C pendant 24 heures afin d'éliminer toute humidité résiduelle. Après séchage, broyer le biochar à l'aide d'un mortier et d'un pilon jusqu'à obtenir une poudre fine. Conserver le produit final dans un récipient en verre hermétique pour éviter l'absorption d'humidité de l'air. Cette méthode permet une activation efficace du biochar, garantissant l'élimination des impuretés grâce à un lavage successif à l'eau chaude puis froide, optimisant ainsi ses propriétés physiques et chimiques.



Figure. II.19. Séchage, et broyage de FVC.

II.3.4. Procédé de combinaison du V-MgO/FVC

Deux échantillons composites ont été préparés en combinant du biochar activé (FVC) et du V-MgO dans des proportions respectives de 50/50 % et 25/75 %. Après pesée des composants, une petite quantité d'éthanol a été ajoutée afin de faciliter le mélange et d'assurer une meilleure homogénéisation. Le mélange obtenu a ensuite été broyé manuellement à l'aide d'un mortier et d'un pilon pendant 30 minutes. Enfin, les composites ont été laissés à sécher à température ambiante permettant l'évaporation complète de l'éthanol et assurant ainsi l'obtention d'un matériau homogène, les deux composites nommés **V-MgO/FVC0.5**, et **V-MgO/FVC0.25** prêt à être utilisé dans les tests de dégradation photocatalytique.

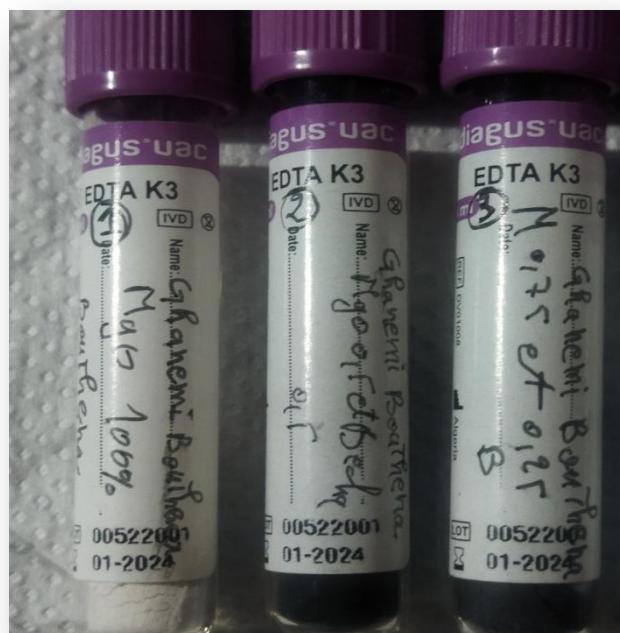


Figure.II.20.Les trois composites V-MgO,V-MgO/FVC0.5, et V-MgO/FVC0.25.

II.4. Techniques de caractérisation des précurseurs et des composites synthétisés

II.4.1. Analyse par diffraction des rayons X de V-MgO,V-MgO/FVC0.5, et V-MgO/FVC0.25

L'analyse structurale des échantillons synthétisés a été effectuée à l'aide d'un diffractomètre(voir Fig. II.21), employant un rayonnement Cu K α de longueur d'onde $\lambda =$

1,54060 Å. Les conditions opératoires ont été fixées à 40 kV pour la tension et 40 mA pour l'intensité. Les spectres de diffraction ont été enregistrés sur une plage angulaire 2θ allant de 10° à 90° , avec un pas de $0,03^\circ$.



Figure.II.21.Diffractomètre à rayons X[63].

II.4.2. Analyse par spectroscopie Infrarouge trois des composites

La spectroscopie FT-IR, une technique d'analyse fréquemment utilisée dans les domaines de la chimie organique et inorganique, permet de déterminer les groupements fonctionnels présents dans une substance donnée. Cette approche repose sur l'identification des bandes d'absorption vibrationnelle, exprimées en nombre d'ondes (cm^{-1}), qui sont des indicateurs de la nature des liaisons chimiques. L'acquisition du spectre s'effectue par le biais d'un traitement mathématique des données brutes, impliquant l'utilisation de la transformée de Fourier. Ce traitement permet de présenter soit la transmittance ($T = I/I_0$), soit l'absorbance ($A = -\log(T)$).

Dans le cadre de cette étude, les mesures ont été effectuées à l'aide d'un spectromètre PerkinElmer Spectrum Two (Fig. II.22)

qui opère dans une plage spectrale s'étendant de 500 à 4000 cm^{-1} , et qui permet une analyse approfondie des interactions moléculaires au sein des échantillons.



Figure.II.22. L'instrument deFT-IR[64].

II.4 Etude de la dégradation Photocatalytique de la Rhodamine-B

II.4.1. Protocole expérimentale

Dans un premier temps, une solution de colorant Rhodamine B a été préparée 5mg /l.

Ensuite, les échantillons ont été élaborés selon les étapes suivantes : Une masse de 0,1 g de chacun des composés suivants a été pesée : Oxyde de magnésium pur (V-MgO), Composite V-MgO/FVC avec 75 % de V-MgO et 25 % de FVC, Composite V-MgO-/FVC avec 50 % de V- MgO et 50 % de FVC.

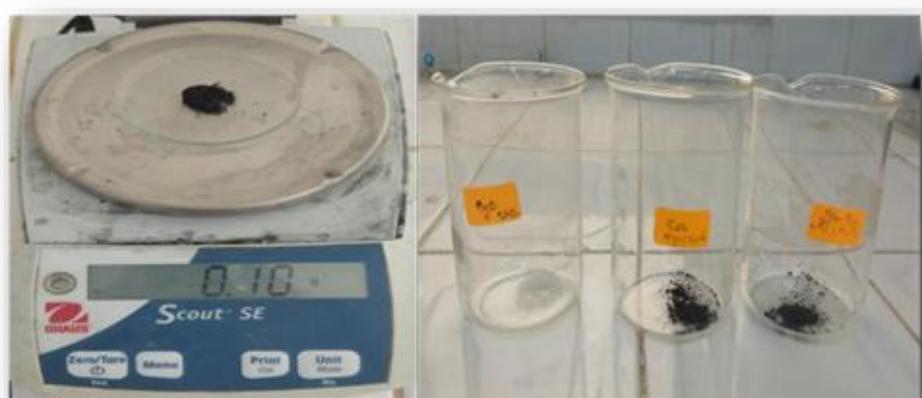


Figure.II.23 : Masse de 0,1 g de chacun des composés.

Chapitre .II : Partie pratique

Les quantités pesées ont été placées dans des bêchers séparés, puis 100 mL d'eau distillée ont été ajoutés à chacun. Après homogénéisation, 1 mL de la solution de Rhodamine B a été ajouté à chaque bêcher. Immédiatement après l'ajout du colorant, un premier échantillon (noté 0) a été prélevé avant le début de l'agitation, en veillant à réaliser toutes les manipulations dans l'obscurité afin d'éviter toute réaction photo-induite. Les échantillons ont ensuite été placés sur un agitateur magnétique sous agitation continue, toujours à l'abri de la lumière solaire. Après 10 minutes d'agitation, un deuxième échantillon (noté 1) a été prélevé. Chaque échantillon prélevé a été filtré à l'aide d'un filtre à seringue et collecté dans un tube propre afin de le préparer pour l'analyse. Par la suite, les échantillons ont été exposés à la lumière solaire naturelle.(voir Fig. II.25)



Figure.II.24 : les échantillons ont été exposés à la lumière solaire naturelle.

Des prélèvements supplémentaires ont été effectués toutes les 10 minutes pendant une durée totale de deux heures, de **9 :30 à 11 :30 le 28 avril 2025**, en suivant la même procédure de filtration et de collecte, afin de suivre l'évolution de la décoloration au cours du temps.



Figure.II.25 : Filtre à seringue de 0.22µm.

Chapitre .II : Partie pratique

L'efficacité de la dégradation a été calculée à l'aide de l'équation eq.II.1 :

$$R \% = [1 - (C_t / C_0)] \times 100\% = [1 - (A_t / A_0)] \times 100\% \text{eq.II.1}$$

Dans cette formule, (C_0) fait référence à la concentration initiale de Rh-B tandis que (A_0) désigne l'absorbance initiale. (C_t) et (A_t) correspondent respectivement à la concentration et à l'absorbance du Rh-B au moment (t) durant le processus de photocatalyse. Le chiffre (R) illustre l'efficience de la photodégradation en pourcentage.

II.4.2. Courbe d'étalonnage

L'étalonnage, étape cruciale du processus, permet la mesure des contaminants par analyse spectrophotométrique. Cette représentation s'effectue en fonction de la concentration, dont la représentation est effectuée sur l'axe X, par rapport à la réponse mesurée, dont la représentation est effectuée sur l'axe Y. Une mise au point linéaire est effectuée entre ces deux éléments (voir la Fig. II.24), où Abs désigne l'absorbance, c représente la concentration (en mg/l) et m symbolise la pente ajustée, qui correspond au coefficient d'extinction molaire selon la loi de Beer-Lambert.

Représente le spectre d'absorption de la solution de colorant RhB à une concentration de 5mg/L, en l'absence d'un catalyseur. L'analyse des résultats a permis de déterminer que l'onde d'absorption maximale se situe à 554 nm. L'étalonnage a été effectué en utilisant une série de concentrations qui varie de 0 à 5 mg/L.

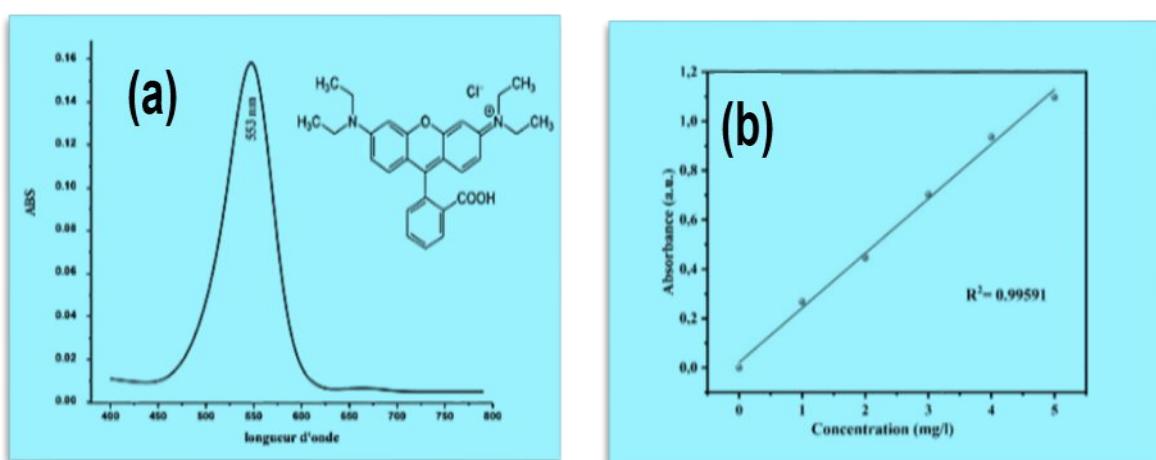


Figure..II.26 : le spectre d'absorption de la solution de colorant RhB.

II.4.3.Cinétique

Dans le domaine de la photocatalyse hétérogène, le mécanisme réactionnel est souvent décrit comme étant contrôlé de manière cinétique par la diffusion de la poudre initiale dans la phase liquide. Cette approche repose sur le modèle de réaction du type Langmuir-Hinshelwood ou pseudo-premier ordre (a).

$$d[A] = -k dt \quad (a)$$

En postulant que, initialement, à $t=0$, la concentration est égale à $[A_0]$, il est possible d'en déduire qu'elle évolue vers $[A]$ à l'instant t . Dans le cadre d'un processus de premier ordre, l'évolution temporelle de la concentration du réactif est exprimée par la relation suivante :

$$[A](t) = [A_0] \cdot \exp^{(-kt)}$$

Cette formule permet de déterminer la constante de vitesse de réaction (k) en représentant $\ln[A]$ en fonction du temps. Cette détermination s'effectue à partir de l'analyse de l'inclinaison de la courbe.

II.5. Conclusion

Ce chapitre a conduit à l'élaboration d'une méthode de synthèse respectueuse de l'environnement, simple et performante, pour la préparation de composites contenant du V-MgO et du biochar (FVC) à partir de feuilles d'olivier, mettant ainsi en valeur une ressource locale largement disponible. Les phases détaillées de préparation, de caractérisation et d'activation ont été minutieusement exposées dans le but de produire des matériaux catalytiques efficaces. Le but principal était d'évaluer leur compétence à décomposer la Rhodamine B, un polluant modèle, dans des conditions photocatalytiques. Les résultats escomptés devraient valider le potentiel de ces composites pour des applications durables sur le plan environnemental.

CHAPITRE

.III: Résultats et discussions

III.1. Introduction

Dans cette étude, nous nous focalisons sur la dégradation photocatalytique de la Rhodamine B (RhB), un colorant organique largement utilisé dans les industries textiles et connu pour sa toxicité. Afin de proposer une solution efficace et durable pour l'élimination de ce polluant, nous avons élaboré des composites photocatalytiques innovants à base d'oxyde de magnésium (V-MgO) obtenu par synthèse verte (par feuilles d'olivier) et de biochar dérivé de feuilles d'olivier aussi.

Trois types de matériaux ont été étudiés : le MgO pur (nommé V-MgO), le MgO dopé avec 25 % de biochar (V-MgO/FVC25) et le MgO dopé avec 50 % de biochar (V-MgO/FVC50), afin d'évaluer l'influence du taux d'incorporation du biochar sur les performances photocatalytiques. Ces composites ont été testés pour la dégradation de la RhB en solution aqueuse sous irradiation solaire, en tenant compte de différents paramètres expérimentaux tels que l'énergie de gap, la cinétique de dégradation, la concentration initiale de RhB.

L'objectif de cette recherche est de mieux comprendre les mécanismes impliqués dans la photocatalyse et d'optimiser la formulation de ces matériaux composites, dans une optique de valorisation des ressources locales et de développement de solutions environnementales durables pour le traitement des eaux usées industrielles.

III.2. Caractérisation des composites V-MgO, V-MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50

III.2.1. Diffraction des rayons X (DRX) de V-MgO, V-MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50

Le diagramme de diffraction des rayons X (DRX) des trois composites – V-MgO, V-MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50 met en évidence l'impact de l'incorporation du biochar sur la structure cristalline du MgO. Pour le V-MgO pur, les pics intenses et bien définis situés à des angles caractéristiques (notamment à $2\theta \approx 36,8^\circ, 42,8^\circ, 62,2^\circ$) sont attribués aux plans cristallins (111), (200) et (220) du MgO cubique (PDF# 45-0946), confirmant une cristallinité élevée. L'ajout de 25 % de biochar (V-MgO/FVC25) induit un léger élargissement des pics et une diminution de leur intensité, témoignant d'une réduction de la cristallinité due à l'introduction d'une phase amorphe. Aucun nouveau pic n'apparaît, ce qui indique que le biochar n'a pas formé de nouvelle phase cristalline détectable par

Chapitre. III : Résultats et discussions

DRX[65]. Lorsque la teneur en biochar atteint 50 % (V-MgO/FVC50), cette tendance s'accentue : les pics deviennent encore plus larges et moins intenses, traduisant une cristallinité plus faible. Ces observations suggèrent que l'augmentation progressive du biochar perturbe la structure ordonnée du MgO, probablement en raison d'interactions interfaciales fortes[66]. Ce désordre cristallin contrôlé peut être bénéfique en photocatalyse, car il favorise la dispersion des phases, la création de défauts structuraux et l'augmentation de la surface active du matériau. Dans les composites V-MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50 (issu de feuilles d'olivier), Les pics supplémentaires observés dans la région de 2θ comprise entre 46° et 49° peuvent raisonnablement être attribués à la formation de **forstérite (Mg_2SiO_4)** en tant que phase secondaire(cause de la présence de SiO_2 dans les feuilles d'olivier)[67]. Ce phénomène est appuyé par l'étude de **Sembiring et al [68]**. qui a mis en évidence la formation de forstérite à partir de **MgO** et de **SiO₂** issus de cendres de balle de riz lors de traitements thermiques à haute température. L'analyse DRX confirme que l'incorporation du biochar dans la matrice MgO perturbe légèrement la structure cristalline, entraînant une réduction de la cristallinité sans pour autant former de nouvelle phase cristalline détectable. Cette évolution structurale, souvent observée dans les composites hybrides, peut jouer un rôle bénéfique en photocatalyse, notamment en favorisant la dispersion des phases et en augmentant la surface active disponible.

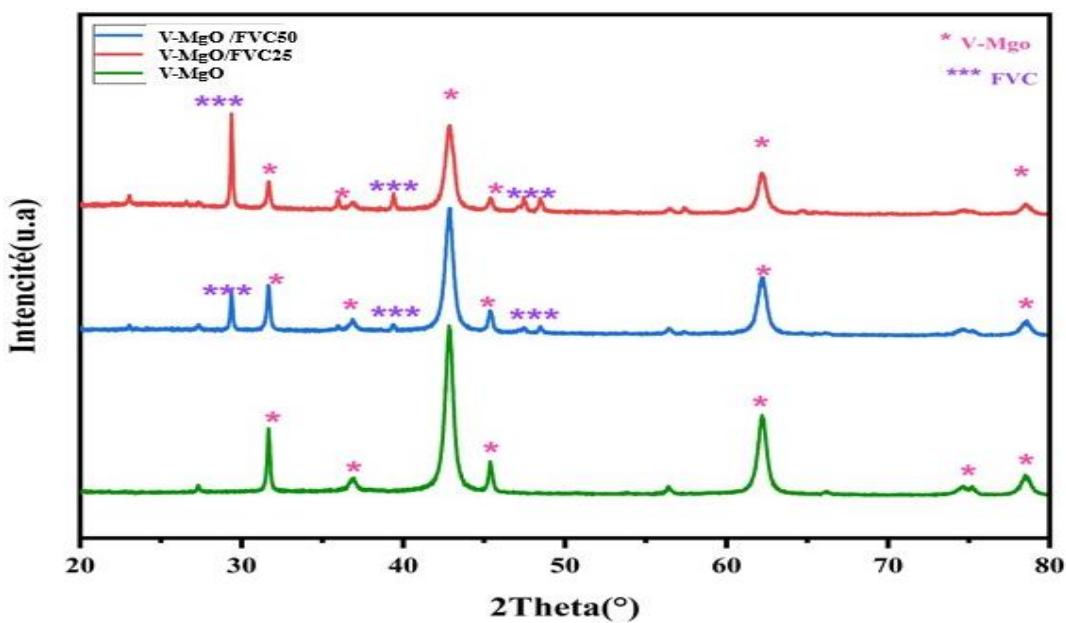


Figure.III.1.Diffraction des rayons X (DRX) de V-MgO, V-MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50

Chapitre. III : Résultats et discussions

III.2.2. Analyse par spectroscopie infrarouge (FTIR) de V-MgO, V-MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50

La figure III.1 Présente une comparaison des spectres infrarouges des échantillons V-MgO, V-MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50, révélant l'évolution des groupes fonctionnels présents en fonction de la composition :

- A 3400 cm^{-1} : on observe une bande large attribuée aux vibrations d'elongation – **OH** (groupes hydroxyles ou humidité adsorbée). Cette bande devient plus intense avec l'augmentation du biochar, indiquant une plus grande hydrophilie ou présence de groupes fonctionnels oxygénés issus du biochar.
- A 1600 cm^{-1} : correspond aux vibrations de flexion de l'eau adsorbée (**H–O–H**), également plus marquées dans les échantillons dopés[69].
- Entre $1400\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$: on observe plusieurs bandes, généralement associées à :
 - Groupes carbonates **CO₃²⁻** (environ $1410\text{--}1450\text{ cm}^{-1}$),
 - Groupes **C–O** ou **C–O–C** issus du biochar (intensifiés dans D et F),
 - Ces bandes sont clairement plus intenses pour les échantillons dopés, traduisant l'apport des fonctions carbonées du biochar.
- Vers $500\text{--}800\text{ cm}^{-1}$: bandes typiques des vibrations de liaisons **Mg–O**. Ces bandes peuvent être légèrement déplacées ou élargies dans les échantillons dopés, signe d'une interaction structurale entre MgO et les composants du biochar[69].

L'évolution des spectres FTIR montre que l'introduction progressive du biochar dans la matrice MgO modifie significativement la signature vibrationnelle du matériau. L'intensification des bandes liées aux groupes hydroxyles, carbonates et **C–O** confirme l'incorporation du biochar et suggère l'apparition de nouveaux sites fonctionnels susceptibles de jouer un rôle actif dans les réactions de photocatalyse.

Les résultats FTIR, en révélant une surface fonctionnalisée riche en groupes hydroxyles et des interactions fortes entre MgO et le biochar, suggèrent une potentialité accrue pour la photocatalyse, notamment en termes d'adsorption des polluants et de génération de radicaux oxydants[70].

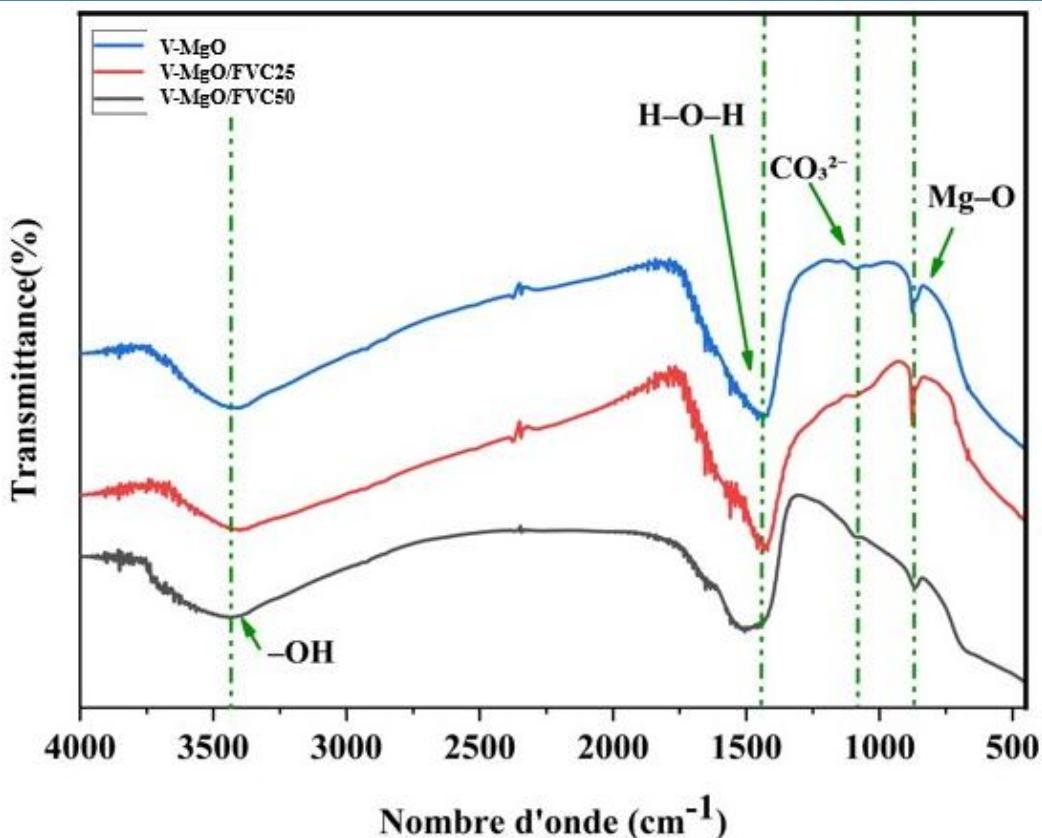


Figure.III.2 Spectres infrarouges de V-MgO, V-MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50.

III.3. Tests de dégradation photocatalytique de V-MgO, et les composites V-MgO/FVC25 et V-MgO/FVC50

L'activité photocatalytique des trois catalyseurs V-MgO, V-MgO@FVC25 et V-MgO/FVC50a été évaluée en mesurant la dégradation du Rh-B dans une solution aqueuse (concentration initiale de Rh-B = 5 mg/L, masse de biocatalyseur = 0,1 g, pH moyen = 6,67). Avant l'expérience de dégradation photocatalytique, la détermination de l'adsorption du Rh-B sur les échantillons a été effectuée en évaluant la concentration de Rh-B après une durée de contact de 10 minutes dans l'obscurité et 120min sous l'irradiation solaire. Les spectres UV-Visible de la dégradation photocatalytique de RhB sur V-MgO, V-MgO/FVC25, et V-MgO/FVC50 sont présentés dans la figure.III.3, indiquant une réduction continue de la concentration du RhB. Cette diminution régulière de l'absorbance maximale reflète l'activité photocatalytique de ces catalyseurs. Le taux de dégradation maximal est : 57.33%, 88.7%, et 95.9% pour V-MgO, V-MgO/FVC25, et V-MgO/FVC50 respectivement.

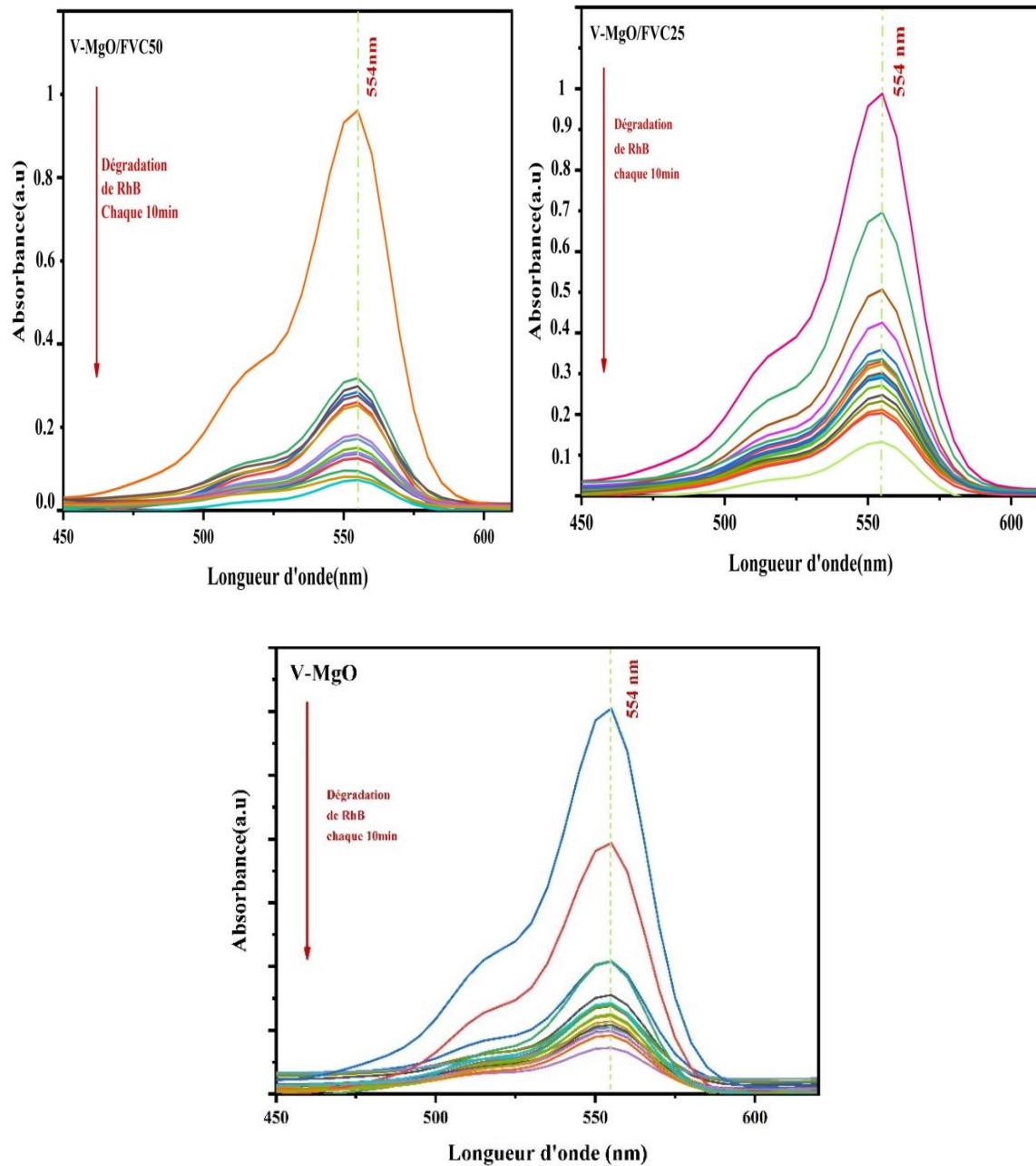


Figure.III.3.Les spectres UV-Visible de la dégradation photocatalytique de RhB sur V-MgO, V-MgO/FVC25, et V-MgO/FVC50.

III.4.Cinétique de dégradation photocatalytique

Les performances photocatalytiques des matériaux V-MgO, V-MgO/FVC25 et V-MgO@FVC50 ont été évaluées sous irradiation solaire. Les résultats, présentés sur la

Chapitre. III : Résultats et discussions

Figure Figure.III. qui illustrent clairement l'efficacité accrue des matériaux V-MgO, V-MgO/FVC25, et V-MgO /FVC50.

Sous irradiation solaire, le V-MgO@FVC50 a démontré la meilleure capacité de dégradation du Rhodamine B (RhB), avec une réduction significative de la concentration résiduelle (C/C_0) dès les premières minutes. Ce composite a maintenu une efficacité élevée tout au long de l'expérience, atteignant une valeur finale de 95.9%. Le V-MgO@FVC25 a également montré une bonne performance 88.7%. En revanche, le V-MgO pur a affiché une efficacité moins marquée, avec une diminution progressive mais moins rapide de la concentration résiduelle du RhB avec un taux de 57.33%. Ces résultats sont calculés à l'aide de la formule suivante :

Taux de dégradation (%)=[(C_0-C_t)/ C_0]×100, Avec :

C_0 : Concentration initiale de rhodamine B (5mg/L)

C_t : Concentration à $t = [10\text{min}-120 \text{ min}]$

Ces résultats soulignent l'importance du dopage avec du biochar (FVC) pour améliorer les propriétés photocatalytiques des matériaux V-MgO, avec une efficacité maximale observée pour le V-MgO@FVC50.

L'efficacité cinétique augmente dans l'ordre :

V-MgO<V-MgO@FVC25<V-MgO@FVC50

Cela montre que l'ajout du composant FVC améliore la performance photocatalytique, peut-être grâce à :

- Une meilleure surface spécifique
- Une synergie entre V-MgO et FVC
- Moins de recombinaison des paires e^-/h^+

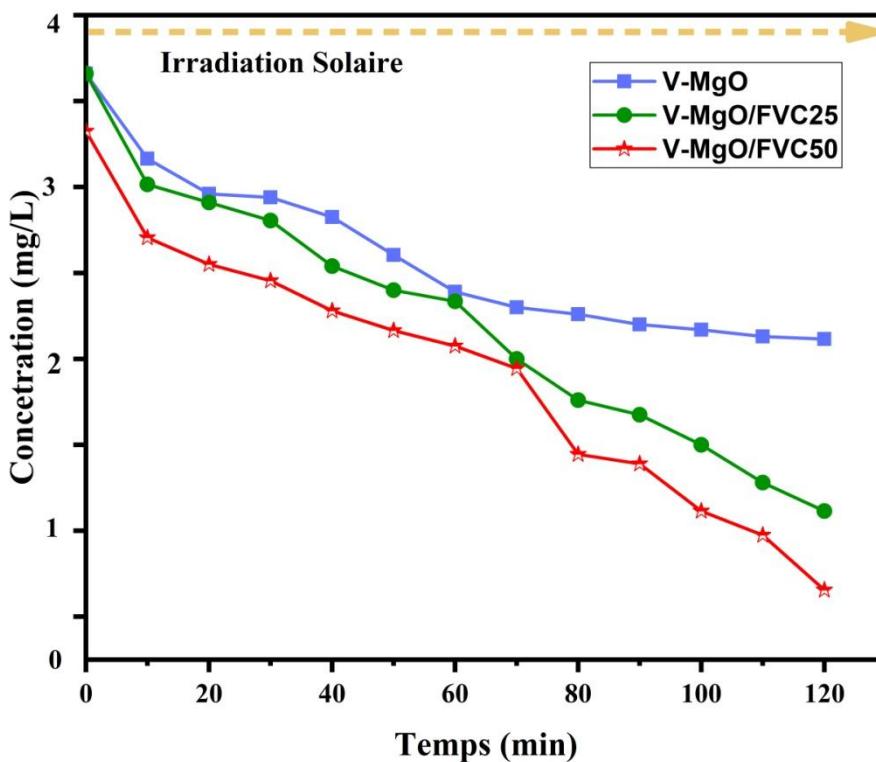


Figure.III.4.L'effet du temps de contact (120 min) sur la dégradation de RhB par V-MgO, V-MgO@FVC25, et V-MgO@FVC50.

III.4.1. Cinétique par ajustement non-linéaire de modèle pseudo-premier ordre

L'étude cinétique de la dégradation du polluant par les composites V-MgO, V-MgO@FVC25 et V-MgO@FVC50 a été réalisée en appliquant le modèle du pseudo-premier ordre. Les résultats de l'étude révèlent des différences significatives dans les comportements d'ajustement en fonction de la nature du composite.

Le modèle cinétique de V-MgO est de type pseudo-premier ordre, mais nécessite un ajustement non linéaire pour décrire adéquatement l'évolution de la concentration en fonction du temps. En revanche, les composites V-MgO@FVC25 et V-MgO@FVC50 présentent un ajustement linéaire très satisfaisant, avec des valeurs de R^2 supérieures à 0,99. Cette observation suggère que le processus de dégradation suit une cinétique de pseudo-premier ordre, dans un régime où la réaction est principalement contrôlée par la vitesse de photodégradation.

L'équation utiliser pour le V-MgOest la suivante :

$$C = A * \exp(-k * t) + E$$

Avec:

k: constante de vitesse(min⁻¹).

A: l'amplitude initiale(mg/l).

E : l'ordonnée à l'origine(mg/L).

L'équation utiliser pour le V-MgO@FVC25 et V-MgO@FVC50 est la suivante :

$$-\ln\left(\frac{C_t}{C_0}\right) = kt$$

Où

C_t : La concentration résiduelle de Rh-B à un instant t (mg/L).

C₀ : La concentration au début de la réaction Rh-B (mg/L).

k : La constante de vitesse apparente de la dégradation du matériau.

t : La durée de la réaction photocatalytique (min).

Chapitre. III : Résultats et discussions

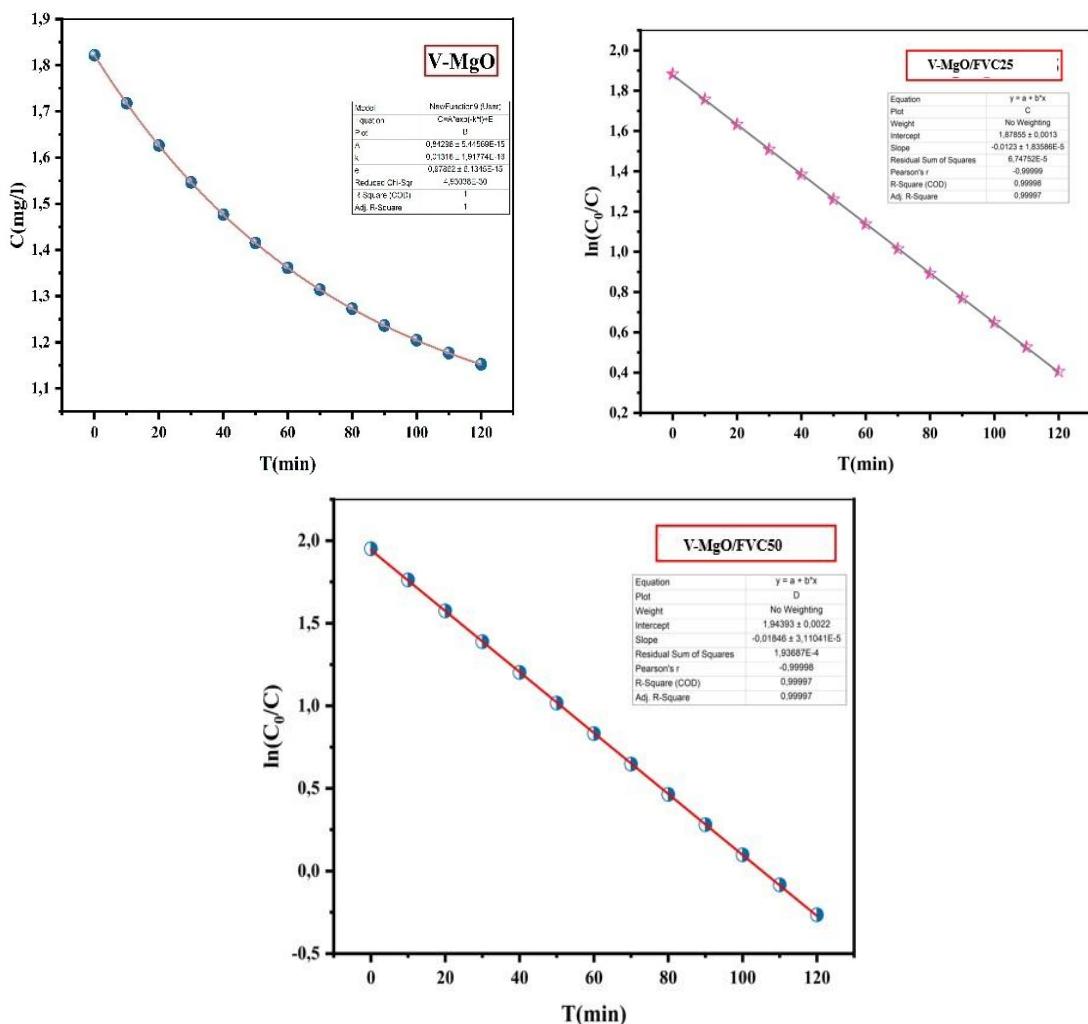


Figure.III.5.La cinétique par ajustement linéaire et non-linéaire de modèle pseudo-premier ordre pour les catalyseurs.

Les valeurs de K sont résumées dans le tableau.III.1

Tableau.III.1.Les valeurs de K.

Catalyseur	Equation utilisé	K (min ⁻¹)	R ²	Remarques
V-MgO	$C = A * \exp(-k * t) + E$	0.0073	0.999	Courbe exponentielle bien ajustée
V-MgO@FVC25				

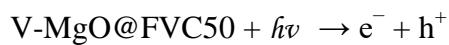
Chapitre. III : Résultats et discussions

	$-\ln\left(\frac{Ct}{C_0}\right) = kt$	0.0139	0.9966	Ajustement linéaire très bon
V-MgO@FVC25		0.0164	0.9997	Meilleur ajustement, cinétique plus rapide

III.5. Mécanisme proposé de la photocatalyse

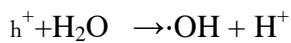
Le biochar, dont la structure est caractérisée par une porosité et des groupements fonctionnels en surface, présente la capacité de piéger les électrons. Cette propriété contribue à prolonger la durée de vie des charges séparées, réduisant ainsi la recombinaison e^-/h^+ . Dans le cadre de cette étude, il a été observé que le comportement synergique entre le MgO et le biochar conduisait à une production accrue d'espèces réactives de l'oxygène. Cette augmentation a pour effet de renforcer l'activité photocatalytique globale du composite.

Sous irradiation solaire ou UV-visible, le photocatalyseur (V-MgO@FVC50) absorbe des photons si l'énergie est supérieure ou égale à son énergie de bande interdite (E_g) :



Donc la formation d'une paire électron-trou (e^- dans la bande de conduction, h^+ dans la bande de valence)

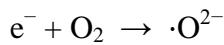
Le trou (h^+) peut oxyder l'eau ou les groupes hydroxyles présents à la surface :



ou :



L'électron (e^-) peut réduire l'oxygène dissous :



Chapitre. III : Résultats et discussions

Les radicaux $\cdot\text{OH}$ et $\cdot\text{O}_2^-$ attaquent les molécules de RhB, provoquant leur **déchromatisation** (perte de couleur) puis leur **minéralisation** selon la réaction



III.6. Conclusion

Dans le cadre de cette étude, l'effet dopant du biochar (FVC) sur les propriétés physico-chimiques et photocatalytiques de l'oxyde V-MgO a été investigué. L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) a permis de confirmer la formation d'une structure cristalline de type pérovskite pour les échantillons V-MgO@FVC25 et V-MgO@FVC50, avec une organisation cubique caractéristique. Les spectres infrarouges (FT-IR) ont quant à eux apporté des éléments précieux concernant la composition moléculaire ainsi que la nature des liaisons chimiques intervenant dans ces systèmes.

L'évaluation des mécanismes photocatalytiques a révélé une activité significative sous irradiation lumineuse, mettant en évidence la génération d'espèces radicalaires actives jouant un rôle clé dans les processus de dégradation des polluants. Ces résultats suggèrent un potentiel prometteur pour des applications environnementales, notamment dans le traitement des eaux, ainsi que dans le domaine de la production d'énergie propre.

Cette recherche s'inscrit dans une démarche de développement durable, visant à concevoir des matériaux efficaces, stables et peu onéreux, tout en minimisant leur impact écologique. À travers une approche innovante, des efforts sont entrepris pour optimiser les performances catalytiques et simplifier les protocoles de synthèse afin de faciliter un transfert technologique vers des applications industrielles à grande échelle.

Conclusion générale

Conclusion générale

Conclusion générale

La pollution des ressources en eau par des contaminants organiques persistants constitue aujourd’hui une problématique environnementale majeure, avec des impacts directs sur la santé humaine et les écosystèmes. Dans cette optique, le développement de solutions innovantes, durables et peu coûteuses pour le traitement des eaux usées est devenu une priorité à l’échelle mondiale.

Le présent travail s’inscrit dans cette démarche en explorant la synthèse et l’évaluation d’un composite photocatalytique hybride à base d’oxyde de magnésium (MgO) et de biochar, obtenu à partir de feuilles d’olivier une ressource locale, renouvelable et peu valorisée. L’approche utilisée repose sur une méthode de synthèse verte, simple, économique et respectueuse de l’environnement, renforçant l’intérêt de cette étude dans un cadre de valorisation de la biomasse.

L’analyse FTIR a révélé la présence de groupes fonctionnels tels que O–H, C=C et C–O dans le biochar, tandis qu’une bande caractéristique autour de 500 cm^{-1} indique la présence de la liaison Mg–O, ce qui constitue une preuve claire de la formation réussie du composé MgO . Ces groupes favorisent les interactions de surface et participent à la génération des espèces réactives impliquées dans la photocatalyse. L’analyse DRX a confirmé la cristallinité du MgO et la formation homogène du composite. Ces résultats valident la réussite du processus de synthèse et l’intégration efficace du biochar au sein de la matrice minérale.

Les performances photocatalytiques ont été évaluées à travers la dégradation de la rhodamine-B sous irradiation solaire naturelle. Les résultats obtenus démontrent une efficacité remarquable, atteignant jusqu’à 95,9% d’élimination pour les composites hybrides, et 57,33 % pour le MgO seul. Cette amélioration nette traduit une synergie effective entre les propriétés adsorbants du biochar et l’activité photocatalytique du MgO .

Au-delà de ses performances, ce matériau se distingue par son faible coût de production, sa disponibilité à grande échelle, et son caractère respectueux de l’environnement, ce qui le rend particulièrement prometteur pour des applications réelles en traitement des eaux, notamment dans les régions à ressources limitées.

Ce travail ouvre ainsi plusieurs perspectives de recherche :

- ✓ L’étude plus approfondie de la bande interdite par spectroscopie UV-Visible pour comprendre les propriétés optoélectroniques du composite.

Conclusion générale

- ✓ L'utilisation de piégeurs de radicaux pour élucider les mécanismes réactionnels intervenant dans la photocatalyse.
- ✓ L'optimisation des conditions opératoires (pH, concentration, temps, recyclabilité) pour une efficacité maximale.
- ✓ L'élargissement de l'application du composite à d'autres types de polluants organiques ou inorganiques, voire à d'autres domaines tels que la catalyse thermique, l'énergie ou la protection de l'environnement.

En fin de conclusion, les résultats obtenus sont positifs pour les solutions synthétisées, ce qui conduit à l'application de ce composite sur le terrain industriel.

Références

Références

- [1] La pollution de l'eau et des milieux, Eaufrance (n.d.). <https://www.eaufrance.fr/la-pollution-de-leau-et-des-milieux> (accessed February 27, 2025).
- [2] Udledning af regnvand fra cykelstier og veje mellem Andrup og Skads, Skads Andrup (2024). <https://www.skadsandrup.dk/2024/02/07/udledning-af-regnvand-fra-cykelstier-og-veje-mellem-andrup-og-skads/> (accessed February 27, 2025).
- [3] H. ES Saouini, Vulnerabilite A La Pollution Des eaux souterraines : Aspect dynamique et application a l'aquifere de R'MEL (Larache, Maroc), These de doctorat, Université Abdelmalek Essaadi., 2015.
<https://123dok.net/document/q5mn50v3-vulnerabilite-pollution-souterraines-aspect-dynamique-application-aquifere-larache.html> (accessed March 5, 2025).
- [4] Figure 2: Sources diffuses et ponctuelles de pollution des eaux de..., ResearchGate (n.d.). https://www.researchgate.net/figure/Sources-diffuses-et-ponctuelles-de-pollution-des-eaux-de-surface-par-les-micropolluants_fig5_322403030 (accessed March 5, 2025).
- [5] Meersens, Eau du robinet : origine et sources de pollution, Meersens (2022).
<https://meersens.com/eau-du-robinet-origine-et-sources-de-pollution/> (accessed March 5, 2025).
- [6] La pollution de l'eau | Surfrider Ocean Campus, (n.d.).
<https://fr.oceancampus.eu/cours/7Mc/la-pollution-de-leau> (accessed March 7, 2025).
- [7] L34.pdf, (n.d.). <https://www.nios.ac.in/media/documents/313courseE/L34.pdf> (accessed February 27, 2025).
- [8] G. Sbai, K. Oukili, M. Loukili, Etude de la dégradation des colorants de textile application sur le Bleu de Méthylène, (2016) 273.
- [9] S. Hammami, Étude de dégradation des colorants de textile par les procédés d'oxydation avancée. Application à la dépollution des rejets industriels, Thèse pour obtenir le grade de Docteur, l'Université Paris-Est et Tunis El Manar, 2008.
- [10] E. Universalis, Colorants : Classification des colorants, Encyclopædia Universalis (2025). <https://www.universalis.fr/encyclopedie/colorants/5-classification-des-colorants/> (accessed March 1, 2025).
- [11] Sumana, La coloration des section mince, SlideServe (2014).
<https://www.slideserve.com/sumana/la-coloration-des-section-mince> (accessed March 7, 2025).

Références

- [12] La vie simple: Autopsie : les colorants azoïques, (n.d.).
<http://sunylechevelee.blogspot.com/2016/03/autopsie-les-colorants-azoiques.html>
(accessed April 27, 2025).
- [13] ALL ABOUT DYEING::Acid dyes deffination classifiction characters structure, (n.d.). http://www.allaboutdyeing.20m.com/acid_dyes.html (accessed April 27, 2025).
- [14] A. Bahloul, Synthèse assistée par micro-ondes, caractérisation et applications de nanoparticules de cuivre, et étude de la relation structure-activité antioxydante d'amides d'acide phénolique, THÈSE En Vue de l'Obtention du Diplôme de Doctorat en Troisième Cycle, Université 8 Mai 1945 Guelma, 2023.
- [15] Les Pigments naturels, (n.d.). <https://www.kloranebotanical.foundation/larobotanique/dossiers/plantes-colorantes/les-pigments-naturels> (accessed April 27, 2025).
- [16] Xanthene 92-83-1 | Tokyo Chemical Industry Co., Ltd.(APAC), (n.d.).
<https://www.tcichemicals.com/PH/en/p/X0003> (accessed April 27, 2025).
- [17] W. Mme Lemlikchi, Elimination de la pollution des eaux industrielles par differents procedes d'oxydation et de co-precipitation, Thesededoctorat, Universitemouloudmammeritiziouzou, 2012.
- [18] Admin, Rhodamine-B, Tnpsc study (2024). <https://tnpscstudy.com/tnpsc/rhodamine-b/> (accessed March 23, 2025).
- [19] Rhodamine B ≥95% (par HPLC), Sigma-Aldrich®, VWR (n.d.).
<https://fr.vwr.com/store/product/4642648/rhodamine-b-95-par-hplc-sigma-aldrich>
(accessed March 23, 2025).
- [20] Rhodamine B Base Dye, Indiamart.Com (n.d.).
<https://www.indiamart.com/proddetail/rhodamine-b-base-dye-26465868188.html>
(accessed March 23, 2025).
- [21] Rhodamine B - Définition et Explications, Techno-Science.net (n.d.).
<https://www.techno-science.net/glossaire-definition/Rhodamine-B.html> (accessed March 23, 2025).
- [22] B. Benalioua, Specialite : Genie des procedes, Le diplome de doctorat en-sciences, Universite abdelhamid ibn badis mostaganem, 2015.
- [23] Vaia, (n.d.). <https://app.vaia.com/> (accessed March 13, 2025).
- [24] I. Labib, Etude de la degradation sonophotocatalytique de deux colorants synthetiques dans l'eau, (n.d.).

Références

- [25] Photocatalysis Types, Mechanism And Applications - ChemistryDocs.Com, (2025).
<https://chemistrydocs.com/photocatalysis-types-mechanism-and-applications/>
(accessed March 13, 2025).
- [26] B. Hashemi Hosseini, M. Paszkiewicz-Gawron, R.S. Varma, Y.-J. Xu, H.-Y. Hsu, J.C. Colmenares Quintero, Sono-photocatalysis for continuous-flow intensification: A disruptive strategy for lignocellulose valorization, Applied Catalysis O: Open 193 (2024) 206973. <https://doi.org/10.1016/j.apcato.2024.206973>.
- [27] Photocatalyseur : définition et explications, AquaPortail (n.d.).
<https://www.aquaportal.com/dictionnaire/definition/7019/photocatalyseur> (accessed March 13, 2025).
- [28] content.pdf, (n.d.). <https://dspace.ummtodz.dz/server/api/core/bitstreams/3b3d0c90-5f0e-40d4-aa9c-c1453df42f38/content> (accessed March 9, 2025).
- [29] S. Moorthy, D. Chinthakuntla, K. Rao, C. Viswanathan, Synthesis and Characterization of Mgo Nanoparticles by Neem Leaves through Green Method, Materials Today: Proceedings 2 (2015) 4360–4368.
<https://doi.org/10.1016/j.matpr.2015.10.027>.
- [30] A. Muhammin, H.E.A. Mohamed, K. Hkiri, A. Safdar, S. Azizi, M. Maaza, Green synthesis of magnesium oxide nanoparticles using Hyphaene thebaica extract and their photocatalytic activities, Sci Rep 14 (2024) 20135.
<https://doi.org/10.1038/s41598-024-71149-0>.
- [31] Gerbeaud, Le biochar, (2022).
<https://www.gerbeaud.com/jardin/fiches/biochar,2788.html> (accessed March 20, 2025).
- [32] Biochar : des promesses mais de quoi s'agit-il exactement ?, (2024).
<https://www.connaissancedesenergies.org/questions-et-reponses-energies/biochar-des-promesses-mais-de-quoi-sagit-il-exactement> (accessed March 19, 2025).
- [33] Biochar and its uses, Khethari (2024). <https://www.khethari.com/blogs/news/biochar-and-its-uses> (accessed March 20, 2025).
- [34] Qu'est-ce que le biochar, dit "charbon vert" ?, (n.d.). <https://greenly.earth/blog/guide-entreprise/qu-est-ce-que-le-biochar-dit-charbon-vert> (accessed March 20, 2025).
- [35] Biochar for wastewater treatment: Addressing contaminants and enhancing sustainability: Challenges and solutions, Journal of Hazardous Materials Advances 16 (2024) 100504. <https://doi.org/10.1016/j.hazadv.2024.100504>.

Références

- [36] V. Lévesque, M. Oelbermann, N. Ziadi, Biochar in temperate soils: opportunities and challenges, *Can. J. Soil. Sci.* 102 (2022) 1–26. <https://doi.org/10.1139/cjss-2021-0047>.
- [37] T.G. Ambaye, M. Vaccari, E.D. van Hullebusch, A. Amrane, S. Rtimi, Mechanisms and adsorption capacities of biochar for the removal of organic and inorganic pollutants from industrial wastewater, *Int. J. Environ. Sci. Technol.* 18 (2021) 3273–3294. <https://doi.org/10.1007/s13762-020-03060-w>.
- [38] adminmultimed, Le Biochar : tout ce qu'il faut savoir, *Terreau Plus* (2022).
<https://www.terreau-plus.com/tout-savoir-sur-le-biochar/> (accessed March 20, 2025).
- [39] B. Group, Le rôle du biochar sur le marché de l'élimination du dioxyde de carbone, Beston Group (2024). <https://www.bestongroup.com/fr/industry-news/biochars-role-in-carbon-dioxide-removal-market/> (accessed March 20, 2025).
- [40] Fig. 1. Schematic of multifaceted uses of biochar in various sector of..., ResearchGate (n.d.). https://www.researchgate.net/figure/Schematic-of-multifaceted-uses-of-biochar-in-various-sector-of-agriculture_fig5_333377879 (accessed March 20, 2025).
- [41] MgO - (AP Chemistry) - Vocab, Definition, Explanations | Fiveable, (n.d.).
<https://library.fiveable.me/key-terms/ap-chem/mgo> (accessed March 20, 2025).
- [42] Magnesium Oxide – Endeavour Industries Canada, (n.d.).
<https://www.endeavourindustries.ca/product/magnesium-oxide/> (accessed March 21, 2025).
- [43] MgO). An inorganic compound that occurs in nature as the mineral..., iStock (2021).
<https://www.istockphoto.com/photo/magnesium-oxide-an-inorganic-compound-that-occurs-in-nature-as-the-mineral-periclase-gm1296121694-389631958> (accessed March 21, 2025).
- [44] N.D. silva, Structure d'oxyde de magnésium, propriétés, nomenclature, utilisations, Learnaboutworld (n.d.). <https://fr.learnaboutworld.com/article/xido-de-magnesio-estructura--propiedades--nomenclatura--usos> (accessed March 21, 2025).
- [45] N. Connor, Magnesium Oxide (Magnesia) | Formula, Properties & Application, Material Properties (2023). <https://material-properties.org/magnesium-oxide-magnesia/> (accessed March 21, 2025).
- [46] L. Todan, L. Predoană, G. Petcu, S. Preda, D.C. Culică, A. Băran, R.-D. Trușcă, V.-A. Surdu, B. Stefan Vasile, A.-C. Ianculescu, Comparative Study of MgO Nanopowders Prepared by Different Chemical Methods, *Gels* 9 (2023) 624.
<https://doi.org/10.3390/gels9080624>.

Références

- [47] Magnesium Oxide Formula - Structure, Properties, Uses, Sample Questions, GeeksforGeeks (00:00:26+00:00). <https://www.geeksforgeeks.org/magnesium-oxide-formula/> (accessed March 21, 2025).
- [48] (PDF) Recent Applications Of Magnesium Oxide (MgO) Nanoparticles In Various Domains, ResearchGate (2024). <https://doi.org/10.5185/amlett.2020.081543>.
- [49] Y. Cai, C. Li, D. Wu, W. Wang, F. Tan, X. Wang, P.K. Wong, X. Qiao, Highly active MgO nanoparticles for simultaneous bacterial inactivation and heavy metal removal from aqueous solution, Chemical Engineering Journal 312 (2017) 158–166. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.11.134>.
- [50] G. Khayatian, M. Jodan, S. Hassanpoor, S. Mohebbi, Determination of trace amounts of cadmium, copper and nickel in environmental water and food samples using GO/MgO nanocomposite as a new sorbent, J IRAN CHEM SOC 13 (2016) 831–839. <https://doi.org/10.1007/s13738-015-0798-2>.
- [51] S.U. Din, B. Hussain, S. Haq, M. Imran, P. Ahmad, M.U. Khandaker, F.U. Rehman, S.M. Eldin, A.A.A. Mousa, I. Khan, T.B. Emran, Efficient Arsenate Decontamination from Water Using MgO-Itsit Biochar Composite: An Equilibrium, Kinetics and Thermodynamic Study, Water 14 (2022) 3559. <https://doi.org/10.3390/w14213559>.
- [52] V. Kuppusamy, Recent advancements in biochar preparation, feedstocks, modification, characterization and future applications, Environmental Technology Reviews 8 (2019) 47–64. <https://doi.org/10.1080/21622515.2019.1631393>.
- [53] SEM-images-of-magnesium-oxide-MgO-a-rice-husk-biochar-BCR-b-and-the-composite.gif (609×456), (n.d.).
<https://www.researchgate.net/publication/323642021/figure/fig1/AS:941872356806672@1601571277446/SEM-images-of-magnesium-oxide-MgO-a-rice-husk-biochar-BCR-b-and-the-composite.gif> (accessed April 21, 2025).
- [54] J. Xiao, H. Long, X. He, G. Chen, T. Yuan, Y. Liu, Q. Xu, Synthesis of MgO-Coated Canna Biochar and Its Application in the Treatment of Wastewater Containing Phosphorus, Water 16 (2024). <https://doi.org/10.3390/w16060873>.
- [55] M. Barzegar, D. Ahmadvand, Z. Sabouri, M. Darroudi, Green synthesis of magnesium oxide nanoparticles by chitosan polymer and assessment of their photocatalytic activity and cytotoxicity influences, Materials Chemistry and Physics 301 (2023) 127649. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2023.127649>.
- [56] D.M. Kumar, Ball milling as a mechanochemical technology for fabrication of novel biochar nanomaterials, Bioresource Technology (2020).

Références

- https://www.academia.edu/43462762/Ball_milling_as_a_mechanochemical_technology_for_fabrication_of_novel_biochar_nanomaterials (accessed April 24, 2025).
- [57] Y. Zheng, Y. Wan, J. Chen, H. Chen, B. Gao, MgO modified biochar produced through ball milling: A dual-functional adsorbent for removal of different contaminants, *Chemosphere* 243 (2020) 125344.
<https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.125344>.
- [58] S. Ardashiri, B. Ramavandi, S. Dobaradaran, S. Hashemi, Modifying Amygdalus scoparia biochar with MgO for eliminating tetracycline from aqueous solutions, *Desalination and Water Treatment* 111 (2018) 351–360.
<https://doi.org/10.5004/dwt.2018.22193>.
- [59] M.M. Ibrahim, F. Wu, Y. Chen, D. Liu, W. Zhang, Z. He, E. Hou, S. Xing, Y. Mao, Impacts of MgO- and sepiolite-biochar composites on N-partitioning and dynamics of N-cycling bacteria in a soil-maize system: A field-based ^{15}N -urea tracer study, *Geoderma* 429 (2023) 116236. <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2022.116236>.
- [60] R. Venkatesh, P.R. Sekaran, K. Udayakumar, D. Jagadeesh, K. Raju, M.B. Bayu, Adsorption and Photocatalytic Degradation Properties of Bimetallic Ag/MgO/Biochar Nanocomposites, *Adsorption Science & Technology* 2022 (2022) 3631584.
<https://doi.org/10.1155/2022/3631584>.
- [61] D. A. Giannakoudakis, D. Łomot, J. Carlos Colmenares, When sonochemistry meets heterogeneous photocatalysis: designing a sonophotoreactor towards sustainable selective oxidation, *Green Chemistry* 22 (2020) 4896–4905.
<https://doi.org/10.1039/D0GC00329H>.
- [62] S. Arianne A, Elisson Brum Dutra da Rocha, F. Cristina R. G, F. Ana Maria, Magnesium oxide biosynthesized with *Camellia sinensis* extract as activator in nitrile rubber vulcanization | Request PDF, (2021). <https://doi.org/10.1007/s00289-020-03430-x>.
- [63] Bruker D8 VENTURE | Modular SC-XRD Instrument, Blue-Scientific.Com (n.d.).
<https://blue-scientific.com/products/bruker/x-ray-diffraction-scattering/d8-venture/> (accessed May 14, 2025).
- [64] Spectrum Two FT-IR/Sp10 S/W-L160000A-L160000F-l1390021-L1390023-1160000t-1160000w-1160000q-1160000s-1160000u-1160000r|PerkinElmer, (n.d.).
<https://www.perkinelmer.com/product/spectrum-two-ft-ir-sp10-software-1160000a> (accessed May 16, 2025).

Références

- [65] Y. Fang, A. Ali, Y. Gao, P. Zhao, R. Li, Z. Zhang, Preparation and characterization of MgO hybrid biochar and its mechanism for high efficient recovery of phosphorus from aqueous media, 24 July 2022 4 (2022). <https://doi.org/10.1007/s42773-022-00171-0>.
- [66] Y.-L. Yu, C.-Y. Chen, C. Dhanasinghe, F. Verpoort, R.Y. Surampalli, S.-C. Chen, C.-M. Kao, Development of modified MgO/biochar composite for chemical adsorption enhancement to cleanup fluoride-contaminated groundwater, *Journal of Environmental Management* 370 (2024) 123016. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2024.123016>.
- [67] I. Pasković, M. Franić, M. Polić Pasković, N. Talhaoui, Š. Marcelić, I. Lukić, Ž. Fredotović, P. Žurga, N. Major, S. Goreta Ban, N. Vidović, S. Rončević, I. Nemet, N. Džafić, B. Soldo, Silicon Foliar Fertilisation Ameliorates Olive Leaves Polyphenolic Compounds Levels and Elevates Its Potential towards Different Cancer Cells, *Applied Sciences* 14 (2024) 4669. <https://doi.org/10.3390/app14114669>.
- [68] S. Sembiring, A. Riyanto, W. Simanjuntak, R. Situmeang, Effect of MgO-SiO₂ Ratio on the Forsterite (Mg₂SiO₄) Precursors Characteristics Derived from Amorphous Rice Husk Silica, *Oriental Journal of Chemistry* 33 (2017) 1828–1836.
- [69] (PDF) Comparative Study on Antibacterial Activity of MgO Nanoparticles Synthesized from *Lawsonia inermis* Leaves Extract and Chemical Methods, ResearchGate (2025). <https://doi.org/10.1007/s10904-021-01915-4>.
- [70] Y. Lu, Y. Cai, S. Zhang, L. Zhuang, B. Hu, S. Wang, J. Chen, X. Wang, Application of biochar-based photocatalysts for adsorption-(photo)degradation/reduction of environmental contaminants: mechanism, challenges and perspective, *Biochar* 4 (2022) 45. <https://doi.org/10.1007/s42773-022-00173-y>.

ملحق القرار رقم: 933 المؤرخ في: 20 جويلية 2016

الذى يحدد القواعد المتعلقة بالوقاية من السرقة العلمية ومكافحتها

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية

مؤسسة التعليم العالي:

نموذج التصريح الشرفي

خاص بالالتزام بقواعد النزاهة العلمية لإنجاز بحث

أنا الممضى أدناه،

الحادي عشر من شهر ديسمبر لعام ٢٠٢٤م. الصادرة بتاريخ ١٥/١٣/٢٠٢٤م. رقم التسجيل: ٦٣٧٧٠٩١٠٩٢١.

المسجل بكلية علوم وآداب كلية الوجهة... قسم الـ آداب... المحضر... المحضر... المحضر

و المكلف بإنجاز أعمال بحث (مذكرة التخرج ، مذكرة ماستر ، مذكرة ماجستير ، أطروحة

أصرح بشرفي أنني ألتزم بمراعاة المعايير العلمية والمنهجية ومعايير الأخلاقيات المهنية والنزاهة الأكademية المطلوبة في إنجاز البحث المذكور أعلاه.

التاريخ: ٢٥.٩.١٧

إِمْضَاءُ الْمَعْنَى

Bear)

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

بسكرة في: 2025/06/17

جامعة محمد بوضياع - بسكرة
كلية العلوم والتكنولوجيا
قسم الكيمياء الصناعية

إذن بإيداع مذكرة الماستر بعد التصحيحات

أنا الممضى أسلفه الأستاذ: رحاب حسان

الرتبة: أستاذ معاصر

أستاذ مشرف على مذكرة ماستر-للطالب (ة): سليماني المصطفى

الشعبة

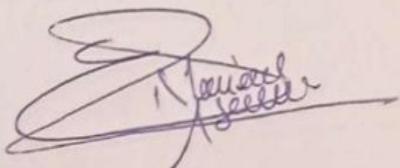
مذكرة الطلاقنة

التخصص: صناعة كيميائية

عنوان: Développement d'un composite MgO -biocar par synthèse vacte pour la dégradation des polluants organiques

أرخص بإيداع المذكرة المذكورة.

رئيس لجنة المناقشة



الأستاذ المشرف

