

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

#### MÉMOIRE DE MASTER

Domaine : Sciences et Techniques Filière : Génie des procédés Spécialité : Génie des procédés de l'environnement

Réf.:

#### Présenté et soutenu par : **BETTAYEB AMINA NERMINE**

Le: mardi 28 juin 2022

## Elimination d'un colorant cationique(GV) par adsorption sur un biochar synthétisé à partir des noyaux de Lilas perse

#### Jury:

Dr FADEL Ammar MCA Université de Biskra Président
Dr NOUIOUA Asma MCB Université de Biskra Rapporteur
Dr HAMDI Ines MCA Université de Biskra Examinateur

Année universitaire : 2021 – 2022

### Remerciement

Un grand merci à DIEU pour m'avoir donné le courage et la volonté pour achever ce modeste travail.

Premièrement, Je tiens à remercier mon encadreur **Dr. NOUIOUA Asma** pour ses conseils et ses remarques afin d'accomplir ce travail à bon port.

Mes vifs remerciements s'adressent aussi à **Dr. FADEL Ammar** et **Dr. HAMDI Ines**, d'avoir accepté de participer à ce jury et d'examiner mon travail.

Un grand merci aussi à **Pr. GARGAZI Saadia** directrice de laboratoire de recherche **LARYSS**, de m'avoir si bien accueilli et de m'avoir permis de réaliser ce travail au sein de son laboratoire.

Sans oublier Mme. **Naili Radhia** responsable de laboratoire pédagogique de département chimie industrielle, pour sa disponibilité et sa gentillesse.

Aussi à tous les enseignants la faculté des sciences et de la technologie, département de chimie industrielle et toutes les personnes qui m'ont encouragé et soutenu lors de la réalisation de ce travail.



Je dédie ce modeste travail avec amour pour à :

Ma mère et ma maîtresse **Fatima Bettayeb**, symbole de tendresse et de patience, Je te remercie pour tes sacrifices, J'espère que vous trouverez dans ce travail toute ma reconnaissance et tout

A ma très chère sœur : Meriem El Batoule

mon amour.

A mes très chers frères : Hicham, Koussai, Ouzair et Khaled

Bien sûr à ma collègue **Khaizar Abir** 

Et à mes amies qui a m'ont partagé le chemin du savoir Narimane, Kheira, Raounek



#### Table des matières

Liste des figures Liste des tableaux Liste des abréviations Introduction générale

#### Chapitre I : Généralités sur la pollution d'eau

Introduction	3
I.1. Pollution des eaux	3
I.2. Sources de pollution	3
I.2.1. Pollution naturelle	3
I.2.2. Pollution industrielle	3
I.2.3. Pollution urbaine.	4
I.2.4. Pollution pluviales	4
I.2.5. Pollution agricole	4
I.2.6. Pollution domestiques	4
I.3. Principaux polluants de l'eau	5
I.3.1. Polluants chimiques.	5
I.3.2. Polluants physiques	5
I.3.3. Polluants microbiologique	5
I.4. Conséquences de la pollution de l'eau	5
I.4.1. Risques sur la santé humaine	5
I.4.2. Risques sur l'environnement	6
Conclusion	6
Chapitre II : Généralités sur les colorants	
Introduction	7
II.1. Origine des colorants.	7
II.2. Définition du colorant	7
II.3. Classification	9
II.3.1. Classification tinctoriale	9

II.3.2. Classification selon la constitution chimique	10
II.3.2.1. Colorants azoïques	10
II.3.2.2. Colorants indigoïdes	10
II.3.2.3. Colorants nitres et nitrosés	10
II.3.2.4. Colorants phtalocyanines	11
II.3.2.5. Colorants xanthènes	11
II.3.2.6. Colorants anthraquinoniques	12
II.4. Utilisations des colorants	12
II.5. Toxicité et impact des colorants	13
II.5.1. Toxicité et impact environnemental	13
II.5.2. Toxicité sur la santé humaine	13
II.6. Méthodes de traitement des effluents colorés	13
Conclusion.	14
Chapitre III: Notions fondamentales sur l'adsorption	
Introduction	15
III.1. Définition de l'adsorption	15
III.2. Domaine d'application de l'adsorption	15
III.3. Différents types d'adsorption	16
III.3.1. Adsorption physique	16
III.3.2. Adsorption chimique	17
III.4. Mécanisme d'adsorption	17
III.5. Paramètres influençant l'adsorption	18
III.6. Isothermes d'adsorption	18
III.6.1.Classification des isothermes d'adsorption	19
III.6.1.1. Isotherme de type C	19
III.6.1.2. Isotherme de type L	19
III.6.1.3. Classe H.	20
III.6.1.4. Classe S.	20
III.7. Modélisation des isothermes d'adsorption	21
III.7.1. Modèle de Langmuir	21
III.7.2. Modèle de Freundlich	22
III.8. Cinétique d'adsorption	22
III 8.1 Modèle cinétique du pseudo premier ordre	23

III.8.2. Modèle du pseudo-second ordre	23	
Conclusion	23	
Chapitre IV : Matériels et Méthodes		
Introduction	24	
IV.1.Matériels et méthodes	24	
IV.1.1. Réactifs utilisés	24	
IV.1.2. Matériels	24	
IV.2. Adsorbant	24	
IV.2.1. Préparation de biochar	25	
IV.2.1.1. Lavage	25	
IV.2.1.2. Séchage.	26	
IV.2.1.3. Broyage	26	
IV.2.1.4. Tamisage	27	
IV.2.1.5. Carbonisation.	27	
IV.2.1.6. Lavage avec HCl	28	
IV.2.1.7. Séchage	28	
V.2.2. Caractérisation de biochar		
IV.2.2.1. Teneur en d'humidité	28	
IV.2.2.2. Taux de cendre	29	
IV.2.2.3. Rendement de pyrolyse <b>R</b> (%)	29	
IV.2.2.4. pH de point de charge zéro (pH pzc)	29	
IV.3. Adsorbat	30	
IV.3.1. Caractéristique physico-chimique de Gentian violet	30	
IV.3.2. Préparation de solution mère	30	
IV.3.3. Préparation des solutions diluées	31	
IV.4. Essais d'adsorption	31	
IV.4.1. Procédé d'agitation	31	
IV.4.2. Filtration.	31	
IV.5. Paramètres d'adsorption	32	
IV.5.1. Quantité adsorbée	32	
IV.5.2. Rendement d'élimination	32	
IV.6. Optimisation des conditions opératoires d'adsorption de Gentian violet sur le biochar	33	
IV 6.1. Temps de contact	33	

IV.6.2. Concentration initial de l'adsorbat	33
IV.6.3. Masse d'adsorbant	33
IV.6.4. Température	33
IV.6.5. Effet de pH	34
IV.7. Analyse quantitative de Gentian violet	34
IV.7.1. Méthode de dosage du Gentian violet	34
IV.7.1.1. Principe de la spectrophotométrie UV-Visible	34
IV.7.1.2. Etablissement de la courbe d'étalonnage	35
IV.8. Analyse qualitative de l'adsorption de Gentian violet sur le biochar	37
Chapitre V : Résultats et discussion	
Introduction	38
V.1.Caractérisation de biochar	38
V.1.1. Teneur en humidité	38
V.1.2. Rendement de pyrolyse <i>R</i> (%)	38
V.1.3. Taux de cendre	38
V.1.4. Effet de pH pzc.	38
V.2. Etude d'optimisation des conditions opératoires d'adsorption de Gentian violet sur le biochar	40
V.2.1. Effet de temps de contact	40
V.2.2. Effet de concentration initiale de l'adsorbat	41
V.2.3. Effet de pH	41
V.2.4. Effet de la température de réaction.	42
V.2.5. Effet de la masse d'adsorbant	43
V.3. Etude qualitative de l'adsorption du Gentian violet sur le charbon	44
V.4. Etude de la cinétique de l'adsorption du GV sur le biochar	46
V.5. Etude des isothermes d'adsorption de GV sur biochar	47
Conclusion générale	49
Références bibliographiques	51
Résumé	



#### Liste des tableaux

Tableau II.1 :	Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité croissante	8
Tableau III.1 :	Caractéristiques qui différencient les deux types d'adsorption	17
Tableau IV.1 :	Propriétés chimiques et physiques de Gentian violet	30
Tableau IV.2 :	Etalonnage pour la détermination de la concentration en GV	
Tableau V.1 :	Caractéristiques physique-chimique de biochar étudié	39
Γableau V.2 :         Principales fréquences caractérisant le biochar		45
Tableau V.3 :	Constantes d'équilibre de la cinétique pour l'adsorption du Gentian violet sur le biochar.	47
Tableau V.4 :	Paramètres équationnels du le modèle Freundlich et le modèle	
	Langmuir	48

Liste des figures

#### Liste des figures

<b>igure II.1:</b> Exemple de colorant azoïque		10
Figure II.2: Structure de colorant indigoïdes		10
Figure II.3 :	Molécule 2 Nitro-phenol.	11
Figure II.4 :	Formule développée de la phtalocyanine	11
Figure II.5 :	Formule développée du xanthène.	11
Figure II.6 :	Formule développée d'anthraquinone	12
Figure III.7 :	Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbat au sein d'un grain	18
Figure III.8 :	Isothermes d'adsorption en phase liquide	20
Figure III.9 :	Modèle de Langmuir.	21
Figure III.10 :	Modèle d'adsorption en multicouche selon Freundlich. (Freundlich, 1906).	22
Figure IV.1 :	Grains et arbre de Lilas perse	25
Figure IV.2 :	Noyaux de fruits de Lilas perse	26
Figure IV.3 :	Séchage de matière première dans une Etuve	26
Figure IV.4	Broyeur de laboratoire	26
Figure IV.5 :	Tamiseuse électrique	27
Figure IV.6 :	Noyaux de fruits de Lilas perse après carbonations dans un four à moufle de type DAIHAN Scientific.	27
Figure IV.7 :	Lavage du biochar avec HCl	28
Figure IV.8: Essais de détermination de pH point de zéro charge		29
Figure IV.9 :	Préparation des solutions filles du colorant	31
Figure IV.10 :	Dispositif de filtration de mélange solide/liquide	32

Figure IV.11:	gure IV.11: Spectrophotomètre UV visible model.	
Figure IV.12 :	Balayage spectroscopie UV- visible du Gentian violet	35
Figure IV.13 : Solutions diluées de Gentian violet		36
Figure IV.14 :	Courbe d'étalonnage de Gentian violet.	36
Figure IV.15:	Spectroscopie-infrarouge (FTIR)	37
Figure V.1:	Point de charge zéro (pH <sub>PZC</sub> ) de biochar	39
Figure V.2:	Effet du temps de contact sur l'adsorption de GV	40
Figure V.3:	Effet de concentration initial d'adsorbat sur l'adsorption de GV	41
Figure V.4: Effet du pH initial sur l'adsorption de GV		42
<b>Figure V.5 :</b> Effet de température de réaction sur l'adsorption de GV		43
Figure V.6:	Effet de la masse d'adsorbant sur l'adsorption de GV	44
Figure V.7:	Figure V.7: Analyse par spectroscopie infrarouge(IRTF) du biochar	
Figure V.8: Cinétique de l'adsorption du Gentian violet		46
Figure V.9 :	Isotherme d'adsorption de Freundlich et de Langmuir (GV dans une	
	solution aqueuse) sur le biochar.	47

#### Liste des abréviations

V	Volume de la solution (ml)
m	Masse d'adsorbant (g)
$C_0$	Concentration initiale de l'adsorbat
Ceq	Concentration à l'équilibre de l'adsorbat.
b	Constants déterminées expérimentalement.
Ce	Concentration à l'équilibre (mg/l).
X	Quantité d'impuretés fixée (mg /l).
$\mathbf{k}_{1}$	Constante de vitesse du pseudo premier ordre (heure <sup>-1</sup> )
t	Temps de contact (heure)
$q_e$	Capacité d'adsorption (mg/g) en mono couche (équilibre expérimental)
$q_t$	Quantité adsorbée (mg/g) par unité de masse d'adsorbant à l'instant t.
Н %	Teneur en humidité
$P_1$	Poids du creuset remplit, avant séchage, engrammes.
$P_2$	Poids du creuset remplit, après séchage, en grammes.
$m_{ m i}$	Masse de charbon avant la pyrolyse (g)
$m_{ m f}$	Masse de charbon après la pyrolyse (g)
<i>P</i> (%)	Rendement de la pyrolyse
$m_2$	Masse initiale de charbon avant séchage
m <sub>3</sub>	Masse de charbon obtenue après traitement thermique.

$C_1$	Concentration de la solution mère (mg/l)
$V_1$	Volume de la solution mère à prélever (l)
$C_2$	Concentration de la solution fille (mg/l)
Qe	Quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g)
$C_{r}$	Concentration résiduelle du composé organique testé àl'équilibre (mg/l)
A	Absorbance de la solution pour une longueur d'onde $\lambda$
$I_0$	Intensité du faisceau de référence
I	Intensité transmise du faisceau traversant l'échantillon.
3	Coefficient d'absorption molaire (l/mol.cm) à lalongueur d'onde $\boldsymbol{\lambda}$
C	Concentration molaire de l'espèce absorbante (mol/l)
Ł	Epaisseur de la cuve (cm)
$\lambda_{max}$	Longueur d'onde d'adsorption maximale (nm)
GV	Gentian Violet
$m_{ m i}$	Masse de biochar avant la pyrolyse (g)
$m_{ m f}$	Masse de biochar après la pyrolyse (g)
Rp (%)	Rendement de la pyrolyse.
C %	Taux de cendre
$pH_{i} \\$	Potentiel d'Hydrogène initial
$pH_{PZC}$	pH de point de charge zéro
$pH_{\mathrm{f}}$	Potentiel d'Hydrogène final

R<sub>2</sub> Coefficient de corrélation

1/n Affinité du soluté pour l'adsorbant

nm Nanomètre

T Température

tr/min Tour par minute

HCl Acide Chlorhydrique.

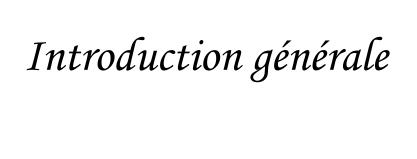
NaOH Hydroxyde de sodium

pH Potentiel d'Hydrogène

mg Milligramme

ml Millilitre

mol Mole



#### Introduction générale

L'économie de l'eau est une nécessité pour sauver la planète et pour faire l'avenir d'humanité surtout avec la croissance de l'humanité et de la technologie. Parmi les conséquences de cette croissance rapide est le problème de pollution. La pollution des eaux issues des rejets industriels est un sérieux problème. Plusieurs études ont été effectuées en vue de traiter et réduire les effets néfastes de la pollution. Les colorants sont parmi les polluants les plus rencontré dans les eaux contaminées.

Les colorants sont des composés colorés, présentent un sérieux problème environnemental en raison de la difficulté de traiter les eaux usées contaminées par les méthodes conventionnelles. Les colorants synthétiques ont largement supplanté les colorants naturels, car ils offrent une gamme de couleurs plus large et sont moins chers à produire [1]. L'industrie textile rejette des eaux usées contenant des colorants toxiques, et environ 2 à 20 % sont directement rejetés sous forme d'effluents liquides dans l'environnement [2]. La plupart de ces colorants sont d'origine synthétique et de nature toxique, avec des effets génotoxiques et cancérigènes présumés ainsi qu'une faible biodégradabilité [3,4]. Il a été démontré que le cristal violet (CV) un colorant cationique limite la photosynthèse chez les plantes aquatiques [5]. L'élimination du colorant CV de l'eau par la technique d'adsorption a été largement effectuée dans plusieurs études antérieures [6,7].

L'objectif de notre travail est de préparer un biochar à partir des noyaux de Lilas perse (noyaux entiers) afin de tester sa capacité de rétention d'un colorant cationique « Gentian violet » dans un milieu aqueux par le procédé d'adsorption.

Outre l'introduction et la conclusion générale ce travail est organisé comme suivant :

**Le premier chapitre,** de ce travail une synthèse bibliographique sur les notions fondamentales sur la pollution des eaux.

Le deuxième chapitre, une synthèse bibliographique sur les notions fondamentales sur les colorants.

Le troisième chapitre, consiste les notions fondamentales dans l'étude du phénomène d'adsorption et les modèles employés pour décrire la cinétique.

Le quatrième chapitre se focalise sur les matériels et méthodes de l'étude expérimentale de l'élimination GV par le procédé d'adsorption sur un biochar issu des noyaux de Lilas Perse.

Le cinquième chapitre, est consacré à la présentation et discussion des résultats obtenues lors l'étude d'optimisation de l'élimination du Gentian violet par le procédée d'adsorption.

## Chapitre I : Généralités sur la pollution de l'eau

#### Introduction

L'eau est l'élément central de tous les processus socio-économiques, quel que soit le degré de développement de la société. L'augmentation des activités agro-industrielles engendre une pression grandissante sur les réserves en eau douce de la planète. En effet, ces activités génèrent une grande diversité de produits chimiques qui se déversent dans le cycle de l'eau, mettant en péril le fragile équilibre naturel qui a permis à la vie de se développer sur la terre. Souvent, les substances chimiques contenues dans les eaux usées sont difficilement biodégradables et le manque ou l'insuffisance de systèmes de traitement mène ainsi à leurs accumulations dans le cycle de l'eau [8].

#### I.1. Pollution d'eau

On appelle pollution de l'eau toute modification chimique, physique ou biologique de la qualité de l'eau qui a un effet nocif sur les êtres vivants. En d'autres termes, c'est l'introduction dans le milieu aquatique de toute substance susceptible de modifier les caractéristiques physiques, chimiques et/ou biologiques de l'eau et de créer des risques pour la santé de l'homme, de nuire à la faune et à la flore aquatique [9-10]. Donc la pollution de l'eau est une altération de sa qualité et de sa nature qui rend son utilisation dangereuse et/ou perturbe l'écosystème aquatique. Elle a pour origines principales, l'activité humaine, les industries, l'agriculture et les décharges de déchets domestiques et industriels [11,12].

#### I.2. Sources de pollution

#### I.2.1. Pollution naturelle

La teneur de l'eau en substances indésirables n'est pas toujours le fait de l'activité humaine. Certains phénomènes naturels peuvent également y contribuer. Par exemple, le contact de l'eau avec les gisements minéraux peut, par érosion ou dissolution, engendrer des concentrations inhabituelles en métaux lourds, en arsenic, etc. Des irruptions volcaniques, des épanchements sous-marins d'hydrocarbures. Peuvent aussi être à l'origine de pollutions [13].

#### I.2.2. Pollution industrielle

Les déchets et les effluents industriels définissent largement la qualité et le taux de pollution des eaux usées. Les établissements industrieux utilisent une quantité importante d'eau qui, tout en restant nécessaire à leur bonne marche, n'est réellement consommée qu'en très faible partie le reste est rejeté. Les eaux résiduaires d'origine industrielle ont généralement une composition

plus spécifique et directement liée au type d'industrie considérée. A ce propos, parmi les grandes industries polluantes, l'industrie textile occupe une place suffisamment importante pour être prise en compte [14].

Selon l'activité industrielle, on va donc retrouver des pollutions aussi diverses que :

- Des matières organiques et des graisses (abattoirs, industries, agroalimentaires, colorants...)
- Des hydrocarbures (industries pétrolières, transports)
- -Des métaux (traitements de surface, métallurgie)
- -Des acides, bases, produits chimiques divers (industries chimiques, tanneries...)
- Des eaux chaudes (circuits de refroidissement des centrales thermiques)
- Des matières radioactives (centrales nucléaires, traitement des déchets radioactifs) [15].

#### I.2.3. Pollution urbaine

Ce sont les eaux des habitations et des commerces qui entrainent la pollution urbaine de l'eau. Les polluants urbains sont représentés par les rejets domestiques, les eaux de lavage collectif et de tous les produits dont se débarrassent les habitants d'une agglomération notamment des rejets industriels rejetés par les entreprises en quantités variables selon l'importance de l'agglomération et son activité [16].

#### I.2.4. Pollution pluviale

Le chemin des gouttelettes d'eau de pluie les met en contact avec divers polluants que soit en atmosphère ou sol avec toutes ces impuretés et déchets [17].

#### I.2.5. Pollution agricole

La pollution d'origine agricole provient surtout des engrais et pesticides épandus dans le sol sur de très grandes surfaces à proximité ou pas de cours d'eau. Ce type de pollution s'est intensifié depuis que l'agriculture est entrée dans un stade d'industrialisation assez avancé [18].

#### I.2.6. Pollution domestique

Les eaux dégagées après les différentes tâches ménagères et le quotidien domestique qui contient des déchets organiques comme les graisses et des produits chimiques comme les détergents [17].

#### I.3. Principaux polluants de l'eau

#### **I.3.1.** Polluants chimiques

La pollution chimique des eaux résulte de la libération de certaines substances minérales toxiques dans les cours d'eaux, par exemple : les nitrates, les phosphates, l'ammoniac et autres sels, ainsi que des ions métalliques. Ces substances exercent un effet toxique sur les matières organiques et les rendent plus dangereuses [19]. Les polluants chimiques sont classés à l'heure actuelle en cinq catégories : Les substances chimiques dites indésirables, les pesticides, les produits apparentés, les détergents et les colorants et autres éléments toxiques [20].

#### I.3.2. Polluants physiques

Il s'agit d'une pollution qui se traduit par la présence des particules de taille et de matière très variées dans l'eau ; qui lui confèrent un caractère trouble. On distingue aussi les matières décantées (plus lourds que l'eau elle-même), les matières flottables (plus légères que l'eau elle-même) et les matières non séparables (de même densité que l'eau) [20].

#### I.3.3. Polluants microbiologiques

Les eaux usées contiennent tous les microorganismes excrétés avec les matières fécales. Cette flore entérique normale est accompagnée d'organismes pathogènes. L'ensemble de ces organismes peut être classé en quatre grands groupes, par ordre croissant de taille : les virus, les bactéries, les protozoaires et les helminthes [21].

#### I.4. Conséquences de la pollution de l'eau :

#### I.4.1. Risque sur la santé humaine :

Les eaux usées peuvent contenir des pesticides, des micro-organismes pathogènes (virus, bactéries, parasites), et des éléments toxiques. Ils sont dangereux pour la santé humaine. Quand les populations consomment une eau polluée, cela a des conséquences sur leur santé. Dans les pays pauvres, l'accès à une eau de bonne qualité est très difficile car les installations pour assainir l'eau coûtent chères. Peuvent être causé les maladies (exp : choléra), cancers (exp : en Inde, les habitants boivent l'eau polluée et parfois en meurent) [22].

#### I.4.2. Risques sur l'environnement

Les conséquences probables de la pollution d'eau sont :

- Les matières organiques solubles abaissent la teneur en oxygène dans les eaux, ce qui conduit à la réduction et à la mort de la faune aquatique.
- Les matières en suspension, s'accumulent au fond des cours d'eau, lacs et étangs et causent l'augmentation de la turbidité.
- Les acides sont toxiques à la vie aquatique et détériorent les réseaux d'égaux.
- Les huiles et les graisses flottants conduisent au colmatage des conduites et donnent un aspect esthétique indésirable.
- Les matières toxiques et métaux lourds sont toxiques à la vie aquatique.
- Les coliformes fécaux et pathogènes participent à la contamination bactériologique des cours d'eau.
- Le phosphore et l'azote conduit à l'eutrophisation des cours d'eaux [15].

#### **Conclusion**

Ce chapitre, consacré à l'étude pollution de l'eau. Nous avons d'abord présenté des définitions sur la pollution des eaux puis présenté les différentes sources de pollution et les principaux polluants de l'eau enfin les conséquences de la pollution de l'eau.

## Chapitre II : Généralités sur les colorants

#### Introduction

Les matières colorantes se caractérisent par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (de 380 à 750 nm). La transformation de la lumière blanche en lumière colorée par réflexion sur un corps, ou par transmission ou diffusion, résulte de l'absorption sélective d'énergie par certains groupes d'atomes appelés chromophores. La molécule colorante est un chromogène. Plus le groupement chromophore donne facilement un électron, plus la couleur est intense [23]. Le **tableau (II-1)** donne les groupements chromophores classés par intensité décroissante. D'autres groupes d'atomes du chromogène peuvent intensifier ou changer la couleur due au chromophore, ils sont appelés les groupements auxochromes. Les chromophores sont des systèmes à liaisons  $\pi$  conjuguées ou des complexes de métaux de transition. La coloration correspond aux transitions possibles après absorption du rayonnement lumineux entre ces niveaux d'énergie propres à chaque molécule [24].

#### II.1. Origine des colorants

Depuis le début de l'humanité, les colorants ont été appliqués dans pratiquement toutes les sphères de notre vie quotidienne pour la peinture et la teinture du papier, de la peau et des vêtements, etc. Jusqu'à la moitié du 19<sup>ème</sup> siècle, les colorants appliquésétaient d'origine naturelle. Des pigments inorganiques tels que l'oxyde de manganèse, l'hématite et l'ancre étaient utilisés. Par ailleurs des colorants naturels organiques ont été appliqués, surtout dans l'industrie de textile. Ces colorants sont tous des composés aromatiques qui proviennent essentiellement des plantes, tel que l'alizarine et l'indigo.

L'industrie des colorants synthétiques est née en 1856 quand le chimiste anglais W. H. Perkin, dans une tentative de synthèse de la quinine artificielle pour soigner la malaria a obtenu la première matière colorante synthétique qu'il appela "mauve" (aniline, colorant basique). Perkin a breveté son invention et a installé une chaîne de production, qui serait bientôt suivie par d'autres. De nouveaux colorants synthétiques commencent à paraître sur le marché. Ce processus a été stimulé par la découverte de la structure moléculaire du benzène en 1865 par Kekulé. En conséquence, au début du 20<sup>ème</sup> siècle, les colorants synthétiques ont presque complètement supplantés les colorants naturels [25].

#### II.2. Définition du colorant

Un colorant est une matière colorée par elle-même, capable de se fixer sur un support. La coloration plus ou moins intense des différentes substances est liée à leur constitution chimique. En fait, un colorant est un corps susceptible d'absorber certaines radiations lumineuses et de

réfléchir alors les couleurs complémentaires. Ce sont des composés organiques comportant dans leurs molécules trois groupes essentiels : le chromophore, l'auxochrome et la matrice.

Le site actif du colorant est le chromophore, il peut se résumer à la localisation spatiale des atomes absorbant l'énergie lumineuse. Le chromophore est constitué de groupes d'atomes dont les plus classiques sont le nitro (—NO<sub>2</sub>), le diazo (—N=N—), lenitroso (—N=O), le Thiocarbonyl (—C=S), le carbonyl (—C=O), ainsi que les alcènes (—C=C—). L'absorption des ondes électromagnétiques par le chromophore est due à l'excitation des électrons d'une molécule. La molécule qui les contient devient chromogène. La molécule chromogène n'a des possibilités tinctoriales que par l'adjonction d'autres groupements d'atomes appelés «auxochrome». Ces groupes auxochrome permettent la fixation des colorants et peuvent modifier la couleur du colorant. Ils peuvent être acides (COOH, SO<sub>3</sub>, OH) ou basiques (NH<sub>2</sub>, NHR, NR<sub>2</sub>). Le reste des atomes de la molécule correspond à la matrice, la troisième partie du colorant[26].

**Tableau II.1.** : Principaux groupes chromophores et auxochromes, classés par intensité Croissante [27].

Groupes Chromophores	Groupes Auxochromes
Azo (-N=N-)	(Amino -NH <sub>2</sub> )
Nitroso (-N=O ou -N-OH)	(Methylamino -NHCH <sub>3</sub> )
Carbonyle (>C=O)	(Dimethylamino -N (CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> )
Vinyl (-C=C-)	Hydroxyl (-HO)
Nitro (-NO <sub>2</sub> OU =NO-OH)	Alkoxyl (-OR)
thiocarbonyle (>C=S)	Iodi (I <sup>*</sup> )
Methine (-CH=, -CR=)	Bromo (Br <sup>-</sup> )
Azomethine (-CH=NH)	Chloro (Cl')

#### II.3. Classification

#### II.3.1. Classification tinctoriale

Même si la classification chimique présente un intérêt pour le fabricant de matières colorantes, le teinturier préfère le classement par domaines d'application. Puisqu'il est renseigné sur la solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour les diverses fibres et sur la nature de la fixation. Celle-ci est de force variable selon que laliaison colorant - substrat est de différents types : ionique, hydrogène, de Van der Waalsou covalente. On distingue les différentes catégories tinctoriales définies cette fois parles auxchromes [28].

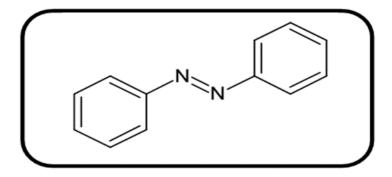
- Dispersés: Insolubles dans l'eau (il faut leur ajouter un agent dispersant), ces colorants teignent les fibres synthétiques et ont une bonne solidité au lavage.
- Directs: à condition d'ajouter une grande quantité de sel dans la solution, ces colorants teignent les fibres cellulosiques, le coton, la viscose et ont une soliditémoyenne au lavage.
- **De cuve :** Préparés à l'aide de produits chimiques pour les rendre solubles, ces colorants teignent le coton et la viscose (teintes ternes) et sont très résistants au lavage
- Acides: Nécessitant une solution de coloration acide pour se fixer, ces colorants teignent la laine, le nylon, la soie et sont d'une excellente solidité au lavage.
- Cationiques: ce sont des sels d'amine qui se lient avec les sites anioniques des fibres. Très tâchant, ces colorants teignent solidement l'acrylique, le nylon, le polyester et demandent une solution neutre [29].
- Colorants à mordants: Contiennent généralement un ligand fonctionnel capable de réagir fortement avec un sel d'aluminium, de chrome, de cobalt, de cuivre, de nickel ou de fer pour donner différents complexes colorés avec le textile [30].
- Colorants réactifs: Contiennent des groupes chromophores, leur appellation est liée à la présence d'une fonction chimique réactive, assurant la formation d'uneliaison covalente forte avec les fibres [31].

#### II.3.2. Classification selon la constitution chimique

Le classement des colorants repose sur la nature du groupement chromophore.

#### II.3.2.1. Colorants azoïques

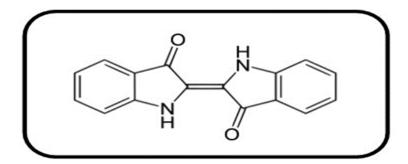
Les colorants azoïques sont caractérisés par la présence au sein de la molécule d'un groupement azoïque (-N=N-) reliant deux noyaux benzéniques. Cette catégorie de colorant est actuellement la plus répandue sur le plan de l'application, puisqu'ils représentent plus de 50% de la production mondiale de matières colorantes [32,33].



**Figure II.1** : Exemple de colorant azoïque.

#### II.3.2.2. Colorants indigoïdes

Les colorants indigoïdes sont utilisés comme colorant en textile, comme additifs en produits pharmaceutiques, la confiserie, ainsi que dans des diagnostiques médicales [34,35].



**Figure II.2** : Structure de colorant indigoïdes

#### II.3.2.3. Colorants nitres et nitrosés

Les colorants nitrés et nitrosés forment une classe de colorants très limitée en nombre et relativement ancienne. Ils sont actuellement encore utilisés, du fait de leur prix très modéré lié à la simplicité de leur structure moléculaire caractérisée par la présence d'un group (-NO<sub>2</sub>) en position ortho d'un groupement électro-donneur (hydroxyle ou groupes aminés) [36].

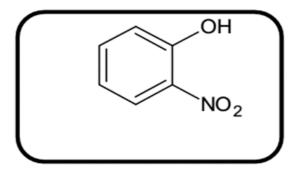


Figure II.3 : Molécule 2 Nitro-phenol

#### II.3.2.4. Colorants phtalocyanines

Les phtalocyanines ont une structure complexe possédant un atome métallique central. Les colorants de ce groupe sont obtenus par réaction du dicyanobenzène en présence d'un halogénure métallique (Cu, Ni, Co, Pt, etc.) [37].

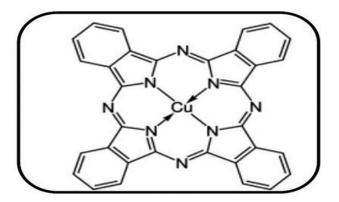


Figure II.4 : Formule développée de la phtalocyanine

#### II.3.2.5. Colorants xanthènes

Ces colorants sont dotés d'une intense fluorescence. Le composé le plus connu est la fluorescéine. Peu utilisé en tant que teinture, leur faculté de marqueurs lors d'accidents maritimes ou de traceurs d'écoulement pour des rivières souterraines [38].

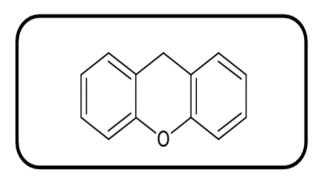


Figure II.5: Formule développée du xanthène

#### II.3.2.6. Colorants anthraquinoniques

D'un point de vue commercial, ces colorants sont les plus importants après les colorants azoïques. Leur formule générale dérivée de l'anthracène montre que le chromophore est un noyau quinonique sur lequel peuvent s'attacher des groupes hydroxyles ou amines [38].

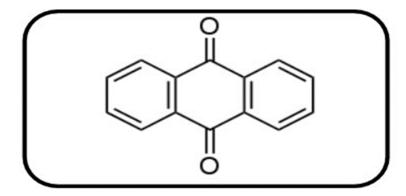


Figure II.6 : Formule développée d'Anthraquinone

#### II.4. Utilisation des colorants

L'industrie des colorants constitue un marché économique considérable car de nombreux produits industriels peuvent être colorés, principalement [39] :

- Pigments (industrie des matières plastiques)
- Encre, papier (imprimerie)
- Colorants alimentaires (industrie agro-alimentaire)
- Pigments des peintures, matériaux de construction, céramiques (industrie du bâtiment)
- Colorants capillaires (industrie des cosmétiques)
- Colorants et conservateurs (industrie pharmaceutique)
- Carburants et huiles (industrie automobile etc....)
- Colorants textiles à usage vestimentaire, de décoration, du bâtiment, du transport, colorants textiles à usage médical etc.

#### II.5. Toxicité et impact des colorants

#### II.5.1. Toxicité et impact environnemental

Les colorants sont des composés difficiles à décomposer par les micro-organismes, ils sont toxiques ou nocifs pour l'être et les animaux. Sur les milieux aquatiques, les déchets des industries textiles, chargés en colorants, dans les rivières, peuvent affecter grandement les animaux, les plantes et les micro-organismes vivant dans ces eaux. De plus, la dégradation biologique des colorants est très faible, en raison de leurs poids moléculaire et leur structures complexes, donnent à ces complexes un caractère toxique qui peut être élevé ou faible [40].

#### II.5.2. Toxicité sur la santé humaine

Les colorants synthétiques sont parmi les substances qui représentent de grands risques pour la santé de l'homme. Les colorants de synthèse entraînent des risques cancérogènes, des tumeurs urinaires et plus spécialement les tumeurs bénignes et malignes de la vessie [41]. Plusieurs études de recherche sur les effets toxiques des colorants sur la santé humaine ont été avancées [42]. En effet, des chercheurs, ont montré que les colorants aminés irritent la peau [43]. L'eczéma et d'ulcération ont été observés chez les ouvriers d'usine de fabrication des colorants de la série du triphénylméthane [42]. Des réactions allergiques, asthme quelquefois et surtout des dermites eczémateuses ont été observés avec divers colorants aminés azoïques, anthraquinoniques, ainsi qu'avec certains colorants du groupe des naphtalènes. Les colorants de synthèse à base d'amines comportent des risques cancérogènes et tumeurs urinaires, en particulier les tumeurs bénignes et malignes de la vessie [44].

#### II.6. Méthodes de traitement des effluents colorés

Le traitement des colorants, compte tenu de leur hétérogénéité de composition, conduira toujours à la conception d'une chaîne de traitement, assurant l'élimination des différents polluants par étapes successives. La première étape consiste à éliminer la pollution insoluble par l'intermédiaire de prétraitements (dégrillage, dessablage, déshuilage...), et/ou de traitements physiques ou physico-chimiques assurant une séparation solide-liquide. Les techniques de dépollution intervenant le plus couramment en deuxième étape dans les industries textiles se divisent en trois types [45]:

#### a. Biologique

- Traitement aérobie.
- Traitement anaérobie.

#### b. Chimique

- Oxydation (oxygène, ozone, oxydants tels que NaCl et H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>).
- Résine échangeuse d'ions.

#### c. Physique

- Méthodes de précipitation (coagulation, floculation et sédimentation),
- Incinération.
- Adsorption (sur charbon actif).

#### **Conclusion**

Dans ce chapitre, on a donné quelques informations générales sur les colorants, les principales familles de colorants industriels et alimentaires et leur utilisation, ainsi que les effets toxiques des colorants sur l'environnement et l'humanité.

# Chapitre III: Notions fondamentales sur l'adsorption

#### Introduction

Le terme adsorption a été proposé pour la première fois par Kayser en 1881. Il voulait différencier entre une condensation de gaz à la surface et une adsorption de gaz, processus dans lequel les molécules de gaz pénètrent dans la masse. Enfin, le terme désorption a été proposé en 1909 par M.C. Bain, ce terme désigne aussi bien le phénomène d'adsorption que celui de la désorption [46].

#### III.1. Définition de l'adsorption

L'adsorption est un procédé de traitement, bien adapté pour éliminer une très grande diversité de composés toxiques dans notre environnement. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et de l'air. Au cours de ce processus les molécules d'un fluide (solide, gaz ou liquide), appelé adsorbat, viennent se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. Ce procédé définit la propriété de certains matériaux à fixer à leur surface des molécules de gaz, ions métalliques, molécules organiques... etc. [47].

Les adsorbants utilisés dans la pratique sont caractérisés par une structure microporeuse qui leur confère une très grande surface active par unité de masse. Ces ont soit de nature organique soit de nature minérale, et ils sont employés tels quels ou après un traitement d'activation ayant pour but d'augmenter la porosité. Les adsorbants les plus utilisés dans les applications de traitements des eaux sont les suivants : argile, charbon actif, gel de silice...etc. [48].

#### III.2. Domaine d'application de l'adsorption

De nombreuses applications de l'adsorption résultent des trois caractéristiques qui la différencient des autres procédés de séparation, à savoir [49] :

- La rétention des très petites particules, comme par exemple les colloïdes
- La rétention des composants à très faible concentration, par exemple, des impuretés ou des molécules et ions métalliques qui confèrent aux produits, couleurs, odeurs ou saveurs désagréables, voire une toxicité
- La sélectivité de l'adsorbant par rapport à certains constituants du mélange.

Parmi les applications, on cite :

- Le séchage, la purification et la désodorisation des gaz
- Le traitement des eaux (élimination des métaux lourds, des odeurs et de lamatière organique)
- Le raffinage des produits pétroliers
- La catalyse de contact
- La récupération de solvants volatils et d'alcool dans les processus defermentation
- La décoloration des liquides
- La chromatographie gazeuse (méthode de fractionnement basée sur les différences de vitesse d'adsorption de substances différentes, sur un adsorbant donné)
- Dessiccation des gaz et des produits organiques industriels.

#### III.3. Différents types d'adsorption

#### III.3.1. Adsorption physique

Appelée également physisorption. Elle est due principalement aux liaisons de VAN DER WAALS, qui prennent forme dans le cas où les forces d'interaction moléculaires entre un solide et un gaz deviennent supérieures aux forces reliant les molécules de gaz entre elles [50].

Les forces de physisorption sont deux types :

- Les forces de dispersion (VAN DER WAALS).
- Les forces polaires résultant de la présence de champ électrique dans les micropores.

En outre, ce type d'adsorption se caractérise par sa réversibilité relativement facile ainsi que par son manque de spécificité. L'adsorption est en général très rapide. La chaleur libérée (phénomène exothermique) est de l'ordre de 1 à 10 Kcal/mole [51].

#### III.3.2. Adsorption chimique

L'adsorption chimique résulte d'une interaction chimique qui se traduit par un transfert d'électrons entre le solide et l'adsorbat. Il y alors formation d'un composé chimique à l'adsorbant. Elle met en jeu une ou plusieurs liaisons chimiques covalentes ou ioniques entre l'adsorbât et l'adsorbant. La chimisorption est généralement irréversible, produisant parfois une modification des molécules adsorbées. Ces dernières ne peuvent pas être accumulées sur plus d'une monocouche. Seules sont concernées par ce type d'adsorption, les molécules directement liées au solide [52].

**Tableau III.1**: Caractéristiques qui différencient les deux types d'adsorption [53].

Adsorption chimique	Adsorption physique
Formation de monocouche seulement	Formation de monocouche ou de multicouches.
Formation de liaisons entrel'adsorbat et la surface de l'adsorbant par transfert d'électrons	Pas d'échange d'électrons.
Chaleur d'adsorption élevée.	Chaleur d'adsorption basse.
Peut-être lente et irréversible.	Rapide, réversible.
Très spécifique	Non spécifique.

# III.4. Mécanisme d'adsorption

Le mécanisme d'adsorption peut être décomposé en plusieurs étapes faisant appel à des processus diffusionnels, en particulier 4 phases peuvent être distinguées [54] :

- Transfert de matière de la solution vers la couche limite entourant la particule.
- Transfert de la couche limite vers la surface adsorbant (diffusion externe).
- Transfert de la surface vers les sites adsorbants (diffusion intra particulaire dans lesolide et dans les micropores et les macrospores).
- Réaction d'adsorption au contact des sites actifs, une fois adsorbée, la molécule est considérée comme immobile.

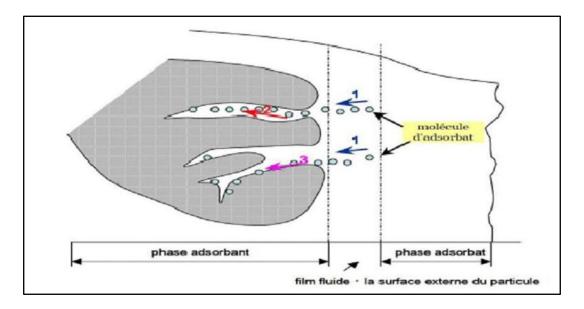


Figure III.1.: Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbat au sein d'un grain.

## III.5. Paramètres influençant l'adsorption

Certains paramètres peuvent influencer le processus d'adsorption et notamment la capacité et la cinétique de rétention. On peut citer [55] [56] :

- La température qui définit la nature de l'adsorption.
- La structure de l'adsorbant et taille de ses particules qui jouent un rôle déterminant dans la fixation du substrat. En effet plus la taille des particules est petite, plus on a de surfaces de contacte. Ce qui va donc augmenter le pouvoir de rétention. Mais aussi, cette surface s'accroît lorsque le support est poreux.
- La taille des molécules de l'adsorbat qui peut influencer grandement le processus d'adsorption par leur disposition sur la surface du matériau.

# III.6. Isothermes d'adsorption

L'isotherme d'adsorption représente la quantité adsorbée en fonction de la concentration du soluté à l'équilibre à une température constante. Plusieurs auteurs ont proposé des modèles pour décrire la relation entre la masse d'adsorbât fixée à l'équilibre (qe) et la concentration à laquelle elle a lieu (Ce). Il s'agit de relations non cinétiques qe= f (Ce), que l'on nomme isothermes [57]. On peut calculer la quantité adsorbée à l'aide de l'équation suivante :

$$qe = \frac{c_0 - c_{eq}}{m} \times V \tag{III.1}$$

Avec:

V : volume de la solution (ml)

**m**: masse d'adsorbant (g)

C<sub>0</sub>: concentration initiale de l'adsorbat

 $C_{eq}$ : concentration à l'équilibre de l'adsorbat.

#### III.6.1. Classification des isothermes d'adsorption

La classification tient compte, entre autres d'un certain nombre d'hypothèses [58] :

- Le solvant s'adsorbe sur les mêmes sites que le soluté. Ceci implique l'existence d'une compétition d'adsorption entre le solvant et le soluté.
- Le nombre de sites susceptibles d'accueillir les molécules de soluté à la surfacedu solide diminue quand la quantité adsorbée augmente.
- L'orientation des molécules à la surface. On peut citer le cas où les molécules sont adsorbées verticalement ou horizontalement sur la surface.
- Enfin, les interactions attractives ou répulsives entre les molécules adsorbées se manifestent d'une façon notable dans le phénomène d'adsorption

#### III.6.1.1. Isotherme de type C

Le tracé des isothermes de type C donne une droite passant par l'origine. L'allure du graphe (droite) indique que le rapport entre la concentration résiduelle et adsorbée est le même pour n'importe quelle concentration. Ce rapport est appelé coefficient de distribution « Kd ». Elles concernent les molécules flexibles pouvant pénétrer moins dans les pores pour déplacer le solvant [59].

#### III.6.1.2. Isotherme de type L

L'isotherme de type L « Langmuir » indique l'adsorption à plat de molécules bifonctionnelles [60]. Le rapport entre la concentration résiduelle en solution et celle adsorbée diminue lorsque la

concentration du soluté augmente, elle donne ainsi une courbe concave. Cette courbe suggère une saturation progressive de l'adsorbant [60].

#### III.6.1.3. Classe H

La partie initiale de l'isotherme est presque verticale, la quantité adsorbée apparaît importante à concentration quasiment nulle du soluté dans la solution. Ce phénomène se produit lorsque les interactions entre les molécules adsorbées et la surface du solide sont très fortes. L'isotherme de classe H est aussi observée lors de l'adsorption de micelles ou de polymères formées à partir des molécules de soluté [61].

#### III.6.1.4. Classe S

Les isothermes de cette classe présentent, à faible concentration, une concavité tournée vers le haut. Les molécules adsorbées favorisent l'adsorption ultérieure d'autres molécules (adsorption coopérative). Ceci est dû aux molécules qui s'attirent par des forces de Van Der Waals, et se regroupent en îlots dans lesquels elles se tassent les unes contre les autres. Ce comportement est favorisé, d'une part, quand les molécules du soluté sont adsorbées verticalement comme c'est le cas des molécules possédant un seul groupe fonctionnel et d'autre part, quand les molécules se trouvent en compétition d'adsorption forte avec le solvant [62].

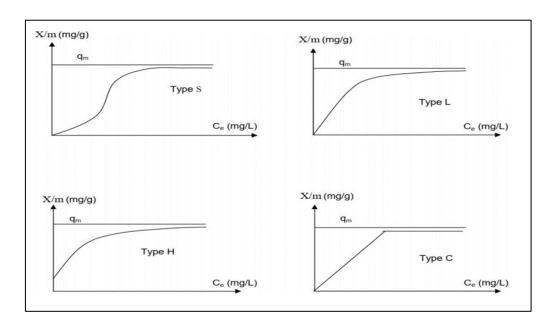


Figure III.2: Isothermes d'adsorption en phase liquide.

Après cette description nous abordons l'interprétation des différentes classes d'isothermes.

# III.7. Modélisation des isothermes d'adsorption

#### III.7.1. Modèle de Langmuir

L'isotherme de LANGMUIR a été proposée en 1918. Elle repose sur les hypothèses suivantes :

- Il existe plusieurs sites d'adsorption à la surface de l'adsorbant.
- Chacun de ces sites peut adsorber une seule molécule.
- Les différents sites ont la même affinité pour un type de soluté.
- L'activité à un site donné n'affecte pas l'activité aux sites adjacents, il n'y a donc pas interaction entre molécules adsorbées [63]. Tout ceci revient à dire que l'adsorption ne concerne qu'une monocouche [64].

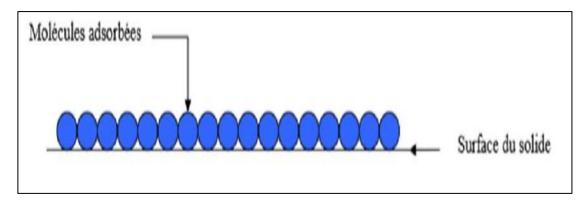


Figure III.3 : Modèle de Langmuir.

L'équation de LANGMUIR est la suivante [65] :

$$Qe = \frac{Q_{max}.b.Ce}{1+b.Ce}$$
 (III.2)

Avec:

Ce: Concentration de l'adsorbat à l'équilibre, exprimé en (mg/l).

**Q**<sub>max</sub>: Capacité maximale d'adsorption théorique exprimée en (mg/g).

**b:** Constante d'adsorption de Langmuir, constante liée à la température et au système adsorbant adsorbat.

#### III.7.2. Modèle de Freundlich

Le modèle simple et empirique de Freundlich [66] est aussi très souvent utilisé. On considère qu'il s'applique à de nombreux cas, notamment dans le cas de l'adsorption en multicouches avec des interactions possibles entre les molécules adsorbées [67].

Equation suivant [68]:

$$qe = Kf. C^{1/n}$$
 (III.3)

 $\mathbf{K}_{\mathbf{F}}$ :  $[(mg/g)/(mg/L)^n]$ : Freundlich constant.

**n:** dimensionless Freundlich intensity parameter.

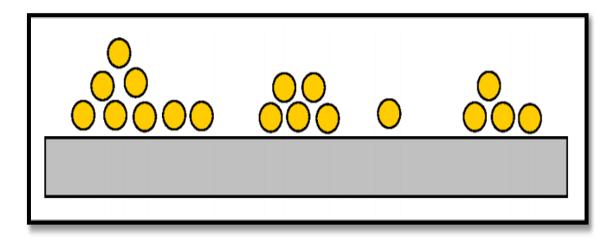


Figure II.4: Modèle d'adsorption en multicouche selon Freundlich. (Freundlich, 1906).

## III.8. Cinétique d'adsorption

L'évolution de la quantité d'adsorbat fixée sur le solide en fonction du temps décrit la cinétique du processus. C'est un outil très important au même titre que les isothermes d'adsorption qui permet de comprendre le ou les mécanismes du processus d'adsorption, d'évaluer et d'interpréter les paramètres thermodynamiques. Ce mécanisme dépend des caractéristiques physiques et chimiques de l'adsorbant mais dépend aussi du transfert de matière [69].

Divers modèles de la cinétique d'adsorption sont utilisés afin d'étudier le mécanisme du processus d'adsorption tel que la réaction chimique, la diffusion et le transfert de masse [70,71]. Deux modèles cinétiques sont souvent utilisés pour l'analysedes résultats expérimentaux.

#### III.8.1. Modèle cinétique du pseudo premier ordre

Le modèle cinétique du pseudo premier ordre peut être exprimé par l'équation suivante [72] :

$$\frac{\mathrm{dq}}{\mathrm{dt}} = K_1(\mathbf{q}_\mathrm{e} - \mathbf{q}_\mathrm{t}) \tag{III.4}$$

qe et qt représentent respectivement la capacité d'adsorption (en mg/g) à l'équilibre.

t: est le temps (min).

**k1:** est la constante de vitesse d'adsorption (g/mg.min).

#### III.8.2. Modèle du pseudo-second ordre

Ce modèle permet de caractériser la cinétique d'adsorption en admettant une adsorption rapide du soluté sur les sites d'énergie élevée et une adsorption relativement lente sur les sites d'énergie faible.

L'expression de ce modèle est généralement exprimée comme suit :

$$\frac{\mathrm{dq}}{\mathrm{dt}} = k_2 (\mathrm{qe} - \mathrm{qt})^2 \tag{III.5}$$

Avec:

qe et qt représentent respectivement la capacité d'adsorption (en mg/g) à l'équilibre.

**K**<sub>2</sub>: est la constante de vitesse d'adsorption (g/mg.mn) [73-74]

#### **Conclusion**

Des composés naturels et industriels provenant de différentes sources polluent l'eau et pour cette raison, des techniques sont utilisées pour traiter et purifier les eaux usées, où la technologie d'adsorption est la plus largement utilisée.

#### Introduction

Ce chapitre est consacré pour la présentation de l'ensemble des techniques de travail utilisées au laboratoire pour préparer le biochar à partir des noyaux de Lilas perse et étudier l'effet de différents paramètres physiques et chimiques (temps de contact, concentration initiale de colorants, température de réaction, masse d'adsorbants, pH, ...) sur l'adsorption d'un colorant cationique (Gentian Violet). Enfin, une étude des propriétés cinétiques et isothermes de l'adsorption.

#### IV.1. Matériels et méthodes

#### IV.1.1. Réactifs utilisés

- Chlorure de sodium NaCl (0.01M).
- La soude caustique NaOH (0.1M)
- Acide chlorhydrique HCl (0.1M).
- Eau distillée.

#### IV.1.2. Matériels

- Becher
- Fioles jaugées de (25, 500,1000ml)
- Verre de montre
- Flacons en plastique et en verre
- Papier filtre
- Barreaux magnétiques
- Eprouvette
- Pipette graduée
- Papier absorbant
- Seringue
- Creusé
- Cristallisoir

#### IV.2. Adsorbant

Lilas perse est une espèce d'arbres à feuillage caduc de la famille des Meliaceae (même famille que l'acajou et le cedrela). Originaire d'Inde, du sud de la Chine et d'Australie, elle est parfois confondue avec le margousier (Azadirachta indica) [75].

Lilas perse est un arbre pouvant atteindre 15 m de hauteur ; écorce crevassée verticalement, de couleur rougeâtre, laissant apparaître l'aubier jaune clair. Feuilles composées, caduques, alternes, à long pétiole, bipennées, de 20 à 50 cm de long, à folioles vert foncé dessus et vert plus clair dessous, ovoïdes, elliptiques et pointues, incisées de façon acérée et irrégulière. Inflorescences en panicules aérés de 20 à 25 cm. Fleurs à corolle quintuple de couleur lilas, tube staminal et style de couleur violette, étamines jaunes. Malgré un agréable parfum de lilas, les fleurs sont peu attractives pour les abeilles et les papillons. Fruits : bouquets pendants de drupes sphériques, de couleur jaune clair, de 1,5 cm de diamètre, perlées, devenant ridées avec le temps. Sous la pelure assez épaisse de la drupe se trouve la chair, pulpe blanche collant aux doigts, amère puis douceâtre. Cette pulpe est réputée vénéneuse, voire toxique. Les noyaux de la drupe sont blancs et striés dans le sens de la longueur, ils sont osseux, à six côtes longitudinales, contenant six loges, renfermant chacune une graine elliptique noirâtre ressemblant à des grains de riz noir [76].



**Figure IV.1 :** Grains et arbre de Lilas perse

#### IV.2.1. Préparation de biochar

#### IV.2.1.1. Lavage

Les noyaux de fruits de Lilas perse et lavés à l'eau pour enlever la couche externe et extraire les noyaux, séchés au soleil pendant une journée, puis broyés en morceaux pour être utilisé dans les étapes suivantes ultérieure.



Figure IV.2 : Noyaux de fruits de Lilas perse

#### IV.2.1.2. Séchage

Les noyaux de fruits de Lilas perse ont été séchés à l'étuve à 110 °C pendant 24 h avant leur utilisation.



Figure IV.3 : Séchage de matière première dans une Etuve

#### IV.2.1.3. Broyage

Les noyaux ont été subir premièrement à un broyage manuel puis un broyage à l'aide d'un broyeur électrique afin d'obtenir des particules inférieures à 1 mm.



Figure IV.4 : Broyeur de laboratoire.

#### IV.2.1.4. Tamisage

Les tailles utilisées dans les tests d'adsorption ont été isolées mécaniquement au moyen d'une tamiseuse électrique dont la taille des mailles correspond à diamètres : (d<0.5 mm)



**Figure IV.5 :** Tamiseuse électrique.

#### IV.2.1.5. Carbonations

La fraction de la matière récupérée après le tamisage a été introduite dans un four à moufle réglée à 600 °C, et maintenu à cette température pendant 3 heures. Une fois carbonisé le substrat, le biochar obtenu a été un peu broyé dans un mortier en agate.



**Figure IV.6 :** Noyaux de fruits de Lilas perse après carbonations dans un four à moufle de type DAIHAN Scientific.

#### IV.2.1.6. Lavage avec HCl

Le biochar récupéré est immergé dans une solution de HCl de 0.05 M et mit sous agitation pendant 10 min (traitement pour la destruction des carbonates). Le biochar est ensuite filtrée puis lavée à l'eau distillée plusieurs fois jusqu'à l'obtention d'une solution de lavage à pH neutre.



Figure IV.7: Lavage du biochar avec HCl

#### IV.2.1.7. Séchage

La poudre récupérée après le lavage est très humide, elle est soumise à un séchage dans l'étuve à 110 °C pendant 24 heures et finalement elle est conservée dans des flacons bien fermés.

#### IV.2.2. Caractérisation de biochar

#### IV.2.2.1. Teneur en d'humidité

La teneur en d'humidité est déterminée selon la norme ASTM 2867-99. On pèse un creuset contenant **5 g** la poudre des noyaux de Lilas de perse, on l'introduit ensuite dans l'étuve à une température de **110 °C** pendant **6 heures**. Après sa sortie de l'étuve, on le pèse à nouveau. La teneur d'humidité est donnée par la relation suivant :

$$H(\%) = \frac{\text{m0-mf}}{\text{m0}} \times 100$$
 (IV.1)

Avec:

H (%): taux d'humidité

**m**<sub>0</sub>: la masse du creuset rempli avant séchage (5g)

**m**<sub>f</sub>: la masse du creuset rempli après séchage

#### IV.2.2.2. Taux des cendres :

Le taux des cendres T.C (%) est donné par la relation suivant :

$$T.C\% = \frac{\text{mi-mf}}{\text{mi}} \times 100$$
 (IV.2)

Avec:

**m**<sub>i</sub>: masse de biochar avant la pyrolyse (g);

 $\mathbf{m_f}$ : masse de biochar après la pyrolyse (g);

# IV.2.2.3. Rendement de pyrolyse

On à déterminer le rendement de pyrolyse **R**P (%) de biochar. Pour cette étape on pèse l'échantillon avant et après la pyrolyse et on calcule le rendement de pyrolyse selon l'équation suivant :

$$RP(\%) = \frac{mf}{mi} \times 100$$
 (IV.3)

Avec:

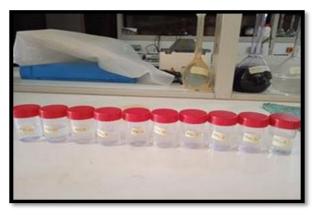
**m**<sub>i</sub>: masse de biochar avant le pyrolyse (g);

 $\mathbf{m_f}$ : masse de biochar après le pyrolyse (g);

 $\mathbf{R}_{\mathbf{P}}$  (%): rendement de la pyrolyse.

#### IV.2.2.4. pH point de zéro charge

Le pH<sub>PZC</sub> est défini comme le pH auquel il n'y a pas de charge positive ou négative à la surface du charbon actif. 25 ml d'une solution de chlorure de sodium (0,01 M) sont placés dans des flacons, le pH est ajusté de 2 jusqu'à 11 par addition de soude ou d'acide chlorhydrique concentré ; Ensuite, nous ajoutons 25 mg du biochar aux solutions de NaCl. Après 6 heures d'agitation le pH final est mesuré. Et on trace la courbe en donnant le pH en fonction de pHf = f (pHi).



**Figure IV.8** : Essais de détermination de pH point de zéro charge.

#### IV.3. Adsorbat

#### IV.3.1. Caractéristique physico-chimique de Gentian violet

Le nom Gentian violet est le nom commun donné au mélange de méthyl violets 2B, 6B et 10B selon que la molécule contient 4, 5 ou 6 groupements méthyle. On appelle parfois cristal violet ou violet de Paris le méthyl violet 10B, tandis que le méthyl violet 2B est connu en tant que violet de méthyle. C'est un colorant de couleur violette, d'autant plus foncée que le nombre de groupements méthyle augmente, utilisé surtout en microbiologie : Il est notamment employé comme outil de diagnostic, lors de l'examen bactériologique connu sous le nom de "coloration de Gram" [77].

Les principales propriétés chimiques et physiques du colorant de Gentian violet sont présentées dans le tableau suivant :

**Tableau IV.1:** Propriétés chimiques et physiques de Gentian violet [78].

Formule moléculaire	$C_{25}H_{30}ClN_3$
Poids moléculaire	M = 407.99 (g/mole)
Solubilité	Dans l'eau 50 g/l à 25°C Dans l'alcool 60g/l

## IV.3.2. Préparation de solution mère

Préparation de solutions mères de colorant GV : Pour effectuer diverses expériences d'adsorption de colorant GV sur notre bio-adsorbant, nous préparons une solution de colorant GV, CV= 1g/L en dissolvant 1g de colorant dans un volume minute de 1 L d'eau distillée.

#### IV.3.3. Préparation des solutions diluées

Pour obtenir des solutions désirées, nous avons utilisé la loi de dilution suivante :

$$C_1 V_1 = C_2 V_2$$
 (IV.3)

C<sub>1</sub>: Concentration de la solution mère (mg/l);

 $V_1$ : Volume de la solution mère à prélever (1);

C<sub>2</sub>: Concentration de la solution fille (mg/l);

V<sub>2</sub>: Volume de la solution mère fille (1).

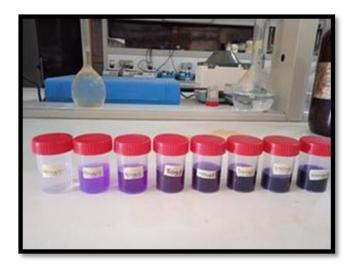


Figure IV.9 : Préparation des solutions filles du colorant.

# IV.4. Essais d'adsorption

#### IV.4.1. Procédé d'agitation

L'agitation est considérée comme un facteur important dans notre étude, elle contribue à la distribution de l'adsorbat dans l'adsorbant. L'agitation de mélange solide/liquide a été effectué à l'aide d'un dispositif d'agitation multiposte qui permettre l'agitation de tous les échantillons à la même vitesse.

#### IV.4.2. Filtration

Après chaque essai, le mélange solide/liquide est filtré à l'aide d'un appareil de filtration et d'un papier filtre avec une porosité de 45 µm.





Figure IV.10 : Dispositif de filtration de mélange solide/liquide.

# IV.5. Paramètres d'adsorption

#### IV.5.1. Quantité adsorbée

Un calcul relativement simple permet d'obtenir les quantités de produit fixé. La quantité de produit adsorbée exprimée (mg/g) de soluté par gramme de solide adsorbant est donnée par la relation suivante :

$$qe = (C_0 - C_e) \times \frac{v}{m}$$
 (IV.5)

Avec:

**qe**: Quantité de polluant par unité de masse (mg. g<sup>-1</sup>);

Co: Concentration initiale du polluant (mg. L-1);

Ce : Concentration résiduelle à l'équilibre (mg.  $L^{-1}$ );

**V**: Volume de l'adsorbat (L);

**m**: Masse de l'adsorbant (g);

#### IV.5.2. Rendement d'élimination

Le rendement d'élimination du colorant est défini par :

$$R\% = \frac{\text{co-Ct}}{\text{co}} \times 100 \tag{IV.6}$$

#### Avec:

Co: Concentration initiale du polluant (mg. l<sup>-1</sup>);

**Ce :** Concentration résiduelle à t (mg. 1<sup>-1</sup>) ;

**R**: Est le pourcentage de la quantité du Gentian violet fixé.

IV.6. Optimisation des conditions opératoires d'adsorption de Gentian violet

sur le biochar

IV.6.1. Temps de contact

Pour déterminer le temps de contact nécessaire pour l'élimination du colorant on a ajouté 25 mg du biochar à 25 ml solution de Gentian violet à concentration de 20 mg/L, l'expérience a été réalisée dans les conditions suivantes : une vitesse d'agitation de 300 tr/min, température de réaction égale à  $20 \pm 2$  °C (Température ambiante) et le temps de contact est varié de 5 minutes

jusqu'à 300 minutes. Aucun ajustement de pH n'a été effectué.

IV.6.2. Concentration initiale de l'adsorbat

Pour démontrer l'effet de la concentration en colorant sur l'adsorption, des expériences ont été effectuées à différentes concentrations en colorant (10 jusqu'à 300 mg/l). Des masses de 25mg de l'adsorbant ont été mélangées avec 25 ml de la solution de colorant, L'agitation est

assurée durant 240 minutes à une vitesse de 300 tr/min et à une température de  $(20 \pm 2^{\circ}\text{C})$ .

IV.6.3. Masse d'adsorbant

Pour l'optimisation de la masse du biochar utilisée, on a introduit différentes masses (12,5, 25 et 50 mg) de biochar dans 25 ml d'une solution de GV à différent concentration (20, 40, 80 et 150 mg/l). L'agitation est assurée durant 240 minutes à une vitesse de 300 tr/min et à une température de  $(20 \pm 2^{\circ}C)$ . Aucun ajustement de pH n'a été fait.

IV.6.4. Température

Pour étudier l'effet de la température sur l'adsorption, l'expérience a été réalisée à différentes températures (20°C, 30°C, 45°C). 25 mg de l'adsorbant ont été mélangés avec un volume de 25 ml de solution à différentes concentrations, sous agitation continue environ 300 tr/min pendant

4 heures.

#### IV.6.5. Effet de pH

L'adsorption a été effectuée à différentes valeurs de pH (2 jusqu'à 11) sous une agitation de 300 tr/min pendant un temps d'équilibre équivalant à 240 minutes. L'adsorption a été effectuée à une température ambiante de  $(20^{\circ}\text{C}) \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

# IV.7. Analyse quantitative de Gentian violet

#### IV.7.1. Méthode de dosage du Gentian violet

Le dosage de Gentian violet a été effectué à l'aide d'un spectrophotomètre UV/visible.

#### IV.7.1.1. Principe de la spectrophotométrie UV-Visible

Le spectromètre UV-Visible que nous avons utilisé est un appareil qui permet de mesurer directement les densités optiques. Le spectrophotomètre utilisé est un spectrophotomètre à double faisceaux : une source de lumière blanche émet un rayon lumineux ; celui-ci passe dans un monochromateur permettant de sélectionner une longueur d'onde, puis est séparé en deux faisceaux. L'un est dirigé vers la cuve de référence contenant le solvant, l'autre traverse l'échantillon à analyser. Deux photorécepteurs permettent de mesurer l'intensité lumineuse de chaque faisceau. L'absorbance A de la solution est ensuite calculée à partir de l'équation (IV.7).

$$A = -\log \frac{I}{I_0}$$
 (IV.7)

Avec:

 $\bf A$ : absorbance de la solution pour une longueur d'onde  $\lambda$ 

I<sub>0</sub>: l'intensité du faisceau de référence

I : l'intensité transmise du faisceau traversant l'échantillon

La concentration en polluant dans l'échantillon est déduite de l'absorbance à l'aide de la loi de Beer-Lambert (équation IV.8).

$$A = \varepsilon. c. \ell \tag{IV.8}$$

Avec:

 $\epsilon$ : Coefficient d'absorption molaire (l/mol.cm) à la longueur d'onde  $\lambda$ 

C : concentration molaire de l'espèce absorbante (mol/l)

l: L'épaisseur de la cuve (cm)

Le détecteur du spectrophotomètre utilisé étant saturé pour une absorbance supérieure à 3, il est nécessaire de diluer les échantillons les plus concentrés avant leur dosage. [79]



Figure IV.11: Spectrophotomètre UV visible model.

La longueur d'onde d'absorption maximale ( $\lambda$  max) du Gentian violet a été obtenue par un balayage spectral, entre (200 et 1200 nm) d'une solution de colorant Gentian violet. Le spectre montre bien que la longueur d'onde du maximal d'absorption est de (581 nm).

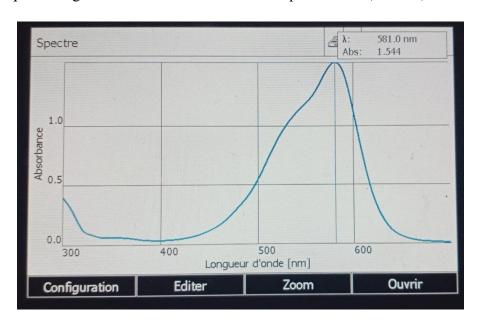


Figure IV.12: Balayage spectroscopie UV- visible du Gentian violet.

#### IV.7.1.2. Etablissement de la courbe d'étalonnage

La courbe d'étalonnage sert à déterminer les concentrations résiduelles en colorant, pour cela on a préparé par dilution plusieurs solutions filles à partir de la solution mère pour couvrir un domaine de concentration variant de 1 mg/l jusqu'à 10 mg/l. puis on a mesuré les absorbances correspondantes en utilisant un spectrophotomètre UV-visible et en fixant la longueur d'onde du maximum d'absorption, les résultats obtenus sont les suivants (Tableau IV.2) :

**Tableau IV.2 :** Etalonnage pour la détermination de la concentration en GV.

C (mg/l)	0	1	2	4	6	8	10
Abs	0	0.12	0.23	0.512	0.745	1.041	1.285

A partir de ces valeurs on a tracé la courbe d'étalonnage A= f(C) (Figure III. 14).



Figure IV.13 : Solutions diluées de Gentian violet.

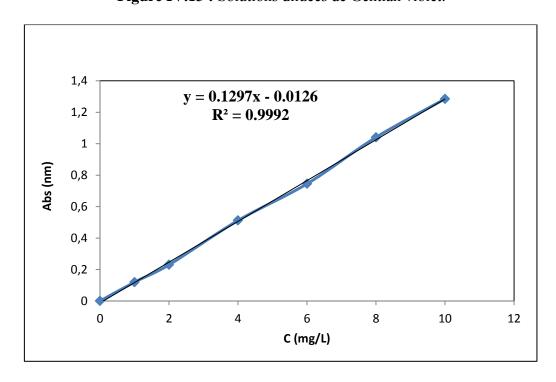


Figure IV.14 : Courbe d'étalonnage de Gentian violet.

La courbe est linéaire ; les données expérimentales rapportées dans la Figure IV.14 indiquent une relation linéaire entre l'absorbance et la concentration avec un coefficient de corrélation plus élevé (R²=0.9992). La valeur haute de coefficient de corrélation de la courbe d'étalonnage observée nous permet de considérer que le coefficient d'extinction molaire est constant sur la gamme de concentration étudie. La droite obtenue est une équation linéaire sous la forme :

#### $A = 0.1297 C_{GV} - 0.0126$

# IV.8. Analyse qualitative de l'adsorption de Gentian violet sur le biochar

Pour mener l'étude par spectroscopie infrarouge, le mélange a été comprimé pour combiner les deux composants, 1 mg de charbon actif et 200 mg de KBr, afin d'obtenir la forme souhaitée à placer dans un spectromètre de type SGIMADZU- 8400S (nombre d'onde compris entre 400 et 4000 cm<sup>-1</sup>, résolution de 2 cm<sup>-1</sup>)



**Figure IV.15:** Spectroscopie-infrarouge (FTIR).

#### Introduction

Ce dernier chapitre présent tous les résultats expérimentaux de l'étude d'élimination de Gentian violet sur un biochar issu des noyaux de lilas perse :

- L'étude de l'effet des principaux paramètres sur la capacité d'adsorption tels que le temps de contact, la masse de l'adsorbant (charbon actif en poudre), la température, les concentrations de colorant et pH
- L'application du modèle de Langmuir et de Freundlich.
- L'application du modèle de réaction telles que le pseudo premier-ordre et le pseudo second-ordre

# V.1. Caractéristiques physique-chimique de biochar :

#### V.1.1. Teneur en humidité

$$H(\%) = \frac{P0-Pf}{P0} \times 100$$
 $H(\%) = \frac{5-4.82}{5} \times 100 = 3.69\%$ 

#### V.1.2. Taux des cendres

Le taux des cendres T.C (%) est donné par la relation suivant :

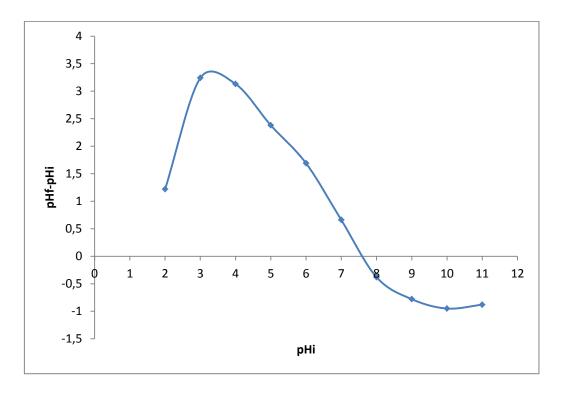
$$T.C\% = \frac{\text{mi-mf}}{\text{mi}} \times 100$$
 $T.C = \frac{78.21 - 21.85}{78.21} \times 100 = 72.06\%$ 

#### V.1.3. Rendement de pyrolyse

$$RP \% = \frac{mf}{mi} \times 100$$
  
 $RP \% = \frac{21.85}{78.21} \times 100 = 27.94 \%$ 

#### V.1.4. Point de zéro charge

Pour étudier la nature électrostatique de la surface de la poudre de biochar (noyaux de lilas perse), nous avons procédé à la détermination de la valeur de pH du milieu pour laquelle la résultante des charges positives et négatives de la surface est nulle. La **figure (V.1)** montre l'évolution de la variation du pH (pHi – pHf) en fonction du pH initial ajusté.



**Figure V.1 :** Point de zéro charge (pH<sub>PZC</sub>) de biochar.

Le point d'intersection entre la courbe et l'axe des abscisses correspond au point de zéro charge. Le pH<sub>PZC</sub> des noyaux de lilas perse est égal à 7.64, indique une surface des particules de biochar de noyaux de lilas perse de caractère basique.

- La charge globale de la surface est positive pour les solutions de pH inférieur à cette valeur (7.64)
- La charge globale de la surface est négative lorsque les pH des solutions sont supérieurs à pH<sub>PZc</sub> (7.64);

Tableau V.1 : Caractéristiques physique-chimique de biochar étudié :

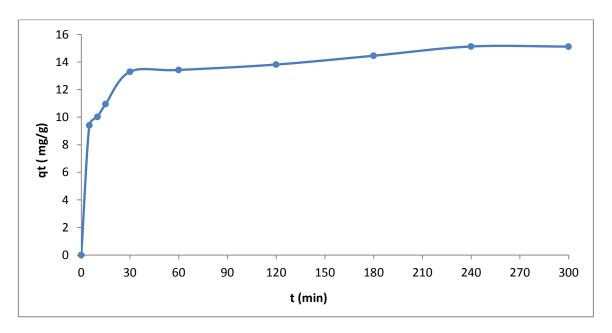
paramètre	Taux d'humidité	Taux de cendre	Rendement de pyrolyse	$ m pH_{PZc}$
Valeurs	3.6%	72.06 %	27.94 %	7.64

# V.2. Etude d'optimisation des conditions opératoires d'adsorption de Gentian violet sur le biochar

#### V.2.1. Effet de temps de contact

Puisque l'adsorption est un procédé de transfert d'un soluté de la phase liquide vers la phase solide, le temps de contact entre les deux phases est un facteur important. En effet une adsorption rapide des solutés avec établissement de l'équilibre dans une période courte explique les propriétés remarquables de l'adsorbant pour son utilisation dans le traitement des colorants [80].

Des expériences d'adsorption ont été réalisées pour différentes temps de contact. Les résultats obtenus sont illustrés sous forme de courbe qt=f(t).

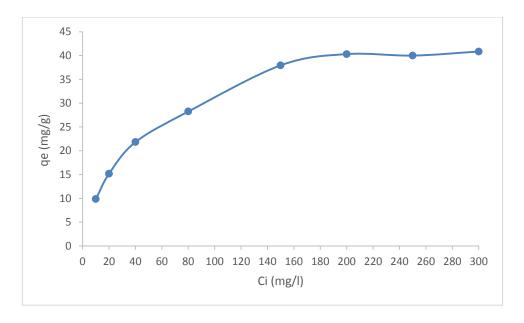


**Figure V.2 :** Effet du temps de contact sur l'adsorption de GV.

Les résultats obtenus (**Figure V.2**) montrent qu'il y a une forte augmentation de l'adsorption du colorant par le biosorbant. Ce phénomène constaté pendant les premières minutes de l'adsorption, peut être interprété par le fait qu'en début d'adsorption, le nombre de sites actifs disponibles à la surface du matériau adsorbant, est beaucoup plus important que celui des sites restant après un certain temps. À une demi-heure de temps de contact environ 66.5 % du colorant de GV a été éliminé. Après une heure du temps le processus d'adsorption devient en plus lent au cours du temps d'agitation. Au bout de 240 minutes on a obtenu un maximum d'efficacité égal à 75.65%. Par la suite, le taux d'adsorption devenir pratiquement stable à cause de la saturation de la surface de l'adsorbant.

#### V.2.2. Effet de concentration initiale de l'adsorbat

L'effet de la concentration initiale du Gentian violet sur l'adsorption sur le biochar a été étudié, en variant la concentration initiale de (10, 20, 40, 80, 150, 200, 250 et 300 mg/L). Les résultats sont présentés par la figure suivante :



**Figure V.3:** Effet de concentration initial d'adsorbat sur l'adsorption de GV.

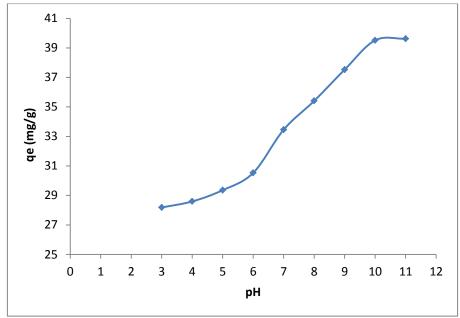
L'allure de la courbe illustrés sur la **Figure V.3** montre qu'il y a une forte augmentation de la quantité du colorant adsorbé sur le biochar en fonction de la concentration du colorant par rapport à sa concentration initial jusqu'à  $C_{initiale} = 20 \text{ mg/L}$ . Au-delà cette concentration le processus d'adsorption de GV sur le biochar devient lent indiquant l'épuisement des sites actifs. A partir  $C_{initiale} = 150 \text{ mg/l}$  on constate que la capacité d'adsorption reste stable avec une valeur moyenne égal à 39.77 mg/g

#### V.2.3. Effet de pH

Le pH joue un rôle important dans le processus d'adsorption car il affecte les espèces dominantes d'adsorbat et la charge de surface de l'adsorbant [81]. Plusieurs études ont montré que le pH influe sur l'adsorption des composés organiques cationiques et anioniques [82,83].

Les résultats obtenus de l'étude de l'effet de pH sur l'adsorption de GV sur le biochar issu des noyaux de Lilas perse sont rapportés ci-dessous :





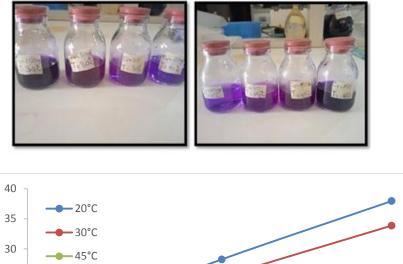
**Figure V.4 :** Effet du pH initial sur l'adsorption de GV.

Présentés sur la **figure** (**V.4**) montre que la quantité adsorbée de GV augmente avec l'augmentation du pH de la solution, puis se stabiliser à partir du pH = 10.

Lorsque le pH augmente (milieu basique), les résultats peuvent être expliqués par la surface du biochar qui est chargée négativement (présence des OH<sup>-</sup>) ce qui favorise la force électrostatique entre les cations du GV et la surface de biochar. Par contre, quand le pH diminue (milieu acide), la surface de charbon est chargée positivement (présence des H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>), ce qui engendre des répulsions électrostatiques entre les cations de GV et la surface de l'adsorbant.

#### V.2.4. Effet de la température de réaction

La température du milieu est un paramètre très important dans ce procédé, car elle exerce une influence considérable sur le taux d'adsorption. Les températures utilisées dans cette phase expérimentale varient de 20 à 40 avec un intervalle de 10 °C entre chaque milieu. Les résultats obtenus sont reportés ci-dessous :



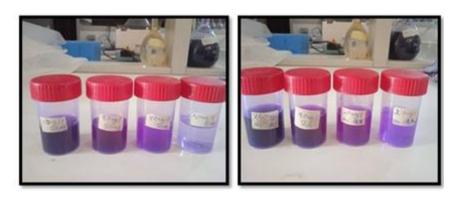
35 - 30°C 30 - 45°C 25 - 10 - 5 - 0 0 25 50 75 100 125 150 Ci

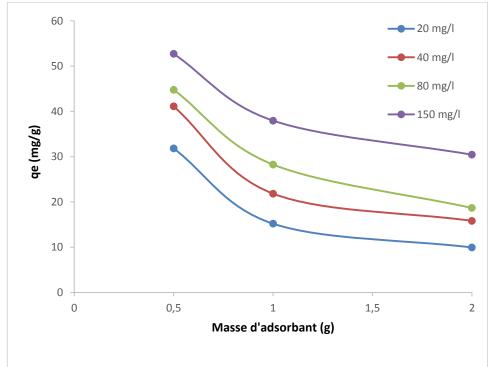
**Figure V.5 :** Effet de température de réaction sur l'adsorption de GV.

La figure V.5 traduise l'effet de la température sur les quantités adsorbées du colorant GV, d'après les résultats obtenus on constate que l'augmentation de la température favorise une diminution de la quantité adsorbée du GV, cela peut être due à la désorption provoquée par l'augmentation de l'énergie thermique disponible. Donc les résultats expérimentaux obtenus prouvent que se paramétrer affecte négativement ce processus. Le procédé donne donc des meilleurs résultats lorsque la température de fonctionnement est celle ambiante, ce qui est un point positif car elle ne nécessite pas un apport énergétique ce qui diminue les frais d'exploitation.

#### V.2.5. Effet de la masse du biochar

La masse de l'adsorbant est un facteur très important influençant l'adsorption du colorant. Dans cette étude nous allons étudie l'effet de la masse de biochar sur l'adsorption de GV. Les résultats obtenus sont reportés ci-dessous :





**Figure V.6 :** Effet de la masse d'adsorbant sur l'adsorption de GV.

D'après les résultats illustrés sur la figure (**Figure V.6**), on remarque que la capacité d'adsorption diminue avec l'augmentation de la quantité de l'adsorbant. L'encombrement stérique est à la base de la réduction de la surface totale accessible d'où une diminution de la capacité d'adsorption en fonction de la masse, de bioadsorbant [84].

# V.3. Etude qualitative de l'adsorption du Gentian violet sur le biochar

Le spectrophotomètre infrarouge fonctionne dans l'intervalle de la longueur d'onde (400-4000 cm<sup>-1</sup>) est la plus utilisée car la plupart des fréquences caractéristique des groupements fonctionnels y sont situées. Elle présente un intérêt considérable pour l'étude qualitative de la structure de biochar. Le spectre d'analyse par infrarouges de biochar préparé est représenté sur la figure suivante :

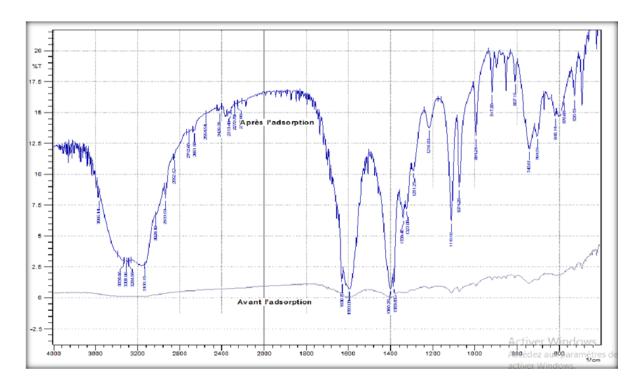


Figure V.7: Analyse par spectroscopie infrarouge (IRTF) de biochar (Lilas de perse).

Le tableau V.2 montre différentes bandes d'absorption et les fonctions organiques, où nous notons que l'élément carbone dans notre charbon actif est très important, ce qui confirme l'effet du processus de carbonisation dans l'étape de synthèse du charbon actif.

Tableau V.2: Principales fréquences caractérisant le biochar [85].

Nombre d'ondes (cm <sup>-1</sup> )	Liaisons				
3300	OH pour les liée d'eau OH pour les alcools et large pour les acides.				
3150	C-H (vibration de valence dans les aliphatiques, oléfines).				
1600	C=C dans les cycles aromatiques.				
1400	C-H dans les alcanes.				
1125	C-O dans les éthers, alcools et esters.				
705-775	C-H les vibrations déformation(CH <sub>3</sub> ).				

On constate dans le spectre infrarouge de biochar après l'adsorption que les pics deviennent très intenses surtout celle liées à la vibration v C-N (liaison C-N) qui caractérise le colorant GV et qui située entre 1020 et 1220 cm<sup>-1</sup>, ce qui peut être attribuée à la fixation du colorant GV sur le biochar.

# V.4. Etude de la cinétique de l'adsorption du GV sur le biochar

Le but de cette partie est de modéliser les cinétiques d'adsorption d'un polluant organique GV sur le biochar synthétisé des noyaux de Lilas perse. Plusieurs modèles cinétiques peuvent être utilisés afin d'exprimer les constantes de vitesse de l'adsorption des solutés sur les solides, deux modèles cinétiques d'adsorption ont été utilisés, le modèle de Lagergren et le modèle de Blanchard.

#### • Modèle du pseudo premier ordre (modèle Lagergren)

Ce modèle mathématique a été choisi d'une part pour sa simplicité et d'autre part par son application dans le domaine de l'adsorption des composés organiques sur les différents adsorbants. La validité de l'équation de Lagergren est testée en traçant log (qe - qt) en fonction de (t).

# • Modèle du pseudo-deuxième ordre (Modèle de blanchard)

De la linéarisation de l'équation représentative de la cinétique du pseudo second ordre on peut calculer la constante de la vitesse  $k_2$  en traçant (t / qt) en fonction de (t).

Le calage de nos valeurs expérimentales sure des modèles a donné les courbes suivantes :

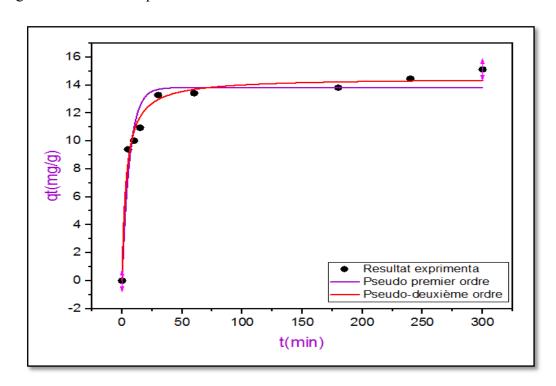


Figure V.8 : Cinétique de l'adsorption du Gentian violet.

Pour l'examen de la fiabilité des modèles proposés nous avons calculé les facteurs de corrélation des deux équations ainsi que les constantes cinétiques de chaque modèle. Ces derniers sont regroupés dans le tableau suivant :

**Tableau V.3 :** Constantes d'équilibre de la cinétique pour l'adsorption du Gentian violet sur le biochar.

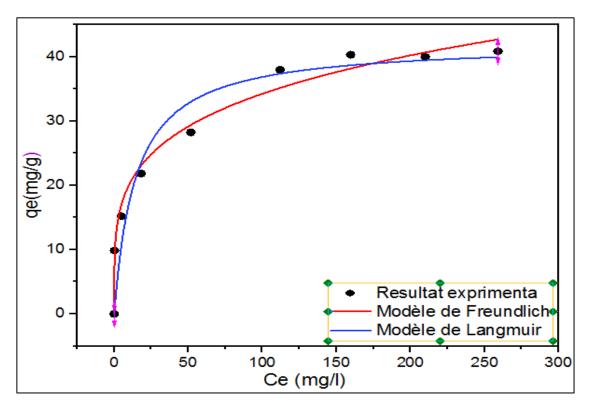
Cinétique du pseudo-premier ordre			Cinétique	du pseudo-seco	onde ordre
qe (mg/g)	$\mathbf{K}_{1}$	$\mathbb{R}^2$	qe (mg/g)	$\mathbf{K}_2$	$\mathbb{R}^2$
13.82	0.15	0.946	14.51	0.019	0.980

D'après les résultats obtenus sur le tableau (V.3) on remarque que le modèle Blanchard est le mieux adapté vu la valeur du facteur de corrélation le plus élève (R = 0.98) Donc l'ordre des cinétiques d'adsorption Gentian violet sur le charbon est une cinétique de deuxième ordre.

## V.5. Etude des isothermes d'adsorption de GV sur le biochar

L'adsorption de nature physique ou chimique, peut être définie comme un phénomène de concentration de molécules d'une phase fluide à la surface d'un solide, la cinétique d'adsorption peut être modélisé par des relations mathématiques [86].

L'étude de l'isotherme d'adsorption de GV sur biochar nécessite la représentation de la quantité de soluté adsorbé en fonction de la concentration du soluté par la représentation graphique de qe=f (Ce) et appliquer les lois de Freundlich et de Langmuir. La théorie de Langmuir suppose que l'adsorption se produit à une quantité spécifique de sites actifs de dispersion homogène sur la surface d'adsorbant à l'équilibre ; de plus, ces sites de liaison ont attraction identique pour le sorbate. La théorie de Freundlich à l'hypothèse que le phénomène de biosorption sur un réseau hétérogène surface vient à la suite de multi-couches avec affinité variable pour l'adsorbat [87-88]. Les résultats obtenus lors de cette étude sont représentés sur la figure (V.9) :

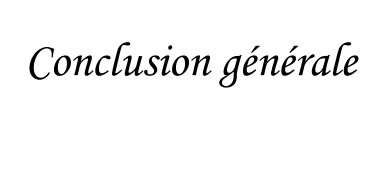


**Figure V.9 :** Isotherme d'adsorption de Freundlich et de Langmuir (GV dans une solution aqueuse) sur le biochar.

Tableau V.4: Paramètres équationnels du le modèle Freundlich et le modèle Langmuir.

Modèle de Freundlich			Modèle de Langmuir		
kf	n	$\mathbb{R}^2$	kl	qm (mg/g)	$\mathbb{R}^2$
11.76	4.31	0.985	0.069	42.14	0.923

La comparaison des deux coefficients de corrélation montre que le modèle de Freundlich répond mieux que le modèle de Langmuir. Et ce résultat prouve que le phénomène d'adsorption du GV sur le biochar issu de noyaux de Lilas perse est une adsorption multicouche.



# Conclusion générale

L'objectif de notre travail était d'étudier les possibilités d'utiliser les propriétés spécifiques d'adsorption des noyaux de Lilas perse en étudiant l'influence de certains paramètres tels que la concentration initiale du colorant, la masse de l'adsorbant, le pH de la solution et la température sur la rétention de Gentian violet.

A travers tous les résultats obtenus, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

- La cinétique d'adsorption du Gentian violet sur le biochar correspondre le modèle du pseudo-deuxième ordre.
- L'adsorption de Gentian violet sur le biochar décrit mieux au modèle de Freundlich basé sur coefficient le plus grand.
- L'augmentation de la concentration initiale du (GV) entraine une augmentation du rendement et la capacité d'adsorption.
- La capacité d'élimination du (GV) augmente avec la diminution de la masse de l'adsorbant.
- Les résultats expérimentaux obtenus prouvent que la température de réaction affecte négativement le processus d'adsorption de GV sur le biochar réaction exothermique.
- La capacité du biochar pour d'élimination augmente avec augmentation de temps d'agitation, la valeur maximale d'efficacité 4h à laquelle l'équilibre est atteint.
- pHpzc ainsi que l'effet de la variation du pH de la solution sur la capacité d'adsorption qu'elle soit l'adsorption est plus favorable en milieux fortement basique parce que dans ce milieu, la surface du bioadsorbant prend une charge négative qui va attirer les molécules cationiques du colorant.

A partir des résultats obtenus le biochar dans cette étude est un adsorbant efficace pour la rétention du colorant cationique (GV) à partir des solutions aqueuses.

Enfin et comme perspectives nous préconisons l'étude de décoloration simultanée de plusieurs colorants et aussi l'activation chimique par un agent activant (acide ou basique) ou bien procédé à une autre méthode d'activation physique de notre substrat adsorbant qui pourra nous donner des meilleurs rendements d'élimination.

# Références bibliographiques

# Références bibliographiques

- [1] Adeyemo, A.A.; Adeoye, I.O.; Bello, O.S. Adsorption of dyes using different types of clay: A review. Appl. Water Sci. (2017), 7, 543–568p.
- [2] Yaseen, D.A.; Scholz, M. Textile dye wastewater characteristics and constituents of synthetic effluents: A critical review. Int. J. Environ. Sci. Technol. (2018), 16, 1193–1226.
- [3] Cao, D.-J.; Wang, J.-J.; Zhang, Q.; Wen, Y.-Z.; Dong, B.; Liu, R.-J.; Yang, X.; Geng,
   G. Biodegradation of triphenylmethane dye crystal violet by Cedecea davisae.
   Spectrochim. Acta Part A Mol. Biomol. Spectrosc. (2018), 210, 9–13p.
- [4] De Benedetto, C.; Macario, A.; Siciliano, C.; Nagy, J.B.; De Luca, P. Adsorption of Reactive Blue 116 Dye and Reactive Yellow 81 Dye from Aqueous Solutions by Multi-Walled Carbon Nanotubes. Materials (2020), 13, 2757p.
- [5] Abu Elella, M.H.; Sabaa, M.W.; ElHafeez, E.A.; Mohamed, R.R. Crystal violet dye removal using crosslinked grafted xanthan gum. Int. J. Biol. Macromol. (2019), 137, 1086–1101p.
- [6] Omer, O.S.; Hussein, M.A.; Hussein, B.; Mgaidi, A. Adsorption thermodynamics of cationic dyes (methylene blue and crystal violet) to a natural clay mineral from aqueous solution between 293.15 and 323.15 K. Arab. J. Chem. (2018), 11, 615–623p.
- [7] Chahinez, H.-O.; Abdelkader, O.; Leila, Y.; Tran, H.N. One-stage preparation of palm petiole-derived biochar: Characterization and application for adsorption of crystal violet dye in water. Environ. Technol. Innov. (2020), 19, 100872.
- [8] Hammami S. Étude de dégradation des colorants de textile par les procédés d'oxydation avancée. Application à la dépollution des rejets industriels. Thèse de Doctorat de l'Université Paris-Est et Tunis El Manar, 12 Décembre (2008).
- [9] Didier Gaujous, 1999. La pollution des milieux aquatiques : aide-mémoire (2ème éd.) revue et augmentée Relié. Paris.
- [10] Khalfaoui. A, Etude Expérimentale de L'élimination de Polluants Organiques et Inorganiques par Adsorption sur des Matériaux Naturels : Application aux Peaux d'Orange et de Banane, Thèse de doctorat, Universite Mentouri De Constantine Faculte Des Sciences De L'ingenieur Departement De Chimie Industrielle, (2012).
- [11] Bechki, M Kh. Préparation et caractérisation du charbon actif à partir des noyaux du palmier dattier et des coquilles des noix. Thèse de doctorat, Université Kasdi Merbah-

- Ouargla, (2018).
- [12] N'guessan, J K. Etude expérimentale et modélisation d'un procédé séquentiel AD OX d'élimination de polluants organiques. Thèse de doctorat, Université de Toulouse, (2010).
- [13] Miquel, MG. Les effets des métaux lourds sur l'environnement et santé-rapport de l'office parlementaire d'évaluation des choix scientifiques et technologiques, France, (2001).
- [14] Rodier, J. Bazin, C. Broutin, J.P. Chambon, P. Champsaur, H. et Rodi, L. L'analyse de l'eau : eaux naturelles, eaux résiduaires, eau de mer. Ed Dunod, Paris, (2005).
- [15] Hammada Malika, Evaluation de la qualité des rejets liquides de trois industries de la wilaya de Constantine, mémoire de magister en Pollution des écosystèmes et Écotoxicologie, Université des Frères Mentouri Constantine Faculté des Sciences de la Nature et de la Vie, (2017).
- [16] Oubagha, N. décontamination des eaux contenant les colorants textiles et les adjuvants par des matériaux naturels et synthétiques, Mémoire de magister, Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou, (2011).
- [17] www.toppr.com/guides/biology/natural-resources/water-and-water pollution
- [18] Olivier. A, Chimie et pollution des eaux souterraines, Tec et Doc Lavoisier, (2005).
- [19] Boudjelal Djoudi. H, pollution de l'oued boussellem par les eaux usées urbaines et industrielle et impact de leur utilisation dans l'irrigation. Thèses ing, tatho des écosystémes universitaires, Sétif.2008. 6-13p.
- [20] Bouzaini M,. L'eau de la pénurie maladie. Ed. I BN-KHALDOUN., Oran: 59- 64. Bureau d'étude et de réalisation des ouvrages U.R.T.O, PADV de Hassi ben abdellah Phase 1 : rapport d'orientation, (2000), 1-4p.
- [21] Baumont S, Camard J-P, Lefranc A, Franconie A, Réutilisation des eaux usées : risques sanitaires et faisabilité en Île-de-France. Rapport ORS, (2004), 220p.
- [22] Georgacakis, D. Dalis, D. « Controlled anaerobic digestion of settled olive oil wastewater », Bio resource technol, 46 (3), 1993, 221–226p.
- [23] Auta, M. Hameed, B.H. .Chitosan–clay composite as highly effective and low- cost Adsorbent for batch and fixed-bed adsorption of methylene blue. Chemical Engineering Journal 237, (2014), 352–361p.
- [24] Lei Yu, Yong-ming luo. The adsorption mechanism of anionic and cationic dyes by Jerusalem artichoke stalk-based mesoporous activated carbon. J. Environ. Chem. Eng. 2 (2014), 220-229 p.

- [25] Welham A., The theory of dyeing (and the secret of life). J. Soc. Dyers Colour, Vol. (2000). 116, 140-143p.
- [26] Benmakhlouf. T etBouiche. M, Elimination d'un colorant textile basique (Rouge azucryl) par des rejets de phosphates de Djebel-Onk (Tébessa, Algérie),
  Mémoire master, Université A. MIRA Béjaïa –. (2015).
- [27] Courilleu V., Valette C., Chimie des couleurs et des odeurs, Nantes, culture et technique (1999).
- [28] Mansour, H. Ben Boughzala, O. Dridi, D. Barillier, D. Chekir Ghedira, L and Mosrati, R.. —Les Colorants Textiles Sources de Contamination de l'eau : CRIBLAGE de La Toxicité et Des Méthodes de Traitement Textiles Dyes as a Source of Wastewater Contamination : Screening of the Toxicity and Treatment Methods. Revue Des Sciences de l'eau 24 (3): 209 (2012). https://doi.org/10.7202/1006453ar
- [29] Messemeche .F . Etude qualitative et quantitative de l'adsorption d'un Colorant organique sur le charbon actif. Mémoire de Master : Chimie Biskra : Université Mohamed Khider Biskra, (2014),90p.
- [30] Ararem, F. 2010. —Synthèse et Caractérisation de Biopolymères Application Au Piégeage de Colorants.
- [31] Guivarch, Elodie Zawlotzki.. —Traitement Des Polluants Organiques En Milieux Aqueux Par Procédé Électrochimique d'oxydation Avancée "Electro-Fenton" Application à La Minéralisation Des Colorants Synthétiques» Thèse de Doctorat. (2004)
- [32] DEPA (Danish Environmental Protection Agency), Survey of azocolorants in Denmark, Toxicity and fate of azo dyes, (2000).
- [33] BAUER C, Jacques P., Kalt A., Photoche J. Photobiol. A: chem. 140, (2001), 87–92p.
- [33] Sahnoun, S. Synthèses, caractérisation et application des argiles organophiles, Thèse de Magister, Université du Sétif (2011).
- [34] MIQUEL MG., Les effets des métaux lourds sur l'environnement et santé- rapport de l'office parlementaire d'évaluation des choix scientifiques et technologiques, France, (2001).
- [35] Gupta V.K., Mittal, A. Krishnan, L. & Gajbe, V. Separation and purification technology, 40(1), (2004), 87-96p.
- [36] Guivarch, E. « Traitement des polluants organiques en milieux aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée" Electro-Fenton» : application à la minéralisation des colorants synthétiques » (Doctoral dissertation, Université de Marne- la-Vallée,

- (2004).
- [37] Zawlotzkiguivarch. E. (2004). "Traitement des polluants organiques en milieux aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée "Electro- Fenton". Application à la minéralisation des colorants synthétiques», thèse doctorat ; Université de Marne-LaVallée.
- [38] Belegald, J. Les colorants industriels, Encyclopédie médico-chirurgicale pathologie du travail, intoxications maladies par agents physiques 16082 à paris. Editions techniques, (1987), 5p.
- [39] Abouzaid, A. étude de différents traitements des effluents de l'industrie textile, thèse de doctorat, Université Chouaib Doukkali, Maroc, (2001), 52-62p.
- [40] Barka.N. Dégradation photo catalytique des eaux colorantes séparent et en mélange binaire par tiO2-supporte. Sciences & Technologie, (2008), vol. 27, 147-152p.
- [41] Howard, N, L. Textile Fibres, Dyes, finishs, and Processes, Davis California: William Andrew, (1987), ISBN: 0815510764.
- [42] Desoille, H. Scherrer, J. Truhauter, R. précis de médecine du travail, 5<sup>ème</sup> Edition Masson, (1987), 838-845p.
- [43] Bliefert, C. Perraud, R. chimie de l'environnement : air, eau, sols, déchets, éditions de boeck, Bruxelles, (2004), 10p.
- [44] Rais, A. Rajeev, K. adsorptive removal of congo red dye from aqueous solutionusing bael shell carbon, Applied surface science, vol 257, (2010),1628–1633p.
- [45] Gaballah, I. Kilbertus, G. Recovery of heavy metal ions through decontamination of synthetic solutions and industrial effluents using modified barks, J. Geochemisry Exploration .V 62,(1998),241-286p.
- [46] Bounacer, A. Adsorption du fer, nickel et cobalt par la marne argileuse en Solution aqueuse, Mémoire de Master, université Abou BekrBelkaid-Tlemcen, (2015).
- [47] Dae Jung, K. Namgoo, K. Wang, G. Seoung, K. Isothermal adsorption equilibrium and dynamics of binary mixture gasoline constituent on honeycomb monoliths. Chemical Eng. Journal 137, (2008), 244-250p.
- [48] Chitour C. Physico-chimie des surfaces « l'adsorption gaz-solide et liquide solide », Tomes 2, office des publications Universitaires, Edition n°4556,09/2013
- [49] Belkebir Zohra, Valorisation des dechets agro-alimentaires cas des grignons d'olives, Thèse De Magister en Technologie Alimentaire, Université M'hamed Bougara-Boumerdes, (2007).
- [50] Maillard R, L'olivier, Ed comité technique de l'olivier, Aïx-en provence, et institut de

- vulgarisation pour les fruits, légumes et champignons, Paris, (1975).
- [51] Chitour S. (1992). Chimie des surfaces, Volume 2, edition OPU.
- [52] Bouras, O. "propriétés adsorbants d'argiles pontées organophiles : synthèse et caractérisation". Thèse de doctorat, Université Limoges, (2003).
- [53] Sedira, N. " Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes". Thèse de magister en Environnement et traitement des eaux. Université Souk Ahras, (2013).
- [54] Bekouche, Salim. Etude de l'adsorption du phénol sur le TiO<sub>2</sub>. Thèse Magistère, Université Mentouri -Constantine. (2003).
- [55] Damel, S.G. Trans. Farad. 1951.
- [56] Edeline, F. « L'équation physico-chimique, Théorie et technologie des eaux » Ed. Cebedoc Sprgl.Liége (1998).
- [57] Sun, L. M. Meunier, F. Adsorption. Aspects théoriques, Les Technique de L'Ingénieur, Opérations Unitaires ; Génie de la réaction chimique, traité Génie des procédés, J 2 730,(2003).
- [58] Kaikake, K. Hoaki, K. Sunada, H. R. Dhakal, P. Baba, Y. Removal characteristics of metal ions using degreased coffee beans: Adsorption equilibrium of Cd(II), Bioressource Technology V 98 (2007) 2787-2791.
- [59] WU,F.C Tseng, R.L. Juang, R.S. Kinetic modeling of liquid-phase adsorption of reactive dyes and metal ion on chitosane Water Research, V 35 (2001) 613-618.
- [60] Braz, J. Chem. Eng. vol.26 no.2 São Paulo Apr. (2009).
- [61] Belmouden, M. Faculté des Sciences d'Agadir, Thèse de doctorat, (2000).
- [62] Déjardins, R. Le traitement des eaux, 2ème édition, Revu et améliorée, Ecole polytechnique de Montréal, (1997).
- [63] Ghali, S. Etude de la carbonisation d'un précurseur végétal, les noyaux d'olives, Utilisation dans le traitement des eaux, Mémoire de Magister, Université du 20 Août 1955 Skikda, (2008).
- [64] Boulkrah, H. étude comparative de l'adsorption des ions plomb sur différents adsorbants, Mémoire de Magister, l'université du 20 août 1955 SKIKDA, (2008), p49-56p.
- [65] Freundlich, H. Über die adsorption in lösungen. Zeitschrift für Physikalische Chemie (Leipzig), (1906)((((, 57, 385-470.
- [66] Limousin G. Gaudet J-P. Charlet, L. Szenknect S. Barthes V. Krimissa M. Sorption isotherms: A review on physical bases, modeling and measurement. Applied

- Geochemistry, (2007), n°22, 249–275p.
- [67] Freundlich, H. M. Over the adsorption in solution, J. Phy. Chem., V 57 (1906) 385-470.
- [68] Do, Duong D. Adsorption analysis: equilibria and kinetics, London: Imperial CollegePress, (1998), vol2.
- [69] Acemioglu, J. Colloid Interface Sce.274, (2004), 371-379p.
- [70] K Malik, P. Dyes pigments 56, (2003), 239-249p.
- [71] Lagergren, S. About the theory of so-called adsorption of soluble substances. K. Sven. Ventensskapsakad. Handlingar Band, V 24 (1998) 1-39p.
- [72] Aziri, S. " étude de l'adsorption du nickel par des biosorbants." thèse de Magister en chimie de l'Environnement université Tizi-Ouzou, (2012).
- [73] Mohamed, L. Et al. "Etude cinétique et thermodynamique de l'adsorption des colorants monozoïques sur la polyaniline (Title)." J. Mater. Environ. Sci, 6, (2015), 1049-1059p.
- [74] Barrett, P.E.P. Joyer, L.G. Halenda, P.P. Am, J. Chem. Soc. 73 (1951) 373-380.
- [75] https://fr-academic.com/dic.nsf/frwiki/1028095
- [76] https://fleurs-fruits-feuilles-de.com/melia\_azedarach.php
- [77] https://fr.wikipedia.org/wiki/Violet\_de\_gentian
- [78] Ouakouak, A. Messameh A, Barhoumi T, Hadj-Otmane C, Grabi H, Noureddine H, Achmad S and Raj B, "Development of a Novel Adsorbent Prepared from Dredging Sediment for Effective Removal of Dye in Aqueous Solutions" Appl. Sci. (2021), 11, 10722. https://doi.org/10.3390/app112210722
- [79] Layaly Ghannoum Obeid, Synthèse et Caractérisation de matériaux magnétiques pour l'adsorption de polluants présents dans les eaux, Thèse de doctorat, Université Pierre et Marie Curie Ecole doctorale ED388,(2014).
- [80] Bouras, O. "propriétés adsorbants d'argiles pontées organophiles : synthèse etcaractérisation". Thèse de doctorat, Université Limoges, (2003)
- [81] Arvind, Singh. Srivastava, Neha. Maulin, Shah. Hashem, Abeer. Fathi Abd Allah, Elsayed. Dan Bahadur Pal. "Investigation on hexavalent chromium removal from simulated wastewater using royal poinciana pods-derived bioadsorbent" Biomass Conversion and Biorefinery, 8 September 2021. https://doi.org/10.1007/s13399-021-01944-6.
- [82] Elbariji, S. Elamine, M. Eljazouli, H. Kabli, H. Lacherai, A. Albourine A. Traitement et valorisation des sous-produits du bois. Application a l'élimination des colorants industriels. C. R. Chimie 9, (2006), 1314–1321p.

- [83] Valorisation d'un résidu naturel ligno-cellulosique en charbon actif. Revue des énergies renouvelables ICRESD -07 Tlemcen, (2007), 187-192p
- [84] Int, J. Biol. Chem. Sci. Adsorption d'un colorant basique, Bleu de Méthylène, en solution aqueuse, sur un bioadsorbant issu de déchets agricoles de Cucumeropsis mannii Naudin. Laboratoire de Chimie Organique Physique, Eau et Environnement(LACOPE), Université de Kinshasa, B.P. 190, Kinshasa XI, RD Congo. 558-575, February 2018.
- [85] Durán-Valle C J, Gómez-Corzo M, Pastor-Villegas J, Gómez –Serrano V, Study of Cherry stones as raw material in preparation of carbonaceous adsorbents, J, Anal, Appl, Pyrolysis, Vol.73, (2005), 59-67p.
- [86] Samanni. L-Vaute, J.L.Fanlo et al. Elimination de l'ammoniac sur divers adsorbants (charbons actifs, tourbe et boues de station d'épuration). J, Pollution atmosphérique, (1993).
- [87] Khalil U, Shakoor MB, Ali S, Rizwan M, Alyemeni MN, Wijaya L (2020) Adsorption-reduction performance of tea waste and rice husk biochars for Cr (VI) elimination from wastewater. J Saudi Chem Soc 24(11):799–810
- [88] Meng Q, Zhang Y, Meng D, Liu X, Zhang Z, Gao P, Lin A, Hou L (2020) Removal of sulfadiazine from aqueous solution byin-situ activated biochar derived from cotton shell. Environ Res 191:110104. https://doi.org/10.1016/j.envres. 2020. 110104



الهدف من هذا العمل هو دراسة امتزاز الجنطيان البنفسجي في وسط مائي على مادة ماصة (فحم حيوي) مشتق من نوى شجرة الليلك الهندي. حيث أظهرت اختبارات الامتزاز أن التوازن يتشكل بعد 30 دقيقة. تم تطبيق متغيرات تجريبية مختلفة: وقت التلامس، تركيز الصبغة الأولي، درجة الحموضة ودرجة الحرارة للتفاعل، وتأثير كتلة الفحم. اين أظهرت النتائج التجريبية أن إزالة صبغة الجنطيان البنفسجي في الوسط المائي تعتمد على جميع هذه المتغيرات الفيزيائية والكيميائية. لمعرفة سعة الامتزاز تم تطبيق نموذجين أن نموذج Freundlich يستجيب بشكل تطبيق نموذجين أن نموذج الثانية. وفقًا للنتائج التي تم أفضل. تم دراسة حركية الامتزاز الجنطيان البنفسجي باستخدام معادلات الدرجة الأولى والدرجة الثانية. وفقًا للنتائج التي تم الحصول عليها، فإن العملية متطابقة مع حركية الدرجة الثانية الزائفة.

#### Résumé

L'objectif de ce travail est d'étudier l'adsorption de Gentian violet en milieu aqueux sur un adsorbant (biochar) issu des noyaux lilas perse. Les essais d'adsorption ont montré que l'équilibre s'établit au bout de 30 minutes. Diverses variables expérimentales ont été appliquées : le temps de contact, la concentration initiale en colorant, le pH et la température de réaction ainsi que l'effet de la masse d'adsorbant. Les résultats expérimentaux ont montré que l'élimination du colorant GV dans milieu aqueux dépend de tous ces paramètres physico-chimiques. Pour connaître la capacité d'adsorption à l'aide d'isothermes, deux modèles Langmuir et Freundlich ont été appliqués les résultats des deux modèles ont été obtenus et leur comparaison montre que le modèle Freundlich répond mieux. La cinétique d'adsorption du Gentian violet a été étudiée à l'aide d'équations du premier degré et du second ordre. D'après les résultats obtenus, le processus est identique à une cinétique de pseudo-second ordre.

#### **Abstract**

The objective of this work is to study the adsorption of Gentian violet in aqueous medium on an adsorbent (biochar) from Persian lilac nuclei. Adsorption tests have shown that equilibrium is established after 30 minutes. Various experimental variables were applied: contact time, initial dye concentration, reaction pH and temperature, and the effect of adsorbent mass. The experimental results showed that the elimination of the GV dye in aqueous medium depends on all these physicochemical parameters. To know the adsorption capacity using isotherms, two models Langmuir and Freundlich were applied the results of the two models were obtained and their comparison shows that the Freundlich model responds better. The adsorption kinetics of gentian violet have been studied using first-order and second-order equations. According to the results obtained, the process is identical to pseudo-second-order kinetics.