

Réf :.....

Mémoire de Fin de Cycle
En vue de l'obtention du diplôme

MASTER

Thème

**Valorisation des déchets de *Moringa Oleifera*
pour la synthèse de nanoparticules
organiques à usage adsorbant**

Présenté par :

Madani Mouna et Redouane Meriem

Soutenu le : 15 /09/2022

Devant le jury composé de :

M. Sidi Hachemi	MCA	Président
M. Benhamiche Nadir	MCA	Encadreur
Mme. Mankou Nadia	MAA	Examineur
Melle. Kribeche Amina	Dr	Invitée

Année universitaire : 2021 / 2022

Remerciement

Tout d'abord à Dieu le tout puissant qui nous a guidé dans la réalisation de ce travail.

*Nous remercions particulièrement et chaleureusement **Mr. Benhamiche N**, pour avoir accepté de nous accompagner tout au long de la réalisation de ce travail, pour ses orientations et ses remarques fructueuses.*

*Je remercie également les membres de jury, le président **Mr. SIDI H** et l'examinatrice **Mme. Mankou N** qui ont bien voulu examiner et discuter ce travail.*

*Nous remercions également Madame **Mahdi T**, l'ingénieure de labo, **Mlle Amina Kribeche** Doctorante en QPSA, pour son assistance et sa présence, Et l'ensemble de nos professeurs et du personnel du département de Science Biologique et de l'Environnement.*

Dédicace

Je dédie mon travail ;

A mes chers parents

A mes chers frères

A ma chère sœur et son époux

A mon chère neveu ANES

A ma copine du cœur Meriem

A Tout mes collègues et amis

Mouna

Dédicace

Je dédie ce travail ;

A ma mère, pour son amour, ses encouragements et ses sacrifices

A mon grand frère Samir, pour son soutien, son affection et la confiance

Qu'il m'a accordé

A la mémoire de mon père

A ma chère sœur Adja et mon frère Mourad

A ma nièce Nihal et mon neveu Axel

A ma collègue et copine Madani Mona

A mes amies d'enfance Rima, Nadjet, Lydia

A tous les membres de ma famille

A tous mes amis

Meriem

Sommaire

Abréviations	
Dédicace	
Remerciements	
Sommaire	
Liste des figures	
Liste des tableaux	

Introduction Générale

Chapitre I : Généralités sur *Moringa oleifera*

I.1. Définition et Origine	3
I.2. Classification systématique	3
I.3. Description botanique.....	3
I.4. Utilisation et valeurs Nutritionnelles.....	5
I. 4.1. Valeurs nutritionnelles de <i>Moringa oleifera</i>	5
I.4.2. Utilisations et intérêts de <i>Moringa oleifera</i>	6
- Intérêt médicinale	6
- Intérêt nutritionnel.....	7
- Intérêt agricole	7
I.4.3 Utilisation de <i>Moringa Oleifera</i> dans le traitement des eaux.....	7

Chapitre II: Généralités sur l'adsorption

II.1. Définition de l'adsorption	9
II.2. Les types d'adsorption	9
II.2.1. Adsorption Chimique (chimisorption).....	9
II.2.2. Adsorption physique (physisorption)	9
II.3. Nature d'adsorption.....	10
II.4. Le mécanisme d'adsorption.....	10
II.5. Applications.....	11

Sommaire

II.6. Facteurs influençant l'adsorption.....	11
II.7. Les isothermes d'adsorption	12
II.7.1. Concept d'isotherme d'adsorption.....	12
II.8. La cinétique d'adsorption.....	12
II.8.1. La capacité d'adsorption.....	12
II.9. Définition d'un adsorbant.....	13
II.10. Différentes types d'adsorbants	13
II.10.1. Adsorbant à faible capacité	13
II.10.2. Adsorbants à haute Capacités.....	13
<input type="checkbox"/> Les charbons actifs	13
<input type="checkbox"/> Les adsorbants Minéraux.....	13
II.11. Généralité sur charbon actif.....	14
II.11.1. Définition	14
II.11.2.1. Charbon actif en grain (CAG).....	14
II.11.2.2. Charbon actif en poudre (CAP)	15
II.11.3.Préparation des charbons actifs	15
II.11.3.1. Les Matières premières.....	15
II.11.3.2. L'activation.....	16
<input type="checkbox"/> Activation physique	16
<input type="checkbox"/> Activation chimique.....	16
II.12. Domaine d'application du charbon actif	16
II.12. Conclusion.....	17

Chapitre III: généralités sur la nanotechnologie et les nanoparticules

III.1. Introduction	18
III.2. Définitions	18
III.2.1. La Nanotechnologie	18
III.2.2. La Nanoparticule	18
III.3. Les utilisations de nanoparticules	18
III.4. Différents types de nanoparticules	20
III.4.1. Liposomes	20
III.4.2. Nanoparticules polymériques.....	20
III.4.3. Nanoparticules lipidiques	20
III.4.4. Nanoparticules inorganiques.....	20
III.5. Elaboration des nanoparticules.....	21
III.5. 1. Méthode de synthèse de nanoparticules	21
III.5.1.1. Synthèse des NPs par sol-gel.....	22
III.5.1.2. Synthèse verte.....	22
III.5.1.3. Les méthodes laser	22

Chapitre IV: Matériels et méthodes

IV.1. Introduction	23
IV.2. Les adsorbants et adsorbats.....	23
IV.2. 1. Bleu de méthylène.....	23
IV.3. Produits et matériels utilisés	24
IV.4. Synthèse du charbon actif et des nanoparticules	24
IV.4.1. Extraction de la poudre des coques de <i>Moringa oleifera</i>	24
IV.4.2. Préparation des matières adsorbants	25
IV.4.2.1. Synthèse du charbon actif (activation et carbonisation)	25

Sommaire

□ Activation du charbon avec l'acide phosphorique.....	25
IV.4.2.2. Synthèse des nanoparticules.....	26
IV.4.2.2.1. Extraction des fibres de celluloses	26
IV.4.2.2. 2. La mercerisation.....	27
IV.4.2.2.3. Préparation des nano-cristal cellulose	27
IV.5. Application d'adsorption et étude de l'influence de certains paramètres sur l'adsorption de BM	28
IV.5.1. Préparation de la solution mère de bleu de méthylène.....	28
IV. 5.2. Effet de masse	28
IV.5.3. Effet du pH	29
IV.5.4. Influence de temps de contact (cinétique d'adsorption).....	29
IV.6. Caractérisation des matériaux synthétisés	29
IV.6.1. Caractérisation physicochimique	29
IV.6.1.1. La masse volumique apparente ρ_a	29
IV.6.1.2. La masse volumique réelle ρ_r	29
IV.6.1.3. La Porosité.....	30
IV.6.1.4. Le point de charge nulle (pH_{PZC}).....	30
IV.6.2. Caractérisation structurale des matériaux.....	30
IV.6.2.1. Analyse structurale par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier	30

Chapitre v : Résultats et Discussions

V.1.Introduction.....	32
V.2. Caractérisation des biomatériaux synthétisés.....	32
V.2.1. Caractérisation structurale	32
V.2.1.1. Analyse FT IR.....	32
V.2.2. Caractérisation physico-chimique	34
V.2.2.1. Détermination du pH à charge nulle (pH_{PZC}).....	34
V.2.3.Caractérisation physique.....	35

Sommaire

V.3. l'étude d'élimination des colorants.....	36
V.3.1. Application d'adsorption	36
V.3.1.1. Courbe étalonnage du BM.....	36
V.3.1.2. Effet de masse.....	36
V.3.1.3. Effet de pH	38
V.3.1.4. Effet de temps de contact (Cinétique d'adsorption).....	39

Conclusion Générale

Les références bibliographiques

Annexe

Résumé

Liste des Abréviations

Abréviation

NPs : Nanoparticules.

FT IR : Analyse structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

M.O : *Moringa oleifera* .

CNC : Les nanoparticules cristallines de nature cellulosique.

BM : Bleu de méthylène.

CAG : Charbon actif en grain.

CAP : Charbon actif en poudre.

HCL : Acide chlorhydrique.

NaOH : Hydroxyde de sodium.

NaCl : chlorure de sodium.

KCl : Chlorure de potassium.

H₃PO₄ : L'acide phosphorique.

KOH : Hydroxyde de potassium.

ZnCl₂ : Chlorure de zinc.

AlO₄ : alumino silicates.

SiO₄ : Dioxyde de silicium.

CO₂ : Dioxyde de carbone.

H₂ : Dihydrogène.

CO : Oxyde carbone.

H⁺ : Ion D'hydrogène.

OH : Ion D'hydroxyde.

pH : Potentiel d'hydrogène.

Liste des Abréviations

Kj : Kilojoule.

M : Mole.

ml : Millilitre.

m : Masse.

mg : Milligramme.

l : Litre.

µm : Micromètre.

UV : Ultra violet.

h : Heure.

C° : Degré.

g : Gramme.

C : Carbone.

T : Température absolue.

m² : Mètre au carré.

tr : Tour.

nm : Nanomètre.

cm : Centimètre.

mbar : Millibar.

rpm : Round par minute.

VIH : virus de l'immunodéficience humaine.

% : Pourcentage.

R% : Rendement d'élimination.

pHs : Ph de solution

Liste des Abréviations

pHpzc : Point de charge nulle

ph : Potentiel hydrogène

Ci: La concentration initiale de la solution de Bleu de méthylène (mg/l).

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

m1 : La masse de matériau.

Vt: Volume apparente.

ρ_a : La masse volumique apparente.

ρ_r : La masse volumique réelle.

Phi : Ph de point isoélectrique.

Listes des figures

La liste de figure

Figure 1: Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbat au sein d'un grain	11
Figure 2: Structure des zéolithes	14
Figure 3: charbon actif en grain	15
Figure 4: charbon actif en poudre	15
Figure 5: Schématisation des deux approches de synthèse des nanoparticules.	21
Figure 6: Structure chimique bleu de méthylène	23
Figure 7: Récupération de la poudre obtenue après broyage et tamisage	24
Figure 8 : Protocole expérimental adopté pour la préparation d'un charbon actif	26
Figure 9: Poudre extraite mise en conservation	26
Figure 10 : Mélange poudre séchée + NaOH mis sous agitation	27
Figure 11 : Quelques étapes de la préparation des nano-cristal cellulose CNC	28
Figure 12: Analyse FT IR des matériaux synthétisés et du déchet utilisé.	33
Figure 13: Point isoélectrique de charbon actif.	34
Figure 14: Point isoélectrique des NPs.	34
Figure 15: Courbe d'étalonnage de bleu de méthylène.	36
Figure 16: Effet de masse sur l'adsorption de BM par le charbon actif.	37
Figure 17 : Effet de masse sur l'adsorption de BM par les NPs.	37
Figure 18 : Effet de pH sur l'adsorption du BM par le charbon actif et les NPs.	38
Figure 19 : Cinétique d'adsorption de BM sur le charbon actif.	39
Figure 20 : Cinétique d'adsorption de BM sur les NPs.	39

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau I: Classification de <i>Moringa oleifera</i> .	3
Tableau II: Description botanique de différentes parties du <i>Moringa oleifera</i> .	4
Tableau III: Quelques valeurs nutritives de la graine de <i>Moringa oleifera</i> .	5
Tableau IV: Comparaison entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique .	10
Tableau V : Exemple de champs d'application en fonction du type de nanoparticule.....	19
Tableau VI: Matériel et produits utilisés en expérimentation.	24
Tableau VII: Données de la masse volumique des matières synthétisées.....	33

Introduction générale

Introduction générale

Avec les pressions engendrées par les changements climatiques et la croissance démographique, l'eau est devenue une ressource rare. Le principal problème de l'accès à l'eau potable est dû à une mauvaise répartition dans le monde mais aussi à une pollution continue des ressources en eau par l'industrie, l'agriculture et les rejets urbains (**Khemis, 2005**).

L'un des importants polluants, ce sont les colorants une fois qu'ils sont dissouts dans l'eau, ils seront parfois ardues à traiter car ils ont une origine synthétique et une structure moléculaire complexe qui les rend plus stables et difficilement biodégradables (**Capon et Courilleu, 1999 ; Rangabhashiyam et al., 2013**).

Les colorants constituent une classe importante de composés organiques synthétiques utilisés dans des nombreuses industries, en particulier les textiles (**Magdalane et al., 2017**). A titre d'exemple, le bleu de méthylène qui est un colorant cationique, est le plus utilisé dans la teinture du coton, du bois, de la soie et de plusieurs éléments. Il est très difficile à éliminer ce qui exige des traitements potentiels pour l'éliminer et purifier les eaux usées qui en contiennent. Parmi les procédés de traitement des rejets liquides industriels, la technique d'adsorption est la méthode la plus favorable et la plus utilisée pour l'élimination des colorants textiles. Cette méthode est devenue l'une méthode analytique de choix, la plus efficace et la plus simple à utiliser (**Ahmed et Dhedan, 2012**). Pour ce, les travaux de recherches sont axés sur l'utilisation des matériaux convenables pour la réussite de cette méthode, principalement ceux à faible coût, à disponibilité locale, de haute biodégradabilité et surtout de fabrication organique (**Bennani et al., 2010**).

La *Moringa Oleifera* (*MO*) est une espèce végétale qui possède un intérêt industriel, agronomique, économique et environnemental. Ses graines peuvent être utilisées pour la clarification et la purification des eaux de surface et des eaux usées (**Louni, 2009**). Plusieurs études révèlent que les graines de (*MO*) ont un effet considérable dans le traitement des eaux en les utilisant comme agents coagulants (**Mconnachie et al., 1996**).

La transformation des déchets de (*MO*) en matières adsorbants, dont le charbon actif, représente l'adsorbant le plus largement utilisé en raison de sa grande capacité d'adsorption des matériaux organiques (**Juang et al., 1997**).

Introduction Générale

Le choix des nanoparticules (NPs), qui sont en utilisation accrue ces dernières années, repose sur leur haut pouvoir adsorbant. Les NPs permettent un isolement facile et rapide des polluants (**Giakisikli, 2013**) ; Elles ont démontrées une grande performance dans le traitement des eaux usées (**Piao et al., 2012**) mieux que des autres techniques grâce à leur grande surface d'échange, leur réactivité supérieure, et leur photo catalyse (**KumarDutta et al., 2014**).

L'objectif de ce travail consiste en la valorisation du déchet des graines de (*MO*), représentant un déchet agricole à faible coût, en l'utilisant dans le traitement des eaux polluées, et tester son efficacité dans la réduction de l'un des polluants difficilement biodégradables et persistants comme le bleu de méthylène. Il consiste à synthétiser un charbon actif et des nanoparticules de nature cellulosique à partir de déchets des graines de (*MO*) afin d'obtenir des produit biodégradables et facilement applicables dans le traitement des eaux, notamment pour la décoloration des rejets liquides issues des industries textiles. La nouveauté de ce travail est d'apporter une contribution dans ce domaine, en proposant un nouveau procédé de traitement des eaux colorées basé sur l'usage des nanoparticules organiques.

Ce travail est présenté sous forme de deux parties :

A. La première partie est une revue bibliographique comprenant 3 chapitres :

- ♦ Le chapitre 1 est focalisé sur quelques notions générales sur (*MO*) et ses utilisations.
- ♦ Le chapitre 2 vise à étudier le processus d'adsorption et les différents adsorbants essentiellement le charbon actif.
- ♦ Le chapitre 3 donne un aperçu général sur la nanotechnologie et les nanoparticules.

B. La deuxième partie comprend l'étude expérimentale composée de deux chapitres :

- ♦ Le chapitre 4 décrit les matériaux et les différentes techniques d'analyse utilisés dans la synthèse des biomatériaux étudiées ainsi que les essais appliqués pour tester leur pouvoir adsorbants.
- ♦ Le chapitre 5 présente les résultats obtenus et la discussion de ces derniers.

Enfin, une conclusion générale rassemble les principaux résultats de cette étude et les perspectives attendues

Chapitre I

Généralité sur *Moringa* *oleifera*

I.1. Définition et Origine

Moringa oleifera Lam est un arbre tropical qui peut mesurer jusqu'à 10 mètres de haut, à croissance rapide, résistant à la sécheresse, originaire des régions nord-est de l'Inde, au sud de la chaîne montagneuse de l'Himalaya. Il aurait été découvert par Adanson en 1763. Cette plante appartient à la famille des *Moringaceae* et au système caporal d'arbres et arbustes. *Moringa* a été introduit en Afrique de l'Est au début du vingtième siècle par le biais du commerce et des échanges maritimes durant cette période (Foidl et al., 2001).

Moringa est un arbre à usages multiples dont les feuilles, les fleurs, les fruits, les écorces et les racines peuvent être consommés directement. Elle est considérée comme un super aliment car il est très riche en protéines, calcium, fer, potassium et en vitamines A et C (Babu, 2000).

I.2. Classification systématique

Moringa est le seul genre de cette famille des *Moringaceae*, Il comprend 13 espèces d'arbres poussant sous climat tropical ou subtropical dont : *Moringa arborea*, *Moringa borziana*, *Moringa concanensis*, *Moringa drouhardii*, *Moringa hildebrandtii*, *Moringa longituba*, *Moringa oleifera* Lam , *Moringa ovalifolia*, *Moringa peregrina*, *Moringa pygmaea*, *Moringa rivae*, *Moringa ruspoliana*, *Moringa stenopetala* (Arora et al., 2013).

La classification systématique de *Moringa* est présentée dans le tableau ci-dessous :

Tableau I: classification de *Moringa oleifera* (Laleye et al., 2015).







Règne	Plantae
Sous-règne	Tracheobionta
Division	Magnoliophyta
Classe	Magnoliopsida
Sous-classe	Dilleniidae
Ordre	Capparales
Famille	Moringaceae
Genre	<i>Moringa</i>

I.3. Description botanique

Moringa oleifera est un arbre à écorce lisse, à grosse lenticelle, de couleur gris foncé violacé, cultivé sous climat tropical et subtropical, sa hauteur atteint par fois les 12 m avec une croissance rapide ainsi qu'une forte résistance à la sécheresse (Foidl et al., 2001 ; Soulemame et al., 2018). Toutes les parties de cette plante sont importantes, racines, feuilles, fruits, fleurs, cosses de graines.

Chapitre I : Généralités sur *Moringa oleifera*

Tableau II: Description botanique de différentes parties du *Moringa oleifera*.

<p>Le tronc : Généralement droit, peut atteindre 1,5 à 2 mètres de haut avant de se ramifier bien qu'il puisse parfois atteindre les 3 mètres, et 20 à 40 cm de diamètre (Foidl et al., 2001). Le tronc est couvert d'une écorce lisse, grise à brunâtre, grossièrement lenticelle, à trancher verte en surface et jaunâtre en dessous.</p>	 Photographie montrant des troncs de Moringa oleifera coupés en sections. Une section est coupée en deux pour révéler l'intérieur vert et jaunâtre. Le logo 'alamy' est visible sur l'une des sections. Une légende 'alamy - 2697NCB' est présente en bas.
<p>Les branches : Poussent d'une façon désorganisées et forment un parasol. (Séverin, 2002).</p>	 Photographie d'une branche de Moringa oleifera avec ses feuilles bipinnées caractéristiques, se dressant contre un ciel bleu.
<p>Les feuilles : Ont une forme ovale ou en forme d'ellipse et imparipennées, ayant une couleur verte claire mesurant 1 à 2 cm de long. (Morton, 1991).</p>	 Photographie d'une seule feuille de Moringa oleifera, montrant sa structure bipennée et ses petites folioles ovales.
<p>Les Fleurs : De couleur blanche ou crème et présentent parfois des tâches rouges, elles surviennent de 2,5 cm de large généralement abondantes d'une odeur agréable, elles sont composés de 5 pétales inégaux (Rolaff et al., 2009).</p>	 Photographie d'une fleur de Moringa oleifera en pleine floraison, montrant ses cinq pétales blancs et son centre jaune.
<p>Les fruits : Sont des gousses allongées à 3 valves, de 10 à 50 cm de long, qui contiennent chaque une entre 12 à 35 graines. (Foidl et al., 2001).</p>	 Photographie de plusieurs gousses de Moringa oleifera suspendues à une branche feuillue.
<p>Les graines : Ont une forme sphérique avec une coque marron présente trois ailes blanches, une graine pèse en moyenne 0,3 g et la coque (péricarpe) représente 25% du poids de la graine. (Makkar et Becker, 1997).</p>	 Photographie d'un tas de graines de Moringa oleifera, montrant leur forme sphérique et leur coque brune avec des ailes blanches.

Les racines :

sont de structure tubulaire, blanches, gonflées et dégagent une odeur distincte (Rolaff et al., 2009).



I.4. Utilisation et valeurs Nutritionnelles

Moringa oleifera possède des qualités médicinales et nutritionnelles multiples ; les écorces, les racines, les feuilles et les fleurs sont employées dans la médecine traditionnelle et les remèdes folkloriques de nombreux pays, et les graines portent essentiellement des aspects coagulants importantes pour la purification et le traitement des eaux (Anwar et al., 2007).

I. 4.1. Valeurs nutritionnelles de *Moringa oleifera*

Moringa oleifera fait partie des légumineuses ayant des feuilles et des graines au potentiel nutritionnel remarquable en raison de la présence d'une variété de composés phytochimiques essentiels. Les substances contenues dans ses feuilles sont utiles pour la croissance, le développement du cerveau et le bon fonctionnement des organes, du système immunitaire et reproducteur. Elles contribuent réellement à l'équilibre nutritif.

Ces graines constituent l'un des meilleurs coagulants normaux, possédant des propriétés antimicrobienne et anti-oxydante et sont efficacement utilisées pour le traitement et la purification de l'eau fortement trouble (Anwar et al., 2007). Elles contiennent également une huile de haute qualité nutritionnelle qui peut être employée dans la cuisine (Lalas et Tsaknis, 2002).

Moringa oleifera complète utilement d'autres aliments, notamment les céréales, les féculents et les tubercules. Il se peut que sa consommation régulière sous de multiples formes puisse prévenir de la malnutrition et améliorer la santé humaine.

Chapitre I : Généralités sur Moringa oleifera

Tableau III: quelques valeurs nutritives de la graine de *Moringa oleifera* (James et Zikankuba, 2017 ; Abiodun et al., 2012).

Composant	Contenance
Glucides	8,53mg
Niacine	0,62 mg
Fibres alimentaire	3,2 mg
Protéines	2,1 mg
Potassium	479 mg
Phosphore	50 mg
Magnésium	45 mg

1.4.2. Utilisations et intérêts de Moringa oleifera

Moringa est utilisée à des fins alimentaires, médicamenteuses et industrielles. Différentes parties de cette plante contiennent un profil minéral très important et constituent une bonne source de protéines, de vitamines, de β -carotène, d'acides aminés et de divers composés phénoliques (Sauveur, 2006). Ces différents constituants agissent comme des stimulants cardiaques et circulatoires, comme elle possède des propriétés antidiabétiques et anticancéreuses ce qui lui donne l'aspect d'un bon agent potentiel antioxydant, anti-inflammatoire, anticancéreux, antidiabétiques et antimicrobien. *Moringa oleifera* joue le rôle d'un coagulant naturel largement utilisé dans le traitement des eaux (Gopalakrishnan et al., 2016).

- Intérêt médicinale

Moringa oleifera aide à réguler la glycémie et la pression sanguine, elle représente donc un élément intéressant qui aide à contrôler le diabète. Les feuilles de *M.O* favorisent la digestion et la cicatrisation et renforce le système immunitaire et ces graines favorisent la diminution de la tension artérielle, aident à réguler le taux de cholestérol dans le sang, elles contribuent à l'amélioration de la santé des articulations. Elle contribue à fortification et au développement des follicules pileux. Elle permet également de lutter contre toutes les maladies liées à l'eau.

Dans les pays d'Afrique elles interviennent dans les programmes de nutrition pour les enfants et les personnes atteintes du VIH. Elles présentent également des propriétés anti bactériennes, anti inflammatoires, cicatrisantes, et hypotensive (Tahiliani et Kar, 2000 ; Ferreira et al., 2007 ; Kumbhare et al., 2012).

Chapitre I : Généralités sur Moringa oleifera

Les graines de *Moringa* aident à traiter l'hyperthyroïdie, l'arthrite, les virus antibactériens, les rhumatismes, la goutte, la déchirure musculaire, l'épilepsie, les crampes, les maladies sexuellement transmissibles et les furoncles (**Kaput, 2015**).

- **Intérêt nutritionnel**

Les feuilles de *Moringa oleifera* brillent par leur richesse nutritionnelle ; Elles contiennent la majorité des minéraux et vitamines dont notre organisme a besoin. Elles contiennent autant de protéines que dans un steak de bœuf, quatre fois plus de calcium que dans le lait de vache, neuf fois plus de vitamine C que dans le kiwi, quatre fois plus de vitamine A que dans la carotte et autant de magnésium que dans le chocolat noir (**Foidl et al., 2001**). Les jeunes gousses vertes sont très goûteuses et peuvent être consommées bouillies comme des haricots. Elles sont riches en leucine libre (**Foidl et al., 2001**).

L'huile extraite des graines de *M.O* appelé l'huile de Ben a de remarquables vertus hydratantes et réparatrices et riche en acide oléique, constitué d'oméga-6 et d'oméga-9 utiles pour accélérer la cicatrisation de la peau et pour ralentir le vieillissement de la peau et l'apparition de rides ; peut être utilisé en cuisine comme substitut d'huile d'olive et comme un parfum et aussi pour la lubrification (**Lalas et Tsaknis, 2002**).

- **Intérêt agricole**

Les Indiens utilisent la *Moringa oleifera* comme fertilisant naturel et bio pesticide ; elle favorise la croissance rapide des plantes grâce à une hormone végétale très puissante qui est la zéatine, et permet de lutter ainsi contre les parasites et les champignons ; Les boues laissées par l'eau après le traitement peuvent également être utilisées comme bio-engrais / bio-compost. (**Kumar et al., 2012**).

I.4.3. Utilisation de *Moringa Oleifera* dans le traitement des eaux

Plusieurs études ont montré que les graines de *Moringa oleifera* ont d'excellentes propriétés adsorbants. L'étude de la capacité d'adsorption de la graine est due à la présence de protéines, la capacité de la graine à éliminer les métaux lourds a mis en évidence des interactions acides aminés-métal responsable du phénomène d'adsorption par le mécanisme de charge du patch électrostatique. Ce mécanisme de coagulation avec les graines de *M.O* consiste en l'adsorption et la neutralisation des protéines chargées positivement issues de celles-ci (**Ravikumar et Sheeja, 2013**).

Chapitre I : Généralités sur Moringa oleifera

Les graines peuvent être utilisées pour la clarification et la purification des eaux et des eaux usées (**Louni, 2009**). Les nombreuses propriétés valorisables de cette plante font l'objectif de recherches scientifiques très intéressantes (**Foidl et al., 2001**). Les graines de *M.O* séchées sont d'abord débarrassées de leurs ailes, puis broyées pour obtenir une poudre que l'on mélange avec de l'eau trouble, Les matières en suspension dans l'eau s'agglomèrent alors et tombent au fond du récipient par gravité. L'eau surnageant est claire, mais pas totalement stérile (**Chantrel et Saint sauveur, 2010**).

Les graines de *Moringa* contiennent 30 à 42 % d'huile, et le tourteau obtenu comme de l'extraction de l'huile est très riche en protéines, dont les propriétés floculantes permettent de clarifier l'eau de ses impuretés. Le traitement de l'eau domestique par les graines de *M.O* s'est révélé une technique peu coûteuse pour en améliorer la qualité et les conditions sanitaires dans les communautés rurales des pays tropicaux en développement (**Jahn, 1985**).

Chapitre II

Généralités sur l'adsorption

II.1. Définition de l'adsorption

L'adsorption est un phénomène inter facial où des molécules d'une espèce appelée adsorbat (gaz ou liquide) viennent de se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant ; Ce phénomène spontané provient de l'existence de forces non compensées à la surface de l'adsorbant (**Naidja, 2010**). Il se traduit en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles (gaz /solide ou liquide/solide) (**Bounour, 2009**).

L'adsorption est l'un des moyens mis à la disposition du traiteur d'eau pour éliminer les matières organiques non dégradables dissoutes, extraites de la phase liquide ou gazeuse dans laquelle ils sont immergés ainsi que l'élimination des métaux lourds qui peuvent être dissouts dans l'eau (**Ghalmi et Sifer, 2006**).

II.2. Les types d'adsorption

On distingue généralement deux types d'adsorption selon les réactions mis en jeu :

II.2.1. Adsorption Chimique (chimisorption)

Elle résulte d'une interaction chimique entre les molécules d'adsorbant composant la surface du solide et les molécules de soluté. Les molécules adsorbées subissent généralement, des changements dans leurs structures chimiques (**Mekarzia, 2000**). L'adsorption chimique résulte d'une interaction chimique qui se traduit par un transfert d'électrons entre le solide et l'adsorbat. Il y a alors formation d'un composé chimique à la surface de l'adsorbant. Ce type d'adsorption se développe à haute température et met en jeu une enthalpie de transformation élevée (**Rachidi, 1994**).

Quand les conditions s'y prêtent, l'adsorption chimique peut assez souvent se superposer à l'adsorption physique (**Leon et al., 1992**).

II.2.2. Adsorption physique (physisorption)

L'adsorption physique est un phénomène réversible, peu spécifique, rapide et généralement limitée par les phénomènes de diffusion. IL se fait par des forces d'interactions physiques et se produit sans modification de la structure moléculaire et elle est parfaitement réversible. (**Ruthven, 1984 ; Chitour, 1992**).

La force des interactions mises en jeu peut être estimée par l'énergie d'adsorption physique qui est comprise entre 5 et 40 KG/mol et est considérée comme faible. L'adsorption physique

Chapitre II : Généralités sur l'adsorption

est donc favorisée par une baisse de la température et peut se faire en monocouche ou multicouches. (Gherbi, 2008).

II.3. Nature d'adsorption

L'adsorption est parfois différenciée en adsorption physique et chimique.

Tableau IV: Comparaison entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique (khalfaoui, 2012).

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Type de liaison	Liaison de Van Der Waals	Liaison chimique
Température de processus	Relativement faible à comparée à la température d'ébullition de l'adsorbat	Plus élevée que la température d'ébullition de l'adsorbat
Individualité des molécules	L'individualité des molécules est conservée	Destruction de l'individualité des molécules
Désorption	Facile	Difficile
Cinétique	Rapide, indépendante de la température	Très lent
Chaleur d'adsorption	Inférieure à 10kcl /mole	Supérieure à 10kcl /mole
Energies mises en jeu	Faibles	Elevées
type de formation	Formation en multicouches et monocouches	Formation en monocouche

II.4. Le mécanisme d'adsorption

L'adsorption est un processus, largement répandu pour l'élimination d'un colorant et a également une applicabilité large dans le traitement des eaux (Patil et Shrivastava, 2010).

Le transfert de masse des molécules se fait de la phase fluide vers le centre de l'adsorbant en plusieurs étapes :

- Diffusion externe : un transfert du soluté au sein de la solution vers la surface externe des particules.
- Diffusion interne : les molécules de liquide pénètrent à l'intérieur des pores, la diffusion dépend du gradient de concentration du soluté.
- Diffusion de surface : pour certains adsorbants, il peut exister également une contribution de la diffusion des molécules adsorbées le long des surfaces des pores à l'échelle d'un grain d'adsorbant (Kanouri et Labide, 2013).

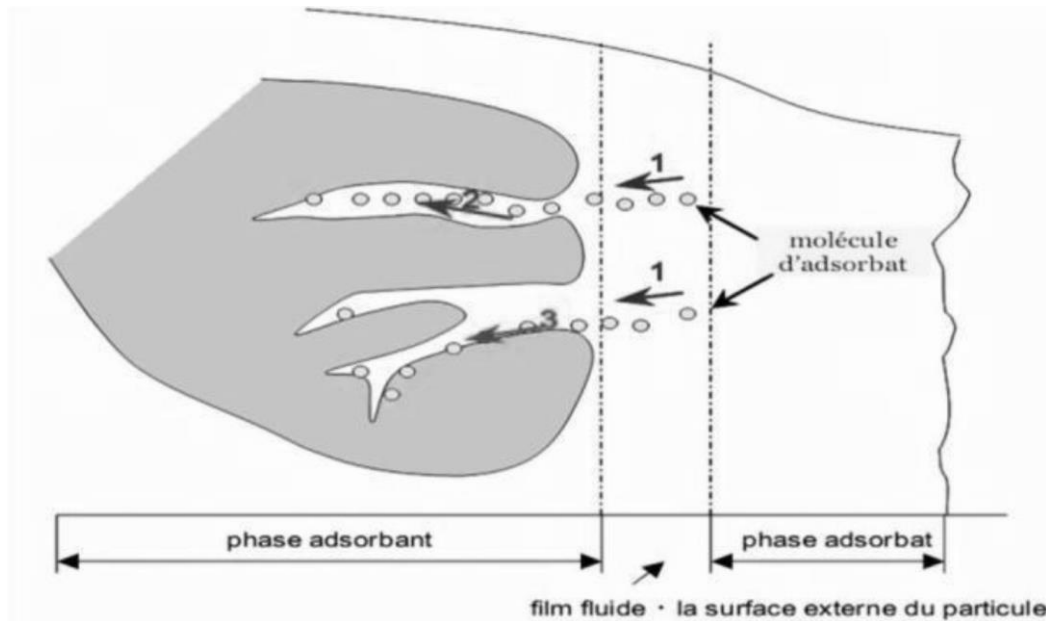


Figure 1: Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbant au sein d'un grain (Cherraye, 2012).

II.5. Applications

Le principal adsorbant utilisé en pratique est le charbon actif, obtenu à partir de matières premières carbonisées, puis activées (en dégageant les cavités remplies de goudron lors de la carbonisation). Le charbon actif peut être obtenu soit sous forme de poudre (CAP), soit sous forme de grains (CAG). Le charbon actif peut être régénéré par désorption selon trois procédés : à la vapeur, thermique et chimique. L'adsorption qui s'avère comme un traitement efficace. En pratique est utilisée dans les cas suivants (Bouziane, 2007) :

- La décoloration et les traitements des eaux.
- Les traitements de l'air.
- Le séchage.
- Le traitement des gaz.
- Les traitements des huiles.

II.6. Facteurs influençant l'adsorption

L'adsorption dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont (Kanouri et Labide, 2013) :

- Les caractéristiques de l'adsorbant : polarité, volume poreux, surface spécifique et fonctions superficielles

Chapitre II : Généralités sur l'adsorption

- Les caractéristiques de l'adsorbant : polarité, solubilité et poids moléculaire
- Les paramètres physico-chimiques du milieu : Température et pH (**Reffas, 2010; Haddoum et Seltania, 2005**).

II.7. Les isothermes d'adsorption

II.7.1. Concept d'isotherme d'adsorption

Les isothermes d'adsorption sont des courbes expérimentales qui représentent les systèmes adsorbant/adsorbé. Les courbes d'isothermes décrivent la relation existante à l'équilibre d'Adsorption entre la quantité adsorbée et la concentration en soluté dans un solvant donné à une température constante (**Merzoug, 2014**).

Elles permettent essentiellement :

- De déterminer le taux de recouvrement de la surface d'un support par un substrat ;
- D'identifier le type d'adsorption pouvant se produire ;
- De choisir l'adsorbant qui conviendra le mieux à la rétention de l'adsorbé.

II.8. La cinétique d'adsorption

La cinétique d'adsorption est définie par l'évolution de la quantité adsorbée en fonction du temps de contact adsorbant/adsorbé pour le but d'estimer le temps nécessaire pour atteindre un équilibre d'adsorption.

Le temps de contact entre l'adsorbé et l'adsorbant est d'une importance significative dans le traitement des eaux usées par adsorption (**Shahryari, 2010**).

II.8.1. La capacité d'adsorption

La capacité d'adsorption d'un adsorbant est définie comme étant la quantité de substrat (masse ou volume) adsorbée par unité de poids d'adsorbant pour une température donnée. Elle peut être généralement exprimée par la relation suivante (**Bouziane, 2014**) :

$$Q_e = (C_0 - C_e) * m/V$$

- **Q_e** : La quantité adsorbée à l'instant t (mg/g).
- **C₀** : La concentration initiale en colorant (mg/l).
- **C_e** : La concentration en colorant à l'instant t (mg/l).
- **m** : La quantité de l'adsorbant en solution (g).
- **V** : Le volume de la solution (ml).

II.9. Définition d'un adsorbant

Les adsorbants sont des solides microporeux présentant des surfaces par unité de masse importante (de 100 m²/g et jusqu'à ou plus de 1000 m²/g), donc ils sont caractérisés par leurs propriétés extérieures telles que leur surface spécifique et leur porosité (**Moreau, 2003**).

II.10. Différentes types d'adsorbants

II.10.1. Adsorbant à faible capacité

Nous pouvons citer la scorie, les cendres ainsi que les argiles. Ces solides ne sont pas régénérables (**Ouli, 2008**). L'adsorbant le plus utilisé dans cette classe est l'argile (**Chitour, 1981**).

II.10.2. Adsorbants à haute Capacités

Dans cette classe, on distingue les différentes marques de charbon actif, les gels de silice, les résines synthétiques macroporeuses et autre solide. Tous ces adsorbants sont régénérables (**Ouli, 2008**) :

- **Les charbons actifs**

Les charbons actifs sont préparés par pyrolyse d'une matière contenant du carbone, charbon ou matériau végétal, pour conduire à un charbon de bois qui est ensuite oxydé par la vapeur d'eau dans les conditions contrôlées pour créer une structure microporeuse. Il existe plusieurs centaines de qualités de charbons actifs suivant le précurseur et les conditions de traitement. On peut aussi trouver des charbons actifs dits « chimique », car ils sont activés à chaud en présence d'agents chimiques déshydratants, acide phosphorique, chlorure de zinc...etc.

Ce sont des adsorbants hydrophobes dont la surface spécifique se situe entre 500 et 1500 m²/g. Leur porosité, leur vaste domaine d'application et leur coût font des charbons actifs les adsorbants les plus répandus (**Fiani, 2000**).

- **Les adsorbants Minéraux**

Les adsorbants minéraux peuvent exister à l'état naturel ou synthétiser telle que :

- Les argiles : sont des aluminosilicates. Ce sont des produits naturels, qui sont activés pour avoir de meilleures propriétés d'adsorbants. La décoloration et la purification des huiles minérales et végétales utilisent ce type d'adsorbant (**Koller, 2005**).
- Les zéolithes : sont des adsorbants de squelette cristalline aluminosilicate tridimensionnel constitué de tétraèdres SiO₄ et AlO₄, ayant une structure cristalline

Chapitre II : Généralités sur l'adsorption

bien définie. Ces pores sont uniformes en taille à l'intérieur d'un matériau zéolithique spécifique (Sachtler, 1993).

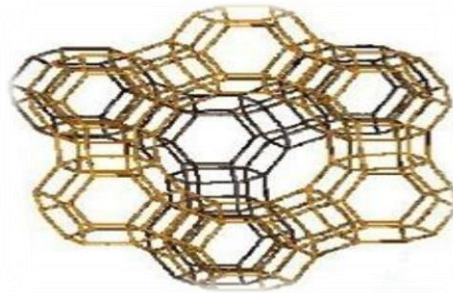


Figure 2: Structure des zéolithes (Benarima et Kouadri, 2017) .

A l'heure actuelle la demande croissante de matériaux adsorbants pour des procédés de protection de l'environnement suscite une recherche complémentaire dans la fabrication des charbons actifs à partir de matières qui ne sont pas classiques, concrètement à partir des déchets végétaux (Gergova et al., 1994).

Selon Mc Connachie et al (1996), les charbons actifs peuvent être produits à partir de gousses et de coques de *Moringa* qui se comparent favorablement avec de charbon commercial ; elles peuvent être utilisés pour l'élimination efficace des ions de métaux lourds comme le chrome provenant des cours d'eaux usées (Abdulrazak et al., 2015).

II.11. Généralité sur charbon actif

II.11.1. Définition

Le charbon actif est un carbone microporeux inerte qui a subi un traitement afin d'augmenter sa surface interne (Omlin et al., 2010). Il est doté d'une porosité très développée qui lui donne la propriété d'adsorber une large gamme de molécules (Gueye, 2015).

La structure du charbon actif est proche de celle du graphite, ordonnée sous la forme d'un empilement de couches successives planes d'atomes de carbone disposés en hexagones réguliers (Omlin et al., 2010).

II.11.2. Différentes types de charbon actif

II.11.2.1. Charbon actif en grain (CAG)

La forme granulaire du charbon est caractérisée par une taille des particules supérieure à 1 millimètre (1 mm), un faible diamètre des pores, une grande surface interne et une externe

Chapitre II : Généralités sur l'adsorption

relativement faible. Il en résulte que les phénomènes de diffusion à l'intérieur des pores prennent une grande importance dans le processus d'adsorption.



Figure 3: charbon actif en grain (Yahiaoui, 2012).

II.11.2.2. Charbon actif en poudre (CAP)

Le charbon actif en poudre présente une granulométrie inférieure à 100 micromètres (100 μ m) avec un diamètre moyen situé entre 15 et 25 μ m. Ils ont une large surface externe et une faible profondeur de diffusion ce qui engendre une vitesse d'adsorption très rapide (Yahiaoui, 2012).



Figure 4: charbon actif en poudre (Yahiaoui, 2012).

II.11.3. Préparation des charbons actifs

II.11.3.1. Les Matières premières

Le charbon actif est fabriqué à partir de différentes sources, Et leur fabrication passe nécessairement par l'identification et le choix de la matière première. Les matières premières peuvent être obtenues à partir d'un grand nombre de matériaux d'origine végétale ou minérale (Kafack, 2012) contenant un fort pourcentage de carbone et un faible pourcentage en matière inorganique (Ayrat, 2009).

II.11.3.2. L'activation

L'activation consiste à développer la structure poreuse et créer les fonctions de surfaces généralement oxydées qui sont à l'origine des interactions entre le solide et les molécules adsorbées (**Krou, 2010**). Les propriétés des charbons actifs sont en grande partie déterminées par le procédé d'activation, la nature de l'agent oxydant, la température et la durée d'activation (**Patrick, 2009**). L'activation peut être physique ou chimique (**Ayral, 2009**).

- **Activation physique**

Le matériau brut est carbonisé à une température d'environ 600°C pendant 6 à 8h.

L'activation est une oxydation ménagée à haute température (700 à 1000°C) en présence d'un mélange faiblement oxydant de vapeur d'eau et de dioxyde de carbone pendant 24 à 72h. Le carbone est consommé par la réaction : $C + H_2O \rightarrow CO + H_2$

La réaction se développant plus facilement suivant des directions où le carbone est moins dense, elle crée des « tunnels », ce qui développe la microporosité (**Gréville, 2004**).

- **Activation chimique**

L'activation chimique est généralement réalisée en plusieurs étapes mais elle ne comporte qu'un seul traitement thermique. Dans un premier temps, il s'agit de mettre en contact l'agent activant et la matière première. Les agents oxydants les plus utilisés sont l'acide phosphorique (H₃PO₄), la potasse (KOH) et le chlorure de zinc (ZnCl₂). Les mélanges solides obtenus subissent un traitement thermique, sous un flux de gaz inerte (généralement l'azote) à des températures comprises entre 500°C et 900 °C. Les conditions du traitement thermique dépendent du précurseur et de l'agent activant utilisé. Le charbon actif est ensuite lavé (par exemple à l'acide nitrique HNO₃) puis rincé à l'eau distillée jusqu'à l'obtention d'un filtrat neutre (**Ferrera d'Oliveira, 2011**).

II.12. Domaine d'application du charbon actif

- Traitement des eaux : Les eaux usées concernent toutes les eaux des activités domestiques, agricoles et industrielles chargées en substances toxiques, qui parviennent jusqu'aux canalisations d'assainissement afin d'y subir un traitement. Les eaux usées englobent également les eaux de pluies et leur charge polluante susceptible d'engendrer au milieu récepteur toutes sortes de pollution et de nuisance (**Dugniolle, 1980**).

Chapitre II : Généralités sur l'adsorption

- Traitement de l'air : le charbon actif est utilisé pour récupérer les solvants et les hydrocarbures volatils dans l'air et également pour la désodorisation de l'air.
- Les facteurs qui influencent l'activité du charbon actif pour le traitement de l'air sont **(Lenntech, 2004)** :
 - le type de composés à supprimer : en général, les composés ayant un grand poids, moléculaire, une basse pression de vapeur saturante, un point de fusion élevé et un indice de réfraction élevé sont les mieux adsorbés ;
 - la concentration : plus la concentration est élevée, plus la consommation de charbon est, grande ;
 - la température : plus la température est basse, meilleure est la capacité d'adsorption ;
 - la pression : plus la pression est élevée, meilleure est la capacité d'adsorption ;
 - l'humidité : plus l'humidité est faible, meilleure est la capacité d'adsorption.
 - L'Agroalimentaire
 - La purification industrielle des produits pharmaceutiques, chimiques ou alimentaires (Sucre, huiles végétales...) **(Salah, 2011)**.

II.12. Conclusion

Le charbon actif est un matériel connu pour sa forte capacité d'adsorption et s'applique à plusieurs domaines industriels. Ses caractéristiques et son efficacité dépendent du matériau constitutif. Le choix d'un charbon actif adapté à l'usage pour lequel il est destiné est fondamental pour sa performance. En revanche la surface spécifique et la structure poreuse de charbon actif dépendent beaucoup des matières de départ et du mode de traitement **(Clause, 2008)**.

Chapitre III

Généralité sur la Nanotechnologie et les Nanoparticules

Chapitre III : Généralité sur la Nanotechnologie et les Nanoparticules

III.1.Introduction

La nanotechnologie se développe à plusieurs niveaux : matériaux, dispositifs et systèmes. Le niveau des nanomatériaux est actuellement le plus avancé, tant dans les connaissances scientifiques que dans les applications commerciales (**Salata, 2004**). Les nanoparticules sont inférieures à quelques centaines de nanomètres ; Cette réduction de taille entraîne des modifications importantes de leurs propriétés physiques par rapport à celles observées dans les matériaux en vrai. Ils peuvent être métalliques, minéraux, à base de polymères ou une combinaison de matériaux (**Sachindri rana et Kalaichelvan, 2013**).

La plupart de ces changements sont liés à l'apparition d'effets quantiques lorsque la taille diminue et sont à l'origine de phénomènes tels que le super paramagnétisme, le blocage de Coulomb, la résonance plasmonique de surface...etc. L'augmentation du rapport surface / volume est également une conséquence de la réduction de la taille. Il conduit à l'apparition d'effets de surface liés au nombre élevé d'atomes de surface, ainsi qu'à une zone spécifique élevée, qui sont importants du point de vue pratique (**Salata, 2004**).

III.2. Définitions

III.2.1. La Nanotechnologie

La Nanotechnologie est une nouvelle approche à la compréhension et à la maîtrise des propriétés de la matière à l'échelle nanométrique. Un nanomètre (un milliardième de mètre) correspondant à la longueur d'une petite molécule (**Mathias, 2004**). L'objectif de la nanotechnologie consiste à produire des objets ou matériaux inférieurs à 100 nanomètres.

III.2.2. La Nanoparticule

Une nanoparticule est une particule ayant au moins une dimension inférieure à 100 nm. On distingue trois types de nanoparticules : naturelles, produites par l'homme de façon non intentionnelle, ou produites par l'homme de façon intentionnelle (nanoparticules manufacturées). Ces nanoparticules sont produites dans le cadre des nanotechnologies, qui ont des champs d'application multiples et en plein essor (**Boczkowski et Lanone, 2010**).

III.3. Les utilisations de nanoparticules

Les domaines du textile, de cosmétique, de l'alimentation, de l'imagerie médicale, de la vectorisation de médicament, de l'environnement, de l'électronique, de la chimie et du

Chapitre III : Généralité sur la Nanotechnologie et les Nanoparticules

bâtiment, font appel aux nanotechnologies (**Bottero et al., 2006**). Quelques exemples d'applications sont regroupés dans le **Tableau V**.

Tableau V : Exemple de champs d'application en fonction du type de nanoparticule.

Champ d'application	Type de NPs	Propriétés
Transports	Nanotubes	Résistance mécanique (60 fois supérieure aux meilleurs aciers)
Revêtements		Légèreté
Energie		
Vectorisation de médicaments		Dissipation électrostatique
Imagerie		
Industrie électronique	Fullerènes	Supraconductivité
Cosmétique : crèmes solaires, laques	Nps dioxyde de titane	Filtre UV
Peintures		Photo catalytique
Pots d'échappement catalytiques – Accélération des réactions chimiques dans l'industrie (oxydation du monoxyde de carbone)	Nps d'or	Catalytique
Textiles à usage clinique	Nps d'argent	Antibactérien
Pansements		
Traitement de surfaces		
Additif dans les carburants diesel	Nps de dioxyde de cérium	Catalytiques
Dépollution des eaux usées et des sols (Bottero et al., 2006)	NPs de fer, NPs d'aluminium	Membrane « filtration », nano-adsorbats
Additif alimentaire	Nps de silices amorphes	Antiagglomérant
Pneumatiques		Modification de viscosité
Revêtements voitures, produits d'entretien ménagers	NPs de silices, d'aluminium, zirconium	Propriétés anti abrasives et antiadhésives

Chapitre III : Généralité sur la Nanotechnologie et les Nanoparticules

Nano médecine : vecteurs d'antibiotique pour pathogènes intracellulaires, imagerie et ciblage tumoral (Armtead et Li, 2011 ; Teng et al, 2013)	NPs-PIGA NPssuperparamagneticiron oxyde	Enrobage biocompatible et biodégradable Propriété magnétique Bassages des barrières biologiques
---	--	---

III.4. Différents types de nanoparticules

La composition du cœur des nanoparticules est très variée : il peut s'agir d'assemblages organiques ou inorganiques (**Kumar, 2006**). Nous allons décrire ici quelques types de nanoparticules les plus courantes :

III.4.1. Liposomes

Les liposomes sont des vésicules constituées d'une ou plusieurs doubles couches concentriques de phospholipides et de molécules de cholestérol encapsulant un réservoir aqueux. La taille des liposomes varie entre 30 nm et plusieurs micromètres (**Torchilin, 2006**).

III.4.2. Nanoparticules polymériques

Les premières nanoparticules polymériques ont été développées par Couvreur et Aldans les années 1980 (**Couvreur et al., 1979**). Différents polymères ont ensuite été utilisés avec succès pour former des nanoparticules. Les plus couramment utilisés actuellement étant le poly (acide lactique), le poly (acide glycolique) et leur copolymère le poly (lactide-coglycolide), respectivement abrégés.

III.4.3. Nanoparticules lipidiques

Ces nanoparticules sont constituées d'un cœur lipidique, généralement à base de triglycérides biodégradables, bio assimilables et non toxiques. Parmi les particules entrant dans cette catégorie, les nanoparticules lipidiques solides ou SLN pour « SolidLipid Nanoparticles » sont les plus étudiées (**Muller et al., 2000 ; Wong, 2007**).

III.4.4. Nanoparticules inorganiques

Outre les nanoparticules organiques, des nanoparticules inorganiques ont également été développées. Les plus courantes sont les nanoparticules métalliques d'or ou d'argent (**Parak et al., 2003 ; Liu et al., 2007**), les nanoparticules magnétiques (**Ghezzar et al., 2007**), les

Chapitre III : Généralité sur la Nanotechnologie et les Nanoparticules

nanoparticules en silice (Yan et al., 2007) et les nano cristaux semi-conducteurs (Michalet et al., 2005 ; Cai et Chen, 2006).

III.5. Elaboration des nanoparticules

Les nanoparticules peuvent être synthétisées selon deux approches différentes. La première méthode dite « ascendante » (en anglais bottom-up) et la deuxième dite « descendante » (top-down). La différence entre les deux processus repose sur les caractéristiques suivantes : l'approche « bottom-up » permet de synthétiser une large gamme de matériaux avec une taille et une morphologie bien contrôlée, mais en parallèle nécessite l'utilisation de procédés physiques et chimiques. L'approche « top-down », quant à elle, se limite à des procédés mécaniques, elle permet d'obtenir une quantité importante de matière avec un contrôle amoindri (Ayachi, 2015).

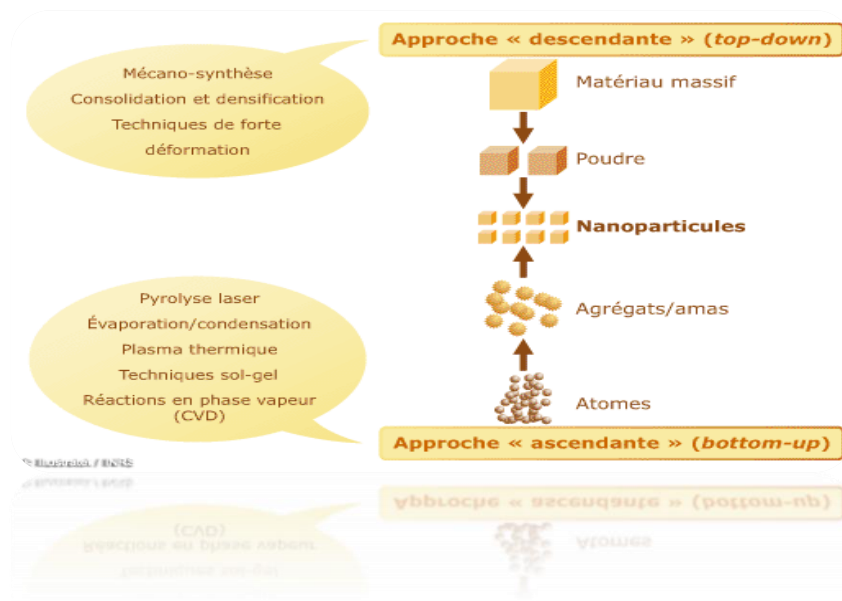


Figure 5: Schématisation des deux approches de synthèse des nanoparticules.

III.5. 1. Méthode de synthèse de nanoparticules

Plusieurs méthodes de synthèse des nanoparticules existent. Nous citons, d'une part, les méthodes physiques, comme l'évaporation thermique, et d'autre part, les méthodes chimiques comme la méthode sol-gel et aussi mécanique comme le mécano-synthèse. D'autres méthodes sont référencées pour approche descendante, notamment pour les nanoparticules d'argent, comme l'ablation laser (Amendola, 2007).

Chapitre III : Généralité sur la Nanotechnologie et les Nanoparticules

III.5.1.1. Synthèse des NPs par sol-gel

Le terme sol-gel correspond à l'abréviation «solution-gélification». Brièvement, un «sol» est une suspension colloïdale d'oligomères dont le diamètre est de quelques nanomètres seulement. Par la suite, on peut faire évoluer ce «sol», par le biais de réactions chimiques, en un réseau à viscosité infinie, appelé «gel». Cette méthode est un procédé de «chimie douce» en solution liquide permettant l'élaboration de nombreux composés inorganiques ou hybrides organique/inorganique dans une large variété de structures telles que des films minces, des fibres optiques, des verres monolithiques ou encore des nano poudres calibrées, nanoparticules (**Brinker et Scherrer, 1990**).

III.5.1.2. Synthèse verte

Le besoin de biosynthèse de nanoparticules a augmenté étant donné que les processus physiques et chimiques étaient coûteux. Pour réduire les coûts, les chercheurs ont utilisé des extraits de plantes et des microorganismes pour la synthèse de nanoparticules. Les méthodes vertes encouragent les scientifiques à minimiser l'utilisation de produits chimiques toxiques et à réduire la production de déchets en effectuant des opérations en milieu aqueux (**Wang et al., 2007**).

III.5.1.3. Les méthodes laser

L'évaporation par laser est obtenue par la mise au point d'un laser pulsé à haute énergie sur un barreau du métal souhaité. La température au point de focus peut excéder 10000K et peut vaporiser toute substance. Des atomes métalliques chauds sont alors obtenus et peuvent réagir avec l'oxygène pour former une phase vapeur d'oxyde métallique (**Zhao et al., 1994**).

Chapitre IV

Matériels et méthodes

IV.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter la partie expérimentale et les différents matériaux et techniques utilisées pour réaliser ce travail sur le processus d'adsorption à base de deux types de matériaux adsorbants, le charbon actif et les nanoparticules (NPs) synthétisés à partir de déchets des graines de *Moringa oleifera*. L'objectif de ce travail est de présenter l'efficacité de l'adsorption dans l'élimination de l'un des colorants largement utilisés en industrie textile et qui finit par être rejeté dans les effluents de l'industrie. Ceci est réalisé avec deux types de matériaux synthétisés par voie verte.

Le travail a été réalisé au niveau du laboratoire d'écologie bloc 12. La caractérisation des matériaux étudiés a été réalisée au niveau du laboratoire d'analyse structural au bloc 11 du département de génie des procédés.

IV.2. Les adsorbants et adsorbats

Dans notre protocole, les adsorbants utilisés sont le charbon actif et les nanoparticules élaborés à partir des déchets des graines de *Moringa oleifera*. Le bleu de méthylène a été utilisé comme un exemple d'adsorbat pour tester l'efficacité des deux matériaux précédents.

IV.2.1. Bleu de méthylène

Le bleu de méthylène est un composé organique appartenant à la famille des Xanthines (Zhenwang et al., 2000). Il est choisi comme modèle représentatif des polluants organiques de taille moyenne. Sa structure chimique est représentée dans la **figure 6** :



Figure 6: Structure chimique bleu de méthylène

IV.3. Produits et matériels utilisés

Le matériel et les produits chimiques utilisés en expérimentation sont illustrés dans le **tableau VI**.

Tableau VI: matériel et produits utilisés en expérimentation.

Verreries et appareillages	Produits chimiques utilisées
- Balance	- Solution d'H ₃ PO ₄
- Four a moufle	- Solution de ZnCl ₂
- pH mètre	- Eau distillée
- Etuve	- Bleu de méthylène
- Cuve en verre	- Chlorite de sodium
- Plaque d'agitation	- HCl
- Centrifugeuse	- NaOH
- Spectrophotomètre	- Acide sulfurique
- Les sacs de dialyse	- Méthanol
- Les barreaux magnétiques	- NaCl
- Le tamis	
- Spectroscopie FTIR	
- Dessiccateur	
- Pycnomètre	

IV.4. Synthèse du charbon actif et des nanoparticules

IV.4.1. Extraction de la poudre des coques de *Moringa oleifera*

La préparation de la poudre a été effectuée comme suit :

- Décortiquer les graines et récupérer leurs coques ;
- Broyer les coques et tamiser la poudre avec un tamis 0.5mm ;



Figure 7: Récupération de la poudre obtenue après broyage et tamisage (**Madani et Redouane, 2022**).

(1) Coques de *M.O* récupérées ; (2) Coques de *M.O* broyés ; (3) Tamisage des coques de *M.O* après broyage ; (4) poudre obtenue après tamisage

IV.4.2. Préparation des matières adsorbants

Deux types d'adsorbants ont été préparés dans cette étude. Il s'agit d'un charbon actif obtenu par activation chimique en utilisant l'acide phosphorique, et des nanoparticules synthétisés chimiquement à partir également du déchet des graines de *Moringa oleifera*.

IV.4.2.1. Synthèse du charbon actif (activation et carbonisation)

Dans notre cas, pour assurer la synthèse du charbon actif, nous avons procédé à une activation chimique par un seul agent qui est l'acide phosphorique.

- **Activation du charbon avec l'acide phosphorique**

Elle s'est déroulée comme suit :

- 10g de poudre de *Moringa oleifera* précédemment obtenue ont été imprégné avec 20g de la solution H_3PO_4 (40% en poids) ;
- Maintenir sous agitation pendant 10h ;
- Le mélange obtenu est mis en étuve pendant 24h à 110°C ;
- Le produit obtenu a été mis dans des creusets en porcelaine puis placé dans un four à moufle à calcination sous une vitesse de chauffage de 10°C /min ;
- Il subit ensuite une carbonisation à une température 450° pendant 1h
- Les creusets ont été récupérés du four pour être déposés dans un cristalliseur pendant 30 min pour refroidissement ;
- Après refroidissement, le charbon actif est ensuite abondamment lavé avec de l'eau distillée et filtré jusqu'à l'obtention du pH=6.5 ;
- Après filtration à vide sur papier filtre, le produit obtenu est ensuite séché à 110°C pendant 24h.

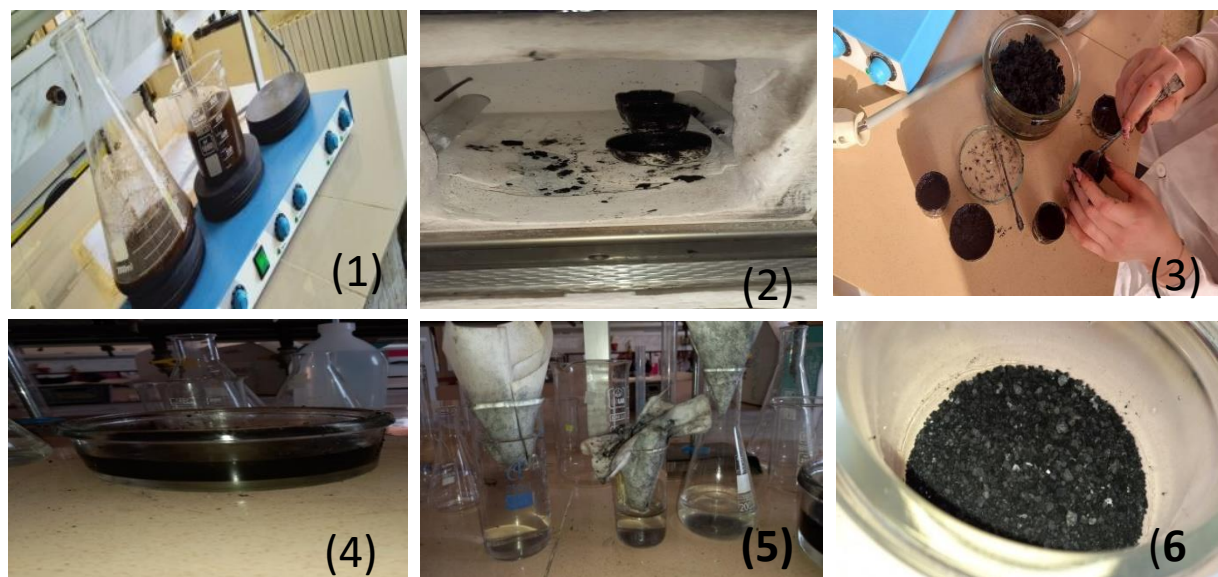


Figure 8: Protocole expérimental adopté pour la préparation d'un charbon actif (Madani et Redouane, 2022).

(1) Poudre M.O+ H_3PO_4 mis sous agitation ; (2) Carbonisation du produit obtenue ; (3) Récupération des creusets et refroidissement du charbon ; (4) Rinçage avec de l'eau distillé ; (5) Filtration à papier filtre ; (6) Charbon actif

IV.4.2.2. Synthèse des nanoparticules

IV.4.2.2.1. Extraction des fibres de celluloses

Les matières brutes ont été lavées à l'eau distillée pendant 20 min à 100°C pour éliminer les matières hémicellulosiques et séchées à l'air libre pendant une durée de 24h, Après séchage, elles sont tamisées pour éliminer toutes impuretés. La biomasse obtenue a été récupérée par la suite ; 4 échantillons de 10g de la poudre obtenue ont été mis dans des boîtes de pétri et un seul échantillon de 50g est mis dans un cristallisateur.



Figure 9: Poudre extraite mise en conservation (Madani et Redouane,2022) .

IV.4.2.2. 2. La mercerisation

Le traitement alcalin est généralement utilisé pour solubiliser les hémicelluloses. 50g de la poudre séchée ont été dispersé ensuite dans 1000ml de NaOH (1M), puis placé à 80°C pendant 2h sous agitation, le mélange obtenu est rincé plusieurs fois avec de l'eau déionisée. Par la suite, nous avons effectué une filtration et un séchage du produit à 40°C pendant 6h à l'étuve (cellulose purifié).



Figure 10 : Mélange poudre séchée + NaOH mis sous agitation (Madani et Redouane, 2022).

IV.4.2.2.3. Préparation des nano-cristal cellulose

Les NPs cristallines de nature cellulosique (CNC) ont été obtenues par hydrolyse à l'acide sulfurique comme suit :

Une solution de 60% en poids d'acide sulfurique a été ajoutée à 10g de cellulose mercerisée ; La suspension est tenue à 60°C sous sonication pendant 60 min pour permettre à l'hydrolyse de s'y mettre. Elle est diluée 5 fois avec l'eau distillée froide pour arrêter la réaction. Nous avons ensuite effectué une centrifugation à 6000 rpm/30min pour faire décanter et séparer les cristaux. Cependant, le matériel résiduel est rincé à l'eau distillée et la mixture est centrifugée encore une fois pour éliminer les traces de sulfates. La dialyse contre l'eau distillée est réalisée avec les tubes de dialyse (MWCO 12000 -14000). La suspension du CNC est lyophilisée à (- 60°C mbar).



Figure 11: Quelques étapes de la préparation des nano-cristal cellulose CNC (**Madani et Redouane, 2022**).

(1) l'ajout de cellulose purifié à l'acide sulfurique ; (2) réalisation d'une dialyse ;

3) séparation des cristaux par la centrifugation

IV.5. Application d'adsorption et étude de l'influence de certains paramètres sur l'adsorption de BM

IV.5.1. Préparation de la solution mère de bleu de méthylène

Nous avons préparé la solution mère du colorant étudié à une concentration de 25 mg/l, en utilisant 100mg du Bleu de Méthylène dans un litre d'eau distillée. A partir des dilutions successives de la solution mère avec des concentrations allant de 0.5 à 20 mg/l, nous avons déterminé la courbe d'étalonnage après avoir effectué une lecture au spectrophotomètre (UV-visible) à la longueur d'onde de 662nm.

IV. 5.2. Effet de masse

Afin de connaître la quantité optimale des 2 adsorbants étudiés à utiliser pour avoir un taux d'élimination R% maximal du BM; nous avons mis en contact 20 ml de la solution de colorant à une concentration de 200mg/l avec différentes masses du charbon actif (5mg ; 15mg ; 30mg ; 45mg ; 65mg) et du NPS (5mg ; 15mg ; 30mg ; 45mg ; 65mg ,80mg ,95mg,110mg) sous une agitation magnétique pendant 24h.

A la fin de l'agitation, la solution résiduelle est séparée par centrifugation à 5000tr /min pendant 5min, le surnageant a été récupéré et analysé à 662 nm par un spectrophotomètre UV-visible. Le taux d'élimination du colorant BM à l'équilibre est exprimé par la relation (1):

$$R\% = ((C_i - C_e) / C_i) * 100 \quad (1)$$

C_i: Concentration initiale de la solution de Bleu de méthylène (mg/l).

Ce: Concentration résiduelle à l'équilibre (mg/l).

IV.5.3. Effet du pH

L'influence du pH de la solution sur l'adsorption du BM par les 2 adsorbants a été étudiée en utilisant un pH-mètre « Checker HM271 ».

Les expériences ont été réalisées en introduisant 15mg de charbon actif et 110mg de NPs chacun dans 20ml de la solution bleu méthylène à 200mg /l. Le pH des solutions a été ajusté à des valeurs allant de 2 à 11 par l'addition de quelques gouttes de solutions concentrées de Hcl ou de NaOH de façon que le changement de concentration par l'ajout est négligeable.

Le mélange a été ensuite mis sous agitation pendant 24h, le surnageant été ensuite récupérer puis analysé par spectrophotomètre UV-visible à la longueur d'onde 620nm.

IV.5.4. Influence de temps de contact (cinétique d'adsorption)

Pour définir le temps nécessaire pour atteindre l'équilibre de l'adsorption de bleu de méthylène par le charbon actif et les NPs, nous mettons 20ml de la solution BM à 200mg /l dans un bécher pour chacun des 2 adsorbants, sous une agitation magnétique pendant 2h.

Le surnageant a été récupéré après centrifugation et des mesures d'absorbance ont été effectuées à différents temps de contact, allant de 15 min à 120 min.

IV.6. Caractérisation des matériaux synthétisés

IV.6.1. Caractérisation physicochimique

IV.6.1.1. La masse volumique apparente ρ_a

Une masse de 0.5 g de charbon actif et du NPs chacun, a été déposé de façon séparée chacune dans une éprouvette graduée. Le volume occupé par chaque matrice a été noté. Après la pesée la masse volumique apparente est calculée par l'équation (2) (**Chaouche, 2014**) :

$$\rho_a = m_1 / V_t \quad (2)$$

m1 : La masse de matériau

Vt : Volume apparente

IV.6.1.2. La masse volumique réelle ρ_r

Une masse de 0.2 g notée ici **m1** de chaque adsorbant (charbon actif et NPs) est placée dans un pycnomètre taré. Il a été par la suite rempli avec du méthanol **Vm** jusqu'à atteindre un volume total **Vt**, qui correspond à une masse totale ; la masse volumique réelle est calculé selon l'équation (3):

$$\rho_r = m_1 / V_1 \dots \dots (3)$$

Le volume du méthanol est calculé selon l'équation (4) comme suit :

$$V_m = m_2 / \rho_M \dots \dots \dots (4)$$

Le volume du matériau est calculé selon l'équation (5)

$$V_1 = V_t - V_m \dots \dots \dots (5)$$

m₁ : Masse de matériaux

m₂ : Masse de méthanol

V_r : Volume réel du matériau

V_t : Volume totale de pycnomètre

ρ_M : Masse volumique de méthanol

V_m : Volume du méthanol utilisé

V₁ : Volume du matériau

IV.6.1.3. La Porosité

La porosité de l'adsorbant est calculée à partir des masses volumiques apparente et réelle selon l'équation (6) :

$$\varepsilon = 1 - (\rho_{app} - \rho_{réelle}) \dots \dots \dots (6)$$

IV.6.1.4. Le point de charge nulle (PH_{pzc})

Le pH_{pzc} est un paramètre important pour la caractérisation des adsorbants. Il permet de connaître la charge superficielle d'un adsorbant en fonction du pH de la solution. Pour cela, nous avons préparé des solutions de NaCl à 0.01 M. Leur pH a été ajusté avec des solutions de NaOH et HCl. Par la suite nous avons mis dans des Erlenmeyer un volume de 50 ml de la solution préparé avec une masse de 0.15 g de chaque adsorbant. Les mélanges ont été mis sous agitation pendant 24h.

IV.6.2. Caractérisation structurale des matériaux

IV.6.2.1. Analyse structurale par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier

La FT-IR est une technique importante utilisée pour l'identification des groupes fonctionnels caractéristiques de la surface de l'adsorbant (**Kushwaha et Gupta, 2011**). L'analyse des matériaux par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (FT-IR) a été réalisée au laboratoire d'analyse structurale de l'université de Bejaïa pour le but d'identifier les

Chapitre IV : Matériels et méthodes

fonctionnalités chimiques existantes à la surface de nos matériaux après le processus de purification et d'hydrolyse. Les pastilles des différents échantillons des NPs et du charbon actif ont été préparées à partir d'un mélange de chacun de ses deux adsorbants avec le KBr avec une proportion 1 – 99 % respectivement, puis fixées sur un porte échantillon et mises à l'intérieur de l'enceinte de mesure. Un calculateur digital a permis de tracer des spectres allant de 400–4000cm⁻¹.

Chapitre V

Résultats et discussions

V.1. Introduction

Ce chapitre présente les différentes données expérimentales utilisées et les résultats obtenus dans le cadre de notre étude, basé sur l'étude du processus d'adsorption avec deux biomatériaux (charbon actif et les NPs), ainsi que l'influence de quelques paramètres sur l'adsorption du bleu de méthylène. Les résultats obtenus ont été traité sur Excel 2007.

V.2. Caractérisation des biomatériaux synthétisés

V.2.1. Caractérisation structurale

V.2.1.1. Analyse FTIR

Les spectres infrarouges de la matrice brute de synthèse ainsi que des matériaux synthétisés sont présentés dans la **figure 12**.

A partir des spectres infrarouges correspondants aux différents matériaux avec différentes préparations, nous avons remarqué une similarité dans la longueur d'onde d'apparition des groupements fonctionnels, avec un changement dans l'intensité des pics correspondants à ces groupements fonctionnels (**figure 12**). Nous avons constaté que la plus grande similarité réside entre les spectres du déchet (**figure 12a**) et ceux des NPs (**figure 12b**). Quant à la structure du charbon (**figure 12c**), une grande modification des groupements fonctionnels a été remarquée. L'examen de tous ces spectres fait apparaître les bandes d'absorption suivantes:

- Une large bande d'absorption observée entre $3600-3300\text{ cm}^{-1}$ avec un maximum vers 3400 cm^{-1} . Cette bande est caractéristique de la vibration d'élongation de l'hydrogène des groupements hydroxyles (de carboxyles, phénols ou alcools) et de l'eau absorbée par les matériaux analysés.
- Les bandes observées à 2900 cm^{-1} dans le cas du spectre du déchet sont des bandes d'absorption attribuées à la vibration de valence asymétrique et symétrique du groupement -CH_3 .
- Les bandes observées à 1700 cm^{-1} et à 1600 cm^{-1} sont causé par la vibration d'élongation de C=O dans les groupes de cétones, d'aldéhydes, de lactones, et de carbonyle et du cycle aromatique, respectivement. Ceci indique la formation de groupements contenant un carbonyle. Ceux-ci sont très nombreux dans les spectres du charbon et du déchet. Ils sont très restreints dans le cas des spectres NPs.

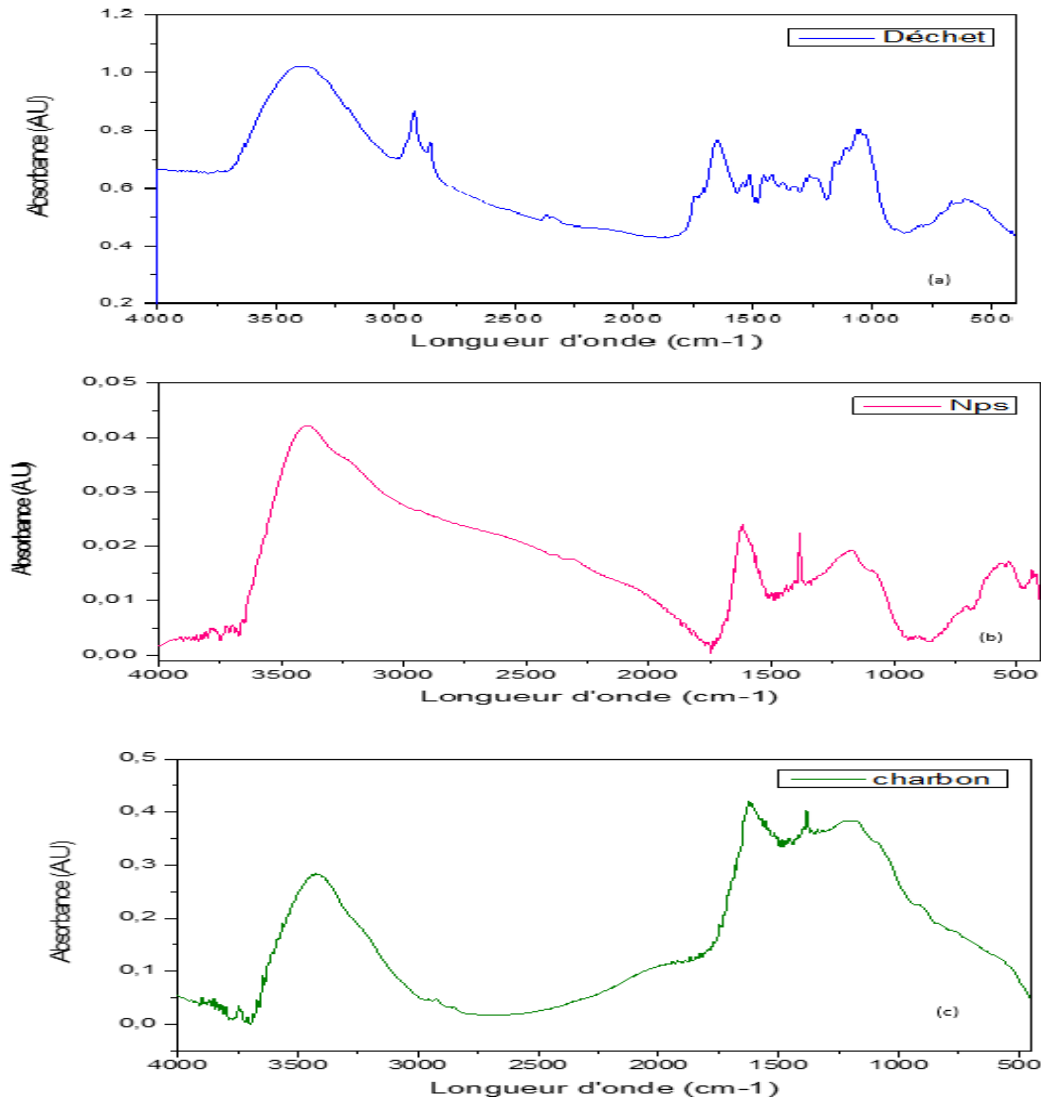


Figure 12: Analyse FT IR des matériaux synthétisés et du déchet utilisé.

(a) : déchet, (b) : NPS, (c) : charbon

- Les bandes de 1470 à 1370 cm^{-1} est un domaine qui est formé par un chevauchement de bandes d'absorption imputables aux groupements de type hydroxyles des surfaces et aux vibrations dans le plan de la liaison C—H dans plusieurs structures de type C=C-H. la structure du charbon et du déchet est très riche de ce type de groupement. Nous constatant un seul groupement de ce genre dans le cas des NPs.
- Les bandes entre 1000-500 cm^{-1} sont dues au mode de déformation hors du plan de C- H dans des cycles aromatiques différemment substitués.
- La présence de groupement hydroxyle de la fonction phénolique et la fonction

carboxylique offrent à la surface des matériaux un caractère acide, tandis que la fonction carbonyle donne un caractère basique à la surface des matériaux.

V.2.2. Caractérisation physico-chimique

V.2.2.1. Détermination du pH à charge nulle (pH_{PZC})

Afin de clarifier le rôle de la charge portée par la surface des adsorbants utilisés dans la fixation du BM, nous avons opté pour la détermination du pH_{pzc}. Les résultats sont illustrés sur graphes dans les **Figures 13** et **14**. PH_i correspond au pH initial en début de l'essai, alors que pH_f correspond au pH final. La valeur du pH_{pzc} correspond au point d'intersection des deux lignes représentant les valeurs de chaque type de pH.

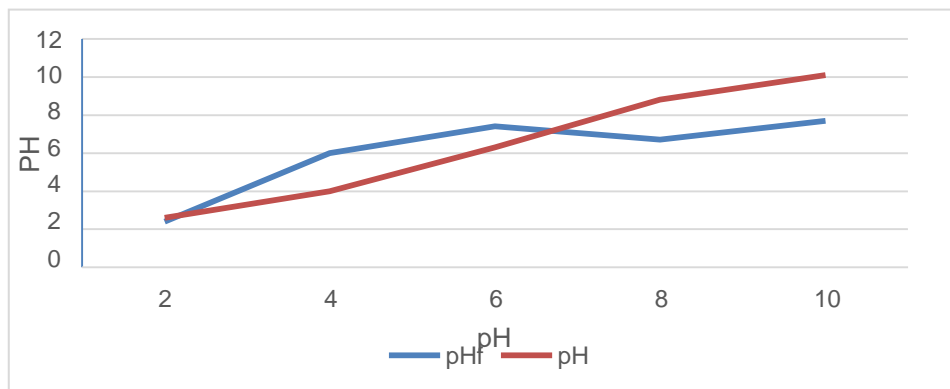


Figure 13 : Point isoélectrique de charbon actif.

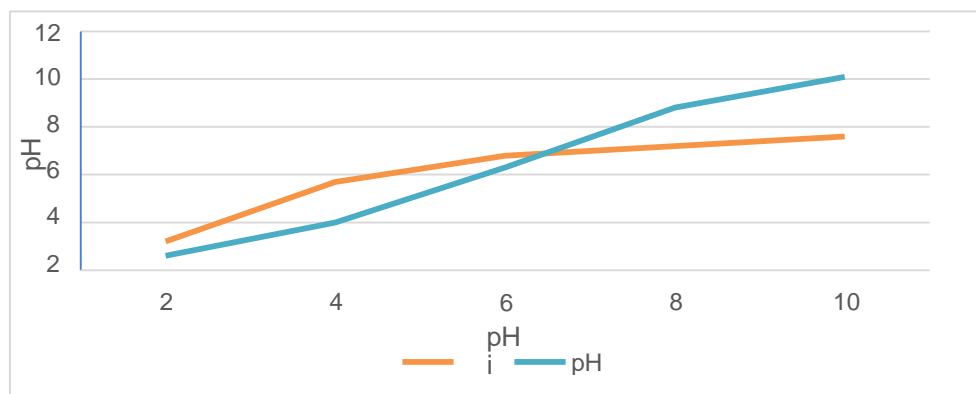


Figure 14 : Point isoélectrique des NPs.

Chapitre V : Résultats et discussions

Les Figures 13 et 14 montrent des valeurs de point de charge nulles des adsorbants étudiés. A partir des données graphiques le pH_{pzc} du charbon actif est égal à 6.8. D'autre part, celui du NPs prend la valeur de 6.5. Les charges de surfaces des adsorbants étudiés se déduisent à partir du pH de la solution dans laquelle elles se trouvent. Il existe trois possibilités pour comprendre le comportement des matériaux selon leur charge de surface:

- Quand le milieu est acide ($pH_i < pH_f$) : présence des cations en excès sur la surface des adsorbants étudiés leur permet d'acquérir une charge positive.
- Quand le milieu est basique ($pH_f < pH_i$) : la diminution des cations ce qui conduit à l'augmentation de la proportion en ions sur la surface des adsorbants étudiés donc ils acquièrent une charge négative.
- Quand le milieu est neutre ($pH_f = pH_i$) : la surface est électriquement neutre.

Dans le cas des deux adsorbants étudiés, les biomatériaux présentent alors un caractère acide, ce qui confirme les résultats obtenus par FTIR.

V.2.2.2 .Caractérisation physique

Les données physiques des deux adsorbants sont illustrées sur le **tableau VII**. Les résultats de la caractérisation mentionnés dans le **tableau VII** indiquent que les caractéristiques physiques des différents adsorbants dépendent du matériau et du mode de préparation. Les NPs préparées à partir du déchet présentent une plus grande porosité (126.3 %) avec une masse apparente de 277.77mg/L. le charbon présente également une porosité importante (91.5%), mais inférieure par rapport à celle des NPs avec une masse apparente plus importante. La diminution de la porosité dans le cas du charbon serait due à la fixation de l'agent d'imprégnation dans les pores du charbon. Ces résultats montrent que le type d'agents chimiques d'imprégnation contribue aux variations physiques (masse apparente, masse réelle et porosité).

Tableau VII : Données de la masse volumique des matières synthétisées

Matériau	Charbon actif	NPs
Masse apparente	312.5 mg /ml	277.77 mg /ml
Masse réelle	4.03×10^2	4.03×10^2
Porosité	91.5	126.3

V.3. l'étude d'élimination des colorants

V.3.1. Application d'adsorption

V.3.1.1. Courbe étalonnage du BM

Après avoir mesuré les absorbances de 8 solutions filles de BM à une absorbance de 662 nm, nous avons obtenues une courbe d'étalonnage illustré dans la **figure 15**. En utilisant l'équation obtenue, nous avons pu calculer la concentration résiduelle à l'équilibre (mg/l). Le coefficient de corrélation R^2 était significatif de l'ordre de 0.981.

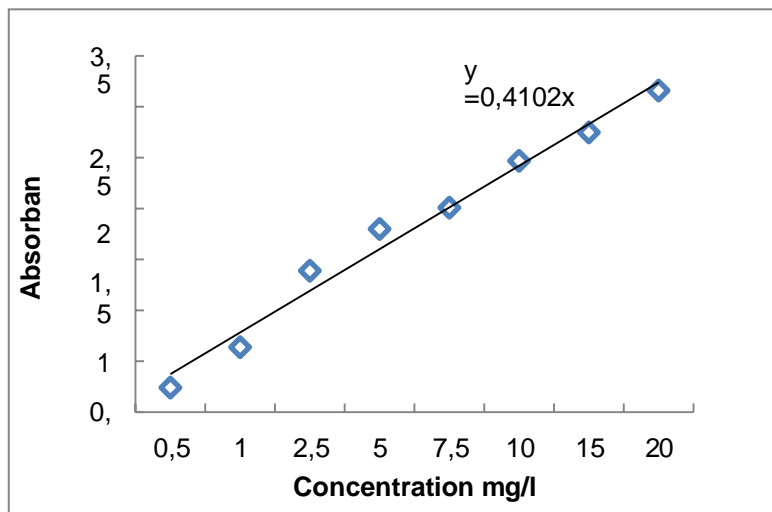


Figure 15 : Courbe d'étalonnage de bleu de méthylène.

V.3.1.2. Effet de masse

Diverses quantités du charbon actif et des nanoparticules ont été ajoutées à la solution de bleu de méthylène à fin d'estimer la masse optimale de ces 2 adsorbants à ajouter pour arriver à une meilleure adsorption et assurer un taux d'élimination élevé. Les taux d'élimination de BM par les deux adsorbants sont illustrés dans les **Figures 16** et **17**.

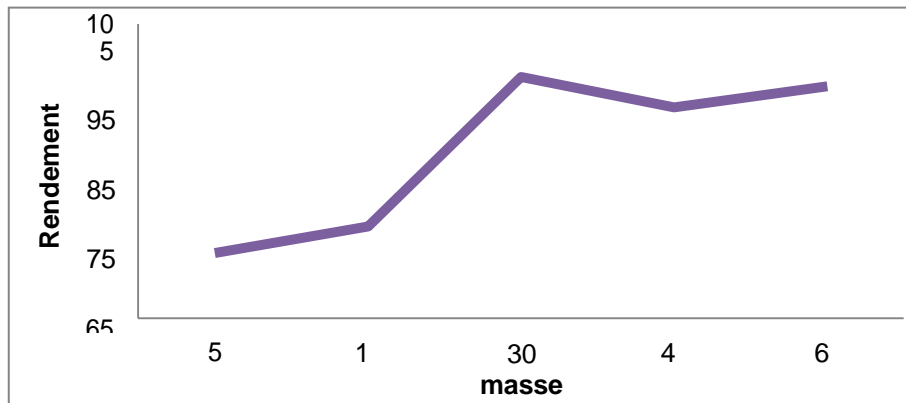


Figure 16: Effet de masse sur l'adsorption de BM par le charbon actif.

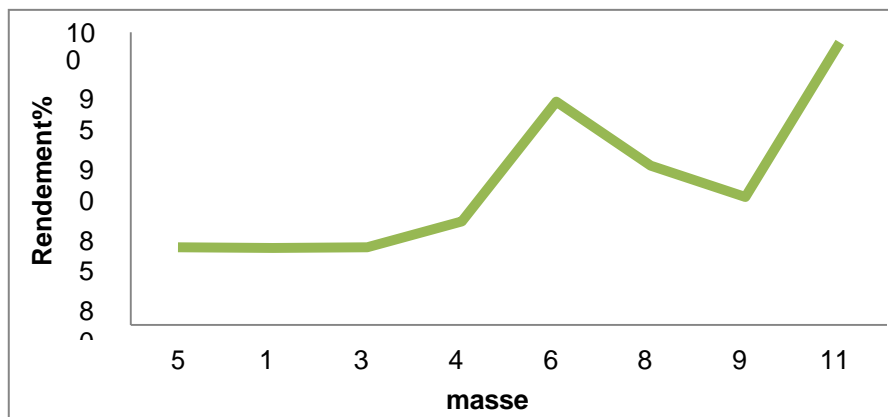


Figure 17 : Effet de masse sur l'adsorption de BM par les NPs.

Les résultats montrent que la quantité de BM adsorbée augmente avec l'augmentation de masse des biomatériaux ajoutés. Ces derniers atteignent un taux d'élimination maximal de 97.8% en ajoutant une masse de 30 mg pour le charbon actif. Alors que pour les NPs le taux d'élimination était de l'ordre de 98.8% à 110mg.

En ce qui concerne le charbon actif, au-delà d'une masse de 30 mg la décoloration n'évolue plus, Ceci pourrait être dû à la saturation des sites actifs d'adsorption. Le coefficient de variation est de 5.35 et est inférieur à 10. Ce qui conduit à une bonne répétabilité de la dose. En effet, l'augmentation de la dose de l'adsorbant fait croître le nombre des sites disponibles pour la fixation des colorants, ce qui favorise, par conséquent, le phénomène de décoloration.

La décoloration des échantillons traités aux NPs est obtenue à la masse de 110 mg, nous n'avons pas fait d'essais à une masse supérieure. La coefficient de variation des résultats, à ce

stade est de 2.94. il assurera une bonne répétabilité en cas d'utilisation de la dose dans d'autres essais.

A partir de ces données, nous déduisons que le charbon actif est le plus efficace en fonction de la masse optimale qui est inférieure à celle des NPs, et qui permet de fixer plus de BM en utilisant presque 1/4 de la quantité nécessaire des NPs pour une même solution du BM.

V.3.1.3. Effet de pH

L'effet du pH sur l'adsorption de BM a été étudié dans une gamme de pH : 2, 5, 7, 11. Les résultats illustrant l'effet du pH sur le processus d'adsorption sont présentés dans la **Figure 18**.

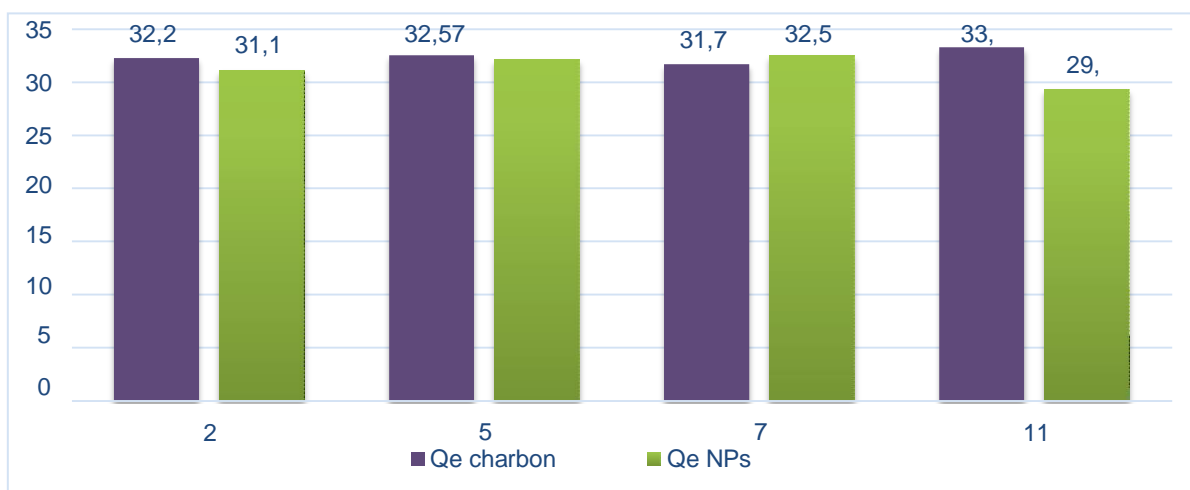


Figure 18 : Effet de pH sur l'adsorption du BM par le charbon actif et les NPs.

A partir de la **Figure 18**, nous constatons que la capacité maximale d'adsorption de BM est de l'ordre de 33.3 mg/g au pH de 11 pour le charbon actif. Elle est de l'ordre de 32.54 mg/g au pH 7 dans les échantillons traités aux NPs. Les résultats obtenus à la détermination de pH à charge nulle indiquent, qu'en dessous des pH_{pzc} des matériaux utilisés, la charge de charbon actif et les échantillons traités aux NPs est positive. Au-delà la charge est négative. Le pH_{pzc} du charbon actif et celui des NPs étant, respectivement, 6.8 et 6.5 ; ceci indique en comparant ces résultats avec ceux des graphiques, que la charge de ces adsorbant est négative au $pH < pH_{pzc}$, et qu'elle subirait des interactions électrostatiques attractives avec les cations organiques. Par conséquent, l'adsorption de colorant BM est favorisé d'avantage. Ceci est expliqué par le phénomène d'adsorption, par le fait que, plus le pH du milieu diminue, plus le

nombre des sites chargés négativement diminue et le nombre des sites chargés positivement augmente (Tahir et Rauf, 2006 ; Tsai et al., 2007 ; Weng et Pan, 2007).

Nous concluons ; que le pH optimal à estimer pour une meilleure activité du charbon actif et des NPs dans notre étude, est le pH 11 et 7 respectivement. Ceci change en fonction du pH_{pzc} de chaque matériau. Toutefois les quantités d'adsorption de BM restent faibles.

V.3.1.4. Effet de temps de contact (Cinétique d'adsorption)

Les Figures 19 et 20 montrent respectivement, les résultats expérimentaux de la cinétique d'adsorption de BM obtenues avec le charbon actif et les NPs.

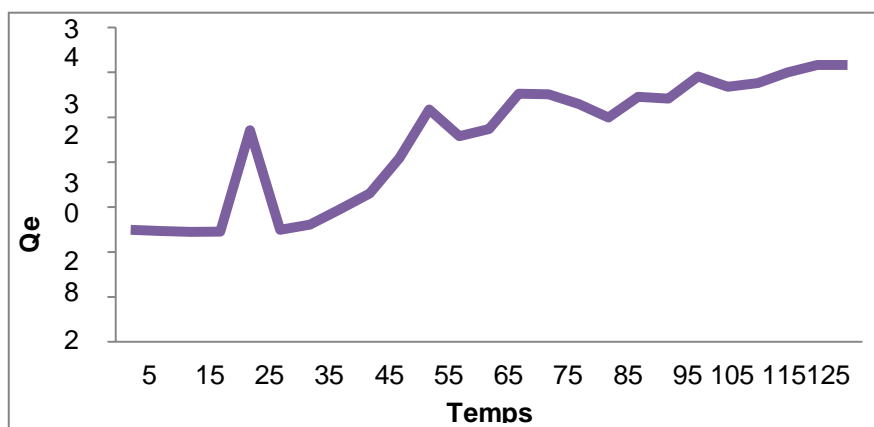


Figure 19: Cinétique d'adsorption de BM sur le charbon actif.

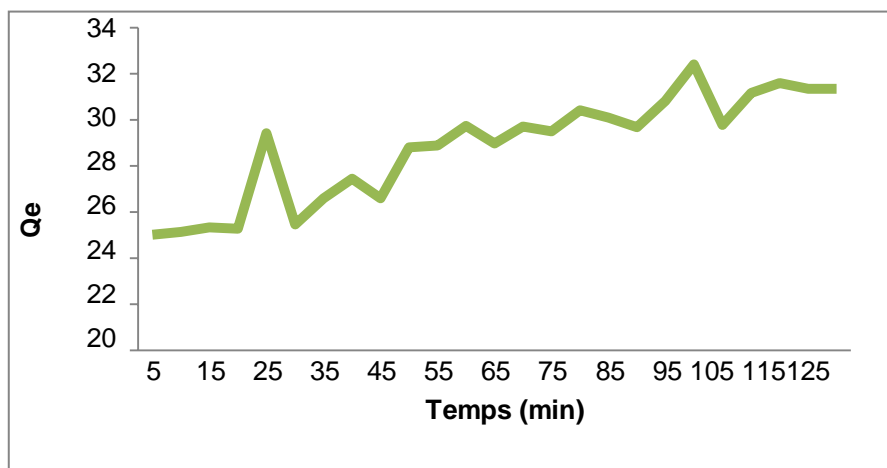


Figure 20 : Cinétique d'adsorption de BM sur les NPs.

Chapitre V : Résultats et discussions

La cinétique d'adsorption du BM par le charbon actif et les NPs représente le parcours d'adsorption de ce colorant en fonction du temps de contact avec les adsorbants utilisés. A partir des résultats obtenus, nous avons constaté que les courbes des deux adsorbants présentent la même allure avec une légère différence, avec le temps, vers la fin de processus. Il est clair qu'à partir des deux graphes qu'il y'a une activité d'adsorption maximale à la 25^{ème} minutes. Une diminution a été observée par la suite avec les deux adsorbants jusqu'à la 35^{ème} minutes, puis une augmentation progressive a été observée. Une fluctuation de l'adsorption a été constatée vers la fin de l'essai.

L'équilibre d'adsorption est atteint au bout de 105^{ème} min pour le charbon actif. Des essais supplémentaires nous permettraient d'obtenir le temps nécessaire pour un équilibre d'adsorption.

L'évolution de la quantité d'adsorbat fixée par le solide en fonction du temps décrit la cinétique du processus d'adsorption. Cette dernière, pourrait être régit par une ou plusieurs étapes et la vitesse du processus est gouvernée par l'étape la plus lente. Pour interpréter les résultats expérimentaux, il est nécessaire d'identifier l'étape qui gouverne tout le processus.

Pour connaître le mécanisme limitant la cinétique du processus d'adsorption, des corrélations entre les quantités adsorbées et le temps ont été établies. Les modèles de la cinétique sont utilisés afin d'interpréter les données expérimentales, pour communiquer des informations essentielles pour l'utilisation de ces adsorbants dans le domaine d'adsorption. Pour ce faire, nous devrions tester ces modèles pour les concentrations initiales en BM utilisé à une température de 20°C, ceci n'a pas été effectué par manque de temps.

Conclusion générale

Conclusion Générale

Notre étude s'intéresse à deux adsorbants synthétisés à partir des déchets de graines de M.O souvent non valorisés. Il s'agit du charbon actif et des NPs synthétisés à partir du déchet des graines de MO. Ces adsorbants ont été testée sur un colorant textile qui est le bleu de méthylène (BM) par adsorption afin d'évaluer le pouvoir de ces déchets agricoles à l'éliminer.

De ce fait, les résultats obtenus nous ont permis de conclure :

- La capacité ultime d'adsorption a été évaluée à 33.3 mg /g à pH 11 pour le charbon actif et de l'ordre de 32.54 mg /g à pH 7 pour les NPs.
- L'adsorption de BM est meilleure en milieu basique pour les deux adsorbants étudiés dans les conditions optimales.
- Le taux d'élimination de BM atteint 97.8% en ajoutant 30mg de charbon à la solution étudiée, alors qu'il est de l'ordre 98.8% à 110 mg.
- Les essais d'adsorption ont montré que les NPs n'ont pas atteint l'équilibre à temps étudiés. Par contre, le charbon actif atteint l'équilibre à $t=105$ min.
- La caractérisation structurale a été effectuée par la technique FT-IR. Ces résultats révèlent que les 2 biomatériaux étudiés présentent un caractère acide.
- La porosité du charbon actif est de 91.5%. Elle est inférieure aux NPs qui avaient une porosité de 126.3%, avec une masse volumique apparente plus importante.

A la lumière de ces résultats, nous pouvons conclure que les déchets des graines de *Moringa Oléifera* ont une capacité significative pour l'adsorption du bleu de méthylène en solution aqueuse, particulièrement ceux synthétisés en charbon actif qui reste plus efficace et plus rapide en tant que bio- adsorbant à faible coût, contrairement aux procédés des nanoparticules qui n'ont pas été largement efficaces.

Le travail que nous avons réalisé est prometteur. Il vise à mener plus de recherches dans le domaine de la valorisation des déchets des graines de M.O. par :

- Caractérisation plus poussée des matériaux préparés (analyse ATG, analyse MEB, Analyse MET, etc.), donnant plus d'informations sur la structure de ces matériaux. Ceci permet de mieux comprendre le mécanisme d'adsorption avec ces bio-adsorbants ;
- Réussir l'adsorption des colorants textiles, autres que le BM qui constituent un enjeu dans le domaine de traitement des eaux de rejets et la protection de l'environnement ;

Conclusion Générale

- Elargir le spectre d'utilisation de la nanotechnologie dans le domaine de purification des eaux, par essais sur d'autres polluants comme les éléments traces métalliques ;
- Détermination des isothermes d'adsorption convenables pour ces biomatériaux. Ces isothermes représentent d'importants outils pour décrire l'interaction entre l'adsorbant et l'adsorbant.

Les références bibliographiques

Les références bibliographiques

- **Abdulrazak S., Sulyman Y.I., Bello H.I., Akanni A.S., Oniwapele Y.A et Muktari M. (2015)** - Tannery Wastewater Treatment Using Activated Carbon From Moringa Oleifera Pods. *IOSR Journal of Environmental Science, Toxicology and Food Technology (IOSR-JESTFT)*: 96-99.
- **Ahmed.M.J, Dhedan.S.K.** Equilibrium isotherms and Kinetics modeling of methylene blue Adsorption on agricultural Wastes-based activated carbons. *Flui. Phas. Equil.* 317 (2012) 9-14.
- **Amendola, 2007, Amendola, V., Polizzi, S., et al. (2007).** "Free silver nanoparticles synthesized by laser ablation in organic solvents and their easy functionalization." *Langmuir* 23(12): 6766-6770.
- **Amit KumarDutta et al. (2014),** (Nanoparticles photo-catalyst. γ -Fe₂O₃ nanoparticles: An easily recoverable effective photo-catalyst for the degradation of rose bengal and methylene blue dyes in the waste-water treatment plant
- **Anwar F., Latif S., Ashraf M., Gilani AH. (2007).** *Moringa oleifera*: a good plant with multiple medicinal uses. *Phytother. Res.* Jun; 21 (1): 17-25.
- **Arora D.S., Onsare J.G., Kaur H.(2013).** Bioprospecting of Moringa (Moringaceae): Microbiological perspective. *J pharmacogand phytochem* 1: 193-215.
- **Armstead AL, Li B.** Nanomedicine as an emerging approach against intracellular pathogens. *Int J Nanomedicine* 2011;6:3281–93.
- **Ayachi.A.A.(2015),** Synthèse des nanoparticules d'oxydes métalliques pour des applications photocatalytiques solaires, Thèse de doctorat, Département De Physique, Université METOURI, CONSTANTINE.
- **Babu, S. C. (2000).** Rural nutrition interventions with indigenous plant foods—a case study of vitamin A deficiency in Malawi. *BASE*.
- **Barrer.** **Zeolites and Clay Minerals** adsorbent and moléculaire SIEVES.
- **Benarima, M. Kouadri . (2017)** .Préparation et caractérisation d'un charbon actif à partir de coquilles d'oeufs. *Mémoire de master académique*, p12.
- **Bennani, M. Badia, M Hachkar, M. Bakasse et A. Yaacoub .(2010)** « Élimination du colorant basique « bleu de méthylène » en solution aqueuse par l'argile de Safi », *Revue des Sciences de l'Eau* 23(4) 375.
- **Bounour. I. (2009)** Modélisation des isothermes d'adsorption dans le cas de : phénol et de bleu de méthyle sur le charbon actif en grain, *mémoire d'ingénieur d'état*, école nationale supérieure polytechnique, p 3.
- **Bouziane N. (2007),** Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le Charbon actif en poudre, *Mémoire de Master*, université Mentouri-Costantine,
- **Bottero J-Y, Rose J, Wiesner MR. (2006),** Nanotechnologies: tools for sustainability in a new wave of water treatment processus. *Integr Environ Assess Mana*,2(4):391–5
- **Boczkowski,J. Lanone,S. (2010),** *Revue Française d'Allergologie* 50 (3), 214-216,
- **Brinker .C. J. and . Scherrer.G. W.(1990)** «Sol-gel science: the physics and chemistry of sol-gel Processing» Academic press.
- **Capon M., Courilleu, C. V. (1999),** Chimie des couleurs et des odeurs, Nantes, Culture et techniques.
- **Cai. W.B, Chen.X .(2006),***Nano Letters*, 6 (4), 669
- **Chantrel E. et De Saint Sauveur A,(2010).** *Moringa news*, Moringa Association of Ghana.
- **Chaouche Noura,**Utilisation des sous-produits du palmier dattier dans le traitement physicochimique des eaux polluées, *Thèse Doc U.H.L.Batna* (2014) 72-73 p.

Les Références Bibliographique

- **Cherray R. (2012)**, Préparation par voie chimique l'un charbon actif a partir des déchets de café (effet de taux d'adjuvant), *Mémoire Master académique*, Université Kasdi Merbah-Ouargla,
- **Chitour C.E. (1992)**, Physico-chimie des surfaces. Les interfaces gaz-solide et liquide-solide, *Ed. OPU*, Alger, 462p.
- **Chitour.S.E. (1981)**, chimie de surfaces, introduction à la catalyse, Edition OPU Alger
- **Couvreur.P, Kante.B, Roland.M, Guiot.P, Bauduin.P, Speiser.P. (1979)**, *Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 31(5), 331
- **Clausse.M. (2008)**, Etude d'un procédé d'adsorption TSA (Température swing Adsorption) à chauffage et refroidissement indirects, *Thèse de doctorat*
- **Fiani. (2000)**, Adsorption de polluants gazeux sur des filtres à charbon actif.modélisation des échanges couplés de matière et de chaleur. *INPG-EMSE*, SAINT-ETIENNE, France.
- **Foidl, N., Makkar, H. P. S., & Becker, K. (2001)**.Potentiel de Moringa oleifera en agriculture et dans l'industrie. Potentiel de développement des produits de Moringa. *Dar es-Salaam, Tanzanie*, du 29octobre au 2 Novembre 2001.
- **Gergova.K, Petrov.N, Eser.S. (1994)**, *Carbon* 32, 4, Adsorption properties and microstructure of activated carbons produced from agricultural by-products by steam pyrolysis , pp 693-702.
- **Ghezzar.M.R, Abdelmalek.F, Belhadj.M, Benderdouche.N, Addou.A. (2007)**, *Appl. Catal B Environ.*, 72, 304
- **Gherbi.N. (2008)**, 'Etude expérimentale et identification du processus de rétention des cations métalliques par des matériaux naturels', *Mémoire de doctorat*, Université de Constantine.
- **Giakisikli, G, A.N. Anthemidis. (2013)**, (Magnetic materials as sorbents for metal/metalloid preconcentration and/or separation. A review, *Anal. Chim. Acta* 789 1–16).
- **Ghalmi, N., et SIFER, A. (2006)**, Essais d'adsorption du phénol et du cuivre sur charbon actif valorisé à base de grignon d'olives .*Mémoire d'ingénieur*, Boumerdès.
- **Haddoum. S ; Selatnia. S. (2005)**, Biosrption du plomb sur une biomasse (pleuratus Mutilus), *mémoire de magistère*, école nationale supérieure polytechnique, p 28.
- **Jahn S.A.A. (1985)** Better water in the tropics by technology transfer from the laboratory to rural houses - Experiences from a pilot project with natural coagulants in the Sudan, *Eschborn, GTZ*.
- **Juang r.s, f.c. wu et r.l. tseng (1997)**. The ability of activated clay for the adsorption of dyes from aqueous solutions. *Environ. Technol.*, 18, 525-531.
- **Kaput.C.(2015)** – *Moringa*. With additional input from Hugh Locke and Timote Georges, respectively President and Executive Director of the Smallholder Farmers Alliance in Haiti, 50 p.
- **Kanouri R. Labide A.(2012/2013)**, Adsorption du phénol sur la bentonite de Maghnia, *Mémoire master Académique*, Université Kasdi Merbah-Ouargla,.
- **Koller.E.(2005)**, Aide-mémoire, génie chimique, *2ème édition Dunod*, pp 364- 366,374-375.
- **Khalfaoui A. (2012)**, Etude expérimentale de l'élimination de Polluants Organiques et Inorganiques par Adsorption sur des Matériaux Naturels : Application aux Peaux d'Orange et Banane, *Thèse de Doctorant*, Université Mentouri –Constantine.
- **Kushwaha.A.K., Gupta. N., Chattopadhyaya M.C. .** Removal of cationic methylene blue and malachite green dyes from aqueous solution by waste materials of Daucus carota. *Journal of Saudi Chemical Society* (2011) xxx, xxx-xxx.

Les Références Bibliographique

- **Kumar Biswas S., Chowdhury A., Das J., Roy A. et Zahid Hosen S.M., (2012)** – Pharmacological potentials of moringa oleifera lam. *A Review. Ijpsr*, Vol. 3(2) : 305-310.
- **Kumar.C. (2006)**, Biological and Pharmaceutical Nanomaterials. Nanotechnologies for life science, Ed. C. Kumar. Vol 2, Wiley-VCH Verlag, Weinheim
- **Laleye, O. A. F., Ahissou, H., Olounlade, A. P., Azando, E. V. B., & Laleye, A. (2015)**. Etude bibliographique de trois plantes antidiabétiques de la flore béninoise : Khaya senegalensis (Desr) A. Juss (Meliaceae), Momordica charantia Linn (Cucurbitaceae) et Moringa oleifera Lam (Moringaceae). *International Journal of Biological and Chemical Sciences*, 9(5), 2682–2700.
- **Lei Yu, Yong-ming Luo**. The adsorption mechanism of anionic and cationic dyes by Jerusalem artichoke stalk-based mesoporous activated carbon. *J. of Envi. Chem. Eng.* 2 (2014) 220-229.
- **Leon C.A., solar J.M., Calemma V., Radovic. L.R. (1992)**, Evidence for the protonation of basal plane sites on carbon, *Carbon*, 797-811.
- **L. Gopalakrishnan, K. Doriya, and D. S. Kumar, (2016)** “*Moringa oleifera*: A review on nutritive importance and its medicinal application,” *Food Sci. Hum. Wellness*, vol. 5, no. 2, pp. 49–56, , doi: 10.1016/j.fshw.2016.04.001.
- **Louni, S., (2009)**. Extraction et caractérisation physicochimique de l’huile de graines de *Moringa oleifera*. *Mémoire de Magister*. École Nationale Supérieure Agronomique El-Harrach Algérie 13, 107p.
- **Mathias.(2004)**, NANOSCIENCE ? N.E. La nanotechnologie. (Matériel and new production technologies).
- **Mc Connachie G.L., Warhurst A.M., Pollard S.J., UK et Chipofya, Malawi V. (1996)** - Activated carbon from Moringa husks and pods. New Delhi, India: 279 – 282.
- **Melle Nouzha Bouziane. (2007)**, "Elimination Du 2 Mercaptobenzothiazole Par Voie Photochimique Et Par Adsorption Sur La Bentonite Et Le Charbon Actif En Poudre", *Mémoire De Magister*, Université Mentouri De CONSTANTINE, P8.
- **Merzoug Nesrine. (2014)** , Application des tiges de dattes dans l'adsorption de polluants organique .*Thes , Mag , chimie*, U .M C M Souk Ahras p:30.
- **Mekarzia .A. (2000)**. Utilisation du charbon actif préparé à partir du marc de café dans le traitement et l'épuration des eaux (doctoral dissertation, Alger, Ecole nationale polytechnique).
- **Magdalane.C.M., Kavigarasu.k , Vijaya.J.J., Siddhardha.B., Jeyaraj.B , Kennedy .J ,and Maaza. M, Alloys.. (2017)** , compd. 727, 1324
- **Moreau.S , (2003)**“L’adsorption et l’environnement ”. ENS.
- **Michalet.X., Pinaud.F.F, Bentolila. L.A., Tsay.J.M, (2005)**,*Science*, 307 (5709), 538.
- **Naidja. L, (2010)**, Elimination du colorant orange en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption, *mémoire de magistère en chimie*, université de Mentouri Constantine, p 23.
- **Ouli.M.S, (2008)**, cours de procédés unitaires biologiques et traitement des eaux, *office des publications universitaire*.
- **Patil.A.K, Shrivastava.V.S.(2010)**, Alternanthera bettzichiana plant powder as lowcost Adsorbent for removal of Congo red from aqueous solution, *Int. J. Chemtech Res.* 2 842-850.
- **Parak.W.J, Gerion.D, Pellegrino.T. (2003)**,*Nanotechnology*, 14 (7), 15 .
- **Piao Xu et al. (2012)**, Use of iron oxide nanomaterials in wastewater treatment: *A review*
- **Rachidi, M. H. (1994)**, Etude de l'adsorption de l'Octaéthylporphyrine de Nickel sur les apatites phosphocalciques. *Mémoire de CEA*.

Les Références Bibliographique

- **Rangabhashiyam S., Anu N., Selvaraj N. (2013)**, Sequestration of dye from textile industry wastewater using agricultural waste products as adsorbents. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 1, p : 629–641
- **Reffas. A. (2010)**, Etude de l'adsorption de colorants organique (Rouge nylosan et bleu de méthylène) sur des charbons actifs préparés à partir de marc de café, *thèse de doctorat*, Université de Mentouri Constantine, p 48.
- **Ruthven D.M. (1984)**, Principles of adsorption and adsorption process, *Ed.j. Wiley.*, New York. - **R.H. Muller, K. Mader, S. Gohla. (2000)**, *European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics*, 50 (1), 161
- **Ravikumar.K and A. K. Sheeja. (2013)**. "Heavy Metal Removal from Water using Moringa oleifera Seed Coagulant and Double Filtration," *Int. J. Sci. Eng. Res.*, vol. 4, no. 5, pp. 10–13.
- **Sachindri Rana ; P. T. Kalaichelvan. (2013)**, «ÉCOTOXICITE DES NANOPARTICULES,» pp.1-11.
- **Salah.M, (2011)**, préparation et caractérisations d'un charbon actif à partir d'un bitume d'origine pétrolière activation par voie chimique. *Mémoire de master en chimie* p18.
- **Salata.O, (2004)** « APPLICATIONS DE NANOPARTICULES EN BIOLOGIE ET EN MEDECINE,» *J Nanobiotechnology*.
- **Sachtler.W.M.H. (1993)**, New Perspectives Opened By METAL/Zeolith Catal Erdoel , kohle , Erdgas , 109 422 .
- **Shahryari.Z, Soltani Goharrizi.A, Azadi.M.(2010)**, Experimental study of methylene blue adsorption from aqueous solutions onto carbon nano tubes. *International Journal of Water Resources and Environmental Engineering Vol.2 (2)*, pp 16-28.
- **Tahir S.S. et Naseem Rauf. (2006)**. Removal of cationic dye from aqueous solutions by adsorption onto bentonite clay. *Chemosphere*. 63, 1842-1848.
- **Teng F-F, Meng X, Sun X-D, Yu J-M. (2013)**, New strategy for monitoring targeted therapy: molecular imaging. *Int J Nanomedicine*;8:3703–13.
- **Tsai W.T., Hsu.H.C , T.Yi Su, K.Yu Lin, C. Ming Lin et T.H. Dai (2007)**. The adsorption of cationic dye from aqueous solution onto acid-activated andesite. *J. Hazard. Mater.*, 147, 1056-1062.
- **Torchilin.V.P.(2006)**, *Advanced Drug Delivery Reviews*, 58 (14), 1532
- **Valix, M, Cheung.WH, and McKay.G**, Preparation of activated carbon using low temperature carbonization and physical activation of high ash raw bagasse for acid dye adsorption. *Chemosphere*, 2004. 56(5): p. 493-501.
- **Wang.X., J. Song, J. Liu, and Wang.Z.L .(2007)** "Direct-current nanogenerator driven by ultrasonic waves," *Science*, vol. 316, pp. 102-105.
- **Weng C.H. et Y.F. Pan.(2007)**. Adsorption of a cationic dye (methylene blue) onto spent activated clay. *J. Hazard.Mater.*, 144, 355-362.
- **Wong, H.L. (2007)**, *Adv. Drug Deliv. Rev.*, 59 (6), 491
- **Yahiaoui, Nouara. (2012)** " étude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif. " *Thèse de magister en chimie de l'Environnement*. Université mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, p. 35, 37, 38, 45
- **Yan.J.L , Estqvez.M.C, Smith.J.E ,Wang. K. L, Tan .W . (2007)**, *Nano Today*, 2 (3), 44
- **Zhao.X , Zheng.F, Liang.Y , Hu.Z , and Xu.Y. (1994)**, "Preparation and characterization of single phase γ -Fe nanopowder from cw CO₂ laser induced pyrolysis of iron pentacarbonyl," *Materials Letters*, vol. 21, pp. 285-288, - **Y.L. Liu, M. K. Shipton, J. Ryan .(2007)**, *Anal. Chem.*, 79 (6), 2221.

Les Références Bibliographique

- **Zhenwang L, Zhenluc L, Jranjan L.2000.** The pt dye molecular structure and its chromophoric lumnesences mechanisme, *15th word conference on non-destructive testing*, rome, p15-21.

ANNEXE

ANNEXE

♦ Appareillage :



Figure 1: four a moufle



Figure 2: spectrophotomètre



Figure 3 : la cuve



Figure 4 : Barreaux magnétique



Figure 5 : la balance



Figure 6 : pH mètre



Figure 7 : pycnomètre



Figure 8 : dessiccateur

Résumé :

L'étude du mécanisme d'adsorption du bleu de méthylène par des adsorbants naturels et abondants est l'objectif de ce travail. Nous avons traité le charbon actif et les nanoparticules synthétisés par voie verte à partir des graines de *Moringa oleifera* comme adsorbants du bleu de méthylène dans un milieu aqueux. Les effets des paramètres physico-chimiques ont été étudiés pour l'optimisation de l'adsorption dont l'effet de masse, le pH, et l'effet de temps d'adsorption. La capacité d'adsorption augmente avec l'augmentation de la masse des deux bio-adsorbants. Elle est de 97.8 % et 98.8% avec une masse de 30 mg et 110 mg pour le charbon et les NPs, respectivement. Une meilleure adsorption est obtenue dans des milieux basiques pour les deux matériaux avec une capacité d'adsorption de 33.3mg/g pour le charbon actif et 32.54mg/g pour les NPs. Nous avons constaté à la fin de l'étude que le charbon actif reste un adsorbant naturel potentiel face aux procédés des nanoparticules pour l'élimination des colorants organiques en solution aqueuse

Mots clés : Nanoparticules, charbon actif, bio-adsorbant, *Moringa oleifera*, bleu de méthylène.

Abstract:

The study of the adsorption mechanism of methylene blue by natural and abundant adsorbents is the objective of this work. We treated activated carbon and nanoparticles synthesized by green route from *Moringa oleifera* seeds as adsorbents of methylene blue in aqueous medium. The effects of physico-chemical parameters were studied for adsorption optimization including mass effect, pH, and adsorption time effect. The adsorption capacity increases with increasing mass of both bio-adsorbents. It is 97.8% and 98.8% with a mass of 30mg and 110mg for carbon and NPs, respectively. A better adsorption is obtained in basic media for the two materials with an adsorption capacity of 33.3mg/g for the activated carbon and 32.54mg/g for the NPs. At the end of the study, we noted that activated carbon remains a potential natural adsorbent compared to the nanoparticle process for the elimination of organic dyes in aqueous solution

Keywords: Nanoparticles, activated carbon, *Moringa oleifera*, Adsorption, Methylene blue, bio-adsorbant.

المخلص: الهدف من هذا العمل هو دراسة آلية امتصاص الميثيلين الأزرق بواسطة الممتصات الطبيعية والوفيرة. تعاملنا مع الكربون المنشط والجسيمات النانوية توليفها من قيل الطريق الأخضر من بذور المورينجا أوليفيرا كما الممتصات من الميثيلين الأزرق في وسط مائي. تمت دراسة التأثيرات الفيزيائية والكيميائية لتحسين الامتصاص، بما

في ذلك تأثير الكتلة، ودرجة الحموضة و تأثير وقت الامتصاص. حصلنا على ما يقارب 97,8 بالمائة و 98,8 بالمائة مع كتلة من 30 ملغ و 110 ملغ من الجزيئات النانوية، على التوالي. يتم الحصول على امتصاص افضل في الوسائط الأساسية لكلا المادتين بسعة امتصاص تبلغ 33,3 ملغ/غ للكربون المنشط و 32,52 ملغ/غ لمصادر القدرة النووية. وجدنا في نهاية الدراسة أن الكربون المنشط يظل مادة ماصة طبيعية محتملة في مواجهة عمليات الجسيمات النانوية لإزالة الأصباغ العضوية في محلول مائي.

الكلمات المفتاحية: الجسيمات النانوية، الكربون المنشط، الممتصات الحيوية، المورينجا أوليفيرا، الميثيلين