

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université A.MIRA – BEJAIA



جامعة بجاية
Tasdawit n Bgayet
Université de Béjaïa

Faculté Des Sciences De La Nature Et De La Vie
Département de Biotechnologie

Réf :

Mémoire

Présenté par

AIRECHE Lyna

AOUCHICHE Farah

Pour l'obtention du diplôme de
Master Académique
Filière : Biotechnologie
Spécialité : Biotechnologie Microbienne

Thème

**Etude de l'adsorption du colorant Bleu de
Méthylène sur la poudre de feuilles de figuier et de
néflier**

Soutenue le : 07/07/2025

Devant le jury composé de :

Nom et Prénom

Grade

Qualité

M NABET.N

Maitre de Conférences A

Président

Mme KOUACHI. K

Professeur

Encadrant

Mme IKHLOUFI.M

Maitre-Assistant A

Examinatrice

Année Universitaire : 2024-2025

Remerciements

*Louange à **Allah**, le Créateur de l'univers, qui nous a bénis de la santé, de l'intelligence et de la détermination nécessaires pour achever ce travail de recherche.*

*Ce mémoire a été réalisé au laboratoire de biotechnologie sous la direction de **Madame KOUACHI**. Nous la remercions sincèrement pour son encadrement rigoureux, sa disponibilité et ses conseils avisés qui nous ont accompagnés tout au long de ce travail.*

*Nous souhaitons également remercier le **département de Biotechnologie** qui nous a ouvert ses portes et mis à notre disposition les ressources nécessaires à la concrétisation de ce projet.*

*Notre gratitude va aussi aux **ingénieurs compétents des laboratoires 9, 11 et 12** qui, par leur savoir-faire technique et leur bienveillance, ont contribué significativement à la qualité de nos travaux expérimentaux.*

*Nous n'oublions pas d'exprimer notre respect et nos remerciements aux distingués **membres du jury** qui ont généreusement accepté de consacrer leur temps et leur expertise à l'évaluation de notre travail.*

*Nous remercions également tous les **enseignants de la faculté des Sciences de la Nature et de la Vie (SNV)** pour leur formation de qualité tout au long de notre parcours universitaire, leurs conseils précieux et leur dévouement qui ont contribué à notre épanouissement académique et scientifique.*

À toutes ces personnes qui ont marqué notre parcours, nous adressons nos remerciements les plus sincères.

Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail à mes **parents** et à mon **frère** pour leur soutien moral et leurs encouragements constants.*

*À mon **oncle Hacen**, qui a toujours été pour moi bien plus qu'un oncle, un véritable second père, ainsi qu'à ma **tante Samira**, pour son soutien infaillible, sa confiance et ses encouragements, qui m'ont porté tout au long de mon parcours.*

*À ma binôme **Farah**, avec qui j'ai mené à bien l'ensemble de ce projet, pour sa collaboration et son implication.*

*À mes camarades du laboratoire **Célina** et **Kamilia**, avec qui le travail a été partagé dans une ambiance d'entraide et de solidarité.*

*À mes copines **Kahina**, **Isma**, **Liticia** et **Farah** pour leur amitié et leur soutien tout au long de ce parcours.*

Enfin je dédie ce mémoire à toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à sa réalisation.

Lyna

Dedicaces

*Je dédie ce travail à mes **parents** pour m'avoir élevé vers l'excellence, pour leur foi inébranlable en moi et pour avoir été à mes côtés sans jamais compter leurs efforts.*

*À mon **frère**, ma **sœur** et ma **belle-sœur** ainsi qu'à ma **grand-mère maternelle** et toute ma **famille** pour leur présence chaleureuse et leurs encouragements.*

*À **Lyna**, ma binôme, pour notre collaboration efficace et son investissement dans ce projet. Nos années de travail ensemble ont permis la réussite de cette recherche.*

*À **Kamilia** et **Célina**, mes collègues de laboratoire, pour leur aide technique et l'ambiance de travail agréable qu'elles ont maintenue. Leur disponibilité a facilité nos expérimentations.*

*À mes camarades **Inès**, **Liticia**, **Kahina**, **Isma** et **Farah** pour leur soutien moral et leurs conseils tout au long de mon parcours.*

*Enfin, à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce **mémoire**.*

Farah

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction Générale.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I : LA POLLUTION DES EAUX

1. Définition de la pollution l'eau	3
2. Catégories pollutions	3
2.1. Pollution physique	3
2.2. Pollution chimique	3
2.3. Pollution biologique	4
3. Sources de la pollution des eaux	4
4. Impact de la pollution des eaux.....	4
4.1. Impact de la pollution de l'eau sur la santé humaine	4
4.2. Impact de la pollution de l'eau sur l'environnement.....	5
5. Généralité sur les colorants.....	5
5.1. Définition des colorants.....	5
5.2. Les types de colorants	5
5.2.1. Colorants chimiques	5
5.2.2. Colorants tinctoriaux	7
5.3. Colorant Bleu de Méthylène (BM)	9
6. Les techniques de purifications des eaux contaminées.....	10
6.1. Précipitation chimique.....	10
6.2. Echange d'ions.....	10
6.3. La coagulation-floculation.....	10
6.4. La flottation	10
6.5. L'adsorption	10

CHAPITRE II : GÉNÉRALITÉ SUR L'ADSORPTION

1. Définition de l'adsorption	11
2. Types d'adsorption.....	11

Table de matière

3.	Avantages de l'adsorption	12
4.	Les isothermes d'adsorption.....	12
4.1.	Isotherme de type C	13
4.2.	Isotherme de type L.....	13
4.3.	Isotherme de type H.....	13
4.4.	Isotherme de type S.....	14
5.	Modélisation des isothermes d'adsorption	14
5.1.	Isotherme de Langmuir	14
5.2.	Isotherme de Freundlich.....	15
5.3.	Isotherme de Temkin.....	15
6.	Cinétique d'adsorption.....	16
6.1.	Cinétique du pseudo premier ordre.....	17
6.2.	Cinétique du pseudo second ordre	18
6.3.	La diffusion intraparticulaire	18
7.	Analyse thermodynamique d'adsorption	20
8.	Paramètres influençant l'adsorption	20

CHAPITRE III : BIOSORBANTS

1.	Définition des biosorbants	22
2.	Classification des biosorbants.....	22
2.1.	Biomasse vivante	22
2.2.	Biomasses mortes.....	24
3.	Critères de sélection d'un biosorbant	24
4.	Matériaux lignocellulosiques	25
5.	Biosorption.....	25
6.	Néflier et Figuier comme biosorbants	26

CHAPITRE IV : MATERIELS ET METHODES

1.	Préparation des biosorbants	28
1.1.	Choix de la biomasse végétale.....	28
1.2.	Échantillonnage et géolocalisation.....	28
1.3.	Lavage et séchage	29
1.4.	Détermination du taux d'humidité	29
1.5.	Préparation du biomatériau.....	29

Table de matière

2. Caractérisation physico-chimique des biosorbants	30
2.1. Spectrométrie de fluorescence X (FRX)	30
2.2. Détermination du pH de contact	31
2.3. Détermination du Point de Charge Nulle (pHpzc).....	31
2.4. Détermination des groupements fonctionnels par titrage de Boehm.	32
2.5. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	33
2.6. Analyse thermogravimétrique (ATG)	34
3. Analyse des solutions colorées.....	34
3.1. Principe de la spectrophotométrie UV-Visible	34
3.2. Principe de la loi de Beer-Lambert	34
4. Préparation des solutions de l'adsorbat (Bleu de méthylène).....	35
4.1. Préparation des solutions mère et filles.....	35
4.2. Établissement de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène	36
5. Études d'adsorption du bleu de méthylène	36
5.1. Méthodologie générale d'adsorption en batch.....	36
5.2. Optimisation des conditions d'adsorption	37
5.3. Analyse thermodynamique	38
5.4. Modélisation des isothermes d'adsorption	39
5.5. Étude cinétique d'adsorption	39

CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSIONS

1. Caractérisations physico-chimiques	41
1.1. Taux d'humidité.....	41
1.2. Spectrométrie de fluorescence des rayons X (FRX).....	42
1.3. pH de contact et pHpzc	42
1.4. Groupements fonctionnels par titrage de Boehm.....	43
1.5. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	44
1.6. Analyse thermogravimétrique (ATG)	45
2. Études de l'adsorption du bleu de méthylène sur les biomatériaux FNL et FFL	46
2.1. Établissement de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène	46

Table de matière

2.2. Étude de l'influence des paramètres opératoires sur l'adsorption du bleu de méthylène	47
2.3. Analyse thermodynamique	56
2.4. Étude des isothermes d'adsorption.....	57
2.5. Étude de la cinétique d'adsorption.....	60
2.6. Régénération du biomatériau FNL.....	62
Conclusion générale	63
Références bibliographiques	64
Annexes	72

Liste des abréviations

Liste des figures

Liste des tableaux

Introduction Générale.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I : LA POLLUTION DES EAUX

1. Définition de la pollution l'eau	3
2. Catégories pollutions	3
2.1. Pollution physique	3
2.2. Pollution chimique	3
2.3. Pollution biologique.....	4
3. Sources de la pollution des eaux	4
4. Impact de la pollution des eaux.....	4
4.1. Impact de la pollution de l'eau sur la santé humaine	4
4.2. Impact de la pollution de l'eau sur l'environnement.....	5
5. Généralité sur les colorants.....	5
5.1. Définition des colorants.....	5
5.2. Les types de colorants	5
5.2.1. Colorants chimiques	5
5.2.2. Colorants tinctoriaux	7
5.3. Colorant Bleu de Méthylène (BM)	9
6. Les techniques de purifications des eaux contaminées.....	10
6.1. Précipitation chimique.....	10
6.2. Echange d'ions.....	10
6.3. La coagulation-floculation.....	10
6.4. La flottation	10
6.5. L'adsorption	10

CHAPITRE II : GÉNÉRALITÉ SUR L'ADSORPTION

1. Définition de l'adsorption	11
2. Types d'adsorption.....	11

Table de matière

3.	Avantages de l'adsorption	12
4.	Les isothermes d'adsorption.....	12
4.1.	Isotherme de type C	13
4.2.	Isotherme de type L.....	13
4.3.	Isotherme de type H.....	13
4.4.	Isotherme de type S.....	14
5.	Modélisation des isothermes d'adsorption	14
5.1.	Isotherme de Langmuir	14
5.2.	Isotherme de Freundlich.....	15
5.3.	Isotherme de Temkin.....	15
6.	Cinétique d'adsorption.....	16
6.1.	Cinétique du pseudo premier ordre.....	17
6.2.	Cinétique du pseudo second ordre	18
6.3.	La diffusion intraparticulaire	18
7.	Analyse thermodynamique d'adsorption	20
8.	Paramètres influençant l'adsorption	20

CHAPITRE III : BIOSORBANTS

1.	Définition des biosorbants	22
2.	Classification des biosorbants.....	22
2.1.	Biomasse vivante	22
2.2.	Biomasses mortes.....	24
3.	Critères de sélection d'un biosorbant	24
4.	Matériaux lignocellulosiques	25
5.	Biosorption.....	25
6.	Néflier et Figuier comme biosorbants	26

CHAPITRE IV : MATERIELS ET METHODES

1.	Préparation des biosorbants	28
1.1.	Choix de la biomasse végétale.....	28
1.2.	Échantillonnage et géolocalisation.....	28
1.3.	Lavage et séchage	29
1.4.	Détermination du taux d'humidité	29
1.5.	Préparation du biomatériau.....	29

Table de matière

2. Caractérisation physico-chimique des biosorbants	30
2.1. Spectrométrie de fluorescence X (FRX)	30
2.2. Détermination du pH de contact	31
2.3. Détermination du Point de Charge Nulle (pHpzc).....	31
2.4. Détermination des groupements fonctionnels par titrage de Boehm.	32
2.5. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)	33
2.6. Analyse thermogravimétrique (ATG)	34
3. Analyse des solutions colorées.....	34
3.1. Principe de la spectrophotométrie UV-Visible	34
3.2. Principe de la loi de Beer-Lambert	34
4. Préparation des solutions de l'adsorbat (Bleu de méthylène).....	35
4.1. Préparation des solutions mère et filles.....	35
4.2. Établissement de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène	36
5. Études d'adsorption du bleu de méthylène	36
5.1. Méthodologie générale d'adsorption en batch.....	36
5.2. Optimisation des conditions d'adsorption	37
5.3. Analyse thermodynamique	38
5.4. Modélisation des isothermes d'adsorption	39
5.5. Étude cinétique d'adsorption	39

CHAPITRE V : RESULTATS ET DISCUSSIONS

1. Caractérisations physico-chimiques	41
1.1. Taux d'humidité.....	41
1.2. Spectrométrie de fluorescence des rayons X (FRX).....	42
1.3. pH de contact et pHpzc	42
1.4. Groupements fonctionnels par titrage de Boehm.....	43
1.5. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)	44
1.6. Analyse thermogravimétrique (ATG)	45
2. Études de l'adsorption du bleu de méthylène sur les biomatériaux FNL et FFL	46
2.1. Établissement de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène	46

Table de matière

2.2. Étude de l'influence des paramètres opératoires sur l'adsorption du bleu de méthylène	47
2.3. Analyse thermodynamique	56
2.4. Étude des isothermes d'adsorption.....	57
2.5. Étude de la cinétique d'adsorption.....	60
2.6. Régénération du biomatériau FNL.....	62
Conclusion générale	63
Références bibliographiques	64
Annexes	72

- **ATG** : Analyse thermogravimétrique
- **bT** : Constante de Temkin liée à la chaleur d'adsorption (J.mol^{-1})
- **BM** : Bleu de méthylène
- **C** : Constante liée à l'épaisseur de la couche limite (mg.g^{-1})
- **C₀** : Concentration initiale (mg.L^{-1})
- **C_e** : Concentration à l'équilibre (mg.L^{-1})
- **FF** : Feuilles de figuier
- **FFL** : Feuilles de figuier lavées
- **FN** : Feuilles de néflier
- **FNL** : Feuilles de néflier lavées
- **FRX** : Spectrométrie de fluorescence des rayons X
- **FTIR** : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier
- **H** : taux d'humidité (%)
- **HCl** : Acide chlorhydrique
- **I** : Intensité du faisceau transmis (A)
- **I₀** : Intensité du faisceau incident (A)
- **K₁** : Constante de la cinétique du pseudo premier ordre (min^{-1})
- **K₂** : Constante de la cinétique du pseudo deuxième ordre ($\text{g.mg}^{-1}.\text{min}^{-1}$)
- **K_d** : Constante d'équilibre (L.g^{-1})
- **K_F** : Constante de Freundlich (mg.g^{-1})
- **K_{id}** : Constante de la diffusion intraparticulaire ($\text{mg.g}^{-1}.\text{min}^{-1/2}$)
- **K_L** : Constante de Langmuir (L.mg^{-1})
- **K_t** : Constante de Temkin (L.g^{-1})
- **m** : Masse du biosorbant (g)
- **mf** : Masse finale (g)
- **mi** : Masse initiale (g)
- **nCSF** : Nombre de moles des fonctions de surface (mol.g^{-1})
- **nHCl/nB** : Rapport molaire de l'acide et de la base
- **Na₂CO₃** : Carbonate de sodium
- **NaHCO₃** : Bicarbonate de sodium
- **NaOH** : Hydroxyde de sodium

- **Nd** : Non détecté
- **pH** : Potentiel hydrogène
- **pHcont** : pH de contact
- **pHpzc** : pH au point de charge nulle
- **Q_e** : Quantité de matière à l'équilibre (mg.g⁻¹)
- **Q_{e1}** : Quantité de matière à l'équilibre calculée dans l'ordre 1 (mg.g⁻¹)
- **Q_{e2}** : Quantité de matière à l'équilibre calculée dans l'ordre 2 (mg.g⁻¹)
- **Q_e (exp)** : Quantité de matière à l'équilibre expérimentale (mg.g⁻¹)
- **Q_m** : Quantité de matière maximale (mg.g⁻¹)
- **Q_t** : Quantité de matière à l'instant t (mg.g⁻¹)
- **R** : Constante des gaz parfaits (8,314 J.mol⁻¹.K⁻¹)
- **R²** : Coefficient de régression
- **Rdt** : Rendement de dégradation du bleu de méthylène (%)
- **T** : Température (K)
- **t** : Temps (min)
- **TG** : Thermogravimétrie (%)
- **V** : Volume (mL)
- **VA** : Volume de l'acide (mL)
- **VB** : Volume de la base (mL)
- **Vf** : Volume final (mL)
- **VNaOH** : Volume de la soude (mL)
- **[A]** : Concentration de l'acide (mol/L)
- **[BM]₀** : Concentration initiale de bleu de méthylène
- **[biosorbant]₀** : Concentration initiale du biosorbant
- **[HCl]** : Concentration de l'acide chlorhydrique (mol/L)
- **[NaOH]** : Concentration de la soude (mol/L)
- **ΔG°** : Enthalpie libre (kJ.mol⁻¹)
- **ΔH°** : Enthalpie (kJ.mol⁻¹)
- **ΔS°** : Entropie (J.mol⁻¹.K⁻¹)
- **1/n** : Constante d'hétérogénéité de Freundlich
- **λ_{max}** : Longueur d'onde maximale (nm)

LISTE DES FIGURES

Figure 1 : Source de la pollution des eaux	4
Figure 2 : Colorant rouge acide 377	6
Figure 3 : Colorant bleu réactive 4	6
Figure 4 : Colorant Thionine (TIO)	7
Figure 5 : Colorant rouge réactif 198.....	7
Figure 6 : Colorant Cuve Bleu 5	8
Figure 7 : Colorant bleu acide 25	8
Figure 8 : Représentation schématique du phénomène d'adsorption	11
Figure 9 : Les principaux types des isothermes d'adsorption selon Giles et al. (1974).....	13
Figure 10 : Illustration du néflier (<i>Eriobotrya japonica</i>).....	27
Figure 11 : Illustration du figuier (<i>Ficus carica</i>).....	27
Figure 12 : Feuilles de néflier (a) et de figuier (b) avant et après séchage	29
Figure 13 : Poudres du biomatériau lavé FNL et FFL	30
Figure 14 : Le principe de Beer-Lambert.....	35
Figure 15 : Préparation de la solution mère (a) et des solutions filles (b) du colorant bleu de Méthylène	36
Figure 16 : Détermination du pH_{pzc} de FNL (a) et FFL (b)	43
Figure 17 : Spectres infrarouges des biomatériaux FNL et FFL	45
Figure 18 : Courbes d'analyse thermogravimétrique (ATG) de FNL et FFL	46

Figure 19 : Courbe d'étalonnage du bleu de méthylène à $\lambda_{\text{max}} = 664 \text{ nm}$	47
Figure 20 : Effet du lavage sur la capacité d'adsorption de BM par le biosorbant feuilles de néflier (FN) et de figuier (FF).....	46
Figure 21 : Effet de la granumométrie des biosorbants FNL et FFL sur la capacité d'adsorption de BM	49
Figure 22 : Effet du temps de contact sur la capacité d'adsorption de BM par FNL (a) et FFL(b)	49
Figure 23 : Effet du pH sur le taux de dégradation de BM par FNL et FFL	52
Figure 24 : Effet de la concentration initiale du colorant sur le taux de dégradation de BM par FNL et FFL	53
Figure 25 : Effet de la concentration initiale du biosorbant FNL et FFL sur le taux de dégradation de BM.....	54
Figure 26 : Effet de la concentration initiale du biosorbant FNL et FFL sur la quantité du BM adsorbée à l'équilibre (Q_e)	54
Figure 27 : Effet de la température de réaction sur le taux de dégradation de BM par FNL et FFL.....	55
Figure 28 : Analyse thermodynamique FNL (a) FFL (b).....	57
Figure 29 : Types d'isothermes de FNL (a) et FFL (b)	57
Figure 30 : Isothermes d'adsorption pour FNL	59
Figure 31 : Isothermes d'adsorption pour FFL.....	59
Figure 32 : Représentations graphique selon le modèle cinétique du pseudo 1er 2nd ordre pour de FNL (a) et FFL (b).....	60
Figure 33 : Représentation graphique de la diffusion intraparticulaire de FNL (a) et	

Liste des figures

FFL (b)	62
Figure 34 : Dégradation du colorant BM durant la recyclabilité de FNL	63
Figure 35 : Spectre IR du FNL avant et après 1 ^{er} et 4 ^{ème} cycle	63

LISTE DES TABLEAUX

Tableau I : Propriétés physico-chimiques du bleu de méthylène	9
Tableau II : Différences caractéristiques entre l'adsorption physique et chimique	12
Tableau III : Modèle d'isothermes et leurs équations	16
Tableau IV : Modèles de cinétiques et leurs équations.....	19
Tableau V : Comparaison des caractéristiques de la biomasse morte et vivante	24
Tableau VI: Taux d'humidité (%) des biosorbants	41
Tableau VII : Composition élémentaire des biosorbants FNL et FFL déterminée par FRX.....	42
Tableau VIII : pH de contact et pH _{pzc} des biosorbants.....	43
Tableau IX : Caractérisation ses groupements fonctionnels des biomatériaux FNL et FFL	44
Tableau X : Absorbance en fonction de la concentration à $\lambda_{\text{max}} = 664 \text{ nm}$ pour le BM	47
Tableau XI : Paramètres thermodynamique des biosorbants FNL et FFL	56
Tableau XII: Données expérimentales des isothermes d'adsorption BM par FNL et FFL.	58
Tableau XIII : Constantes de vitesse (K_i) et quantités adsorbées à l'équilibre (Q_{ei}) du colorant BM sur FNL et FFL.....	61
Tableau XIV : Paramètres de diffusion intraparticulaire des biosorbants FNL et FFL	62

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

L'eau est une source vitale, incontournable à la vie et à toute activité socio-économique. Malgré qu'elle s'étende sur près de 71 % du globe terrestre, moins de 3 % est composé d'eau douce et une portion négligeable est directement accessible. Cette rareté lui accorde une valeur inestimable, car elle favorise non seulement les équilibres biologiques, mais également les dynamiques économiques et environnementales (**Garcia, 2024**). L'expansion démographique, industrialisation et agriculture à grande échelle ont provoqué une dégradation significative de la qualité de l'eau, plaçant sa contamination parmi les enjeux environnementaux les plus préoccupants au niveau mondial. En effet, l'introduction de polluants comme les métaux lourds, les pesticides, les colorants et autres substances organiques ou inorganiques dans les milieux aquatiques nuisent considérablement à la biodiversité, a des répercussions sur la santé humaine et menace l'équilibre des écosystèmes (**Babuji et al., 2023 ; Bhadarka et al., 2024**).

Face à cette situation, diverses techniques de traitement des eaux ont été développées : précipitation chimique, filtration membranaires, échange d'ions, coagulation-floculation, etc. Cependant, parmi ces techniques, l'adsorption est de plus en plus remarquée pour son efficacité, sa facilité d'application, son coût modère et son pouvoir à éliminer des polluants à des concentrations très faibles sans produire de sous-produits nocifs (**Aragaw et Bogale, 2021 ; De Araujo et al., 2024**).

L'adsorption est un phénomène physico-chimique où des composés en solution (adsorbats) se fixent à la surface d'un matériau solide (adsorbant). Ce mécanisme peut être étudié à travers des modèles cinétiques et isothermes d'adsorption qui facilitent l'optimisation des conditions de traitement. De plus, l'étude thermodynamique fournit des indications sur le caractère spontané du processus et sa dépendance à la température (**Mouni et al., 2022**).

De nos jours, dans un contexte d'économie circulaire et durable, une attention particulière est portée à l'emploi de biomatériaux issus de déchets végétaux et agroalimentaires pour le traitement des eaux usées. Ces matériaux naturels (feuilles, écorces, tiges, noyaux, ...) disponibles et faibles coût, renferment une composition riche en lignine, cellulose, hémicellulose et groupes fonctionnels qui peuvent stimuler l'interaction avec les polluants. (**Zeghache, 2019 ; Khan et al., 2020**).

C'est dans ce contexte que le présent travail a été orienté avec double objectif : (i) la valorisation un déchet d'origine végétale en l'occurrence les feuilles de néflier et figuier ; (ii) éliminer un polluant potentiel qu'est le colorant bleu de méthylène.

Ce mémoire se structure autour de deux parties.

➤ Partie synthèse bibliographique. Celle-ci regroupe :

- Chapitre I consacré à la pollution des eaux, qui traite les catégories, sources et impact de la pollution des eaux, généralités sur les colorants plus particulièrement le colorant bleu de méthylène et les techniques de purifications des eaux contaminées.
- Chapitre II réservé aux généralités sur l'adsorption, les isothermes et modélisations des isothermes d'adsorption, cinétique d'adsorption et les paramètres influençant l'adsorption.
- Chapitre III consacré aux biosorbants, leurs classifications, critères de sélection des biosorbants et la biosorption.

➤ Partie expérimentale qui regroupe :

- Chapitre IV réservé aux matériels et méthodes, qui regroupe la préparation des biomatériaux (biosorbants), les différentes techniques de caractérisation physico-chimique des biosorbants et paramètres opératoires étudiés.
- Chapitre V consacré aux résultats et discussion portant sur les caractérisations physicochimiques des biomatériaux, l'optimisation des paramètres opératoires du processus d'adsorption, la cinétique du processus et la régénération du biomatériau.

En fin, une conclusion générale dans laquelle les principaux résultats sont résumés avec des perspectives.

CHAPITRE I

LA POLLUTION DES EAUX

La dégradation de la qualité de l'eau représente un défi environnemental crucial, mettant en péril la santé publique et le milieu aquatique. Ce chapitre explore les trois catégories de pollution en identifiant leurs origines et leurs conséquences sanitaires et environnementales. Suivi d'une description sur les différents polluants plus particulièrement les colorants en mettant l'accent sur le colorant bleu de méthylène ainsi que les diverses techniques usuelles pour de dégradations des polluants.

1. Définition de la pollution de l'eau

La pollution de l'eau fait référence à l'introduction de substances dans les milieux aquatiques, qui détériorent leur qualité et deviennent impropres à la consommation humaine et préjudiciables aux écosystèmes. Elle est le résultat de la présence de contaminants chimiques, physiques ou biologiques qui modifient les attributs naturels des ressources aquatiques et compromettent leur exploitation (**Bhadarka et al., 2024**).

2. Catégories de pollutions

2.1. Pollution physique

La contamination physique des eaux se manifeste par la présence de particules en suspension, sédiments, débris à la surface, algues et solides dissous totaux (SDT), dont les concentrations peuvent augmenter suite à l'introduction de divers additifs. Ce genre de pollution nuit à la transparence et à la pureté de l'eau, tout en perturbant les systèmes aquatiques. Cette catégorie de pollution est fréquemment amplifiée par une mauvaise gestion des déchets solides et liquides déversés dans les milieux aquatiques (**Jiang et al., 2022**).

2.2. Pollution chimique

La contamination chimique des environnements aquatiques fait référence à la pollution de l'eau par des composés provenant principalement du secteur industriel, agricole ou sanitaire, comme les polluants organiques persistants (POP) et émergents, et les rejets électrochimiques. Elle comprend aussi la présence de métaux lourds tels que le cadmium (Cd), le mercure (Hg), le nickel (Ni) et d'autres substances toxiques et durables dans le temps. Ces polluants constituent un grand danger pour la faune et la flore (**Bhadarka et al., 2024**).

2.3. Pollution biologique

La pollution biologique des eaux fait référence à la présence de micro-organismes nuisibles, tels que les bactéries, virus et protozoaires, qui peuvent être préjudiciables à la santé humaine et l'harmonie des écosystèmes. Elle peut également être causée par des organismes envahissants ou des micro-organismes résistants aux agents antimicrobiens (Kannan et al., 2020).

3. Sources de la pollution des eaux

Généralement trois sources principales sont identifiées comme étant à l'origine de la contamination des eaux de surface et souterraines (**Figure 1**). Il s'agit des opérations industrielles, agricoles et domestiques (y compris les rejets associés aux activités résidentielles et économiques). D'autres sources potentielles sont aussi à prendre en compte, comme le secteur sanitaire, l'extraction pétrolière, l'élevage aquatique, les sites d'enfouissement réglementés ou illégaux, les eaux pluviales urbaines lors des précipitations, etc... (Bongo et al., 2020).

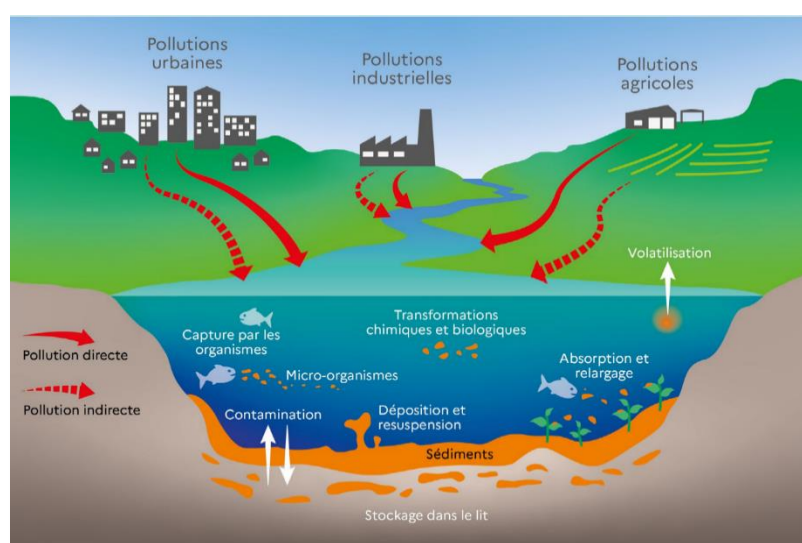


Figure 1 : Source de la pollution des eaux (Dreal Normandie, 2022).

4. Impact de la pollution des eaux

4.1 Impact de la pollution de l'eau sur la santé humaine

L'eau polluée constitue une menace significative pour la santé humaine, pouvant entraîner des infections intestinales à court terme ainsi que des maladies à long terme telles

le cancer, les affections neurologiques, cardiovasculaires et hormonales (**MuthuRamakrishnan et al., 2024**). Les polluants majeurs comprennent les métaux lourds, les nitrates, les pesticides, les traces de médicaments et les microplastiques. Les enfants, étant plus vulnérables, sont particulièrement susceptibles de subir des risques comme la fluorose et les retards de développement. La recherche met en évidence l'importance de contrôler et d'assainir l'eau afin de préserver la santé publique (**Babuji et al., 2023**).

4.2 Impact de la pollution de l'eau sur l'environnement

La contamination des eaux par les nitrates, les pesticides, les métaux lourds et les résidus de médicaments, dégrade sa qualité, diminue la biodiversité et entraîne l'eutrophisation, et nuit à la fertilité des terres par le biais de l'irrigation. Son impact négatif sur l'environnement met en péril de façon prolongée les écosystèmes et les ressources naturelles (**Bansal, 2020**).

5. Généralité sur les colorants

5.1. Définition des colorants

Utilisés pour colorer les textiles, la laine et diverses fibres, les colorants sont des composés largement employés dans plusieurs secteurs industriels, notamment le textile, l'agroalimentaire, la cosmétique, la pharmacologie, le cuir, les encres d'imprimantes et la fabrication des plastiques (**Aragaw et Bogale, 2021**). Il s'agit d'un composé chimique, coloré, naturel, organique ou synthétique, qui est soluble dans l'eau ou d'autres solvants minéraux ou organiques (**Benkartoussa, 2021**).

5.2. Les types de colorants

5.2.1. Colorants chimiques

Le classement chimique repose sur la structure des colorants, notamment sur la nature du groupe chromophore et leurs applications (**Lin et al., 2008**). On trouve :

a) Les colorants azoïques

Le colorant azoïque se distingue par la présence d'un groupement azoïque ($-N=N-$) qui lie deux noyaux benzéniques au sein de la molécule. Ce type de colorant appartient à une classe largement répandue et particulièrement développée au vu de son

application du fait qu'il constitue plus de 50% de la production mondiale des matières colorantes. La présence de colorants azoïques dans les rejets industriels présente un effet néfaste sur l'environnement et la santé humaine, en raison de leur stabilité et de leur résistance à la biodégradation (Crépy, 2004). La Figure 2 représente la structure d'un colorant azoïque à savoir le rouge acide 377.

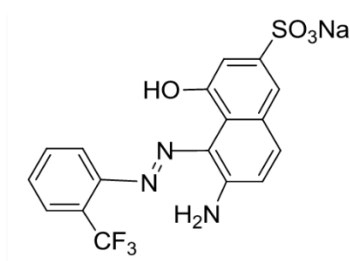


Figure 2 : Colorant rouge acide 377 (Benkhaya et al., 2017).

b) Les colorants anthraquinoniques

Ils constituent, après les colorants azoïques, le groupe le plus significatif de substances colorantes. Ils complètent les colorants azoïques jaunes et rouges avec leurs teintes de bleu et turquoise. Ce groupe de teintures a pour molécule fondamentale l'anthraquinone. Ces produits sont employés pour la teinture des fibres de polyester. Ils représentent généralement la catégorie de colorants qui offre les meilleures stabilités face à la lumière et aux produits chimiques (Zeghache, 2019). La Figure 3, illustre la structure du colorant bleu réactive 4 (Benkhaya et al., 2017).

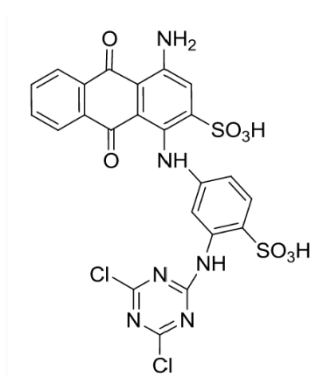


Figure 3 : Colorant bleu réactive 4 (Benkhaya et al., 2017).

c) Les colorants thiaziniques

Les thiazines présentent des propriétés liées à la présence des cycles aromatiques du soufre et de l'azote. Ces propriétés incluent la stabilité, la luminescence, l'absorbabilité et

l'oxydation réversible. Elles sont largement utilisées en microscopie, en pharmacologie et substances antioxydantes (Vara et Ortiz., 2016). Un exemple, à est donné à la **Figure 4** représentant le colorant Thionine (TIO) (Cocco et al., 2017).

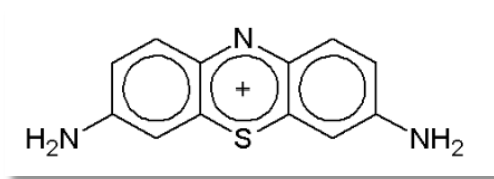


Figure 4 : Colorant Thionine (TIO) (Cocco et al., 2017).

5.2.2 Colorants tinctoriaux

a) Colorants réactifs

Ces colorants possèdent des groupes chromophores provenant principalement des familles azoïques, anthraquinoniques et phtalocyanines qui déterminent leurs couleurs. Ces colorants possèdent également des groupes triazinique qui réagissent avec les fibres textiles pour créer des liaisons covalentes solides. La solubilité de ces colorants dans l'eau facilite leur utilisation dans des solutions aqueuses (Haou., 2023), comme le colorant rouge réactif 198 représenté par la **Figure 5** (Benkhaya et al., 2017).

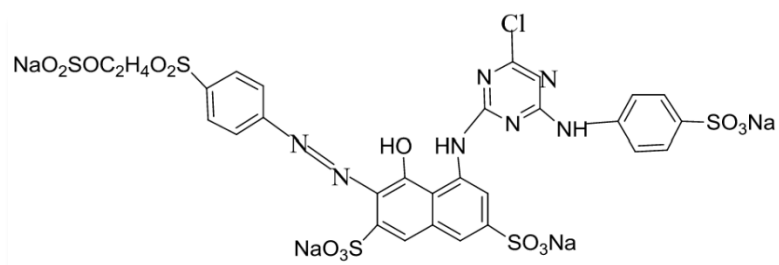


Figure 5 : Colorant rouge réactif 198 (Benkhaya et al., 2017).

b) Colorants de cuve

Les colorants de cuve sont insolubles dans l'eau et doivent être transformés en leucodérivés solubles dans un environnement alcalin pour pouvoir être utilisés sur les fibres. Une fois établis, ils sont directement réoxydés sur le textile, retrouvant ainsi leur forme insoluble initiale. Ces colorants, en particulier l'indigo, sont largement employés dans la coloration du denim (jeans) grâce à leur remarquable résistance aux agents de décomposition (Leshaf., 2019). Un exemple du colorant de cuve Bleu 5 est donné dans **Figure 6**.

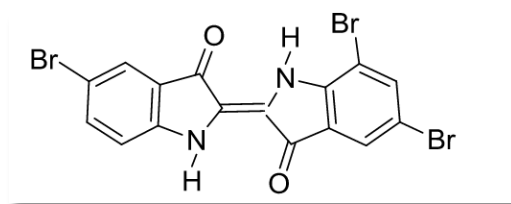


Figure 6: Colorant de cuve Bleu 5 (Benkhaya et al., 2017).

c) Colorants acides

Ce sont des colorants anioniques solubles dans l'eau grâce à leurs groupements sulfonates ou carboxylates. Ils sont appelés ainsi en raison de leur capacité à teindre les fibres animales et les fibres acryliques modifiées en bain acide. L'association colorant-fibre est facilitée par les liaisons ioniques qui s'établissent entre la partie acide sulfonique du colorant et les groupements amino des textiles (Lounici et Kahlerras., 2013), tel que le colorant bleu acide 25 représenté via la Figure 7 (Benkhaya et al., 2017).

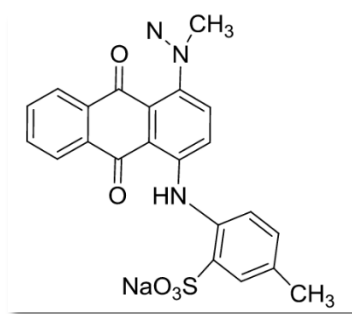


Figure 7 : Colorant bleu acide 25 (Benkhaya et al., 2017).

d) Colorants basiques

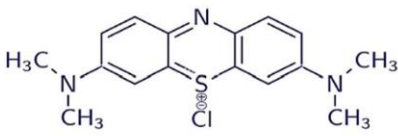
Ce sont des colorants cationiques, constitués de sels d'amines organiques, ce qui favorise leur solubilité dans l'eau. Leur technique de fixation repose sur la création de liaisons électrostatiques entre leurs groupes cationiques et les sites anioniques présents dans les fibres. Cependant, ces colorants ont une durabilité restreinte face à la lumière, ce qui peut limiter leur emploi dans certaines applications textiles ou décoratives (Belghit., 2023). Parmi les colorants basiques on trouve le bleu de méthylène, molécule modèle étudiée comme polluant organique dans le présent travail.

5.3. Colorant Bleu de Méthylène (BM)

a) Propriétés physico-chimiques du bleu de méthylène.

Le bleu de méthylène est un colorant textile cationique largement utilisé dans l'industrie et les laboratoires, notamment comme sonde de référence pour l'étude de procédés d'élimination ou de dégradation des polluants organiques (Bollinger et al., 2025). Les principales propriétés physico-chimiques du bleu de méthylène (Belahrach et al., 2025 ; Bollinger et al., 2025) sont regroupés dans le **Tableau I**.

Tableau I : Propriétés physico-chimiques du bleu de méthylène

Dénomination	Bleu de méthylène
Appellation chimique	Bis-(diméthylamino)-3,7 phenazathionium chloride-ethano
Famille	Colorant cationique (thiazine)
Formule brute	C ₁₆ H ₁₈ ClN ₃ S
Masse molaire (mg/L)	319,85
Solubilité dans l'eau (g/L) à 20°C	43,21
Point de fusion (°C)	180
pKa	3,8
λ _{max} (nm)	665
Structure	

b) Toxicité du bleu de méthylène

L'utilisation intensive du bleu de méthylène et son rejet dans l'environnement soulèvent de sérieuses préoccupations sanitaires. Chez l'homme comme chez l'animal, il peut provoquer des brûlures oculaires, entraînant parfois des lésions permanentes (Karim et al., 2010). Son inhalation peut entraîner une respiration rapide et irrégulière, tandis que son ingestion provoque une sensation de brûlure, nausées/vomissements, transpiration excessive, sueurs froides, confusion mentale et dans les cas graves, une méthémoglobinémie, réduisant la capacité de l'oxygène à se lier à l'hémoglobine (Djama et al., 2023).

6. Techniques de purifications des eaux contaminées

6.1. Précipitation chimique

Cette technique consiste à introduire des agents tels que les hydroxydes, carbonates ou sulfures dans le but de provoquer la formation de composés insolubles en interaction avec les polluants présents. Après leur formation, ces précipités se déposent au fond du réservoir par décantation, ce qui facilite leur élimination sous forme de boue (**Aragaw et Bogale, 2021**).

6.2. Echange d'ions

Cette technique repose sur l'utilisation de résines échangeuses d'ions, capables d'interagir avec les groupes fonctionnels et les colorants chargés, qu'ils soient anioniques ou cationiques. Ces résines, de type échangeuses d'anions ou de cations, favorisent la formation de complexes solides sous forme de floccs, qui peuvent ensuite être facilement séparés par filtration (**Aragaw et Bogale, 2021**).

6.3. Coagulation-floculation

La coagulation-floculation est un procédé physico-chimique largement utilisé pour éliminer les colorants des eaux usées. Elle repose sur la déstabilisation des particules en suspension, leur agrégation sous forme de floccs, puis leur élimination par sédimentation, avec des coagulants tels que de l'alun, la chaux ou le chlorure de magnésium (**Aragaw et Bogale, 2021**).

6.4. Adsorption

L'adsorption est une technique d'épuration des eaux usées qui fait appel à différents matériaux adsorbants, du charbon actif industriel aux adsorbants bon marché fabriqués à partir de la biomasse, dans le but de supprimer les polluants en phase aqueuse (**Aragaw et Bogale, 2021**).

Cette approche est considérée comme une méthode de décontamination particulièrement avantageuse par rapport aux techniques précédemment évoquées. Parmi ses atouts remarquables, on peut noter une grande efficacité, un coût raisonnable, l'absence de génération de boues, une capacité d'élimination significative incluant une alternative sélective, une solidité mécanique appropriée et l'option de régénérer le matériau adsorbant (**De Araujo et al., 2024**).

CHAPITRE II

GENERALITE SUR L'ADSORPTION

Ce chapitre traite des généralités sur l'adsorption, une technique la plus souvent utilisée dans la dépollution de l'eau. Un aperçu est donné sur la procédure et les différentes formes d'adsorption, suivi des isothermes et de leur modélisation. Il traite aussi, la cinétique, ses différents ordres ainsi que les paramètres influençant l'efficacité du procédé d'adsorption.

1. Définition de l'adsorption

D'après **Nayak et al. (2024)**, l'adsorption se réfère à un phénomène où les particules contenues dans un fluide s'incorporent à la surface d'un matériau (**Figure 8**). Lorsqu'il y a un contraste, l'interface est entre deux ou plusieurs milieux tels que liquide-liquide, liquide-solide, gaz-liquide, gaz-solide, etc. L'élément fixé est dit l'adsorbat tandis que celui qui fixe l'adsorbat est dit l'adsorbant.

A noter, que la notion d'adsorption diffère de l'absorption qui implique la pénétration en profondeur de l'adsorbat dans la surface (**Ahmed Alsharif, 2025**).

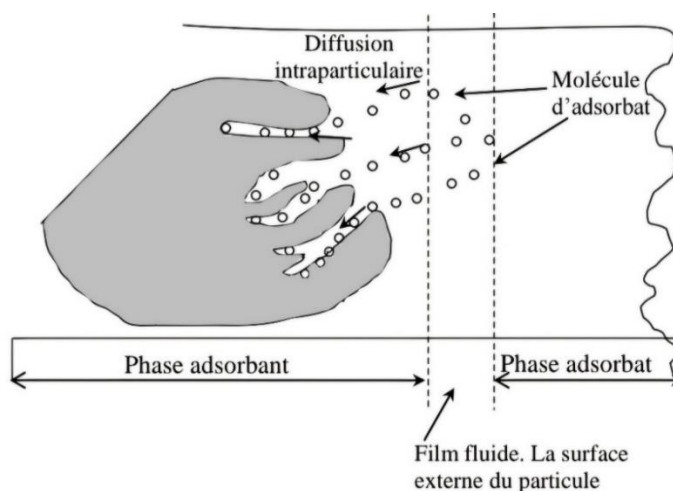


Figure 8 : Représentation schématique du phénomène d'adsorption (**Zamouche, sd**).

2. Types d'adsorption

Selon (**Ahmed Alsharif, 2025**), il existe deux types d'adsorption : la physisorption (adsorption physique) et la chimisorption (adsorption chimique). Le **Tableau II** regroupe les différentes caractéristiques de l'adsorption physique et chimique (**Ahmed Alsharif, 2025**).

Tableau II: Différentes caractéristiques entre l'adsorption physique et chimique (**Ahmed Alsharif, 2025**).

Caractéristique	Physisorption	Chimiosorption
Type de liaison	Liaison physique (Van der Waals)	Liaison chimique
Réversibilité	Réversible	Irréversible
Enthalpie	Faible (~ 5 à 40 kJ/mol)	Élevée (~ 40 à 800 kJ/mol)
Température favorable	Basses températures	Hautes températures
Énergie d'activation	Faible ou nulle	Élevée

3. Avantages de l'adsorption

Le traitement de l'eau fait appel à divers méthodes telles que l'osmose inverse, l'électrodialyse, la séparation par membrane, la filtration, la coagulation, la précipitation et l'adsorption (**He et al., 2020**). Toutefois, la plupart de ces techniques restent peu utilisés en raison de leur coût prohibitif et de leur limite d'application aux diverses catégories d'eaux usées contenant des colorants (**Djama et al., 2023**).

D'après les travaux de **Nayak et al., 2024**, l'adsorption présente plusieurs avantages :

- ✓ Faible coût,
- ✓ Facilité d'utilisation et efficacité élevée,
- ✓ Fort potentiel d'utilisation de solides comme matériaux adsorbants,
- ✓ Possibilité de séparation et de récupération de l'adsorbant et de l'adsorbant.

4. Isothermes d'adsorption

L'analyse des isothermes d'adsorption aide à saisir la répartition des molécules polluantes entre la solution et la surface de l'adsorbant lorsqu'un équilibre est atteint. Elles fournissent aussi des renseignements concernant l'impact de la concentration à l'équilibre et de la température sur le pouvoir d'adsorption (**Akber Hussain et al., 2012**). Selon le système de classification établi par l'UICPA (Union Internationale de Chimie Pure et Appliquée), les isothermes d'adsorption sont répartis en six catégories, déterminées par la forme des graphiques qui représentent l'interaction entre l'adsorbant et l'adsorbant (**Bbumba et al., 2024**). La **Figure 9** représente les quatre principales isothermes d'adsorption classées selon **Giles et al. (1974)**

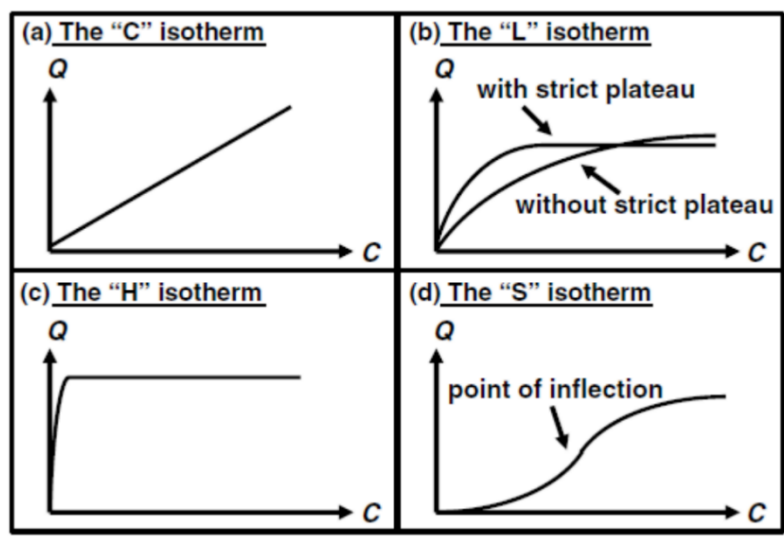


Figure 9 : Les principaux types des isothermes d'adsorption selon **Giles et al. (1974)** (**Mahmoud and Mohd, 2012**).

4.1. Isotherme de type C

Au cours de ce processus, l'adsorption s'effectue de manière proportionnelle à la concentration, reflétant une stabilité dans la disponibilité des sites actifs. Ce comportement indique que l'interaction avec le soluté entraîne une modification de la structure du substrat, en particulier par l'ouverture graduelle de pores étant à la base inaccessible. Par conséquent, de nouveaux pores se rendent accessibles progressivement, préservant ainsi l'équilibre d'adsorption sur une vaste gamme de concentrations (**Zeghache, 2019**).

4.2. Isotherme de type L

L'isotherme de type L se présente par une diminution du rapport entre la concentration résiduelle du soluté en solution (C) et la quantité adsorbée sur le solide (Q) lorsque la concentration en soluté augmente. Cette évaluation donne lieu à une courbe concave, illustrant une saturation progressive des sites d'adsorption présents à la surface du solide (**Mahmoud and Mohd, 2012**).

4.3. Isotherme de type H

Elle se caractérise par une augmentation très rapide de la quantité adsorbée (Q) sur le solide, et ce, même à des concentrations de soluté (C) extrêmement faibles dans la solution.

Cette courbe traduit une très forte affinité du soluté pour les sites d'adsorption de la surface. Elle est également souvent rencontrée lors de l'adsorption de micelle ou de polymères. (Zeghache, 2019).

4.4. Isotherme de type S

Le mécanisme d'adsorption associé à cette isotherme implique une transition entre deux modes distincts de fixation des molécules sur le substrat. Initialement, l'adsorption s'effectue difficilement en raison de la faible affinité entre le soluté et la surface vierge. Cependant, une fois la première couche constituée, celle-ci facilite considérablement l'accrochage des molécules suivantes (Zeghache, 2019).

5. Modélisation des isothermes d'adsorption

D'après Alsharif (2025), plusieurs lois ont été proposées et développées pour l'étude de l'adsorption. Toutes expriment la relation entre la quantité adsorbée (Q_e) et la concentration en soluté (C_e) obtenues à l'équilibre $Q_e = f(C_e)$ pour une température donnée. Parmi ces modèles on trouve :

5.1. Isotherme de Langmuir

Il s'agit d'un modèle fondé sur des données empiriques (Kalam et al., 2021), il suppose que l'adsorption se produit en monocouche sur des sites actifs homogènes et en absence ou en interaction minimale entre les molécules adsorbées et sans entrave physique les unes sur les autres (Nayak et al., 2024).

Le modèle de Langmuir permet d'accéder aux paramètres thermodynamiques clés de l'adsorption, à savoir la capacité d'adsorption maximale Q_m et la constante d'adsorption K_L (Eq. 1) reflétant l'affinité de l'adsorbat pour la surface de l'adsorbant (Awwad and Salem, 2011).

$$Q_e/Q_m = K.L.C_e / 1 + K.L.C_e \quad \text{Eq. 1}$$

La transformée linéaire de ce modèle a relation donnée par l'Eq. 2 :

$$1/Q_e = 1/Q_m + 1/K.Q_m.C_e \quad \text{Eq. 2}$$

En portant $1/Q$ en fonction de $1/C_e$ on obtient une droite de pente $1/K.Q_m$ et d'ordonnée à l'origine $1/Q_m$, cela permet la détermination des deux paramètres d'équilibre de l'équation Q_m et K .

5.2. Isotherme de Freundlich

Ce modèle empirique se distingue par sa capacité à représenter l'adsorption en multicouches sur des surfaces hétérogènes. Contrairement à l'isotherme de Langmuir, il prend en compte une distribution non uniforme des chaleur d'adsorption et des affinités entre les molécules absorbée et la surface (**Kalam et al., 2021**).

Le modèle de Freundlich permet d'accéder aux paramètres empiriques de l'adsorption, à savoir la constante d'adsorption K_F et le facteur $1/n$, ce dernier traduisant l'hétérogénéité de la surface de l'adsorbant et l'intensité de l'adsorption (Eq. 3) (**Ahmed Alsharif, 2025**).

$$Q_e = K_F.C_e^{1/n} \quad \text{Eq. 3}$$

La transformée linéaire de ce modèle a pour relation l'Eq. 4 :

$$\text{Log}(Q_e) = \text{Log}(K_f) + 1/n. \text{Log}(C_e) \quad \text{Eq. 4}$$

En portant $\log(Q_e)$ en fonction de $\log(C_e)$, on obtient une droite de pente $1/n$ et d'ordonnée à l'origine $\ln K_f$ ce qui permet la détermination des deux paramètres d'équilibre de l'équation K_f et n .

5.3. Isotherme de Temkin

Le modèle de Temkin décrit une adsorption en multicouches en tenant compte des interactions entre l'adsorbant et l'adsorbat. Cependant son application reste limitée aux concentrations moyennes, car il ne considère pas les valeurs très faibles ou très élevées (**Kalam et al., 2021**).

Ce modèle permet d'estimer deux paramètres caractéristiques de l'adsorption, à savoir la constante d'équilibre K_m et le facteur β . Ce dernier étant lié à la variation linéaire de l'énergie de sorption avec la couverture de surface (**Ahmed Alsharif, 2025**). Ce modèle est régi par l'Eq. 5

$$Q_e = R.T/bT. \ln(K_m.C_e) \quad \text{Eq. 5}$$

La transformée linéaire de ce modèle a pour relation l'Eq. 6 :

$$Q_e = \beta \cdot \ln(K_m) + \beta \cdot \ln(C_e) \quad \text{Eq. 6}$$

En portant Q_e en fonction de $\ln(C_e)$, on obtient une droite dont la pente est égale à β et l'ordonnée à l'origine correspond à $\beta \cdot \ln(k_m)$.

Le **Tableau III** regroupe les équations des différentes isothermes énumérées ci-dessus.

Tableau III : Modèles d'isothermes et leurs équations (Kalam et al., 2021).

Modèle	Forme non linéaire
Langmuir	$Q_e = \frac{Q_m K_L C_e}{1 + K_L C_e}$
Freundlich	$Q_e = K_F C_e^{1/n}$
Temkin	$Q_e = \frac{RT}{bT} \ln(K_m C_e)$

Avec :

- Q_m : Quantité de matière maximale (mg/g)
- Q_e : Quantité de matière à l'équilibre (mg/g)
- K_L , K_F et K_m : Constantes d'équilibre
- T : Température (K)
- R : Constante des gaz parfaits (8,314 J/mol.K)
- bT : Constante de Temkin liée à la chaleur d'adsorption (J/mol)
- C_e : Concentration à l'équilibre (mg/L)
- $1/n$: Intensité d'adsorption

6. Cinétique d'adsorption

L'analyse cinétique dans un procédé d'adsorption en discontinu constitue un outil essentiel pour contrôler la vitesse de réaction et ajuster les conditions expérimentales aux exigences des paramètres à étudier (Ajaelu et al., 2022). Cette vitesse représente également un facteur déterminant qui influence directement la durée pendant laquelle l'adsorbat reste en contact avec la surface solide en solution (Akber Hussain et al., 2012).

Le processus d'adsorption est généralement régi par une série d'étapes successives. Tout d'abord, le déplacement du soluté depuis la solution vers la couche limite entourant l'adsorbant ; ensuite, son transfert à la surface de ce dernier ; puis sa diffusion à l'intérieur des pores jusqu'aux sites actifs et enfin, une éventuelle réaction chimique, telle que l'échange d'ions, la chélation ou la formation de complexes (Nayak et al., 2024).

6.1. Cinétique du pseudo premier ordre

Le modèle pseudo-premier ordre, introduit par Lagergren, repose sur l'idée que la vitesse d'adsorption est proportionnelle au nombre de sites actifs encore disponibles sur l'adsorbant (Nayak et al., 2024). Ce modèle, basé sur la capacité d'adsorption du solide, s'applique essentiellement aux premières étapes du processus, en particulier durant les 20 à 30 premières minutes de réaction, comme le suggèrent de nombreuses études. Au-delà de cette phase initiale, son ajustement aux données expérimentales devient moins précis, nécessitant souvent une estimation de la capacité d'adsorption à l'équilibre (Q_e) par essais successifs (Awwad and Salem, 2011).

Cette approche permet d'estimer les paramètres cinétiques liés à l'adsorption, notamment la constante de vitesse du premier ordre (K_1) et la capacité d'adsorption à l'équilibre (Q_e). Elle est généralement associée à un mécanisme de physiosorption, caractérise par des forces de Van der Waals faibles. Sa forme linéaire est exprimée selon l'Eq.7 (Ahmed Alsharif, 2025).

$$dQ_t/dt = K_1 (Q_e - Q_t) \quad \text{Eq.7}$$

La transformée linéaire de ce modèle a pour Eq. 8 :

$$\ln (Q_e - Q_t) = \ln(Q_e) - K_1.t \quad \text{Eq.8}$$

La variation de $\ln (Q_e - Q_t)$ en fonction du temps t suit une relation linéaire. Le tracé donne une droite dont la pente permet de déterminer la constante de vitesse K_1 , et l'ordonnée l'origine donne la capacité d'adsorption à l'équilibre Q_e (Akber Hussain et al., 2012).

6.2. Cinétique du pseudo second ordre

Le modèle cinétique du pseudo-second ordre permet de décrire l'adsorption en tenant compte à la fois d'une fixation rapide des solutés sur les sites les plus réactifs et d'une fixation plus lente sur des sites à faible énergie. Contrairement au modèle du pseudo-premier ordre, il considère que la vitesse d'adsorption dépend de la quantité déjà adsorbée ainsi que de celle à l'équilibre. Ce modèle est largement utilisé dans la modélisation des processus d'adsorption, notamment pour représenter avec précision la cinétique de fixation des polluants sur la surface de l'adsorbant (**Zeghache, 2019**).

Ce modèle permet d'accéder aux paramètres cinétiques de l'adsorption, notamment la constante de vitesse (K_2) et la capacité d'adsorption à l'équilibre (Q_e). Il suppose que le processus d'adsorption est gouverné par une chimisorption impliquant des interactions électrochimiques entre l'adsorbant et l'adsorbat (Eq.9) (**Ahmed Alsharif, 2025**).

$$Q_t/d_t = K_2 (Q_e - Q_t)^2 \quad \text{Eq.9}$$

La transformée linéaire de ce modèle a pour Eq. 10 :

$$t/Q_t = 1/K_2.Q_e^2 + 1/Q_e .t \quad \text{Eq.10}$$

Le tracé de t/Q_t en fonction du temps (t) selon l'équation l'Eq.10, donne une droite. À partir de cette droite, les valeurs de la capacité d'adsorption à l'équilibre Q_e et la constante de vitesse K_2 , peuvent être déterminées respectivement grâce à la pente et à l'ordonnée à l'origine (**Akber Hussain et al., 2012**).

6.3. Diffusion intraparticulaire

Le modèle de diffusion intraparticulaire, développé par Weber et Morris (**Zeghache, 2019**), repose sur le principe selon lequel, après avoir traversé la couche limite entourant l'adsorbant, les molécules d'adsorbat diffusent à l'intérieur des pores pour atteindre les sites actifs. La vitesse de ce transfert dépend notamment du gradient de concentration, de la vitesse du fluide et de l'épaisseur de cette couche limite (**Ahmed Alsharif, 2025**).

La diffusion intraparticulaire peut être divisée en diffusion dans les macropores et dans les micropores, selon la taille des pores. Elle est fortement influencée par la structure du matériau adsorbant, la distribution de la taille des pores et leur tortuosité. Ce mécanisme est

généralement considéré comme l'étape limitante, notamment pour les matériaux poreux à structure interne complexe (Ahmed Alsharif, 2025). À partir de cette approche, il est possible de quantifier la diffusion intraparticulaire en déterminant des paramètres caractéristiques tels que la constante de diffusion K_{id} et l'épaisseur de la couche limite C . L'équation de Weber et Morris permet de modéliser cette étape du transfert de masse (Eq.11) (Ahmed Alsharif, 2025).

$$Q_t = K_{id} \cdot t^{1/2} + C \quad \text{Eq.11}$$

La pente du graphique représentant Q_t en fonction de $t^{1/2}$ permet de déterminer la constante de diffusion intraparticulaire K_{id} . Le coefficient de corrélation R^2 quant à lui reflète la qualité de l'ajustement du modèle aux données expérimentales (Akber Hussain et al., 2012).

Le **Tableau IV** regroupe les équations des différents modèles cinétiques donnés ci-dessus.

Tableau IV : Modèles de cinétiques et leurs équations (Zeghache, 2019)

Modèle	Forme non linéaire
Cinétique pseudo premier ordre	$\frac{dQ_t}{dt} = K_1(Q_e - Q_t)$
Cinétique pseudo second ordre	$\frac{dQ_t}{dt} = K_2(Q_e - Q_t)^2$
Diffusion intraparticulaire	$Q_t = K_{id}t^{1/2} + C$

Avec :

- Q_m : Quantité de matière à l'instant t (mg/g)
- Q_e : Quantité de matière à l'équilibre (mg/g)
- K_1 , K_2 et K_{id} : Constantes cinétiques
- t : temps (min)
- C : Constante liée à l'épaisseur de la couche limite (mg/g)

7. Analyse thermodynamique d'adsorption

L'équation de Van't Hoff est largement utilisée pour estimer les paramètres thermodynamiques d'un processus d'adsorption, tels que l'enthalpie (ΔH°), l'énergie libre de Gibbs (ΔG°) et l'entropie (ΔS°). Ces paramètres permettent de mieux comprendre la nature des interactions adsorbat/adsorbant ainsi que le caractère spontané, endothermique ou exothermique du processus (Nayak et al., 2024). Les équations ci-dessous permettent de calculer l'énergie de Gibbs (Eqs. 12 et 13) ainsi que le coefficient de distribution à l'équilibre, noté K_d (Eq. 14)

$$\Delta G^\circ = -R.T.\ln(K_d) \quad \text{Eq. 12}$$

$$\Delta G^\circ = \Delta H^\circ - T.\Delta S^\circ \quad \text{Eq. 13}$$

$$\ln(K_d) = \Delta S^\circ/R - \Delta H^\circ/RT \quad \text{Eq. 14}$$

Avec :

- K_d : La constante d'équilibre
- ΔG° : l'enthalpie libre (KJ/mole)
- ΔH° : variation de l'enthalpie (KJ/mole)
- ΔS° : variation de l'entropie ($\text{J.mol}^{-1}.\text{K}^{-1}$)
- T : température (K)
- R : La constante des gaz parfait ($8,314 \text{ J/K.mol}$)

8. Paramètres influençant l'adsorption

Le processus d'adsorption est influencé par de nombreux paramètres clés, notamment le pH du milieu, la concentration initiale de l'adsorbat, la quantité d'adsorbant utilisé, la surface spécifique de l'adsorbant, la durée de contact entre les phases ainsi que la température. Ces paramètres jouent un rôle déterminant dans l'efficacité globale du phénomène d'adsorption (Nayak et al., 2024).

a) pH

Le pH du milieu affecte directement le mécanisme d'adsorption en altérant la charge de surface de l'adsorbant et la forme ionique de l'adsorbat (Belahrach et al., 2025). En condition acide, les anions sont favorisés par l'adsorption lorsqu'ils sont en présence d'ions H^+ , alors qu'en milieu basique, les cations bénéficient de l'adsorption sous l'influence des

ions OH^- . Par ailleurs, les groupes fonctionnels présents sur la surface de l'adsorbant peuvent se dissocier en fonction du pH, ce qui influence la cinétique et l'équilibre de la réaction (Nayak et al., 2024).

b) Concentration de l'adsorbant

La concentration initiale du colorant joue un rôle important dans le processus d'adsorption. Lorsque cette concentration augmente, les sites disponibles sur l'adsorbant se retrouvent plus rapidement saturés, ce qui réduit le pourcentage d'élimination. Toutefois, une concentration initiale élevée génère une force motrice plus importante pour le transfert ce qui peut améliorer la quantité totale du colorant adsorbée (Soltani et al., 2021).

c) Concentration de l'adsorbant

La quantité d'adsorbant utilisée influence directement sur l'efficacité de l'adsorption. En augmentant la masse d'adsorbant, le nombre de sites actifs disponibles à la surface augmente, ce qui favorise l'élimination du colorant. Ce paramètre permet également d'optimiser le procédé d'un point de vue économique, en identifiant la quantité minimale nécessaire pour une performance maximale (Soltani et al., 2021).

d) Température

La température est un facteur clé influençant la thermodynamique de l'adsorption. Une augmentation de la température peut entraîner soit une amélioration de la capacité d'adsorption, traduisant un processus endothermique lié à une plus grande mobilité des molécules et une activation des sites, soit une réduction de cette capacité, signalant un processus exothermique où les interactions adsorbant–adsorbat sont affaiblies (Soltani et al., 2021).

CHAPITRE III

LES BIOSORBANTS

Ce chapitre est consacré à la description des biosorbants à travers leur définition et classification selon leur origine biologique, suivi des critères de sélection d'un biosorbant adapté. Les matériaux lignocellulosiques et la biosorption sont décrits dans un second temps en donnant un petit aperçu des biosorbants étudiés à savoir le néflier et le figuier pour la dégradation d'un polluant organique en phase aqueuse.

1. Définition des biosorbants

Les biosorbants sont des adsorbants non conventionnels issus des matières premières biologiques ayant une capacité d'adsorber et de fixer les polluants présents dans l'environnement (**Torres, 2020**). Ils ont été utilisés depuis plus d'un siècle pour purifier l'eau et l'air, et leur application trouve un grand essor de nos jours. Ces matériaux offrent une affinité très élevée aux substances organiques et inorganiques et une variété d'avantages notamment leur faible coût et efficacité dans la dépollution de l'eau (**Fomina et Gadd, 2014**).

2. Classification des biosorbants

D'après **Shamim (2018)**, les biosorbants peuvent être classés en deux catégories, à savoir la biomasse vivante et la biomasse morte.

2.1. Biomasse vivante

a) Biosorbant d'origine bactérienne

Les bactéries jouent un rôle essentiel dans la biosorption en raison de leur omniprésence, faculté à s'adapter à l'environnement et surtout de la présence de groupes fonctionnels actifs, tels que les carboxyles, phosphonates et amines qui facilitent les interactions avec les polluants (**Aragaw et Bogale, 2021**). Leur structure (en forme de bâtonnets, de sphères ou de spirales) et leur composition cellulaire contribuent également à leur efficacité en tant que biosorbants (**Shamim, 2018**).

Une étude menée par (**Ghoniem et al., 2023**) a démontré que les cellules brutes de *Pseudomonas alcaliphila* NEWG-2 avaient une capacité d'absorption de 68,827 mg/g face au colorant bleu de méthylène.

b) Biosorbants d'origine algale

Les algues, qu'elles soient microscopiques ou macroscopiques, sont des organismes aquatiques autotrophes dépourvus de racines et tiges véritablement formées. Elles ont la capacité de se développer en abondance, même dans des milieux pauvres en nutriments (Shamim, 2018). Grâce à leur disponibilité et à leur composition riche en polysaccharides et en protéines, elles constituent d'excellents biosorbants. En effet, leur paroi cellulaire renferme divers groupes fonctionnels tels que les amines, hydroxyles, phosphates et sulfates qui leur confèrent une grande affinité pour la fixation des polluants présents dans les eaux usées (Aragaw et Bogale, 2021).

Les travaux de Aksu et al. (2024), ont montré que l'algue *Spirogyra porticalis*, utilisée dans sa forme brute, présente une capacité d'adsorption maximale de 322mg/g pour le colorant Safranin O.

c) Biosorbants d'origine fongique

Grâce à leur richesse en différents nutriments et composés chimiques, les champignons offrent des caractéristiques captivantes pour l'épuration des eaux usées. Vivants ou morts, les performances de ce type de biosorbant est en grande partie attribuée à la composition de leur paroi cellulaire, capable d'absorber une multitude de polluants. Cette propriété leur confère la capacité d'absorber un large éventail de substances non désirables (Aragaw et Bogale, 2021).

Il ressort des études réalisées en 2024 sur le champignon *Agaricus bisporus*, une capacité d'absorption remarquable des colorants bleu de méthylène (239,82 mg/g) et rouge Congo (76,41 mg/g) (Ahmed et Ebrahim, 2024).

d) Biosorbants issus des levures

Les levures sont des organismes microscopiques unicellulaires du règne des champignons. Elles ont une capacité remarquable à absorber les colorants, ce qui les rend très utiles pour éliminer ces polluants. Leur croissance rapide, leur efficacité de décoloration supérieure à celle des champignons filamenteux et leur résistance aux conditions difficiles sont des atouts majeurs. Leur paroi cellulaire contient des groupes fonctionnels comme les carboxyles, hydroxyles, amines et phosphates, qui facilitent les interactions avec les colorants (Aragaw et Bogale, 2021).

Une étude menée par **Castro et al. (2017)** a montré que la levure résiduelle issue de la production de bière peut absorber jusqu'à 152,9 mg/g de colorant Reactive Red 239.

2.2. Biomasses mortes

Ce type de biomasse est essentiellement issus des résidus agricoles et forestiers qui représentent une solution à la fois économique et écologique pour le traitement des eaux usées. Des matériaux comme les écorces, la paille, les épluchures et les feuilles sont non seulement facilement accessibles, mais aussi abondant. Ils peuvent être transformés en biocharbons ou en adsorbants activés. Par ailleurs, même sous leur forme brute, certains de ces matériaux montrent déjà une bonne efficacité en tant que biosorbants (**Aragaw et Bogale, 2021**).

3. Critères de sélection d'un biosorbant

Sélectionner un biosorbant approprié est crucial pour assurer l'efficacité du processus de biosorption. Plusieurs critères doivent être pris en compte, notamment le coût de la biomasse, sa disponibilité, son origine et son impact environnemental (**Elgarahy et al., 2021**). Une comparaison entre la biomasse vivante et morte a été mise en évidence par **Elwakeel et al. (2012)** dont les principales caractéristiques sont regroupées dans le **Tableau V**.

Tableau V: Comparaison des caractéristiques de la biomasse morte et vivante.

Critères	Biomasse morte	Biomasse vivante
Activité métabolique	Inactive	Active — possibilité de bioaccumulation
Mécanismes impliqués	Biosorption uniquement	Biosorption, Bioaccumulation
Besoin en culture	Aucun besoin de culture	Requiert des milieux nutritifs, systèmes de culture
Sensibilité la toxicité	Aucune contrainte de toxicité	Sensible

Stockage	Peut être stockée longtemps sans perte d'efficacité	Moins stable, difficile à conserver longtemps
Régénération	Régénération plus facile	Plus compliquée
Coût du procédé	Moins élevé, sauf si traitements de préparation (ex. carbonisation)	Plus élevé (entretien, nutriments, équipements)
Transformation des polluants	Non applicable	Possible via métabolisme

4. Matériaux lignocellulosiques

Les biomasses végétales, aussi connues sous le nom de matières lignocellulosiques, sont présentes partout dans notre environnement et représentent la source d'énergie renouvelable dominante sur terre (**Wang Shurong et al., 2017**). La cellulose, l'hémicellulose et la lignine, qui sont des polymères importants, constituent les éléments clés utilisés comme ressources primaires dans la fabrication de biomatériaux (**Ingle et al., 2025**).

La cellulose, qui constitue entre 35 et 50% de la biomasse, est un polymère cristallin composé d'unités de glucose. Elle apporte rigidité et solidité à la paroi végétale tout en offrant une excellente résistance à la chaleur. Sa décomposition se produit principalement entre 300 et 400 °C lors de la pyrolyse, libérant des composés volatils riches en énergie. L'hémicellulose, constituant 20 à 35% de sa composition, est un polymère non cristallin formé de divers sucres tels que le xylose, le mannose, l'arabinose, etc. Moins stable sur le plan thermique, elle se dégrade à des températures inférieures comprises entre 200 et 300 °C, générant une quantité plus importante de composés gazeux et de produits volatils. La lignine compose 10 à 25 % de la biomasse et sa décomposition se produit plus lentement et couvre un large éventail de températures, allant de 250 à 500 °C. La pyrolyse de la lignine produit majoritairement du biochar solide et des composés phénoliques (**Xiao et al., 2023**).

5. Biosorption

La biosorption est une méthode d'élimination des contaminants qui s'appuie sur l'emploi de substances biologiques, appelés biosorbants (**Torres, 2020**). C'est une procédure physico-chimique qui utilise des matériaux biologiques, qu'ils soient vivants ou morts, pour éliminer des substances chimiques, qu'elles soient organiques ou inorganiques, présentes en solution (**Abubakar et al., 2023**). La biosorption, qui se fait généralement à l'aide de

biomasse morte, la distingue de la bioaccumulation qui concerne les cellules vivantes, ce qui signifie qu'elle est indépendante du métabolisme cellulaire.

Le processus de la biosorption s'appuie sur la fixation rapide et réversible d'ions à la surface de la biomasse, grâce à des groupes fonctionnels particuliers. Plusieurs phénomènes peuvent être impliqués dans ce processus de fixation, comme l'adsorption, l'échange d'ions ou la précipitation. La littérature décrit la biosorption comme une méthode à la fois efficace et sélective, capable de fonctionner sur une vaste plage de pH et de températures (**Michalak et al., 2013**).

En raison de sa facilité d'utilisation, de son coût réduit et de son impact environnemental minimal, la biosorption se présente comme une option attrayante par rapport aux techniques traditionnelles de traitement des eaux (**Torres, 2020**).

6. Néflier et Figuier comme biosorbants

Le néflier connu sous l'appellation scientifique « *Eriobotrya japonica* » est un arbre fruitier originaire d'Asie, il prospère dans des climats subtropicaux. Cet arbre (**Figure 10**) est particulièrement apprécié pour les bienfaits médicaux de ses feuilles, celle-ci contiennent une grande variété de composés, notamment des polyphénols et des caroténoïdes (**Belahrach et al., 2025**).

Une étude a évalué la capacité d'adsorption du bleu de méthylène par les graines d'*Eriobotrya japonica*, à la fois à l'état brut et après extraction. Les résultats expérimentaux ont révélé des rendements d'adsorption élevés, atteignant jusqu'à 84 % pour les résidus post-extraction, ce qui montre une efficacité notable dans la rétention du colorant cationique. Ces observations confirment le potentiel des graines de néflier comme adsorbants écologiques et performants pour la dépollution des eaux contaminées par des colorants (**Belahrach et al., 2025**).

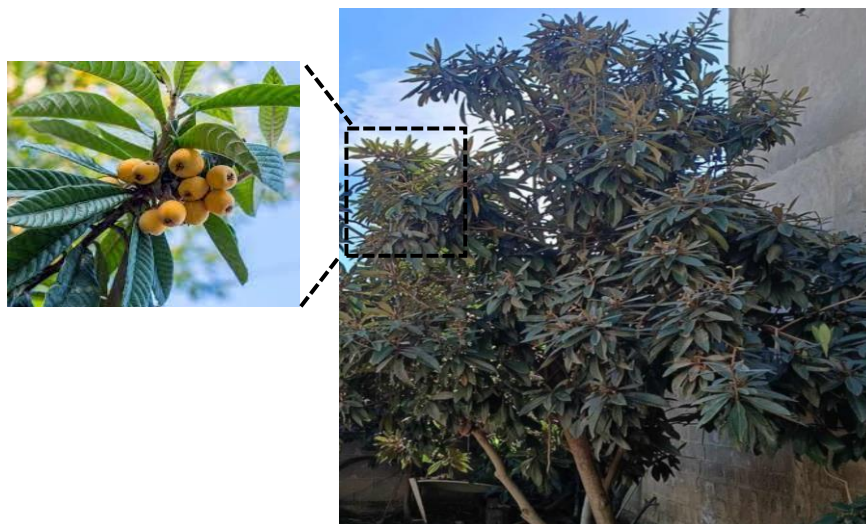


Figure 10 : Illustration du néflier (*Eriobotrya japonica*).

Le figuier connu sous l'appellation scientifique « *Ficus carica* » est un arbre monoïque à feuilles caduques (**Figure 11**) traditionnellement utilisé en médecine. Différentes parties de la plante, comme les feuilles, l'écorce, les jeunes pousses, les graines et le latex, sont connues pour leurs propriétés thérapeutiques. En revanche, le bois et le liber du figuier, peu exploités, sont souvent considérés comme des résidus végétaux (**Pathania et al., 2017**).

Une étude a utilisé le liber du figuier pour fabriquer un charbon actif. Ce matériau a été testé pour éliminer le bleu de méthylène présent dans l'eau. La capacité maximale d'adsorption obtenue était de 47,62 mg/g, ce qui a montré que le figuier peut être un bon adsorbant naturel (**Pathania et al., 2017**).

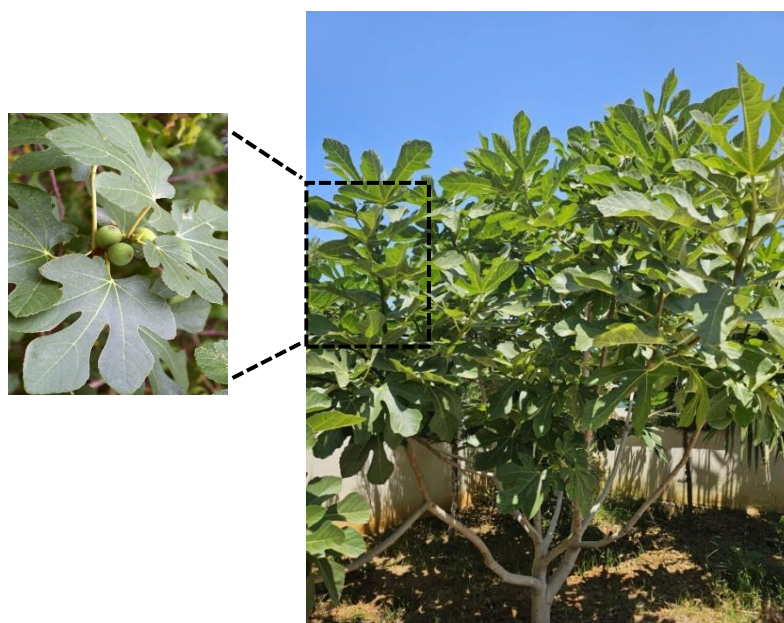


Figure 11 : Illustration du figuier (*Ficus carica*).

CHAPITRE IV

MATERIEL ET METHODES

Chapitre IV : MATERIEL ET METHODES

Le présent chapitre est consacré à la partie expérimentale comprenant en premier une description de la préparation des biomatériaux, notamment la collecte et traitement de la biomasse végétale, suivi des différentes techniques de caractérisation physico-chimiques utilisées. Un descriptif du mode de préparation des solutions et conditions du processus de biosorption en mode batch (processus discontinu) est donné en second lieu avant d'aborder les techniques de mesure et d'analyse.

1. Préparation des biosorbants

1.1. Choix de la biomasse végétale

Dans le présent travail, le choix de la biomasse végétale s'est porté sur deux types de feuilles, celles du néflier et du figuier en raison de leur disponibilité locale et de leur origine renouvelable. L'Algérie figure parmi les principaux producteurs mondiaux de figues, avec une production nationale qui a atteint 112 300 tonnes en 2022, ce qui la place au troisième rang mondiale, derrière la Turquie et l'Egypte. Le figuier comme le néflier sont également réponsus dans plusieurs régions du pays (**FAOSTAT, 2022**). Les feuilles de ces matrices végétales sont facilement accessibles en plus de leurs abondances. Leur utilisation contribue à la valorisation de déchets agricoles et s'inscrit dans une démarche de gestion durable des ressources.

1.2. Echantillonnage et géolocalisation

➤ Les feuilles de néflier ont été récoltées durant la période février-avril 2025 dans la région de Ain Lahlou, située dans la commune d'El Kseur (Latitude : 36.4111° N Longitude : 4.5057° E) à 24 Km au sud-ouest de la willaya de Béjaïa.

➤ Les feuilles de figuier étudié ont été récoltées durant la période avril-mai 2025 dans la région d'Aokas, située sur le littoral méditerranéen (Latitude : 36.6281° N Longitude : 5.2829 E) à 28 Km à l'est de la willaya de Béjaïa.

1.3. Lavage et séchage

Après la récolte, les feuilles ont été soigneusement lavées plusieurs fois à l'eau afin d'éliminer les impuretés et les contaminants présents à leur surface. Elles ont ensuite été séchées dans une étuve à 50 °C pendant 48 h (**Figure 12**), puis conservées dans un dessiccateur jusqu'à la stabilisation du poids, confirmant l'absence d'humidité résiduelle.



Figure 12 : Feuilles de néflier (a) et de figuier (b) avant et après séchage.

1.4. Détermination du taux d'humidité

Au cours de l'étape du séchage, le taux d'humidité des feuilles a été déterminé selon l'équation ci-dessous (Eq. 15) (**Benkartoussa, 2021**) :

$$H(\%) = \left(\frac{m_i - m_f}{m_i} \right) \times 100 \quad (\text{Eq. 15})$$

Avec : H qui représente le taux d'humidité en pourcentage (%), m_i et m_f qui représente, respectivement, la masse (g) initiale et finale de l'échantillon avant et après séchage.

1.5. Préparation du biomatériau

Une fois l'étape de lavage et séchage réalisée, des feuilles ont été réduites en poudre à l'aide d'un mixeur électrique Bosch à lame rotative. La poudre ainsi obtenue de chaque

matrice a subi plusieurs lavages à l'eau chaude (80 °C) jusqu'à obtention d'une eau de lavage limpide, suivi d'un rinçage à l'eau distillée (80 °C) afin d'éliminer les impuretés organiques, d'augmenter la disponibilité des sites actifs et améliorer la capacité d'adsorption, comme recommandé par **Osman et al. (2023)**. La poudre des feuilles, récupérée par filtration en utilisant une pompe sous vide, est par la suite séchée dans une étuve à 50 °C pendant 24 h avant de subir un tamisage pour retenir au finale une granulométrie de 125 μm , 250 μm et > 250 μm (**Figure 13**). Les poudres ainsi obtenues nommées FNL (Feuilles Néflier Lavée) et FFL (Feuilles Figuier Lavée) ont été stockées dans des flacons hermétiques prêts à l'analyse physico-chimiques et tests d'adsorption.

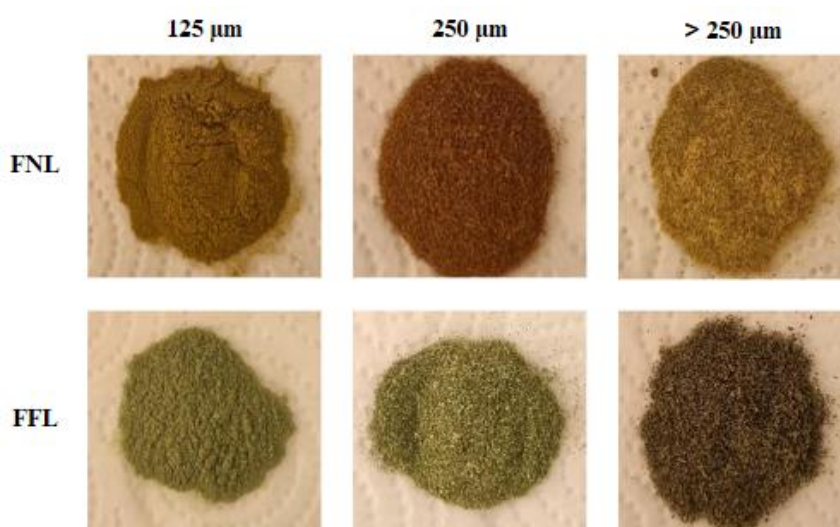


Figure 13 : Poudres du biomatériau lavé FNL et FFL.

2. Caractérisation physico-chimique des biosorbants

2.1. Spectrométrie de fluorescence X (FRX)

❖ Principe

Cette technique s'effectue par l'excitation des atomes de l'échantillon via un faisceau de rayons X. L'excitation de ces atomes provoquent des rayonnements X secondaires ayant une énergie qui est une caractéristique de chaque élément chimique. En étudiant l'énergie des rayonnements émis et leurs intensités, il est possible d'identifier et de quantifier les éléments présents. La méthode FRX peut détecter des concentrations de quelques parties par million (ppm) (**Revenko and Pashkova, 2023**).

2.2. Détermination du pH de contact

❖ Principe

La détermination du pH de contact a été effectuée pour évaluer l'acidobasicité des biosorbants en milieu aqueux (**Benkartoussa Miada, 2021**) .

❖ Mode opératoire

Une solution de NaCl 0,1 M a été préparée dans un litre d'eau distillée. Cette électrolyte (NaCl) a pour rôle de créer des forces ioniques constantes au sein de la solution sans influencer de manière significative sur le caractère acide ou basique du biomatériau. Pour ce faire, 10 mL de NaCl (0,1 M) ont été mis en contact avec 0,1 g du biosorbant dans un bécher de 50 mL. Les mélanges obtenus sont par la suite maintenus sous agitation constante (400 trs/min) pendant 48 h à température ambiante. Le pH final de la solution a été mesuré à l'aide d'un pH-mètre (AD1030) (**Benkartoussa Miada, 2021**) .

2.3. Détermination du Point de Charge Nulle (pHpzc)

❖ Principe

Le pH au point de charge nulle (pHpzc) constitue la valeur du pH pour laquelle la charge nette à la surface de l'adsorbant est nulle. Ce dernier permet de cerner au mieux le mécanisme d'adsorption des polluants ioniques et d'estimer les forces électrostatiques entre l'absorbant et l'adsorbat.

❖ Mode opératoire

Une série de solutions de NaCl (0,1 M) a été préparée, avec des intervalles de pH ajustés entre 2 et 12 par l'ajout de HCl ou NaOH (0.1 N). Pour cela, dans une série de bécher de 50 mL est introduit 20 mL de la solution NaCl ajusté a pH précis (pH_i) au quelle est ajouté 0,1 g de biosorbant. Le mélange résultant a été maintenu sous agitation constante (400 trs/min) pendant 24 h à température ambiante avant de mesurer le pH final (pH_f) pour chaque solution (**Benkartoussa Miada, 2021**).

Le pHpzc a été déterminé graphiquement comme étant le point d'intersection entre la courbe ($\Delta pH = pH_f - pH_i$) en fonction de pH_i (**Djama et al., 2023**).

2.4. Détermination des groupements fonctionnels par titrage de Boehm

❖ Principe

La méthode de Boehm a été utilisée pour quantifier les groupements fonctionnels acides et basiques présents à la surface des biosorbants (**Hoda et Kheira, 2017**). Elle repose sur leur neutralisation par des solutions basiques ou acides appropriées, suivie d'un titrage permettant d'estimer leur quantité. Cette méthode permet ainsi d'évaluer la réactivité de surface des matériaux étudiés en lien avec la nature chimique des fonctions présentes (**Goertzen et al., 2010**).

❖ Mode opératoire

L'eau utilisée a été préalablement décarbonatée par ébullition afin d'éliminer le CO₂ dissous susceptible de former de l'acide carbonique et d'interférer avec la titration par consommation non spécifique des solutions basiques, entraînant une surévaluation des groupes fonctionnels acides du biosorbant (**Goertzen et al., 2010**). Les solutions préparées étaient : HCl, NaOH, Na₂CO₃ et NaHCO₃ (toutes à 0,05 M). Pour chaque test 0,3 g de biosorbant a été mis en contact avec 30 mL de solution dans des fioles hermétiques protégées du CO₂ atmosphérique. Après 24 h d'agitation à 400 trs/min, les suspensions ont été filtrées sous vide (**Benkartoussa Miada, 2021**).

- **Pour la titration directe** : 10 mL de filtrat HCl ont été titrés avec NaOH (0,05 M) jusqu'à pH 7. Le nombre de moles des fonctions acides ou basiques de surface ont été calculer suivant l'Eq. 16

$$n_{\text{CSF}} = [A]V_A + [\text{NaOH}]V_{\text{NaOH}} \frac{V_A}{V_f} \quad \text{Eq. 16}$$

Avec : n_{CSF} qui représente le nombre de moles des fonctions acides ou basiques de surface ; $[A]$ et $[\text{NaOH}]$ qui représente, respectivement, la concentration de l'acide utilisé et la concentration de la soude utilisée lors du titrage ; V_A , V_{NaOH} et V_f qui représente, respectivement, le volume de l'acide utilisé, soude utilisée et volume final de la solution après agitation, respectivement.

- **Pour la titration indirecte** : 20 mL de HCl (0,05M) ont été ajoutés aux filtrats de NaOH et NaHCO₃, tandis que 30mL ont été ajoutés au filtrat de Na₂CO₃. Tous les titrages ont par la suite été effectués avec NaOH (0,05 M) jusqu'à pH neutre.

$$[\text{HCl}]\text{V}_{\text{HCl}} = [\text{NaOH}]\text{V}_{\text{NaOH}} + \left(\frac{n_{\text{HCl}}}{n_{\text{B}}}\right)[\text{B}]\text{V}_{\text{B}} - n_{\text{CSF}}\left)\frac{\text{V}_f}{\text{V}_B} \quad \text{Eq. 17}$$

Avec : $[\text{HCl}]$ et $[\text{NaOH}]$ qui représente, respectivement, la concentration de soude et de l'acide chlorhydrique ; V_{HCl} , V_{B} et V_{NaOH} qui représente les volumes de l'acide chlorhydrique utilisé, de la base et de la soude pour neutraliser le milieu respectivement ; $[\text{B}]$ la concentration de la base utilisée ; V_f le volume final après agitation ; n_{CSF} qui représente le nombre de moles des fonctions de surface et $n_{\text{HCl}}/n_{\text{B}}$ qui représente le rapport molaire de l'acide et de la base.

La quantification des groupements fonctionnels a été déterminée comme suit :

- **Groupements acides totaux** = $n_{\text{CSF}}(\text{NaOH})$
- **Groupements carboxyliques** = $n_{\text{CSF}}(\text{NaHCO}_3)$
- **Groupements phénoliques** = $n_{\text{CSF}}(\text{NaOH}) - n_{\text{CSF}}(\text{Na}_2\text{CO}_3)$

2.5. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

❖ Principe

La spectroscopie FTIR repose sur l'absorption du rayonnement infrarouge par les liaisons chimiques, induisant des vibrations spécifiques. Chaque liaison possède une fréquence d'absorption unique, permettant d'identifier les groupes fonctionnels d'un composé. Le spectre obtenu, en fonction du nombre d'ondes, constitue une empreinte moléculaire caractéristique. Cette technique permet ainsi d'analyser la structure interne des molécules, en mode transmission, ATR ou imagerie (**Gong et al., 2024**).

❖ Mode opératoire

Pour ce faire, 2 mg d'échantillon ont été mélangés avec 80 mg de bromure de potassium (KBr), puis broyés dans un mortier. La préparation a ensuite été maintenue dans un moule et compressée de manière suffisante dans une presse mécanique (Shimadzu), en vue de former une pastille transparente. Les spectres ont été acquis à l'aide d'un spectromètre (Shimadzu) dans la plage de 4000 à 400 cm^{-1} (**Gusmão et al., 2013**).

2.6. Analyse thermogravimétrique (ATG)

❖ Principe

L'analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée afin de déterminer la stabilité thermique des biosorbants et les changements de composition après exposition à la chaleur.

❖ Mode opératoire

Les masses initiales de 19,30 mg pour FNL et 24,66 mg pour FFL ont été chauffées de la température ambiante jusqu'à 700 °C. Les courbes thermogravimétriques ont été enregistrées et analysées pour déterminer les intervalles de température correspondant aux différentes étapes de décomposition ainsi que les pertes de masse associées. L'analyse a été effectuée à l'aide d'un analyseur thermogravimétrique de marque (Setaram).

3. Analyse des solutions colorées

L'analyse quantitative des solutions colorées a été réalisée via un spectrophotomètre UV-visible à double faisceau (VIS-72220G) en utilisant une cuve en quartz couvrant le domaine de longueur d'onde de 400-800nm.

3.1. Principe de la spectrophotométrie UV-Visible

La spectroscopie UV-Vis est une technique analytique accessible et couramment employée, reposant sur l'absorption de la lumière dans les plages de l'ultraviolet (200–400 nm) et du visible (400–800 nm) (**Ríos-Reina et Azcarate, 2023**). Quand une molécule capte cette lumière, des électrons sont propulsés de leur état fondamental vers des niveaux d'énergie plus élevés (**Alaboodi et al., 2025**). Ce phénomène d'interaction entre la lumière et la matière génère un spectre spécifique à la structure électronique des molécules, ce qui permet de collecter des données sur l'existence de groupes fonctionnels ou d'éléments structuraux par le biais des bandes d'absorption (**Alaboodi et al., 2025**).

3.2. Principe de la loi de Beer-Lambert

Quand un faisceau de lumière monochromatique d'intensité initiale (I_0) passe à travers une solution colorée, une portion du rayonnement est absorbée et l'intensité qui arrive à passer prend une intensité I (**Figure 14**). Cette absorbance est mesurée par un spectrophotomètre et est conforme à la loi de Beer-Lambert (**Di Benedetto et Breuil, 2007**).

La loi de Beer-Lambert (Eq. 18) définit une relation directe entre l'absorbance A , la concentration C (g/L) de la substance qui absorbe et l'épaisseur de la cuve traversée L (cm).

$$A = \log \frac{I_0}{I} = \epsilon \cdot C \cdot L \quad (\text{Eq. 18})$$

Avec : ϵ (L/cm.g) représente le coefficient d'absorption molaire à une longueur d'onde donnée.

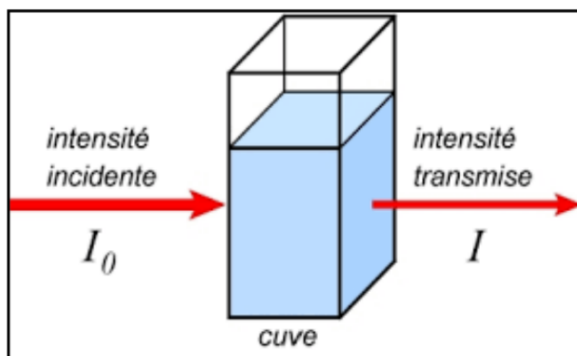


Figure 14 : Le principe de Beer-Lambert (Benkartoussa, 2021)

4. Préparation des solutions de l'adsorbat (Bleu de méthylène)

4.1. Préparation des solutions mère et filles

Tous les produits chimiques utilisés dans la présente étude sont de qualité analytique et sont regroupés dans l'Annexe.

➤ La solution mère de bleu de méthylène (BM) de concentration 100 mg/L, a été préparée de façon précise par dissolution 100 mg de colorant dans 1 L d'eau distillée. La solution a été agitée à 500 trs/mim pendant 2 h jusqu'à dissolution complète de la poudre. (Hulupi et al., 2023).

➤ Les solutions filles de diverses concentrations (0,5, 1, 2, 3, 4, 5 mg/L) ont été préparées à partir de cette solution mère par dilution adaptée dans des fioles jaugées de 25 mL (Figure 15). Toutes les solutions ont été stockées dans l'obscurité pour éviter l'absorption de la lumière.

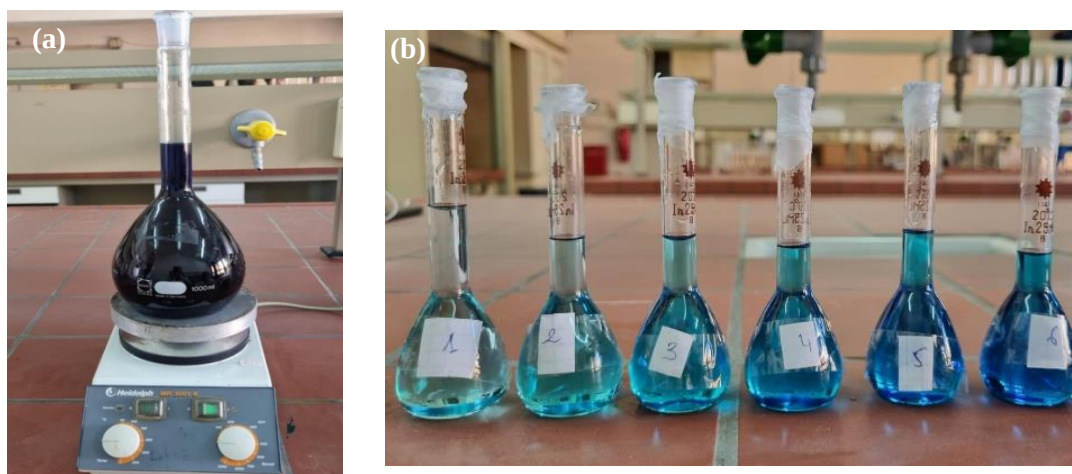


Figure 15 : Préparation de la solution mère (a) et des solutions filles (b) du colorant bleu de méthylène

4.2. Établissement de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène

La longueur d'onde d'absorption maximale (λ_{max}) du bleu de méthylène a été mesurée sur un appareil UV-Visible (VIS-7220G) sous forme d'un balayage spectral (400-800 nm) dans une cuve en quartz. Le spectre obtenu donne une longueur d'onde maximale d'absorption $\lambda_{\text{max}} = 664 \text{ nm}$.

Une fois identifiées les absorbances des différentes concentrations (solutions étalons) ont été mesurées à cette λ_{max} et la courbe d'étalonnage a par la suite été établie en traçant les absorbances des différentes solutions filles (solutions étalons), mesurée à 664 nm, en fonction de la concentration de BM. L'équation de régression linéaire a permis de déterminer les concentrations en BM inconnues dans les solutions après adsorption. (Hulupi et al., 2023).

5. Études d'adsorption du bleu de méthylène

5.1. Méthodologie générale d'adsorption en batch

Les essais d'adsorption de bleu de méthylène ont été conduits en batch dans des béchers de 250 mL contenant 50 mL de solution de concentration définie et une masse précise de biosorbant, le tout maintenu sous agitation constante (300 trs/min) à température contrôlée. À certains intervalles de temps allant de 2 à 120 minutes, les échantillons ont été prélevés, centrifugés pendant 15 minutes et analysés à l'aide d'un spectrophotomètre UV-visible pour déterminer la concentration résiduelle du colorant (Pathania et al., 2017).

L'efficacité de l'adsorption a été évaluée selon deux paramètres principaux :

- La quantité de matière Q_t (mg/g) à l'instant t (Eq. 19) (Güleç et al., 2023) :

$$Q_t = \frac{c_0 - c_t}{V} \times m \quad \text{Eq. 19}$$

- Le rendement de dégradation Rdt (%) à l'instant t (Eq. 20) (Karaman et Aksu, 2020):

$$Rdt \text{ (\%)} = \frac{c_0 - c_t}{c_0} \times 100 \quad \text{Eq. 20}$$

Avec : C_0 et C_t , la concentration initiale du BM (mg/L) à l'instant t_0 et t , respectivement ; V le volume (L) de la solution et m (g) la masse du biosorbant.

5.2. Optimisation des conditions d'adsorption

Plusieurs paramètres peuvent influencer sur la capacité d'adsorption du BM. Cette section examine les principaux paramètres qui peuvent influencer directement l'adsorption du colorant cationique dans le but d'optimiser les conditions opératoires.

a) Effet du lavage des biosorbants

L'effet du prétraitement par lavage du biosorbant sur l'adsorption de BM a été étudié en utilisant une matrice brute et lavée. Les expériences ont été réalisées avec une solution de BM (20 mg/L) en présence de 2 g/L de biosorbant à pH neutre durant 120 min à température ambiante.

b) Effet de la granulométrie

Pour l'étude de ce paramètre, trois fractions granulométriques (125 μm ; 250 μm et > 250 μm) ont été testées pour déterminer l'influence de la taille des particules sur l'efficacité d'adsorption, dans les mêmes conditions du lavage.

c) Effet du pH

L'influence du pH initial de la solution sur l'adsorption du BM a été étudiée dans une gamme de pH allant de 2 à 11. Le pH a été ajusté avec des solutions HCl ou NaOH (0,1M). Les valeurs de pH testées étaient : 2, 4, 5,5, 7,5, 9,5 et 11. Les expériences ont été réalisées avec une solution de BM (20 mg/L) en présence de 2 g/L de biosorbant à pH défini durant le temps stationnaire à température ambiante.

d) Effet de la masse du biosorbant

L'influence de la quantité de biosorbant a été étudiée en faisant varier la concentration de 1 à 10 g/L. Les tests ont été réalisés avec une solution de BM (20 mg/L) en présence d'une quantité prédéfinie de biosorbant à pH optimal (pH=7,5 pour FNL et pH = 9,5 pour FFL), durant le temps stationnaire à température ambiante.

e) Effet de la concentration initiale du polluant

L'effet de la concentration initiale du BM sur la capacité d'adsorption a été étudié dans une gamme de 10 à 100 mg/L. Les expériences ont été réalisées avec une solution de BM de concentration fixée en présence de 2 g/L de biosorbant à pH optimal durant le temps stationnaire à température ambiante.

f) Effet de la température

L'influence de la température sur le processus d'adsorption a été évaluée à 20, 30, 40 et 50°C. Cette étude a permis de déterminer la nature thermodynamique de l'adsorption (endothermique ou exothermique). Les tests ont été réalisés avec une solution de BM en présence de biosorbant à concentration et pH optimaux durant le temps stationnaire à température préfixée.

5.3. Analyse thermodynamique

Pour évaluer la possibilité d'un processus d'adsorption, plusieurs paramètres thermodynamiques ont été considérés, tels que la différence d'enthalpie (ΔH°), indiquant un processus exothermique ou endothermique, l'entropie (ΔS°), associée à l'ordre ou au désordre et finalement la différence d'énergie libre de Gibbs ΔG° , qui informe si ce processus peut naturellement se dérouler sans intervention extérieure d'énergie (**Pathania et al., 2017**). Ces paramètres sont liés par les équations thermodynamiques fondamentales (Eqs 12-14 ; page 17-chapitre III).

A noter que :

- ✓ $\Delta H^\circ < 0$: Le phénomène est exothermique.
- ✓ $\Delta H^\circ > 0$: Le phénomène est endothermique.

5.4. Modélisation des isothermes d'adsorption

Les isothermes d'adsorption ont été déterminées pour les deux biosorbants (FNL et FFL) afin de caractériser les interactions entre le BM et les biosorbants à l'équilibre. Trois modèles d'isothermes ont été appliqués aux données expérimentales.

a) Modèle de Langmuir

Ce modèle suppose une adsorption en monocouche sur une surface homogène avec un nombre fini de sites identiques. La forme linéarisée est donnée via l'Eq. 2 (page 13-chapitreII).

b) Modèle de Freundlich

Ce modèle décrit une adsorption multicouche sur une surface hétérogène. La forme linéarisée est donnée via l'Eq. 4 (page 14-chapitreII).

c) Modèle de Temkin

Ce modèle suppose que la chaleur d'adsorption diminue linéairement avec le taux de recouvrement. La forme linéarisée est donnée via l'Eq. 6 (page 14-chapitreII).

5.5. Étude cinétique d'adsorption

La cinétique d'adsorption a été étudiée en suivant l'évolution de la quantité adsorbée (Q_t) en fonction du temps dans les conditions optimales. Les données cinétiques ont été analysées selon trois modèles et la validité des modèles a été évaluée par le coefficient de corrélation (R^2) et la comparaison entre les valeurs expérimentales et théoriques de Q_e (Awwad et Salem, 2011).

a) Modèle cinétique du pseudo-premier ordre

La forme linéarisée du modèle pseudo-premier ordre est donnée par l'Eq. 8 (page 16-chapitre III).

La variation de $\ln (Q_e - Q_t)$ en fonction du temps t suit une relation linéaire. Le tracé donne une droite dont la pente permet de déterminer la constante de vitesse K_1 , et l'ordonnée à l'origine donne la capacité d'adsorption à l'équilibre Q_e (Akber Hussain et al., 2012).

b) Modèle cinétique du pseudo-second ordre

La forme linéarisée de ce modèle est donnée par l'Eq. 9 (page 17-chapitre III).

Le tracé de t/Q_t en fonction du temps (t) donne une droite. À partir de cette droite, les valeurs de Q_e et de K_2 peuvent être déterminées respectivement grâce à la pente et à l'ordonnée à l'origine (Akber Hussain et al., 2012).

c) Modèle cinétique de diffusion intra-particulaire

Pour ce modèle la forme linéarisée est donnée par l'Eq. 11 (page 18-chapitre III).

La pente du graphique représentant Q_t en fonction de $t^{1/2}$ permet de déterminer la constante de diffusion intra-particulaire K_{id} . Le coefficient de corrélation R^2 quant à lui reflète la qualité de l'ajustement du modèle aux données expérimentales (Akber Hussain et al., 2012).

CHAPITRE V

RESULTATS ET DISCUSSION

Le présent chapitre met en avant les différents points étudiés à savoir :

Mise en évidence des propriétés physico-chimiques des biomatériaux (feuilles de néflier et figuier) via différentes techniques de caractérisation (FRX, pH, test de Boehm, IRTF, ATG).

Etude des performances des biomatériaux dans le processus d'adsorption du polluant basique (BM) en phase aqueuse en fonction des différents paramètres opératoires.

Modélisation des isothermes d'adsorption du BM sur les biomatériaux étudiés selon les modèles de Langmuir, Freundlich et Temkin.

Etude de la cinétique du processus d'adsorption au moyen de trois modèles empiriques (pseudo-premier ordre, pseudo-second ordre et diffusion intra-particulaire)

Etude de la régénération du biomatériau le plus performant dans le processus d'adsorption de BM dans les conditions opératoires optimisées.

1. Caractérisations physico-chimiques

1.1. Taux d'humidité

L'analyse des résultats du taux d'humidité, regroupés dans le **Tableau VI**, révèle un écart significatif entre les deux biomatériaux. En effet, les feuilles de figuier présentent un taux d'humidité deux fois plus élevé comparé à celui enregistré avec les feuilles de néflier (~ 80 % versus ~ 40 % respectivement).

Ce facteur peut avoir un impact direct sur les performances d'un matériau autant que biosorbant. Des études réalisées par **López Pastor et al. (2025)** ont montré qu'une humidité relative élevée peut provoquer une saturation des sites actifs des matériaux adsorbants, réduisant ainsi leur efficacité dans le processus d'adsorption des polluants.

Tableau VI : Taux d'humidité (%) des biosorbants.

Adsorbant	Feuille de figuier	Feuille de néflier
Taux d'humidité (%)	78,62	38,88

1.2. Spectrométrie de fluorescence des rayons X (FRX)

L'analyse quantitative des éléments présents dans les biomatériaux étudiés (FNL et FFL) par fluorescence des rayons X (**Tableau VII**) montre que la poudre des feuilles contient majoritairement l'élément calcium suivi par de plus faibles taux en éléments magnésium et phosphore. Toutefois, il faut signaler que la poudre FNL présente une teneur plus élevée en calcium et en magnésium comparé à la poudre FFL qui se distingue par la présence supplémentaire en éléments silicium et soufre.

Tableau VII: Composition élémentaire des biosorbants FNL et FFL déterminée par FRX.

Elément (%)	FNL	FFL
Calcium (Ca)	6,8530	5,4791
Magnésium (Mg)	0,6851	0,4250
Phosphore (P)	0,1674	0,2517
Silicium (Si)	nd	0,4405
Soufre (S)	nd	0,1541
Potassium (K)	0,3005	nd
Titane (Ti)	nd	0,0198
Fer (Fe)	0,0099	0,0236
Strontium (Sr)	0,0321	0,0478
Niobium (Nb)	0,0099	0,0076
Cadmium (Cd)	0,0013	nd
Antimoine (Sb)	0,0042	nd

nd : non déterminé

1.3. pH de contact et pH_{pzc}

Il ressort des résultats du **Tableau VIII** que les valeurs du pH_{pzc} sont proches de celles enregistrées pour pH de contact. Cela permet de réduire le domaine du pH_{initial} et par conséquent minimiser le nombre d'essais et éventuellement améliorer la précision du test d'adsorption.

D'autre part, l'analyse de la **Figure 16** montre que le biomatériau FNL et FFL présente respectivement un pH_{pzc} de l'ordre de 7,2 et 6,7 (**Tableau VIII**). Ce phénomène signifie

que les biomatériaux étudiés présentent une charge de surface positive dans une solution dont le $\text{pH} < \text{pH}_{\text{pzc}}$, et une charge de surface négative dans une solution de $\text{pH} > \text{pH}_{\text{pzc}}$. Dans la région de charge négative, la surface de FNL et FFL peut attirer des charges positives telles les polluants cationiques, que dans la région de charge positive en raison des répulsions électrostatiques (Uddin et al., 2017).

Tableau VIII : pH de contact et pH_{pzc} des biosorbants.

Biosorbant	pH_{cont}	pH_{pzc}
FNL	7,30	7,2
FFL	7,67	6,7

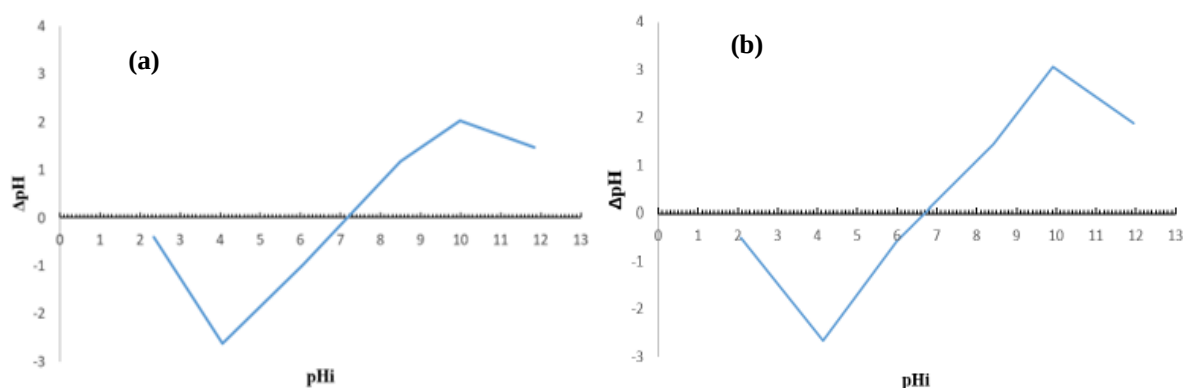


Figure 16 : Détermination du pH_{pzc} de FNL (a) et FFL (b).

1.4. Groupements fonctionnels par titrage de Boehm

La détermination des fonctions acides ou basiques à la surface de FNL et FFL par la méthode de Boehm (**Tableau IX**) montre, quel que soit le biomatériau, une concentration en groupements carboxyliques inférieure à celle des groupements phénoliques considérés comme composants de structure lignocellulosique des feuilles. La quantité des groupes acides totaux de l'ordre de 1,65 et 0,2 mmol/g, respectivement, pour FNL et FFL est inférieure aux groupes basiques dont la quantité respective est de l'ordre de 5 et 1,5 mmol/g. Ces groupements confèrent ainsi un caractère basique à la surface de FNL et FFL, donc une charge surfacique négative favorisant l'interaction électrostatique avec le bleu de méthylène chargé positivement. Par ailleurs, il est important de signaler que le biomatériau FNL

présente des concentrations plus élevées pour tous les groupements fonctionnels par rapport au biomatériau FFL. Ceci pourrait supposer une capacité d'adsorption potentiellement plus élevée en présence de FNL.

Tableau IX : Caractérisation des groupements fonctionnels des biomatériaux FNL et FFL.

Biosorbants	Carboxyliques (mmol/g)	Phénolique (mmol/g)	Groupement acide (mmol/g)	Groupement basique (mmol/g)
FNL	0,751	0,899	1,65	5
FFL	0,01	0,19	0,2	1,5

1.5. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

L'analyse par spectroscopie infrarouge (**Figure 17**) révèle des profils similaires pour les deux biomatériaux FFL et FNL, avec des bandes caractéristiques identiques mais des intensités différentes. Selon (**Pathania et al. 2017**), le pic intense autour de 3424 cm^{-1} correspond à l'élongation des liaisons O–H, spécifique des groupements hydroxyles présents dans les alcools, phénols et acides carboxyliques, une caractéristique de la richesse en composés hydrophiles (cellulose, pectine, lignine). Un second pic apparaît à 2930 cm^{-1} , associé aux vibrations d'élongation des liaisons C–H aliphatiques, en particulier les groupes méthylène ($-\text{CH}_2-$), présents dans les structures lignocellulosiques (**Uddin et al., 2017**). Le pic à 1643 cm^{-1} correspond aux liaisons C=C conjuguées (**Pathania et al., 2017 ; Theivandran et al., 2015**). Le pic observé à 1433 cm^{-1} est attribué aux vibrations d'élongation des liaisons C–C, provenant de la structure phénolique de la lignine. Le signal à 1054 cm^{-1} est, quant à lui, associé aux vibrations des liaisons C–O des polysaccharides (cellulose, pectine) ou aux liaisons C–N des différents composés azotés (protéines, acides aminés) (**Theivandran et al., 2015**). Enfin, le pic à 602 cm^{-1} signale la présence de composés inorganiques comme le phosphore, silicium et le soufre, ce qui est en accord avec les résultats obtenus par la FRX.

Par ailleurs, l'analyse FTIR révèle que FNL présente des intensités d'adsorption généralement plus élevées que FFL notamment au niveau des vibrations O–H (3424 cm^{-1}) et C–O (1054 cm^{-1}). Ce résultat, indique une plus grande disponibilité de sites actifs, ce qui

confère au biomatériau FNL une structure plus réactive et donc un meilleur potentiel pour l'adsorption des polluants organiques (Onyango et al., 2025).

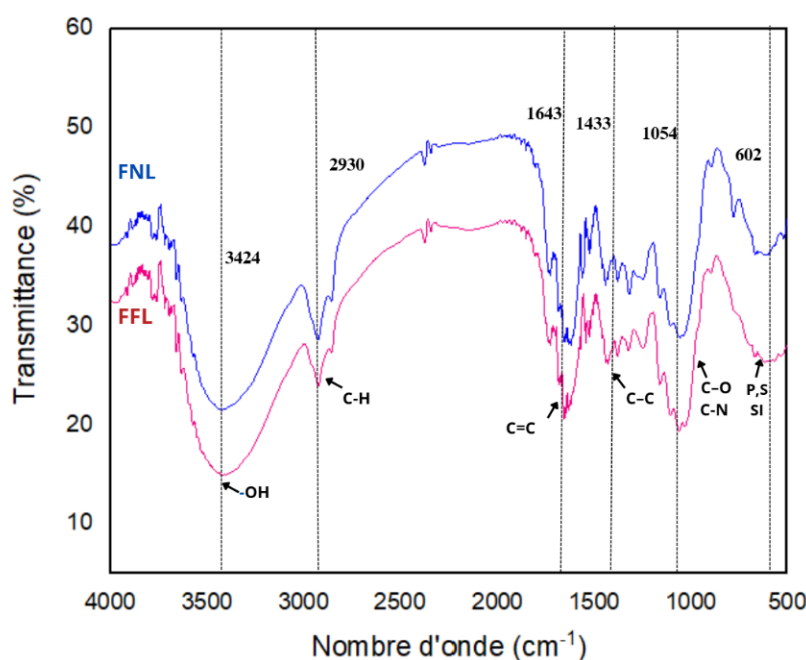


Figure 17 : Spectres infrarouges des biomatériaux FNL et FFL.

1.6. Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) a été réalisée sur les deux biomatériaux en vue d'évaluer leur stabilité thermique et leur profil de dégradation. La **Figure 18** révèle quatre phases de perte de poids, identifiés comme suit :

Phase 1 : sur une plage de températures comprise entre 25-150 °C, les deux biomatériaux FNL et FFL présentent une légère perte de masse due à l'évaporation de l'eau, conséquence de l'élimination de l'humidité. La perte de masse a été estimée à 6 % pour FNL et 12% pour FFL.

Phase 2 : dans le cas de FNL, cette phase débute vers 120 °C et se poursuit jusqu'à 300 °C. En revanche, pour FFL, cette phase commence autour de 200 °C jusqu'à 350 °C. Dans cette plage, une perte de masse significative a été observée, avoisinant les 40 % pour les deux biosorbants. Cette perte serait probablement liée à la dégradation de composés organiques volatils présents dans la FFL, tels que les polyphénols, les sucres et certaines protéines, tandis que dans la FNL, elle pourrait correspondre à la décomposition des

hémicelluloses, des acides organiques et des composés phénoliques (Osman et al., 2023), la perte de masse estimée pour les deux biomatériaux est d'environ 40%.

Phase 3 : l'intervalle compris entre 300-550 °C, correspond généralement à la dégradation des composants principaux des parois cellulaires : cellulose, hémicellulose et lignine (Apaydin Varol et Mutlu, 2023). La perte de masse estimée pour les deux biomatériaux (FNL et FFL) est de 21% et 9 % respectivement.

Phase 4 : Au-delà de 500-600 °C, la courbe présente une stabilité, laissant un résidu final, composé de matières inorganiques telles que les minéraux (Călin et al., 2024).

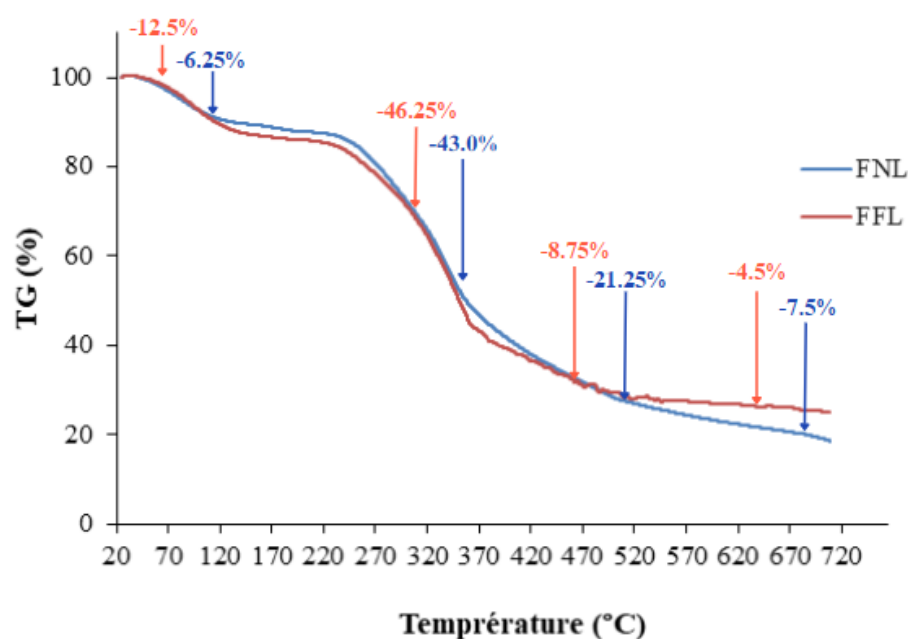


Figure 18 : Courbes d'analyse thermogravimétrique (ATG) de FNL et FFL.

2. Études de l'adsorption du bleu de méthylène sur les biomatériaux FNL et FFL

2.1. Établissement de la courbe d'étalonnage du bleu de méthylène

En référence à un balayage des solutions BM établi dans le domaine 400-800 nm, la longueur d'onde maximale d'adsorption du colorant BM a été déterminée et fixée à 664 nm. Les résultats des absorbances des solutions filles sont présentés dans le **Tableau X**.

La courbe d'étalonnage (**Figure 19**) obtenue à partir des absorbances en fonctions des concentrations des solution filles du colorant BM, montre que la loi de Beer-Lambert a bien été respectée avec une bonne linéarisation de la droite.

L'équation de la courbe est $y = 0,2108 x$ avec un coefficient de régression $R^2 = 0,9993$

Tableau X : Absorbance en fonction de la concentration à $\lambda_{\max} = 664$ nm pour le BM

Concentration (mg/L)	0,5	1	2	3	4	5
Absorbance à 664nm	0,125	0,25	0,5	0,75	1	1,25

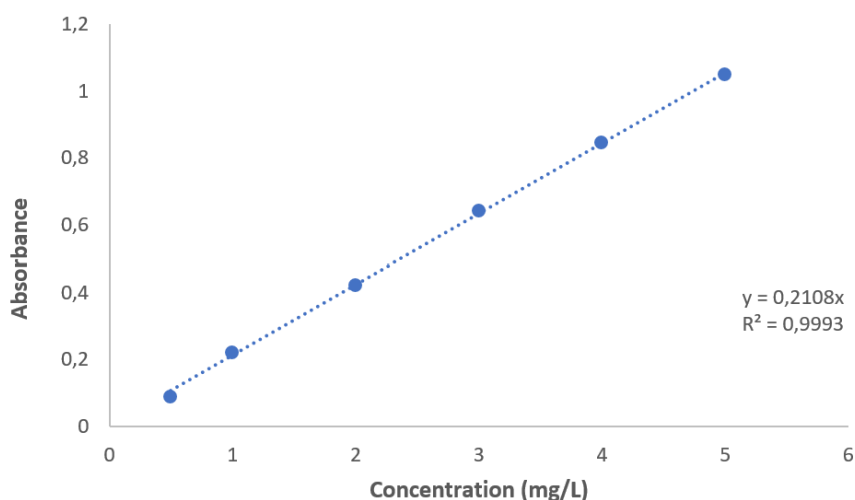


Figure 19 : Courbe d'étalonnage du bleu de méthylène à $\lambda_{\max} = 664$ nm.

2.2. Étude de l'influence des paramètres opératoires sur l'adsorption du bleu de méthylène

a) Effet du lavage du biomatériau

L'influence du lavage des biomatériaux à savoir les feuilles de néflier (FN) et figuier (FF) sur la quantité de colorant adsorbée a été explorée par la mise en contact de 50 mL de solution de colorant BM à une concentration de 20 mg/L à pH ~ 7 avec 2 g/L du biomatériau pendant 120 min à température ambiante.

Les résultats obtenus représentés sur la **Figure 20** montrent que la capacité d'adsorption de BM, indépendamment du biomatériau utilisé, est plus élevée en présence des feuilles lavées. En effet, l'opération de lavage aide à améliorer la dégradation du BM et passe de 91,6 % à 96,3 % pour FN et de 63,94 % à 81,31 % pour FF. Cet impact positif du

lavage du biomatériau pourrait s'expliquer par l'élimination des impuretés superficielles pouvant bloquer l'accès aux sites actifs et par conséquent affecter la vitesse d'adsorption et l'efficacité de dégradation du colorant.

Sur la base de ces résultats les biomatériaux (biosorbants) lavés, nommés FNL et FFL, ont été retenues pour la suite de notre étude.

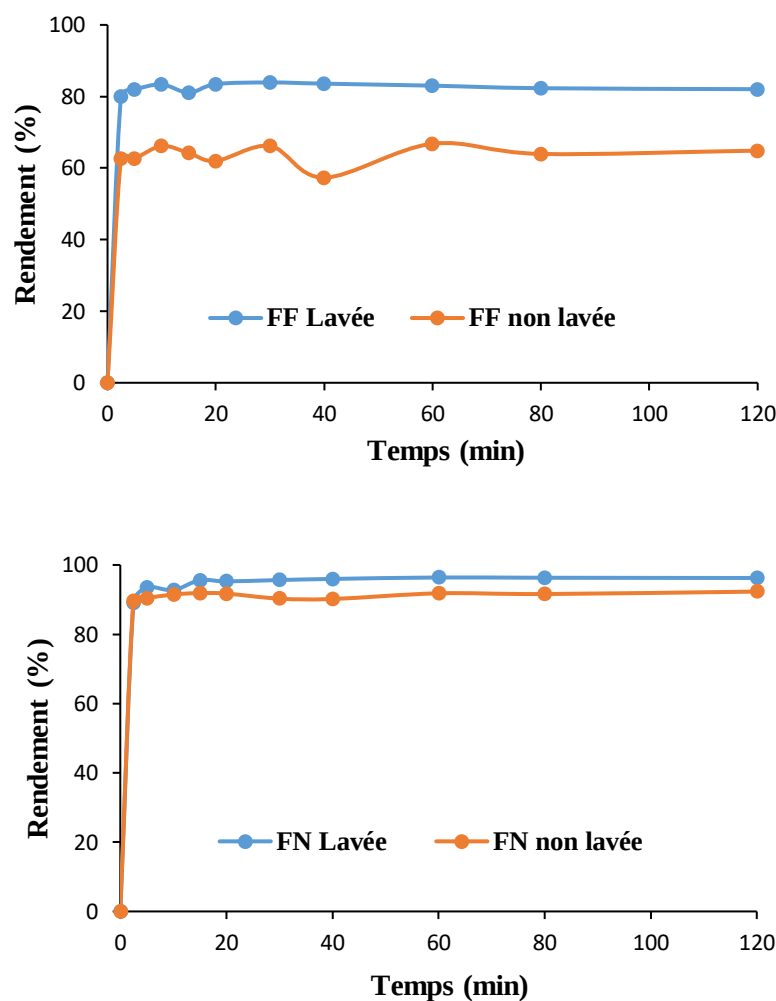


Figure 20 : Effet du lavage sur la capacité d'adsorption de BM par le biosorbant feuilles de néflier (FN) et de figuier (FF). Conditions de réaction : $[BM]_0 = 20 \text{ mg/L}$; $[\text{biosorbant}]_0 = 2 \text{ g/L}$; $\text{pH} \sim 7$; granulométrie $125 \mu\text{m}$; temps de réaction 120 min ; température ambiante.

b) Effet de la granulométrie

La granulométrie des particules est un autre facteur important pouvant influencer les performances du biosorbant pour la dégradation d'un polluant. Les résultats obtenus avec

les trois différentes granulométries étudiées (125, 250 et $> 250 \mu\text{m}$) dans les conditions citées précédemment sont représentés sur la **Figure 21**.

Il ressort de cette figure que l'efficacité de FNL vis-à-vis de la dégradation de BM reste plus au moins inchangé avec les trois granulométries étudiées. Toutefois, une légère supériorité de l'ordre de 96,53 % a été observé pour une granulométrie de 250 μm . Quant au biosorbant FFL, l'augmentation de la granulométrie de 250 μm à 250 μm et plus induit une diminution de l'efficacité d'adsorption du colorant BM. En effet, le rendement passe de 83,5 % à 78,3 % lorsque la granulométrie passe de 125 μm et au-delà de 250 μm . Ce phénomène pourrait s'expliquer par une augmentation de la surface spécifique et du nombre de sites actifs lorsque la granulométrie du biosorbant diminue. D'après les travaux réalisés par **Güleç et al. (2024)** il a été démontré que l'adsorption du bleu de méthylène diminue notablement avec l'augmentation de la taille des particules de l'adsorbant. Ils ont expliqué ce résultat par une réduction de la surface spécifique et une diffusion moins efficace du colorant à l'intérieur du matériau.

D'après les résultats obtenus, la granulométrie de 125 μm a été retenue pour la suite de notre étude.

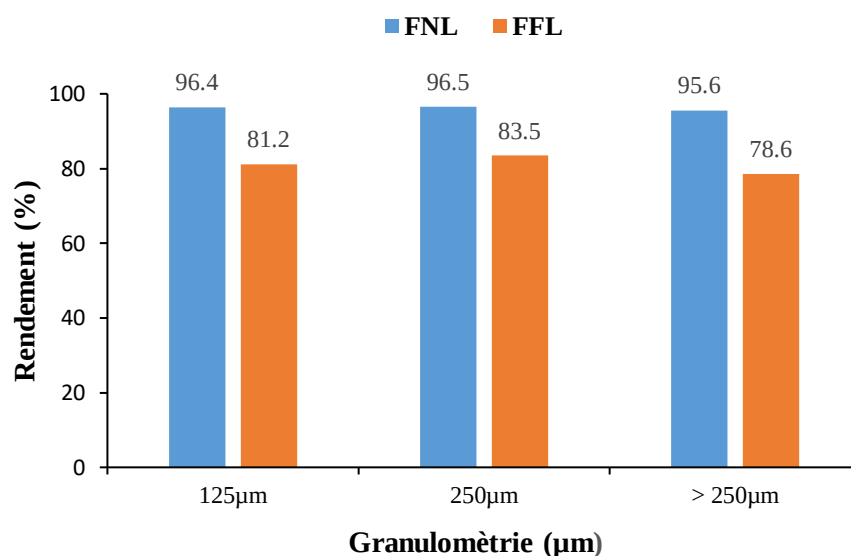


Figure 21 : Effet de la granumométrie des biosorbants FNL et FFL sur la capacité d'adsorption de BM. Conditions de réaction : $[\text{BM}]_0 = 20 \text{ mg/L}$; $[\text{biosorbant}]_0 = 2 \text{ g/L}$; $\text{pH} \sim 7$; temps de réaction 120 min ; température ambiante.

c) Effet du temps de contact

L'étude de l'influence du temps de contact (0 à 120 min) sur l'adsorption de colorant BM par les biomatériaux FNL et FFL est une étape importante car elle permet d'identifier la durée nécessaire pour atteindre l'équilibre (régime stationnaire).

Les résultats de cette étude regroupés sur la **Figure 22** révèlent que l'adsorption de BM est rapide au début du processus dans les 15 à 20 min et commence à ralentir pour se stabiliser au-delà de ce temps. La première étape caractérisée par une grande célérité d'adsorption serait associée à une forte affinité entre l'adsorbant et l'adsorbat en plus d'une grande disponibilité des sites actifs sur la surface du biomatériaux utilisés. La seconde étape plus lente serait liée à une saturation des sites et/ou une accessibilité réduite des sites causée par des forces de répulsions pouvant apparaître entre les molécules de soluté en solution (GuoL et al., 2009). Ce comportement rejoint les observations de Ouaddari et al. (2024) qui ont mis en évidence une adsorption rapide du bleu de méthylène dans les premières minutes, suivie d'un ralentissement lié à la diminution des sites vacants.

D'autre part, il est important de signaler que le processus d'adsorption a été réalisé trois fois dans les mêmes conditions avec chaque biosorbant afin de s'assurer de la reproductibilité des résultats. Les écarts types qui accompagnent chaque courbe de la **Figure 22** confirment la fiabilité des résultats obtenus.

Ainsi, au vu des résultats obtenus et pour s'assurer du bon choix du temps de contact pour la suite de l'étude des autres paramètres, un temps d'équilibre de 60 min et 80 min a été retenu pour le biosorbant FNL et FFL respectivement.

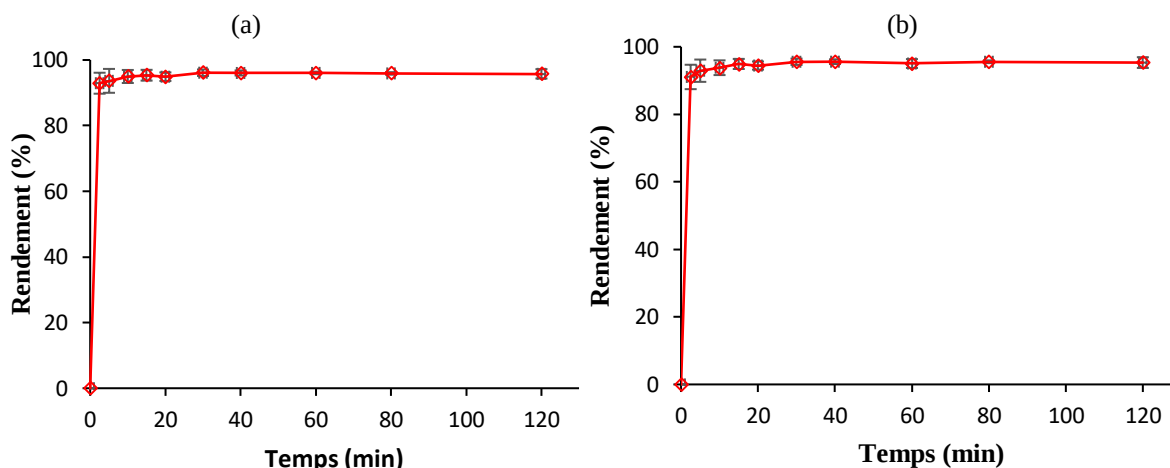


Figure 22 : Effet du temps de contact sur la capacité d'adsorption de BM par FNL (a) et FFL(b). Conditions de réaction : $[BM]_0 = 20 \text{ mg/L}$; $[\text{biosorbant}]_0 = 2 \text{ g/L}$; granulométrie $125 \mu\text{m}$; $\text{pH} \sim 7$; température ambiante.

d) Effet du pH

Le pH est un paramètre très important dans le processus d'adsorption des composés du fait qu'il peut conditionner à la fois la charge superficielle de l'adsorbant ainsi que la structure de l'adsorbat. L'influence du pH sur l'efficacité d'adsorption de BM par FNL et FFL a été étudiée dans une gamme de pH 2 à 11. Les résultats obtenus sont présentés sur la **Figure 23**.

L'observation directe des histogrammes (**Figure 23**) montre que l'efficacité d'adsorption de BM, quel que soit le biomatériau étudié, dépend du pH de la solution. Le taux de dégradation de BM augmente avec l'augmentation du pH dans l'intervalle [2-4] pour FNL et [2-8] pour FFL. Les faibles valeurs du taux d'adsorption de BM dans le milieu acide peuvent s'expliquer par la compétition entre le colorant qui est cationique et les protons (H^+) pour occuper les sites actifs et/ou à la répulsion électrostatique entre la surface du biomatériau chargée positivement ($\text{pH} < \text{pH}_{\text{pzc}}$) et les molécules de colorant BM cationique. D'autre part, le taux d'adsorption augmente avec l'augmentation du pH (**Abdallah et al., 2016**) à raison que la surface du biomatériau devient négative avec la diminution d'ions H^+ , favorisant ainsi l'attraction électrostatique adsorbat-adsorbant. Pour FNL le maximum d'adsorption de BM (96 %) a été enregistré à $\text{pH} \geq 5,5$. Dans le cas de FFL le maximum d'adsorption (83 %) a été obtenu à partir de pH 7,5.

Sur la base des résultats obtenus un pH de 7,5 et 9,5 a été retenu, respectivement, pour FNL et FFL dans la suite de la présente étude. Ce choix est basé sur une moyenne des pH où l'adsorption de BM reste maximale et stable.

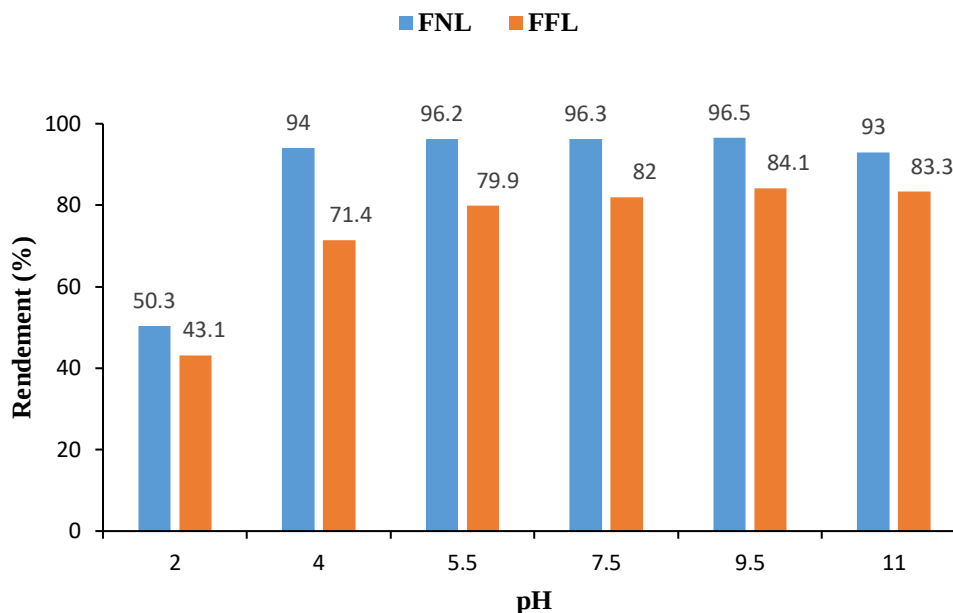


Figure 23 : Effet du pH sur le taux de dégradation de BM par FNL et FFL. Conditions de réaction : $[BM]_0 = 20 \text{ mg/L}$; $[\text{biosorbant}]_0 = 2 \text{ g/L}$; granulométrie $125 \mu\text{m}$; température ambiante.

e) Effet de la concentration initiale de BM

L'effet de la concentration initiale du colorant BM a été étudié pour différentes concentration allant de 10 mg/L à 100 mg/L dans les conditions optimisées précédemment pour les deux biomatériaux FNL et FFL.

Il ressort des résultats reportés sur la **Figure 24** que l'augmentation de la concentration initiale de BM entraîne une augmentation du taux de dégradation du colorant par les deux biomatériaux. Cette augmentation pourrait s'expliquer par une diffusion plus rapide de BM dû à une force d'attraction plus élevée du gradient de concentration (**Hasnain et al. 2007**). Par ailleurs, il est important de souligné que le taux de dégradation de BM par FNL est maximal (96 %) pour une concentration initiale de 20 mg/L , suivi d'une légère baisse au-delà de cette concentration. Ce comportement laisse supposer une saturation progressive des sites actifs (**Ajaelu et al., 2022**). En revanche, en présence de FFL le taux de dégradation augmente progressivement et avoisine 92 % pour une concentration initiale de 100 mg/L .

Ce phénomène pourrait être lié à une cinétique d'adsorption plus lente ou bien à la surface de FFL non saturée à ce moment.

Bien que le taux de dégradation de BM par FNL soit maximal dès 20 mg/L et continu à augmenter au-delà de cette concentration en présence de FFL, il a été judicieux de la fixer comme concentration optimale dans le souci d'établir une comparaison cohérente entre les deux biomatériaux.

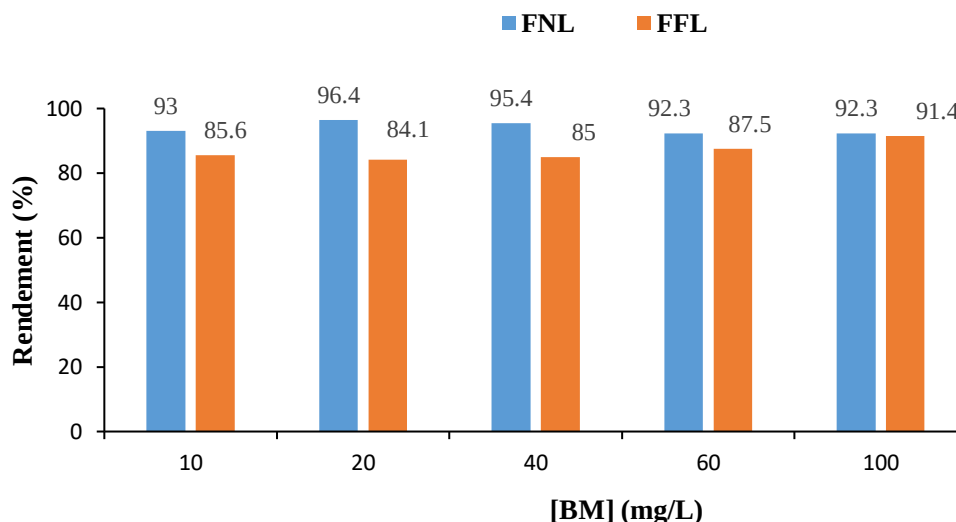


Figure 24 : Effet de la concentration initiale du colorant sur le taux de dégradation de BM par FNL et FFL. Conditions de réaction : $[\text{biosorbant}]_0 = 2 \text{ g/L}$; pH 7,5 pour FNL et 9,5 pour FFL, granulométrie 125 μm ; température ambiante.

f) Effet de la quantité du biomatériau

La détermination de la masse minimale et suffisante d'un matériau pour adsorber un polluant donné, fait partie des paramètres opératoires pouvant influencer directement le processus d'adsorption. Pour cela, l'effet de ce paramètre a été considéré dans cette étude en faisant varier la concentration du biomatériau (biosorbant) dans une gamme de concentration allant de 1 à 10 g/L.

Les résultats obtenus traduits sur la **Figure 25** montre clairement qu'une augmentation de la dose d'adsorbant améliore significativement le rendement d'adsorption pour les deux biomatériaux FNL et FFL dans les conditions optimisées et fixées plus haut. Ce phénomène s'explique par une disponibilité accrue de sites actifs pouvant adsorber plus rapidement le colorant BM. Cependant, il faut remarquer que la capacité d'adsorption

spécifique (Q_e) diminue avec la masse **Figure 26**, probablement en raison d'une répartition plus étendue du colorant sur l'ensemble des particules adsorbantes, ce qui conduit à une saturation partielle et à une efficacité moindre par unité de masse. Ce comportement est observé aussi bien pour le FNL que pour le FFL, traduisant un phénomène classique en adsorption (Nayak et al., 2024).

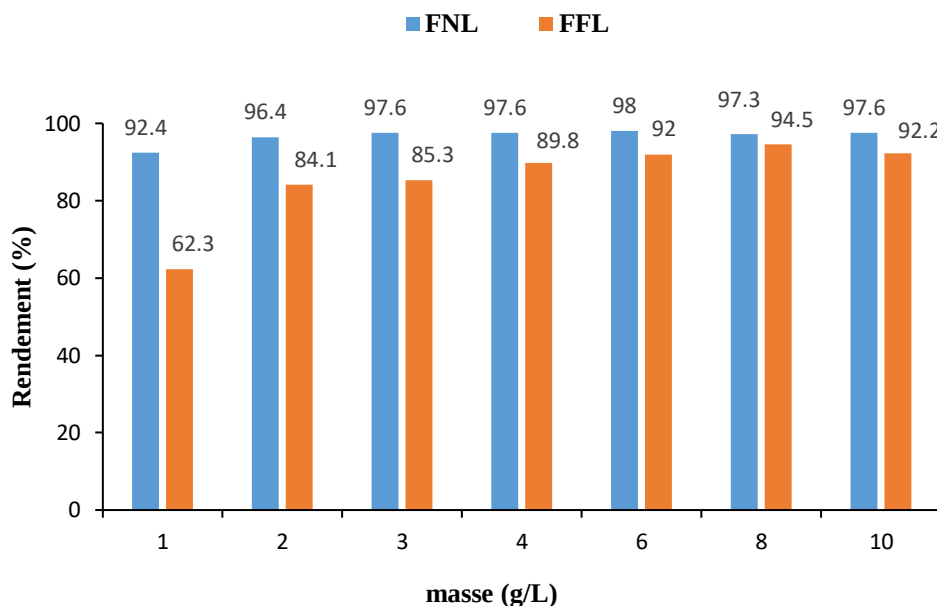


Figure 25 : Effet de la concentration initiale du biosorbant FNL et FFL sur le taux de dégradation de BM. Conditions de réaction : $[BM]_0 = 20$ mg/L ; pH 7,5 pour FNL et 9,5 pour FFL, granulométrie 125 μ m ; température ambiante.

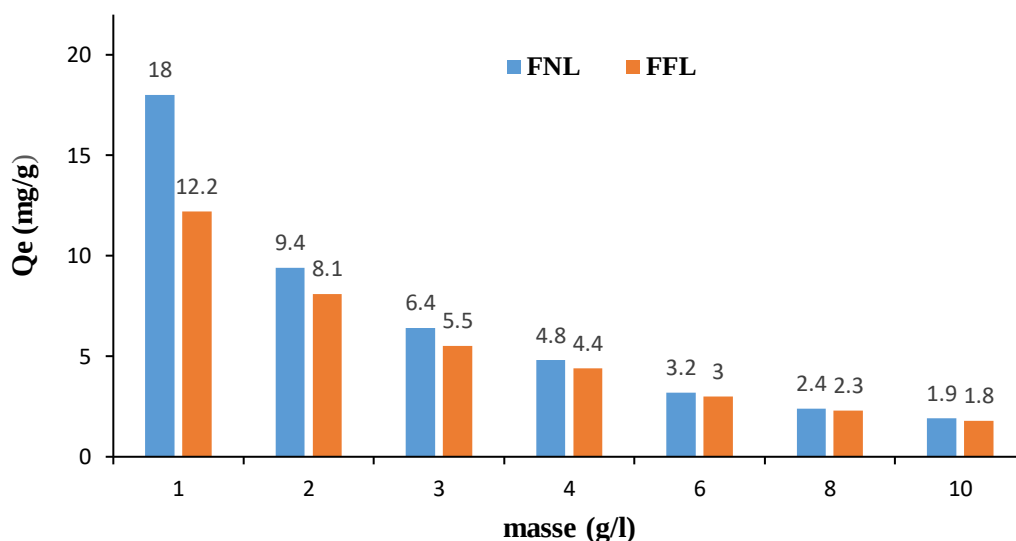


Figure 26 : Effet de la concentration initiale du biosorbant FNL et FFL sur la quantité du BM adsorbée à l'équilibre (Q_e). Conditions de réaction : $[BM]_0 = 20$ mg/L ; pH 7,5 pour FNL et 9,5 pour FFL, granulométrie 125 μ m ; température ambiante.

g) Effet de la température

L'effet de la température sur le taux de dégradation de BM a été réalisé pour des tests dans un domaine de température allant de 20 °C à 50 °C dans les conditions opératoires optimisées précédemment.

Il ressort des résultats de la **Figure 27**, que le taux de dégradation du polluant n'évolue pas de la même manière avec l'augmentation de la température pour les deux biomatériaux étudiés. En effet, il a été remarqué, dans le cas de FNL, qu'une augmentation de la température de 20 °C à 30 °C entraîne une légère augmentation du rendement qui passe de 96 % à 97 % et reste maintenu à cette valeur au-delà de 30 °C. Cette augmentation du taux de dégradation du colorant avec la température induit que le processus d'adsorption est endothermique (**Mosoarca et al., 2020**) contrôlé par le phénomène de diffusion. Quant à l'efficacité du processus en présence de FFL, il a été remarqué qu'une augmentation de la température provoque un effet inverse sur le taux de dégradation de BM qui passe de 84 % à 77 % lorsque la température évolue de 20 °C à 50 °C. Ce résultat peut être associé à une mobilité plus accélérée des molécules du colorant avec l'augmentation de la température pouvant induire un effet électrostatique adsorbat-adsorbant moins efficace. Cela pourrait suggérer qu'en présence du biosorbant FFL le processus d'adsorption du BM dans nos conditions serait exothermique.

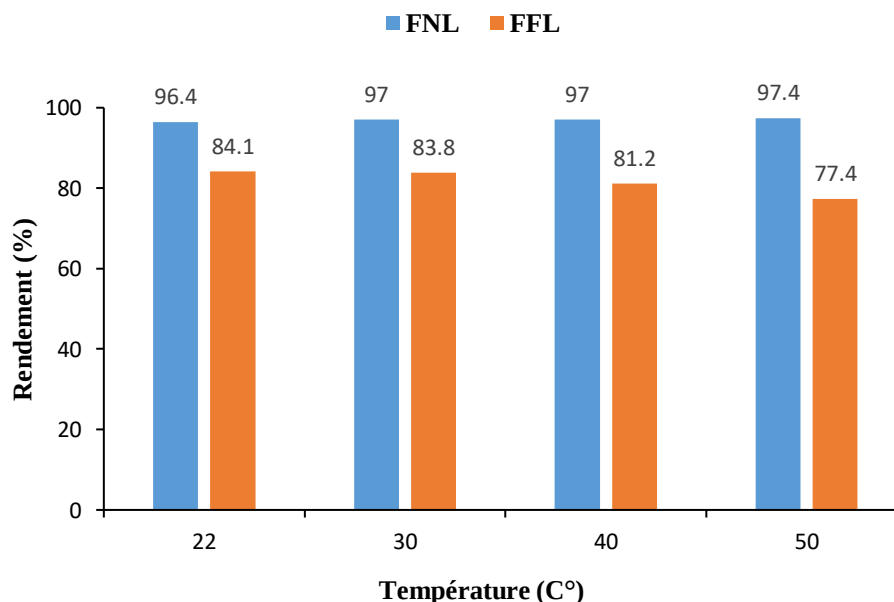


Figure 27 : Effet de la température de réaction sur le taux de dégradation de BM par FNL et FFL. Conditions de réaction : [BM] = 20 mg/L ; [biosorbant]₀ = 2 g/L ; pH 7,5 pour FNL et 9,5 pour FFL, granulométrie 125 µm.

2.3. Analyse thermodynamique

L'analyse thermodynamique a permis de définir les paramètres de l'énergie libre de Gibbs (ΔG°), entropie (ΔS°) et enthalpie (ΔH°) à différentes températures.

Les résultats obtenus, regroupés dans le **Tableau XI** et la **Figure 28**, confirme que le processus d'adsorption de BM est bien endothermique ($\Delta H^\circ > 0$) en présence du biosorbant FNL et exothermique ($\Delta H^\circ < 0$) en présence de FFL dans nos conditions opératoires fixées et optimisées. La valeur positive de ΔS° traduit une augmentation du désordre à l'interface solide-liquide, tandis que les valeurs négatives de ΔG° indiquent une adsorption spontanée par FNL. Ce comportement est à l'inverse de ce qui observé avec FFL ou une diminution du désordre (ΔS° négatif) et une spontanéité du phénomène (ΔG° négatif) ont été observées. Cela suggère un mécanisme thermodynamique distinct du processus d'adsorption de BM par les deux biosorbants FNL et FFL.

Une même conclusion a été avancée par **Awwad et Salem (2011)** lors d'une étude thermodynamique réalisée sur les feuilles de néflier comme biomatériau dans l'adsorption du cadmium, un polluant également cationique.

Tableau XI : Paramètres thermodynamique des biosorbants FNL et FFL.

Biosorbant	T(K)	ΔG° (kJ/mol)	ΔH° (kJ/mol)	ΔS° (J/mol K)
FNL	295,15	-6,46	8,41	50,38
	303,15	-6,86		
	313,15	-7,37		
	323,15	-7,87		
FFL	295,15	-2,59	-1,50	-42,03
	303,15	-2,24		
	313,15	-1,82		
	323,15	-1,40		

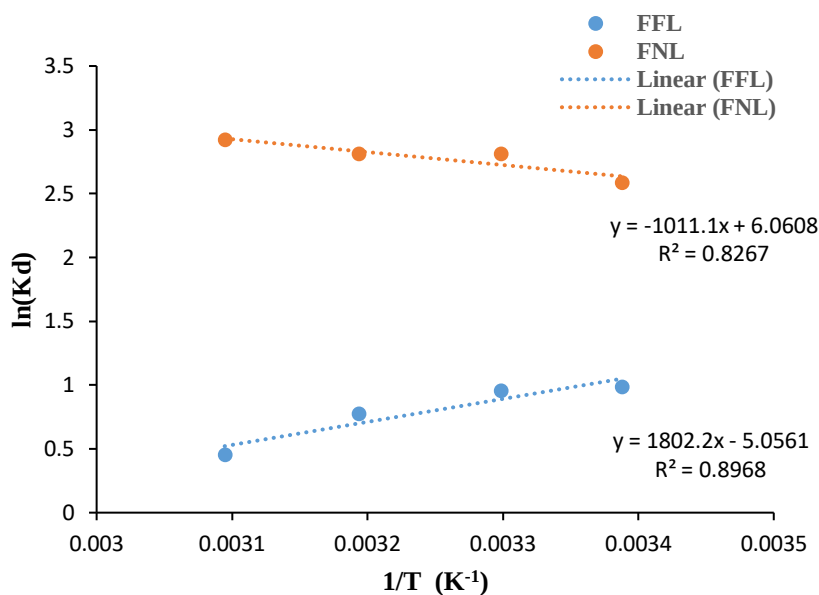


Figure 28 : Analyse thermodynamique pour FNL et FFL.

2.4. Étude des isothermes d'adsorption

L'étude des isothermes d'adsorption est une étape très utile qui permet d'obtenir des informations sur le mode d'adsorption (monocouche ou multicouche) pouvant faciliter la compréhension du mécanisme d'adsorption.

Dans le présent travail, les modèles étudiés sont ceux de Langmuir, Freundlich et Temkin dont les principaux résultats ont été regroupés dans le **Tableau XII**.

Dans un premier temps, l'analyse de l'isotherme obtenue via la classification de **Giles et al. (1960)** a permis d'identifier les isothermes dans une forme de type L (**Figure 29**) pour les deux biosorbants étudiés (FNL et FFL). Cela traduit une adsorption favorable avec saturation progressive des sites actifs.

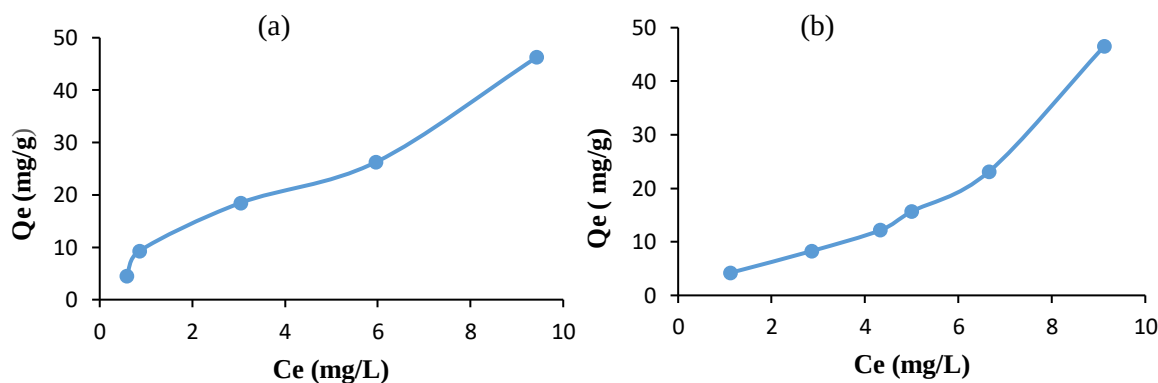


Figure 29 : Types d'isothermes de FNL (a) et FFL (b).

D'autre part, l'ajustement des données expérimentales aux isothermes d'adsorption révèlent des différences entre les deux biomatériaux FNL et FFL. En effet l'examen des isothermes d'adsorption (**Figure 30**) révèle que l'équation de Freundlich présente le coefficient de corrélation le plus élevé ($R^2 = 0,9608$) pour FNL. Ceci indique une adsorption en plusieurs couches sur une surface hétérogène, probablement dominé par des interactions physiques. Le modèle de Langmuir est quant à lui moins performant ($R^2 = 0,936$) en présence de ce biomatériau. En revanche, dans le cas de FFL (**Figure 31**), le modèle de Langmuir présente la meilleure corrélation ($R^2 = 0,9805$) indiquant une adsorption en monocouche sur une surface homogène. La capacité maximale d'adsorption ($Q_m = 55,25$ mg/g) est aussi représentative d'une bonne efficacité (**Tableau XII**) en lien avec la formation de liaisons chimiques. Le modèle de Freundlich est un peu moins adapté ($R^2 = 0,9708$) mais reste acceptable.

Concernant le modèle de Temkin, l'observation de la courbe tracée pour FNL et FFL ne présente pas de linéarité avec un faible coefficient de corrélation ($R^2 = 0,824$). Par conséquent, l'adsorption du colorant cationique par FNL et FFL n'obéit pas au modèle de Temkin.

Tableau XII: Données expérimentales des isothermes d'adsorption BM par FNL et FFL.

Modèles	Paramètres	FNL	R^2	FFL	R^2
Langmuir	Q_m (mg/g)	88,50	0,9360	55,25	0,9805
	K_L	0,1013		0,0723	
Freundlich	$1/n$	0,740	0,9608	0,925	0,9708
	K_F	8,0984		3,5115	
Temkin	K_t	12,79	0,8744	9,4918	0,824
	b	1,3365		9,0718	

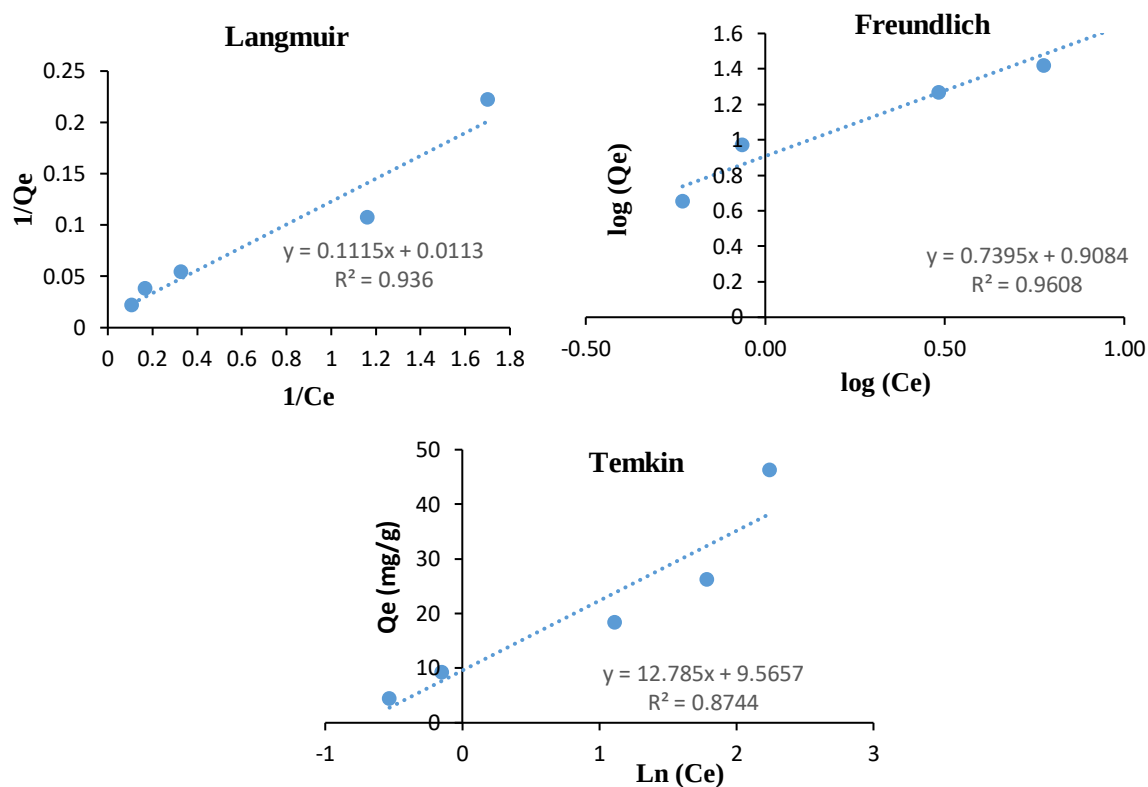


Figure 30 : Isothermes d'adsorption pour FNL.

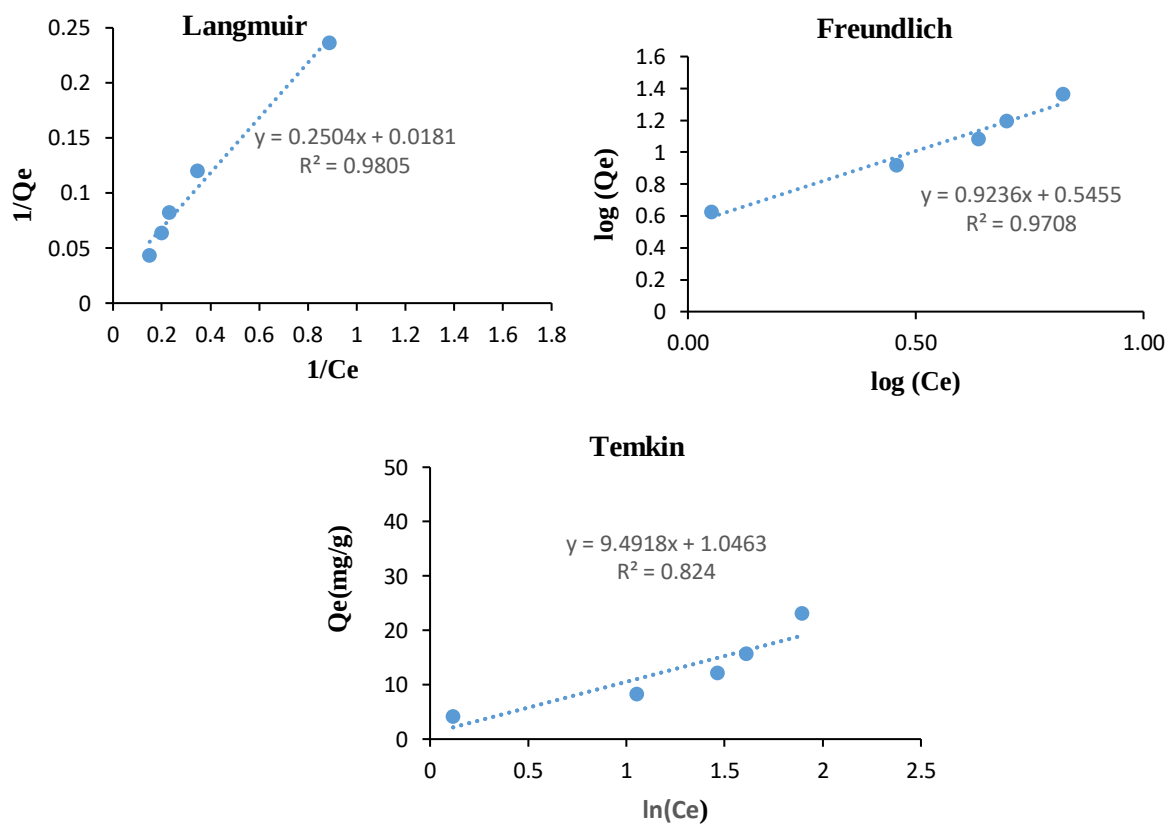


Figure 31 : Isothermes d'adsorption pour FFL.

2.5. Étude de la cinétique d'adsorption

La description du modèle cinétique de l'adsorption du colorant BM a été réalisée selon les modèles : pseudo-premier ordre, pseudo-second ordre et la diffusion intra-particulaire.

a) Cinétiques de pseudo premier(second)-ordre

Les résultats obtenus, regroupés dans le **Tableau XIII** pour les deux biomatériaux (FNL et FFL), montrent que la cinétique d'adsorption du BM suit un modèle de pseudo-second ordre. En effet, l'analyse cinétique réalisée à une concentration de 20 mg/L en BM montre sans ambiguïté que le modèle du pseudo-second ordre est le plus apte à décrire le processus d'adsorption du BM par FNL et FFL. Ceci est confirmé via l'observation de la **Figure 32** qui montre une bonne linéarisation des résultats expérimentaux. Les valeurs de R^2 pour ce modèle sont très proches de 1, confirmant une très bonne corrélation avec les données expérimentales. De plus, les valeurs calculées de la capacité d'adsorption à l'équilibre (Q_e) sont en bon accord avec les données expérimentales. Ces résultats permettent de conclure que la cinétique d'adsorption du colorant BM suivant nos conditions opératoires ne suit pas un modèle de premier ordre.

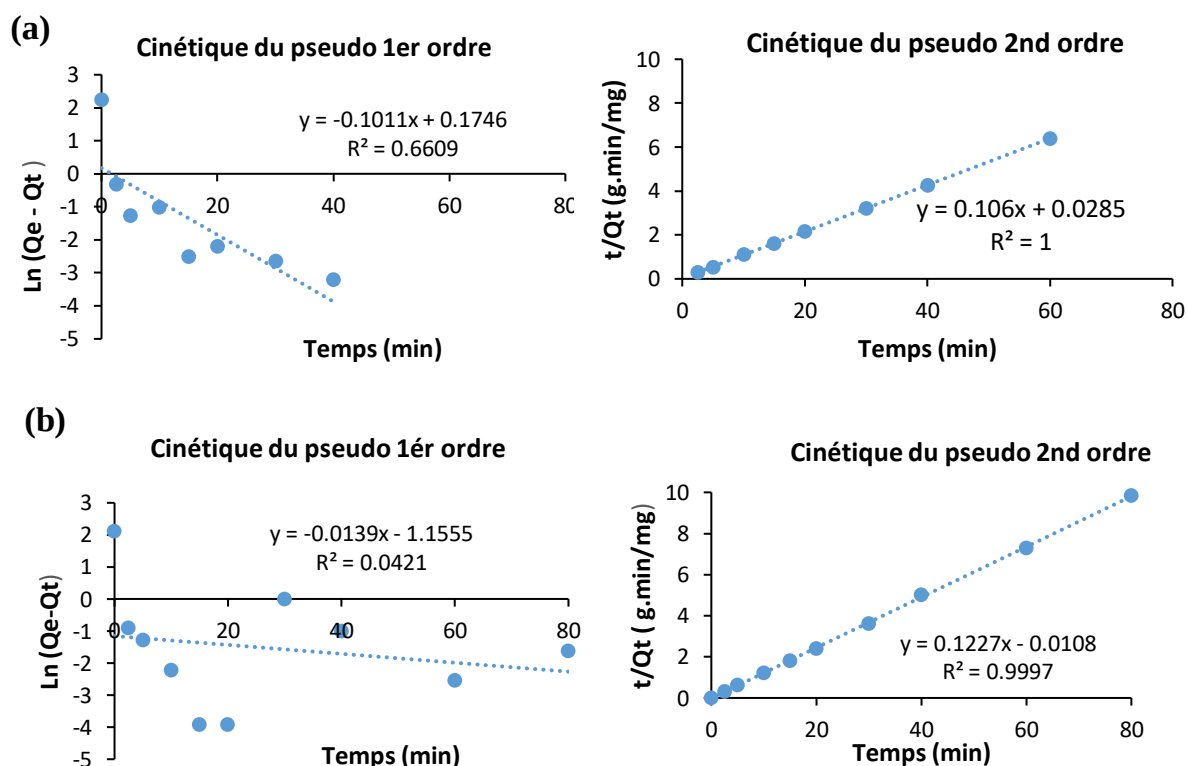


Figure 32 : Représentations graphique selon le modèle cinétique du pseudo 1^{er} 2nd ordre pour de FNL (a) et FFL (b).

Tableau XIII : Constantes de vitesse (K_i) et quantités adsorbées à l'équilibre (Q_{ei}) du colorant BM sur FNL et FFL.

Biosorbant	Q_e (exp)	Pseudo premier ordre			Pseudo second ordre		
		K_1 (min^{-1})	Q_{e1} (mg/g)	R^2	K_2 (g/mg.min)	Q_{e2} (mg/g)	R^2
FNL	9,4	0,1011	1,1907	0,6609	0,5221	9,4161	1
FFL	8,33	0,0139	0,3149	0,0421	-1,394	8,1499	0,9997

b) Diffusion intraparticulaire de Weber-Morris

Ce modèle a été proposé par Weber-Morris dans lequel la quantité adsorbée est reliée au temps et qui s'exprime selon la relation suivante :

$$q_t = K_{IP} \cdot t^{1/2} + C$$

Avec : K_{IP} représente la constante de diffusion intra-particulaire ; C la concentration liée à l'épaisseur de la couche limite

Ce modèle sous sa forme linéarisée, c'est-à-dire en portant q_t en fonction de $t^{1/2}$ est représenté sur la **Figure 33**. Les valeurs de la constante de diffusion intraparticulaire K_{IP} , la capacité d'adsorption à l'instant t (q_t) ainsi que le coefficient de corrélation (R^2) de droites obtenues sont regroupées dans le **Tableau XIV**.

Les résultats obtenus montrent une différence notable entre les deux biosorbants étudiés. En effet, la vitesse de diffusion intraparticulaire en présence de FNL est nettement plus rapide que celle avec FFL (**Tableau XIV**). L'étude des ordonnées à l'origine ($C > 0$) valide la présence d'une résistance à la diffusion externe propre à la création d'une couche limite autour des particules. Cela indique que l'adsorption préliminaire se réalise essentiellement en surface avant que la diffusion interne ne prenne le dessus. D'autre part, le coefficient de corrélation pour FNL ($R^2 = 0,6754$) suggère une corrélation modérée avec le modèle de Weber-Morris et plutôt très faible pour FFL ($R^2 = 0,0532$). Ces résultats indiquent que la diffusion intraparticulaire n'est pas le mécanisme limitant principal pour ces deux biosorbants, en particulier pour FFL (**Zeghache, 2019**).

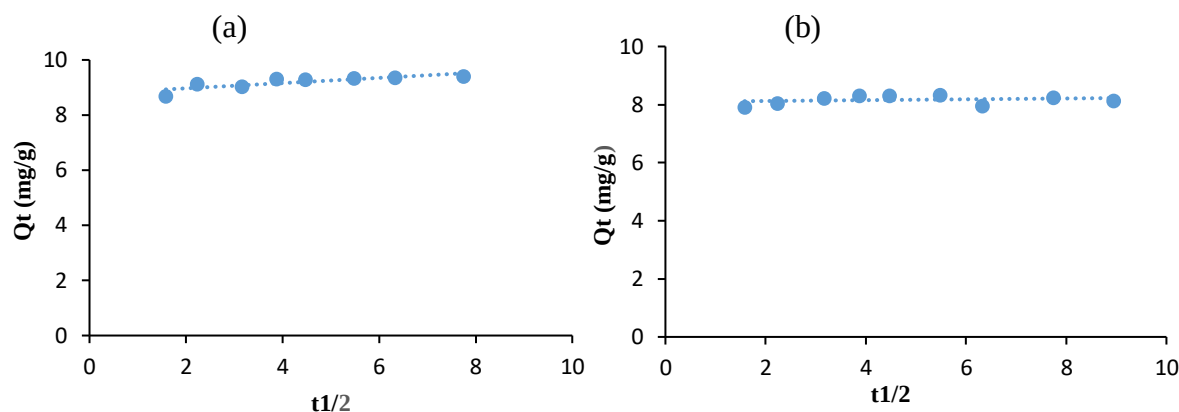


Figure 33 : Représentation graphique de la diffusion intraparticulaire de FNL (a) et FFL(b)

Tableau XIV: Paramètres de diffusion intraparticulaire des biosorbants FNL et FFL.

Biosorbant	K_{id} (mg/g.min ^{1/2})	C (mg .g ⁻¹)	R ²
FNL	0,0949	8,7786	0,6754
FFL	0,0146	8,0935	0,0532

2.6. Régénération du biomatériau FNL

L'une des caractéristiques les plus importantes d'un matériau est sa capacité de réutilisation et sa stabilité à long terme. Par conséquent, le biomatériau le plus performant à avoir FNL a été appliqué pour la dégradation de BM, et cela pour quatre essais répétés dans des conditions expérimentales optimisées. A retenir, qu'après chaque procédé d'adsorption, le biosorbant a été séparé par filtration, lavé avec de l'eau distillée, séché à 50°C et utilisé dans l'essai suivant. L'efficacité de la dégradation durant les 4 cycles est illustrée sur la **Figure 34**.

Les résultats obtenus ont montré que le taux de dégradation du BM a été réduit de 96 % à 94 %, soit une diminution de 2 %, lorsqu'on passe du premier au quatrième cycle. Cette baisse peut être attribuée aux espèces intermédiaires organiques formées au cours du processus d'adsorption et à leur dépôt en surface, induisant un empoisonnement des sites actifs par adsorption (**Kyzas, 2012 ; Benzaquén et al., 2020**). De plus, il a été observé par analyses IR (**Figure 35**) du biomatériau FNL réutilisé après le 1^{er} et 4^{ème} cycle que les

positions de toutes les bandes détectées correspondent à celles obtenues avec le biomatériau frais mais dont l'intensité diminue avec le nombre de cycle. Tous ces résultats impliquent que le biomatériau FNL se montre assez stable lors de la dégradation du colorant cationique dans nos conditions expérimentales optimisées.

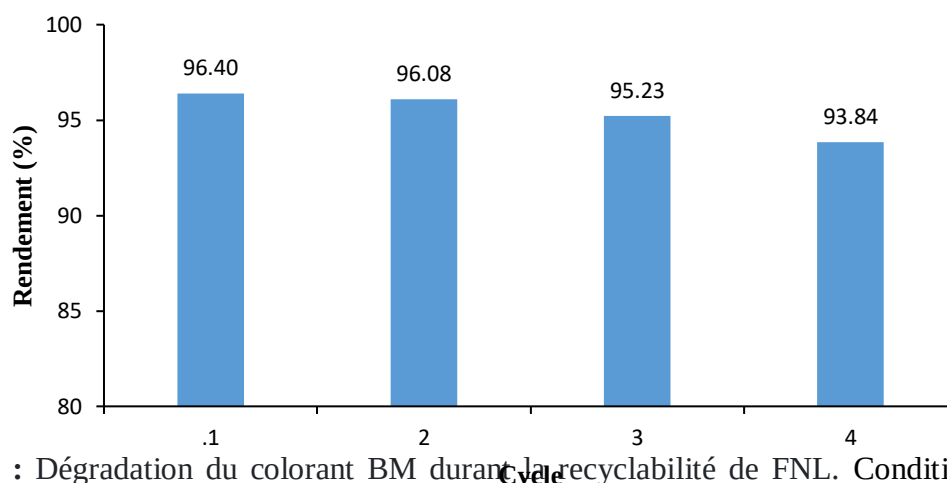


Figure 34 : Dégradation du colorant BM durant la recyclabilité de FNL. Conditions de réaction : $[BM] = 20 \text{ mg/L}$; $[FNL]_0 = 2 \text{ g/L}$; pH 7,5 granulométrie $125 \mu\text{m}$ à température ambiante pendant 60 min.

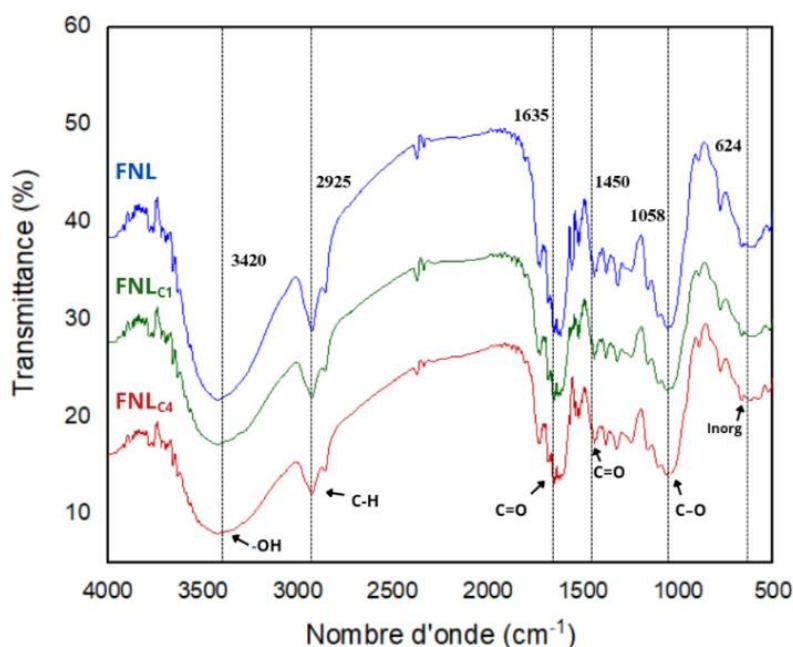


Figure 35 : Spectre IR du FNL avant et après 1^{er} et 4^{ème} cycle.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Face à la pollution croissante des eaux par les rejets industriels, notamment les colorants synthétiques, ce travail vise à promouvoir une approche durable, en valorisant les biomasses végétales locales pour leur capacité de dépollution. Notre étude a été orientée sur deux types de biomatériaux, à savoir les feuilles de néflier (FNL) et de figuier (FFL) pour l'adsorption du colorant cationique le bleu de méthylène. Différentes techniques physico-chimiques ont été utilisés (FRX, pH_{pzc}, titrage de Boehm, IRTF et ATG), suivi par la mise évidence des variables opératoires importantes (pH, concentrations initiales en adsorbat et adsorbant, température) pouvant influencer directement le processus d'adsorption.

Les principaux résultats obtenus ont montré que le biomatériau FNL présente un pouvoir d'adsorption plus important devant FFL après 60 min de réaction, avec un taux de dégradation du colorant de 96,4 % et une capacité d'adsorption de 88,50 mg/g dans les conditions optimisées. Dans le cas de FFL, le taux de dégradation et capacité d'adsorption maximal de l'ordre 84,1 % et 55,25 mg/g, respectivement, ont été obtenus après 80 min.

L'étude des isothermes d'adsorptions a montré que l'adsorption de BM par FNL et FFL concorde bien avec le modèle Freundlich et Langmuir, respectivement.

L'analyse thermodynamique a montré que le processus d'adsorption est endothermique ($\Delta H^\circ > 0$) avec une bonne affinité ($\Delta S^\circ > 0$) en présence du biomatériau FNL. Par ailleurs, ce même processus, apparaît exothermique ($\Delta H^\circ < 0$) accompagné d'un désordre ($\Delta S^\circ < 0$) avec le biomatériau FFL. Toutefois, le processus d'adsorption se révèle spontané ($\Delta G^\circ < 0$) en présence des deux biomatériaux.

L'étude cinétique a montré que le modèle pseudo-second ordre donne une meilleure description de la cinétique d'adsorption de BM comparé au modèle du pseudo-premier ordre.

La régénération de FNL, a montré une bonne performance de dégradation de BM durant 4 cycles consécutifs dans les conditions optimisées.

Cette étude permet d'envisager un certain nombre de perspectives parmi elles :

- Etudier les biomatériaux, plus particulièrement les feuilles de néfliers pour la dégradation d'autres polluants organique ou inorganiques
- Tester les biomatériaux sur des effluents réels domestiques ou industriels.

A

- Abubakar, A., Yasid, N. A., Othman, A. R., & Shukor, M. Y. (2023). Biosorption of azo dyes by bacterial biomass: A review. *Journal of Environmental Microbiology and Toxicology*, 11(1), 38–51. <https://doi.org/10.54987/jemat.v11i1.844>
- Aksu, A., Kütük, N., Çaylak, O., Kasaka, E., Çetinkaya, S., Maslov, M. M., & Kaya, S. (2025). Theoretically supported experimental analyses on Safranin O biosorption from textile wastewater via dead biomass of *Spirogyra porticalis*. *Biomass Conversion and Biorefinery*, 15, 10209–10224. <https://doi.org/10.1007/s13399-024-05882-x>
- Alaboodi, A. S., Kadhim, S. A., & Hussein, A. S. (2025). Ultraviolet-visible spectroscopy, importance, principle, structure and most important applications: A study review. *International Journal of Novel Research in Physics Chemistry & Mathematics*, 12(1), 53–60. <https://doi.org/10.5281/zenodo.14965556>
- Alsharif, M. A. (2025). Understanding adsorption: Theories, techniques, and applications. *IntechOpen*. <https://doi.org/10.5772/intechopen.1008865>
- Apaydın Varol, E., & Mutlu, Ü. (2023). TGA-FTIR analysis of biomass samples based on the thermal decomposition behavior of hemicellulose, cellulose, and lignin. *Energies*, 16(9), 3674. <https://doi.org/10.3390/en16093674>
- Aragaw, T. A., & Bogale, F. M. (2021). Biomass-based adsorbents for removal of dyes from wastewater: A review. *Frontiers in Environmental Science*, 9, Article 764958. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2021.764958>
- Awwad, A. M., & Salem, N. M. (2012). Kinetics and thermodynamics of Cd(II) biosorption onto loquat (*Eriobotrya japonica*) leaves. *Journal of Saudi Chemical Society*, 16(1), 65–70. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2011.10.007>

B

- Babuji, P., Thirumalaisamy, S., Duraisamy, K., & Periyasamy, G. (2023). Human health risks due to exposure to water pollution: A review. *Water*, 15, 2532. <https://doi.org/10.3390/w15142532>
- Bbumba, S., Karume, I., Nsamba, H. K., Kigozi, M., & Kato, M. (2024). An insight into isotherm models in physical characterization of adsorption studies. *European Journal of Applied Sciences*, 12(2), 115–134. <https://doi.org/10.14738/aivp.122.16738>
- Belahrach, B., Farah, M., Belaoufi, Y., Bensemlali, M., Nasrellah, H., Labjar, N., Baraket, A., Dahrouch, A., & El Hajjaji, S. (2025). Optimization of process parameters

for methylene blue dye removal using *Eriobotrya japonica* grains via Box–Behnken design based on response surface methodology. Eng, 6(6), Article 123. <https://doi.org/10.3390/eng6060123>

- Benkartoussa, M. (2021). Utilisation de bio-sorbants dans l'adsorption de plus d'un polluant [Thèse de doctorat, Université de Constantine 3]. Faculté de Génie des Procédés, Département de Génie de l'Environnement.
- Benkhaya, S., El Harfi, S., & El Harfi, A. (2017). Classifications, properties and applications of textile dyes: A review. Heliyon, 3(11), e00463. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2017.e00463>
- Benzaquén, T. B., Ochoa Rodriguez, P. A., Cánepa, A. L., Casuscelli, S. G., Elías, V. R., & Eimer, G. A. (2020). An overview on heterogeneous Fenton and photo-Fenton reactions using zero-valent iron materials. Journal of Molecular Catalysis A: Chemical, 481, 110239.
- Bhadarka, M., Vaghela, D. T., Bamaniya, P. K., Sikotariya, H., Kharadi, N., Bamaniya, M., Makwana, K., & Verma, P. (2024). Water pollution: Impacts on environment. In Sustainable Aquaculture: A Step Towards A Green Future in Fish Farming (pp. 163–181). Satish Serial Publishing House.
- Bollinger, J.-C., Lima, E. C., Mouni, L., Salvestrini, S., & Tran, H. N. (2025). Molecular properties of methylene blue, a common probe in sorption and degradation studies: A review. Environmental Chemistry Letters. <https://doi.org/10.1007/s10311-025-01856-1>
- Bomoï Matita, H. J., Bongo Ngiala, G., Mpiana, P. T., Ukondalemba Mindele, L., Matiaba, N., Lopili, L., Booto Bokonda, E., & Mbadiko, C. M. (2020). A mini-review on pollution of water resources: Causes and consequences. Global Scientific Journal, 8(3), Article 293. <https://www.globalscientificjournal.com>

C

- Călin, C., Sîrbu, E.-E., Tănase, M., György, R., Popovici, D. R., & Banu, I. (2024). A thermogravimetric analysis of biomass conversion to biochar: Experimental and kinetic modeling. Applied Sciences, 14(21), 9856. <https://doi.org/10.3390/app14219856>
- Castro, K. C. de, Cossolin, A. S., Oliveira dos Reis, H. C., & de Moraes, E. B. (2017). Biosorption of anionic textile dyes from aqueous solution by yeast slurry from brewery.

Brazilian Archives of Biology and Technology, 60, e17160101.
<https://doi.org/10.1590/1678-4324-2017160101>

- Cocco, G., Cocco, A., Sollai, F., Sanjust, E., & Zucca, P. (2017). Bioinspired versus enzymatic oxidation of some homologous thionine dyes in the presence of immobilized metalloporphyrin catalysts and ligninolytic enzymes. *International Journal of Molecular Sciences*, 18(12), 2560. <https://doi.org/10.3390/ijms18122560>

D

- de Araujo, L. G., Martins, G. F., Campera, A. A. A., Marumo, J. T., & Guilhen, S. N. (2024). Biosorption of methylene blue by bone meal: Experimental and modeling with machine learning and full factorial design. *Frontiers in Environmental Chemistry*, 5, 1451051. <https://doi.org/10.3389/fenvc.2024.1451051>
- Djama, C., Bouguettoucha, A., Chebli, D., Amrane, A., Tahraoui, H., Zhang, J., & Mouni, L. (2023). Experimental and theoretical study of methylene blue adsorption on a new raw material, *Cynara scolymus*—A statistical physics assessment. *Sustainability*, 15(13), 10364. <https://doi.org/10.3390/su151310364>
- Dos Santos, D., Moreira, W., de Araújo, T., Bernardo, M., Fonseca, I., Ostroski, I., & de Barros, M. A. (2024). Removal of emerging contaminants from water by using carbon materials derived from *Tingui shells*. *Separations*, 11, 215. <https://doi.org/10.3390/separations11070215>

E

- Elgarahy, A. M., Elwakeel, K. Z., Mohammad, S. H., & Elshoubaky, G. A. (2021). A critical review of biosorption of dyes, heavy metals and metalloids from wastewater as an efficient and green process. *Cleaner Engineering and Technology*, 4, 100209. <https://doi.org/10.1016/j.clet.2021.100209>

F

- Fomina, M., & Gadd, G. M. (2014). Biosorption: Current perspectives on concept, definition and application. *Bioresource Technology*, 160, 3–14. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2013.12.102>

G

- Ghoniem, A. A., Moussa, Z., Alenzi, A. M., Alotaibi, A. S., Fakhry, H., El-Khateeb, A. Y., Saber, W. I. A., & Elsayed, A. (2023). *Pseudomonas alcaliphila* NEWG-2 as biosorbent agent for methylene blue dye: Optimization, equilibrium isotherms, and kinetic processes. *Scientific Reports*, 13, Article 30462. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-30462-w>
- Goertzen, S. L., Thériault, K. D., Oickle, A. M., Tarasuk, A. C., & Andreas, H. A. (2009). Standardization of the Boehm titration. Part I. CO₂ expulsion and endpoint determination. *Carbon*, 47(15), 3202–3212. <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2009.11.050>
- Gong, Y., Chen, X., & Wu, W. (2024). Application of Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy in sample preparation: Material characterization and mechanism investigation. *Advances in Sample Preparation*, 11, Article 100122. <https://doi.org/10.1016/j.sampre.2024.100122>
- Güleç, F., Williams, O., Samson, A., Kostas, E. T., Stevens, L. A., & Lester, E. (2024). Exploring the utilisation of natural biosorbents for effective methylene blue removal. *Applied Sciences*, 14(1), 81. <https://doi.org/10.3390/app14010081>
- Gusmão, K. A. G., Gurgel, L. V. A., Melo, T. M. S., & Gil, L. F. (2013). Adsorption studies of methylene blue and gentian violet on sugarcane bagasse modified with EDTA dianhydride (EDTAD) in aqueous solutions: Kinetic and equilibrium aspects. *Journal of Environmental Management*, 130, 135–145. <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2013.01.017>

H

- Hasnain Isa, M., Siew Lang, L., Asaari, F. A. H., Aziz, H. A., Azam Ramli, N., & Dhas, J. P. A. (2007). Low-cost removal of disperse dyes from aqueous solution using palm ash. *Dyes and Pigments*, 74, 446–453.
- He, J., Yang, Y., Wu, Z., Xie, C., Zhang, K., Kong, L., & Liu, J. (2020). Review of fluoride removal from water environment by adsorption. *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8(6), Article 104516. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2020.104516>

- Hulupia, M., Keryantia, Dewia, W. T., Rahmawati, K. A., & Abdilah, F. (2023). Validation of methylene blue analysis method in wastewater samples by UV-Vis spectrophotometry. *Equilibrium Journal of Chemical Engineering*, 7(2). <https://doi.org/10.20961/equilibrium.v7i2.75807>
- Hussain, A. A., Mohammed, S. R., Nallu, M., & Arivoli, S. (2012). Kinetics and thermodynamic studies of copper (II) ion from aqueous solution by activated granite. *International Journal of Advanced Scientific Research and Technology*, 3(2). ISSN 2249 9954.

I

- Ingle, A. P., Saxena, S., Moharil, M. P., Rivaldi, J. D., Ramos, L., & Chandel, A. K. (2025). Production of biomaterials and biochemicals from lignocellulosic biomass through sustainable approaches: Current scenario and future perspectives. *Biotechnology for Sustainable Materials*, 2(3). <https://doi.org/10.1186/s44316-025-00025-2>

K

- Kalam, S., Abu-Khamsin, S. A., Kamal, M. S., & Patil, S. (2021). Surfactant adsorption isotherms: A review. *ACS Omega*, 6(48), 32342–32348. <https://doi.org/10.1021/acsomega.1c04323>
- Karaman, C., & Aksu, Z. (2020). Modelling of Remazol Black-B adsorption on chemically modified waste orange peel: pH shifting effect of acidic treatment. *Sakarya University Journal of Science*, 24(5), 1135–1150.
- Karim, A. B., Mounir, B., Hachkar, M., Bakasse, M., & Yaacoubi, A. (2010). Élimination du colorant basique « Bleu de Méthylène » en solution aqueuse par l'argile de Safi. *Revue des sciences de l'eau / Journal of Water Science*, 23(4), 375–388. <https://doi.org/10.7202/045099ar>
- Kyzas, G. Z. (2012). Commercial coffee wastes as materials for adsorption of heavy metals from aqueous solutions. *Materials*, 5(10), 1826–1840. <https://doi.org/10.3390/ma5101826>

L

- Lian, L., Guo, L., & Guo, C. (2009). Adsorption of Congo red from aqueous solutions onto Ca-bentonite. *Journal of Hazardous Materials*, 161, 126–131.

- Lin, L., Yang, H., & Xu, X. (2022). Effects of water pollution on human health and disease heterogeneity: A review. *Frontiers in Environmental Science*, 10, 880246. <https://doi.org/10.3389/fenvs.2022.880246>
- López Pastor, R., Pinna-Hernández, M. G., Sánchez Molina, J. A., & Acién Fernández, F. G. (2025). Influence of the moisture and ash content in flue gases on the performance of adsorption processes using activated carbons to capture the CO₂ for reuse in greenhouses. *Heliyon*, 11, e40346. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2024.e40346>
- Louka, N. E. H., & Dada, K. (2017). Élimination des colorants textiles par un matériau d'origine naturelle. [Mémoire de Master, Université Ibn Khaldoun Tiaret] Algérie.

M

- Mahmoud, D. K., Salleh, M. A. M., & Wan Abdul Karim, W. A. (2012). Langmuir model application on solid–liquid adsorption using agricultural wastes: Environmental application review. *Journal of Purity, Utility Reaction and Environment*, 1(4), 170–199. ISSN: 2232 1179.
- Matita, H. J. B., Ngjala, G. B., Mpiana, P. T., Mindele, L. U., Matiaba, N., Lopili, L., Bokonda, B., & Mbadiko, C. M. (2020). A mini-review on pollution of water resources: Causes and consequences. *Global Scientific Journal*, 8(3), 293–303. <https://www.globalscientificjournal.com>
- Michalak, I., Chojnacka, K., & Witek-Krowiak, A. (2013). State of the art for the biosorption process—a review. *Applied Biochemistry and Biotechnology*, 170(6), 1389–1416. <https://doi.org/10.1007/s12010-013-0269-0>
- Mosoarca, G., Vancea, C., Popa, S., Gheju, M., & Boran, S. (2020). *Syringa vulgaris* leaves powder—a novel low-cost adsorbent for methylene blue removal: Isotherms, kinetics, thermodynamic and optimization by Taguchi method. *Scientific Reports*, 10, 17676. <https://doi.org/10.1038/s41598-020-74819-x>
- Muthuramakrishnan, D., Bulai, I. M., & Venturino, E. (2024). Water pollution: A major threat to human health. *Water Pollution ResearchGate* [Preprint]. https://www.researchgate.net/publication/385659685_Water_Pollution_A_Major_Threat_to_Human_Health

N

- Nayak, A., Bhushan, B., & Kotnala, S. (2024). Fundamentals and mechanism of adsorption. In *Sustainable Technologies for Remediation of Emerging Pollutants from*

Aqueous Environment (pp. 29–62). Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-443-18618-9.00002-4>

O

- Onyango, C., Nyairo, W., Tchieta, G. P., & Shikuku, V. O. (2025). Watermelon rind based adsorbents for the removal of water pollutants: A critical review. *Frontiers in Environmental Chemistry*, 6, 1568695. <https://doi.org/10.3389/fenvc.2025.1568695>
- Osman, A. I., Abd El-Monaem, E. M., Elgarahy, A. M., Aniagor, C. O., Hosny, M., Farghali, M., Rashad, E., Ejimofor, M. I., López-Maldonado, E. A., Ihara, I., Yap, P.-S., Rooney, D. W., & Eltaweil, A. S. (2023). Methods to prepare biosorbents and magnetic sorbents for water treatment: A review. *Environmental Chemistry Letters*. <https://doi.org/10.1007/s10311-023-01603-4>
- Ouaddari, H., Abbou, B., Lebkiri, I., Habsaoui, A., Ouzzine, M., & Fath Allah, R. (2024). Removal of methylene blue by adsorption onto natural and purified clays: Kinetic and thermodynamic study. *Chemical Physics Impact*, 8, 100405. <https://doi.org/10.1016/j.chphi.2023.100405>

P

- Pathania, D., Sharma, S., & Singh, P. (2017). Removal of methylene blue by adsorption onto activated carbon developed from *Ficus carica* bast. *Arabian Journal of Chemistry*, 10(Supplement), S1445–S1451. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2013.04.021>

R

- Revenko, A. G., & Pashkova, G. V. (2023). X-Ray Fluorescence Spectrometry: Current Status and Prospects of Development. *Journal of Analytical Chemistry*, 78(11), 1452–1468. <https://doi.org/10.1134/S1061934823110072>
- Ríos-Reina, R., & Azcarate, S. M. (2023). How chemometrics revives the UV-Vis spectroscopy applications as an analytical sensor for spectralprint (nontargeted) analysis. *Chemosensors*, 11(1), 8. <https://doi.org/10.3390/chemosensors11010008>

S

- Shamim, S. (2018). Biosorption of heavy metals. In J. Derco & B. Vrana (Eds.), *Biosorption*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.72099>

- Soltani, A., Faramarzi, M., & Mousavi Parsaa, S. A. (2021). A review on adsorbent parameters for removal of dye products from industrial wastewater. *Water Quality Research Journal*, 56(4), 181–198. <https://doi.org/10.2166/wqrj.2021.023>

T

- Theivandran, G., Mohamed Ibrahim, S., & Murugan, M. (2015). Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectroscopic analysis of *Spirulina fusiformis*. *Journal of Medicinal Plants Studies*, 3(4), 30–32.
- Torres, E. (2020). Biosorption: A review of the latest advances. *Processes*, 8(12), Article 1584. <https://doi.org/10.3390/pr8121584>

U

- Uddin, M. T., Rahman, M. A., Rukanuzzaman, M., & Islam, M. A. (2017). A potential low cost adsorbent for the removal of cationic dyes from aqueous solutions. *Applied Water Science*, 7, 2831–2842. <https://doi.org/10.1007/s13201-017-0542-4>

W

- Wang, S., Dai, G., Yang, H., & Luo, Z. (2017). Lignocellulosic biomass pyrolysis mechanism: A state-of-the-art review. *Progress in Energy and Combustion Science*, 62, 33–86. <https://doi.org/10.1016/j.pecs.2017.05.004>

X

- Xiao, W., Sun, R., Hu, S., Meng, C., Xie, B., Yi, M., & Wu, Y. (2023). Recent advances and future perspective on lignocellulose-based materials as adsorbents in diverse water treatment applications. *International Journal of Biological Macromolecules*, 253(Pt 3), 126984. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2023.126984>

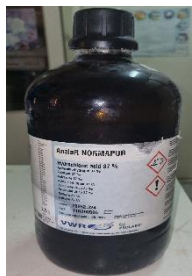
Z

- Zamouche, M. (s.d.). Étude et caractérisation de certains matériaux comme biosorbants Thèse de doctorat, Université de Constantine 3. Algérie.
- Zeghache, H. (2019). Étude de l'adsorption des colorants sur un matériau poreux : charbon actif Thèse de doctorat, Université Larbi Ben M'hidi Oum-El-Bouaghi. Algérie

ANNEXE 1 : Réactifs et produits chimiques

Cette section présente l'ensemble des produits chimiques et réactifs utilisés lors des différentes analyses effectuées dans le cadre de cette étude, tous provenant du laboratoire situé dans le bloc 9, laboratoire 9. Le **Tableau A.1** récapitule leurs caractéristiques principales.

Tableau A.1 : Produits chimiques et réactifs utilisés pour les analyses.

Produit	Formule	Masse molaire (g/mol)	Photos
Acide chlorhydrique	HCl	36,46	
Bicarbonate de sodium	NaHCO ₃	84,01	
Bleu de méthylène	C ₁₆ H ₁₈ ClN ₃ S	319,85	
Carbonate de sodium	Na ₂ CO ₃	105,99	

Scharlau

Reduktion chloroxym
100% wirksam
A/E/L 100, Killing 99% Virus
Killing 99.99%
Hautdesinfektion
Reduktion chloroxym
Quarantäne-Hygiene
Kontakt-Desinfektion

Kontaktzeit 10 Minuten



ANNEXE 2 : Appareils et équipements

L'ensemble des appareils et équipements utilisés pour la réalisation des analyses sont présentés sur les **Figures A.2.1-A.2.12**. Ces instruments ont permis d'effectuer les différentes mesure et caractérisations nécessaires à cette étude.



Figure A.2.1 : Analyser thermogravimétrique (SETARAM) (Bloc de recherche)



Figure A.2.2 : Balance (KERN EWJ) (Bloc 9)



Figure A.2.3 : Centrifugeuse (Bloc 9)



Figure A.2.4 : Microcentrifugeuse (Bloc 9)



Figure A.2.5 : Dessiccateur à gel de Silice (Bloc 9)



Figure A.2.6 : Etuve (BINDER) (Bloc 9)



Figure A.2.7 : pH-mètre (AD1030) (Bloc 9)



Figure A.2.8 : Plaque agitatrice et chauffante (Bloc 9)



Figure A.2.9 : Pompe sous-vide (Bloc 9)



Figure A.2.10 : Spectroscopie UV/VIS (VIS-7220 G) (Bloc 9)

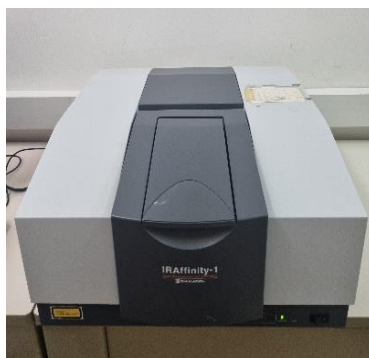


Figure A.2.11 : Spectroscopie infrarouge (SHIMADZU) (Bloc 11)



Figure A.2.12 : Tamiseuse (RESTCH) (Bloc 12)

ملخص

هذه الدراسة جزء من نهج التنمية المستدامة، باستخدام نفايات النباتات المحلية لمعالجة المياه المحملة بالملوثات. وبالتالي، ركز العمل على مادتين حيويتين، وهما أوراق المشملة المغسولة وأوراق النين (FNL و FFL) المطبقة في امتزاز صبغة الميثيلين الأزرق. أظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن FNL لديه قوة امتزاز أعلى من FFL بعد 60 دقيقة من التفاعل، مع معدل تحلل الصبغة 96.4٪ وسعة امتزاز تقدر بـ 88.50 ملغم/غم في ظل الظروف المثلى. في حالة FFL، تم الحصول على أقصى معدل تحلل وسعة امتزاز 84.1٪ و 55.25 ملغم/غم على التوالي بعد 80 دقيقة. كشف التحليل الديناميكي الحراري أن عملية الامتزاز ماصة للحرارة على FNL وطاردة للحرارة على FFL. تتبع حركية امتزاز MB بواسطة FNL و FFL نموذج شبه الدرجة الثانية. إن استقرار FNL في عملية امتصاص MB بعد 4 اختبارات متتالية يسلط الضوء على قدرته على التجدد.

الكلمات المفتاحية: الامتزاز، الميثيلين الأزرق، الكتلة الحيوية النباتية، المواد الماصة الحيوية، التلوث.

Résumé

La présente étude s'inscrit dans une approche de développement durable, en utilisant des déchets végétaux locaux pour traiter les eaux chargées en polluants. Ainsi, le travail s'est orienté sur deux biomatériaux en l'occurrence les feuilles de néflier et de figuier lavées (FNL et FFL) appliqués dans l'adsorption du colorant bleu de méthylène. Les résultats obtenus ont montré que FNL présente un pouvoir d'adsorption plus important devant FFL après 60 min de réaction, avec un taux de dégradation du colorant de 96,4% et une capacité d'adsorption de 88,50 mg/g dans les conditions optimisées. Dans le cas de FFL, le taux de dégradation et de capacité d'adsorption maximal sont de l'ordre de 84,1 % et de 55,25 mg/g respectivement, ont été obtenus après 80 min. L'analyse thermodynamique a révélé que le processus d'adsorption est endothermique sur FNL et exothermique sur FFL. La cinétique d'adsorption de MB par FNL et FFL suit le modèle du pseudo-second ordre. La stabilité de FNL dans le processus d'adsorption de MB après 4 essais consécutifs met en évidence sa capacité à être régénéré.

Mots-clés : Adsorption, Bleu de méthylène, Biomasses végétales, Biosorbants, Pollution.

Abstract

This study is part of a sustainable development approach, using local plant waste to treat pollutant-laden waters. Thus, the work is oriented on two biomaterials, namely washed medlar and fig leaves (FNL and FFL) applied in the adsorption of methylene blue dye. The results obtained showed that FNL has a higher adsorption power than FFL after 60min of reaction, with a dye degradation rate of 96,4% and an adsorption capacity of 88,50 mg/g under the optimized conditions. In the case of FFL, the degradation rate and the maximum adsorption capacity were 84,1% and 55,25 mg/g respectively, were obtained after 80 min. Thermodynamic analysis revealed that the adsorption process is endothermic on FNL and exothermic on FFL. The kinetics of MB adsorption by FNL and FFL are suitable for the pseudo-second model. The stability of FNL in the MB adsorption process after 4 successive tests with evidence of its ability to be regenerated.

Key words: Adsorption, Methylene blue, Plant biomasses, Biosorbents, Pollution.