

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA-BEJAIA
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT GENIE DES PROCÉDES

Présenté par

M^{elle} BOUCHERGUINE Lynda & M^{elle} GHILAS Tassadit

En vue de l'obtention du diplôme de master en Génie des Procédés

Option : Génie Chimique

THEME

**Adsorption du plomb par une membrane composite à
base de (CTA+ Silice)**

Devant le jury composé de :

Mme ROUBA Nabila

Présidente

Mme HATOU Aziza

Examinatrice

Mme BELAID Taous

Encadreure

Mme BOURAS Kahina

Co-encadreure

Promotion 2016

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE**



**UNIVERSITE ABDERRAHMANE MIRA-BEJAIA
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT GENIE DES PROCED**

**Laboratoire Procédés Membranaires et Techniques de Séparation et de
Récupération (LPM TSR)**

En vue de l'obtention du diplôme de master en Génie des Procédés
Option : Génie Chimique

THEME

**Extraction et récupération du plomb par la silice
traitée**

Réaliser par

REBBOUH Sakina

OUADI Kahina

Promoteurs

Promotion 2015

M^{me} BELAID Taous

Remerciements

Avant tout, nous tenons à remercier le Dieu tout puissant qui nous a accordé santé et courage pour mener ce travail jusqu'à son bout.

Nous tenons aussi à remercier nos chers parents pour leurs soutiens et tous ceux qui nous ont aidé à savoir :

Notre promotrice M^{me} BELAID .T pour avoir accepté de nous encadrer, avoir apporté son aide et ses conseils précieux ;

Notre co-promotrice M^{me} BOURAS.K ;

M^{me} ROUBA.N . pour sa disponibilité et son aide, et de nous avoir fait l'honneur de présider notre jury ;

M^{me} HATOU.A . d'avoir accepté d'examiner notre travail ;

Nous remercions également tous ceux qui nous ont aidés de près ou de loin pour la réalisation de ce travail et les enseignants qui nous ont formés tout au long de notre cursus.

Merci à Tous

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

À ceux qui ont donné un sens à mon existence, en m'offrant une éducation digne de confiance ceux qui m'ont soutenu nuit et jour.

Durant mon parcours ; à vous mes très chères parents Fatiha et Belkacem que dieu les garde et les protège pour nous.

- *A mes frères : Nadir et Riad*
- *A ma sœur Katia*
- *A mon fiancé Abdelhak et tout sa famille*
- *A ma grande-mère Sakina*
- *A mes cousines Hanane et Ladja*
- *A toutes mes amies Sakina, Kahina, . . .*
- *A ma binôme Lynda et sa famille*

Tassadit

*D*edicaces

Je dédie ce modeste travail à :

À ceux qui ont donné un sens à mon existence, en m'offrant une éducation digne de confiance ceux qui m'ont soutenu nuit et jour.

Durant mon parcours ; à vous mes très chères parents Saida et Arezki que dieu les garde et les protège pour nous.

- *A mes frères : Lyes, Mounir et son épouse Souhila.*
- *A ma sœur Samia et son époux Yacine et mon neveu Razine.*
- *A toutes mes amies Melaz, Djahida, Nassima, Tiziri, Siham, et Wassila.*
- *A ma binôme Tassadit et sa famille.*

Lynda

Liste des figures

Figure (I-1) : Courbe de distribution des espèces Pb^{2+} hydroxylées en fonction du pH.....	9
Figure (I-2) : Mécanisme de diffusion de l'adsorbat vers l'adsorbant.....	14
Figure (II-1) : Formule chimique du Triacétate de Cellulose (CTA).....	23
Figure (II-2) : Préparation des membranes avec la silice traitée par NaCl.....	26
Figure (II-3) : Appareil Spectroscopie Infrarouge.....	28
Figure (II-4) : Appareil microscope électronique à balayage.....	29
Figure (II-5) : Appareil Spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA) utilisée.....	31
Figure (III-1) : spectres IRTF du kaolin traité par NaCl.....	32
Figure (III-2) : spectres IRTF de la CTA brute.....	33
Figure (III-3) : spectres IRTF de la membrane préparée pendant 24 heures.....	34
Figure (III-4) : Les membranes sans kaolin observées par microscope à balayage électronique.....	35
Figure (III-5) : Les membranes avant kaolin observées par microscope à balayage électronique.....	35
Figure (III-6) : Effet du temps de contact sur l'adsorption du plomb par la silice traitée à différents pH de la phase aqueuse ($m_{membre}=0,1g$; $w=200$ tr/min).....	37
Figure (III-7) : Influence du pH sur l'adsorption du plomb sur la membrane composite ($C_i = 10$ mg/l; $m_{membre}=0,1g$; $w=200$ tr/min).....	38
Figure (III-8) : Influence de la concentration initiale de Pb^{2+} sur le pouvoir de rétention de la membrane composite ($m_{silice}=0,4g$; $pH=6$; $w=200$ tr/min).....	39
Figure (III-9) : Influence de la vitesse d'agitation sur le rendement d'élimination du plomb ($C_i=10ppm$; $pH_i = 6$).....	40
Figure (III-10) : Variation du pourcentage d'extraction du plomb en fonction du temps à différentes masses de silice dans la membrane ($C_i=10ppm$; $pH_i=6$; $w=350$ tr/min ; $m_{membre}=0,1g$).....	41
Figure (III-11) : Influence de la masse de silice dans la membrane sur le rendement d'élimination du plomb ($C_i=10ppm$; $pH_i = 6$; $w=350$ tr/min; $m_{membre}=0,1g$).....	42
Figure (III-12) : Influence de la masse de la membrane composite sur le rendement d'élimination du plomb ($C_i=10ppm$; $pH_i = 6$; $w=350$ tr/min).....	43
Figure (III-13) : Isotherme d'adsorption sur la silice ($m=0,4g$; $pH=6$; $m_{membre}=0,2g$; $w=350$ tr/min).....	44

Figure (III-14) : Modélisation des résultats expérimentaux par le modèle de Langmuir.... 45

Figure (III-15) : Modélisation des résultats expérimentaux par le modèle de Freundlich...46

Figure (III-16): Variation de la quantité du plomb adsorbée en fonction de la nature de la silice ($C_i=10\text{ppm}$; $\text{pH}_i = 6$; $w=350 \text{ tr/min}$; $m_{\text{membr}}=0,2\text{g}$).....47

Liste des Tableaux

Tableau (I-1) : Sources industrielles et agricoles des métaux présents dans l'environnement.....	5
Tableau (I-2) : Normes de rejet d'effluent en Algérie.....	6
Tableau (I-3) : Caractéristiques physico-chimiques du plomb.....	8
Tableau (I-4) : Concentration maximale admissible pour l'eau selon différentes réglementations.....	9
Tableau (II- 1) : Caractéristique des principaux adsorbants industriels.....	18
Tableau (III-1) : bandes d'adsorption IRTF du kaolin traité par NaCl.....	33
Tableau (III-2) : bandes d'adsorption IRTF de la CTA brute.....	34
Tableau (III- 3) : Constantes et coefficients de corrélations de l'isotherme de Langmuir	45

SOMMAIRE

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I-1- Introduction.....	3
I-2- Définition.....	3
I-3- Sources d'émission	4
I-4- Les rejets des métaux lourds dans l'eau	5
I-5- Techniques d'élimination des métaux lourds	6
I-5-1- Précipitation chimique	6
I-5-2- Filtration	6
I-5-3- Adsorption	7
I-5-4- Extraction liquide-liquide	7
I-5-5- Procédés biologiques.....	7
I-6- Le Plomb	7
I-6-1-Propriétés	7
I-6-2-Spéciation en phase aqueuse	8
I-6-3- Utilisation.....	9
I-6-4- Les principaux effets toxiques du plomb pour l'homme.....	9
I-6-4-1- Les effets chez l'adulte	9
I-6-5- L'intoxication chez l'enfant.....	10
I-7- Règlements et recommandations	11
II- Adsorption..	12
II-1- Adsorption	12
II-2- Processus d'adsorption	12
II-2-1- Adsorption physique (ou physisorption)	12
II-2-2- Adsorption chimique (ou chimisorption)	12
II-3- Les facteurs influents sur le processus d'adsorption	13
II-3-1- La surface spécifique des adsorbants	13
II-3-2-La solubilité	13
II-3-3- Le pH.....	13

II-3-4-La polarité	13
II-3-5-Température	13
II-3-6- L'adsorbat	14
II-3-7- L'adsorbant	14
II-4- Mécanisme d'adsorption	14
II-5- Isotherme d'adsorption	15
II-6-Equation des isothermes de l'adsorption	15
II-6-1-Modèle de Langmuir	15
II-6-2-Equation de Freundlich	16
II-7- Utilisation de l'adsorption	17
II-8- Les principaux adsorbants	17
II-8-1- Charbons actifs	18
II-8-2- Zéolites	18
II-8-3- Gels de silice	19
II-8-4- Alumines activées	19
II-8-5- Adsorbants à base de polymères	19
III- Les membranes	19
III-1- Définition	19
III-2- Structure	19
III-2-1- Membranes organiques.....	20
III-2-2- Membranes minérales ou inorganiques	20
III-2-3- Membranes composites	20
III-2-4- Membranes échangeuses d'ions.....	21
III-3- Membranes composites et leurs applications	21

Chapitre II : Mise en oeuvre expérimentale et technique d'analyse

I- La liste des réactifs utilisés	22
I-1- Solvant organiques.....	22
I-2- Les sels minéraux	22
I-3- Les acides et les bases	22
I-4- Polymères de base	23
II- Préparation des solutions	23

III- Préparation de l'adsorbant	23
III-1- Traitement chimique	24
III-1-1- Etape préliminaire	24
III-1-2- Purification.....	24
III-1-3 –Séchage.....	24
III-2- Le traitement thermique de la silice.....	25
IV- Préparation des membranes	25
IV-1- Membrane de CTA pure	25
IV-2- Préparation des membranes composites à base de silice traitée.....	26
V- Procédure expérimentale d'adsorption.....	26
VI- Méthodes de caractérisation des membranes	27
VI-1- Spectroscopie Infrarouge	27
VI-2-Microscope Electronique à Balayage (MEB)	28
VI-3- Mesure de la surface spécifique par la méthode BET	29
VII- Analyse chimique par Spectrophotométrie d'Absorption Atomique (SAA)	29
VIII-Détermination du point de charge zéro (pH_{pzc}).....	31

Chapitre III : Résultats et discussions

I- Caractérisation physico-chimique des adsorbants utilisés.....	32
I-1- Analyse par spectrométrie Infrarouge.....	32
I-2- Caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB).....	35
II- Application de la silice traitée dans le processus d'adsorption du plomb	36
II-1- Etude de l'influence de quelques paramètres sur l'adsorption du plomb	36
II-1-1- Effet du temps de contact	36
II-1-2- Effet du pH de la solution aqueuse:.....	37
II-1-3- Effet de la concentration du plomb.....	39
II-1-4- Effet de la vitesse d'agitation	39
II-1-5- Effet de la masse de la silice dans la membrane	40
II-1-6- Effet de la masse de la membrane.....	42
III- Isothermes d'adsorption	43
III-1- Type d'isotherme d'adsorption	43
III-2- Modélisation des isothermes d'adsorption	44
II-2-1- Modèle de Langmuir	44

III-2-2- Modèle de Freundlich	45
IV- Etude comparative de l'adsorption du plomb sur les différentes membranes	46
Conclusion générale.....	47
Références bibliographiques	

Introduction Générale

Le problème de la pollution de l'environnement reste toujours d'actualité car de nombreuses activités industrielles continuent à générer des polluants divers, notamment certains produits chimiques d'origine industrielle (hydrocarbures, métaux lourds ...) ou agricole (pesticides, engrais,...) susceptibles de créer des nuisances importantes.

Ces polluants possèdent la capacité de se concentrer le long de la chaîne alimentaire et de s'accumuler dans certains organes du corps humain. Il est donc indispensable d'éliminer ces éléments toxiques présents dans les différents effluents industriels ou de réduire leur quantité en dessous des seuils admissibles définis par les normes [1].

Les métaux lourds et plus particulièrement le Zinc, le Plomb, le Cadmium, le Chrome font partie de ces substances qui ont fait leurs apparitions à des concentrations élevées dans l'environnement, et qui présente un danger pour la santé humaine. Face aux risques que présentent ces polluants, l'élimination des métaux lourds est donc une nécessité majeure pour la protection de l'environnement. Pour ce faire, plusieurs procédés de traitement sont utilisés dans le but d'éliminer ou de réduire leurs teneurs dans les rejets, à savoir l'extraction par membrane émulsionnée [2], la coagulation-floculation [3], l'électrolyse [4], l'extraction par solvant [5], l'osmose inverse [6], et l'adsorption sur charbon actif [7], l'adsorption.

La méthode d'élimination des polluants par adsorption présente l'avantage d'être simple à mettre en œuvre mais l'inconvénient d'être chère à cause des adsorbants utilisés. C'est pour cette raison qu'un grand nombre de travaux récents sont consacrés à la recherche d'adsorbants naturels, peu onéreux et efficaces pour l'élimination des polluants [8-9].

La principale difficulté pour l'utilisateur d'une technologie nouvelle est d'acquérir rapidement l'information nécessaire au choix et à la mise en œuvre du procédé adapté à ses besoins. C'est dans ce contexte que cette étude a été faite.

Le souci de lutter contre la pollution de l'environnement causée par ces rejets, nous a incités à lui consacrer cette étude. Celle-ci a pour objectifs, d'une part l'élaboration des membranes à base de CTA et de la silice traitée dans le but de les rendre actives et fonctionnelles et d'autre part, de leur trouver une réutilisation en les testant dans des applications telle que l'élimination ou adsorption du plomb dans un milieu aqueux.

Dans cette étude, nous adopterons la démarche suivante :

Le premier chapitre est consacré à la synthèse bibliographique où on a rassemblé des généralités décrivant le phénomène d'adsorption, le plomb, les membranes et les membranes composites.

Le deuxième chapitre présente la démarche adoptée pour l'étude au laboratoire, les dispositifs expérimentaux, les conditions opératoires ainsi que les méthodes d'analyse utilisées.

L'ensemble des résultats expérimentaux obtenus et leurs interprétations sont présentés dans le troisième chapitre.

Enfin, nous terminons notre étude par une conclusion générale résumant l'ensemble des données expérimentales obtenues et les perspectives envisagées pour la suite de cette étude.

I-1- Introduction :

Les métaux lourds sont parmi les polluants chimiques les plus nuisibles. Les sources de la contamination sont diverses. Ainsi les métaux des effluents urbains auraient principalement pour origine les produits consommés par la population (aliments, lessives produits pharmaceutiques ou cosmétiques) et le tissu industriel (conserverie, teinturerie.....). Ainsi les véhicules automobiles peuvent contaminer les eaux superficielles par la combustion de carburants contenant les additifs au Plomb. Le terme « métaux à l'état de trace » identifie un grand groupe d'éléments métalliques qui sont présents chez les organismes vivants en quantités limitées. Ces métaux qui existent à l'état de traces sont d'habitude divisés en deux groupes. Le premier comprend les éléments essentiels pour un fonctionnement biochimique normal (Fe, Mn, Zn et Cu). Par contre le deuxième est constitué des métaux sans fonction biologique établie. Ils sont d'ailleurs classés parmi les contaminants les plus importants de l'environnement. C'est le cas par exemple du Cd, Hg, Cr et du Pb. La forte toxicité de ces métaux peut engendrer des dégâts écologiques considérables rendant nécessaire le recours à un procédé d'élimination susceptible de réduire les teneurs des eaux usées en ces éléments avant rejet. La plupart des techniques usuelles d'élimination sont coûteuses et par conséquent difficile à mettre en œuvre dans les petites et moyennes entreprises, d'où la nécessité de développer des techniques d'éliminations simples et économiques pouvant être utilisées sans grands frais d'investissement et de fonctionnement.

I-2- Définition [10-11]:

Les définitions des métaux lourds sont multiples et dépendent du contexte dans lequel on se situe ainsi que de l'objectif de l'étude à réaliser.

D'un point de vue purement scientifique et technique, les métaux lourds peuvent être définis comme :

- Tout métal ayant une densité supérieure à 5 [12].
- Tout métal ayant un numéro atomique élevé, en général supérieur à celui du sodium ($Z = 11$).
- Tout métal pouvant être toxique pour les systèmes biologiques.

Certains chercheurs utilisent des définitions plus spécifiques. Le géologue, par exemple, considère comme métal lourd tout métal réagissant avec la pyrimidine (C_6H_5N).

Dans les sciences environnementales, les métaux lourds associés aux notions de pollution et de toxicité, sont généralement : l'Arsenic (As), le Cadmium (Cd), le Chrome (Cr), le Cuivre (Cu), le Mercure (Hg), le Manganèse (Mn), le Nickel (Ni), le Plomb (Pb), l'Etain (Sn), le Sélénium (Se) et le Zinc (Zn).

I-3- Sources d'émission

Les principales industries polluantes sont la chimie, la métallurgie, la sidérurgie, le traitement de surfaces, la fabrication d'accumulateurs au cadmium-nickel, les tanneries, les teintureries (tableau (I-1)), le verre, la photographie, la fabrication, l'utilisation des pesticides, la papeterie, les industries de la peinture, la fabrication de la céramique, les explosifs, l'imprimerie, ...ect . La circulation routière génère des pollutions aux Plomb et Zinc [13].

L'élimination de ces pollutions passe par plusieurs types de processus dont les procédés physicochimiques, la concentration-évaporation mais la diversité des polluants complexifie les méthodes de traitement.

En règle générale, pour éliminer les métaux, il est nécessaire de les rendre solubles. Ceux ci sont présents dans l'eau, l'air et le sol. Comme tous les minerais, ils sont présents dans les roches. Ces réserves naturelles ne constituent pas en elles-mêmes de danger à proprement parler. L'exploitation des gisements, l'érosion, les prélèvements d'eau ou les éruptions volcaniques, vont répandre des traces de ces éléments dans l'environnement. Ils peuvent alors devenir toxiques s'ils se retrouvent en quantités suffisantes dans les organismes vivants. Outre ces phénomènes naturels, l'activité humaine, même si elle ne crée pas de métaux lourds, participe à leurs diffusion dans l'environnement.

Tableau (I-1) : Sources industrielles et agricoles des métaux présents dans l'environnement [14].

Utilisation	Métaux
Batteries et autres appareils électriques	Cd, Hg, Pb, Zn, Mn, Ni
Pigments et peintures	Ti, Cd, Hg, Pb, Zn, Mn, Sn, Cr, Al, As, Cu, Fe
Alliages et soudures	Cd, As, Pb, Zn, Mn, Sn, Ni, Cu,
Biocides (pesticides, herbicides)	As, Hg, Pb, Cu, Zn, Mn, Sn,
Agents de catalyse	Ni, Hg, Pb, Cu, Sn,
Verre	As, Zn, Sn
Engrais	Cd, Hg, Pb, Al, As, Cr, Mn, Sn, Ni, Cu
Matières plastiques	Cd, Sn, Pb Cd, Sn, Pb
Produits dentaires et cosmétiques	Sn, Hg
Textiles	Cr, Fe, Al
Carburants	Ni, Hg, Cu, Fe, Mn, Pb, Cd

I-4- Les rejets des métaux lourds dans l'eau :

Pendant de nombreuses années, les industries situées à proximité de cours d'eau (pour des raisons de refroidissement de processus, de transport) ont rejeté leurs effluents dans ces dernier. A ce phénomène (de plus en plus limité par l'installation de station d'épuration au sein même des sites industriels), il faut ajouter l'érosion et le ruissellement de l'eau sur les sols et les chaussées. L'eau constitue un élément fondamental en matière de pollution, puisque dans le cas des métaux, comme pour d'autres composées, celle-ci va favoriser de nombreuses réactions chimiques. L'eau transporte les métaux lourds, et les inserts dans les chaînes alimentaires (algues, poisson, etc.). Même si les métaux lourds sont le plus souvent présents à l'état de traces, ils n'en restent pas moins très dangereux, puisque leur toxicité se développe par bioaccumulation dans l'organisme [15].

Le tableau (I-2) présente les normes de rejet d'effluents, à titre indicatif, par rapport aux métaux lourds en Algérie.

Tableau (I-2): Normes de rejet d'effluent en Algérie [15].

Métal	Concentration (mg/L)
Al	3
Cd	0,2
Cr (total)	0,5
Fe	3
Mg	1
Hg	0,01
Ni	0,5
Pb	0,5
Cu	0,5
Zn	3

I-5- Techniques d'élimination des métaux lourds :

Pour éliminer les composés inorganiques comme les métaux lourds dissous dans les eaux on recourt à des procédés comme l'adsorption, la séparation par membrane, l'échange d'ions, la précipitation, la coagulation-floculation et la filtration.

I-5-1- Précipitation chimique :

En contrôlant le pH et, par addition dans l'eau, de réactifs de précipitation (sulfures, carbonates, phosphates, ...ect) et d'agents de coagulation-floculation (chlorure ferrique, hydroxyde d'aluminium), les métaux lourds présents dans l'eau brute seront retenus au sein des floes formés qui seront ensuite piégés au cours de l'étape de décantation.

I-5-2- Filtration :

La filtration est un procédé physique destiné à clarifier un liquide qui contient des matières solides en suspension en le faisant passer à travers un milieu poreux. Si l'eau est peu chargée en matières en suspension et particules colloïdales, les floes seront retenus au niveau de l'étape de filtration, celle-ci peut-être classique (filtration mono ou multicouche) ou membranaire (microfiltration, ultrafiltration et osmose inverse).

I-5-3- Adsorption :

L'adsorption repose sur une rétention surfacique qui entraîne une variation de la composition du mélange solvant-soluté à la surface de l'adsorbant.

Un bon pouvoir d'adsorption est obtenu avec des matériaux présentant une grande surface spécifique. Les plus utilisés sont les charbons actifs, mais on emploie aussi de l'alumine, des argiles, des gels de silice ou des résines spécifiques.

I-5-4- Extraction liquide-liquide :

L'extraction liquide-liquide concerne essentiellement des contaminants minéraux (les métaux) en solution aqueuse, qui sont extraits par un solvant non miscible dans l'eau.

I-5-5- Procédés biologiques :

Les méthodes biologiques de récupération de métaux, appelé biosorption, reproduisent les phénomènes d'autoépuration existant dans la nature.

Les bactéries sont les acteurs fondamentaux de la dégradation directe ou indirecte et de l'immobilisation des polluants minéraux, ainsi que de la remobilisation des molécules toxiques ou indésirables.

I-6- Le Plomb :

Le plomb est un élément rare dans l'environnement, la production mondiale de plomb s'est accrue considérablement depuis 1945 [16]. C'est un métal bleu grisâtre, malléable et ductile, employé pour des applications très disparates depuis l'antiquité. Il est très souvent associé au zinc dans les minerais mais aussi à de nombreux autres éléments: Fe, Cu, Cd, Bi, Sb, Ge, As, Ag, Au qui sont en grande partie récupérés lors des opérations métallurgiques (sauf Fe). Les minerais de plomb proviennent d'une coproduction du traitement du minerai de cuivre, de zinc ou d'autres métaux, le principal minerai du plomb est la galène (PbS) très souvent associé à la blende et à la pyrite [17].

I-6-1-Propriétés :

Le plomb est le 36^{ème} élément de la croûte terrestre en termes d'abondance. Il présente un poids atomique de 207,2 g/mol et une densité égale à 11,35. Il fond à 327.46°C et bout à 1749°C. C'est le seul élément présentant 4 isotopes stables ^{204}Pb , ^{206}Pb , ^{207}Pb et ^{208}Pb [18]. Sa structure électronique est $[\text{Xe}] 4f^{14}5d^{10}6s^26p^2$.

Dans la nature, le plomb se trouve sous les degrés d'oxydation (+II) et (+IV). Les espèces inorganiques sont le plus souvent sous l'état (+II), alors que le degré d'oxydation (+IV) se rencontre dans le plomb des composés organiques.

Le plomb est résistant à l'acide sulfurique. Il est par contre rapidement dissout par l'acide nitrique et solubilisé par les acides organiques (acide acétique, aliments acides) de même que par l'eau, surtout si elle contient des nitrates ou des sels d'ammonium. Par contre, la présence dans l'eau de sels calcaires peut empêcher sa solubilisation [19].

Les principales caractéristiques physico-chimiques du plomb sont données dans le tableau (I-1).

Tableau (I-3) : Caractéristiques physico-chimiques du plomb [20]

Numéro atomique	82
Masse atomique	207,2 g/mol
Masse volumique	11,35 g/cm ³ à 20 °C
Température d'ébullition à la pression atmosphérique	1749 °C
Température de fusion	327,46 °C
Rayon atomique (van der Waals)	0,154 nm
Rayon ionique	0,12 nm (+2) ; 0,084 nm (+4)
Isotopes 4	(²⁰⁸ Pb, ²⁰⁷ Pb, ²⁰⁶ Pb, ²⁰⁵ Pb, ²⁰⁴ Pb)
Configuration électronique	[Xe] 4 f ¹⁴ 5 d ¹⁰ 6 s ² 6 p ²
Energie de première ionisation	715,4 KJ/mol
Energie de deuxième ionisation	1450,0 KJ/mol
Energie de troisième ionisation	3080,7 KJ/mol
Energie de quatrième ionisation	4082,3 KJ/mol
Energie de cinquième ionisation	6608 KJ/mol
Potentiel standard	-0,13V (Pb ²⁺ /Pb) ; -1,5V (Pb ⁴⁺ /Pb ²⁺)
Pression de vapeur	1,3 mbar à 973 °C
Solubilité	4,62 10 ⁻² (mol/m ³)

I-6-2-Spéciation en phase aqueuse:

En milieux aqueux, les cations métalliques existent sous une forme hydratée. L'attraction et l'organisation des molécules d'eau autour des ions sous l'effet des interactions dipolaires s'exercent sur plusieurs couches. Cependant, il convient de distinguer la première sphère d'hydratation, comprenant les molécules d'eau au contact du cation et des couches les plus éloignées. Par conséquent, l'écriture Me²⁺ est une simplification pour l'ion divalent hydraté ou complexé [Me(OH₂)_n]²⁺ [21]. Dans le cas du plomb, le nombre de coordination n

vaut 6, ce qui permet de parler de complexe hexa-aquo $[\text{Pb}(\text{OH}_2)_6]^{2+}$ de symétrie octaédrique. L'ion Pb^{2+} s'hydrolyse très rapidement.

Des calculs de spéciation du plomb dans des eaux de rivières montrent que des complexes carbonatés apparaissent prédominants pour des valeurs de pH supérieures à 6,5 et que pour des valeurs de pH inférieures à 6, l'espèce libre Pb^{2+} devient dominante [22].

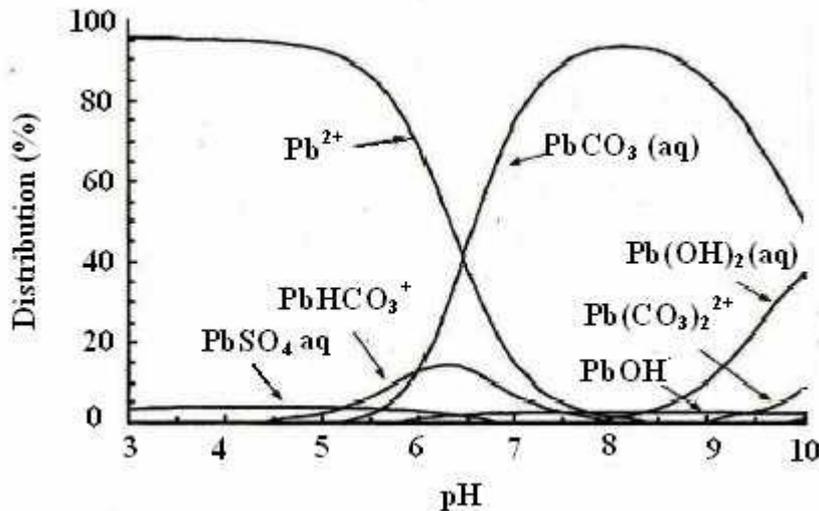


Figure (I-1) : Courbe de distribution des espèces Pb^{2+} hydroxylées en fonction du pH [22].

I-6-3- Utilisation :

L'utilisation du plomb est directement liée à la métallurgie, avec deux pics notables: sous l'empire romain pour la production de la monnaie, les canalisations et la vaisselle ; et pendant la révolution industrielle, le plomb a trouvé des applications dans l'agriculture, l'imprimerie, les peintures et les carburants automobiles.

Depuis 1970 sa principale utilisation par les pays de l'Organisation de Coopération et de Développement Economiques (OCDE), est liée à la production de batteries et d'accumulateurs (75 % de la consommation en 2000) [23-24].

I-6-4- Les principaux effets toxiques du plomb pour l'homme :

I-6-4-1- Les effets chez l'adulte [25] :

Le saturnisme désigne l'ensemble des manifestations de l'intoxication par le plomb. Les coliques de plomb sont les effets toxiques les plus connus du métal mais ses principaux organes cibles sont : le système nerveux, les reins et le sang.

➤ **Effets sur le système nerveux :**

Le plomb est responsable d'atteintes neurologiques. En cas d'intoxications massives, l'effet neurotoxique du plomb peut se traduire par une encéphalopathie convulsivante pouvant aller jusqu'au décès. En cas d'intoxication moins sévère, des troubles neuro-comportementaux et une détérioration intellectuelle est observés.

➤ **Effets sur la moelle osseuse et le sang :**

Le plomb bloque plusieurs enzymes nécessaires à la synthèse de l'hémoglobine. Ces effets sanguins aboutissent à une diminution du nombre des globules rouges et à une anémie.

➤ **Cancer :**

Plusieurs études épidémiologiques ont tenté de mettre en évidence la cancérogénicité du plomb. L'administration de fortes doses de plomb a induit des cancers du rein chez de petits rongeurs. En revanche, il n'a pas été mis en évidence de surmortalité par cancer dans les populations exposées au plomb. Contenu de l'ensemble de ces études, le plomb est considéré comme une substance cancérigène possible pour l'homme [26].

➤ **Effets sur la reproduction :**

Stérilité, mortalité, morbidité post-natale et perturbation du système endocrinien.

I-6-5- L'intoxication chez l'enfant [27] :

Le risque d'intoxication saturnique est plus élevé chez les jeunes enfants, plus particulièrement de 1 à 3 ans :

L'absorption digestive des dérivés du plomb est plus importante que chez l'adulte : A exposition égale, l'organisme de l'enfant absorbe 50 % du plomb ingéré, tandis que la proportion chez l'adulte est seulement de 5 à 7 % ,

Les effets toxiques, à imprégnation égale, en particulier sur le système nerveux central en développement, sont plus importants et plus sévères. Le système nerveux central des enfants est particulièrement sensible à l'action toxique du plomb. Une exposition de courte durée à de fortes doses de plomb peut provoquer des vomissements, de la diarrhée, des convulsions, le coma ou même la mort.

I-7- Règlements et recommandations :

La teneur en plomb dans l'eau potable est réglementée depuis 1972 par l'OMS, qui avait alors recommandé une valeur moyenne de 50 µg/l. Cette recommandation a été reprise par une directive européenne de 1980, sous forme de « concentration maximale admissible » CMA. En 1993, l'OMS a recommandé une valeur guide de 10 µg/l pour le plomb dans les eaux d'alimentation. Cette valeur a été calculée en tenant compte du sous groupe de population le plus sensible c'est à dire les nourrissons afin de protéger tous les autres groupes d'âge.

Cette valeur a été reprise dans la directive européenne 98/83 du Conseil du 3 novembre 1998 relative à la qualité des eaux destinées à la consommation humaine, qui fixe l'objectif de 10 µg/l à l'horizon 2013. Ce seuil peut être atteint en fixant les nouvelles exigences de la qualité d'eau d'alimentation, pour abaisser la concentration de plomb dans l'eau à 25 µg/l au lieu de 50 µg/l actuellement. Les concentrations maximales admissibles pour le plomb selon les différentes réglementations sont regroupées dans le tableau (I-2).

Tableau (I-4) : Concentration maximale admissible pour l'eau selon différentes Règlements [21]

	Rejet des ICPE	Eau potable	Eau minérale
Plomb (µg/l)	50	10 - 23	10

ICPE : Installation classe pour la protection de l'environnement

Les normes des rejets industriels en Algérie fixent La concentration admissible à 0,5 mg/l pour les nouvelles installations et à 1 mg/l pour les anciennes installations.

Conclusion

Le plomb a plusieurs utilités industrielles. Nous sommes exposés au plomb dans l'air, le sol, la poussière domestique, par les aliments, par l'eau potable et par certains produits de consommation. Le plomb est dans l'air en raison des émissions industrielles, des fonderies et des raffineries. Le plomb peut infiltrer certains systèmes d'eau potable en raison de vieux tuyaux de plomb ou de soudure au plomb.

L'exposition au plomb peut entraîner des effets nocifs sérieux sur la santé, et peut même

être mortelle à de fortes doses.

II- Adsorption :

II-1- Adsorption :

Nous définissons l'adsorption comme un phénomène d'interface :

«On considère une molécule de liquide ou gaz (adsorbat) attirée par une autre située dans un solide (adsorbant), ces deux molécules vont trouver une position énergétiquement plus favorable à l'interface et ce phénomène est appelé **adsorption**. L'affinité de l'adsorbant vers l'adsorbat est due à deux types de liaisons : chimiques ou physiques et on parle alors de chimisorption et physisorption [28].

II-2- Processus d'adsorption :

II-2-1- Adsorption physique (ou physisorption) :

L'adsorption physique appelée également physisorption résulte de la présence de forces intermoléculaires d'attraction et de répulsion qui agissent entre deux molécules. Elle met en jeu des interactions faibles, telles que les forces d'attraction de Van Der Waals et les forces d'interaction électrostatiques dues à la polarité de la surface de l'adsorbant et la polarisabilité des molécules d'adsorbat. Ces interactions sont peu spécifiques et réversibles et la désorption peut être totale. L'adsorption physique est rapide et la surface adsorbante peut être recouverte d'une ou de plusieurs couches moléculaires de produit adsorbé [29]. Ce type d'adsorption met en jeu une quantité de chaleur d'adsorption inférieure à 50 kJ/ [29].

II-2-2- Adsorption chimique (ou chimisorption) :

L'adsorption chimique (ou Chimisorption) implique la formation d'une liaison chimique qui résulte du transfert d'électrons entre les molécules adsorbées et la surface de l'adsorbant. Ces interactions sont spécifiques, la vitesse d'adsorption est lente et la désorption est difficile [30]. L'adsorption chimique se fait en une couche monomoléculaire car la présence des liaisons de valence entre l'adsorbat et l'adsorbant exclut la possibilité de couches multimoléculaires [31]. Ces liaisons sont beaucoup plus fortes que les interactions physiques, l'énergie d'adsorption est supérieure à 80 kJ/mole [31].

II-3- Les facteurs influents sur le processus d'adsorption :

Un grand nombre de paramètres et de facteurs sont susceptibles d'avoir une influence sur le processus d'adsorption du soluté en phase liquide, desquels nous citons:

II-3-1- La surface spécifique des adsorbants :

L'adsorption est un phénomène de surface qui est directement lié à la surface spécifique. L'adsorption augmente avec l'augmentation de la surface spécifique de l'adsorbant [32].

II-3-2-La solubilité :

L'adsorption augmente avec la diminution de la solubilité des composés adsorbés [33].

II-3-3- Le pH:

Il joue un rôle très important dans la mobilité des métaux. Un pH acide entraîne la mise en solution des sels métalliques, la mise en solution des phases de rétention, la désorption des cations et l'adsorption des anions [33]. La solubilité diminue donc lorsque le pH augmente, passe par un minimum, puis augmente quand l'élément se retrouve sous forme anionique. Certains métaux sont plus ou moins mobiles selon leur état d'oxydoréduction. Les conditions d'oxydoréduction peuvent influencer la mobilité d'un élément de trois manières différentes [33]:

- Changement du degré d'oxydation de l'élément lui-même.
- Changement du degré d'oxydation d'éléments se liant avec l'élément lui-même pour former un complexe.
- Formation ou dissolution de phases porteuses de l'élément trace par exemple hydroxyde.

II-3-4-La polarité :

Un soluté polaire aura plus d'affinité pour le solvant ou pour l'adsorbant le plus polaire. L'aluminium est un adsorbant polaire, et le graphite est un adsorbant non polaire [34].

II-3-5-Température :

L'adsorption physique étant exothermique, les résultats sont donc meilleurs à froid, contrairement à l'adsorption chimique qui est meilleur en augmentant la température. La vitesse d'adsorption est une fonction de la température selon la loi d'ARRHENIUS. En choisissant une température appropriée, on peut obtenir une meilleure adsorption [35].

II-3-6- L'adsorbat :

La nature de l'adsorbat est caractérisée par sa polarité, la taille des molécules, sa solubilité et la nature des groupements fonctionnels [36].

II-3-7- L'adsorbant :

- La texture (surface spécifique et distribution des pores) qui dépend de la nature des matériaux utilisés pour la préparation de l'adsorbant et du mode d'activation.
- La nature des groupements fonctionnels de surface [37].

II-4- Mécanisme d'adsorption :

Le processus d'adsorption est l'une des étapes de transfert de matière qui s'effectue entre le fluide et le solide adsorbant. Il se produit principalement en plusieurs étapes [38]. La figure (I-2) représente un matériau (adsorbant) avec les différents domaines dans lesquels peuvent se trouver les molécules organiques ou inorganiques qui sont susceptibles de rentrer en interaction avec le solide.

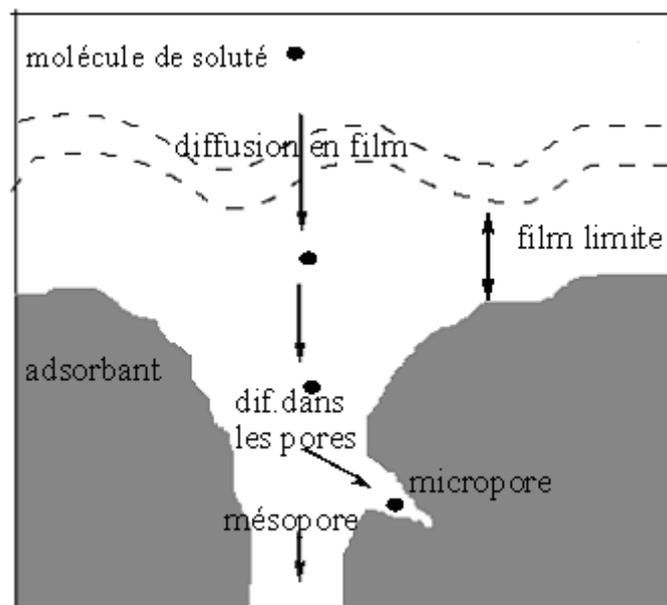


Figure (I-2): Mécanisme de diffusion de l'adsorbat vers l'adsorbant [38].

Au cours de l'adsorption d'une espèce sur un solide, le transfert de matière a lieu de la phase fluide vers les sites actifs de l'adsorbant en passant par les étapes suivantes [38] :

- 1- Diffusion de l'adsorbat à travers la couche limite située autour des particules de l'adsorbant

(diffusion externe).

2- Diffusion intragranulaire de la matière (transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure des graines vers les sites actifs).

3- Fixation de l'adsorbat sur les sites actifs de l'adsorbant.

L'évolution de la quantité d'adsorbat fixée par le solide en fonction du temps décrit la cinétique du processus d'adsorption. Cette dernière peut être régie par une ou plusieurs étapes et la vitesse du processus est gouvernée par l'étape la plus lente [39].

II-5- Isotherme d'adsorption :

L'isotherme d'adsorption décrit la relation existant à l'équilibre et à température constante, entre la quantité adsorbée à la surface du solide et la concentration de l'adsorbat dans le liquide (C_e). C'est une relation non cinétique. La quantité de soluté adsorbé est souvent exprimée en mol par gramme d'adsorbant conformément aux recommandations de l'IUPAC [40]. L'isotherme d'adsorption est une donnée qui permet d'accéder aux caractéristiques structurels (porosité et surface spécifique) du matériau étudié et à des informations concernant le couple adsorbat- adsorbant. Parmi ces informations on distingue :

* La vitesse d'adsorption.

*L'influence de la température.

*La forme de l'isotherme nous renseigne sur :

-Taux d'adsorption du soluté

-Le type d'adsorption (mono ou poly-sorption)

-L'orientation des molécules adsorbées ;

-La nature de l'interaction adsorbant adsorbat [41].

II-6-Equation des isothermes de l'adsorption :

Les isothermes d'adsorption permettent la détermination des capacités maximales théoriques et l'identification du type d'adsorption. Il existe de nombreux modèles permettant d'expliquer ou d'interpréter les isothermes. Les plus connus sont le modèle de Langmuir et celui Freundlich [42].

II-6-1-Modèle de Langmuir :

C'est le modèle le plus utilisé pour modéliser les résultats expérimentaux obtenus au cours de l'adsorption des métaux lourds en solution aqueuse. Il n'est théoriquement applicable que dans le cas des sites d'adsorption localisés, homogènes et sans interactions latérales entre les

particules adsorbées. Il indique également que la réaction d'adsorption est réversible [42].

Le modèle de Langmuir est basé sur l'existence d'un équilibre dynamique entre les molécules qui se fixent et celles qui quittent la surface. Celui-ci peut être défini à l'équilibre par l'équation suivante :

$$q_e = (q_m \cdot K_L \cdot C_e) / (1 + K_L \cdot C_e) \quad \text{(II-1)}$$

La linéarisation de cette équation conduit à la relation suivante :

$$C_e / q_e = (1/q_m) \cdot C_e + (1/K_L \cdot q_m) \quad \text{(II-2)}$$

Avec :

q_e : Quantité de soluté adsorbé à l'équilibre en (mg/g).

K_L : Constante d'équilibre liée à la force d'interaction entre la molécule adsorbée et la surface du solide.

q_m : Constante représentant la quantité maximale de soluté fixée par gramme de solide dont la surf est considérée comme totalement recouverte par une couche monomoléculaire [43].

C_e : concentration du soluté à l'équilibre en (mg/l).

La linéarisation de l'équation (II-1) donnera une droite de pente $(1/q_m)$ et d'ordonnée à l'origine $(1/q_m K_L)$.

II-6-2-Equation de Freundlich :

C'est une équation empirique largement utilisée pour la représentation pratique de l'équilibre d'adsorption. Toutefois, les expériences ont montré qu'elle décrit bien les résultats d'adsorption des micropolluants par les solides tels que les charbons actifs, les sols et les argiles. Elle se présente sous la forme [44] :

$$q_e = k C_e^{1/n} \quad \text{(II-3)}$$

Avec :

q_e : Quantité du métal adsorbée par gramme d'adsorbant (mg/g)

C_e : Concentration de l'ion métallique à l'équilibre (mg/L)

$1/n, k$: Constantes de Freundlich qui caractérisent l'isotherme d'adsorption obtenues graphiquement en traçant $\log(q_e)$ en fonction de $\log(C_e)$.

La linéarisation de l'équation précédente conduit à la relation suivante :

$$\text{Log } q_e = \log k + 1/n \log C_e \dots \dots \dots \text{ (II-4)}$$

Cette équation empirique tient compte d'une distribution exponentielle des énergies des sites d'adsorption à la surface du solide et d'une adsorption en sites localisés. Le tracé de $\log q_e$ en fonction de $\log C_e$ donne une droite dont les constantes k et $1/n$ sont déduites respectivement de l'ordonnée à l'origine et la pente de la droite.

Lorsque la valeur $1/n$ est proche de l'unité, ceci signifie qu'il y a une répartition constante du métal entre l'adsorbant et la phase liquide. Le coefficient d'adsorption k traduit le pouvoir adsorbant.

II-7- Utilisation de l'adsorption

Les principales utilisations de l'adsorption sont :

-Séparations gazeuses : cette opération permet la déshumidification de l'air ou d'autres gaz, l'élimination d'odeurs ou d'impuretés sur des gaz, la récupération des solvants et le fractionnement des hydrocarbures volatils.

-Séparation liquides : cette opération conduit à l'élimination des traces d'humidité dans les essences, le fractionnement des mélanges d'hydrocarbures, la décoloration des produits pétroliers...

-Traitement des eaux issues des différentes industries

II-8- Les principaux adsorbants :

Les matériaux adsorbants sont des solides microporeux développant des surfaces spécifiques plus ou moins importantes. C'est sur cette surface que certains composés polluants présent dans un fluide vont se transférer [45-46]. Les principaux adsorbants employés dans les applications industrielles sont les charbons actifs, les argiles (terres décolorantes), les zéolithes, les gels de silices et les alumines activées dont les caractéristiques sont récapitulées dans le tableau (I-1) [47].

Tableau (II- 1) : Caractéristique des principaux adsorbants industriels

Adsorbant	Surface spécifique (m².g⁻¹)	Tailles des pores (nm)	Porosité interne
Charbons Actifs	400 à 2 000	1,0 à 4,0	0,4 à 0,8
Zéolithes	500 à 800	0,3 à 0,8	0,3 à 0,4
Gels de silice	600 à 800	2,0 à 5,0	0,4 à 0,5
Alumines activées	200 à 400	1,0 à 6,0	0,3 à 0,6

II-8-1- Charbons actifs :

Les charbons actifs sont de loin les adsorbants les plus fabriqués et utilisés industriellement. Ils peuvent être obtenus à partir d'un grand nombre de matériaux carbonés (bois, charbon, noix de coco, résidus pétroliers, etc.), par des processus de carbonisation suivis des processus d'activation dûment contrôlés.

Les charbons actifs sont composés de microcristallites élémentaires de graphite qui sont assemblées avec une orientation aléatoire. Les espaces entre ces cristallites forment les pores dont la distribution des tailles est assez large et va des micropores aux mésopores et aux macropores [48].

II-8-2- Zéolites :

Les zéolites sont des aluminosilicates cristallins et poreux, résultant des enchaînements de tétraèdres de SiO₄ et AlO₄. Ils ont généralement des structures ioniques en raison de la présence d'aluminium car chaque atome d'aluminium introduit une charge négative qui doit être compensée par un cation échangeable.

La nature des cations ainsi que leur positionnement ont une grande importance sur les propriétés d'adsorption. Il est à noter que les cations affectent les propriétés d'adsorption non seulement par obstruction partielle des micropores mais aussi par des interactions spécifiques avec les molécules adsorbées [49].

Les ions contenus dans les zéolites peuvent être substitués par d'autres types d'ions et cette modification peut changer les propriétés d'adsorption des zéolites pour les rendre plus adéquates à des applications spécifiques.

II-8-3- Gels de silice :

Les gels de silice ($\text{SiO}_2, n\text{H}_2\text{O}$) peuvent être obtenus par précipitation de silice en faisant réagir une solution de silicate de sodium avec un acide minéral. Le gel obtenu est ensuite lavé, séché et activé.

La structure des pores est créée par l'agglomération des microparticules sensiblement sphériques de dimension uniforme. La surface des gels de silice est rendue polaire par les groupements hydroxyles et ces gels adsorbent de préférence les molécules polaires comme l'eau et les alcools.

Les utilisations principales des gels de silice sont le séchage, la séparation des composés aromatiques, le traitement du gaz naturel.

II-8-4- Alumines activées :

Les alumines activées sont obtenues par déshydratation thermique du trihydrate d'alumine. Comme les gels de silice, les alumines activées sont très hydrophiles et sont couramment utilisées pour le séchage.

II-8-5- Adsorbants à base de polymères :

Les adsorbants à base de polymères organiques ont trouvé des applications pour l'élimination des composés organiques, la purification des eaux ou la fabrication des médicaments. Les polymères de base sont des polystyrènes, des esters polyacryliques ou des résines phénoliques. C'est généralement des matériaux méso-poreux.

III- Les membranes :

III-1- Définition:

Une membrane est une couche mince de la matière condensée ayant des propriétés physique et mécanique. La membrane permselective est une interphase séparant deux milieux, et contrôlant le transport des constituants d'une manière spécifique. La partie du mélange retenue par la membrane est appelée rétentat puis ce qui traverse cette dernière est appelée perméat [50]. Cette membrane peut être homogène ou composite, dense ou poreuse, isotrope ou anisotrope, solide ou liquide, ionique ou neutre.

III-2- Structure [50]:

La structure des matériaux permet de distinguer trois types de membranes

- Les membranes isotropes, elles ont des propriétés structurelles constantes sur toute leur épaisseur.
- Les membranes anisotropes, leur structure composite varie de la surface de la membrane vers l'intérieur.
- Les membranes liquides.

Selon la nature des matériaux constitutifs des membranes on parle également de :

- Membranes organiques
- Membranes minérales ou inorganiques
- Membranes composites
- Membranes échangeuses d'ions.

III-2-1- Membranes organiques :

Elles sont fabriquées, pour la plupart d'entre elles, à partir de polymères organiques (acétate de cellulose, polysulfones, polyamides, etc). Les qualités de ces matériaux leur confèrent une grande adaptabilité aux différentes applications. Environ 90% des membranes d'ultrafiltration et de microfiltration sont constituées de membranes organiques.

III-2-2- Membranes minérales ou inorganiques :

Ces techniques se sont diffusées plus tardivement que les membranes organiques. Ces membranes sont composées de corps entièrement minéraux (matières céramiques, métal fritté, verre). Leur arrivée a permis de travailler dans des conditions extrêmes de température et d'agression chimique, ce qui a ouvert de nouvelles voies dans la séparation par membrane.

Les membranes dites dynamiques sont fabriquées à partir de tubes poreux dont le diamètre des pores est compris entre 0,5 et 5 μm . Une dispersion colloïdale de zirconium associée à des copolymères est introduite à l'intérieur des tubes. Certaines de ces membranes peuvent trouver des applications dans le traitement des eaux usées.

III-2-3- Membranes composites:

Apparues au début des années 1990, elles sont caractérisées par une structure asymétrique dont la peau est beaucoup plus fine que celle des membranes classiques non composites et par une superposition de plusieurs couches différenciées soit par leur nature chimique, soit par leur état physique. Elles peuvent être organiques (superposition de différents polymères organiques), organo-minérales ou minérales (association de carbone ou d'alumine comme support et de métaux tels la zircone, l'alumine et le titane).

III-2-4- Membranes échangeuses d'ions :

Introduites en 1950, elles fonctionnent sur le principe du rejet d'ions grâce à leur charge. Les techniques d'électrodialyse, la dialyse et l'électro-désionisation font appel à cette technologie. Leur principal domaine d'application actuel est le dessalement de l'eau et le traitement des effluents des installations de protection et de décoration des métaux

III-3- Membranes composites et leurs applications :

Les applications sont orientées vers la séparation des mélanges des hydrocarbures particulièrement la déshydratation des alcools.

Le choix des membranes de polydiméthylsiloxane (PDMS) pour concentrer l'éthanol, donne une faible sélectivité (moins de 10). cette dernière peut être augmentée par addition d'une zéolithe à ce polymère [51-52], qui améliore les propriétés de séparation des membranes de pervaporation [53].

Roizard et coll. [54] ont préparé et tester des membranes composites pour le processus de pervaporation avec un degré de succès.

Récemment Lin et coll. [55] ont préparé des membranes de zéolithe supportées sur des études en aciers et des tubes nanoporeux d'aluminium qui sont testées pour la séparation de méthanol, éthanol et acétone dans une solution aqueuse.

Les avantages des membranes inorganiques sont : la force mécanique et la stabilité, Zhu et coll.[56] ont utilisé une membrane de pervaporation. Elle consiste un film de polyetherimide formé sur un support tubulaire d'aluminium poreux, son efficacité est l'estérification d'acide acétique avec l'éthanol et enlèvement continue de l'eau à travers la paroi de la membrane.

Chapitre II

Procédures Expérimentales et Méthodes d'Analyse

Dans ce chapitre, on présente une description sommaire des procédés opératoires, des dispositifs expérimentaux et des techniques d'analyse utilisées.

I- La liste des réactifs utilisés :

I-1- Solvant organiques :

Le Chloroforme : CHCl_3 .

$d = 1,478$ à $1,484$, pureté 99% et $M = 119,38$ g/mol.

I-2- Les sels minéraux :

* Nitrate de sodium NaNO_3 , pureté 99 % et $M=84,99$ g/mol (FLUKA)

* Nitrate de plomb $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$, pureté 99,5 % et $M=331,2$ g/mol (REIDEL-DE HOEN)

* Chlorure de sodium NaCl , pureté 99,55% et $M=58,44$ g/mol (FLUKA)

* Carbonate de sodium Na_2CO_3 , pureté 97% et $M=105,98$ g/mol (LABOSI)

I-3- Les acides et les bases :

* Acide nitrique HNO_3 , pureté 99,% densité 1,33 (PROLABO)

* La soude NaOH , pureté 97 % et $M= 40$ g/mol (MERCK)

* Acide chloridrique HCl , pureté 35 à 37% et $M=36,5$ g/mol (PRO

Les solutions sont préparées dans des fioles en verre, en diluant un volume bien déterminé d'une solution concentrée avec de l'eau distillée.

I-4- Polymères de base :

Le support :

Le Triacétate de Cellulose (CTA) fourni par ALDICH a été utilisé comme matrice polymère, sa structure chimique est représentée sur la figure ci-dessous.

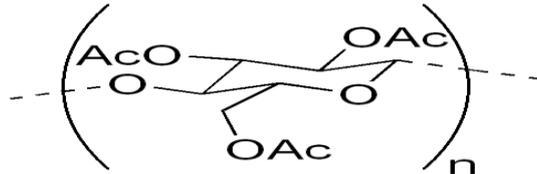


Figure (II-1) : Formule chimique du Triacétate de Cellulose (CTA)

II- Préparation des solutions:

Solution métallique $Pb(NO_3)_2$ à (1000ppm):

Elle est préparée en dissolvant 1,6098g de nitrate de plomb cristallisé dans 1L d'eau distillée.

Solution acide de HCl (2M) :

Prélever un volume de 42,9ml d'une solution de HCl, le mettre dans une fiole de 250 ml et le compléter avec l'eau distillée jusqu'au trait de repère.

Solution de HCl (0,1M) :

Prélever un volume de 2,5ml d'une solution de HCl (2M) , le mettre dans une fiole de 50 ml et le compléter avec l'eau distillée jusqu'au trait de repère.

Solution basique de NaOH (0,1M) :

Elle est préparée en dissolvant 4,1237g d'hydroxyde de sodium cristallisé dans 100 ml d'eau distillée.

Solution aqueuse de $NaNO_3$ (0,1M) :

Elle est préparée en dissolvant 8,5848g de nitrate de sodium cristallisé dans 1L d'eau distillée.

III- Préparation de l'adsorbant

Les expériences dans ce travail ont été réalisées sur un même lot de kaolin provenant de Tamazert situé dans la région d'El-Milia. La préparation des échantillon est effectuée par deux type de traitement: 1-traitement chimique et 2- traitement thermique:

III-1- Traitement chimique

III-1-1- Etape préliminaire :

Les échantillons ramenés de Tamazert sous forme de bloc sont broyés et tamiser à une granulométrie inférieure à 100 μ m.

III-1-2- Purification :

Dans cette étape, les échantillons broyés et tamisés sont soumis à plusieurs lavages. Le premier lavage se fait à partir d'une solution à base de chlorure de sodium. Il consiste à éliminer toutes les phases cristallines [57-58]. Ce traitement est suivi directement par d'autres lavages avec de l'eau distillée pour l'élimination des sels résiduels [59].

- **Lavage par une solution sodique:** les échantillons de kaolin de masse 50g sont mis dans un bécher de 1 litre remplis de solution de chlorure de sodium et l'ensemble est relié à un agitateur à hélices. La vitesse d'agitation est de 200 tr/min, le temps d'agitation est compris entre 3 et 5 heures. Les échantillons solides sont obtenus soigneusement par filtration directe. Le temps d'agitation dépend de l'homogénéisation complète de la solution.
- **Lavage intermédiaire :** les échantillons obtenus de la première étape sont soumis à un lavage à l'eau distillée sous forte agitation (500tr/min) pendant deux heures puis à un autre lavage de faible agitation (100tr/min) pour une même durée. Les échantillons de kaolin lavés sont aussi obtenus par filtration sur papier filtre adéquat [60].
- **Lavage par centrifugation :** les échantillons de kaolin issus de la dernière étape sont soumis à un dernier lavage par centrifugation à 1500tr/min. La centrifugeuse est occupée de 6 postes tubes de volume de 10 ml, chaque tube est moitié rempli d'eau, la masse de kaolin utilisée dans chaque tube est de 0,5g.

III-1-3 -Séchage :

Les échantillons de kaolin obtenus à la fin de chaque étape de lavage sont séchés à 80 °C pendant 24 heures. Ils sont conservés dans des flacons en verre teintés pour les tests ultérieurs loin de toutes perturbations extérieures et protégés contre d'éventuelles contaminations par les produits chimiques [58-59, 61].

III-2- Le traitement thermique de la silice:

Le traitement thermique dit aussi «procédé au four», passe par la préparation de silicate de sodium qui repose sur l'action basique du carbonate de sodium sur le sable (sous-produit du kaolin) [62], qui conduit d'abord à un silicate amorphe.

La méthode consiste à réaliser une fusion alcaline à haute température 1000 °C, avec une vitesse de chauffe de 10° C/mn, d'un mélange d'une fraction pulvérisée du sous produit et du carbonate de sodium, en proportions définies selon la réaction(1) et pour un rapport molaire n=3 :

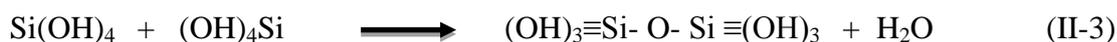


Le produit est un mélange d'oxydes de silicium et de sodium combinés à l'état amorphe, qui peut être dissous dans l'eau en conduisant à une solution de silicate de sodium. La silice présente dans la solution de silicate de sodium se trouve sous forme de deux espèces anionique : monomère et polymère existant en équilibre [63].

Le silicate de sodium a été, et restera probablement toujours la meilleure source, la moins chère de l'acide silicique relativement pur pour préparer la silice pour obtenir le gel de silice [64]. Le silicate de sodium réagit avec l'eau et l'acide (acide chlorhydrique) pour donner l'acide silicique suivant l'équation chimique suivante :



L'acide silicique se condense pour former de petites particules de silice, chaînes, et par conséquent un réseau de silice (gel de silice) comme montré ci- dessous :



IV- Préparation des membranes:

IV-1- Membrane de CTA pure:

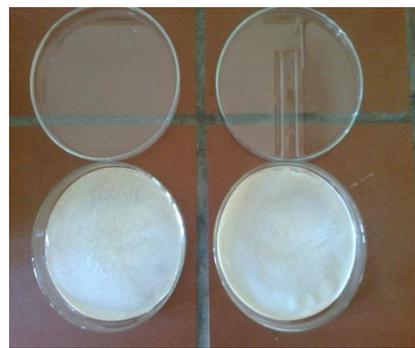
On prépare un collodion à partir d'un mélange de CTA et de chloroforme (CHCl_3) comme solvant, agité pendant 24 heures, le mélange est versé dans une boîte de pétri de 9 cm de diamètre qu'on ouvre à peine pour permettre au solvant de s'évaporer lentement pendant 24 heures à la température ambiante afin d'obtenir un film transparent et homogène.

IV-2- Préparation des membranes composites à base de silice traitée :

Pour les films composites, on prépare séparément le collodion de CTA et une suspension de silice avec différentes masses dans le chloroforme sous agitation magnétique pendant 24 heures, puis on ajoute goutte à goutte la dispersion de silice au collodion de CTA. L'ensemble est mis sous agitation pendant 24 heures, puis versé dans des boîtes de pétri de 9 cm de diamètre qu'on ouvre à peine pour permettre au solvant de s'évaporer lentement pendant 24 heures à la température ambiante. Les films composites à base de CTA-silice traitée par NaCl sont beige, pour les membranes à base de CTA-silice traitée thermiquement sont gris, et les films préparés à base de CTA-silice industrielle sont blanc, sont probablement homogènes et peu cassants.



Pendant l'agitation



après 24 heures

Figure (II-2) : Préparation des membranes avec la silice traitée par NaCl

V- Procédure expérimentale d'adsorption

Les expériences d'adsorption ont été effectuées dans un système batch (bêcher de 250ml) ou des échantillons de 0,1 g de silice traitée sont mis en contact avec une solution métallique de 50 ml de volume, à un pH donné. Le mélange est soumis à une agitation mécanique d'environ 200tr/mn, des prélèvements de l'échantillon sont effectués en fonction de temps. Après une dilution de ces échantillons, ils sont analysés par la spectrophotométrie

d'absorption atomique (SAA). Cela permettra de suivre la cinétique d'adsorption des ions métalliques de plomb. Les pH initiaux et finaux sont mesurés à l'aide d'un pH mètre.

VI- Méthodes de caractérisation des membranes :

VI-1- Spectroscopie Infrarouge :

La spectroscopie Infrarouge est la méthode d'analyse la plus couramment utilisée par le chimiste organicien. C'est une méthode physique d'analyse structurale. Elle révèle la nature des liaisons inter atomique dans une molécule et identifie les groupements fonctionnels [65]. Elle sert donc à caractériser un échantillon, comme elle peut être utilisée pour le suivi d'une purification ou l'évolution d'une réaction.

Nos analyses ont été effectuées avec un spectrophotomètre de marque SHIMADZU FTIR 8400, sur une gamme de 400 à 4000 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} , piloté par un microordinateur. Pour procéder à l'analyse de nos échantillons, on a utilisé la méthode de pastillage avec le bromure de potassium (KBr) fabriquées en respectant les proportions suivantes : 80% de KBr et 20% de matériau finement broyé..

Le pastillage avec le bromure de potassium est la technique la plus utilisée pour les solides, son avantage consiste dans le fait que le bromure de potassium n'induit pas de bande IR additionnelles. Elle consiste à mélanger intimement la substance solide avec une quantité de bromure de potassium, dans un mortier et finalement comprimée dans une presse hydraulique sous vide. Le matériau se transforme sous un flux froid en une tablette transparente (pastille). Cette pastille est alors placée dans le trajet du faisceau lumineux.



Figure (II-3) : Appareil Spectroscopie Infrarouge

IV-2-Microscope Electronique à Balayage (MEB) :

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique puissante qui permet l'observation de la morphologie et de la texture des surfaces d'un matériau. Cette analyse est basée sur la détection des rayonnements électroniques (diffusés, rétrogradés, dispersés, réfléchis) émergents d'un échantillon sous l'impact d'un faisceau d'électrons balayant sa surface [66].

Les observations en microscopie électronique à balayage ont été réalisées sur un microscope de type Quanta 200. Les échantillons sont préparés en déposant la poudre sur une pastille recouverte d'une fine couche de graphite dont la surface est adhésive.



Figure (II-4) : Appareil microscope électronique à balayage

VI-3- Mesure de la surface spécifique par la méthode BET :

La mesure de la surface spécifique des matériaux étudiés dans ce manuscrit a été réalisée avec un appareil de type Quantachrome NovaWin2 à 77K qui utilise le procédé d'adsorption en multicouches de gaz d'azote à 77 K selon la théorie de Brunauer, Emmett et Teller (BET).

Elle repose sur la détermination de la quantité de gaz nécessaire pour fixer une couche monomoléculaire à la surface du solide. La connaissance du volume de ce gaz à fixer nous permet alors de déterminer la surface recouverte et donc l'aire spécifique du matériau étudié.

Le solide à analyser doit être évacué de toutes molécules d'eau ou de CO₂, qui peuvent être déposées sur la surface de l'échantillon. Pour ce faire, nous procédons à un dégazage de l'échantillon sous vide (à pression réduite $< 10^{-4}$ Torr) et à une température de 180°C

VII- Analyse chimique par Spectrophotométrie d'Absorption Atomique (SAA) :

Spectrophotométrie d'adsorption atomique est une méthode qualitative et quantitative d'un grand nombre d'éléments chimiques, elle est très utilisée pour doser des métaux présents en solution. Elle est basée sur l'absorption de radiations lumineuses par une population d'atomes à l'état de vapeur [67].

Ces atomes sont éclairés par un rayonnement lumineux de longueur d'onde λ , d'intensité I_0 . Lors du passage de ce rayonnement à travers un nuage atomique, les atomes au niveau fondamental E_0 peuvent absorber de la lumière, de telle sorte que, à la sortie du nuage, l'intensité lumineuse est égale à I à la même longueur d'onde. Les atomes qui sont passés à l'état excité E_1 vont très rapidement revenir à l'état fondamental en émettant un photon de même énergie que celle de celui qui a été absorbé, et par conséquent, à la même longueur d'onde λ .

La quantité d'énergie à absorber est directement proportionnelle au nombre d'atomes à doser. L'absorption d'une radiation obéit à la loi de Berr- Lambert [68] :

$$\text{Log} \frac{I_0}{I} = A = \varepsilon.L.C \quad (\text{II-1})$$

Avec :

A: Absorbance lue sur l'appareil.

I_0 : Intensité du faisceau lumineux incident de longueur d'onde λ .

I: Intensité du faisceau lumineux après absorption.

ε : Coefficient d'absorption spécifique à chaque élément à doser (l/mol.cm)

(Coefficient d'extinction moléculaire).

L: Longueur du chemin d'absorption (cm).

C: Concentration de l'élément à doser (mol/l).

Nos analyses ont été effectuées avec un spectrophotomètre de marque SCHIMADZU de type AA6500 piloté par un micro ordinateur de type GDU-40C. On a utilisée la lampe à cathode creuse du plomb pour l'analyse de nos échantillons. Avant chaque analyse, on procède à l'étalonnage de l'appareil avec des solutions étalons du plomb. Les solutions étalons ont été préparées à partir des solutions mères de (1000ppm).



Figure (II-5) : Appareil Spectrophotométrie d'absorption atomique (SAA) utilisée.

VIII-Détermination du point de charge zéro (pH_{pzc}) :

Le pH_{pzc} ou pH du point de charge zéro ou nulle, correspond à la valeur de pH, pour laquelle, la charge nette de la surface des adsorbants est nulle, Ce paramètre est très important dans les phénomènes d'adsorption, surtout quand des forces électrostatiques sont impliquées dans les mécanismes. Une façon simple et rapide pour déterminer le pH_{pzc} est d'utiliser la méthode de dérive du pH [69] (titrage potentiométrique) qui consiste à préparé 50 ml de solution de NaCl (0,1N) en flacons fermés et ajuster le pH de chacun (valeur comprises entre 2, 3, 4, 5, 6, et 7) par addition de solution basique de NaOH(0,1N) et une autre acide HCl (0,1N). On introduire ensuite, à chaque flacon des quantités de 0,1g de la poudre de silice traitée.

Les suspensions doivent être maintenues en agitation magnétique en batch, à température ambiante, pendant 24h, ces dernières sont filtrées, et des mesures de pH final correspondantes à chaque solution sont prises. Pour obtenir la valeur du pH_{pzc} de notre membrane, on trace les courbes représentatives du pH final en fonction du pH initiale. La valeur pour laquelle se forme un palier représente la valeur du pH_{pzc} [70].

Chapitre III

Résultats et Discussions

Dans ce chapitre, les résultats expérimentaux sont présentés comme suit : tout d'abord une caractérisation nécessaire pour les adsorbants utilisés à savoir la silice brute et la silice traitée, par différentes techniques.

Ensuite les résultats du processus d'adsorption des ions du plomb sont discutés et comparés à d'autres silices. La modélisation des résultats sont réalisées à partir des modèles de Langmuir et Freundlich.

I- Caractérisation physico-chimique des adsorbants utilisés

I-1-Analyse par spectrométrie Infrarouge

Les différents échantillons ont été caractérisés par IRTF. Le spectre IR du kaolin traité par NaCl est représenté sur la figure (III-1). L'analyse du kaolin présente : Une bande à 1745 cm^{-1} généralement attribuée aux vibrations Si-O-Si. Une autre bande à 1035 cm^{-1} peut être attribuée aux groupements silanol Si-OH et/ ou Si-O⁻[71]. De nombreuses études confirment la présence des groupements OH à la surface de la silice. La bande IR située à environ 1200 cm^{-1} peut être attribuée aux vibrations de déformation asymétrique de Si-O-Si et la bande de faible intensité située à 570 cm^{-1} est attribuée à Si-O-M.

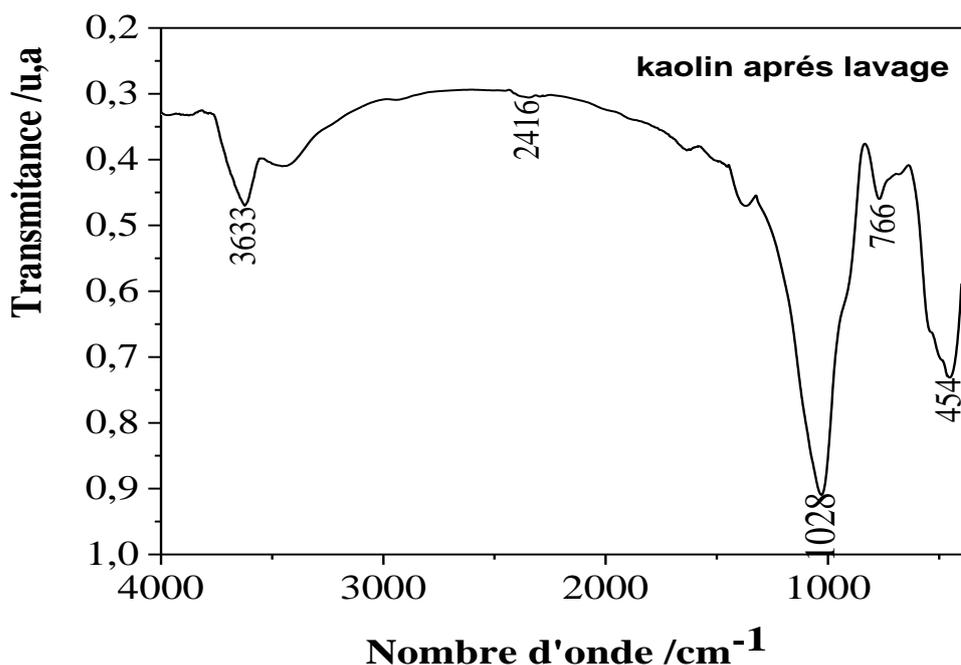


Figure (III-1) : spectres IRTF du kaolin traité par NaCl.

Tableau (III-1) : bandes d'adsorption IRTF du kaolin traité par NaCl.

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Type de liaison	Mode de vibration
3650-3590	O-H	Elongation
1745	Si-O-Si	Vibration
1640	O-H	Déformation de H ₂ O
1368	O-H	vibrations de déformation de la liaison H ₂ O adsorbée
1200	Si-O-Si	Elongation asymétrique
800	Si-O	Elongation symétrique

L'analyse par spectroscopie infrarouge de l'acétate de cellulose CTA, montre la présence de bandes caractéristiques à la CTA situés à environ: 1751, 1419, 1253, 1005cm⁻¹, caractéristiques respectivement à: la vibration de valence des doubles liaisons C=O, déformation de la liaison C-H et de vibration de la liaison C-O [72,73].

Le spectre IR de la CTA brute est représenté dans la figure (III-2) ci-dessous. Les résultats sont regroupés dans le tableau (III-2).

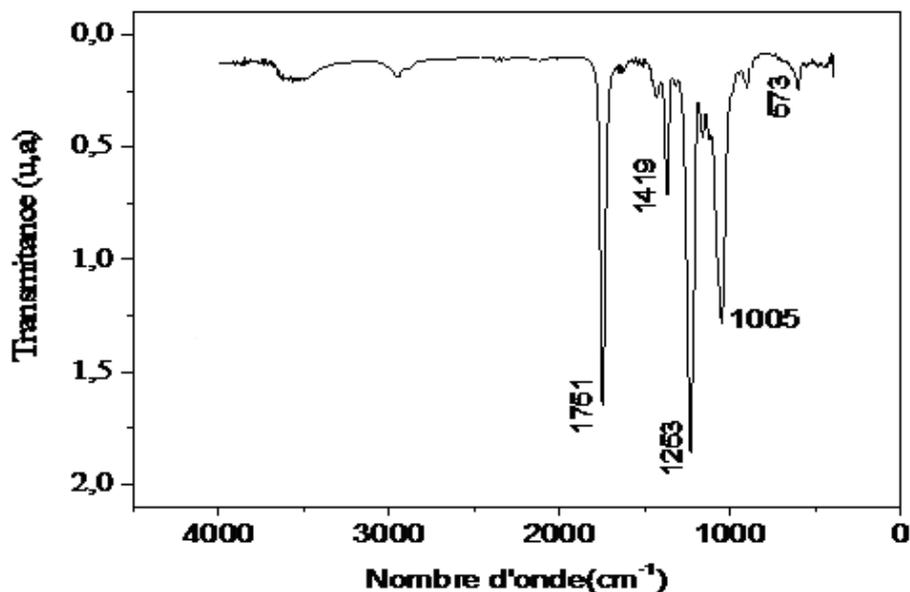


Figure (III-2) : Spectres IRTF de la CTA brute.

Tableau (III-2) : Bandes d'adsorption IRTF de la CTA brute.

Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Type de liaison	Mode de vibration
3469 (faible)	O-H	Elongation H ₂ O
2960	C-H et C-H ₂	Elongation
1751	C=O d'un ester non conjugué	Elongation
1419	C-H	Déformation
1005-1253	C-O-C	Elongation asymétrique

L'étude des phases présentes dans la membrane modifiée par SiO₂ (kaolin traité par NaCl) a été réalisée figure (III-3). Les spectres IR obtenus pour la membrane modifiée sont très proches de ceux obtenus pour la membrane brute. La présence de la CTA est identifiée par la présence de bandes caractéristiques. Nous observons également, la présence de bandes caractéristiques à la silice situées à : 1227 cm⁻¹ généralement attribuée aux vibrations Si-O-Si. Une autre bande à 1035cm⁻¹ peut être attribuée aux groupements silanol Si-OH. La bande située à environ 800 cm⁻¹ peut être attribuée aux vibrations de déformation symétrique de Si-O-Si.

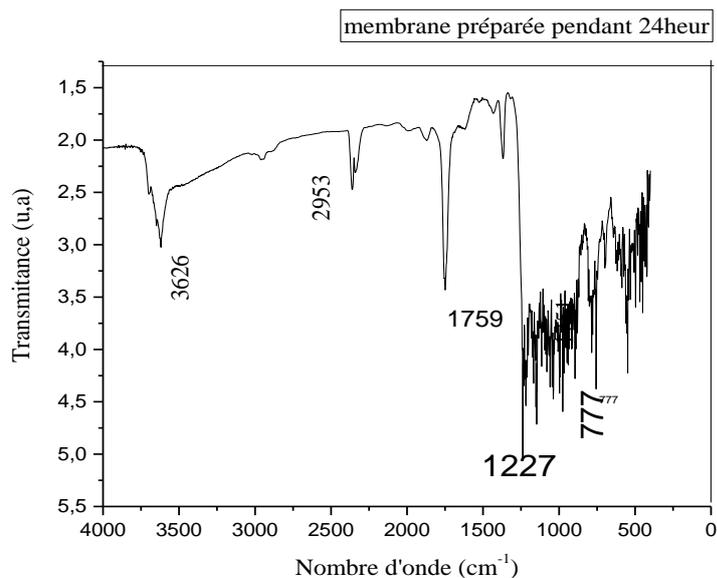


Figure (III-3) : Spectres IRTF de la membrane préparée pendant 24 heures.

I-2- Caractérisation par microscopie électronique à balayage (MEB) :

Les morphologies des membranes, sans kaolin et avec kaolin, observées au microscope électronique à balayage, sont représentées sur les figures si dessous. Une surface nette et homogène est observée pour la membrane pure. On peut noter toutefois quelques petits défauts sur la membrane modifiée. Les images MEB de cette membrane montrent des surfaces de coupe plus ou moins hétérogènes.

Cette observation est identique à celle obtenue en effectuant l'analyse par spectrométrie infrarouge et montrant un désordre dans la structure de la membrane étudiée.

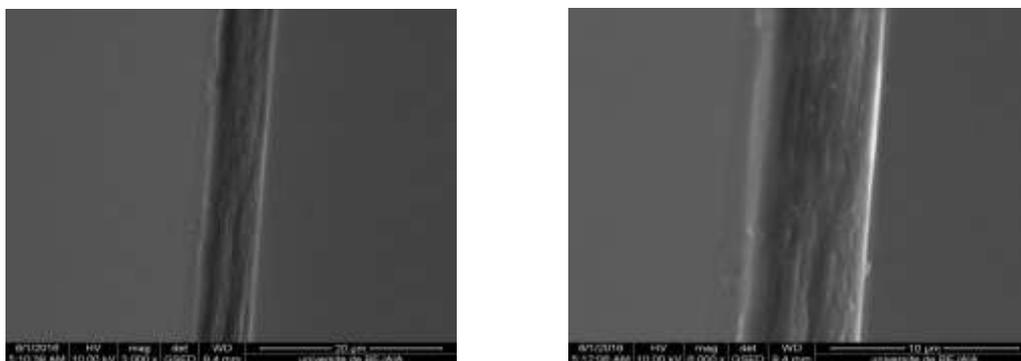


Figure (III-4) : Les membranes sans kaolin observées par microscope à balayage électronique.

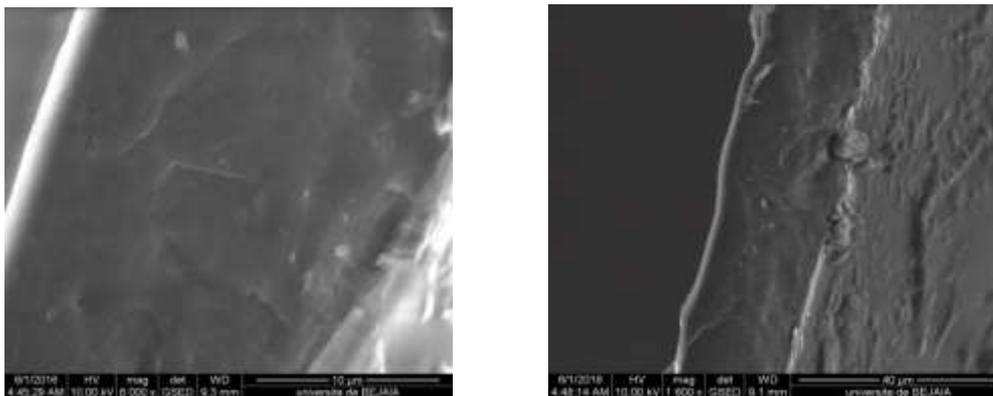


Figure (III-5) : Les membranes avec kaolin observées par microscope à balayage électronique

I-3- Surface spécifique du kaolin :

Le phénomène d'adsorption est un phénomène de surface, il est intéressant de connaître les surfaces spécifiques de nos adsorbants.

Les surfaces spécifiques des kaolins purifiés par NaCl et traité thermiquement et de la silice industrielle, ont été déterminées par la méthode BET. Les valeurs obtenues sont respectivement : $100 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$, $470\text{m}^2\text{g}^{-1}$ et $11\text{m}^2\text{g}^{-1}$.

II- Application de la silice traitée dans le processus d'adsorption du plomb :

Dans cette partie expérimentale, nous avons visé l'optimisation de quelques paramètres qui influent sur l'adsorption des ions du plomb sur la silice modifiée, choisi comme adsorbant.

II-1- Etude de l'influence de quelques paramètres sur l'adsorption du plomb :

Les cations métalliques et particulièrement les métaux lourds présents dans des effluents provenant des différents secteurs industriels sont généralement toxiques. La décontamination de ces effluents est une nécessité pour réduire leurs effets néfastes sur l'environnement.

Après avoir traitée la silice par les deux méthodes (chimique et thermique), nous nous sommes engagés dans l'optimisation des conditions d'adsorption des ions de plomb dans un milieu aqueux. Dans cette étude, nous analysons l'effet de certains paramètres opératoires à savoir ; le temps de contact, le pH, la masse de la silice dans la membrane, la masse de la

membrane, la vitesse d'agitation, la concentration du métal dans la solution et la température du milieu

II-1-1- Effet du temps de contact :

L'adsorption est un procédé de transfert du polluant de la phase liquide à la phase solide, le temps de contact entre les deux phases a un effet important sur le taux de ce transfert de matière.

L'étude expérimentale menée en mode 'batch' a permis de suivre les variations ayant lieu dans la phase liquide. La figure (III-6) montre, pour chaque pH, la cinétique d'adsorption exprimée comme étant la variation du rendement d'adsorption en fonction du temps de contact.

L'analyse des courbes de la figure (III-6) révèle que le taux d'adsorption du Plomb (II) sur la silice modifiée augmente progressivement pour atteindre l'équilibre après 60 minutes de contact. Afin de s'assurer que l'équilibre est atteint et qu'il n'y a pas de désorption des molécules adsorbées, on a fixé la durée de contact solide-solution, pour le reste de nos expériences à 120 minutes.

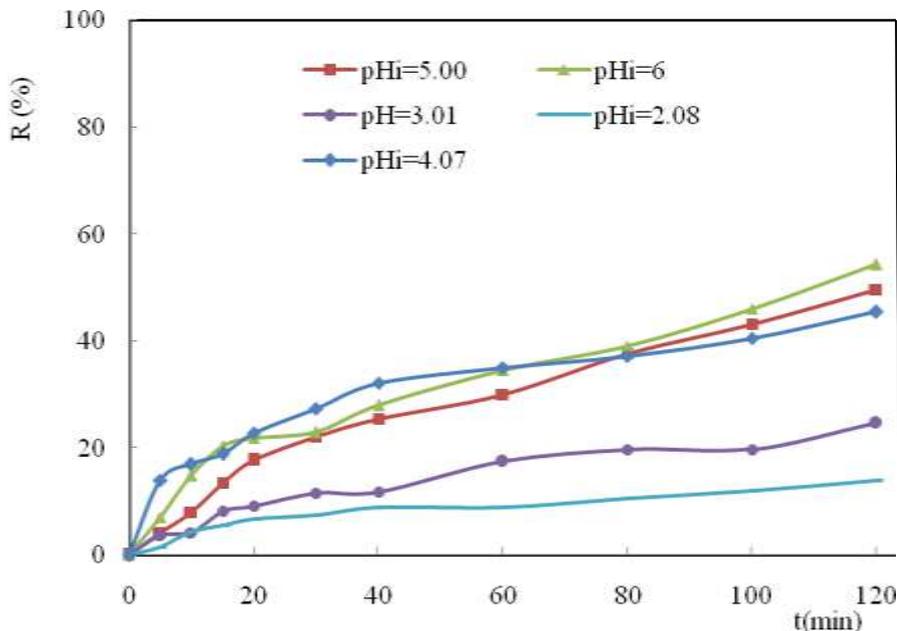


Figure (III-6) : Effet du temps de contact sur l'adsorption du plomb par la silice à différents pH de la phase aqueuse

($m_{\text{memb}}=0,1\text{ g}$; $v=200\text{ tr/min}$).

II-1-2- Effet du pH de la solution aqueuse:

Le pH a une influence remarquable sur le procédé d'adsorption des métaux, car il influe directement sur la charge de la surface des adsorbants et la nature des espèces ioniques des adsorbats. De fait l'adsorption ou capacité d'adsorption, évolue certainement avec le pH. Au cours de l'étude expérimentale, le pH a été varié de 2 à 6. Les résultats montrent que quelle que soit la valeur de ce paramètre, une influence sur la capacité de rétention est montrée.

- A pH fortement acide (pH=2) : la membrane composite ne peut pas adsorber et il est constaté que l'adsorption est faible. Ceci peut être expliqué par le fait que la concentration des $[H^+]$ est élevée en solution ce qui induit une compétition en faveur des $[H^+]$ avec les ions Pb^{2+} pour les sites libres qui existent au niveau de la surface de l'adsorbant chargé négativement. Donc il y'a une répulsion électrostatique entre les cations Pb^{2+} et la surface qui a acquis une charge positive [74].
- A pH = 3 : la concentration des $[H^+]$ diminue par contre celle de l'ion Pb^{2+} reste constante ce qui explique l'augmentation du taux d'adsorption;
- pH=4-5-6 : dans cette gamme de pH le support est très efficace pour la décontamination et les courbes d'adsorption passent à travers un maximum.

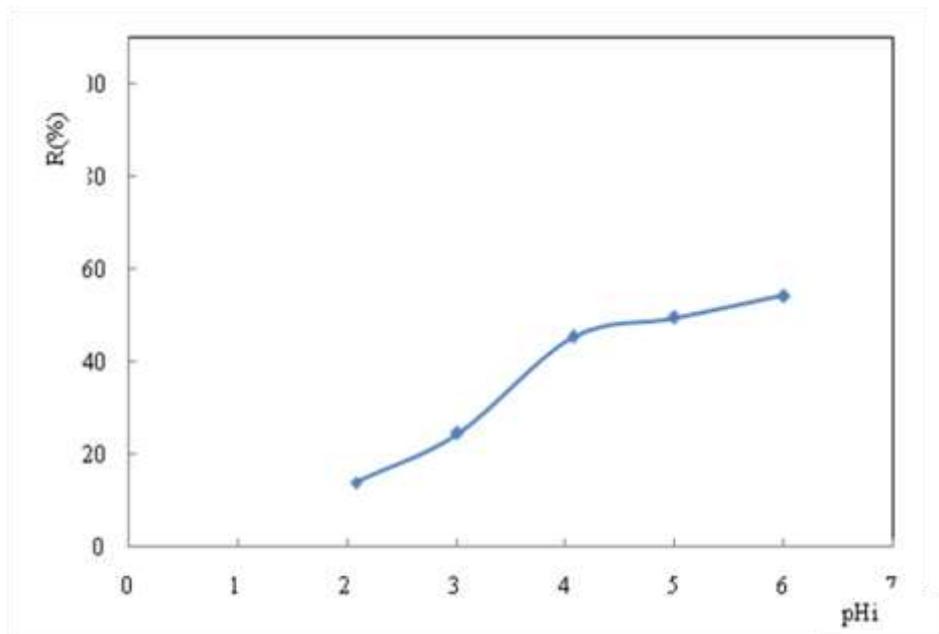


Figure (III-7): Influence du pH sur l'adsorption du plomb sur la membrane Composite ($C_i = 10 \text{ mg/l}$; $m_{\text{membr}}=0,1\text{g}$; $v=200 \text{ tr/min}$)

D'après ces résultats, on peut conclure que les meilleures rendements de rétention des cations de plomb, sont obtenues dans l'intervalle de pH= [4 -6].

Durant le déroulement de nos expériences, nous avons mesuré le pH de la phase aqueuse avant et après l'opération d'adsorption, ce qui nous a permis de constater l'augmentation de la concentration des protons H⁺ en solution. Ces derniers ont été libérés durant le déroulement de la réaction d'adsorption des ions de plomb par la silice. Donc on peut dire que l'adsorption des ions Pb(II) par la silice modifiée est réalisée par l'échange des ions H⁺ des groupes silanols (SiOH), couvrant la surface de la silice avec des ions métalliques en solution Pb⁺⁺.

De ce fait, cet échange cationique se fait selon la réaction suivante :



II-1-3- Effet de la concentration du plomb:

La concentration initiale du polluant peut aussi avoir une influence assez importante sur la capacité de rétention des supports solides utilisés comme adsorbants. Des valeurs de concentrations de 10, 20, 40, 60, 80 et 100mg/l ont été utilisées et les résultats sont donnés par la figure suivante.

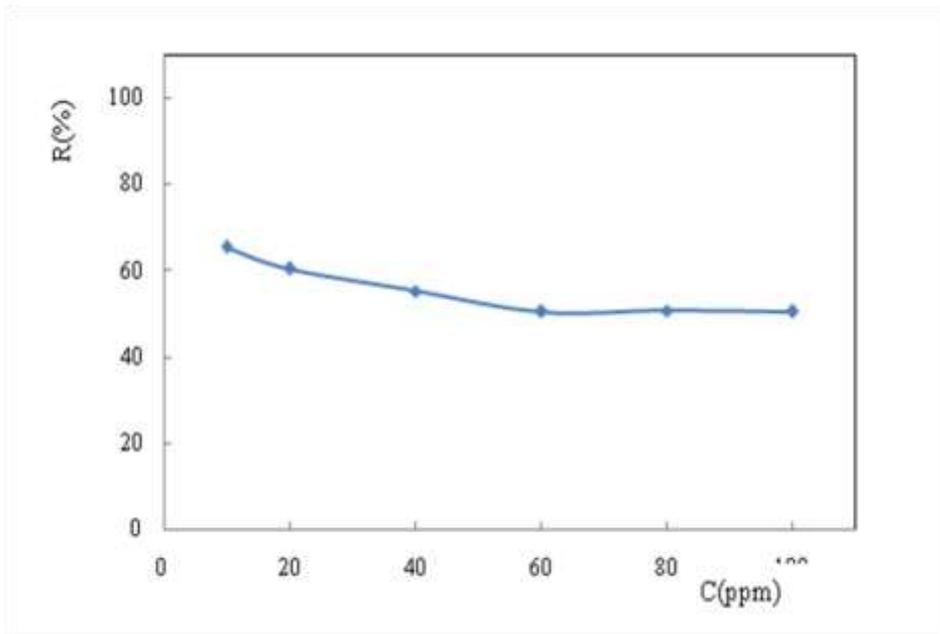


Figure (III-8): Influence de la concentration initiale de Pb²⁺ sur le pouvoir de rétention de la silice

(m_{silice}=0,4g ; pH=6 ; v=200 tr/min).

On constate que le processus de la rétention du plomb par la membrane est influencé par la valeur de la concentration initiale de l'espèce métallique.

La capacité d'adsorption diminue avec l'augmentation de la concentration du métal dans la solution aqueuse. Ceci peut être expliqué par le fait que la présence d'un nombre d'ions de Pb^{2+} assez important, empêche certains d'atteindre certains sites même vacants, et par conséquent la quantité de support devient moins importante par rapport à la quantité de polluant retenu, engendrant une diminution de la capacité de rétention [75].

II-1-4- Effet de la vitesse d'agitation :

Dans le but d'étudier l'influence de la vitesse d'agitation cinq valeurs différentes de cette dernière, ont été considérées, variant de 200 à 400 tr/min. D'après la courbe obtenue (figure (III-9)), la quantité du plomb adsorbée reste inchangée au-delà d'une vitesse d'agitation de 350 tr/min. Les faibles quantités observées pour des vitesses d'agitation de 200 à 300 tr/min sont dues à une dispersion incomplète des particules de l'adsorbant ce qui a pour conséquence une agglomération des particules de l'adsorbant et donc une diminution de la surface de contact entre l'adsorbant et l'adsorbant induisant une augmentation de la résistance au transfert de matière à l'intérieur du film d'interface liquide-solide [76].

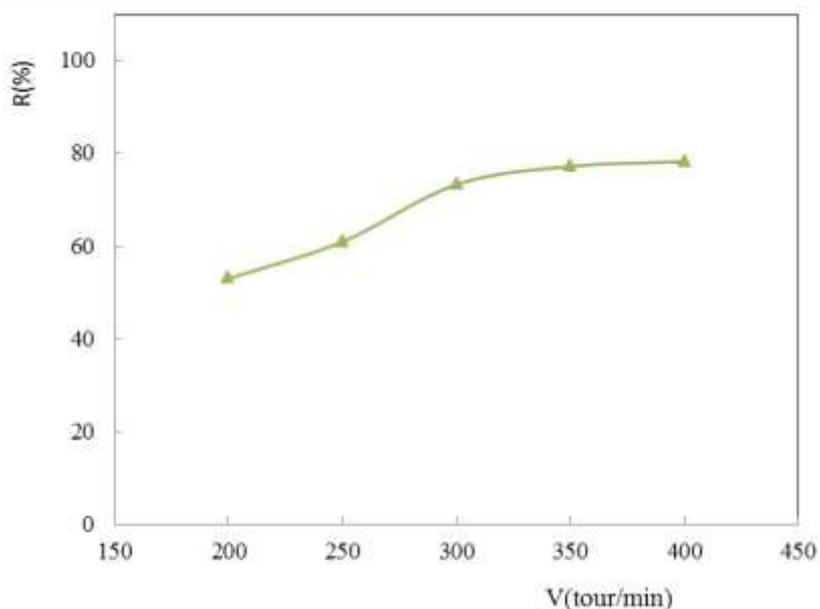


Figure (III-9): Influence de la vitesse d'agitation sur le rendement d'élimination du plomb ($C_i=10\text{ppm}$; $pH_i = 6$).

II-1-5- Effet de la masse de la silice dans la membrane :

L'effet de la masse d'adsorbant (silice) sur l'adsorption du Pb(II) à une concentration initiale 10 ppm a été étudié. Les masses de silice utilisées entre 0,1 à 1 g ont données des taux de rétention métallique présentés dans les figures (III-10 ; III-11).

Nous constatons que l'adsorption augmente proportionnellement avec la masse de la silice dans la membrane. En effet entre 0,1 et 0,3g, le taux de rétention du Pb(II) augmente jusqu'à une valeur optimale avoisinant les 56% à 0,3g. Au-delà de cette masse, un palier est obtenu avec une adsorption qui continue mais non significative, pouvant atteindre les 75% pour une masse de 1 g de silice

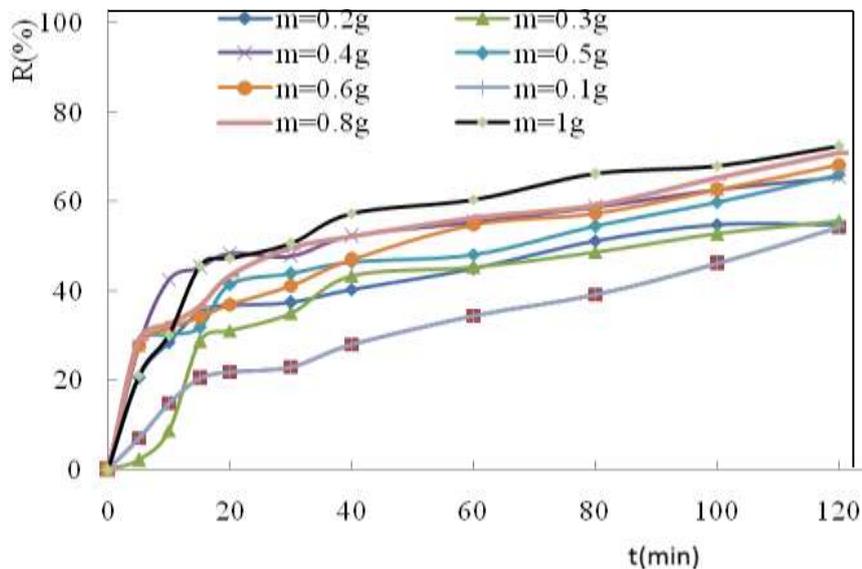


Figure (III-10) : Variation du pourcentage d'extraction du plomb en fonction du temps à différentes masses de silice dans la membrane (Ci=10ppm ; pH_i=6 ; v=350 tr/min ; m_{membr}=0,1g)

La Figure (III-11), montre clairement que la quantité adsorbée en élément métallique croît avec la masse d'adsorbant. Une quantité optimale de 0,6 g de silice dans la membrane sera nécessaire pour fixer le maximum d'ions métalliques Pb^{2+} .

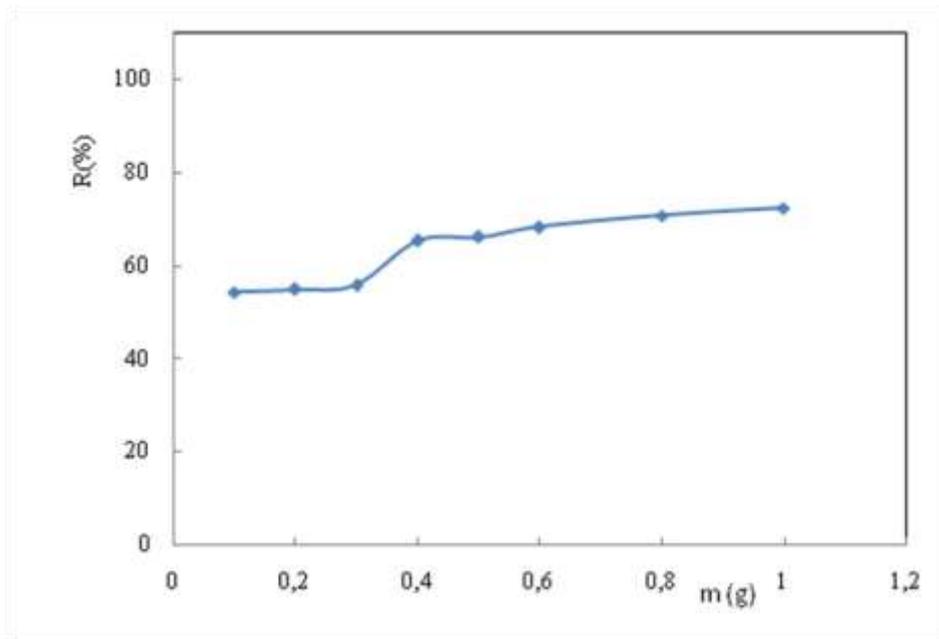


Figure (III-11): Influence de la masse de silice dans la membrane sur le rendement d'élimination du plomb ($C_i=10\text{ppm}$; $pH_i = 6$; $v=350\text{ tr/min}$; $m_{\text{membr}}=0,1\text{g}$).

II-1-6- Effet de la masse de la membrane composite :

L'effet de la masse de la membrane composite sur la rétention des ions métalliques $Pb(II)$ par le système CTA-Silice a été étudié à pH optimal ($pH = 6$) et à 2heurs de contact. Les quantités de membrane utilisées dans cette partie varient de 0,1 à 0,5g.

La figure (III-12) illustre l'évolution du rendement d'extraction en fonction de la quantité de la membrane CTA-Silice. Cette figure révèle une augmentation progressive du taux d'extraction jusqu'à l'apparition d'un palier à partir de 0,2g cette membrane. Ceci est dû à l'augmentation de la surface d'échange

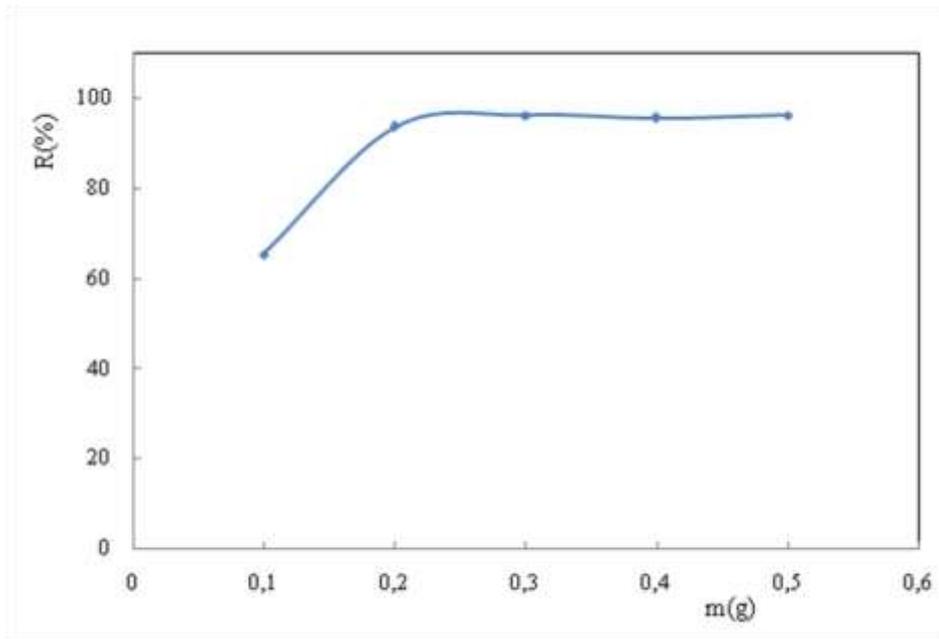


Figure (III-12): Influence de la masse de la membrane composite sur le rendement d'élimination du plomb (Ci=10ppm ; pHi = 6 ; v=350 tr/min ; m=0,6g).

III- Isothermes d'adsorption :

Dans le but de compléter l'étude de l'adsorption du plomb sur La silice, nous avons examiné l'isotherme d'adsorption à température ambiante. D'une manière générale, les isothermes d'adsorption traitent la distribution des molécules de l'adsorbat entre la solution et la surface du matériau adsorbant. Ce partage obéit à des relations précises qui représentent la quantité adsorbée en fonction de la concentration d'équilibre.

III-1- Type d'isotherme d'adsorption :

Afin de définir le type d'isotherme d'adsorption, nous avons représenté la quantité du métal adsorbée à l'équilibre en fonction de la concentration de la solution à l'équilibre. L'isotherme d'adsorption obtenue est représentée sur la figure (III-13).

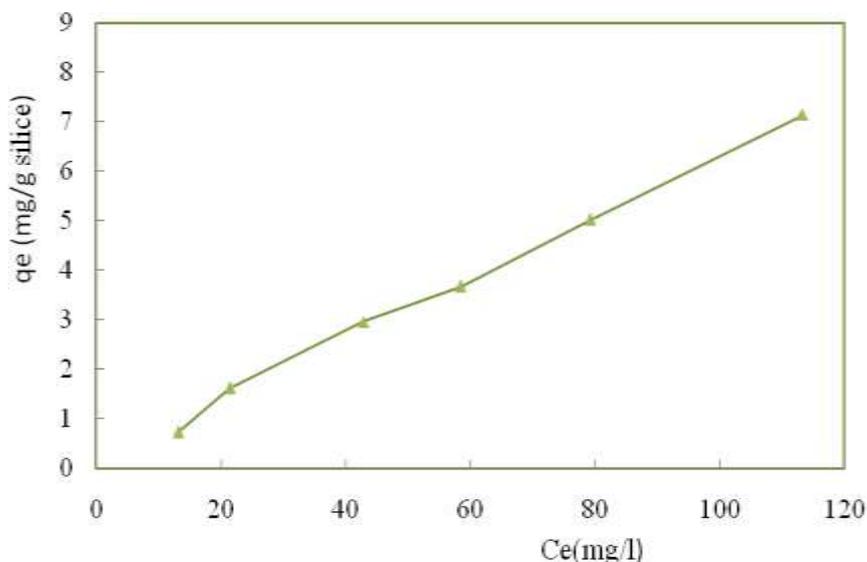


Figure (III-13): Isotherme d'adsorption sur la silice ($m=0,4g$; $pH=6$; $m_{membr}=0,2g$; $v=350$ tr/min).

Nous constatons que la capacité d'adsorption augmente progressivement avec la concentration initiale en plomb sans atteindre la saturation. C'est un isotherme de type I de la classification de Langmuir.

III-2- Modélisation des isothermes d'adsorption :

Cette partie traite la modélisation des résultats d'adsorption en système batch du plomb par la silice traitée. Les différentes modélisations utilisées dans cette étude sont : le modèle de Langmuir et le modèle de Freundlich.

III-2-1- Modèle de Langmuir :

La modélisation des résultats expérimentaux par l'isotherme de Langmuir, exploitée sous sa forme linéaire ($C_e/q_e = f(C_e)$) est représentée sur la figure (III-14).

Le tracé de l'équation de Langmuir $C_e/q_e = f(C_e)$ a montré une très bonne corrélation avec l'isotherme de Langmuir. Les différentes valeurs des constantes et des coefficients de corrélations de l'isotherme d'adsorption appliquée sont regroupées dans le tableau (III- 3). Ces résultats accréditent l'hypothèse d'une adsorption sur des sites éloignés les uns des autres par des distances permettant à cette adsorption de suivre le modèle d'indépendance de sites d'adsorption de Langmuir.

Tableau (III- 3) : Constantes et coefficients de corrélations de l'isotherme de Langmuir

La pente	R ²	q _m (mg/gRI)
4,96	0,996	0,201

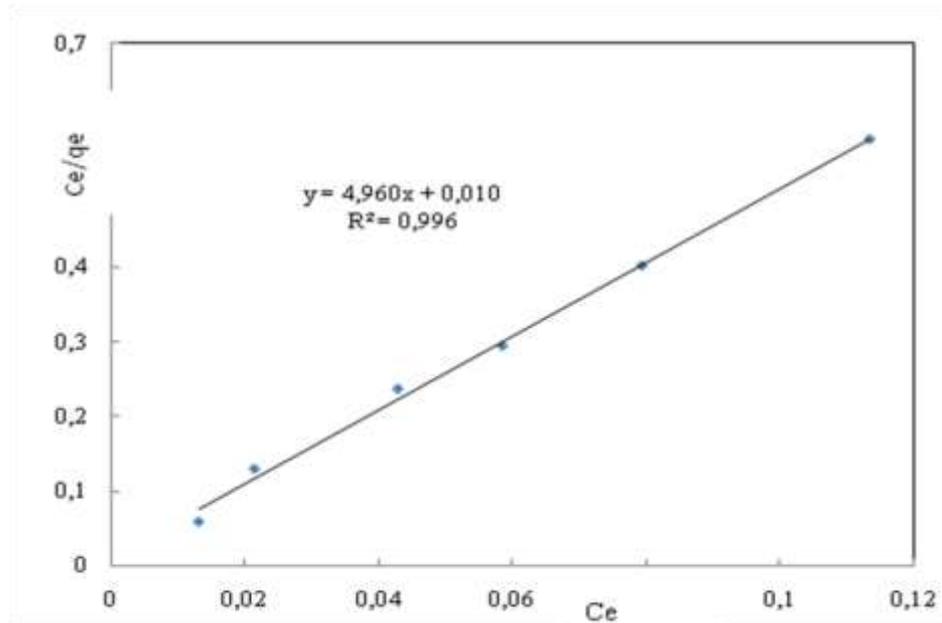


Figure (III-14): Modélisation des résultats expérimentaux par le modèle de Langmuir.

III-2-2- Modèle de Freundlich :

La modélisation de la cinétique d'imprégnation par le modèle de Freundlich est représentée sur la figure (III-15) ($\ln(q_e) = f(\ln(C_e))$).

D'après la courbe de cette figure, ce modèle est applicable puisque elle nous donne une bonne linéarité ($R^2 = 0,979$). La pente (n) de cette droite est de l'ordre de 1. Ce qui nous a permis de conclure que l'adsorption du plomb sur la silice est faible.

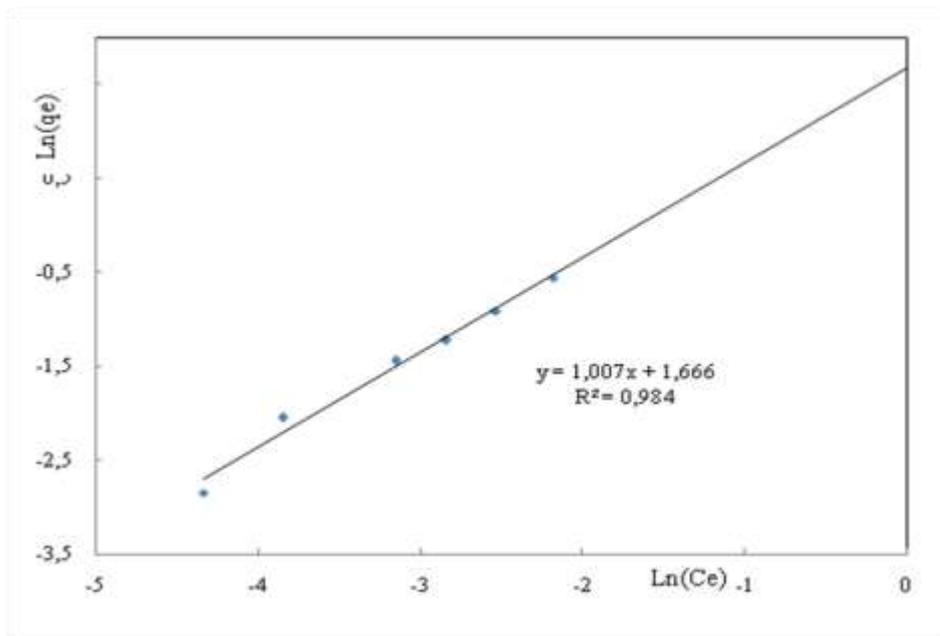


Figure (III-15): Modélisation des résultats expérimentaux par le modèle de Freundlich.

IV- Etude comparative de l'adsorption du plomb sur les différentes membranes :

La rétention du plomb par les trois membranes (CTA- silice industrielle, CTA- silice traitée chimiquement et CTA-silice traitée thermiquement) a été effectuée dans un système batch et dans les mêmes conditions opératoires ($C_i=10\text{ppm}$; $m_{\text{membr}}=0,2\text{g}$; $\text{pH}=6$; $w=350\text{tr/min}$).

L'influence des caractéristiques physico-chimiques des silices est représentée sur la figure (III-16). D'après cette figure, nous constatons que la membrane CTA- silice traitée thermiquement a un pouvoir d'adsorption supérieure (75%). Ceci est dû aux propriétés physico-chimiques des adsorbants, le volume des pores ainsi que la surface spécifique

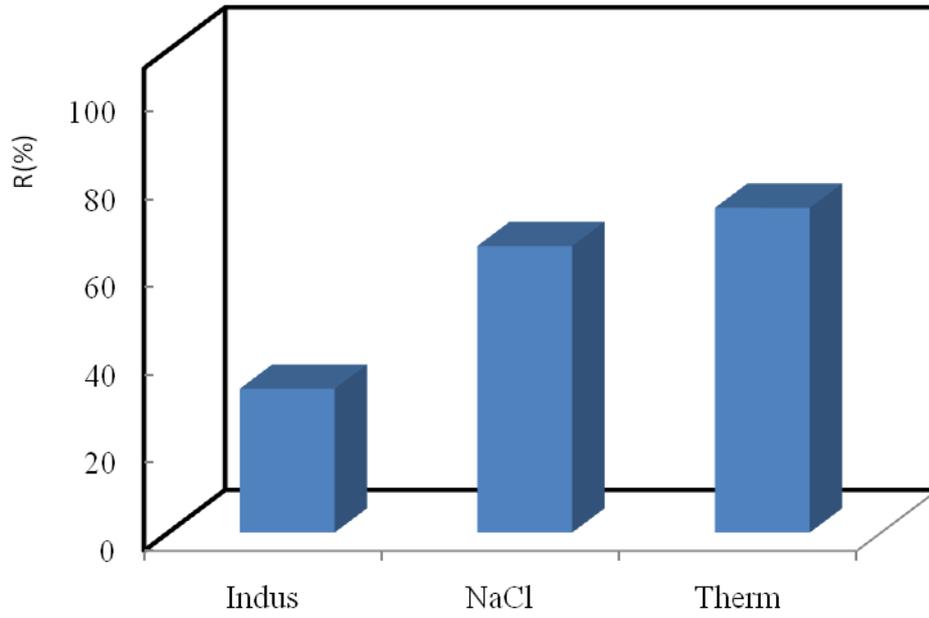


Figure (III-16): Variation de la quantité du plomb adsorbée en fonction de la nature de la silice ($C_i=10\text{ppm}$; $pH_i = 6$; $v=350 \text{ tr/min}$; $m_{\text{membr}}=0,2\text{g}$).

Conclusion Générale

Le premier objectif de ce travail auquel est consacré ce mémoire, est de préparer les membranes composites à base de Triacétate de Cellulose (CTA) et de la silice traitée, puis les caractériser par IR, BET et MEB.

Le deuxième objectif est de faire une étude d'adsorption de plomb sur ces membranes composites qu'on a préparé, pour cela nous avons étudié l'influence de quelques paramètres.

L'analyse structurale de nos échantillons par IRTF montre la présence des spectres des groupements caractéristiques à la membrane et à la silice. Celle-ci montre également la présence de la bande silanol Si-OH responsable du phénomène d'adsorption.

L'étude des paramètres influençant l'adsorption du plomb sur la silice a été réalisé à savoir ; le temps de contact, le pH, La masse de l'adsorbant la concentration en Pb^{2+} , vitesse d'agitation et la température du milieu, montre que:

- La vitesse d'adsorption augmente avec l'augmentation du temps de contact, jusqu'à la stabilisation ($t=20$ min), ce qui implique l'obtention de temps d'équilibre ;
- Le meilleur rendement d'adsorption est obtenu à $pH=6$. La mesure du pH avant et après adsorption montre une diminution du pH après adsorption, ce qui est expliqué par la libération des cations H^+ des groupements silanol. Ces groupements sont responsables de l'adsorption de Pb^{2+} par échange cationique suivant le mécanisme si contre :



- L'augmentation de la masse de la silice dans la membrane fait augmenter le rendement d'adsorption. Une quantité optimale de 0,6 g de silice dans la membrane sera nécessaire pour fixer le maximum d'ions métalliques Pb^{2+} .
- L'augmentation de la concentration de la solution en Pb^{2+} fait diminuer le rendement d'adsorption.
- L'adsorption du plomb sur les membranes se déroule à température ambiante. Le rendement diminue quand la température augmente, ce qui suggère qu'on est en présence d'un phénomène d'adsorption exothermique.
- L'étude comparative de l'adsorption du plomb sur les différentes silices montre que la membrane CTA- silice traitée thermiquement a un pouvoir d'adsorption supérieure (75%). Ceci est dû aux propriétés physico-chimiques des adsorbants, le volume des pores ainsi que la surface spécifique.

En Perspectives, on propose :

- Utilisation d'autres types de polymères pour la synthèse de membranes modifiés par le kaolin.
- Modification de la membrane à base de CTA par d'autres matériaux (organiques et inorganiques)
- Utilisation de ces membranes composites pour l'adsorption d'autres polluants.

Références Bibliographique

- [1] Reddad Z, Gerente C, Andres Y, Le Cloirec P, Environ. Sci. Technol. 36(2002) 2067-2073.
- [2] B.SENGUPTA, S.MATHURKUMAR, A.BHAKHAR AND R.SENGUPTA, Hydrometallurgy, Vol. 89, (3-4), 311-318, 2007.
- [3] M.KARTHIK, N.DAFALE, P.PATHE, T.NANDY, Biodegradability enhancement of purified terephthalic acid wastewater by coagulation–flocculation process as pretreatment, Journal of Hazardous Materials, Vol. 154 (1-3), 721-730, 2008.
- [4] O.LAFONT, De l'apprentissage au Prix Nobel: le fabuleux destin d'Henri Moissan ; Annales Pharmaceutiques Françaises, Vol. 66 (1), 28-33, 2008.
- [5] F.TESTARD, L.BERTHONANDA, THOMAS, Comptes Rendus Chimie, Vol. 10(10-11), 1034-1041, 2007.
- [6] A.THEKKEDATH, W. M. NACEUR, K.KECILI, M.D.SBAI, A. ELANA, L. AURET, H. SUTY, C.MACHINAL, Comptes Rendus Chimie, Vol. 10 (9), 803-812, 2007.
- [7] M.C.P.A.MOURA, Utiliza ção de micro emulsões como agentes modificadores de superfícies para remoção de íons metálicos, Thèse de Doctorat, PPGEQ, UFRN, Natal (Brasil), 2001.
- [8] F. BOUDRAHEM, F. AISSANI-BENISSAD, H. AIT-AMAR, 2009. Batch sorption dynamics and equilibrium for the removal of lead ions from aqueous phase using activated carbon developed from coffee residue activated with zinc chloride, J. Environ. Manage; 90, 3031-3039.
- [9] F. BOUDRAHEM, F. A. SOUALAH, F. AISSANI-BENISSAD, 2011. Pb(II) and Cd(II) Removal from Aqueous Solutions Using Activated Carbon Developed from Coffee Residue Activated with Phosphoric Acid and Zinc Chloride, J. Chem. Eng. Data, 56, 1946-1955.
- [10] M. POPESCU, J. BLANCHARD, J. Carré, Analyse et traitement physicochimique des rejets atmosphériques industriels. Émission, fumées, odeurs et poussières, Édition Lavoisier Technique et Documentation. (1998).
- [11] C. BLIEFERT, R. PERRAUD, Chimie de l'environnement Air, Eau, Sols, Déchets, Traduction et adaptation de l'allemand. 1re Edition de boeck. (2004) 369-388.

- [12] M.GERARD MIQUEL ET AL, Les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé, Rapport d'information N° 261 (2000-2001), fait au nom de l'Office parlementaire d'évaluation des choix scient. Tech, déposé le 5 avril (2001).
- [13] D. UVERNEUIL, B. FNOUILLE, C. CHAFFOT, Récupération des métaux lourds dans les déchets et boues issues des traitements des effluents, Edition LVOISIER (1997).
- [14] J. M. BRIGNON, L. MALERBE, S. SOLEILLE, Les substances dangereuses prioritaires de la directive cadre sur l'eau. Fiches de données technico-économiques, Rapport final, INERIS DRC-MECO-. (2005) 2004-59520.
- [15] D. CHAPMAN, Water quality assessments et FNSPON second édition. (UNESCO/WHO/UNEP). (1996).
- [16] NASSEEM R and TAHIR S.S., Removal of Pb(II) from aqueous/acidic solutions by using bentonite as an adsorbent. Wat. Res., 33(11) (2001) 3982–3986.
- [17] BODEK I., LYMAN W., REEHL W. and ROSENBLATT D. Environmental Inorganic Chemistry: Properties, Processes and Estimation Methods. SETAC Special Publications Series. New York, Pergamon Press. B. Walton and R. Conway. (1988).
- [18] KABATA A. and PENDIAS H. Trace elements in soils and plants, C.R.C. Press. 2nd Ed. (1992).
- [19] HEWITT. C.N, RASHED. MB. Organic lead compounds in vehicles. Exhaust. Apple. organoment. Chem2, p. 25-100. (1988).
- [20] International chemical safety card. Lead chromate (VI). Luxembourg, CEC, IPCS, ICSC 0003, (1991).
- [21] PICHARD .A. Plomb et ses dérivés. Fiche INERIS-DRC-01-25590. ETSC Api/SD- N° code 257-Version2. Doc, p. 1-83. (2002).
- [22] KRUPKA. KM. Understanding variation in partition coefficient, K_d , Values. Environmental protection Agency. (1999).
- [23] G. MIQUEL, (2001) Les effets des métaux lourds sur l'environnement et la santé. Rapport de l'office parlementaire d'évaluation des choix scientifiques et technologiques, 366p.
- [24] OCDE (1993) Risk Reduction Monograph No1, Lead background and national Experience with reducing risk.
- [25] LEVALLOIS P. et AL. « Lead exposure of children living in the Quebec City area », Trace Substances in Environmental Health XXIV. 308-314. (1991),
- [26] Centre international de recherche pour le cancer, 2002, overall evaluations of canciro genecity to humain.

- [27] Estimation de l'INSERM, surveillance de la population française vis à vis du risque saturnin,1997.
- [28] M.PAKULA et AL., Voltammetric and FT-IR studies of modified activated system with phenol, colloids and surfaces A : physicochimie.engineering,aspects 260 (2005) 145-155.
- [29] (MANCEAU et AL, 2002).
- [30] (SIGG et AL, 2000).
- [31] A. TALIDI, « Etude de l'élimination du Chrome et du bleu de méthylène en milieux aqueux par adsorption sur la pyrophyllite traitée et non traitée», Thèse doctorat, Université Mohammed V-AGDAL Rabat (2006).
- [32] Hawleys condensed chemical dictionary 11 eme édition
- [33] M.BABANE, Elsevier, paris,2000
- [34] F.BOUDRAHEM et H.AMIROUCHE, etude du procédé d'adsorption du phenol sur le charbon actif préparé a partire du marc de café et modélisation par plans d'expériences, mémoire de fin d'études,2004.
- [35] I.I.SALAM et T.J.BANDOZ, Rol of chemistry in adsorption of phenol on activated carbon. journal of colloid,264,(2005),37-312.
- [36] M.L.SEKRIFA, etude coparative de la cacité d'acsorption du charbon active du noyau d dattes, thèse magister, anaba2000.
- [37] S.MADRAU, caratérisation des adsorbants pour la purification de l'hydrogène ar adsorption modulée en pression. Thèse dorctorat, loraine, 1999.
- [38] D. DAVID, R. CAPLAIN, «Méthodes usuels de caractérisation des surfaces », Edition Eyrolles (1988).
- [39] C. E. CHITOUR, « Chimie physique des phénomènes de surface », OPU Alger (1979)
- [40] F.EDELINE, épuration physico-chimique des eaux, 2^{eme}édition 1992.
- [41] Copyright, 1998-2005 lenntch, traitement de l'eau et de l'air,

- [42] Thèse D.S.MADRAU, caractérisation des adsorbant pour la purification de l'hydrogène par adsorption modulée en pression, I.N.polytechnique, loraine.1999.
- [42] Thèse D.M.A.SLASLI« Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux : Approches théorique et expérimentale ».Neuchatel, 2003
- [43] E.KOLLER, Génie chimique, Ed. DUNOD, paris(2001).
- [44] R-AYYAPPAN et AL, Process Biochemistry, 40(2005)1293-1299.
- [45] EMILIAN KOLLERoll, (2001) Aide mémoire, génie chimique. 1^{ère} édition DUNOD, Paris.
- [46] D. M. RUTHVEN, (1984) principles of adsorption and adsorption process, John Wiley. & Sons, New-York.
- [47] M. L. SUN, F. MEUNIER, (2007) Adsorption: aspect théoriques . Techniques de l'ingénieur, J 2 730.
- [48] C. MANOLA, Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables par adsorption puis oxydation catalytique ; thèse de doctorat, N° d'ordre : 2479 ; 13-17, 2007.
- [49] J.KÄRGER, D.M .RUTHVEN, Diffusion in Zeolites and Other Microporous Solids. John Wiley & Sons, Inc., New York, 1992.
- [50] R.W.BAKER. Membrane technology and application, Jon.Wiley and Sons,Ltd, Eng England, (2004).
- [51] H.J.C.HENNEP, D.BARGMAN.M.H.V. Mulrer, C.A.Smolders, J.Membr. Sci35, 39 (1987).
- [52] I.F.J. VANKEKCOM, DGEPRE, S .D.BOEKELAER, JPhys.Chem, 99, 1319(1995).
- [53] W.JI.S.K.SIKDAR, Ind. Eng. Chem.Res 35, 1124 (1996).
- [54] D.ROIZARD, R.Clement, P.Lochan, J.MembreSci, 116,151(1996)
- [55]Q.LIEU, R.D.NOBLE, J.L.FALCONER, J.Membrane Sci, 117, 163 (1996).
- [56] Y.ZHU, R.G.MINET, T.T.Sotses, J.Chem.Eng. Sci, 51, 4103 (1996).

- [57] K.O.ADEBOWALE, I.E.UNUABONAH, B.IOLU-OWOLABI, Adsorption of some heavy metal ions on sulfate and phosphate-modified Kaolin, *Applied Clay Science*, 29, 145–148, 2005.
- [58] K.O. ADEBOWALE, E. UNUABONAH, B.IOLU-OWOLABI, I. BAMIDELE, The effect of some operating variables on the adsorption of lead and cadmium ions on kaolinite clay, *Journal of Hazardous Materials*, B134, 130–139, 2006.
- [59] E.I.UNUABONAH, K.O.ADEBOWALE, B.IOLU-OWOLABI, L.Z.YANG, L.X. KONG, Adsorption of Pb (II) and Cd (II) from aqueous solutions onto sodium tetraborate-modified Kaolinite clay, Equilibrium and thermodynamic studies, *Hydrometallurgy*, 93, 1–9 2008.
- [60] C.R.BURCH, Mesoporous materials for water treatment processes, *Water Research*, 33 (18), 3689–3694, 1999.
- [61] E.GALAN, P.APARICIO, A.MIRAS, K.MICHAILIDIS, A.TSIRAMBIDES, Technical properties of compounded kaolin sample from Griva (Macedonia, Greece), *Applied Clay Science*, 10, 1996.
- [62] W.TRABELSI, M. BENZINA, S.BOUAZIZ, Physico-chemical characterization of the Douiret sand (Southern Tunisia); Valorisation for the production of Silica Gel, *Physics Procedia*, 2 (2009), 1461-1467
- [63] R.K.ILER, *The chemistry of silica*. John Wiley and Sons, New York, (1979).
- [64] P.B.SARAWADE, J.K.KIM, A.HILONGA, D.V.QUANG, H.T.KIM, Synthesis of hydrophilic and hydrophobic xerogels With superior properties using sodium silicate, *Microporous and Mesoporous Materials* 139 (2011),138-147
- [65] M.HESSE, H. MEIER et B. ZEEH, *Méthodes spectroscopiques pour la chimie organique*, Ed. Masson (1997).
- [66] T.CHOUCHANE, *Synthese,Caracterisation et application de materiaux catalytiques*,thèse de doctorat, université de Badji Mokhtar –Annaba (2009).
- [67] G.BURGOT, J.L. BURGOT, «Méthodes instrumentales d’analyse chimique et application », Lavoisier 2^{ème} Edition, 2006.
- [68] S.TOUAZI, A.REDOUNI, «Valorisation des lignocellulosiques en charbons actifs en vu de l’épuration des eaux chargées en métaux lourds (cadmium et plomb)», *Mémoire d’Ingénieur*, Université de béjaia, 2008.

- [69] JIN, Y. and K.H.ROW, , KOREAN J. Chem. Eng., Vol.22, No.2,pp.264-267 (2005).
- [70] L.C.BELL, A.M.POSNER, J.P.QUIRK, Journal of Colloid and Interface science, 42pp250-261 (1973).
- [71] K.L. KOUASSI, A.V. I. WOGNIN, T.GNAGNE, Y.A.N'GO, J.R COURIVAUD, P. KASSY, M. DEME et K. AKA, Caractérisation des sables et morphologie du fond du lac du barrage hydroélectrique de Taabo, Sciences et Nature, 4 (2007); 93-103.
- [72] I.PAJARES, S.MARTNER-RAMIREZ, M.T.BLANCO-VARELA, Cement and Concrete composites,Evolution of ettringite in presence of carbonate, and silicate ions 25 (2003); 861-865.
- [73] S.ESPOSITO, M.TURCO, G.RAMIS, G.BAGNASCO, P.PERNICE, C.PAGLIUCA, M. BEVILACQUA, A.ARONNE, Cobalt–silicon mixed oxide nanocomposites by modified sol–gel method, Solid State Chemistry. 180 (2007); 3341-3350.
- [74] D.INGRACHEN, D.MERABET, Utilisation des sous-produits siliceux du Kaolin en vue de l'élaboration de matériaux électrochromes, Thèse de doctora,Université A.MIRA BEJAIA (2015) p45.
- [75] S. ARRIS, ' Etude, Exploration et identification des processus de rétention des métaux Lourds par certains sous produits agricoles, Thèse de Magister dirigée par Pr M. Bencheikh lehocine, Université de Constantine (1999);
- [76] M.BENCHEIKH LEHOCINE, S. ARRIS, A-H. MENIAI, M.MORCELLET, M. BACQUET, B.MARTEL, et A. MANSRI, 'Study and identification of retention process of heavy metals by adsorption on agricultural by products,' Chemical. Engineering Technology, wiley-VCH, Germany 2003;
- [77] W. T. TSAI, C. W. LAI, K. J. HSIEN, «Adsorption kinetics of herbicide paraquat from aqueous solution onto activated bleaching earth», Chemosphere 55 (2004) 829– 837.

Résumé

Le problème de la pollution de l'environnement reste toujours d'actualité car de nombreuses activités industrielles continuent à générer des polluants divers, notamment certains produits chimiques d'origine industrielle ou agricole susceptibles de créer des nuisances importantes. Ces polluants possèdent la capacité de se concentrer le long de la chaîne alimentaire et de s'accumuler dans certains organes du corps humain. Les métaux lourds et plus particulièrement le Zinc, le Plomb, le Cadmium, le Chrome font partie de ces substances qui ont fait leurs apparitions à des concentrations élevées dans l'environnement, et qui présente un danger pour la santé humaine. Face aux risques que présentent ces polluants, l'élimination des métaux lourds est donc une nécessité majeure pour la protection de l'environnement. L'objectif de notre travail est de préparer des membranes composites à base de Tri acétate de Cellulose (CTA) et de la silice traitée. Nous avons étudié les possibilités de quelques paramètres d'adsorption sont :

- Le temps de contact,
- La concentration de la solution du Pb^{2+} ,
- La vitesse d'agitation,
- Le pH de la solution,
- La masse de la membrane,

Mots clés : métaux lourds, membrane composite, plomb, modèle de freundlich.

abstract

The problem of environmental pollution is still relevant for many industrial activities continue to generate various pollutants, including certain chemicals from industrial or agricultural sources may create significant nuisances. These pollutants have the ability to concentrate along the food chain and accumulate in certain organs of the body. Heavy metals and particularly Zinc, Lead, Cadmium, Chromium are part of these substances that have been appearances at high concentrations in the environment, and that poses a threat to human health. Given the risks posed by these pollutants, the removal of heavy metals is a major need for environmental protection. The aim of our work is to prepare composite membranes based on Cellulose Tri Acetate (CTA) and the treated silica. We studied the possibilities of some adsorption parameters are:

- The time of contact,
- The concentration of Pb^{2+} solution,
- The stirring speed,
- The pH of the solution,
- The mass of the membrane,

Keywords: heavy metals, composite membrane, lead, freundlich model.