

UNIVERSITE KASDI MERBAH OUARGLA

FACULTE DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE DES SCIENCES DE LA
MATIÈRE

Département de Génie des
Procédés



Mémoire

MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Techniques

Filière : Génie des Procédés

Spécialité : Génie Chimique

Présenté par : KANOURI Rima et LABIDE Abdelhamid

Thème

Adsorption du phénol sur la bentonite de Maghnia

Devant le jury :

MOKADEM Khadra

MAB UKM Ouargla

Présidente

KENDOUR Zaouia

MAA UKM Ouargla

Examinatrice

CHAOUCH Noura

MAA UKM Ouargla

Rapporteur

Année universitaire 2012/2013.

Remerciement



Nous remercions DIEU tout puissant qui nous a donnés le courage, la force et la volonté pour réaliser ce modeste travail ;

Nous remercions très sincèrement le président de jury et les membres de jury ayant acceptés d'évalué ce travail ;

Nous remercions chaleureusement notre promotrice M^{elle} **CHAOUCH Noura** pour sa disponibilité à tous épreuve, pour sa gentillesse et sa patience, pour ses orientations et ses remarques fructueuses. Tout notre respect et notre gratitude, merci.

Nous remercions Monsieur M.Saidi, directeur du laboratoire VPRS de nous avoir permis de réaliser ce travail dans de bonnes conditions.

Nous remercions M^{elle} RAHMANI Zhor pour son aide dans la réalisation des analyses spectrophotométrique.

Nous remercions tous nos collègues de la promotion Génie des procédés.

Nous remercions notre collègue Moumeni Abdelhamid pour l'aide qu'il nous a apporté courant ce travail.

Une attention toute particulière va aux membres du Département de Génie des procédés pour l'aide technique, le travail administratif et le soutien moral qu'ils nous ont apportés.

Dédicace



A la mémoire de ma très chère Mère qui ma soutenu dans tous les domaines de la vie, particulièrement mes études à toi maman je te dis mille fois merci.

A mon père, pour ses sacrifices et ses encouragements.

A mes chère frères : Rami, Hassan et Ahmed Khalifa.

A mes chères sœurs : Soumia et Linda.

A mon fiancé Hamza.

A ma chère Naima.

A ma belle-famille.

A tous mes amis.

A tous mes enseignants et collègues.

Rima

Sommaire

N°		Page
	Introduction général	01
	CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	
I	Généralité sur l'adsorption	02
I.1	Définition	02
I.2	Les types d'adsorption	02
I.2.1	Adsorption physique (physisorption)	02
I.2.2	Adsorption chimique (chimisorption)	02
I.3	Mécanisme et cinétique d'adsorption	03
I.4	Facteurs influençant le phénomène d'adsorption	03
I.5	Equilibre d'adsorption	04
I.5.1	Classification des isothermes d'adsorption	04
I.5.2	Les modèles d'adsorption	05
I.5.2.1	Modèle de Langmuir	05
I.5.2.2	Modèle de Freundlich	06
II	Généralités sur la bentonite	06
II.1	Définition	06
II.2	Origine de la bentonite	06
II.3	Structure de la bentonite	07
II.4	Application de la bentonite	07
III	Le phénol	08
III.1	Définition	08
III.2	Toxicité	09
III.3	Utilisation	09
	CHAPITRE II : EXPERIMENTATION	
I	Matériels et méthode	11
I.1	Matériels et appareillage	11
I.1.1	Matériels	11
I.1.2	Appareillage	11
I.2	Réactifs	12
I.3	Méthodologie de travail	12
I.3.1	Choix de la bentonite	12
I.3.2	Activation de bentonite	13
I.3.3	Caractérisation de la bentonite active	13
I.3.3.1	Mesure de la densité apparente	13
I.3.3.2	Mesure de la porosité	14
I.3.4	Optimisation des conditions d'adsorption du phénol	14

Sommaire

II	Résulta et discussion	15
II.1	Traçage de la courbe d'étalonnage du phénol	15
II.2	Choix de bentonite active	16
II.3	Caractérisation de bentonite	16
II.4	Etude fondamental de l'adsorption du phénol sur la bentonite active	17
II.4.1	Effet du temps de contact	17
II.4.2	Effet de la masse de la bentonite active	18
II.4.3	Etablissement des isothermes d'adsorption	19
II.4.4	Modélisation des résultats expérimentaux	20
	Conclusion générale	22

Liste de figure

N°	Titre de la figure	Page
	CHAPITRE I : SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE	
01	Mécanisme de transport de l'adsorbat au sein d'un grain	03
02	Typologie des isothermes	05
03	Structure de la montmorillonite	07
04	Structure du phénol	08
	CHAPITRE II : EXPERIMENTATION	
05	Spectrophotomètre UV visible type SpectroScan 80	12
06	La bentonite de Maghnia.	12
07	Spectre UV-visble d'une solution de phénol	15
08	La courbe d'étalonnage	16
09	Effet du temps de contact sur l'adsorption du phénol	18
10	Effet de la masse de la bentonite active sur l'adsorption du phénol	19
11	Isotherme d'adsorption du phénol sur la bentonite active	20
12	Isotherme de Freundlich	21
13	Isotherme de Langmuir	21

Liste des tableaux

N°	Titre du tableau	Page
	CHAPITRE I : SYNTHÈSE BIBLIOGRAPHIQUE	
01	Différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique	02
02	Propriétés chimiques et propriétés physiques	08
	CHAPITRE II : EXPERIMENTATION	
03	Listes des réactifs	12
04	Caractéristiques physico-chimique de la bentonite de Maghnia	13
05	Composition chimique (en%) de la bentonite de Maghnia	13
06	Les conditions opératoires du processus d'adsorption	14
07	Résultats de l'analyse spectrophotométrique des solutions de phénol	15
08	Résultats de l'analyse spectrophotométrique des filtrats	16
09	Caractéristiques de la bentonite active	17
10	Effet du temps de contact sur l'adsorption du phénol	17
11	Effet de la masse de la bentonite active sur l'adsorption du phénol	18
12	Isotherme d'adsorption	19
13	Les paramètres équationnels du modèle de Langmuir	20
14	Les paramètres équationnels du modèle de Freundlich	20
15	Constantes relatives aux deux modèles	21

Liste des symboles

Liste des symboles

Symbole	Signification	Unité
q_e	Quantité de l'adsorbat adsorbée par gramme d'adsorbant	mg/g
q_m	Capacité maximale de l'adsorbant appelée aussi capacité	mg/g
x	masse de l'adsorbat adsorbé	mg
C_0	Concentration initiale du soluté	mg/l
C_e	Concentration du soluté à l'équilibre d'adsorption	mg/l
w	Pourcentage massique	%
V	Volume de la solution	l
m	Masse d'adsorbant utilisée	g
b	Constante de Langmuir	l/mg
k	Constante de Freundlich	$\text{mg}^{1-n} \text{l}^n \text{g}^{-1}$
n	Constante de Freundlich	-
ρ	Densité apparente	g/cm^3
ε	Porosité	%
T	Température	$^{\circ}\text{C}$
t	Temps	min

introduction générale

Introduction générale

L'eau est un élément essentiel dans notre vie. De ce fait sa pollution constitue le danger le plus redoutable pour l'humanité.

Les polluants qui altèrent la qualité des eaux sont divers et diversifiés notamment le phénol largement employé dans plusieurs domaines. Sa toxicité remarquablement élevée à inciter les services chargés de la protection de l'environnement à normaliser sa concentration dans l'eau afin de réduire ses impacts sur l'homme et l'environnement.

De nombreuses méthodes ont été développées pour le traitement des eaux polluées par le phénol. Toutefois, l'adsorption s'avère la technique de choix pour l'élimination de ce polluant.

L'avantage majeur de cette technique est sa possibilité d'employer plusieurs types d'adsorbants. Les argiles, surtout activées ont prouvées une efficacité impressionnante dans l'élimination du phénol des eaux usées.

C'est dans ce contexte générale que se propose cette étude ayant pour objectif principal l'étude de la possibilité d'utiliser la bentonite de Maghnia activée avec de l'acide phosphorique comme adsorbant pour la rétention du phénol à partir d'une solution aqueuse.

Ce manuscrit est composé en deux chapitres.

Dans le premier chapitre, nous avons résumé quelques informations indispensables sur l'adsorption, la bentonite et le phénol.

Dans le deuxième chapitre, nous avons présenté le matériel employé, la méthodologie adoptée ainsi que les résultats obtenus et leurs interprétations.

La conclusion générale résume les principaux résultats de ce travail de recherche.

Chapitre I
Synthese bibliographique

I. Généralité sur l'adsorption

I.1. Définition

L'adsorption est un phénomène physico-chimique de transfert de matière d'un fluide vers la surface d'un solide. La substance qui se fixe est appelée adsorbat, le solide qui est le siège de l'adsorption est nommé adsorbant. Ce phénomène spontané provient de l'existence de forces non compensées à la surface de l'adsorbant [1]. Il se traduit en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles (gaz /solide ou liquide/solide) [2].

I.2. Les types d'adsorption

Les interactions adsorbat-adsorbant mettent en évidence deux types d'adsorption :

I.2.1. Adsorption physique : physisorption

L'adsorption physique est un phénomène réversible gouverné par des forces attractives de nature physique, comprenant les forces de Van der Waals. Ces forces ne détruisent pas l'individualité des molécules adsorbées et lorsqu'elles opèrent, elles correspondent à des énergies faibles qui sont de l'ordre de 10 Kcal par mole. Ce phénomène consiste essentiellement en la condensation de molécules sur la surface du solide est favorisé par un abaissement de la température [3].

I.2.2. Adsorption chimique: chimisorption

L'adsorption chimique est un phénomène irréversible géré par des interactions chimiques qui provoquent un transfert ou une mise en commun d'électrons entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant. On assiste donc à une destruction de l'individualité des molécules adsorbées et la formation de nouveaux composés à la surface de l'adsorbant. Ce type d'adsorption se développe à haute température et met en jeu une énergie élevée variant de 10 à 100 Kcal par mole [3][4].

Le tableau N°01 présente les différences entre les deux types d'adsorption.

Tableau N°01: Différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique.

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Energie d'adsorption	5 à 10 Kcal/mole	10 à 100 Kcal/mole
Température	Basse	Elevée
Nature de liaison	Physique	Chimique
Energie d'activation	Non appreciable	Importante
Cinétique	Très rapide	Lente
Etat de surface	Formation de multi-couches	Formation d'une monocouche
Désorption	Plus ou moins parfaite	Difficile

Source : [3].

I.3.Mécanisme et cinétique d'adsorption

Le transfert d'une phase liquide contenant l'adsorbat vers une phase solide avec rétention de soluté à la surface de l'adsorbant se fait en plusieurs étapes (Figure N°01) dont une ou plusieurs peuvent être déterminante de la cinétique globale du processus :

- 1-Transfert de masse externe (diffusion externe) qui correspond au transfert du soluté du sein de la solution à la surface externe des particules.
- 2-Transfert de masse interne dans les pores (diffusion interne) qui a lieu dans le fluide remplissant les pores. En effet, les molécules se propagent de la surface des grains vers leur centre à travers les pores.
- 3-Diffusion de surface : pour certains adsorbants, il peut exister également une contribution de la diffusion des molécules adsorbées le long des surfaces des pores à l'échelle d'un grain d'adsorbant.
- 4- Adsorption proprement dite [5].

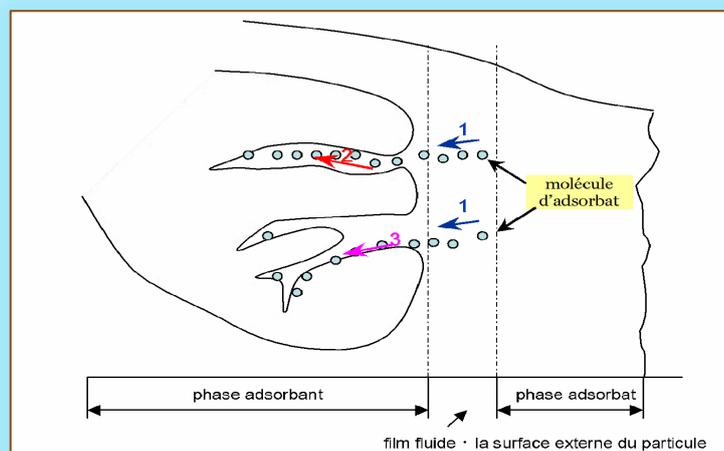


Figure N°01 : Mécanisme de transport de l'adsorbat au sein d'un grain

I.4. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption

L'équilibre d'adsorption dépend de nombreux facteurs dont les principaux sont :

- Les caractéristiques de l'adsorbant : polarité, volume poreux, surface spécifique et fonctions superficielles ;
- Les caractéristiques de l'adsorbat : polarité, solubilité et poids moléculaire ;
- Les paramètres physico-chimiques du milieu : température et pH [6][7].

I.5. Equilibre d'adsorption

I.5.1. Classification des isothermes d'adsorption

Pour décrire l'équilibre d'adsorption à l'interphase liquide/solide, il est recommandé de présenter la variation de la quantité de soluté adsorbée par unité de masse d'adsorbant (Q_e) en fonction de la concentration restante dans la solution (C_e) à l'équilibre à une température constante en employant l'équation suivante :

$$Q_e = \frac{(C_0 - C_e) \times V}{m}$$

(équation I-1)

Où

- V : volume de la solution (l).
- C_0 : concentration initiale de l'adsorbat dans la phase liquide (mg.l^{-1}).
- C_e : concentration de l'adsorbat dans la phase liquide à l'équilibre (mg.l^{-1}).
- m : masse de l'adsorbant (g).

L'allure de l'isotherme varie selon le couple adsorbat - adsorbant étudié. Les isothermes d'adsorption ont été classées par Giles et coll en quatre types principaux (Figure N°02) :

- Les isothermes de Type S s'obtiennent lorsque les molécules du soluté ne s'accrochent au solide que par l'intermédiaire d'un seul groupement.
- Les isothermes de type L (dites de Langmuir) se rencontrent dans le cas où l'adsorption du solvant est faible et lorsque les molécules de l'adsorbat sont orientées à plat.
- Les isothermes de type H (haute affinité) s'obtiennent lorsqu'il y a chimisorption du soluté indiquant une forte affinité entre l'adsorbat et l'adsorbant.
- Les isothermes de type C s'observent lorsqu'il y a compétition entre le solvant et le soluté pour occuper les sites de l'adsorbant [7][8].

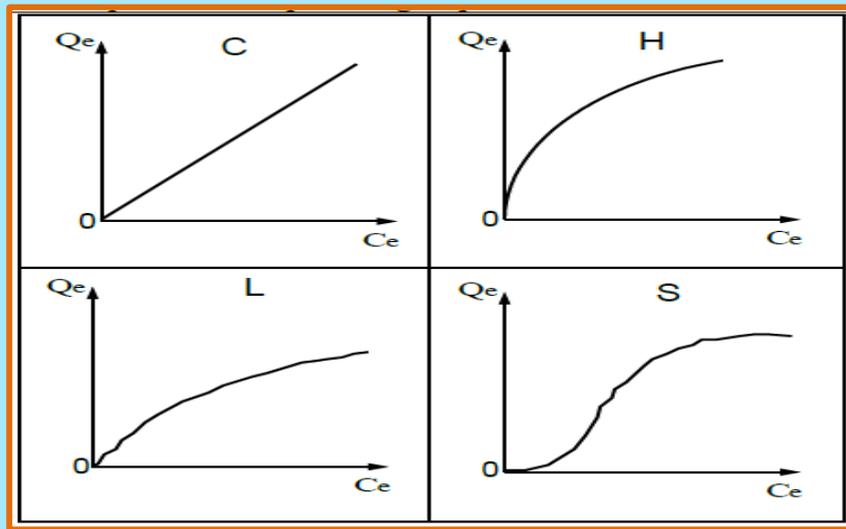


Figure N°02: Typologie des isothermes

I.5.2. Les modèles d'adsorption

Différents modèles mathématiques ont été établis pour représenter l'équilibre d'adsorption. Les modèles les plus souvent utilisés sont :

I.5.2.1. Le modèle de Langmuir

Établi en 1918, ce modèle d'adsorption en monocouche est basé sur les hypothèses suivantes :

- La molécule est adsorbée sur un site bien défini de l'adsorbant (adsorption localisée).
- Chaque site ne peut fixer qu'une molécule.
- L'énergie d'adsorption est identique pour chaque site et indépendante de la présence de molécules adsorbées sur les sites voisins (pas d'interaction entre les molécules) [8][9].

L'équation de Langmuir s'écrit comme suit :

$$q_e = \frac{X}{m} = \frac{q_m b C_e}{(1 + b C_e)} \quad \text{(équation I-2)}$$

Où

- q_e : quantité de l'adsorbant adsorbée par unité de masse de l'adsorbant ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$).
- X : masse de l'adsorbant adsorbés (mg).
- m : masse de l'adsorbant (g).
- q_m : capacité maximale de l'adsorbant appelée aussi capacité ultime ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1}$).
- b : constante de Langmuir ($1/\text{mg}$).
- C_e : concentration de l'adsorbant dans la phase liquide à l'équilibre ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$) [8][9].

La linéarisation de cette équation donne :

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{C_e}{q_m} + \frac{1}{q_m b}$$

(équation I-3)

I.5.2.2. Le modèle de Freundlich

En 1926, Freundlich a établi une isotherme très satisfaisante qui peut s'appliquer avec succès à l'adsorption des gaz, mais qui a été principalement utilisée pour l'adsorption en solution dilués. Il a constaté que le mécanisme de ce processus est assez complexe, du fait de l'hétérogénéité de la surface, ce qui rend la chaleur d'adsorption variable. L'équation de Freundlich s'écrit comme suit:

$$Q_e = \frac{x}{m} = K_f C_e^{\frac{1}{n}}$$

(equation I-4)

K_f et n sont des constantes de Freundlich qu'il faut évaluer pour chaque solution et pour chaque température et sont uniques pour un composé donné. K_f caractérise le pouvoir adsorbant du support et $1/n$ l'affinité du soluté pour l'adsorbant [8][9].

L'équation de Freundlich est cependant utile sous sa forme logarithmique, soit :

$$\log(Q_e) = \log(K_f) + \frac{1}{n} \log C_e$$

(équation I-5)

II. Généralités sur la bentonite

II.1. Définition

La bentonite est une roche argileuse, friable, tendre et onctueuse au toucher, sa teinte dépend des composés minéraux et impuretés (matière organique et oxydes des métaux) qui lui sont étroitement associés. Elle est blanche, grise ou légèrement jaune. Elle se caractérise par une capacité élevée d'adsorption, d'échange ionique et de gonflement [10][11][12].

II.2. Origine de la bentonite

L'altération et la transformation hydrothermale de cendres des tufs volcaniques riches en verre entraînent la néoformation des minéraux argileux, qui font partie principalement du groupe des smectite. Les roches argileuses ainsi formées portent le nom de bentonite, d'après

le gisement situé près de Fort Benton (Wyoming, Etats-Unis). Elle contient plus de 75 % de montmorillonite ; cette dernière fut découverte pour la première fois en 1847 près de Montmorillon, dans le département de la Vienne (France) [13][12][10].

En Algérie, les gisements de bentonite les plus importants économiquement se trouvent dans l'oranie (ouest algérien). On relève en particulier la carrière de Maghnia (Hammam Boughrara) dont les réserves sont estimées à un million de tonnes et de celle de Mostaganem (M'zila) avec des réserves de deux millions de tonnes [14][15][12][16].

II.3. Structure de la bentonite

La montmorillonite (Figure N°03) est le constituant principal de la bentonite. C'est un phyllosilicates 2 :1 (famille de smectites) dans lequel la charge négative de la couche est électriquement équilibrée par une charge égale, des cations échangeables (Ca^{2+} , Mg^{2+} , H^+ , K^+ , NH_4^+ et Na^+) situés principalement entre ces couches silicates ; ces cations ne font pas partie de la structure et garde une certaine mobilité [12].

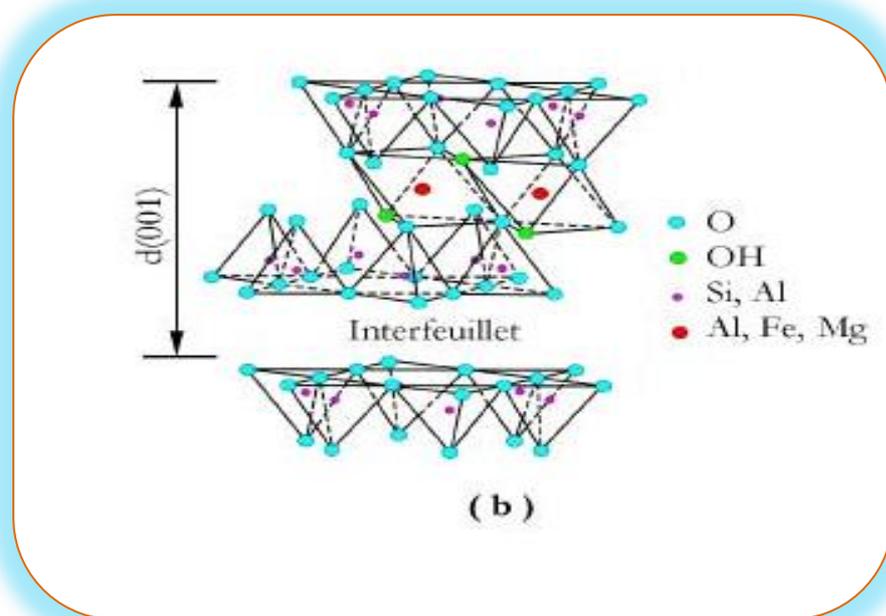


Figure N°03 : Structure de la montmorillonite.

II.4. Application de la bentonite

Les bentonites ont de larges applications dans différents domaines (forage, fonderie, céramique, peinture, pharmacie, terres décolorantes, ..., etc). La majeure partie de la bentonite

exploitée dans le monde est utilisée comme liant du sable de moulage, dans l'industrie de la fonderie et aussi pour épaissir les fluides de forage [13].

III. Le phénol

III.1. Définition

Le phénol (C_6H_5OH) est le dérivé monohydroxylé du benzène (Figure N°04). Les principales propriétés du phénol sont regroupées dans le tableau N°02 ci-dessous.

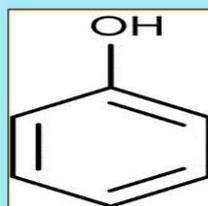


Figure N°04 : Structure du phénol

Tableau N°02: Propriétés chimiques et propriétés physiques

Propriétés chimiques	
Formule brute	C_6H_6O
Masse molaire	$94,1112 \pm 0,0055 \text{ g mol}^{-1}$
	C:76,57%, H:6,43%, O:17%
Pka	10
Moment dipolaire	$1,22 \pm 0,008 \text{ D}$
Diamètre moléculaire	0,55 nm
Propriétés physiques	
T° fusion	43 °C
T° ébullition	182 °C
Solubilité à 20 °C	97, g l ⁻¹
Masse volumique	1,073 g·cm ⁻³
T° d'auto-inflammation	715 °C
Point d'éclair	79 °C
Limites d'explosivité dans l'air	1,36-10% vol
Pression de vapeur saturante à 20 °C	47 Pa
Point critique	61,3bar, 421,05 °C
Temps de demi-vie dans l'air	env.20 h
Temps de demi-vie dans l'eau	env.55 h

Source : [17].

III.2.Toxicité

Le phénol est un produit dangereux pour tous les organismes vivants :

• **Pour l'homme** : le phénol est rapidement absorbé par toutes les voies d'exposition. Le foie, les poumons et la muqueuse gastro-intestinale sont les principaux sites de métabolisation du phénol. Ce polluant est essentiellement éliminé par voie urinaire.

La gravité de l'intoxication cutanée dépend du temps de contact, de l'étendue de la zone exposée, de la concentration du phénol et de la successibilité individuelle du sujet. Les symptômes apparaissant très rapidement à savoir : maux de tête, faiblesse musculaire, troubles de la vision, respiration rapide et irrégulière.

Les effets locaux rapportés sont des érythèmes ou des dépigmentations cutanées et, dans les cas les plus sévères, des lésions ou corrosions pouvant même atteindre le stade de nécrose.

En plus de l'effet toxique sur le tube digestif, des troubles neurologiques, cardio-vasculaires et une cytolysse hépatique sont observés.

Plusieurs études réalisées en milieu professionnel rapportent des cas d'intoxication chronique qui se caractérisent par des troubles digestifs (vomissements, ptyalisme, diarrhées), des troubles nerveux (vertiges, maux de tête) et des troubles cutanés (érythèmes, eczémas). Ces symptômes sont connus sous le nom de marasme phénique. Dans le cas sévère, on note une atteinte hépatique et rénale [13].

• **Pour l'animal** : le phénol réduit l'activité enzymatique, des concentrations variant de 5 à 25 mg sont mortelles pour les poissons.

Parmi les effets sensibles observés chez les animaux de laboratoire, des transformations histo-pathologiques du foie et du thymus, la réduction du nombre de certaines cellules du sang, la suppression de la réaction immunitaire et des effets sur le système nerveux [12][16].

III.3.Utilisations

Le phénol est un produit largement employé dans l'industrie, on le rencontre dans :

- L'industrie des matières plastiques.
- L'industrie des fibres synthétiques.
- L'industrie pétrolière.
- L'industrie pharmaceutique.

- L'industrie des détergents.
- L'industrie des pesticides.
- L'industrie des colorants et des additifs pour huiles **[13]**.

Chapitre II
Expérimentation

I. Matériels et méthode

I.1. Matériels et appareillage

I.1.1 Matériels

- ✓ Bécher ;
- ✓ Erlenmeyer ;
- ✓ Eprouvette graduée ;
- ✓ Ballon à fond plat ;
- ✓ Fiole jaugée ;
- ✓ Pipette graduée ;
- ✓ Verre de montre ;
- ✓ Entonnoir ;
- ✓ Pissette ;
- ✓ Büchner ;
- ✓ Papier filtre type Wattman.

I.1.2. Appareillage

- ▶ Une balance analytique type Kern ;
- ▶ Une étuve type MEMMERT (maximum 120°C) ;
- ▶ Un spectrophotomètre UV visible type SpectroScan 80 (Figure N°05) : l'analyse par cet instrument s'appuie sur le fait que toute solution colorée traversée par un faisceau de lumière laisse passer une fraction de lumière incidente, la quantité de lumière absorbée est proportionnelle à la concentration du composé coloré recherché comme le montre la loi de Beer – Lambert :

$$DO = \log \frac{I}{I_0} = \varepsilon \times l \times C \quad \text{(equation II-1)}$$

- **DO** : densité optique ;
- **I** et **I₀** : intensité du faisceau de lumière monochromatique de longueur d'onde λ à l'entrée et à la sortie de la cellule de référence ;
- **l** : épaisseur de la cellule de référence (cm) ;
- **C** : concentration de l'élément recherché (mg/l ou mole/l) ;
- **ε** : coefficient d'extinction molaire (l/mg cm ou l/mole cm) [17].



Figure N°05: Spectrophotomètre UV visible type SpectroScan 80.

I.2. Réactifs

Les réactifs employés dans cette étude sont présentés dans le tableau suivant :

Tableau N°03 : Listes des réactifs.

Opération analytique	Réactifs
Activation de la bentonite	Solution de H_3PO_4
Dosage du phénol	Solution de C_6H_5OH : (10, 20, 30, 40,50) mg/l.
Méthanol	CH_3OH

I.3. Méthodologie de travail

I.3.1. Choix de la bentonite

La bentonite employée dans ce travail (Figure N°06) provient du gisement de Hammam Boughara situé à Maghnia. Elle est caractérisée par une surface spécifique moyennement importante de l'ordre de $80 \text{ m}^2/\text{g}$ et un pH légèrement acide (Tableau N°04). Sa composition en oxydes métallique est diversifiée (Tableau N°05).



Figure N°06 : La bentonite de Maghnia.

Tableau N°04 : Caractéristiques physico-chimique de la bentonite de Maghnia.

Surface spécifique (m ² /g)	Cations échangeables (meq/100g)				PH
	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Na ⁺	K ⁺	
80	30.6	12.8	36.2	9.5	6.2

Source : [13][14].

Tableau N°05 : Composition chimique de la bentonite de Maghnia.

Constituants		%
1	SiO ₂	69.4
2	Al ₂ O ₃	14.7
3	Fe ₂ O ₃	1.2
4	CaO	0.3
5	MgO	1.1
6	Na ₂ O	0.5
7	K ₂ O	0.8
8	MO ₂	0.2
9	AS	0.05

Source: [13][14].

I.3.2. Activation de bentonite

La bentonite de Maghnia est activée avec l'acide phosphorique à des taux d'activations différents, soit **20 %**, **40 %**, **60 %** et **80 %**.

Après 24 heures de contact entre l'argile et l'acide, la bentonite est lavée abondamment avec de l'eau distillé jusqu'à l'obtention d'un pH neutre, filtrée puis séchée à l'étuve à 70 °C pendant 24 heures.

I.3.3. Caractérisation de la bentonite active

La bentonite ayant donnée un maximum d'adsorption du phénol est caractérisé au moyen des deux expériences suivantes :

I.3.3.1. Mesure de la densité apparente

Dans une éprouvette graduée, une masse de bentonite m occupera un volume V_a . La densité apparente peut être calculée au moyen de l'équation suivante:

$$\rho = \frac{m}{V_a} \text{ (g/cm}^3\text{)} \quad \text{(équation II-2).}$$

I.3.3.2. Mesure de la porosité

Pour mesure cette grandeur, il suffit de mettre dans une éprouvette de 10 ml, une masse de bentonite m_1 équivalente à un volume de V_1 de 1ml en suite d'ajouter du méthanol jusqu'a atteindre, un volume V_2 de 2 ml correspondant à une masse totale. La porosité est calculée au moyen de la formule suivante:

$$\epsilon = \frac{\frac{m_2 - m_1}{\rho_{\text{méthanol}}} - V_2}{V_1} \quad \text{(équation II-3).}$$

I.3.4. Optimisation des conditions d'adsorption du phénol

Dans le but d'optimiser les conditions en faveur d'une meilleure adsorption du phénol sur la bentonite active précédemment caractérisée, nous avons étudié, l'effet de deux paramètres sur le processus d'adsorption du phénol à savoir : le temps de contact et la masse de la bentonite active. Les conditions opératoires sont résumées dans le tableau suivant:

Tableau N°06 : Les conditions opératoires du processus d'adsorption

Paramètres	Conditions opératoires
Temps de contact	V(ml) : 20 ml C ₀ :30 mg/l m _b (g) :0.1 g t (min) :10 -1440 min T (°C) : 25°C
Masse de la bentonite	V (ml) :20 ml C ₀ :30 mg/l m _b (g) : 0.1, 0.2, 0.3, 0.4 et 0.5 g t (h) : 24 h T (°C) : 25°C

Expérimentation

La quantité de phénol adsorbée par unité de masse de bentonite est calculée par la formule suivante:

$$Q_e = \frac{C_0 - C_e}{m} \times V \quad (\text{équation II-4})$$

Les résultats obtenus sont présentés par deux modèles thermodynamiques afin de déterminer lequel d'entre eux est le plus adéquat pour la présentation des résultats expérimentaux de cette étude.

II. Résultats et discussion

II.1. Traçage de la courbe d'étalonnage du phénol

Le spectre d'absorption d'une solution de phénol (Figure N°07) obtenu par un balayage spectral entre 200 et 400 nm montre que le maximum d'absorption de ce polluant se situe à une longueur d'onde de 269 nm.

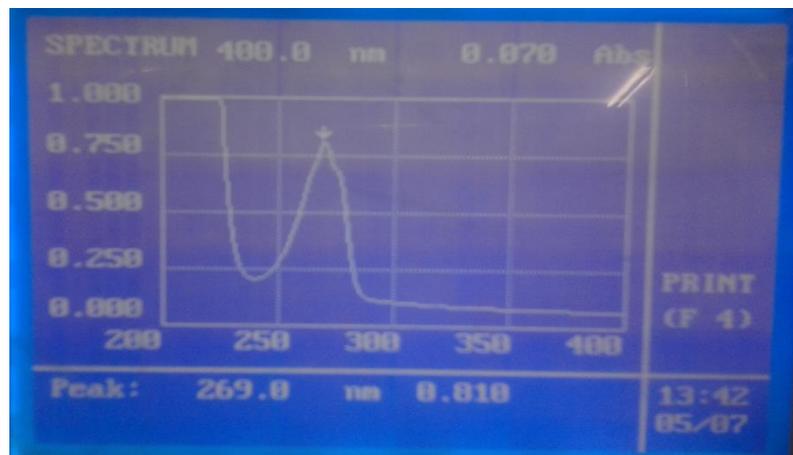


Figure N°07 : Spectre UV-visible d'une solution de phénol.

Ainsi, les absorbances des solutions de phénol précédemment préparées sont mesurées à 269 nm. Le tableau N°07 illustre les résultats de cette mesure qui permet de tracer la courbe d'étalonnage montrée dans la figure N°08.

Tableau N°07: Résultats de l'analyse spectrophotométrique des solutions de phénol

Concentration (mg/l)	Absorbance
10	0.157
20	0.33
30	0.520
40	0.66

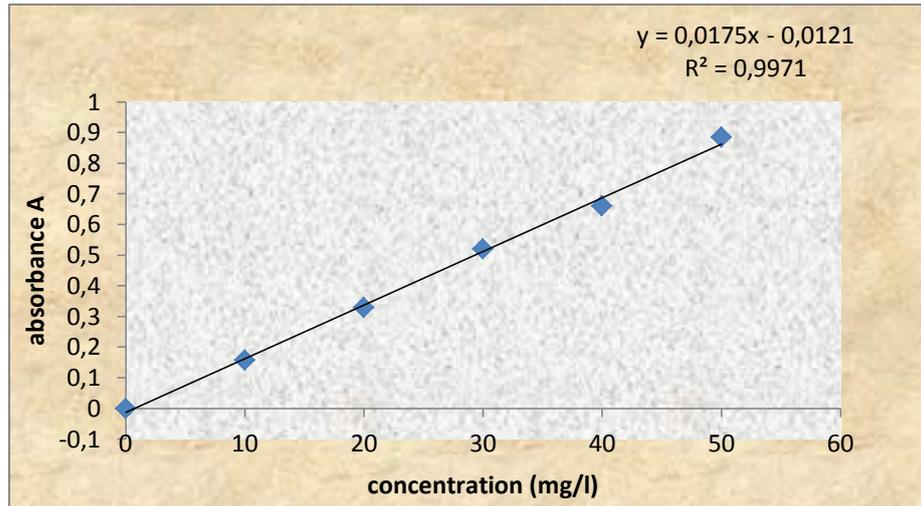


Figure N°08 : La courbe d'étalonnage.

II.2.Choix de bentonite active

Afin de choisir la bentonite active la plus performante, 01 g de chacune des bentonites activées est rajoutées a 25 ml d'une solution de phénol de 30 mg/l de concentration, après 24 h, les filtrats sont analysés par le spectrophotomètre UV visible. Les résultats sont regroupés dans le tableau ci-dessus :

Tableau N°08 : Résultats de l'analyse spectrophotométrique des filtrats.

Taux d'activation (%)	Absorbance
20	0.441
40	0.378
60	0.652
80	0.795

La meilleure bentonite correspondant bien entendu à la plus faible absorbance, soit la bentonite activée avec un taux d'activation de 40 %.

II.3.Caractérisation de bentonite

Les principales caractéristiques de la bentonite active sont regroupées dans le tableau suivant :

Tableau N°09: Caractéristiques de la bentonite active.

Paramètres	Bentonite
Masse volumique (mg/cm ³)	0.482
Porosité %	38

A travers le tableau ci-dessus, il ressort que la bentonite active est caractérisée par une densité de 0.482 et une porosité de 38 %

II.4. Etude fondamentale de l'adsorption du phénol sur la bentonite active

II.4.1. Effet du temps de contact

Le tableau N°10 et la figure N°09 représentent l'effet du temps de contact sur l'adsorption du phénol

Tableau N°10 : Effet du temps de contact sur l'adsorption du phénol.

T (min)	C _e (mg/l)	Q _e (mg/g)
10	20.90	1.820
60	19.66	2.068
90	18.13	2.374
120	17.60	2.480
150	14.43	3.114
180	14.43	3.114
210	14.43	3.114
720	14.43	3.114
1440	14.43	3.114

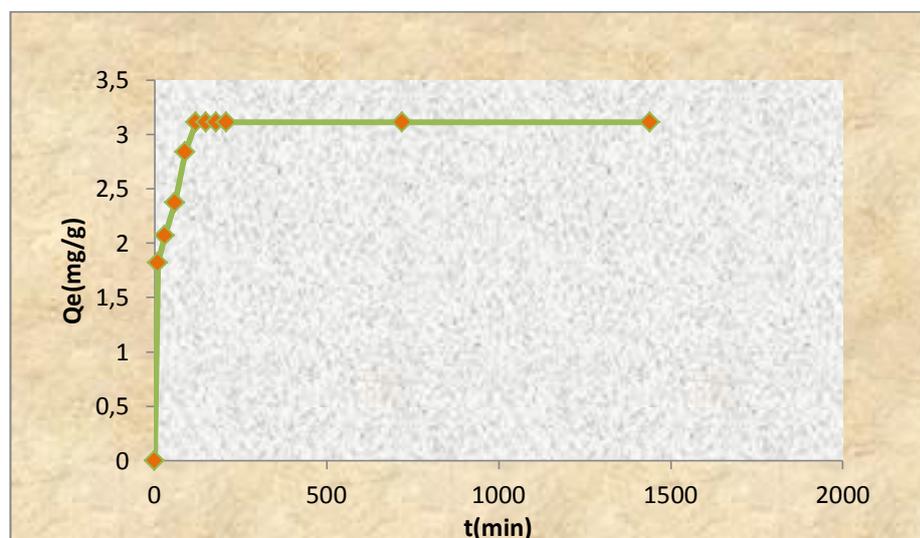


Figure N°09 : Effet du temps de contact sur l'adsorption du phénol.

L'adsorption du phénol atteint un maximum de **3.114** mg/g au bout de 150 minutes. On peut supposer qu'il s'agit d'une physisorption.

II.4.2. Effet de la masse de la bentonite active

Le tableau N°11 et la figure N°10 montrent l'effet de la masse de la bentonite active sur l'adsorption du phénol.

Tableau N°11 : Effet de la masse de la bentonite active sur l'adsorption du phénol.

m(g)	C_e (mg/l)	Q(mg/g)
0.1	16.11	2.78
0.2	14.43	1.56
0.3	13.20	1.12
0.4	12.14	0.89
0.5	9.34	0.83

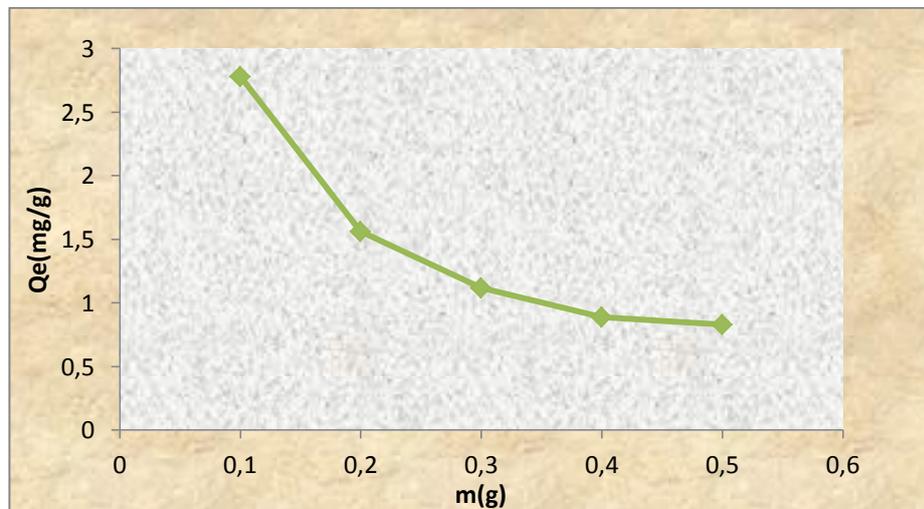


Figure N°10 : Effet de la masse de la bentonite active sur l'adsorption du phénol.

Une augmentation de la masse de l'adsorbant de 0,1 à 0,5 g, permet de réduire la quantité de phénol adsorbée de **2.78** à **0.83** mg/g,

II.4.3. Etablissement des isothermes d'adsorption

L'isotherme d'adsorption du phénol sur la bentonite active est présentée dans le tableau N°12 et la figure N°11.

Tableau N°12: Isotherme d'adsorption

C_e (mg/l)	Q(mg/g)
9.34	0.83
12.14	0.89
13.2	1.12
14.43	1.56
16.11	2.78

La figure N°11 montre que l'isotherme d'adsorption du phénol sur la bentonite active qui est du type S.

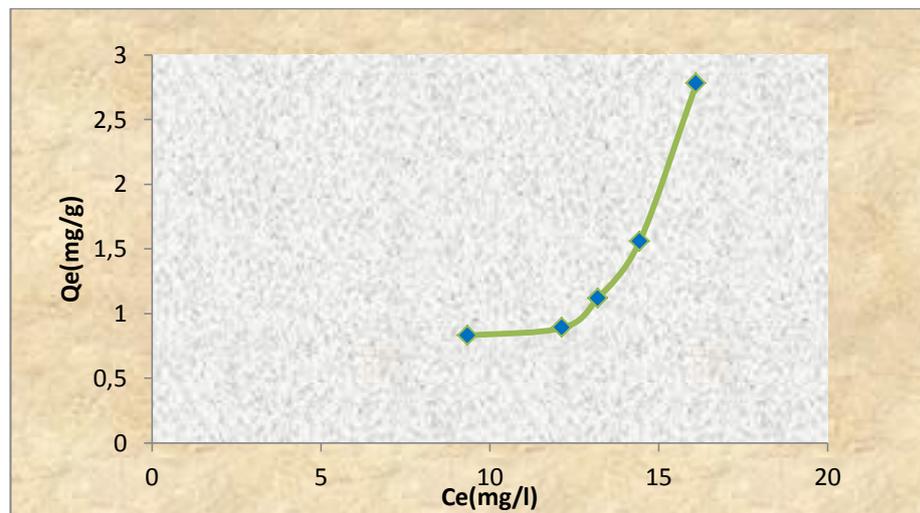


Figure N°11: Isotherme d'adsorption du phénol sur la bentonite active.

II.4. 4. Modélisation des résultats expérimentaux

Les paramètres opérationnels ainsi que les isothermes représentatifs des modèles choisis pour la présentation des résultats expérimentaux sont illustrés dans les tableaux et les figures suivantes :

Tableau N°13: Les paramètres équationnels du modèle de Langmuir.

C_e/q (g/l)	C_e (mg/l)
5.61	16.11
9.25	14.43
11.78	13.2
13.34	12.14
11.25	9.34

Tableau N°14 : Les paramètres équationnels du modèle de Freundlich.

Log q (mg/g)	Log Ce (mg/l)
1.02	2.77
0.44	2.66
0.11	2.58
-0.11	2.49
-0.18	2.23

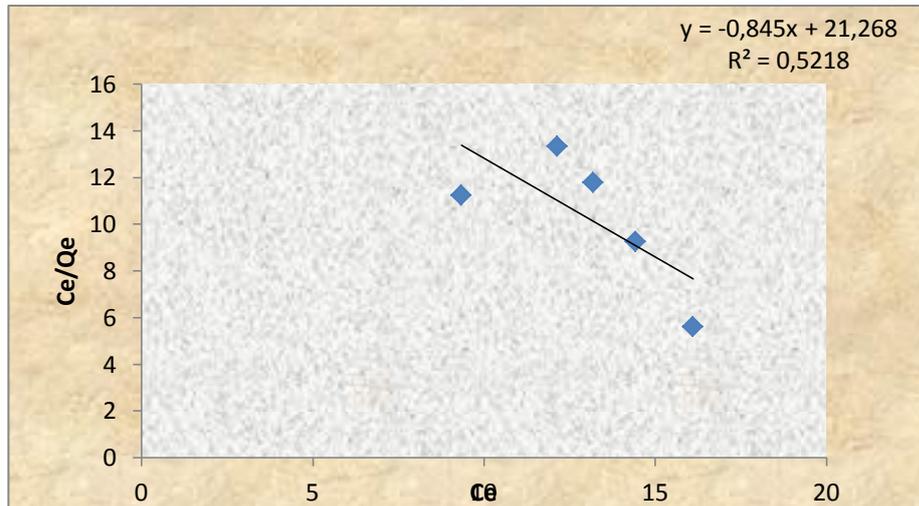


Figure N°12: Isotherme de Langmuir

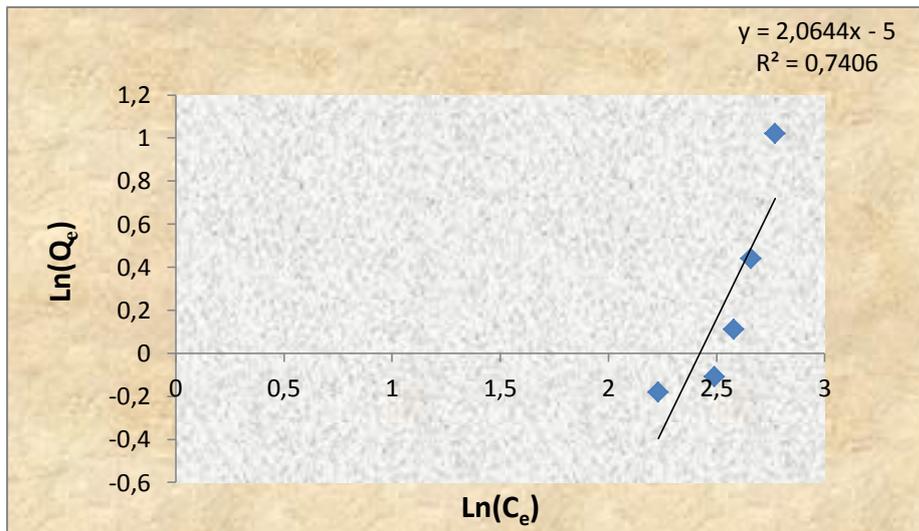


Figure N°13: Isotherme de Freundlich.

Les paramètres de chaque modèle ainsi que les coefficients de corrélations sont présentés dans le tableau ci-après.

Tableau N°15: Constantes relatives aux deux modèles

Modèle de Langmuir			Modèle de Freundlich		
K	b	R ²	K	n	R ²
-0.0397	-1.183	0.52	6.73×10^{-3}	0.48	0.74

Les résultats obtenus montrent que les données expérimentales de cette recherche s'adaptent avec le modèle de Freundlich.

conclusion générale

Conclusion générale

Au terme de ce travail, nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

- La bentonite de Maghnia activée avec de l'acide phosphorique à 40 % est caractérisé par une densité de 0.482 g/cm^3 et une porosité de **38 %**.
- l'adsorption du phénol atteint un maximum de **3.114 mg/g** au bout de **150 minutes**. Cette cinétique rapide montre qu'il s'agit d'une adsorption physique.
- l'augmentation de la masse de la bentonite active de **0,1** à **0,5 g** diminuera le taux d'adsorption de **2.78** à **0.83 mg/g** ce qui témoigne de l'affinité et la capacité de l'adsorbant à fixer ce polluant.
- Les résultats expérimentaux de cette étude sont compatibles avec le modèle de Freundlich.

Bibliographie

Bibliographie

- [1] L.NAIDJA, Elimination du colorant orange en solution aqueuse, par voie photochimique et par adsorption, mémoire de magistère en chimie, université de Mentouri Constantine, 2010, p 23.
- [2] I. BOUNOUR, Modélisation des isothermes d'adsorption dans le cas de : phénol et de bleu de méthyle sur le charbon actif en grain, mémoire d'ingénieur d'état, école nationale supérieure polytechnique, 2009, p 3.
- [3] S. ARRIS, CHEBIRA, Etude expérimentale de l'élimination des polluants organiques et inorganiques par adsorption sur des sous produits de céréales, thèse de doctorat, université de Mentouri Constantine, 2008 p 26.
- [4] S.BENDOUCHE, Utilisation des argiles traitées pour la décoloration des bains de teinture, mémoire de magistère, université M'Hamed Bougera Boumerdes, 2009, p 32.
- [5] C.AYRAL, Elimination de polluants aromatiques par oxydation catalytique sur charbon actif, thèse de doctorat, université de Toulouse, 2009 p 42.
- [6] A.REFFAS, Etude de l'adsorption de colorants organique (Rouge nylosan et bleu de méthylène) sur des charbons actifs préparés à partir de marc de café, thèse de doctorat, université de Mentouri Constantine, 2010, p 48.
- [7] S.HADDOUM, S.SELATNIA, Biosorption du plomb sur une biomasse (*Pleurotus Mutilus*), mémoire de magistère, école nationale supérieure polytechnique, 2005, p 28.
- [8] A.BOUCIF, ALLAM, Etude de la Co-adsorption de deux pesticides (Durion et Metribuzine) sur un charbon actif en poudre, mémoire d'ingénieur d'état en chimie industrielle, école nationale supérieure polytechnique, 2008, pp 13-14.
- [9] L.AMIROUCHE, OUTIOUA, Etude du pouvoir de sorption du Cuivre (II), du Zinc (II) et des polyphénols par les bentonites sous l'effet des irradiations micro-ondes, mémoire de magister, université Mouloud Mammeri de TIZI-OUZOU, 2011, p 20.
- [10] N.BOUGDAH, Etude de l'adsorption de micropolluants organique sur la bentonite, mémoire de magisters Université 20 Août 55, Skikda 2007, pp 30-32.
- [11] O. BOURAS, propriétés adsorbants d'argile pontées organophiles : synthèse et caractérisation, thèse de doctorat, université de Limoger, 2003, pp 23- 24
- [12] F.BOUAZZA, Elimination des polluants organiques par des argiles naturelles et modifiées, mémoire de magistère, université Abou Bekr Belkaid Tlemcen, 2012,pp 9-11.
- [13] L. YUCEF, S.ACHOUR. Etude de l'élimination des fluorures des eaux de boisson par adsorption sur bentonite, Larhyss Journal, ISSN 1112-3680, N° 03, Université de Biskra, 2004.
-

Bibliographie

- [14] S. ACHOUR, L. YUCEF, élimination du cadmium par adsorption sur bentonites sodique et calcique, Larhyss Journal, ISSN 1112-3680, N° 02, Université de Biskra, 2003.
- [15] F.AL MARDINI, Etude de l'adsorption du pesticide Bromacil sur charbon actif en poudre en milieu aqueux effet compétiteur des matières organiques naturelles, thèse de doctorat, université de Poitiers, 2006, p 80.
- [16] F. Ayari, E. Srasraet, M. Trabelsi-Ayadi, Application des modèles de Langmuir et Freundlich aux isothermes d'adsorption des métaux lourds par l'argile purifiée, *J. Phys. IV France* 122, Hammam-Lif, Tunisie 2004.
- [17] S.MOUSSAOUI, Valorisation des palmes sèches du palmier dattier dans le traitement des eaux contaminées par phénol, mémoire de master, université Kasdi Merbah Ouargla, 2012, p,2.
-

Résumé

L'adsorption est une technique économique et facile à mettre en œuvre. Elle est largement employée dans l'élimination des polluants à partir des solutions aqueuses.

Dans le but de préserver l'environnement, la bentonite de Maghnia activée avec l'acide phosphorique a été employée en vue de tester son efficacité dans la réduction du taux de phénol.

Le temps de contact et la masse de l'argile sont des paramètres qui influent sur le processus d'adsorption développé. Le modèle de Langmuir et le modèle de Freundlich ont été choisis pour la représentation des résultats expérimentaux.

Mots clés : argile, bentonite, adsorption, phénol, Langmuir, Freundlich.

Abstract

Adsorption is an economical and easy to implement technique. It is widely used in the removal of pollutants from aqueous solutions.

In order to preserve the environment, bentonite of Maghnia activated with phosphoric acid was used to test its efficacies in the reduction of phénol.

The contact time and the mass of the clay are parameters that affect the adsorption process developed. The Langmuir and Freundlich model were chosen to represent the experimental results.

Keywords: clay, bentonite, adsorption, phénol, Langmuir, Freundlich.