

RÉPUBLIQUE ALGERIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTÈRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPÉRIEUR ET DE LA
RECHERCHE SCIENTIFIQUE

Université Abderrahmane Mira-BEJAIA
Faculté de Technologie
Département de Génie des Procédés

MÉMOIRE

En vue de l'obtention du diplôme de

Master

En Génie des Procédés

Option : Génie Chimique
Soutenu : 08/07/2019

Thème

**Préparation et caractérisation des membranes
polymères à inclusion PVC/D2EHPA, appliquées à
l'adsorption de la rhodamine B**

Présenté par :

BOULKROUNE Lynda

MADI Nadia

Devant le jury :

Nom et prénom :

Mme BOUARICHE Zakia

Mme BELAID Taous

Encadreur : Mr. BEY Said

Présidente

Examinatrice

Année Universitaire : 2018/2019

Remerciement

Nous remercions tout d'abord dieu le tout puissant de nous avoir donné la force et la volonté pour mener à bien ce travail.

Le travail présenté dans ce mémoire a été effectué au sein du laboratoire des Procédés membranaires et des techniques de séparation et de récupération (LPMISR), Université Abderrahmane Mira de Bejaia et dirigé par Monsieur BEY SAID et Mme HASSINA SEMGHOUNI.

Nous remercions tout particulièrement notre promoteur Mr. BEY SAID pour avoir dirigé ce travail, pour son aide, sa disponibilité et ses conseils qui nous ont été d'un grand profit.

Nous adressons notre profonde reconnaissance à notre Co-promotrice Mme HASSINA SEMGHOUNI pour la confiance qu'elle nous a témoignée tout au long de la réalisation de ce travail de recherche.

Nous exprimons nos sincères remerciements à Mme BOUARICHE ZAKIA pour l'honneur qu'il nous fait en président le jury de ce mémoire.

Nous tenons également à remercier Mme BELAID TAOUS pour avoir accepté d'examiner notre travail.

Nous voudrions également remercier l'ensemble des ingénieurs et des techniciens du département de Génie des procédés pour leur disponibilité et pour nous avoir permis de réaliser nos analyses dans de bonnes conditions.

Nous adressons un grand merci à l'ensemble personnel de laboratoire (étudiants, enseignants, chercheurs) pour leurs conseils et leurs aides.

Dédicaces

En témoignage d'affection, d'amour et de grande reconnaissance, aux êtres les plus chers que j'ai dans la vie, qui ont toujours été à mes côtés et qui m'ont soutenu pendant les moments difficiles et je prie Dieu le tout puissant de les protéger et de leur accorder une longue vie.

...Mes parents,

À mes chères sœurs Yasmina, Thiziri, Iméne et Thinhinane.

À toute ma famille, mes grands parents, mes oncles et mes tantes.

À ma très chère copine Nesrine.

À ma binôme Nadia et toute sa famille.

À tous mes ami(e)s qui me sont cher(e)s,

À toute la promotion Génie Chimique 2019.

Lynda.

Dédicaces

En témoignage d'affection, d'amour et de grande reconnaissance, aux êtres les plus chers que j'ai dans la vie, qui ont toujours été à mes côtés et qui m'ont soutenu pendant les moments difficiles et je prie Dieu le tout puissant de les protéger et de leur accorder une longue vie.

... Mes parents,

A mes chers frères Lyès, Lyazid, Louhab, Moussa.

A mes chères Sœurs Kahina, Sonia et ma nièce Nourhane.

A toute ma famille mes grands parents et ma tante Malika.

A ma binôme Lynda et toute sa famille.

A mon cher ami Hamza .

A toute la promotion Génie Chimique 2019.

Nadia.

SOMMAIRES

Introduction générale.....	1
Chapitre I :Généralité sur les colorant	
I.1. Introduction.....	3
I.2. Historique.....	3
I.3.Définition et structure d'un colorant.....	4
I.4. Classification des colorants.....	5
I.4.1. Colorants naturels □	5
I.4.2. Colorants synthétiques	5
I.4.2.1. Classification chimique.....	6
I.4.2.2. Classification tinctoriale	8
I.5.Utilistion des colorants	10
I.6.Toxicité des colorants	11
I.7. Techniques d'élimination des colorants.....	11
Chapitre II : Généralités sur l'adsorption	
II.1. Introduction	13
II.2. Définition générale de l'adsorption	13
II.3. Type de l'adsorption.....	14
II.3.1. Adsorption physique (ou physisorption)	14
II.3.2. Adsorption chimique (ou chimisorption)	14
II.4. Mécanisme d'adsorption.....	16
II.5. Facteurs influençant sur l'adsorption	16
II.6. Isothermes d'adsorption	17
II.6.1. Classification des isothermes d'adsorption	18
II.6.2. Modélisations de l'adsorption	19
II.6.2.1. Modèle de Langmuir	20

SOMMAIRES

II.6.2.2. Modèle de Freundlich.....	20
II.6.2.3. Modèle de BET (Brunaue, Emmett, Teller)	21
II.7. Applications industrielles	22
Conclusion.....	22
Chapitre III :Généralités sur les membranes	
III.1.Introduction.....	23
III.2. Définition	23
III.3. Structures des membranes	24
III.4. Types de membrane.....	26
III.4.1. Les membranes solides.....	26
III.4.2. Les membranes liquides	27
III.4.2.1.Choix de la membrane liquide	27
III.4.2.2.Types des membranes liquides	28
III.5. Application des procédés membranaires.....	31
III.5.1. En industrie chimique	32
III.5.2. Traitement des eaux	32
III.5.3. Séparation des gaz.....	33
III.6. Avantages	33
Chapitre IV :Matériels et méthodes	
IV.1. Produits chimiques utilisés.....	34
IV.1.1.Membrane polymère à inclusion.....	35
IV.1.2. Préparation des membranes	36
IV.1.3. Rhodamine B.....	37
IV.2.Protocole d'adsorption	38
IV .3 La régénération.....	39
IV.4. Caractérisation des membranes.....	41
IV.4.1.Angle de contact.....	41

SOMMAIRES

Chapitre V :Résultats et discussion	
V.1.Membrane polymères à inclusion (MP).....	43
V.2.Caractérisation des membranes	44
V.2.1.Epaisseur des membranes	44
V.2.2.Angle de contact	45
V.3.Etude effet de concentration	46
V.3.1.Effet de concentration du rhodamine B	46
V.3.2.Régénèration da la membrane ar HCl	47
V.4. Modélisation	48
V.4.1. colorant □.....	48
V.4.1.1.Plans d'expérience.....	48
V.4.1.2.Analyse des résultats.....	50
V.4.2. Régénération.....	56
V.4.2.1. Plans d'expériences	56
V.4.2.2. l'étude de réponse.....	58
Conclusion générale	65

LISTES DES ABREVIATIONS

LISTES DES ABREVIATIONS

MEI : Membranes Echangeurs d'ions.

MLV : Membrane Liquide Volumique.

MLS : Membrane Liquide Supportée.

MLE : Membrane Liquide Émulsionnée.

MPI : Membranes Polymères à Inclusion.

D2EHPA : Acide di-2-éthylhexyl Phosphorique.

PVC : chlorure de polyvinyle.

THF : Tetrahydrofurane.

X=C₀-C_t : La quantité absorbée.

Mm : Masse de la membrane

[RhB] : Concentration de rhodamine B

[HCl] : Concentration d'acide chlorhydrique

DF : Degré de liberte.

Adj SS : Somme des carrés.

Adj MS : Moyenne de la somme des carrés.

F-Value : Test de fichier.

P-Value : Probabilité.

LISTES DES FIGURES

LISTES DES FIGURES

Figure I.1: Structure moléculaire d'un colorant basique ou cationique.....	9
Figure I.2: Structure moléculaire d'un colorant acide ou anionique.....	9
Figure II.1 : Schéma simplifié représentant le phénomène d'adsorption.....	13
Figure II.2 : Schémas représentant les interactions mises en jeu lors d'une adsorption physique.....	14
Figure II.3 : Schémas représentant les interactions mises en jeu lors d'une adsorption chimique.....	15
Figure II.4 : Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbant au sein d'un grain :	
1-Diffusion externe ; 2- Diffusion interne (dans les pores) ; 3-Adsorption.....	16
Figure II.5 : Les différents types d'isothermes d'adsorption.....	19
Figure II.6 : Modèle d'adsorption de multicouches.....	21
Figure III.1 : schéma d'une membrane sélective.....	24
Figure III.2 : Schéma des principaux types de structure membranaire.....	25
Figure III.3: Schéma représentatif d'un procédé utilisant une membrane liquide	27
Figure III.4: Exemple d'une membrane liquide épaisse.a) pont de Schulmann (tube en U) ; b) cellule avec une cloche tournante.....	28
Figure III.5: Membrane liquide supportée	29
Figure III.6: Système de membrane liquide émulsionnée	30
Figure IV.1 : Structure chimique de la Rhodamine B	37
Figure IV.2 : Résumé de la 1 ^{ère} étape de protocole	39
Figure IV.3 : La régénération de la membrane.....	40

LISTES DES FIGURES

Figure IV .4 : Courbe d'étalonnage de colorant.....	41
Figure IV.5 : Principe de fonctionnement de l'angle de contact.....	42
Figure V.1: Membranes utilisées à différentes concentrations.....	44
Figure V.2: L'épaisseur des membranes utilisées.....	45
Figure V.3: Les angles de contact des membranes utilisées.....	46
Figure V.4: quantité absorbé de la rhodamine B à différent concentration (10,30 et 50 ppm) à température ambiante	47
Figure V.5: quantité absorbé de HCl à différent concentration (1, 1.5 et 2 M) à température ambiant.....	48
Figure V.6 : Diagramme d'effet de Pareto.....	51
Figure V.7: Les effets individuels des paramètres.....	52
Figure V.8 : Représentation de l'interaction entre les déférents paramètres.....	53
Figure V.9 : Surface de découpe de rendement.....	56
Figure V.10 : Optimisation des paramètres expérimentaux.....	57
Figure V.11: Diagramme d'effet de Pareto.....	59
Figure V.12: Les effets individuels des paramètres.....	60
Figure V.13 : Représentation de l'interaction entre les déférents paramètres.....	61
Figure V.14 : Surface de découpe de rendement.....	63
Figure V.15 : Optimisation des paramètres expérimentaux.....	64

LISTES DES TABLEAUX

LISTES DES TABLEAUX

Tableau I.1: Principaux groupements chromophores et auxochromes, classés par Intensité croissante.....	5
Tableau I.2: Classification chimique des colorants.....	6
Tableau II.1 : Différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique.....	15
Tableau III.1: Classification des membranes.....	25
Tableau IV.1 : Produits chimiques utilisés.....	34
Tableau IV.2: Les caractéristiques du D2EHPA.....	35
Tableau IV.3 : les caractéristiques de PVC.....	36
Tableau IV.4 : propriétés physico-chimiques de rhodamine B.....	38
Tableau V.1 : Epaisseurs des membranes utilisées.....	45
Tableau V.2 : Facteurs et domaine d'étude.....	49
Tableau V.3 : Matrice des expériences.....	49
Tableau V. 4 : les effets des paramètres et leurs coefficients.	54
Tableau V. 5 : Analyse de la variance le modèle réduit.....	54
Tableau V.6 : Facteurs et domaine d'étude.....	57
Tableau V.7 : Matrice des expériences.....	57
Tableau V. 8 : les effets des paramètres et leurs coefficients.....	62
Tableau V. 9 : Analyse de la variance le modèle réduit	62

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Introduction générale

Depuis le début de l'humanité, les colorants ont été appliqués dans pratiquement toutes les sphères de notre vie quotidienne pour la peinture et la teinture du papier, de la peau et des vêtements, etc. L'importance des colorants naturels au niveau économique a aujourd'hui beaucoup diminué. On ne les utilise plus, dans l'industrie textile, du cuir et du papier, que pour des traitements spéciaux et sont remplacés dans ces domaines par les colorants synthétiques [1].

Dans les industries textiles, les rejets polluants entraînent de sérieux problèmes sur l'environnement à cause de leur coloration intense, leurs teneurs élevées en matières organiques difficilement biodégradables (détergeant, tensioactifs ...), en matières en suspension et en sels [2].

Plusieurs études ont été rapportées sur plusieurs techniques pour le traitement des colorants du milieu aquatique. Les procédés traditionnels tels que « les procédés biologiques » donnent des résultats non satisfaisants, du fait que beaucoup de colorants ont une origine synthétique et une structure moléculaire complexe qui les rend plus stables et difficiles à être biodégradé [3]. D'autres procédés « physiques et chimiques », incluant l'adsorption, filtration sur membrane et l'extraction liquide-liquide...etc; ont été largement étudiés et chaque technique présente des inconvénients [4].

Parmi ces techniques, l'adsorption est l'une des méthodes la plus efficace pour l'élimination du colorant [5].

Le processus d'adsorption a un avantage sur les autres méthodes de traitement en raison de son fonctionnement sans boues, et l'élimination complète des colorants, même à partir de solutions diluées [6].

Notre modeste travail a pour but d'étudier l'adsorption de la rhodamine B par la membrane polymère à inclusion. Pour cette étude, nous avons adopté la démarche suivante :

Introduction générale

Après une introduction générale sur le processus, le premier chapitre a été consacré aux généralités sur les colorants. Ce dernier est composé de l'historique, de la définition, de la structure, de la classification, et de la toxicité des colorants.

Dans le deuxième chapitre, nous avons donné la définition de l'adsorption, cité ses différents types et quelques adsorbants, décrit son mécanisme et les modèles des isothermes.

Nous avons présenté, dans le troisième chapitre les généralités sur les membranes.

Le quatrième chapitre est consacré à la description du matériel et des méthodes expérimentales utilisées lors de la réalisation pratique de cette étude.

Le chapitre Cinq est consacré à la modélisation de l'adsorption du colorant par la membrane en utilisant la technique des plans d'expériences. En exploitant les résultats expérimentaux et leurs interprétations.

Enfin, on a terminé notre travail par une conclusion générale qui résume les résultats expérimentaux obtenus.

CHAPITRE I:

Généralité sur les colorants

Chapitre I :

Généralité sur les colorants

I.1. Introduction

Aujourd'hui, l'industrie des colorants constitue un secteur capital de la chimie moderne. Depuis quelques décennies, l'industrie alimentaire mondiale utilise une quantité de plus en plus importante de colorants naturels ou artificiels [7].

Du point de vue application il faut signaler que si l'industrie de fibres textiles naturelles ou synthétiques consomme la grande partie des colorants fabriqués dans le monde les colorants synthétiques représentent aujourd'hui un groupe relativement large de composés chimiques organiques rencontrés dans pratiquement toutes les sphères de notre vie quotidienne. La production mondiale est estimée à 700.000 tonnes/an, dont 140 000 sont rejetés dans les effluents au cours des différentes étapes d'application et confection. Ces rejets sont toxiques pour les êtres vivants [8].

Les colorants sont employés aussi dans différents domaines comme : la coloration du papier, de cuir, des matières plastiques, vernis, peintures, encres, cosmétiques, fourrures, produits alimentaires et pharmaceutiques ainsi qu'en photographie (sensibilisateurs) et en biologie (coloration des préparations microscopiques) ainsi que dans les indicateurs colorés de pH. Les matières colorantes se caractérisent par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (de 380 à 750 nm). La transformation de la lumière blanche en lumière colorée par réflexion sur un corps, ou par transmission ou diffusion, résulte de l'adsorption sélective d'énergie par certains groupes d'atomes appelés chromophore la molécule colorante étant le chromogène. Plus la facilité du groupe chromophore à donner un électron est grande plus la couleur sera intense. D'autre groupes d'atomes du chromogène peuvent intensifier ou changer la couleur due au chromophore : ce sont les groupes autochromes [8].

I.2. Historique

L'évolution de l'industrie des colorants a été étroitement liée à la découverte de la

mauvéine (aniline, colorant basique) par William Henry Perkin en 1856 et de la fuchsine par Verguin en 1858. Aujourd'hui il y a plus de 10000 colorants, ce nombre important nécessite l'établissement d'un système de classification, un index des colorants en anglais a été mis au point par la « society of dyers and colorists » et par « l'American Association of textile chemists and colorists » noté (colour Index C.I.), qui décrit les caractéristiques essentielles de chaque colorant ainsi qu'une description des principaux domaines d'utilisation [9].

I.3.Définition et structure d'un colorant

Un colorant est défini comme étant un produit capable d'atteindre une substance d'une manière durable [10]. En général, il consiste en un assemblage de groupes chromophores (qui lui confèrent la couleur), auxochromes (qui permettent sa fixation) et de structures aromatiques [11].

Le chromophore désigne le groupement d'atomes au sein de la molécule responsable de sa faculté d'absorption dans l'UV/visible. Il est constitué en général d'un groupement d'atomes présentant des doubles liaisons chimiques. Les électrons des liaisons moléculaires sont capables d'absorber certaines radiations visibles. L'œil perçoit le mélange des radiations qui n'ont pas été absorbées [12].

L'auxochromes est la partie ayant la capacité d'enrichir ou d'appauvrir le chromophore en électrons. De ce fait, il peut modifier la longueur d'onde (donc la couleur) de la radiation absorbée par le groupement chromophore et/ou modifier l'intensité de l'absorption. De plus, il permet de fixer avec efficacité le colorant souhaité sur un support, peut améliorer la solubilité du colorant et peut être appliqué en milieu aqueux [12].

Les colorants sont caractérisés par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans un spectre visible (380 à 750 nm) [13]. Dans l'ultraviolet, on observe une absorption associée à la présence de groupes chromophores non saturés présentant des électrons π et / ou des doublets libres d'électron dits non liants situés sur des hétéroatomes comme l'oxygène ou l'azote. De plus, les spectres sont fortement modifiés par des particularités de structure comme la conjugaison de liaison multiples qui simultanément déplace le maximum d'absorption vers les grandes longueurs d'onde, c'est-à-dire vers le

visible, et augmente l'intensité d'absorption [11].

Tableau I.1: Principaux groupements chromophores et auxochromes, classés par intensité croissante [11].

Groupements chromophores	Groupements auxochromes
Azo (-N=N-)	Amino (-NH ₂)
Nitroso (-NO où -N-OH)	Méthylamino (-NHCH ₃)
Carbonyl (=C=O)	Diméthylamine (N(CH ₃) ₂)
Vinyl (-C=C-)	Hydroxyl (-OH)
Nitro (-NO ₂ où =NO-OH)	Alkoxy (-OR)
Sulphure (C=S)	Groupes donneurs d'électrons

I.4. Classification des colorants

D'une façon générale, et d'un point de vue atomistique, les colorants peuvent être soit inorganiques (les atomes de carbone ne sont pas majoritaires dans la composition chimique de la molécule) soit organiques (abondance de carbone dans la formule chimique), d'origine naturelle ou Synthétique [14]

I.4.1. Colorants naturels

Il existe seulement une dizaine de colorants naturels, ils sont extraits des plantes, des fruits, des arbres, des lichens, des insectes ou des mollusques par procédés simples comme le chauffage ou le broyage.

I.4.2. Colorants synthétiques

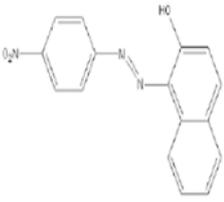
Ce sont des composés ayant comme matières premières des molécules telles que le benzène, issue de la distillation de la houille. A partir des matières premières, et grâce à une série de procédés chimiques, qui correspondent en général au remplacement d'un ou

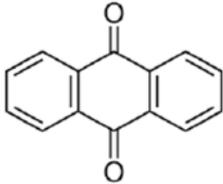
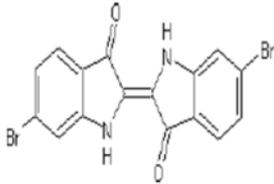
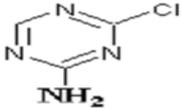
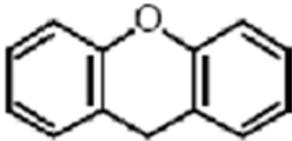
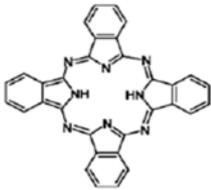
plusieurs atomes d'hydrogène du produit de départ par des éléments ou des radicaux particuliers on peut avoir ce qu'on appelle les intermédiaires qui serviront à la fabrication du colorant final.

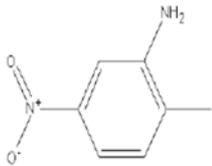
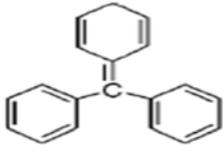
I.4.2.1. Classification chimique

Le classement d'après la structure chimique (tableau I.2) s'appuie principalement sur la nature du chromophore, qui constitue le squelette nécessaire à la coloration de la molécule.

Tableau I.2: Classification chimique des colorants [15].

Colorants	Caractéristiques et propriétés générales	Structures
Azoïques	<ul style="list-style-type: none"> Présence du groupe fonctionnel azoïque (-N=N-) qui peut être répété plusieurs fois dans la molécule pour former les mono- azoïque, diazoïque, tri- azoïques, ...etc Toxiques, cancérogènes et récalcitrant au traitement biologique. Constituent 50% production mondiale colorants. Se répartissent en colorants acides, basiques, directs et réactifs solubles dans l'eau, dispersés...etc. 	
Anthraquinoniques	<ul style="list-style-type: none"> Les plus importants après les colorants azoïques. Forme générale dérive de l'anthracène. Leur chromophore est un noyau quinonique sur lequel peuvent s'attacher des groupes hydroxyles et amino. Couvre toute la gamme de nuance jaune-orange-rouge. Solidité à la lumière et vivacité des 	

	coloris surtout dans le bleu et le turquoise.	
Indigoïdes	<ul style="list-style-type: none"> • Forme générale dérivée de l'indigo. • Résistance remarquable aux traitements de lavage. • Faible solidité à la lumière. 	
Thiazines	<ul style="list-style-type: none"> • Présence d'un anneau de quatre carbones, un azote et un atome de soufre. 	 Monochlorotriazine
Xanthènes	<ul style="list-style-type: none"> • Intense fluorescence. • Marqueurs lors d'accident maritime ou traceurs d'écoulement pour des rivières souterraines 	
Phtalocyanines	<ul style="list-style-type: none"> • Structure complexe basée sur l'atome central de cuivre. • Employés dans l'industrie des pigments pour peinture et dans la teinture des fibres textiles. 	
Nitrés et nitrosés	<ul style="list-style-type: none"> • Présence d'un groupe nitro (NO₂) en position ortho par rapport à un groupement électro donneur (hydroxyle ou groupes aminés). • Structure simple, très limitée en nombre et relativement pas cher. 	

		
Polyméthinique	<ul style="list-style-type: none"> • Présence de groupements hétérocycliques donneurs et accepteurs d'électrons extrémités d'une chaîne polyméthinique. • Faible résistance à la lumière bonne sensibilisatrice photographique (particulièrement les cyanines). 	

I.4.2.2. Classification tinctoriale

Si la classification chimique présente un intérêt pour les fabricants de matières colorantes, le teinturier préfère le classement par domaines d'application. Ainsi, il est renseigné sur la solubilité du colorant dans le bain de teinture, son affinité pour les diverses fibres et sur la nature de la fixation. Celle-ci est de force variable selon que la liaison colorant/substrat est du type ionique, hydrogène, de Van der Waals ou covalente. Il y'a différentes catégories définies cette fois par les auxochromes [16].

➤ Les colorants basiques ou cationiques

Les colorants basiques ou cationiques sont des sels d'amines organiques, ce qui leur confère une bonne solubilité dans l'eau. Les liaisons se font entre les sites cationiques des colorants et les sites anioniques des fibres et possèdent une faible résistance à la lumière.

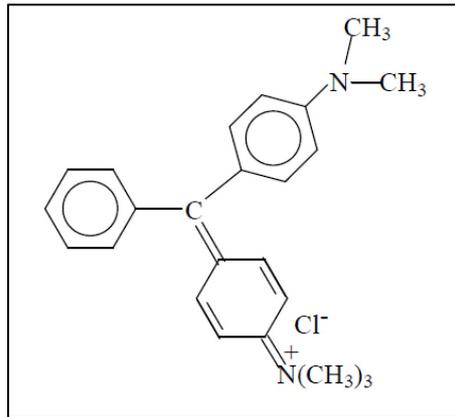


Figure I.1: Structure moléculaire d'un colorant basique ou cationique [17].

➤ **Les colorants acides ou anioniques**

Ils sont solubles dans l'eau grâce à leurs groupements sulfonates ou carboxylates. Ils possèdent une affinité élevée aux fibres textiles et ils permettent de teindre les fibres animales (laine et soie) et quelques fibres acryliques modifiées (nylon, polyamide) en bain légèrement acide.

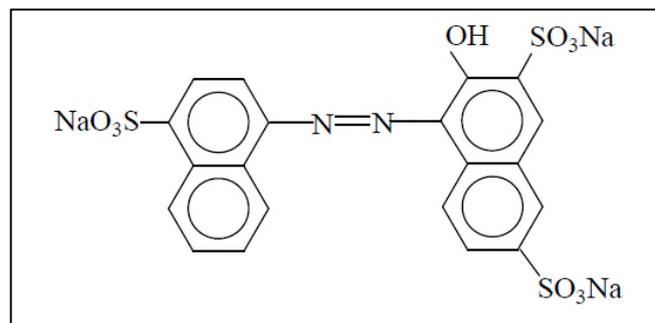


Figure I.2: Structure moléculaire d'un colorant acide ou anionique [6].

➤ **Les colorants à mordants**

Les colorants à mordants contiennent généralement un ligand fonctionnel capable de réagir fortement avec un sel d'aluminium, de chrome, de cobalt, de cuivre, de nickel ou de fer pour donner différents complexes colorés avec le textile.

➤ **Colorants de cuve**

Les colorants de cuve sont des colorants insolubles dans l'eau et ils sont utilisés pour l'application de l'indigo qui nécessite la préparation d'une cuve de bonne résistance aux agents de dégradations.

➤ **Les Colorants réactifs**

Au cours des dernières années, les colorants réactifs ont été les plus couramment utilisés en raison de leurs avantages tels que de meilleures conditions de traitement de teinture et des couleurs vives. De plus, l'utilisation de colorants réactifs augmente rapidement en raison de l'utilisation accrue de fibres cellulosiques. Les colorants réactifs généralement contiennent des groupes fonctionnels tels qu'azoïque, anthraquinone, phtalocyanine, formazine et oxazine comme chromophore. Parmi les colorants réactifs, environ 66% sont des colorants azoïques non métallisé [18]. Les Colorants réactifs forment une liaison covalente entre la fibre et la molécule de colorant. Ils sont solubles dans l'eau, ils ont une très haute résistance au lavage et un taux modéré de diffusion [19].

➤ **Colorants directs**

Les colorants directs sont capables de former des charges positives ou négatives électrostatiquement attirées par les charges des fibres. Ils se distinguent par leur affinité pour les fibres cellulosiques sans application de mordant, liée à la structure plane de leurs molécules. [4].

➤ **Colorants dispersés**

Les colorants dispersés (ou dispersifs) sont très peu solubles dans l'eau et sont appliqués sous forme d'une fine poudre dispersée dans le bain de teinture. Ils sont en mesure, lors d'une teinture à haute température, de diffuser dans les fibres synthétiques puis de s'y fixer [4].

I.5.Utilisation des colorants

L'industrie des colorants constitue un marché économique considérable car de nombreux produits industriels peuvent être colorés, principalement [20]:

- ❖ Dans l'industrie des matières plastiques (pigments).
- ❖ Dans l'industrie agro-alimentaire (colorants alimentaires).
- ❖ Dans l'industrie des cosmétiques (dont les colorants capillaires).
- ❖ Dans l'industrie pharmaceutique (colorante et conservatrice).
- ❖ Dans l'imprimerie (encre, papier).

- ❖ Dans l'industrie du bâtiment : peintures (pigments), matériaux de construction, céramiques...
- ❖ Dans l'industrie textile, fourrure, cuir (textiles à usage vestimentaire, de décoration, du bâtiment, du transport, textiles à usage médical...).
- ❖ Dans diverses industries, utilisées pour des carburants et des huiles.

I.6.Toxicité des colorants

➤ Dangers évidents

L'accumulation des matières organiques dans les cours d'eau induit l'apparition de mauvais goûts, prolifération bactérienne, odeurs pestilentielles et colorations anormales. Sous l'action des microorganismes, les colorants libèrent des nitrates et des phosphates dans le milieu naturel. Leur consommation par les plantes aquatiques accélère leur prolifération anarchique et conduit à l'appauvrissement en oxygène par inhibition de la photosynthèse dans les strates les plus profondes des cours d'eau et d'eaux stagnantes [21].

➤ Dangers à long terme

Si la plupart des colorants ne sont pas toxiques directement, une portion significative de leurs métabolites l'est. Leurs effets mutagènes, tératogène ou cancérigène apparaissent après dégradation de la molécule initiale en sous-produits d'oxydation : amine cancérigène pour les azoïques, leuco-dérivé pour les triphénylméthanes [21].

I.7. Techniques d'élimination des colorants

Dans les pays développés les eaux usagées des usines de colorant et de textiles sont traitées par plusieurs techniques d'élimination [22].

Les principales techniques d'élimination des colorants dans les eaux usagées sont :

➤ Filtration sur membrane

La filtration sur membrane pilotée par pression hydraulique se décline en microfiltration, ultrafiltration, nanofiltration et osmose inverse. L'effluent passe à travers une membrane semi-perméable qui retient en amont les contaminants de taille supérieure au diamètre des pores.

➤ **Élimination par adsorption**

La séparation par adsorption est basée sur une adsorption sélective (soit thermodynamique soit cinétique) des différents constituants gazeux ou liquides par des adsorbants grâce à des interactions spécifiques entre les surfaces des adsorbants et les molécules adsorbées.

➤ **Le traitement biologique**

Il y a deux types de traitement biologique, aérobie et anaérobie. Le système aérobie a besoin de l'air (l'oxygène) pour que les bactéries effectuent le processus de dégradation sur la boue activée, tandis que les bactéries anaérobies fonctionnent en l'absence d'air. La boue activée détruit habituellement une quantité modérée de 10 à 20 % de la couleur.

➤ **Le traitement chimique**

Le traitement chimique de l'effluent avec un agent de floculation est généralement la manière la plus efficace et la plus robuste d'enlever la couleur. Le processus implique l'ajout d'un agent de floculation, tel que les ions ferriques (Fe^{3+}) ou d'aluminium (Al^{+3}), à l'effluent [22].

Chapitre II :

Généralités sur l'adsorption

Chapitre II : Généralités sur l'adsorption

II.1. Introduction

Le phénomène d'adsorption est un phénomène de dépôt de molécules en phase fluide (l'adsorbât) sur une surface solide (l'adsorbant) [23].

L'adsorption dépend à la fois de cette interface et des propriétés physico-chimiques de l'adsorbât. Ce phénomène spontané provient de l'existence, à la surface du solide et de forces non compensées, qui sont de nature physique ou chimique. Ces forces conduisent respectivement à deux types d'adsorption : la chimisorption et la physisorption [24].

II.2. Définition générale de l'adsorption

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

« On considère une molécule de liquide ou gaz (adsorbât) 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'adsorbât est due à deux types de liaisons : chimiques ou physiques et on parle alors de chimisorption et physisorption [25].

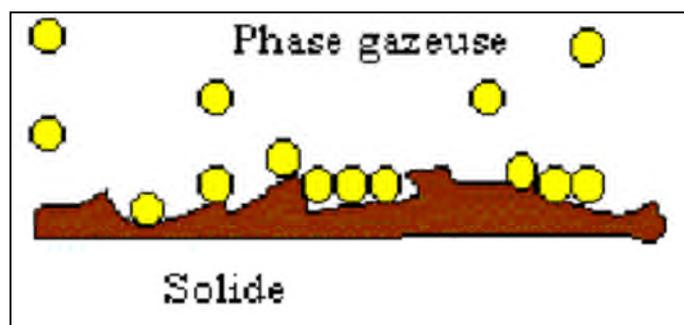


Figure II.1 : Schéma simplifié représentant le phénomène d'adsorption.

II.3. Type de l'adsorption

Selon la nature des forces qui retiennent la molécule adsorbée à la surface du solide, on distingue deux types d'adsorption :

II.3.1. 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. Ce type d'adsorption met en jeu une quantité de chaleur d'adsorption inférieure à 50 kJ/ [26].

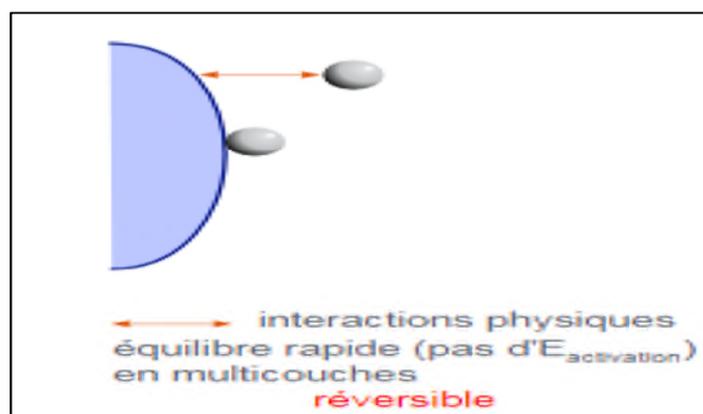


Figure II.2 : Schémas représentant les interactions mises en jeu lors d'une adsorption physique.

II.3.2. 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 [27]. 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. Ces liaisons sont beaucoup plus fortes que les interactions physiques, l'énergie d'adsorption est 10 à 100 Kcal /mole [28].

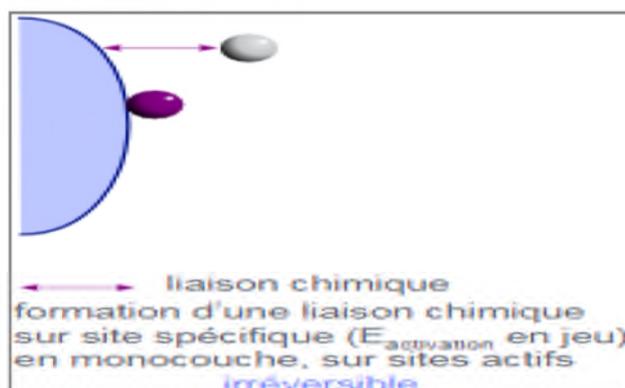


Figure II.3 : Schémas représentant les interactions mises en jeu lors d'une adsorption chimique.

Tableau II.1 : Différences entre l'adsorption physique et l'adsorption chimique [27].

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

II.4. Mécanisme d'adsorption

La cinétique d'adsorption présente un intérêt pratique considérable pour la mise en œuvre optimale d'un adsorbant dans un procédé d'adsorption. Elle permet de mettre en évidence la spécificité des interactions physicochimique entre le soluté et l'adsorbant, d'obtenir la vitesse initiale d'adsorption, le calcul du coefficient de transfert de matière et le coefficient de diffusion.

Au cours de l'adsorption d'une espèce sur un solide, le transfert de matière à lieu de la phase fluide vers les sites actifs de l'adsorbant. Fait intervenir les étapes suivantes [29] :

- ❖ **Diffusion externe** : l'adsorbat diffuse à travers la couche limite située autour des particules de l'adsorbant.
- ❖ **Diffusion interne (dans les pores)** : c'est le transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface extérieure des graines vers les sites actifs.
- ❖ **Adsorption** : c'est la fixation de l'adsorbat sur les sites actifs de l'adsorbant.

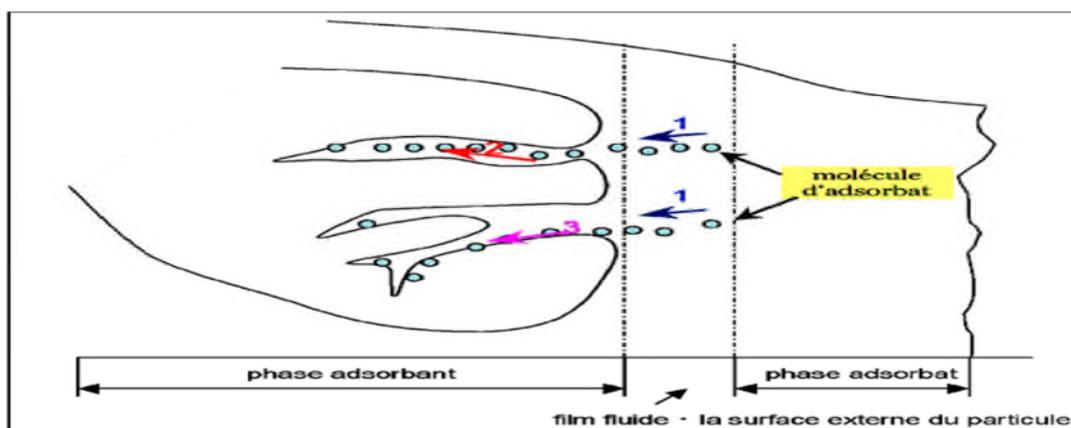


Figure II.4 : Schéma du mécanisme de transport d'un adsorbat au sein d'un grain :

1-Diffusion externe ; 2- Diffusion interne (dans les pores) ; 3-Adsorption.

II.5. Facteurs influençant sur l'adsorption

Dans le cas de l'adsorption en phase liquide, un grand nombre de facteurs sont susceptibles d'avoir une influence sur le processus d'adsorption, parmi eux on distingue les facteurs liés à :

- **Masse moléculaire de l'adsorbat**

Les particules dont la masse moléculaire est faible sont légères et se déplacent plus rapidement que celle dont la masse moléculaire est élevée, donc leur chance d'être adsorbées est beaucoup plus grande.

➤ **Structure moléculaire de l'adsorbat**

Plus la structure moléculaire des particules à fixer est grande, plus le remplissage des pores s'effectue rapidement et la saturation est atteinte avec des rendements faibles. Ce qui fait diminuer le nombre des sites libres pour les autres molécules.

➤ **Solubilité de l'adsorbat**

La solubilité d'un adsorbat joue un rôle important lors de son adsorption. Plus la solubilité est grande, plus faible sera l'adsorption. Ils ont constaté que les capacités d'adsorption suivent l'ordre inverse des solubilités.

➤ **Masse de l'adsorbant**

La capacité d'adsorption est d'autant plus grande que la masse de l'adsorbant dans la solution est importante. Du fait du coût élevé des adsorbants, le choix d'un rapport liquide-solide optimal est recommandé.

➤ **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 [30].

➤ **pH**

Le pH est un facteur important dans toute étude d'adsorption du fait qu'il peut influencer à la fois la structure de l'adsorbant et de l'adsorbât ainsi que le mécanisme d'adsorption. Ce facteur dépend de l'origine des eaux à traiter et du procédé de leurs traitements (coagulation, floculation, oxydation...). Donc, il est judicieux de connaître l'efficacité de l'adsorption à différents pH.

II.6. Isothermes d'adsorption

Lorsqu'un adsorbant et un adsorbat sont mis en contact, un équilibre thermodynamique s'installe entre les molécules adsorbées à la surface de l'adsorbant et les molécules présentes en phase fluide. L'isotherme d'adsorption représente la quantité adsorbée

en fonction de la concentration du soluté à l'équilibre à une température donnée. L'allure de cette courbe permet d'émettre des hypothèses sur les mécanismes mise en jeu ; adsorption en monocouche ou multicouche, interactions entre molécules adsorbées ou non..... De nombreux modèles ont été développés afin de les représenter [32, 33].

II.6.1. Classification des isothermes d'adsorption

L'allure de la courbe isotherme varie selon le couple adsorbat – adsorbant étudié. Les isothermes d'adsorption de solutés à solubilité limitée ont été classées par Gilles et Col [34].

➤ Isotherme de type I

L'interprétation classique de cette isotherme est qu'elle est relative à une formation d'une couche mono moléculaire complète. Cette isotherme est relative à des solides microporeux de diamètre inférieur à 25 °A [35].

➤ Isotherme de type II

C'est la plus fréquemment rencontrée, quand l'adsorption se produit sur des poudres non poreuses ou ayant des macropores de diamètre supérieurs à 500A.

➤ Isotherme de type III

Cette isotherme est caractéristique des adsorptions où la chaleur d'adsorption de l'adsorbat est inférieure à la chaleur de liquéfaction. Cette isotherme est relativement rare, elle indique la formation de couches poly- moléculaires, dès le début de l'adsorption, et avant que la surface n'ait été recouverte complètement d'une couche mono moléculaire.

➤ Isotherme de type IV

Cette isotherme se produit sur des solides ayant des pores, avec des diamètres compris entre 15 et 1000 Å. La pente croît à des pressions relatives élevées, ce qui indique que les pores sont totalement remplis. Comme pour l'isotherme de (type II), la poly couche démarre quand la monocouche est totalement réalisée.

➤ Isotherme de type V

Cette isotherme donne aussi comme l'isotherme de (type IV) lieu a une hystérésis, elle est similaire à l'isotherme du (type III), c'est-à-dire que la polycouche démarre, bien avant que la monocouche ne soit pas totalement réalisée. Ce type d'isotherme est aussi caractéristique des solides poreux, ayant des diamètres de pores du même ordre que ceux des solides donnant des isothermes de (type IV et V) présente à la fin, une pente différente attribuée, a la géométrie des pores [35].

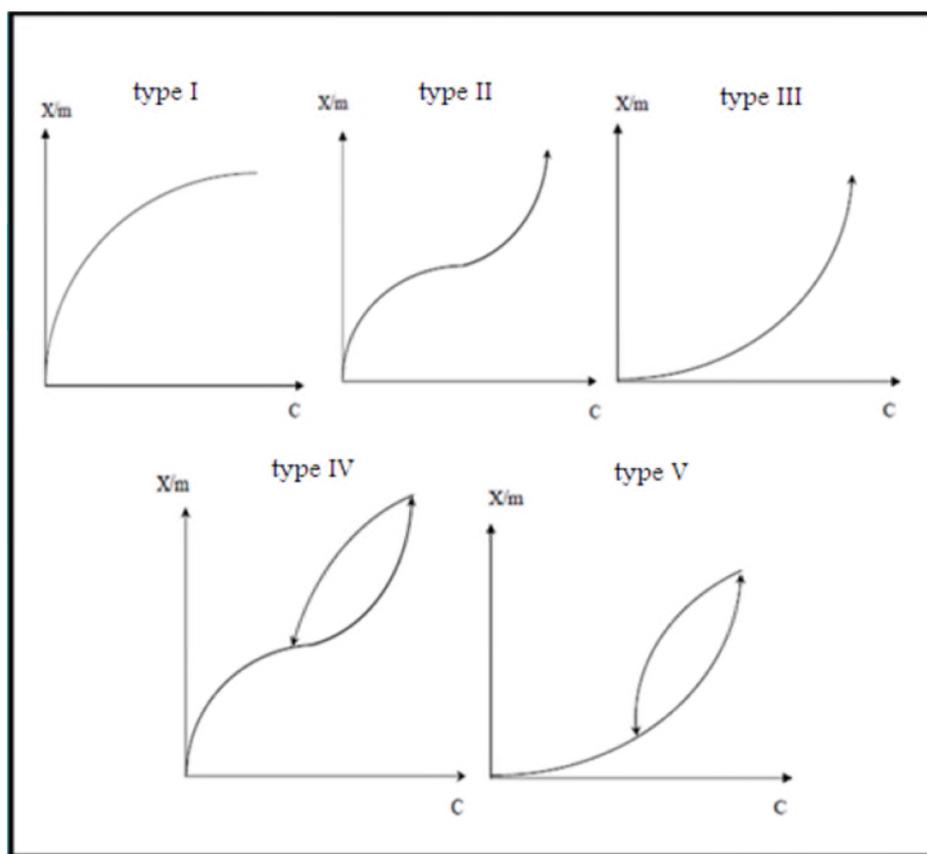


Figure II.5 : Les différents types d'isothermes d'adsorption [36].

II.6.2. Modélisations des isothermes

Plusieurs modèles ont été proposés pour décrire les courbes isothermes d'adsorption en milieux aqueux ou gazeux. Les équations de Langmuir, Freundlich et BET ont l'avantage d'être simples et souvent appropriées à la modélisation de cinétiques d'adsorption en milieu aqueux, que nous citons ci-dessous [37].

II.6.2.1. Modèle de Langmuir

Ce modèle est très utile pour l'adsorption monomoléculaire d'un soluté à la surface monocouche d'un adsorbant. C'est un modèle simple qui est utilisé quand les conditions suivantes sont remplies :

- ❖ L'espèce adsorbée est fixée sur un seul site bien défini ;
- ❖ Chaque site n'est capable de fixer qu'une seule espèce adsorbée ;
- ❖ L'énergie d'adsorption de tous les sites est identique et indépendante des autres espèces déjà adsorbées sur les sites voisins.

Tout ceci revient à dire que l'adsorption ne concerne qu'une monocouche [38,39].

L'équation de Langmuir est donnée par la formule suivante :

$$q_e = \frac{x}{m} = \frac{q_m \cdot K_L \cdot C_e}{1 + K_L \cdot C_e} \quad (\text{V.1})$$

Où :

q_e : quantité de soluté adsorbé par unité de masse d'adsorbant à l'équilibre (mg/g).

q_m : quantité nécessaire pour couvrir la surface d'un gramme d'adsorbant d'une couche monomoléculaire de soluté (mg/g) .

C_e : Concentration en soluté de la solution à l'équilibre (mg/L).

K_L : Constante de Langmuir .

x = quantité de soluté adsorbé (mg).

m : masse de l'adsorbant (g).

II.6.2.2. Modèle de Freundlich

Il s'agit d'une équation qui est souvent employée dans a représentation pratique de l'équilibre d'adsorption entre le soluté et la surface d'un adsorbant [40].

Elle ne repose sur aucune base théorique. Toute fois l'expérience montre qu'elle décrit bien les résultats d'adsorption des micropolluants par les solides tels que les charbons actifs, les sols et les argiles. Elle représente sous la forme :

$$q_e = K \cdot C_e^{1/n} \quad (\text{V.2})$$

Avec :

q_e : quantité de soluté adsorbé par unité de masse d'adsorbant à l'équilibre (mg/g).

C_e : Concentration des polluants sur le solide (mg/l).

K : Constante empirique corrélée à la capacité de l'adsorbant.

n : Constante relative à l'affinité entre l'adsorbant et la surface.

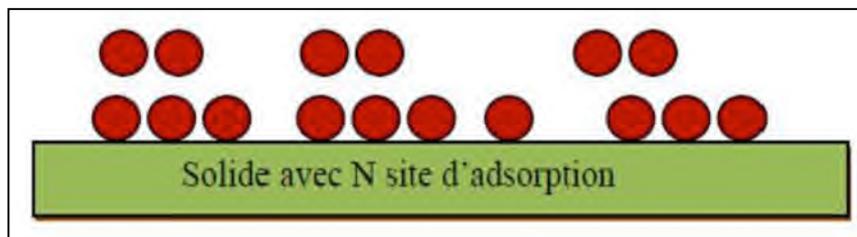


Figure II.6 : Modèle d'adsorption de multicouches [41].

II.6.2.3. Modèle de BET (Bruneau, Emmett, Teller)

Ce modèle admet la formation de multicouches d'adsorbant, une distribution homogène des sites sur la surface de l'adsorbant et l'existence d'une énergie d'adsorption qui retient la première couche de molécules adsorbées et une deuxième énergie qui retient les couches suivantes. Le modèle rend compte aussi du phénomène de saturation et fait intervenir la solubilité du solide dans le solvant, sous la forme de concentration (C_s) de saturation [42,36].

L'isotherme de BET est représentée par l'équation suivante :

$$\frac{q_t}{q_m} = \frac{K_B (C/C_0)}{(1 - C/C_0)[1 + (K_B - 1)C/C_0]} \quad (\text{V.3})$$

Avec :

C : concentration au temps t (mg/l).

C_0 : concentration initiale (mg/l).

q_t : capacité adsorbée au temps t en (mg/g).

q_m : capacité de rétention mon moléculaire en (mg/g).

K_B : constante de BET.

II.7. Applications industrielles

Les applications industrielles concernant le traitement des solutions diluées (purification et extractions) sont très nombreuses, les traitements les plus importants concernent [43] :

- ❖ La décoloration des jus sucrés ;
- ❖ La purification de divers produits pétroliers et de matières grasses animales et végétales ;
- ❖ Le traitement des eaux ;
- ❖ La dessiccation de produits organiques industriels.

Conclusion

L'adsorption peut aussi être définie comme étant une opération physique de séparation des mélanges, celle-ci permet une élimination d'une substance par une autre de la phase gazeuse ou liquide, dans laquelle elle se trouve.

Le solide est appelé adsorbant et la substance qui s'adsorbe qui appelé plus couramment soluté afin d'éviter toute confusion avec l'adsorbant.

Chapitre III :

Généralités sur les membranes

Chapitre III : Généralités sur les membranes

III.1.Introduction

Les procédés de séparation, mettant en œuvre les membranes minérales ou organiques, sont basés sur des propriétés d'une barrière perméable qui sépare deux phases et qui permet le transport sélectif de certaines espèces d'une phase à l'autre. Il s'agit d'une méthode de séparation douce, économique en énergie et respectueuse de l'environnement.

III.2. Définition

Une membrane est une couche mince de la matière condensée ayant des propriétés physiques et mécaniques propres. La membrane perm-sélective 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 retentât et ce qui traverse cette dernière est appelée perméat [44].

Une membrane peut avoir une structure homogène ou hétérogène, symétrique ou asymétrique. Elle peut être solide ou liquide et composée de matière organique ou inorganique. Elle peut aussi être neutre ou peut porte des charges positive ou négatives, ou des groupements fonctionnels avec des liaisons spécifiques ou des capacités de complexation [45].

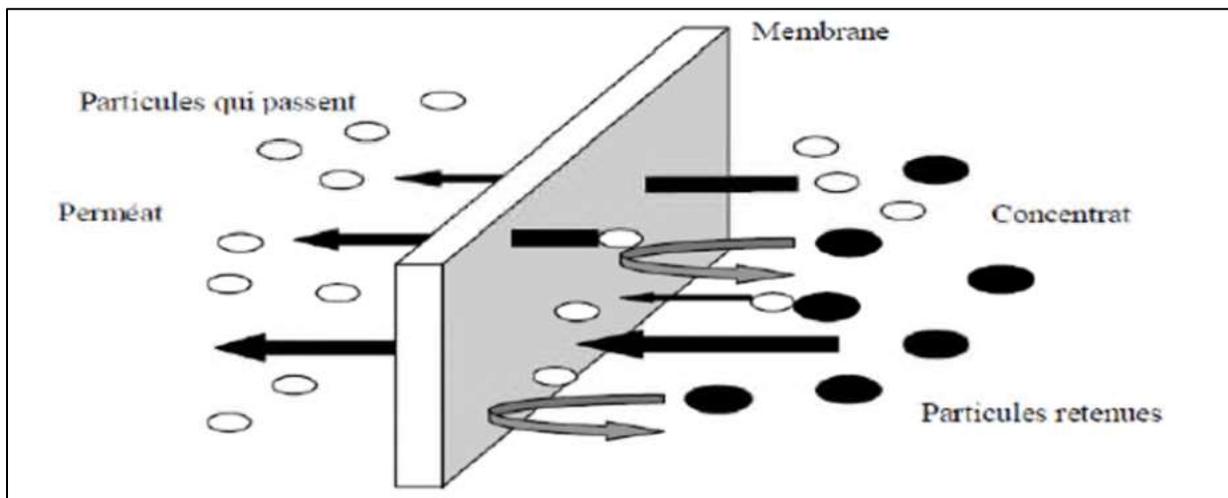


Figure III.1 : schéma d'une membrane sélective [46].

III.3. Structures des membranes

Les membranes permselectives sont actuellement classées en quatre catégories, correspondant approximativement à leur structure, au mécanisme du transport, et à leur domaine d'utilisation. On peut les classées comme suit :

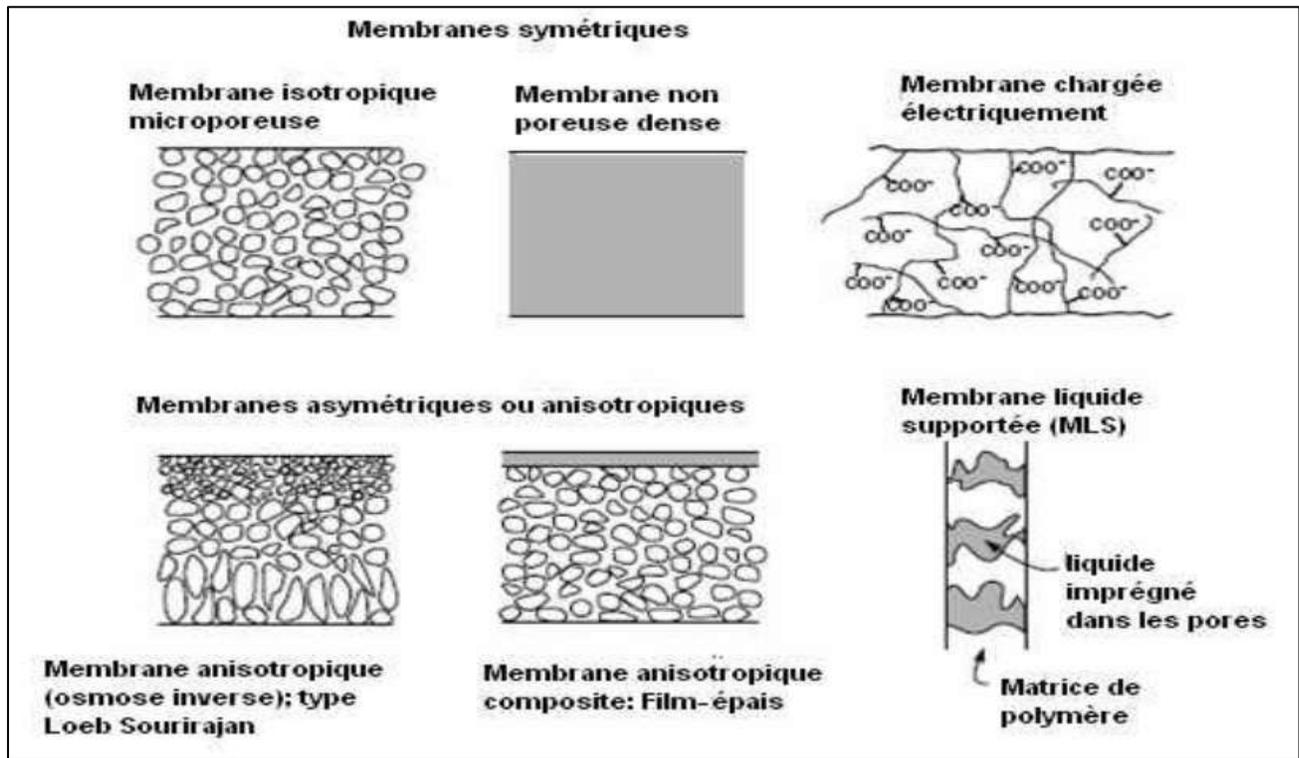


Figure III.2 : Schéma des principaux types de structure membranaire [47].

Les membranes peuvent être classées aussi par leurs types de structure membranaires.

Tableau III.1: Classification des membranes [47].

Membranes	Matrice	Mécanisme	Procédés
Microporeuses	Pores de 0.1 à 10µm	Filtration	Microfiltration
Homogènes ou composites	Dense	Solution-diffusion	Perméation de gaz osmose inverse et pervaporation
Ioniques	Dense ou microporeuse	Charge fixe	Electrodialyse
Anisotropes	Couche dense ou ultra-microporeuse	Solution-diffusion Filtration ou mixte	Osmose inverse ultrafiltration, dialyse

III.4. Types de membrane

On distingue trois types de membrane, qui sont : les membranes solides ; les membranes liquides et les membranes polymères à inclusion.

III.4.1. Les membranes solides

Il existe une grande diversité de membranes solides dont on cite quelques unes et qui sont classées selon leur matériau et leur forme (liée à leur mode de fabrication) comme suit [48,49].

➤ Membranes organiques

Elles sont fabriquées à partir de polymères organiques (l'acétate de cellulose, polysulfones, polyamides ...) 90% des membranes d'ultrafiltration et de microfiltration sont constituées de membranes organiques.

➤ Membranes inorganiques (minérales)

Ces membranes sont composées de corps entièrement minéraux, principalement les matières céramiques, le métal fritté et le verre. Leurs propriétés ont permis de travailler dans des conditions extrêmes de température et d'agression chimique.

➤ Membranes composites

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 organique (superposition de polymères organiques différents), ou bien organo-minérales (association de carbone ou d'alumine comme support et de métaux tels le Zircon, l'alumine et le titane).

➤ Membranes échangeuses d'ions (MEI)

Elles fonctionnent sur le principe du rejet d'ions grâce à leur charge. Les techniques d'électrodialyse, la dialyse et d'électro-désionisation font appel à cette technologie.

III.4.2. Les membranes liquides

Une membrane liquide se définit comme une phase organique non miscible à l'eau, séparant deux milieux aqueux et permettant le passage de certaines espèces chimiques d'une phase d'alimentation vers une phase réceptrice. Elles peuvent être divisées en trois types [50].

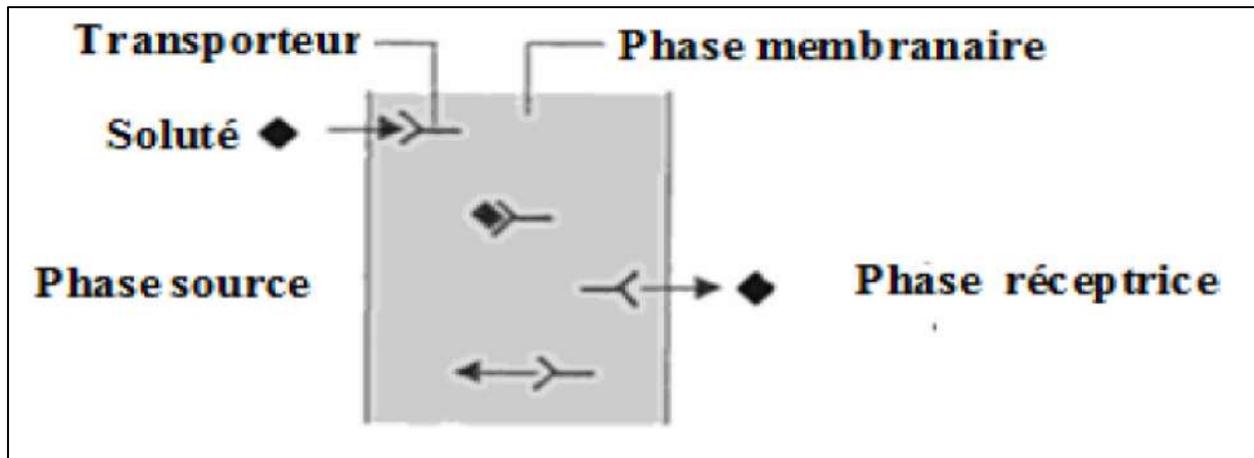


Figure III.3: Schéma représentatif d'un procédé utilisant une membrane liquide [51].

III.4.2.1. Choix de la membrane liquide

La membrane est utilisée pour isoler ou extraire une substance ou un groupe de substances d'un mélange. Elle est le principal facteur influençant l'efficacité de l'extraction.

Elle doit :

- ❖ Être insoluble (ou peu soluble) dans l'eau, afin d'éviter la perte de membrane dans la phase aqueuse ;
- ❖ Avoir une bonne stabilité chimique (être chimiquement inerte et thermiquement stable) ;
- ❖ Avoir une viscosité plutôt faible, afin de ne pas limiter le transfert de matière ;
- ❖ Avoir une faible tension interfaciale, afin d'assurer un bon contact entre les phases ;
- ❖ Avoir une pression de vapeur saturante faible ;
- ❖ N'être ni toxique, ni inflammable ;

- ❖ Avoir une densité différente par rapport à celle de l'eau, afin que la phase aqueuse et la phase organique puissent se séparer par simple décantation [52].

III.4.2.2. Types des membranes liquides

On distingue trois types de membrane liquide qui sont :

➤ Membrane liquide volumique ou épaisse (MLV)

Ce type de membrane liquide est le plus utilisé à l'échelle du laboratoire car il est simple à mettre en œuvre. C'est un outil fondamental pour l'étude théorique du phénomène de transport. Consiste à mettre en contact une solution organique avec deux solutions aqueuses. L'étude du transport se fait au moyen du dispositif « pont Schumann » (figure III.4.a). Burgard et son équipe, ont modifié ce système en utilisant un cylindre tournant (figure III.4.b). Dans ce type de système, le volume de la phase membranaire est important par rapport aux phases d'alimentation et réceptrice ce qui nécessite l'utilisation d'une quantité considérable de l'agent transporteur [53].

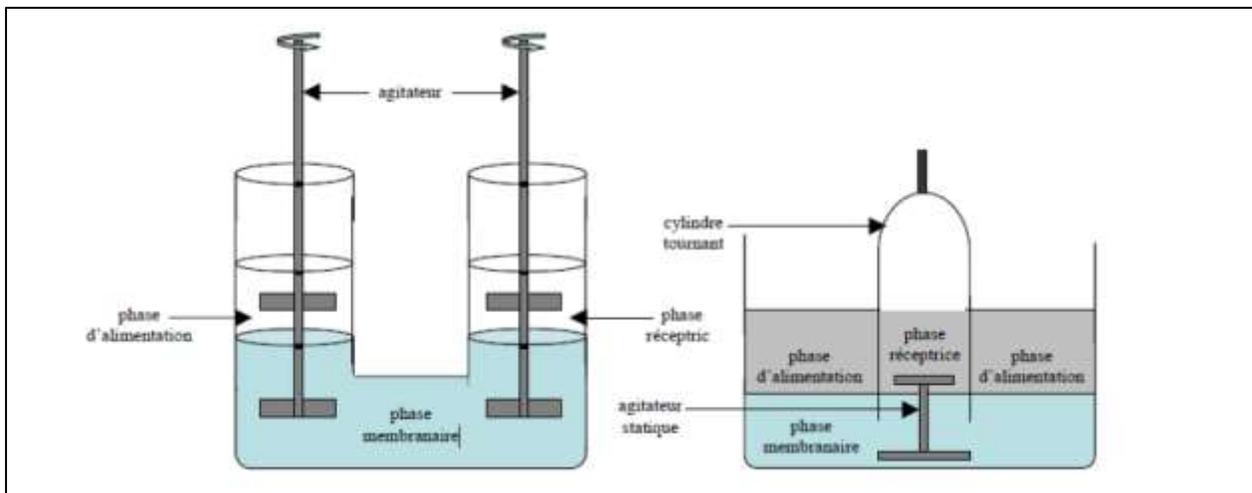


Figure III.4: Exemple d'une membrane liquide épaisse. a) pont de Schulmann (tube en U) ; b) cellule avec une cloche tournante [53].

➤ **Membrane liquide supportée (MLS) ou immobile (MLI)**

Dans ce type de membrane, la phase organique est introduite dans différentes formes de support poreux. Le terme membrane liquide supportée définit les membranes solides poreuses dont les pores contiennent une phase organique. Ce terme se réfère également aux membranes liquides soutenues des deux côtés par des supports solides poreux. Afin de résister au liquide organique, le support doit être formé d'une matière inerte chimiquement stable [54].

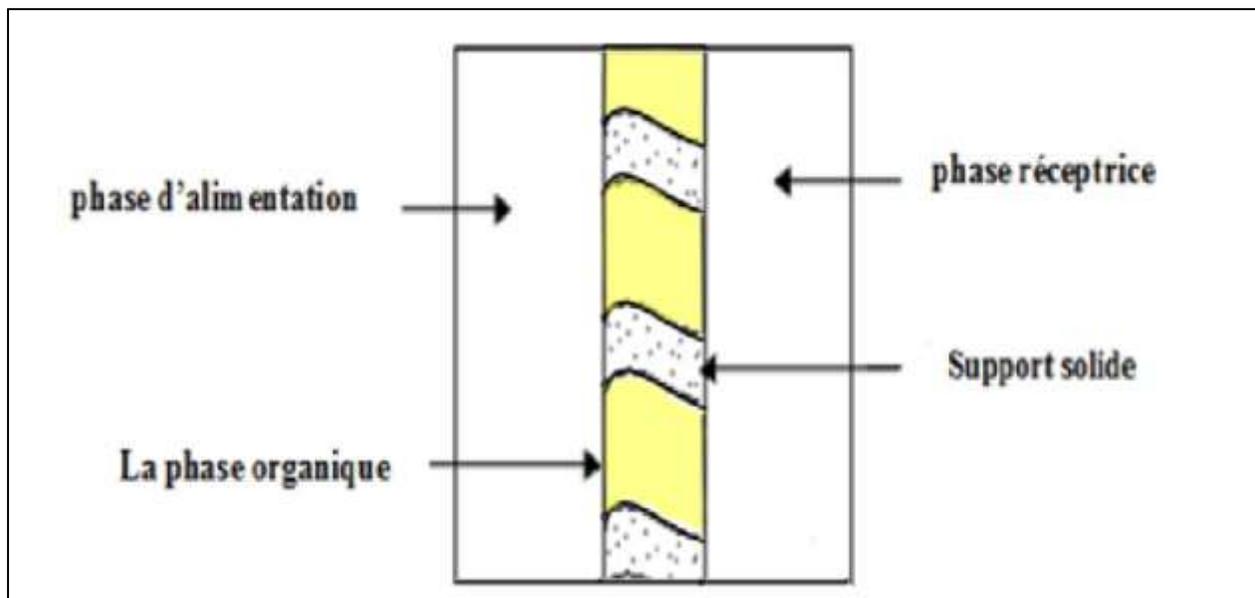


Figure III.5: Membrane liquide supportée [55].

➤ **Membrane liquide émulsionnée (MLE)**

La membrane liquide émulsionnée (MLE) est un procédé de séparation largement appliqué dans différents domaines. Grâce à cette technologie, les solutés sont non seulement retirés, mais aussi concentrés. Certains types de produits chimiques qui peuvent être retirés ou récupérés à partir des flux industriels utilisant une MLE sont des acides organiques. Des phénols, crésols et des amines, ainsi que des ions métalliques tels que le plomb, le cuivre, le cadmium, et le nickel et le mercure [56].

L'extraction par membrane liquide émulsionnée est un système constitué de trois phases,

deux d'entre elles sont miscibles les unes avec les autres mais séparées par la troisième phase qui est la phase membrane. La phase aqueuse interne de piégeage ou de réception, stabilisée par des tensioactifs solubles dans l'huile, dispersée en tant que gouttelettes très fines (1 à 10 μ m de diamètre) à l'intérieur d'une phase organique (phase de membrane liquide). L'émulsion E/H est encore dispersée sous forme de globules d'émulsion (0,1 à 2 mm de diamètre) dans une autre phase aqueuse externe (phase d'alimentation).

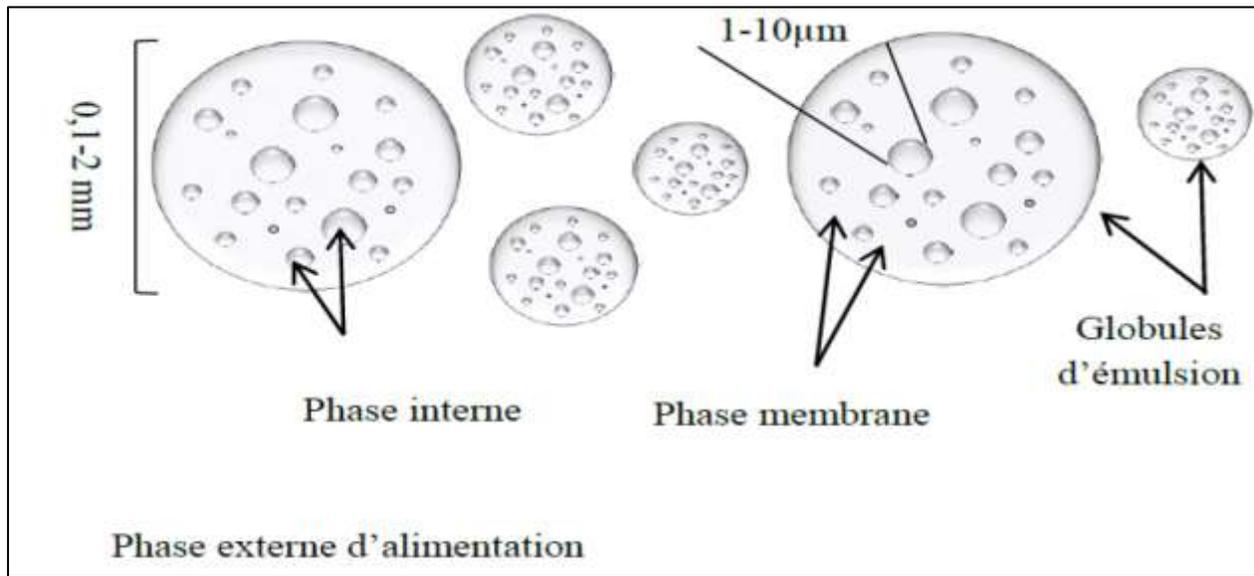


Figure III.6: Système de membrane liquide émulsionnée [57].

➤ **Membrane polymères à inclusion (MPI)**

A la différence des membranes liquides supportées (MLS), ces membranes utilisent un transporteur piégé dans la matrice du polymère de base (support) mélangé avec le plastifiant. Ces membranes ont été impliquées dans les procédés de séparation comme les MLS. Elles se composent de [57] :

- ❖ Transporteur (extractant) ;
- ❖ Support ;
- ❖ Plastifiant.

➤ **Extractant (Transporteur)**

L'extractant ou agent d'extraction est la substance active complexant des métaux,

responsable du transfert des ions métalliques de la phase aqueuse vers la phase organique. C'est en général, un produit très visqueux ou même solide que l'on dissout dans un diluant comme le chloroforme ou le kérosène pour assurer un bon contact entre les deux phases [58]. L'extractant doit être hydrophobe pour éviter sa migration vers les phases aqueuses [59]. Il peut être neutre ou chargé, acide ou basique [60] et doit donner des complexes très stables et des coefficients de distribution très élevés avec l'ion à extraire [61].

➤ **Support**

Le choix du support polymérique est lié à la nature des ions à extraire. En effet, le support doit être chimiquement inerte et parfaitement hydrophobe, de plus la dimension de ses pores doit être compatible avec les rayons atomiques de ces ions [60]. Le poly (vinyl) chlorure (PVC), le triacétate de cellulose (TAC) ou les dérivés de cellulose sont les quelques polymères employés pour former des membranes, de nature capable d'enfermer des molécules d'extractant, en augmentant leur viscosité et empêchant leur lixiviation.

➤ **Plastifiant**

Les différentes chaînes moléculaires des membranes polymères à inclusion (MPI) sont liées par une combinaison de divers types de forces attractives [62].

Le rôle du plastifiant la membrane, de la rendre élastique et l'augmenter la durée de vie du polymère. Il permet aussi d'empêcher la diffusion de la phase organique dans les phases aqueuses, autrement dit, de minimiser les pertes de masse de la membrane en extractant à fin de lui assurer une longue vie [63].

III.5. Application des procédés membranaires

Le nombre d'applications des membranes liquides est très important et cela dans plusieurs domaines tels que [64] :

III.5.1. En industrie chimique

Pour la séparation et la récupération des différents composés organiques ou minéraux tels que :

- ❖ Séparation et extraction des dérivés aromatiques ;
- ❖ Récupération du phénol ;
- ❖ Transport des peptides ;
- ❖ Séparation du fructose à partir d'un mélange de sucre;
- ❖ Transport et extraction des sucres;
- ❖ Transport des colorants textiles à partir des huiles végétales;
- ❖ Séparation d'énantiomères d'acides aminés;
- ❖ Séparation du lignosulfonate (sous-produit issu de la production de pâte de bois);
- ❖ Dessalement de l'eau de mer.

III.5.2. Traitement des eaux

Ces dernières années, les membranes liquides ont suscitées un intérêt dans le domaine de traitement des eaux polluées par les métaux lourds dans différents effluents industriels :

- ❖ L'industrie nucléaire pour la séparation et/ou la concentration d'éléments radioactifs.
- ❖ La récupération des traces d'éléments précieux.
- ❖ L'extraction des métaux toxiques à partir des eaux usées industrielles.

III.5.3. Séparation des gaz

- ❖ Séparation du biohydrogène à partir de mélange de gaz ;
- ❖ Séparation du CO₂ et du méthane ;
- ❖ En industrie pétrochimique pour la séparation d'un mélange propylène/propane.

III.6. Avantages

Les techniques membranaires peuvent fournir des avantages clairs et importants par rapport aux autres techniques d'extraction telle que l'extraction liquide-liquide (ELL) ou l'extraction en phase solide (EPS), en particulier ; la sélectivité, la puissance d'enrichissement et le potentiel d'automatisation [65].

Chapitre IV :

Matériels et méthodes

Chapitre IV :

Matériels et méthodes

Dans ce chapitre nous présentons le matériel et les produits chimiques utilisés dans cette étude. Nous décrirons également les techniques expérimentales utilisées, le mode de préparation des membranes, le protocole des expériences de transport et les méthodes d'analyse et de caractérisation utilisées.

IV.1. Produits chimiques utilisés

L'adsorbant utilisé est un polymère à base de la membrane à inclusion. Les solvants organiques utilisés pour le nettoyage et lavage c'est l'acétone. L'acide chlorhydrique (HCl) été utilisé pour la régénération. Les solutions de colorant ont été préparées par la dilution d'une solution mère préparée par la dissolution de 1g de rhodamine B dans un litre d'eau distillée.

Tableau IV.1 : Produits chimiques utilisés.

produit	Formule chimique	Propriétés
Acétone	CH_3COCH_3	Masse molaire : 58,08 g/mol. Point de fusion : -94,6°C. point d'ébullition : 56,05°C.
L'acide chlorhydrique	HCl	Masse molaire : 36,46094 g/mol. Point de fusion : -30°C ; Point d'ébullition : 48°C. Pureté : 38%.
tetrahydrofurane (THF)	$\text{C}_4\text{H}_8\text{O}$	Masse molaire : 72,11 g/mol. point de fusion -108,5°C. point d'ébullition : 66°C.

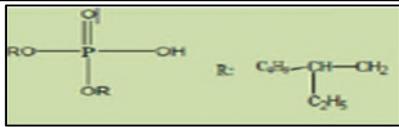
IV.1.1.Membrane polymère à inclusion

Les membranes utilisées dans ce travail ont été élaborées au laboratoire, elles sont constituées des composés suivants :

➤ Transporteur

Comme extractant (plastifiant) nous avons utilisé le D2EHPA (Acide di-2-éthylhexyl Phosphorique) est un liquide visqueux incolore. Le (tableau VI.2) résume quelques propriétés physico-chimique de cet acide [66,67].

Tableau IV.2:Les caractéristiques du D2EHPA.

Formule	$C_{16}H_{35}O_4P$
Structure chimique	
Masse molaire	322,43 g / mol
Densité	0,976
T° fusion	- 50 °C
T° d'ébullition	393 °C
Indice de réfraction à 25 °C	1,4418

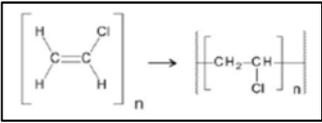
C'est un agent très stable à des températures relativement basses (≤ 60 °C).il peut être utilisé ainsi pendant plusieurs mois dans les opérations d'extraction par solvant sans risque de décomposition [68]. Est insoluble dans les solutions aqueuses mais très soluble dans les solvants organiques.

➤ Support

Le Chlorure de Polyvinyle, connu sous le sigle PVC, est un polymère thermoplastique de grande consommation, amorphe ou faiblement cristallin, principal représentant de la famille chloropolymères [69].

D'autres propriétés physico-chimiques du PVC sont résumées dans le (tableau IV.3) :

Tableau IV.3 : les caractéristiques de PVC.

Formule	$(C_2H_3Cl)_n$
structure chimique	
Masse volumique	1,38 g /cm ³
Indice de réfraction	1,52 – 1,55
T° fusion	> 180 °C (décomposition)
Formule brute	$(C_2H_3Cl)_n$ avec n = 700 à 1500
Limites d'explosivité dans l'air	Inférieure à 60 g / m ³

IV.1.2. Préparation des membranes

➤ Les membranes

Les membranes dont le support polymérique est le Chlorure de polyvinyle (PVC) sont préparées suivant une procédure rapportée de Sugiura, décrit par White et Col [70,71] :

- ❖ Dissoudre une masse de PVC dans un volume de tétrahydrofurane (THF) (200mg dans 20ml) et laisser bien mélanger sous agitation jusqu'à la dissolution totale du PVC.
- ❖ Après la dissolution totale, on ajoute sous agitation une quantité donnée de D2EHPA qui joue les deux rôles de transporteur et de plastifiant en même temps.
- ❖ Après un temps d'agitation supplémentaire de 1 heure, la solution ainsi obtenue est versée dans une boîte de pétri en verre de 9 cm de diamètre couverte légèrement avec un papier filtre et déposée sur une surface parfaitement horizontale pour avoir la même épaisseur sur toute la surface de la membrane.

- ❖ La solution est laissée pour une évaporation lente du solvant pendant 24 heures, et la membrane obtenue est enlevée délicatement du pétri, en utilisant un cutter et une pince à membranes.
- ❖ Avant utilisation, les épaisseurs des membranes ont été mesurées avec un micromètre de marque Filetta (0-25 mm, de précision 0.001mm) Les membranes élaborées dans ce travail ont des épaisseurs de (0,0506 mm à 0,1030 mm). L'épaisseur de la membrane est directement proportionnelle à la quantité du transporteur utilisé.

IV.1.3. Rhodamine B

➤ Définition

La Rhodamine B, ((chlorure de (9-(2-carboxyphényl) -6-diéthylamino-3-xanthénylidène) -diéthylammonium) (figure IV.1) le composé modèle de cette étude, un colorant basique de la classe des xanthènes. Elle se présente sous la forme de cristaux d'un vert sombre, et soluble dans l'eau, le méthanol et l'éthanol [72].

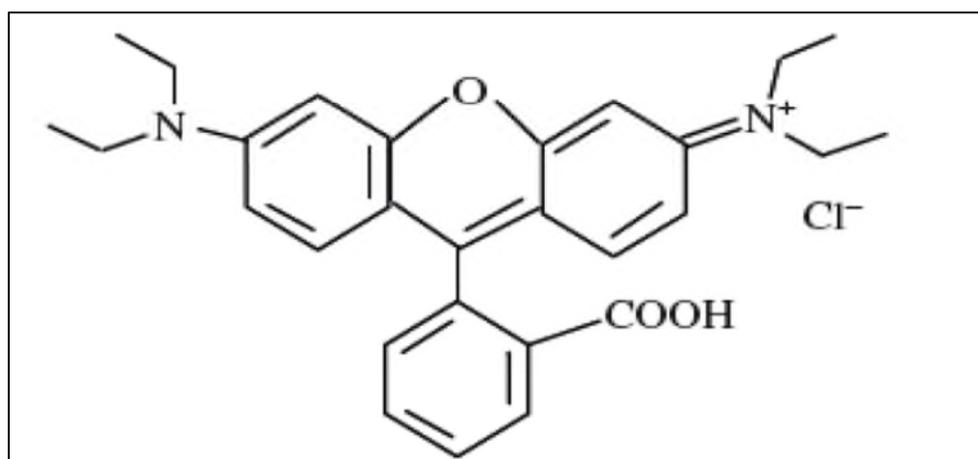


Figure IV.1 : Structure chimique de la Rhodamine B.

➤ Utilisation

La Rhodamine B est un colorant xanthène fortement rouge, largement appliqué en tant que colorant pour tissus et pigment dans des préparations pharmaceutiques et cosmétiques [73]. Il a été couramment utilisé dans les lasers colorants et comme marqueur fluorescent dans la coloration biologique [74], il est aussi utilisé comme un agent de traçage dans les études sur

la pollution de l'eau et marqueur de couleur dans les pulvérisations d'herbicides, verre coloré, teinture de laine de soie, le jute, le cuir et le coton [73].

➤ **Toxicité**

La Rhodamine B est nocive en cas d'ingestion par les êtres humains et les animaux, et provoque une irritation de la peau, des yeux et voies respiratoires, en raison d'effets multiples sur la santé humaine, certains pays ont légiféré et interdit son application. Au Etats-Unis «les couleurs dans les règlements alimentaires » ont classé la rhodamine B comme un colorant illégal. Ainsi en raison de la nature dangereuse de la rhodamine B.

Quand ces substances s'accumulent dans le corps au fil du temps, il peut même causer le cancer. L'administration des aliments et des médicaments FDA, a maintenant réglementé l'utilisation de rhodamine B des industries cosmétiques, en raison de sa carcinogénèse [73].

Tableau IV.4 : propriétés physico-chimiques de rhodamine B.

Formule brute	$C_{28}H_{31}ClN_2O_3$
Masse molaire	479,01±0,028 g/mol
Masse volumique	0,79 g /cm ³
Solubilité	50g/l à 20 °C dans l'eau
T° fusion	210-211 °C
Indice de réfraction	554 nm

IV.2. Protocole de l'adsorption

Tous les essais d'adsorption sont réalisés en conditions statiques à température ambiante et sous pression atmosphérique dans un système batch. Un bêcher de 250ml contenant 100 ml de la solution rhodamine B à différentes concentrations (10 ppm ; 30ppm ; 50ppm) avec une masse précise de la membrane coupée en petite carrée à différentes concentrations (0,1g ; 0,3g et 0,5 g). Le mélange est soumis à une agitation mécanique pendant 3h. Des volumes de 1ml sont prélevés du mélange, la (figure IV.2) suivante résume la 1ère étape de protocole :

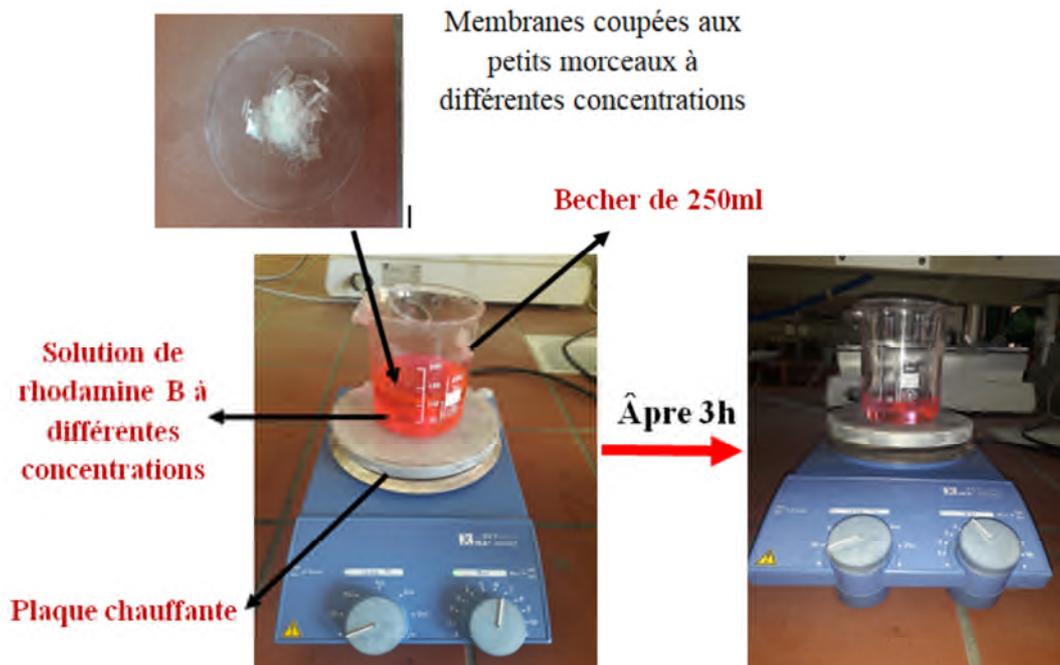


Figure IV.2 : Résumé de la 1ère étape de protocole.

IV.3. La régénération

Pour ce qui concerne l'étape de la régénération les échantillons de la membrane utilisée dans la phase liquide sont récupérés et mélangés avec 100 ml de la solution HCl à différentes concentrations (1M, 1.5M, 2M) dans un bécher de 250 ml soumis au agitation pendant 5h, on prélève de la même manière que la phase liquide . La (figure IV.3) suivante résume l'étape de la régénération :

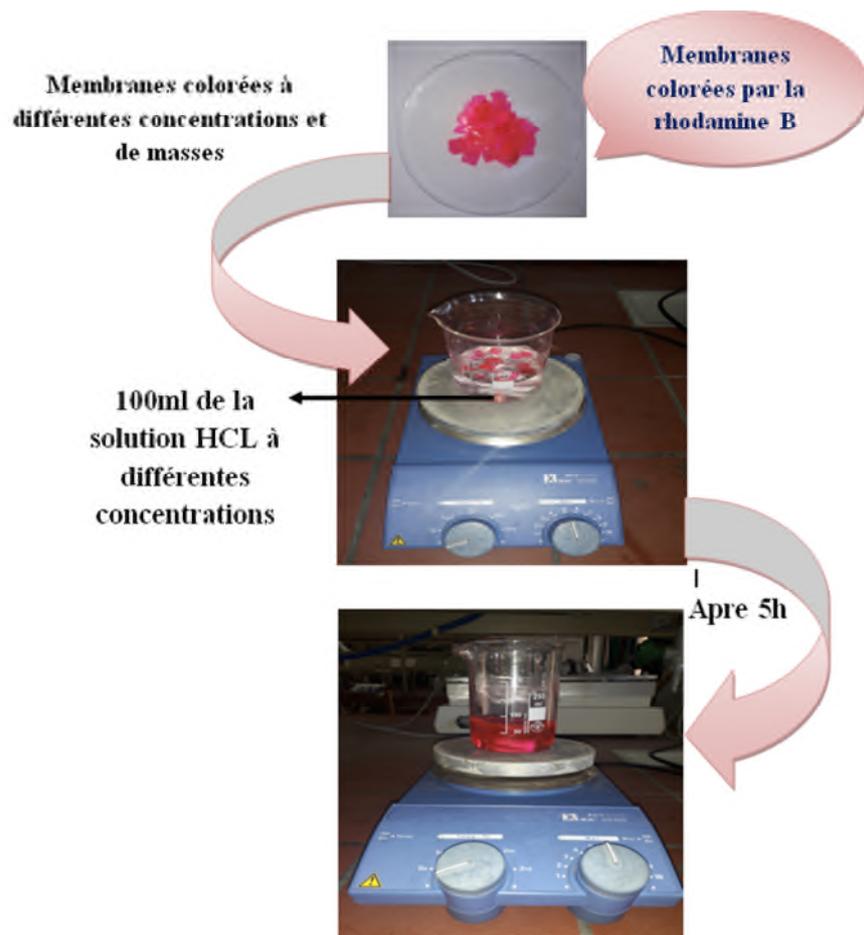


Figure IV.3 : La régénération de la membrane.

Après une dilution les échantillons sont analysés par spectrophotométrie UV-visible (Thermo SCIENTIFIC) est un appareil qui permet de mesurer directement les absorbances pour déterminer la concentration de rhodamine B après adsorption, à une longueur d'onde maximale de 554 nm à partir de la courbe d'étalonnage.

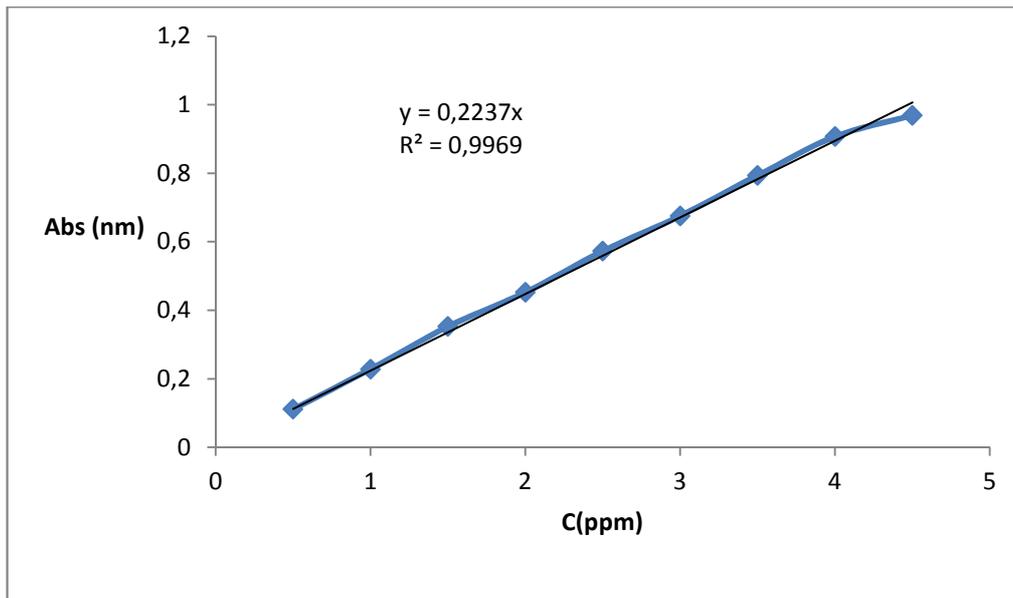


Figure IV .4 : Courbe d'étalonnage de colorant.

IV.4. Caractérisation des membranes

Pour pouvoir déterminer certaines caractéristiques de la membrane on fait appelle a l'angle de contact :

IV.4.1. Angle de contact

La mesure de l'angle de contact rend compte de l'aptitude d'un liquide à s'étaler sur une surface par mouillabilité.

Lorsqu'une goutte de liquide est déposée sur une surface solide plane, l'angle entre la tangente à la goutte au point de contact et la surface solide est appelé angle de contact θ (figure IV .5).

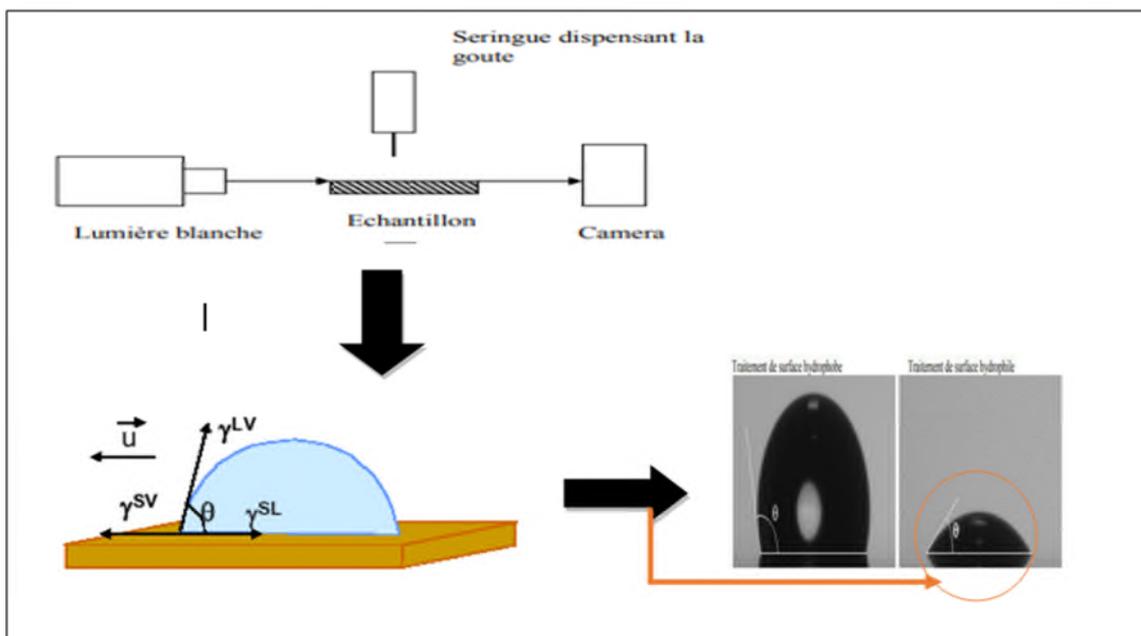


Figure IV.5 : Principe de fonctionnement de l'angle de contact.

Chapitre V :

Résultats et discussion

Chapitre V : Résultats et discussion

L'objectif de cette étude est l'adsorption de colorant (rhodamine B) par les membranes polymères à inclusion dans un système batch. Les membranes polymères à inclusions sont à la base de PVC/D2EHPA à différents rapports ont été préparés par la méthode d'évaporation de solvant et caractérisée par différentes méthodes à savoir l'angle de contact et leur épaisseur a été déterminé. Un plan factoriel complet a été utilisé pour l'étude de deux réponses à savoir le rendement d'adsorption de rhodamine B et le rendement dans la phase régénération. Une optimisation des différents facteurs pour les deux réponses a été faite.

V.1.Les Membranes Polymères à Inclusions (MPI)

Après l'évaporation totale du solvant (THF), les membranes obtenues ont été récupéré. Ces membranes (figure V.1) sont homogènes, transparentes et aussi résistibles et non rigides. Elles ont un caractère plastifié à cause du type d'extractant ajouté qui est D2EHPA.

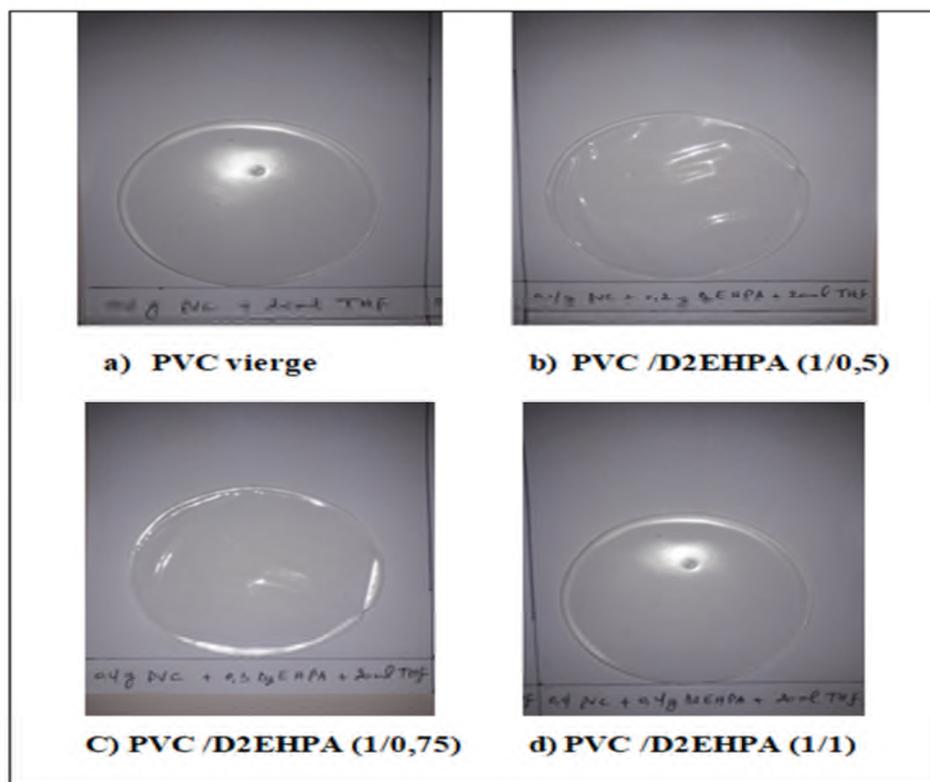


Figure V.1 : Membranes utilisées à différentes concentrations.

V.2.Caractérisation des membranes

Les membranes planes asymétriques à base de PVC/D2EHPA préparées ont été caractérisées par différentes méthodes (épaisseur et angle de contact) ce qui nous a permis d'envisager l'effet de l'additif D2EHPA sur les propriétés des membranes.

V.2.1. Epaisseur des membranes

L'épaisseur des membranes formées par la méthode d'évaporation de solvant (THF) a été mesurée à l'aide d'un électronique outside micromètre de marque Filetta (0-25mm de précision 0,001mm).

Le (tableau V.1) représente les valeurs des épaisseurs des membranes à différentes concentrations de l'additif D2EHPA. Nous constatons que l'épaisseur de la membrane augmente en fonction de l'augmentation de la concentration de D2EHPA, D'où l'épaisseur et la concentration de D2EHPA sont proportionnelles.

Tableau V.1 : Epaisseurs des membranes utilisées.

Les Membranes	PVC vierge	PVC/D2EHPA (1/0,5)	PVC/D2EHPA (1/0,75)	PVC/D2EHPA (1/1)
L'épaisseur (mm)	0,0506	0,0648	0,0862	0,1030

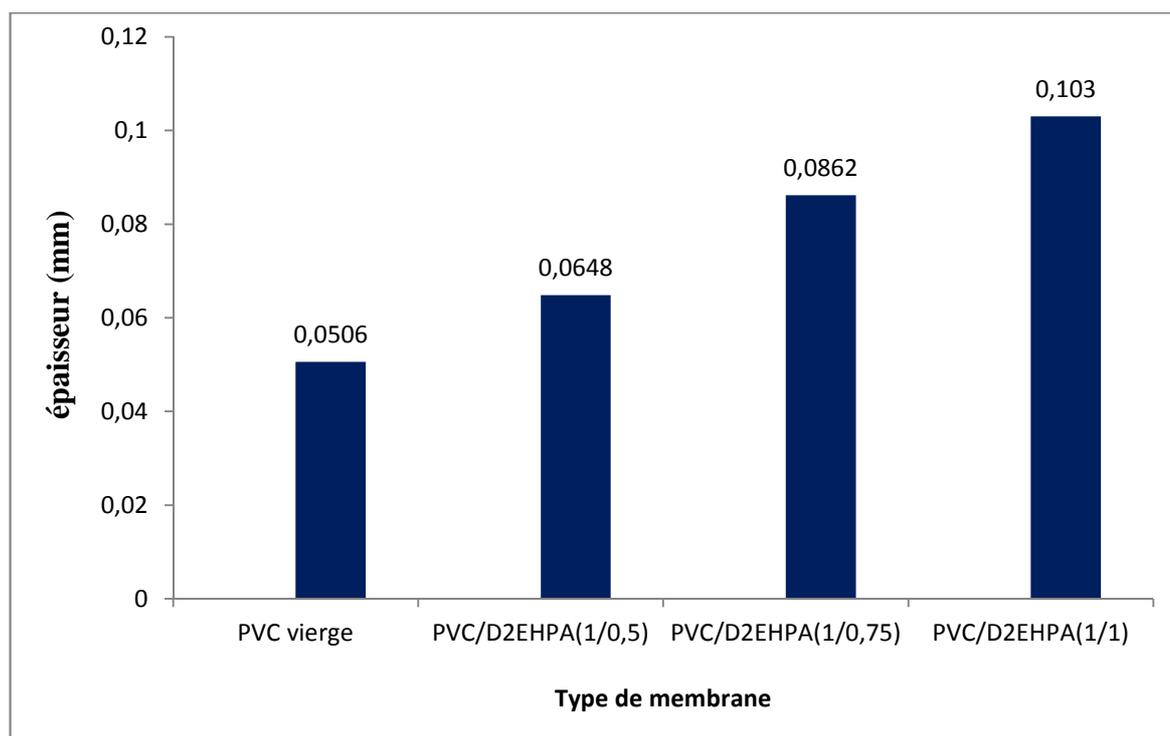


Figure V.2 : L'épaisseur des membranes utilisées.

V.2.2. Angle de contact

L'angle de contact permet d'identifier le caractère hydrophobe ou hydrophile des matériaux. Plus la valeur est grande (en général $> 90^\circ$) le matériau est hydrophobe ; et plus la valeur de l'angle de contact est petite ($< 90^\circ$) le matériau est hydrophile [75].

La (figure V.3) illustre les valeurs de l'angle de contact des différentes membranes. On constate que la membrane vierge (PVC seul) et le PVC avec le transporteur (D2EHPA) a tendance d'être plus hydrophile ($< 90^\circ$). Et d'après la comparaison entre les angles de contact

des membranes à différents rapport en D2EHPA, on conclue que l'augmentation de ce dernier cause l'augmentation de l'angle de contact.

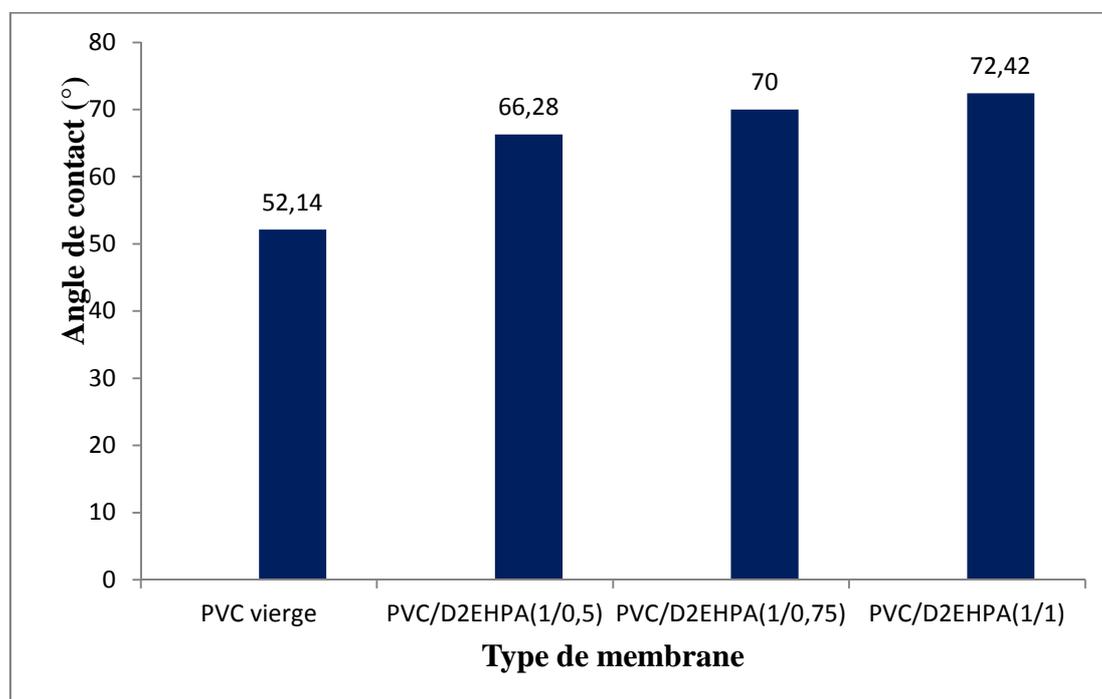


Figure V.3: Les angles de contact des membranes utilisées.

V.3 Etude d'effet de concentration

V.3.1.Effet de concentration de rhodamine B

Les courbes de la (figure V.4) représentent la quantité absorbée de la rhodamine B pour différentes concentrations (10, 30 et 50 ppm). Nous remarquons que la quantité absorbée est grande et mieux lorsque on a les concentrations (50 et 30 ppm).

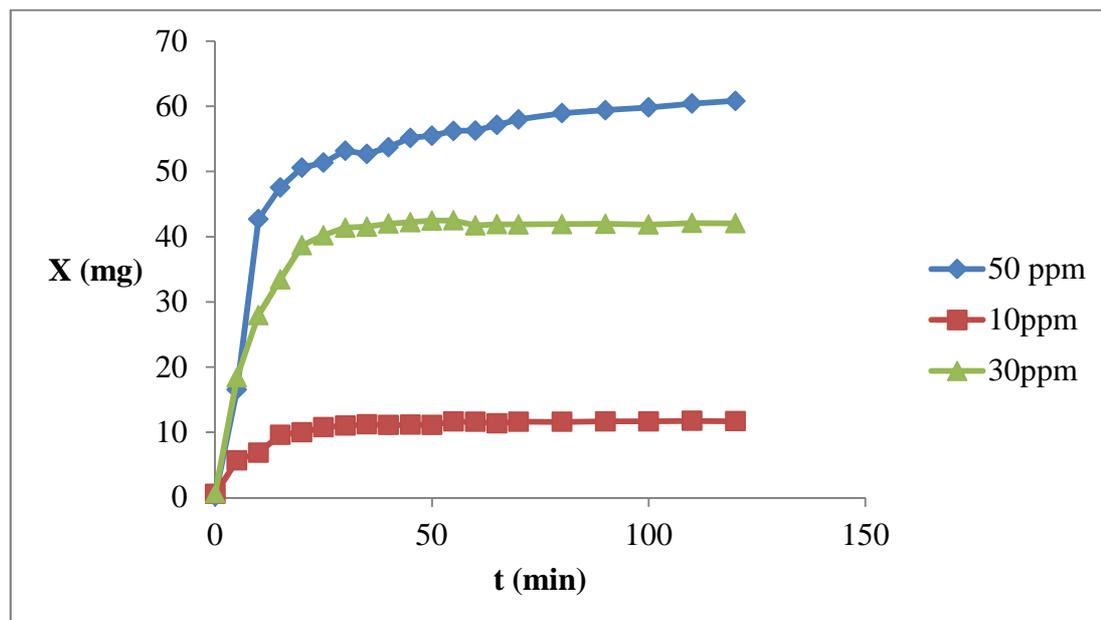


Figure V.4: quantité absorbée de la rhodamine B à différentes concentrations (10, 30 et 50 ppm) à température ambiante.

V.3.2. Régénération de la membrane par HCl

Les courbes de la (figure V.5) représentent la régénération de la membrane colorée par HCl à des concentrations différentes (1, 1,5 et 2 M). Nous remarquons que la quantité régénérée est bien quand la concentration est grande et moins bien à une concentration faible.

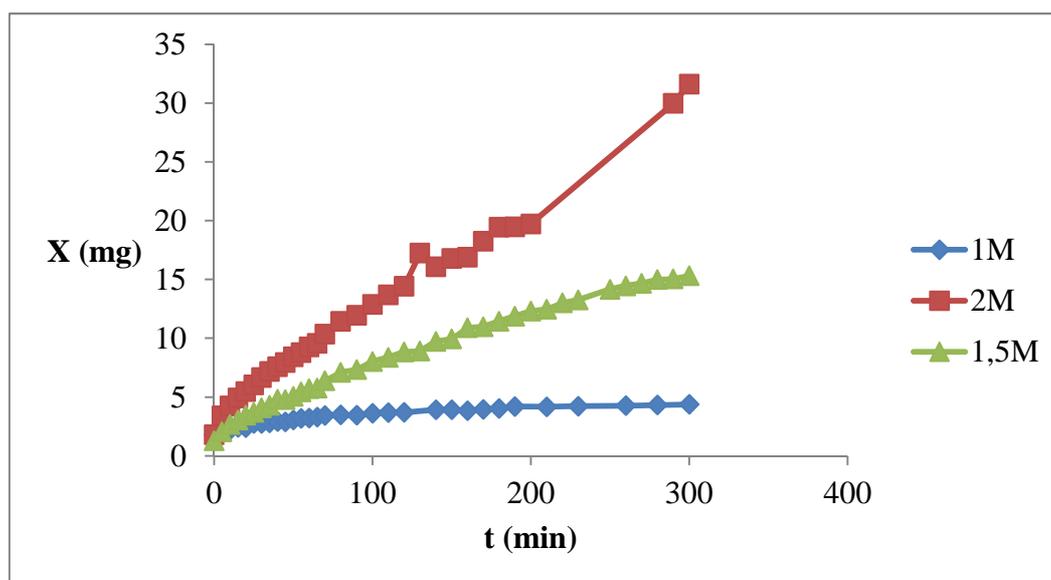


Figure V.5: quantité absorbé de HCl à différent concentration (1, 1.5 et 2 M) à température ambiante.

V.4. Modélisation

L'adsorption de rhodamine B par les membranes polymères à inclusion à base de PVC/D2EHPA a été réalisée en utilisant la méthodologie des plans d'expérience avec MINITAB 17. L'objectif de cette étude est d'évaluer les effets des différents paramètres ainsi que les interactions éventuelles pouvant exister entre ces paramètres opératoires.

Un plan factoriel complet à deux niveaux 2^n a d'abord été construit afin de visualiser les effets des paramètres et leurs interactions sur le rendement d'adsorption de rhodamine B et la régénération, où n = nombre de facteurs en cours de vérification (dans ce cas $n = 3$). Ainsi, le nombre total d'expériences nécessaires pour l'étude des deux réponses est de 13 pour chacune. Nous avons opté pour l'optimisation de deux réponses ; le rendement de l'adsorption de colorant et le rendement dans la phase régénération.

V.4.1. colorant

V.4.1.1. Plans d'expériences

Le domaine expérimental défini pour les trois facteurs retenus pour cette étude est présenté dans le (tableau V.2) ceci permet d'établir un plan factoriel complet. Les différents domaines d'expériences ont été choisis selon une étude bibliographique.

Ce plan d'expérience est constitué par un total de 13 expériences où les différents facteurs sont représentés par des variables codé.

Tableau V.2 : Facteurs et domaine d'étude.

Valeurs réels	Variable centrées réduites	Niveau bas	Au centre	Niveau haut
Z₁ : concentration de colorant [Rh B] (ppm)	X ₁	10	30	50
Z₂ : concentration de [D ₂ EHPA](%)	X ₂	50	75	100
Z₃ : la masse de la membrane (g)	X ₃	0,1	0,3	0,5

Les variables centres réduites X₁, X₂, X₃ correspondent respectivement aux variables réels Z₁, Z₂, Z₃.

Les résultats de la conception expérimentale ont été analysés en utilisant le logiciel minitab17, en introduisant les valeurs minimal et maximale des facteurs à étudier, qui nous permet d'obtenir la matrice des essais suivants (tableau V.3).

Tableau V.3 : Matrice des expériences.

RunOrder	CenterPt	[RhB]	[D2EHPA]	Mm	Rend(%)	prédites	Résidus
1	1	-1	-1	-1	96,90	95,9346	0,96538
2	1	1	-1	-1	98,09	97,1246	0,96538
3	1	-1	1	-1	96,11	95,1446	0,96538
4	1	1	1	-1	94,77	93,8046	0,96538
5	1	-1	-1	1	96,15	95,1846	0,96538

6	1	1	-1	1	98,15	97,1846	0,96538
7	1	-1	1	1	97,40	96,4346	0,96538
8	1	1	1	1	98,11	97,1446	0,96538
9	0	0	0	0	95,87	95,9946	-0,12462
10	0	0	0	0	96,18	95,9946	0,18538
11	0	0	0	0	94,31	95,9946	-1,68462
12	0	0	0	0	94,59	95,9946	-1,40462
13	0	0	0	0	91,30	95,9946	-4,69462

- Les niveaux des facteurs sont exprimés en valeurs centrées réduites :
-1 et 1 : sont respectivement les niveaux bas et haut du plan factoriel.

V.4.1.2. Analyse des résultats

a) Diagramme de Pareto

D'après le diagramme d'effet de Pareto chart, la (figure V. 6) montre que les facteurs de concentration de D2EHPA, concentration de Rh B et la masse de la membrane sont faibles d'effet car l'amplitude est très loin.

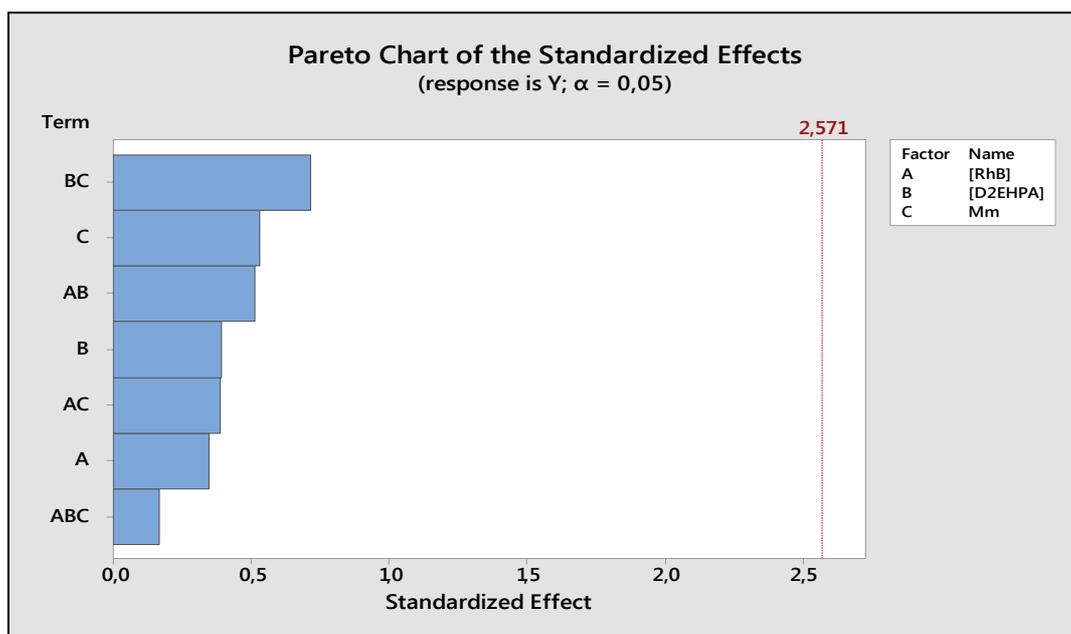


Figure V.6 : Diagramme d'effet de Pareto.

b) Effet des paramètres

D'après l'analyse de cette (figure V.7) on peut déduire que les facteurs qui ont un effet positif sur l'adsorption sont : la concentration de colorant et la masse de la membrane.

D'autre part, le facteur ayant un effet négatif sur l'adsorption : la masse de la membrane.

De cela on peut dire que la masse de la membrane c'est le facteur le plus influent par rapport aux autres factures.

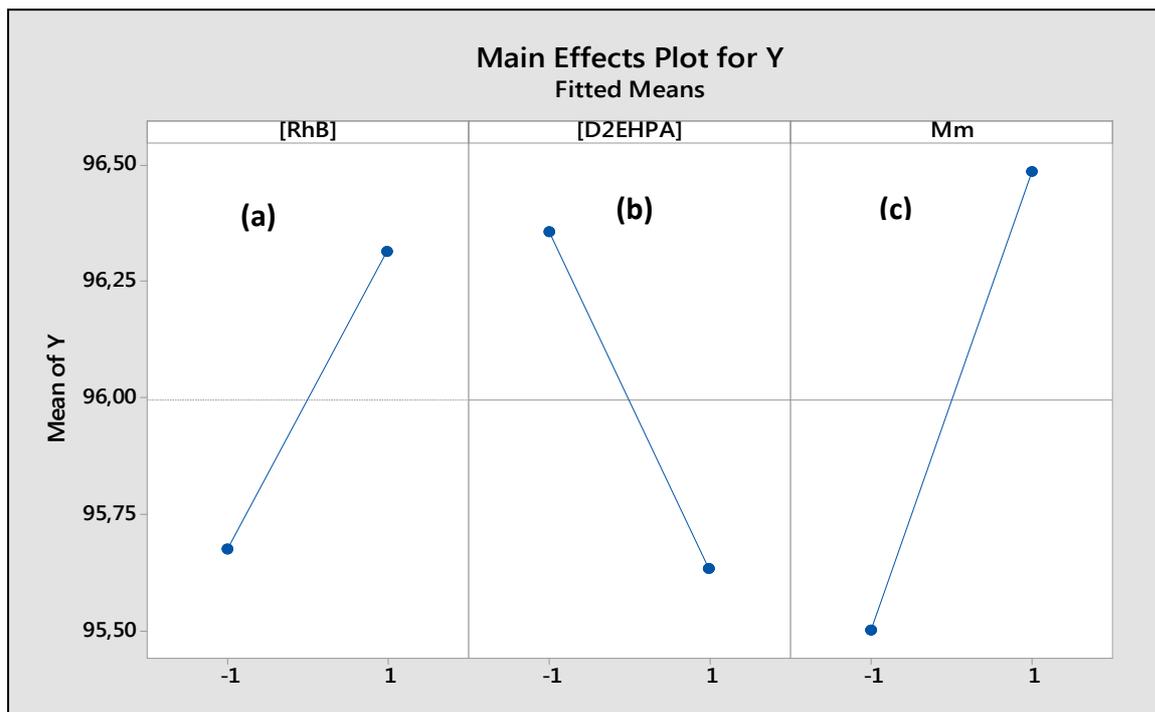


Figure V.7: Les effets individuels des paramètres.

c) Effets des interactions

On a trois effets des interactions relatives à l'influence combinée des deux paramètres à deux niveaux (-1 et +1) et R%. On peut distinguer d'après la (figure V.8) que les interactions qui sont significatives (forte interaction) sont : [RhB]*[D2EHPA] et [D2EHPA] *Mm, d'autre part les interactions [RhB]*Mm non significatives (faible interactions).

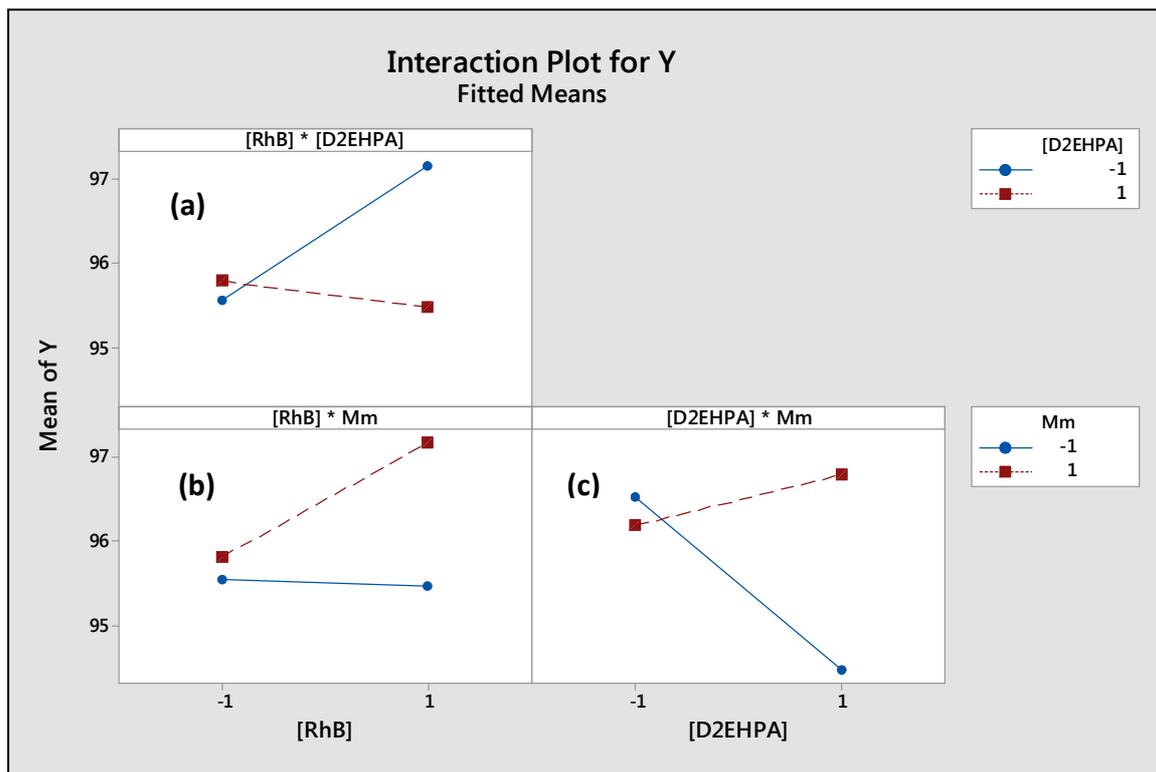


Figure V.8: Représentation de l'interaction entre les différents paramètres.

d) Modèle mathématique et l'analyse de la variance

- **Elaboration du l'équation de régression**

Le modèle mathématique associé au plan factoriel complet 2^3 s'écrit sous la forme suivante :

$$Y = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12} X_1 X_2 + b_{13} X_1 X_3 + b_{23} X_2 X_3 + b_{123} X_1 X_2 X_3$$

Avec :

Y : Variable de réponse.

X_1, X_2, X_3 : Variable centrées réduites.

b_0, b_1, b_2, b_3 : Coefficients linéaires.

b_{12}, b_{13}, b_{23} : Termes d'interaction de deuxième ordre.

b_{123} : Termes d'interaction de troisième ordre.

D’après le logiciel MINITAB on a obtenu l’équation de régression suivante :

$$Y = 95,995 + 0,320 [\text{RhB}] - 0,363 [\text{D2EHPA}] + 0,493\text{Mm} - 0,478 [\text{RhB}] * [\text{D2EHPA}] + 0,357 [\text{RhB}] * \text{Mm} + 0,665 [\text{D2EHPA}] * \text{Mm} + 0,155 [\text{RhB}] * [\text{D2EHPA}] * \text{Mm}.$$

Les effets individuels, les effets d’interactions et les coefficients du modèle sont présentés dans le (tableau V.4).

Tableau V. 4 : les effets des paramètres et leurs coefficients.

Terme	Effet	Coefficient
constant		95,995
[RhB]	0,640	0,320
[D2EHPA]	-0,725	-0,363
Mm	0,985	0,493
[RhB]* [D2EHPA]	-0,995	-0,478
[RhB]* Mm	0,715	0,357
[D2EHPA]*Mm	1,330	0,665
[RhB]* [D2EHPA]*Mm	0,310	0,155

- Analyse de la variance**

Les effets principaux et les effets d’interactions de chaque facteur ayant P- valeur ≤ 0.05 signifie que ce facteur est significatif.

D’après les résultats de (tableau V.5) on constate que les facteurs [RhB], [D2EHPA], Mm et les interactions [RhB]*[D2EHPA], [RhB]*Mm, [D2EHPA]*Mm et [RhB]*[D2EHPA]*Mm ont des effets non-significatifs sur la réponse qui est le rendement d’adsorption de rhodamine B.

Tableau V. 5 : Analyse de la variance le modèle réduit.

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Régression	7	10,3874	1,4839	0,22	0,965
[RhB]	1	0,8192	0,8192	0,12	0,744
[D2EHPA]	1	1,0513	1,0513	0,15	0,712
Mm	1	1,9405	1,9405	0,28	0,618

[RhB]*[D2EHPA]	1	1,8241	1,8241	0,27	0,628
[RhB]* Mm	1	1,0224	1,0224	0,15	0,716
[D2EHPA]*Mm	1	3,5378	3,5378	0,51	0,505
[RhB]*[D2EHPA]*Mm	1	0,1922	0,1922	0,03	0,874

Les coefficients de corrélation obtenus ont des valeurs de $R^2=23,22\%$ et $R^2_{\text{corrige}} = 00\%$

e) Contour de réponse

D’après les plans de contours de la (figure V.9), que le meilleur rendement d’adsorption 97 % est obtenu lorsque on travaille avec :

- La figure V.9. (a) : montre que le rendement d’adsorption est élevé supérieur à 97% quand la concentration de la membrane est élevée et la concentration du colorant est faible.
- La figure V.9. (b) : montre que le rendement d’adsorption est $96,5\% < R < 97\%$ respectivement sachant que les paramètres de chaque plan sont à leur valeur maximale.
- La figure V.9. (c) : montre que le rendement d’adsorption est élevé supérieur à 97% quand la concentration de la membrane augmente et la masse de la membrane diminue.

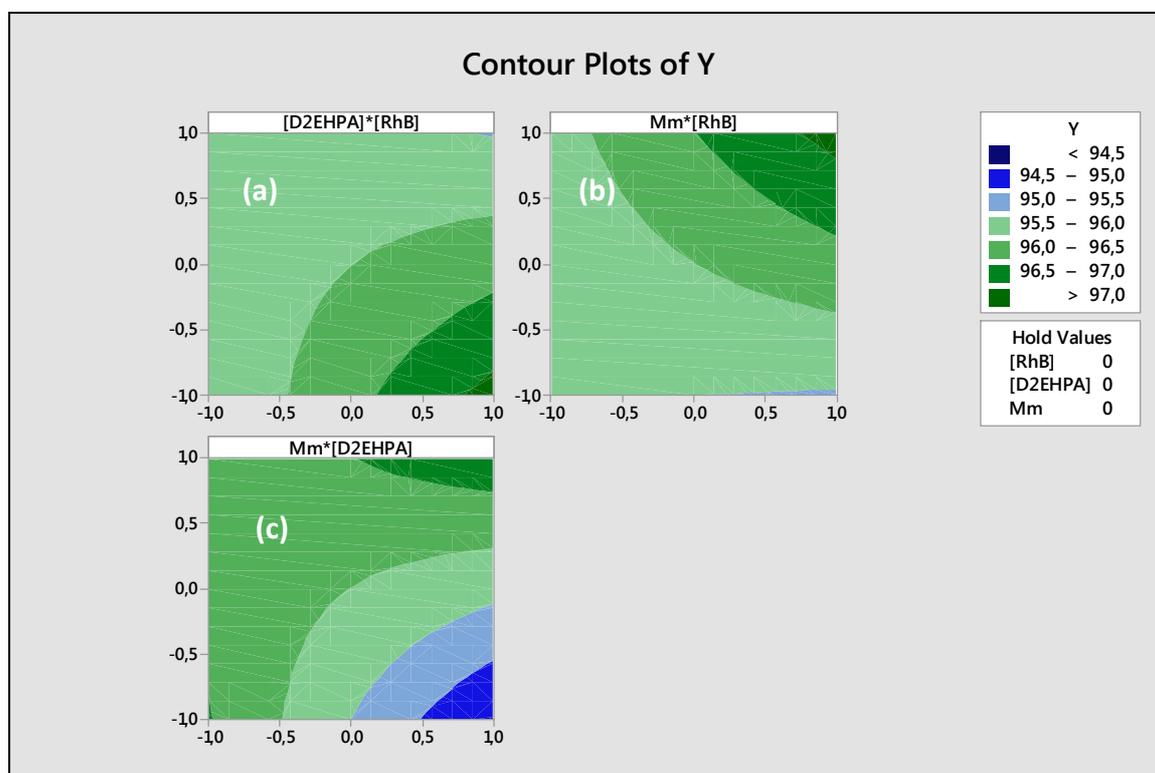


Figure V.9 : Surface de découpe de rendement.

f) Optimisation

Les résultats d'optimisation pourraient indiquer les valeurs optimales pour chaque facteur et la valeur optimale du rendement d'adsorption. De la (figure V.10) le rendement d'adsorption pourrait être obtenu avec une valeur de 97,1846 % et dans on l'a constaté que la réponse était meilleure quand les valeurs optimales des paramètres sont comme suit :

- La concentration de colorant doit être **50 ppm**.
- La concentration de la membrane doit être **1/0,5**.
- La masse de la membrane doit être **0,5 g**.

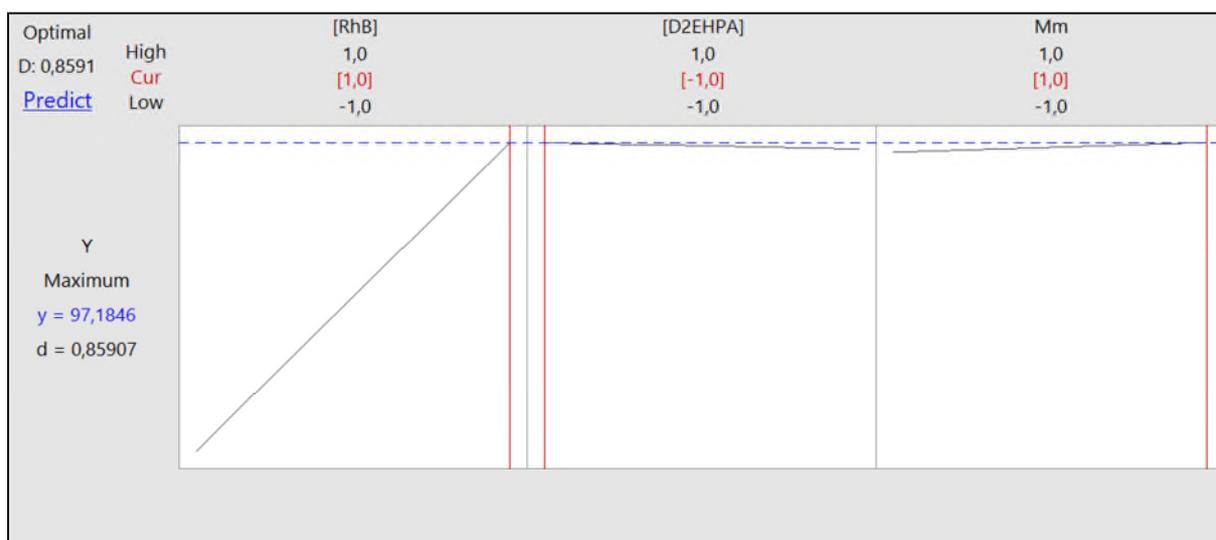


Figure V.10: Optimisation des paramètres expérimentaux.

V.4.2. Régénération

V.4.2.1. Plans d'expériences

Pour l'étude le rendement de régénération de colorant (rhodamine B), nous avons choisi trois facteurs : la concentration de HCl, la concentration d'D2EHPA et la masse de la membrane.

Le domaine expérimental définit pour les trois facteurs retenus pour cette étude est présenté dans le (tableau V.6). Ceci permet d'établir un plan factoriel complet à deux niveaux. Les différents domaines d'expériences ont été bien choisis.

Ce plan d'expérience est constitué par un total de 13 expériences où les différents facteurs sont représentés par des variables codées.

Tableau V.6 : Facteurs et domaine d'étude.

Valeurs réels	Variable centrées réduites	Niveau bas	Au centre	Niveau haut
Z₁ : concentration de l'acide Hcl [HCl] (M)	X ₁	1	1,5	2
Z₂ : concentration de [D ₂ EHPA](%)	X ₂	50	75	100
Z₃ : la masse de la membrane (g)	X ₃	0,1	0,3	0,5

Les variables centres réduites X₁, X₂, X₃ correspondent respectivement aux variables réels Z₁, Z₂, Z₃.

Les résultats de la conception expérimentale ont été analysés en utilisant le logiciel minitab17, en introduisant les valeurs minimale et maximale des facteurs à étudier, qui nous permet d'obtenir la matrice des essais suivants (tableau V.7).

Tableau V.7 : Matrice des expériences.

RunOrder	CenterPt	[HCl]	[D2EHPA]	Mm	Rend(%)	prédites	Résidus
1	1	-1	-1	-1	43,37	41,8319	1,53808
2	1	1	-1	-1	26,13	24,5919	1,53808
3	1	-1	1	-1	11,28	9,7419	1,53808
4	1	1	1	-1	83,60	82,0619	1,53808
5	1	-1	-1	1	19,69	18,1519	1,53808
6	1	1	-1	1	47,41	45,8719	1,53808

7	1	-1	1	1	22,71	21,1719	1,53808
8	1	1	1	1	48,25	46,7119	1,53808
9	0	0	0	0	36,16	36,2669	-0,10692
10	0	0	0	0	41,91	36,2669	5,64308
11	0	0	0	0	26,46	36,2669	-9,80692
12	0	0	0	0	33,60	36,2669	-2,66692
13	0	0	0	0	30,90	36,2669	-5,36692

V.4.2.2. l'étude de réponse

a) Diagramme de Pareto

Le diagramme de Pareto est un champ utile pour identifier les facteurs les plus importants sur le rendement d'adsorption dans la phase régénération sont : la concentration de Hcl, l'interaction [HCl]*[D2EHPA] *Mm et l'interaction [HCl]*[D2EHPA]. Et pour faible effet sont : [D2EHPA], la masse de la membrane, [D2EHPA] *Mm et [HCl]* Mm.

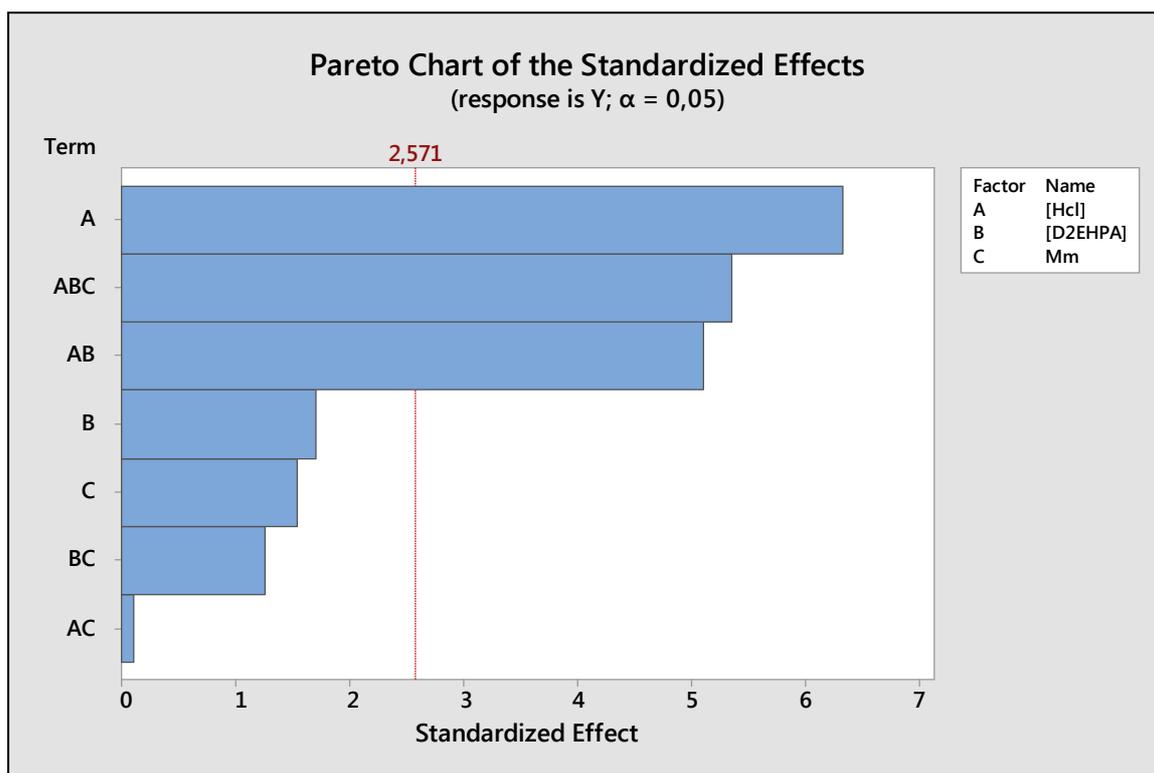


Figure V.11: Diagramme d'effet de Pareto.

b) Effet des paramètres

D'après l'analyse de cette (figure V.12) on peut déduire que les facteurs qui ont un effet positif sur rendement de l'adsorption dans la phase régénération sont : [HCl] et [D2EHPA].

Par contre, le facteur ayant un effet négatif sur le rendement de l'adsorption dans la phase régénération : la masse de la membrane.

De cela on peut dire que [HCl] c'est le facteur le plus influent par rapport aux autres facteurs.

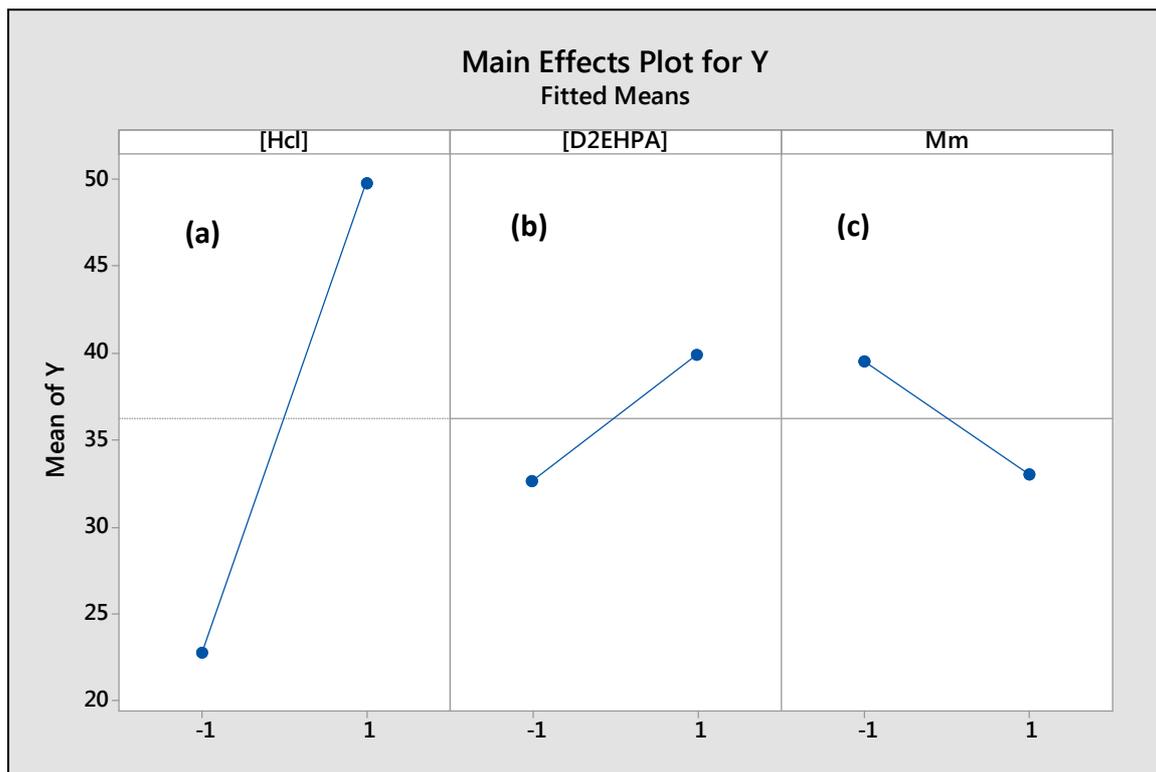


Figure V.12: Les effets individuels des paramètres.

c) Effets des interactions

La (figure V.13) représente l'effet d'interaction entre les différents paramètres à deux niveaux -1 et +1 par rapport à rendement d'adsorption. Leur disposition d'après la figure (V.10 (a) et (b)) montre que les interactions qui sont significatives (forte interaction) sont : [HCl]*[D2EHPA] et [D2EHPA] *Mm (faible interaction). D'autre part, les interactions [HCl]*Mm non significatives (faible interaction).

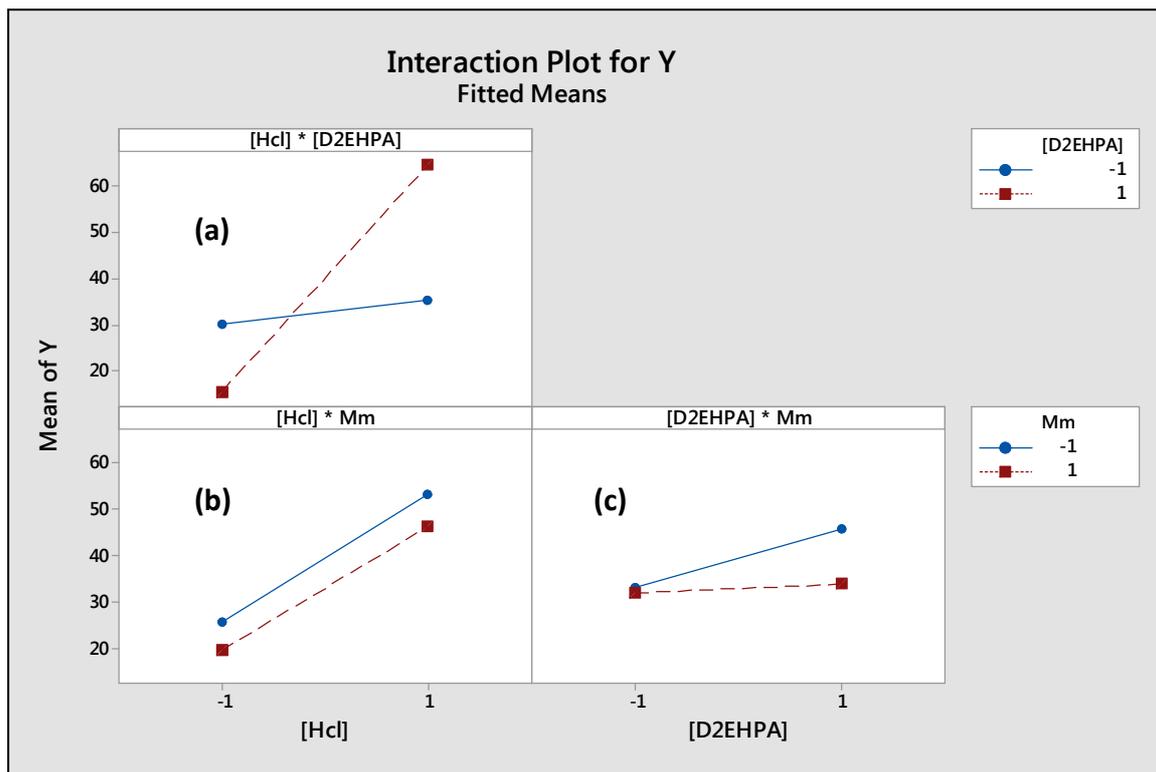


Figure V.13 : Représentation de l’interaction entre les différents paramètres.

d) Modèle mathématique et l’analyse de la variance

- **Elaboration du l’équation de régression**

Le logiciel MINITAB permet d’obtenir le traitement de résultats par l’équation suivante :

$$Y = 36,27 + 13,54[HCl] + 3,65 [D2EHPA] - 3,29 Mm + 10,92 [HCl]*[D2EHPA] - 0,23 [HCl]*Mm - 2,69 [D2EHPA] *Mm - 11,47 [HCl]*[D2EHPA] *Mm.$$

Les effets individuels, les effets d’interactions et les coefficients du modèle sont présentés dans le (tableau V.8).

Tableau V.8: les effets des paramètres et leurs coefficients.

Terme	Effet	Coefficient
constant		36,27
[HCl]	27,09	13,54
[D2EHPA]	7,31	3,65
Mm	-6,58	-3,29
[HCl]* [D2EHPA]	21,85	10,92
[HCl]* Mm	-0,46	-0,23
[D2EHPA]*Mm	-5,38	-2,69
[HCl]* [D2EHPA]*Mm	-22,94	-11,47

- **Analyse de la variance**

D'après les résultats de (tableau V.9) on constate qu'on obtient une régression linéaire du premier ordre. Les facteurs [HCl] et les deux interactions [HCl]*[D2EHPA] et triple interactions [HCl]*[D2EHPA]*Mm ont des effets significatifs sur le rendement de régénération de rhodamine B, par contre la [D2EHPA], Mm et les interactions [HCl]*Mm et [D2EHPA]*Mm ont des effets non-significatif.

Tableau V.9: Analyse de la variance le modèle réduit

Source	DF	Adj SS	Adj MS	F-Value	P-Value
Régression	7	3725,40	532,20	14,55	0,005
[HCl]	1	1467,19	1467,19	40,12	0,001
[D2EHPA]	1	106,87	106,87	2,92	0,148
Mm	1	86,59	86,59	2,37	0,184
[HCl]*[D2EHPA]	1	954,41	954,41	26,09	0,004
[HCl]* Mm	1	0,41	0,41	0,01	0,919
[D2EHPA]*Mm	1	57,89	57,89	1,58	0,264
[HCl]*[D2EHPA]*Mm	1	1052,03	1052,03	28,76	0,003

Après l'analyse de la variance et en éliminant les facteurs non significatifs, le modèle mathématique obtenu au début devient :

$$Y = 36,27 + 13,54 [\text{HCl}] + 10,92 [\text{HCl}] * [\text{D2EHPA}] - 11,47 [\text{HCl}] * [\text{D2EHPA}] * \text{Mm}$$

Les coefficients de corrélation obtenus ont des valeurs de $R^2 = 95,32\%$ et $R^2_{\text{corrige}} = 88,77\%$.

e) Contour de réponse

D'après les plans de contours de la figure (V.11), que le meilleur rendement d'adsorption dans la phase régénération 60 % est obtenu lorsque on travaille avec :

- La figure V.14. (a) : montre que le rendement d'adsorption est supérieur à 60% quand la concentration de la membrane et la masse de la membrane atteignent leurs valeurs maximales.
- La figure V.14 (b) : montre que le rendement d'extraction est $50\% < R < 60\%$ quand la masse de la membrane élevée et la concentration de HCl diminue.
- La figure V.14. (c) : montre que le rendement d'adsorption est $40\% < R < 50\%$ quand la masse de la membrane augmente et la [D2EHPA] diminue.

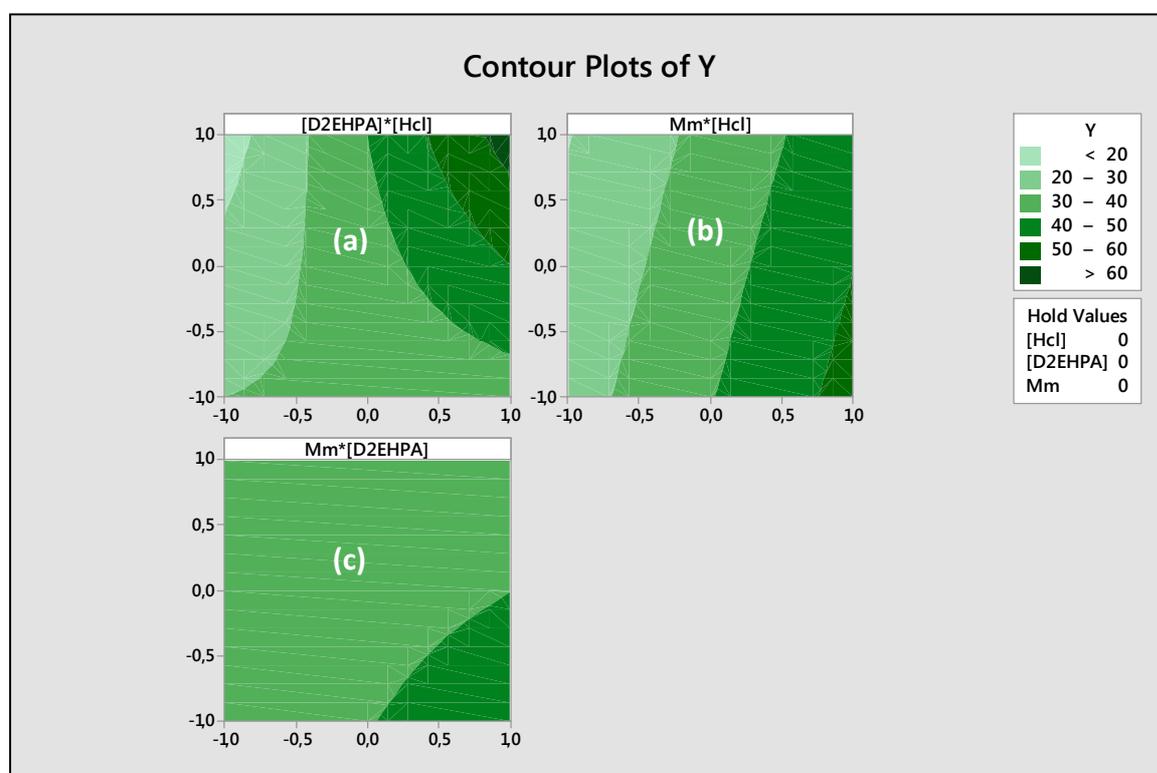


Figure V.14 : Surface de découpe de rendement.

f) Optimisation

Les résultats d'optimisation pourraient indiquer les valeurs optimales pour chaque facteur et la valeur optimale du rendement de l'adsorption dans la phase de régénération. De la (figure V.15) le rendement de régénération pourrait être obtenu avec une valeur de 82,0619 % et dans on l'a constaté que la réponse était meilleure quand les valeurs optimales des paramètres sont comme suit :

- La concentration de HCl doit être **2M**.
- La concentration de la membrane doit être **1/1**.
- La masse de la membrane doit être **0,1g**.

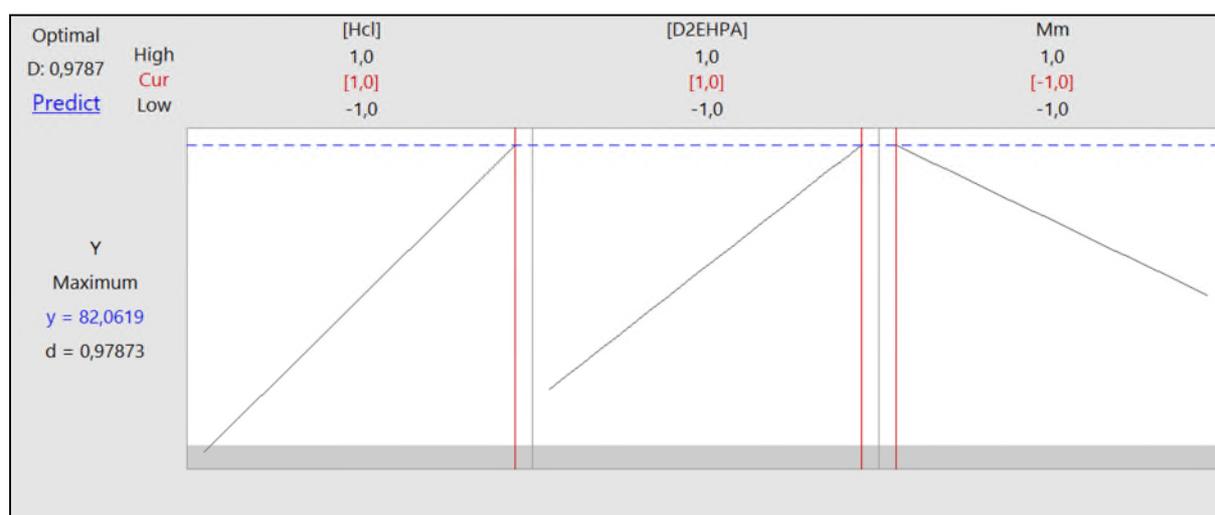


Figure V.15 : Optimisation des paramètres expérimentaux

Conclusion générale

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif de notre travail est d'étudier le rendement de l'adsorption et la régénération de rhodamine B en utilisant la membrane polymère inclusion. Contenant le D2EHPA comme extractant, dans un système batch. Une optimisation du différent paramètre pouvant influencé sur les performances de l'adsorption et la régénération de colorant (rhodamine B) par la méthodologie des plans d'expériences a été réalisée.

Les membranes utilisées ont été élaborées à base de PVC par la méthode d'évaporation de solvant (THF). L'extractant D2EHPA a été ajouté comme additif et piégé dans la membrane à différentes concentrations selon les rapports (PVC/D2EHPA) suivants: (1/0,5), (1/0,75) et (1/1).

L'étude des différents paramètres influents le rendement d'adsorption et régénération de colorant (rhodamine B) a été faite en utilisant un plan factoriel complet à deux niveaux. Trois facteurs ont été choisis pour chaque réponse.

✓ Rhodamine B

- Les facteurs choisis sont : la concentration de la rhodamine B, la quantité d'D2EHPA présent dans la membrane et la masse de la membrane
- Les résultats montrent que ces facteurs n'ont aucune influence entre eux.
- La concentration de colorant et la masse de la membrane ont des effets positifs sur le rendement du colorant, par contre la masse de la membrane à un effet négatif sur le rendement d'adsorption du colorant.
- Les interactions [RhB]*[D2EHPA] et [D2EHPA] *Mm sont significatives (forte interaction) dans le domaine d'étude choisit. L'interaction [RhB]*Mm non significatives (faible interactions).
- L'analyse de la variance montre que les facteurs [RhB], [D2EHPA], Mm et les interactions [RhB]*[D2EHPA], [RhB]*Mm, [D2EHPA]*Mm et [RhB]*[D2EHPA]*Mm

Conclusion générale

ont des effets non significatifs sur la réponse et le rendement d'adsorption de rhodamine B.

- Le modèle révèle une régression linéaire de premier ordre avec un coefficient de corrélation $R^2=23,22\%$ et $R^2_{\text{corrige}} = 00\%$, d'où on peut conclure que notre modèle mathématique n'est pas validé.
- Le rendement d'adsorption pourrait être optimisé pour une valeur de 97,1846 % quand les valeurs optimales des trois paramètres sont comme suit :
 - La concentration de colorant doit être **50 ppm**.
 - La concentration de la membrane doit être **1/0,5**.
 - La masse de la membrane doit être **0,5 g**.

✓ Régénération

- Pour l'étude le rendement du colorant dans la régénération nous avons choisis trois facteurs concentration de HCl, concentration de D2EHPA et la masse de la membrane.
- Les facteurs les plus influents sur le rendement de régénération du colorant sont : la concentration de HCl, les interactions $[HCl]*[D2EHPA]$ *Mm et $[HCl]*[D2EHPA]$. Et pour faible effet sur le rendement sont : $[D2EHPA]$, la masse de la membrane, $[D2EHPA]$ *Mm et $[HCl]$ * Mm.
- Les facteurs $[HCl]$ et $[D2EHPA]$ ont un effet positif sur le rendement régénération. , par contre la masse de la membrane à un effet négatif sur le rendement de régénération.
- Une forte interaction entre la $[HCl]*[D2EHPA]$ et la $[D2EHPA]*Mm$, faible interaction $[HCl]*Mm$ dans le domaine d'étude choisit.
- L'analyse du modèle montre une régression linéaire du premier ordre révélant un coefficient de détermination $R^2=95,32\%$ et $R^2_{\text{corrige}} = 88,77\%$. Ce qui nous permet de dire que le modèle mathématique représentant ces expériences est valide

$$Y = 36,27 + 13,54 [HCl] + 10,92 [HCl]*[D2EHPA] - 11,47 [HCl]*[D2EHPA] *Mm.$$

- Le rendement de régénération pourrait être optimisé pour une valeur de 82,0619 % quand les valeurs optimales des trois paramètres sont comme suit :
 - La concentration de HCl doit être **2M**.
 - La concentration de la membrane doit être **1/1**.

Conclusion générale

- La masse de la membrane doit être **0,1g**.

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] R. Perrin, J.P. Schared, « chimie industrielle », 2ème édition Dunod, Paris, (1999) p. 661-678.
- [2] T. Lakdioui, A. El Harfi, Traitement des solutions modèles colorées (indigo et rouge cibacrone) en utilisant les procédés de l'adsorption (résine anionique A500) et l'ultrafiltration, International Journal of Innovation and applied studies ISSN 2028 -9324, 7, 3(2014) 875-882.
- [3] XU. Y & LANGFORD C H. J. Photochem. Photobiol. A. Chem. 133 (2000) 67-71.
- [4] G.V. Zawlotski, Traitement des polluants organiques en milieu aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée "Electro-Fenton". Application à la minéralisation des colorants synthétiques, Thèse de Doctorat, Université de Marne-La- Vallée, (2004).
- [5] R. Huang, Q. Liu, J. Huo, B. Yang. Adsorption of methyl orange on to protonated cross linked chitosan. Arabian journal of chemistry, 10 (2017) 24–32.
- [6] A.A. Attia, W.E. Rashwan, S.A. Khedr, Capacity of activated carbon in the removal of acid dyes subsequent to its thermal treatment, dyes and pigments, 69 (2006) 128-136.
- [7] F. Ararem, Synthèse et caractérisation de biopolymères application au piégeage De colorants, Mémoire de magister, Université d'oran Es-Sénia, (2011).
- [8] E. Z. Guivarch, Traitement des polluants organiques en milieux aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée "Electro-Fenton" application a la minéralisation.
- [9] R. PERRIN, S.J. PIERRE, Chimie industrielle, Edition dunod, 2eme édition, (1999).
- [10] F.Benamraoui, Elimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture, (2009).
- [11] H. Ben Mansour, O. Boughzala. D. Dridi. D. Barillier. L. Chekir Ghedira. R. Mosrati, Les colorantes textiles sources de contamination de l'eau : Criblage de la toxicité et des

Références Bibliographiques

méthodes de traitement, Journal of water science 24, (2011) 209-238.

[12] S. Dereguardati, W. Barthe, Les colorants organiques utilisés en teinturerie, Muséum national d'histoire naturelle, (2012).

[13] N. Alaounia, Dégradation photocatalytique de polluants organique « Méthyle orange. Pentachlorophénol et Acide benzoïque » en présence du dioxyde de titane nanocristallin élaboré par la méthode sol-gel, (2009).

[14] D. Chebli, Traitement des eaux usées industrielles. Dégradation des colorants azoïques par un procédé intégré couplant un procédé d'oxydation avancée et un traitement biologique, Mémoire Doctorat en sciences, (2012).

[15] N. Boukaous, Extraction du colorant noir bleu naphthol et du médicament ibuprofène en milieu aqueux par membrane liquide émulsionnée, Université d'Annaba, (2014).

[16] J.Shour, Colorants and auxiliaries Organic chemistry and application properties Colorant BTTG Shirley, Society of dyers and colourists, Angleterre 1, (1990).

[17] J.Shore, Colorants and auxiliaries, Society of dyers and colourists, Second edition, (2002).

[18] D. J. Joo, W. S. Shin, J. H. Choi, S. J. Choi, M. C. Kim, M. H. Han, T. W. Ha, Y. H. Kim, Decolorization of reactive dyes using inorganic coagulants and synthetic polymer. Dyes and Pigments, 73 (2007) 59-64.

[19] Y. H. BENDAHMA, Étude de la diffusion des molécules de bas poids moléculaire dans des réseaux de polymères acryliques, Thèse de magister, Université Abou Bekr Belkaid, Tlemcen, (2011).

[20] N. Djebbari, A. Benkerrou, Préparation et caractérisation des microsphères base de PEEK- WC/D2EHPA, appliquées à l'adsorption de la Rhodamine B et de Bleu de Méthylène, Mémoire de Master, Université de Bejaia, (2016).

[21] N. Alaounia, Dégradation photocatalytique de polluants organiques (Méthyle orange, Pentachlorophénol et Acide benzoïque) en présence du dioxyde de titane nanocristallin élaboré par la méthode sol-gel, (2009).

Références Bibliographiques

- [22] K. Hunger, Industrial dyes: chemistry, proprieties, applications », Edition: (2003).
- [23] D. Leinekugel-le-cocq, Contribution à la modélisation dynamique simplifiée d'un procédé d'adsorption modulée en pression (P.S.A.), Thèse de doctorat, Université Claude Bernard – Lyon 1, (2004).
- [24] N. Barka, L'élimination des colorants de synthèse par adsorption sur un phosphate naturel et par dégradation photo catalytique sur TiO₂ supporté, Thèse de doctorat, Université ibon zohr, Faculté des sciences ,Agadir,(2008).
- [25] M. PAKULA et AL, Voltammetric and FT-IR studies of modified activated system with Phenol, colloids and surfaces A: physicochimi, engineering, aspects 260 (2005) 145-155.
- [26] M. Kaustubha, D. Das, M. N. Biswasou, Adsorption of phenol from aqueous solutions using activated carbons prepared from Tectona grandis sawdust by ZnCl₂ activation, Chemical Engineering Journal vol 115 p. (2005) 121–131.
- [27] 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 VAGDAL Rabat, (2006).
- [28] N. BOUGDAH, étude de l'adsorption de micropolluants organiques sur la bentonite, Mémoire Magister, Université de Skikda, P17, 18 (2007).
- [29] K. Bendellali, Régénération d'une terre usée utilisée dans la décoloration des huiles végétales : Application de la terre régénérée à la décoloration par adsorption de solutions synthétiques, Mémoire de Magister, Université Abderrahmane Mira- Bejaia, (2012).
- [30] Hawleyls condensed chemical dictionary 11 eme éddition.
- [31] M. A. Slasli, Modélisation de l'adsorption par les charbons microporeux : Approches théorique et expérimentale, Thèse Doctorat Université de Neuchâte, (2002).
- [32] A. Dabrowski, M. Barczak, P. Podkoscielny, Z. Hubicki, Adsorption of phenolic compounds by activated carbon –a critical review, Chemosphere 58, (2005) 1049-1070.

Références Bibliographiques

- [33] N. Babakhouya, Récupération des métaux lourds par l'utilisation des adsorbants naturels, Mémoire de Magister, Université M'hamed Bougara- Boumerdès, (2009).
- [34] C. Chitour, Physico-chimie des surfaces « l'adsorption gaz-solide et liquide solide», Tomes 2, office des publications Universitaires, Edition n°4556,09/(2013).
- [35] T. Daoud, Biosorption simultanée du plomb et du fer sur une biomasse morte : La streptomyces rimosus, Ecole nationale polytechnique -ENP- 10 avenue hassan badi, elharrach -Alger, juin, (2007).
- [36] F. Bouzza, Elimination des polluants organiques par des argiles naturelles et modifiées, Diplôme de Magister, Université Abkr Belkaid-Tlemcen-Algérie, (2012).
- [37] I. Zkinaly, j. Dekany. Chem. Soc, Farady Trans 1-85, (1989).
- [38] J. P. Divincenzo, S .K. Enivron, Qual1193-1202 (1996) 25.
- [39] H. Lata, V. K. Garg, R. K. Gupta, Adosrptive removal of basic dyeby chemically activated parthenium biomass: equilibrium and kinetic modeling, desalination, 219, (2008) 250-261.
- [40] S. Bouacherine, Eliminations des polluants spécifiques par adsorption sur charbon actif et argile traitée et non traitée, Diplôme de Magister, Université Mohamed Chérif Messaadia-Souk-Ahras-Algérie, (2013).
- [41] S. Guesmia, L'adsorption du colorant (bleu de méthylène et chrome III) sur la bentonite, Diplôme de Master, Université Mohamed Khider-Biskra-Algérie, (2015).
- [42] C. E. Chitour, Physico-chimie des surfaces: L'adsorption gaz-solide et liquide-solide, Office des publications universitaires, (2004).
- [43] R. W. Baker, Membrane technology and application, Wiley and Sons (Ed), England, (2004).
- [44] H. Stramann, L .Giorno, E. Drioli, An Introduction to Membrane Science and Technology, Consiglio Nazionale Delle Ricerche Roma, (2006).
- [45] J. P. Brun, Procèdes de séparation par membranaire .p 88-136 (1989).

Références Bibliographiques

- [46] R. W. Baker, J. Wiley and sons, Membrane technology and application, Ltd Eng England, (2004).
- [47] M. Muldre, Basic principales of membranes technology, Kluwer academic publisher, (1991).
- [48] M. B .Zertgazyh mcdonnell, P. M. Vadgama, Selective electrode, Rev.1117 (1991).17.
- [49] K. Ndungu, Liquid membrane extraction techniques for trace métal analysis and sepection in exnvironmental and biological matrices, department of analytical chemistry .Nund university, Sweden, (1999).
- [50] S. Halli, Extraction microfluidique de cations métalliques divalents par membrane d'affinité, Mémoire du magisistre en chimie, Universités de Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, (2010).
- [51] E. Moamer, Purification des eaux polluées par du phénol dans un per tracteur a disques tournants, Institut national des sciences appliquées de rouen, Thèse doctorat, (2011).
- [52] N. Boukaous, Extraction du colorant noir bleu naphtol et du médicament ibuprofène en milieu aqueux par membrane liquide émulsionnée, Thèse de magister université Badji Mokhtar Annaba, (2014).
- [53] A. Hattou, Contribution à l'étude de l'extraction de quelques métaux de transition par membranes liquides émulsionnées, Thèse de doctorat, Université de Bejaia, (2015).
- [54] S. B. Rose, F. Karimi, A study of the heavy metal extraction process using emulsion liquid membranes, Thèse de doctorate, University de technology, Sweden, (2012).
- [55] S. Chaouchi, Enlèvement des polluants émergents dans l'eau par membrane liquide émulsionnée, Thèse de doctorat, Université Badji Mokhtar Annaba, (2014).
- [56] I. D. Nighiem , P. Mornane , I.D. Potter , J. M. Perera , R.W . Cattrallet S .D. Kolev, Journal of Membrane science, Rev.281, 7 (2006).
- [57] M. A. Didi, A. H. Elias, L. Meddour, M. Attou, A. Azzouz, Science et technologie des agents extractant organophosphorés ,office des publications universitaires ,Alger ,(2004).

Références Bibliographiques

- [58] R. P. Cahn, N. N. Li Séparation science technology.
- [59] O. H. Stephan, E. Weber solvent extraction ion exchange 12(3), (1994) 475.
- [60] A. Elbachiri, A. Hagège, M. Burgard, Journal of membrane science 121, (1996) 159.
- [61] F. Zhar, A. G. Fane, C. Fellet, R. Shofield, Journal of membrane science 75, (1992) 69.
- [62] I. D. Nighiem, P. Mornane, I. D. Potter, J. M. Perera, R. W. Cattaliet, S. D. Kolev, Chemical structure of plasticizers commonly used in PIMS, Journal of Membrane science, Rev 281 (2006) 7.
- [63] D. Begriche, Elaboration de membranes d'affinité pour la récupération du chrome hexavalent, Thèse de Magister, Université Mouloud Mammeride Tizi-Ouzou, (2011).
- [64] Z. Ykene, Transport facilité des cations Zn^{+2} et Cd^{+2} à travers une membrane liquide suooortées (MLS) et une membrane polymère plastifiée (MPP), Thèse de Magister, Université Mouloud Mammeri De Tizi-Ouzou, (2011).
- [65] J. M. Lehn, La chimie supramoléculaire, concepts et perspectives, De Boeck Université, (1997).
- [66] A. Faure, Structure et dynamique des phases organisées de di-(2-éthylhexyl) phosphate de sodium, Thèse doctorat en sciences, Université de Nancy I, France, (1987).
- [67] L. Rodehuser, P. R. Rubini, K. Bokolo, N. Laakel, J. Delpuech, Solvent Extr Ion Exc, 10, (1992), 559-577.
- [68] H. F. Abd El-Halim, M. Mohamed Omar, M. Genidy, M. A. E. E. Sayed, Spectroscopic and biological activity studies on tridentate Schiff base ligands and their transition metal complexes, European Journal of Chemistry, 2 (2011) 178-188.
- [69] M. Sugiura, M. Kikkawa, S. Urita, Effect of plasticizer on carrier-mediated transport of zinc ions through cellulose triacetate membrane, Sep. Sci. Technol, 22, (1987) 2263-2268.
- [70] M. Sugiura, Effect of quaternary ammonium salts on carrier-mediated transport of lanthanide ions through cellulose triacetate membrane, Sep. Sci. Technol, 28, (1993) 1153-1463.

Références Bibliographiques

- [71] A. K. Gustavsson- Emil Schuler, Solar photocatalytic degradation of rhodamine B by TiO₂ nanoparticle composites.
- [72] J. Shi, I. Chen, Determination of rhodamine B in lipsticks by high performance liquid chromatography after extraction with AOT reversed micelles. *Analytical methods*, 6: P. 8627, (2014).
- [73] H. Sebei, Etude des interactions de polluants minéraux et organiques avec des matrices phosphocalciques, Thèse de doctorat, Université de Toulouse, (2013)
- [74] K. Helttunen, al, Interaction of aminomethylated resorcinarenes with rhodamine B, *New Journal of chemistry*, 33(5): p. 1148, (2009).
- [75] K. Boussu, Influence of membrane characteristics on flux decline and retention in nanofiltration, Université Leuven, Belgium, (2007).

Résumé

L'objectif de notre travail est la récupération de la rhodamine B par une membrane à inclusion à base de PVC/D2EHPA.

Dans notre travail, nous avons étudié le procédé d'adsorption et la régénération du colorant (rhodamine B) par des membranes polymères à inclusion à base de PVC/D2EHPA à différents rapports à savoir 1/0,5, 1/0,75 et 1/1. Ces membranes ont été caractérisées par la mesure de l'angle de contact, de leur épaisseur et leur efficacité à l'adsorption de la rhodamine B. Dans la régénération on a toujours une membrane qui prend une couleur rose, qui signifie que l'adsorption chimique sur la membrane.

A la fin de ce travail nous avons appliquée la méthode des plans d'expérience en utilisant un plan factoriel complet pour l'étude et l'optimisation des effets des différents paramètres sur l'adsorption et la régénération à savoir la concentration de la rhodamine, la concentration de HCl, la concentration de l'extractant D2EHPA et la masse de la membrane. Et les conditions optimales obtenues dans l'adsorption sont : la concentration de colorant 50ppm, la concentration d'extractant D2EHPA 1/0,5 et la masse de la membrane 0,5 g, et la régénération doit être la concentration de HCl 2M, la concentration de l'extractant D2EHPA et la masse de la membrane 0,1 g.

Mots clés : Membrane polymère à inclusion, PVC, D2EHPA, adsorption, rhodamine B.