

République algérienne démocratique et populaire

وزارة التعليم العالي والبحث العلمي

Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique

جامعة عين تموشنت بلحاج بوشعيب

Université– Ain Temouchent- Belhadj Bouchaib

Faculté des Sciences et de Technologie

Département de Science de la Matière



Projet de Fin d'Etudes

Pour l'obtention du diplôme de Master en :

Domaine : SM

Filière : Chimie

Spécialité : Chimie Macromoléculaire

Thème

Synthèse, caractérisation et application des composites à base de chitosane et diatomite algérienne.

Présenté Par :

1) Melle Saadi Yamina

2) Melle. Sahraoui Zineb Chahinez

Devant le jury composé de :

Dr Mekhissi Khaled

M C AUAT.B.B (Ain Temouchent) Président

Dr Younes Kawther M C B

UAT.B.B (Ain Temouchent) Examineur

Pr. Bachir Cherifa

Pr UAT.B.B (Ain Temouchent) Encadrant

Année Universitaire : 2020/2021

Remerciements

Ce travail a été réalisé au laboratoire de Chimie Appliquée LAC à l'UAT.B.B.

Avant tout je dois remercier Dieu le tout puissant qui m'a permis de mener à terminer ce travail;

Nous tenons, à remercier **Mme. BACHIR Cherifa**, Professeur à l'Université Belhadj Bouchaib Ain Témouchent pour le grand honneur que vous nous avez fait d'accepter l'encadrement de ce travail. Votre encadrement a toujours suscité notre profond respect. Nous vous remercions pour votre accueil et vos conseils.

Nous exprimons notre parfaite gratitude à **Melle. DEHRAOUI FATIHA**, Enseignante-Vacataire à l'UAT.B.B, qui nous a accompagné dans notre recherche, nous vous remercions pour votre gentillesse, votre aide précieuse, votre patience et vos précieux conseils.

Nous remercions très chaleureusement **MrMekhissi Khaled**, Maître de Conférences à l'UAT.B.B qui nous a fait l'honneur de présider le jury de ce mémoire.

Nos vifs remerciements à **Mme Younes Kawther**, Maître de conférences à l'UAT.B.B, qui nous a fait également l'honneur d'examiner notre travail.

Nous adressons nos sincères remerciements à l'équipe de laboratoire de chimie à l'UAT.B.B, pour l'aide précieuse lors de la réalisation de ce travail;

Nous exprimons notre gratitude aux doctorantes Benaouda Soumia et Draïl kram → un grand merci pour leur aide précieuse,

Je voudrais également remercier tout particulièrement mes parentes pour leur soutien et leurs encouragements durant ces années de formation qu'ils trouvent ici toute notre affection et gratitude

Dédicace

Je dédie ce mémoire :

*A mes très chers parents qui me sont les plus chers au
Monde, que j'aime et que j'adore, pour leurs amour, leurs*

Soutiens et leurs encouragements

A mon adorable sœur : FATIMA

A mes frères : YOUNES, ABD ELHAK, SIDAHMED

*A mon très chère amie et binôme YAMINA pour son soutien lors de
la réalisation de ce travail*

A tous ceux qui me sont chers...

*A tous mes professeurs : Leur générosité et leur soutien m'oblige de leurs témoigner mon
profond respect et ma considération.*

A ma très chère amie : WAFAA

*A toutes mes amies : YAMINA, FATNA, KAOUTAR, CHAMA sans oublier mon binôme que
j'aime YAMINA.*

Ils vont trouver ici le témoignage d'une fidélité et d'une amitié Infinie.

ZINEB

Dédicace

Que ce travail témoigne de mes respects :

A mon exemple éternel, mon soutien moral et source de joie et de bonheur, celui qui s'est toujours sacrifié pour me voir réussir, que Dieu te protège, à toi mon père.

A la lumière de mes jours, la source de mes efforts, la flamme de mon Cœur, ma vie et mon bonheur, maman que j'adore.

Aux personnes dont j'ai bien aimé la présence dans ce jour,

A ma sœur Fatima ma plus chère au monde que j'aime

Énormément.

A la famille Saadi. Ils vont trouver ici l'expression de mes sentiments de respect et de reconnaissance pour le soutien qu'ils n'ont cessé de me porter.

A mes cousins et cousines. Meilleurs vœux de succès dans vos études.

A tous mes professeurs : Leur générosité et leur soutien m'obligent de leur témoigner mon profond respect et ma considération.

A ma très chère amie : FATIMA

A toutes mes amies : FATNA, ZINEB, KAOUTAR, CHAIMA sans oublier mon binôme que j'aime ZINEB

YAMINA

Table des matières

Liste des abréviations	I
Liste des figures	II
Liste des tableaux	III
Résumé	IV
Abstract	IV
المخلص	IV
Introduction générale	1

Chapitre I : Etude bibliographique

I.1. Introduction.....	4
I.2.Généralités sur les bios polymères	4
I.2. 1.Classification des polymères bio polymères	5
I.2. 2.Propriétés et applications des bios polymères	6
I.3.Chitosane.....	7
I.3.1. Historique.....	7
I.3.2. Définition et structure.....	7
I.3.3. Source	7
I.3.4.propriétés.....	8
a. Degré de des acétylation.....	8
b. Poids moléculaires	8
c. Flexibilité	8
d. viscosité	9
e. Cristallinité.....	9
f. Solubilité	9
I.3.5. Application	10
I.4.Diatomite.....	11
I.4.1. Définition	11

I.4.2.source	11
I.4.3.structure	12
I.4.4. Diatomite de SIG	13
I.4.5. Applications de diatomite	13
I.5. matériaux composites.....	14
I.5.1.généralités sur les matériaux composites.....	15
I.5.2.définition	15
I.5.3.structure	15
I.5.4. Propriétés	16
I.5.5. Classification des matériaux composites	17
I.5.5.1. Classification des matériaux composites suivant la forme des constituants	17
I.5.5.2.Classification des matériaux composites suivant la nature des constituants.....	17
I .5.6. Applications	18
I .6. Composites à base de chitosane et à base de diatomite.....	19
I.8. Généralités sur le phénomène d'adsorption	21
I.8.1. Définition d'adsorption	21
I.8.2 Types d'adsorption.....	21
I.8.2.1. Adsorption physique ou physisorption.....	21
I.8.2.2. Adsorption chimique ou chimisorption.....	21
I.8.3. Facteurs influençant l'adsorption.....	22
Références bibliographiques	23

Chapitre II : Méthodes et Matériels

II. 1. Introduction.....	27
II. 2. Méthodes.....	27

II. 2. 1. Analyse chimique par fluorescence X.....	27
II. 2. 2. Diffraction de Rayons X (DRX).....	27
II. 2. 3. Spectroscopie Infra. Rouge a transformée de Fourier.....	28
II. 3. Matériaux	28
II. 4. Diatomite	30
II.4.1.1.Composition chimique.....	30
II. 4.1.2. DRX.....	31
II. 4. 1. 3.Spectroscopie IRTF	32
II. 4. 2. Chitosane.....	33
II.4.2.1.DRX.....	33
II. 4.2.2.IRTF	34
Références bibliographiques.....	35

Chapitre III:

Synthèse, caractérisation et application du composite

III.1. Introduction.....	36
III.2. Synthèse.....	36
III.3. Caractérisations.....	37
III.3. 1. DRX	37
III.3. 2.Spectroscopie IRTF.....	38
III.4. Adsorption de l'orange de méthyle.....	40
III.4.1. Orange de méthyle.....	40
III.4.2.Adsorbant	40
III.4.3. Matériels et méthodologie.....	41
III.4.4.Détermination de λ_{\max}	42
III.4.5. Vérification de la loi de Beer-Lambert	43
III.4.6. Effet de pH.....	44

III.4.7. Effet de temps	45
Références bibliographiques	46
Conclusion générale	47

Liste des abréviations

PHA : Polyhydroxyalcanoate

CN : Chitosane

DIS : Diatomite de Sig

DD : Degré de désacétylation

PLA : Acide polylactique

MO : Orange de méthyle

MB : Bleu de méthylène

PAA-D : Polyacrylamide/ diatomite

HCl: Acide chlorhydrique

PAA-D : Composite Polyacrylamide/diatomite

Dis : Diatomite

DIS-CN : Diatomite-chitosane

DRX: Diffraction de rayon X

Spectroscopie IRTF : Spectroscopie Infra Rouge a Transformé de Fourier

Liste des figures

Figure I.1: Grandes familles des bios polymères

Figure I.2 : Structure du chitosane

Figure I.3 : Diatomite

Figure I.4 : Structure de la surface de la diatomite.

Figure I.5 : Schéma de classification des matériaux composites.

Figure II. 1 : Diatomite de SIG (DIS)

Figure II.2 : Chitosane

Figure II.3. : Spectre DRX de la diatomite brute (DIS)

Figure II. 4 : Spectre IR de la diatomite brute.

Figure II.5 : Diffractogramme de rayons X du chitosane

Figure II.6 : Spectre IRTF du chitosane

Figure III.1 : Organigramme de la synthèse du composite diatomite-chitosane

Figure III. 2 : Diffractogramme DRX de chitosane, diatomite et composite

Figure III.3 : Spectre IRTF de DIS, chitosane et composite

Figure III.4 : Structure d'orange de méthyle

Figure III.5 : Spectre visible de MO

Figure III.6 : Courbe d'étalonnage d'orange de méthyle (MO)

Figure III.7 : Effet du pH sur l'adsorption de MO sur le composite.

Figure III.8 : Effet du temps de contact sur l'adsorption de MO sur le composite

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Propriétés spécifiques et applications de quelques bios polymères

Tableau I.2 : Applications et propriétés des chitosanes

Tableau I.3: Composition chimique (Pourcentage massique (%) en oxyde) et principales caractéristiques de la diatomite de SIG.

Tableau I.4 : les applications de la diatomite.

Tableau II.1 : Composition chimique de la diatomite brute

Résumé

L'objectif principal de ce mémoire est de synthétiser un composite à base de chitosane et diatomite et de tester son performance pour l'adsorption d'un polluant organique : le colorant orange de méthyle. Afin de déterminer les propriétés structurales le composite synthétisé et naturels ont été caractérisés par différentes techniques de caractérisations à savoir la DRX et la spectroscopie FTIR. Les résultats obtenus montrent l'obtention d'un nouveau composite suite aux fortes interactions chitosane-diatomite. Ainsi, les résultats préliminaires portés sur l'adsorption du OM montrent que le composite obtenu présente un pouvoir adsorbant dans des conditions bien déterminées.

Abstract

This work focuses on the synthesis of a composite based on chitosan and diatomite materials and to test its performance towards the adsorption of methyl orange dye. The structural properties of the synthesized composite and natural materials were characterized by different characterization techniques namely X Ray Diffraction and FTIR spectroscopy.

The results confirmed the formation of new composite, with interesting structural properties as well as a good adsorbent behavior under well-defined conditions.

المخلص

الهدف الرئيسي من هذه الأطروحة هو تصنيع مركب يعتمد على الشيتوزان الدياتوميت واختبار أدائه لامتصاص ملوث عضوي: صبغة برتقالية الميثيل. من أجل تحديد الخصائص الهيكلية للمركب الطبيعي وتم تمييز تقنيات التوصيف المختلفة وهي DRX و FTIR الطيفي. تظهر النتائج التي تم الحصول عليها الحصول على مركب جديد بعد التفاعلات القوية بين الشيتوزان الدياتوميت. وبالتالي ، فإن النتائج الأولية المتعلقة بامتصاص OM تُظهر أن المركب الذي تم الحصول عليه يُظهر قوة امتصاص في ظل ظروف محددة جيداً.

Introduction générale

L'utilisation croissante des matières plastiques représente un facteur principal de la pollution de l'environnement. Deux problèmes majeurs se manifestent par la présence de ces matériaux premièrement, ces derniers se dégradent à peine dans les décharges (long temps de vie) et deuxièmement leur accumulation continue diminue l'espace dans les décharges [1].

A titre d'exemple, les polymères non biodégradables issus de la pétrochimie, tels que le polyéthylène (PE), le polypropylène (PP), le polystyrène (PS), le polychlorure de vinyle (PVC) et le polyéthylène téréphtalate (PET), présentent un impact négatif sur l'environnement en raison de leur accumulation croissante dans les décharges.

La non-réutilisation et la non-biodégradabilité des matériaux plastiques ont été les raisons principales pour développer des matériaux alternatifs à base de ressources naturelles [2, 3].

Par conséquent, protéger l'environnement en développant des matériaux biodégradables tels que les bio polymères est devenu un sujet principal pour de nouvelles investigations.

Dans ce contexte, le travail de ce mémoire porte sur la synthèse et la caractérisation d'un composite à base d'un bio polymère le chitosane renforcé par un matériau inorganique : la diatomite. Ce choix offre de nouvelles possibilités grâce à la grande abondance de ce type de matériaux en Algérie. L'originalité de notre travail c'est d'utiliser la diatomite naturelle issue du gisement de SIG de l'ouest algérien pour le combiner avec le chitosane.

Les eaux de rejet d'industrie textile se trouvent fortement concentrées en colorant, produit toxique et cancérigène. Parmi toutes les méthodes de décontamination, les procédés d'adsorption sont l'une des techniques les plus répandues. Parmi les matériaux les plus utilisés dans la littérature, comme adsorbant de polluant la diatomite et le chitosane. L'ajout de la diatomite a pour but de réduire le coût du chitosane. C'est pour cela qu'un autre axe de nos recherches est l'application et la valorisation du composite obtenu dans l'adsorption de l'orange de méthyle.

Ce mémoire est présenté en trois principaux chapitres :

Le premier chapitre présente une étude bibliographique sur les bio polymères en général et le chitosane en particulier, la diatomite, les matériaux composites et en dernier lieu sur les notions générales de l'adsorption.

Le deuxième chapitre porte sur les diverses techniques de caractérisations et les matériaux de départ utilisés lors de ce travail.

Le troisième chapitre est consacré à la description du protocole expérimental utilisé pour la synthèse du composite chitosane-diatomite suivi des caractérisations de ce dernier par diffraction de rayons X DRX et spectroscopie IRTF. Ce chapitre sera terminé par une application du matériau composite sur l'adsorption de l'orange de méthyle.

Enfin, on termine par une conclusion générale résumant les principaux résultats obtenus au cours de ce travail ainsi que des perspectives futures.

References bibliographiques

- [1] I. Olabarrieta, D. Forsström, U. W. Gedde, and M. S. Hedenqvist, “Transport properties of chitosan and whey blended with poly (ϵ -caprolactone) assessed by standard permeability measurements and microcalorimetry,” *Polymer (Guildf)*, vol. 42, no. 9,(2001); p. 4401–4408.
- [2] C. N. Cutter, “Opportunities for bio-based packaging technologies to improve the quality and safety of fresh and further processed muscle foods,” *Meat Sci.*, vol. 74, no. 1,(2006) , p. 131–142.
- [3]F. Sébastien, G. Stéphane, A. Copinet, and V. Coma, “Novel biodegradable films made from chitosan and poly (lactic acid) with antifungal properties against mycotoxinogen strains,” *Carbohydr.Polym.* vol. 65, no. 2, (2006) ,p. 185–193.

Chapitre I

Étude bibliographique

I.1. Introduction

Les Bio polymères est un terme utilisé pour les polymères qui sont synthétisés par des organismes vivants ; ils proviennent de sources naturelles comme : l'amidon, cellulose et les alginate, sont biologiquement renouvelables et biodégradables.

La chitine et son principal dérivé le chitosane ont reçu une attention considérable, en tant que bio polymères, en raison de leurs nombreuses applications potentielles dans l'agriculture, l'industrie alimentaire, la médecine, la fabrication du papier, l'industrie textile et les traitements des eaux. Cet intérêt est dû à leurs nombreuses propriétés physico-chimiques et biologiques.

La diatomite, quant à elle, est une roche formée essentiellement par l'accumulation de frustules de diatomées constitués d'opales. Dans ce chapitre, une étude bibliographique portée principalement sur le chitosane, la diatomite et les composites à base de ces deux sources naturelles.

I.2. Généralités sur les bios polymères

Les bios polymères sont des polymères issus exclusivement d'organismes vivants tels que les polysaccharides (cellulose, amidon, chitine, chitosane, etc.), les protéines (gélatine, gluten, etc.), les bactéries (poly β -hydroxy butyrate, acide polylactique, etc.), les composés lipidiques (cires, acides gras, etc.) ou de polymères synthétisés à partir de ressources renouvelables et fossiles tels que: les polyesters aliphatiques (polycaprolactone), les copolyesters aliphatiques et de copolyesters aromatiques (poly butylène adipate téréphtalate)[1]. Ces polymères connaissent depuis quelques années un réel essor du fait de leurs origines biologiques et surtout de leur caractère biodégradable. Leurs utilisations offrent donc des applications intéressantes aussi bien dans le traitement des eaux usées par les métaux lourds, dans le domaine de l'emballage sous forme des films et dans le domaine cosmétique, biomédical et pharmaceutique [1].

I.2.1. Classification des bios polymères

Les bio polymères sont constitués des espèces morts ou vivants tels que les bactéries, les algues, les champignons, etc. Ils sont également constitués en grande partie par les polysaccharides comme le chitosane [2].

Les bios polymères sont composés en deux familles :

a. Bio polymères d'origine biologique

Ils peuvent être classés en trois familles :

- Les polymères issus directement des ressources végétales et animales comme les Polysaccharides, les protéines et les poly nucléotides.
- Les polymères issus d'origine bactérienne comme les Polyhydroxyalcanoate (PHA).
- Les polymères obtenus indirectement par polymérisation de monomères eux-mêmes issus de ressources végétales comme l'acide lactique, résultant de la fermentation de sucres ou encore des composés monomères réactifs dérivés d'huiles végétales (**figure I.1**) [3].

b. Bio polymères synthétiques

Ils ont obtenu par voie fermentaire, on les appelle bio polymères synthétiques ou chimio synthétiques en raison de leur mode de fabrication. En effet, celui-ci consiste en une polycondensation (chauffage) de monomères naturels ou identiques aux naturels. Le plus connu est le PLA (Poly Acide Lactique) [3].

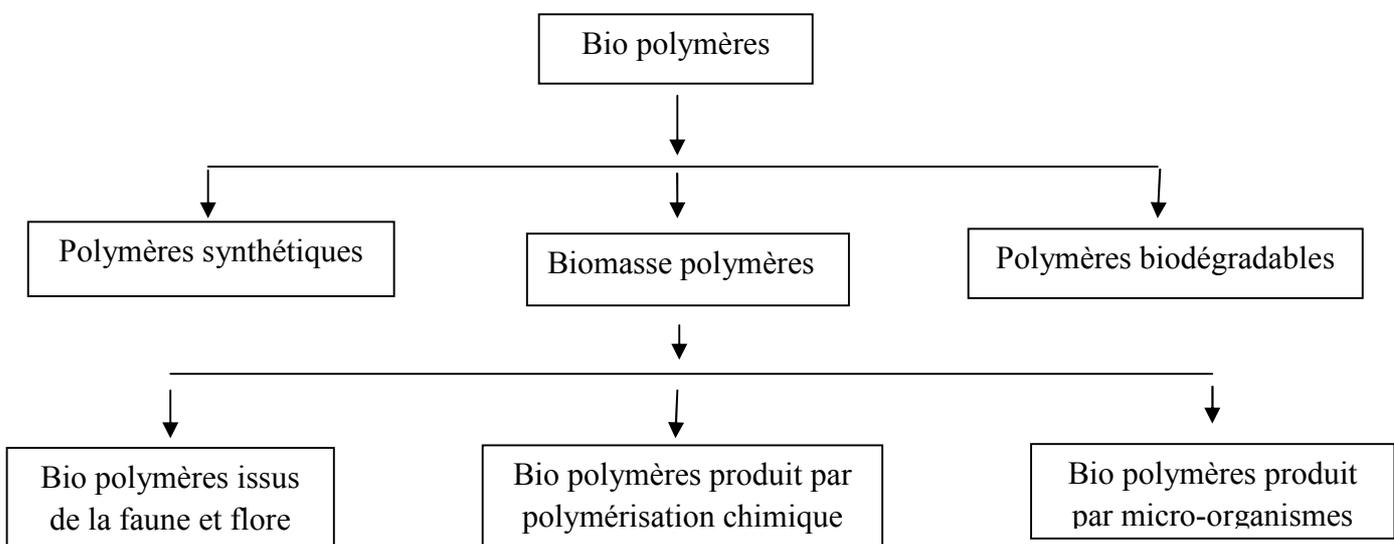


Figure I.1: Grandes familles des bios polymères [4]

I.2.2. Propriétés et applications des bios polymères

Grace à leur structure chimique, les bios polymères présentent des propriétés particulières et intéressantes utilisés dans des domaines très variés tels que l'emballage, l'agriculture, la construction, l'automobile, l'électronique et le textile. Ils sont également employés pour des applications à forte valeur ajoutée dans le domaine médical (implants vasculaires, fils de suture, vis et broches, ligaments artificiels...) [3].

Tableau I.1 : Propriétés spécifiques et applications de quelques bios polymères [3].

Bio polymères	Propriétés particulière	Application ciblée
Polymère à base d'amidon	Antistatique, toucher naturel	Emballages, sacs, films de paillage
Polymère à base de cellulose	Transparences, antistatiques	Fibres, épaississant
Polymère à base de protéine	Perméabilité	Emballages alimentaires
Polymère de synthèse	Anti condensation, brillances, antibactériennes	Emballages, fibres textiles
Polyester bactérien	Piézoélectriques, anti oxydantes, insolubilité, dans l'eau.	Médicale

I.3. Chitosane

I.3.1. Historique

En 1811, le Pr. Henri Braconnot, Directeur du jardin biologique à Nancy (France) a isolé une substance fibreuse d'un certain type de champignon. Une décennie plus tard, en 1823, la même substance a été trouvée dans certains insectes (coléoptère) et a été ensuite nommée chitine (provient du mot grec "kitos" qui signifie l'enveloppe). En 1859, le Pr. C.Rouget a soumis la chitine à un traitement alcalin et a observé les différentes solubilités de la chitine. La substance, résultat du traitement alcalin, a pu être dissoute dans les acides. C'est en 1894 que cette substance a été nommée chitosane par Hoppe-Seyler [5]. Entre 1930 et 1940, ces bios polymères (la chitine et le chitosane) ont suscité beaucoup d'intérêt dans le monde oriental, principalement pour l'application dans le domaine médical et la purification de l'eau. Et depuis 1970, La production industrielle et l'utilisation de ces deux bios polymères sont en constante augmentation puisque qu'ils se trouvent abondamment dans la nature et sont des ressources renouvelables. Actuellement, la production de la chitine et du chitosane à partir des carapaces de crabes et de crevettes, est économiquement rentable [6].

I.3.2. Définition et structure

Le chitosane est un polysaccharide linéaire formé d'unités D-glucosamine liées entre elles par des liens glycosidiques et de N-acétyle-D-glucosamine (**figure I .2**)

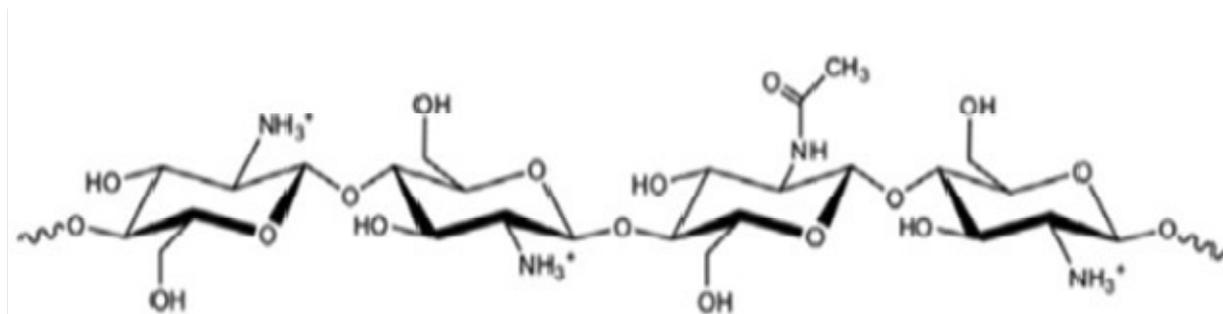


Figure I.2 : Structure du chitosane

I.3.3. Source

Le chitosane est dérivé de la chitine, le deuxième composant très abondant dans la nature après la cellulose. Elle est la composante principale d'exosquelette des arthropodes (crustacés) ou de l'endosquelette ou de l'endosquelette des céphalopodes (calamards,), des cuticules des insectes. Ce polymère se trouve également dans la paroi de la plupart des champignons et dans certaines algues chlorophycées, levures et bactéries [7-9].

I.3.4. Propriétés

a. Degré de désacétylation

Le degré de désacétylation (DD) représente la proportion d'unités amine-D-glucosamine par rapport au nombre totale d'unités glycosidiques[10]. Les facteurs qui influent sur ce paramètre structural : le prétraitement, la taille des particules et la densité de la chitine. Le DD peut être obtenu par titration volumétrique par des méthodes spectroscopiques comme : IR, UV, ou RMN.

Le degré de désacétylation (DD) est l'une des propriétés les plus importantes du chitosane. Il influe sur les propriétés des chaînes macromoléculaires des polymères et leur comportement en solution comme la solubilité du chitosane, la flexibilité des chaînes macromoléculaires, la conformation du polymère et par conséquent la viscosité des solutions [11].

b. Poids moléculaire

Poids moléculaire du chitosane dépend des conditions de désacétylation, ce poids moléculaire peut varier aussi avec la source du matériel brut ainsi que de sa méthode de préparation, et peut être déterminé par des méthodes telles que la chromatographie[12] et la viscosimétrie[13].

En général, les hautes températures, l'oxygène dissout, et les conditions drastiques influent la dégradation de chitosane induisant la diminution de son poids moléculaire[14].

c. Flexibilité

La flexibilité varie avec le degré de désacétylation, ainsi le chitosane est un copolymère linéaire cationique, et flexible quand le DD est égal à 85%, les chaînes de chitosane sont flexibles en raison de la charge répulsive de ses molécules seulement pour des pH supérieurs à 3 [15].

d. Viscosité

La viscosité du chitosane dépend du degré de désacétylation de ce polymère. Plus il est désacétylé, plus il y a de groupements amines libres, le chitosane est donc plus soluble et par conséquent sa viscosité est plus importante [16]. La viscosité dépend également : de la concentration du polymère (elle augmente avec la concentration), de la température (elle chute lorsque la température augmente) [17], du poids moléculaire (la viscosité intrinsèque augmente en fonction de l'augmentation du poids moléculaire), et enfin du pH (plus il est bas plus la viscosité est élevée). Ce paramètre est déterminé par viscosimètre.

e. Cristallinité

La cristallinité est un paramètre important car elle contrôle un certain nombre de propriétés comme l'accessibilité des sites internes dans les chaînes macromoléculaires, les propriétés de gonflement dans l'eau ou encore les propriétés diffusionnelles. La cristallinité est, en général, déterminée par des mesures de diffraction de rayons X. Le chitosane est généralement une substance semi-cristalline. Il se cristallise dans le système orthorhombique et deux types de produits sont connus : le chitosane I (faible DD, sous forme de sel) est plus désordonné que le chitosane II (fort DD, forme amine libre) [11].

f. Solubilité

En général, la solubilité du chitosane dépend de la valeur de DD, de la force ionique, du pH, de la nature de l'acide utilisé et de la distribution des groupes acétyles le long de la chaîne macromoléculaire. Il est soluble dans les acides dilués grâce à la Protonation de ses fonctions amines. Plus le milieu est acide, plus les groupements amines sont protonés, et cela favorise donc la solubilité de chitosane. Ce dernier est, en effet, insoluble dans l'eau et dans les solutions alcalines concentrées ou diluées. Il est également insoluble dans les solvants purs et les acides concentrés, en raison de l'impossibilité d'hydrater le matériau. L'acide le plus utilisé pour préparer une solution de chitosane est l'acide acétique dilué [11].

I.3.5. Applications générales du chitosane

La nature et le nombre d'unités glycosidiques confèrent à la chitine et au chitosane des propriétés filmogènes. En outre, ces films présentent une perméabilité importante. Le chitosane est biocompatible, biodégradable et non toxique. Il trouve donc des applications dans plusieurs domaines (agriculture, santé...) en mettant à profit ses diverses propriétés spécifiques. Son utilisation dans les secteurs économiquement porteurs comme les industries alimentaires, cosmétiques, pharmaceutiques ou agricoles a fait l'objet de nombreux brevets. Le Tableau I.2 représente une description des applications recensées du chitosane [18, 19, 20, 21].

Tableau I.2 : Applications et propriétés des chitosanes

Domaine d'application	Applications	Propriétés
Traitement de l'eau.	Fixation des métaux lourds très faibles quantités	Propriétés coagulantes et le pouvoir chélatant.
Industrie agro-alimentaire.	Restructuration des purées de fruits de légumes ou de viande	Formation de film, épaississant et activité antifongique
Pharmacie.	Encapsulation de médicaments matériel.	Matériel absorbable avec possibilité de contrôle de libération de principes actifs (enzyme, médicament)
Cosmétologie.	Crème, shampooing, démêlant	Régénération cellulaire, rétention de l'humidité, anti-électrostatique
Photographie Résistance à l'abrasion	Film	Résistance à l'abrasion

I.4. Diatomite

I.4.1. Définition

La diatomite est une roche siliceuse très légère (**Figure I.3**), très poreuse (50 à 70%) d'eau dont la couleur claire à l'affleurement varie du gris clair au bleu vert voir au blanc, en fonction des altérations, des impuretés (matières organiques, argiles...), et des degrés d'humidité. Cette roche tendre et très faiblement consolidée [22, 23].

Il existe plusieurs synonymes pour désigner cette roche, le kieselguhr, bien sûr mais aussi tripoli, farine fossile, blanc d'Espagne, terre d'infusoires et la terre diatomée [24].



Figure I.3. Diatomite

I.4.2. Source

Les terres à diatomées sont des roches légères de couleur blanche, grise verdâtre ou jaunâtre, résultat de l'accumulation au fil du temps, sur les fonds marins ou lacustres de carapaces de diatomées. Leur « squelette » constitué de silice hydratée, ressemble à une carapace d'oursin percée d'alvéoles et de canules. Leur dépôt au cours des âges a donné naissance à une roche sédimentaire. La diatomite, appelée également kieselguhr ou randonite. Elle est aujourd'hui exploitée en carrières à ciel ouvert. Elle est principalement composée de silice amorphe non cristalline [25].

I.4.3. Structure

Les propriétés importantes des diatomites sont liées à leur structure physique qui forme un agrégat de fines particules perforées suivant un motif régulier de petits pores. En raison de cette porosité qui lui octroie une forte perméabilité. La diatomite présente une structure physique complexe, finement divisée du fait de la juxtaposition des frustules de diatomées qui sont de très petite dimension (10 à 150 μm le plus souvent) et de forme variée et irrégulière. Cette structure varie en fonction des espèces et des types de diatomées. La terre de diatomées est constituée principalement de silice présente soit sous la forme d'un pont siloxane Si-O-Si compris dans la structure squelettique de la terre de diatomées, soit sous forme de groupes de silanol Si-OH situés à la surface du matériau (**Figure I.4**) [26, 27].

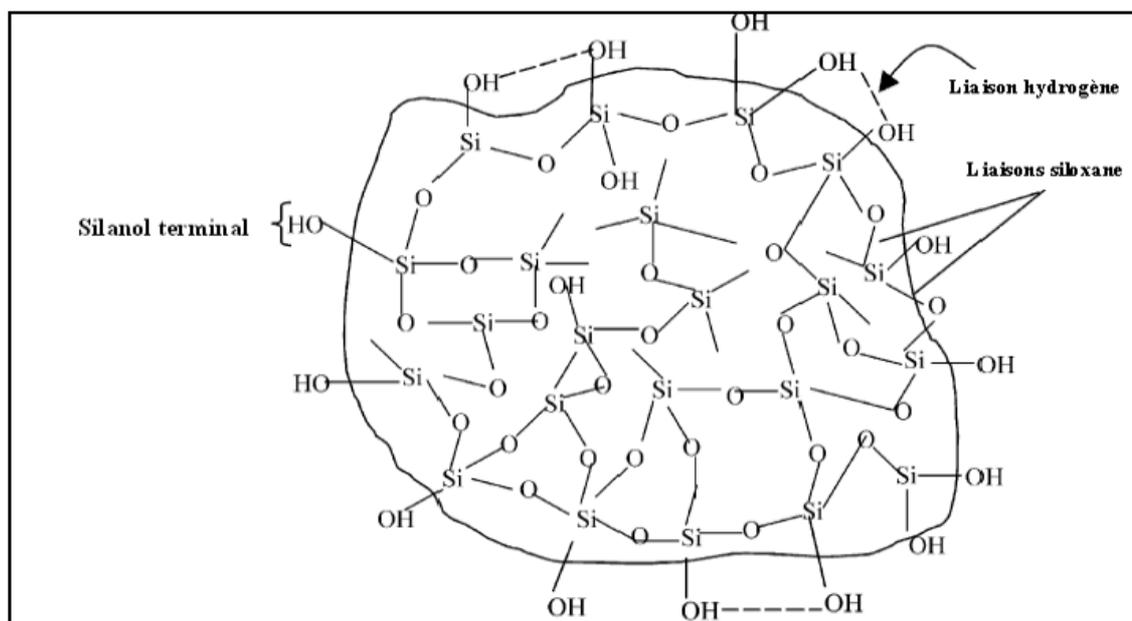


Figure I.4 : Structure de la surface de la diatomite [28]

I.4.4. Diatomite de SIG

La diatomite utilisée dans ce travail est celle de la région de Sig de l'ouest algérien. La formation diatomique de la région de SIG a été subdivisée en tris lithologiques caractérisées par différentes types d'alternances sédimentaires. Les composantes lithologiques majeures sont les diatomites, les marnes et les calcaires. Elle comporte une fraction terrigène (argile, quartz, feldspaths) et une fraction carbonate (calcite, dolomite) toujours importantes qui peut atteindre parfois 80% de la totalité du sédiment [29]. Le tableau I.3 regroupe les propriétés caractéristiques de la diatomite de Sig.

Tableau I.3: Composition chimique (Pourcentage massique (%) en oxyde) et principales caractéristiques de la diatomite de SIG [30].

SiO ₂	65 à 75%
CAO	8,3à 19%
MGO	0,3à1, 6%
Fe ₂ O ₃	0,5 à1, 7%
Na ₂ O	0,6 à1, 2%
Al ₂ O	1,8 à5 %
K ₂ O	0,4 à 5%
TiO ₂	0,03 à 0,45 %
PH de diatomite brute	7,9
Densité	0,300 à 0,360 g/cm ³
Diamètre des pores (A°)	200 à 2000
Porosité total (VP/VT*100)	72-80 %
Conductivité thermique	0,05-0 ,10W m ⁻¹ k ⁻¹
Masse volumique (diatomite pure)	200-350kg/m ³

I.4.5. Applications de la diatomite

La diatomite qui est principalement composée d'une grande partie de roche siliceuse, présente une combinaison unique de propriétés physique et chimiques, ce qui la rend :

- ✓ Utilisable pour l'élimination des métaux lourds et des polluants organiques.

- ✓ Utilisable dans nombreuses applications industrielles comme moyen de filtration.
- ✓ La diatomite est utilisée comme adsorbant bon marché pour l'élimination des colorants à cause de leurs propriétés. Le tableau I.4 regroupe les principales utilisations de la diatomite, chaque utilisation étant liée à une certaine propriété physique qui sera utilisée pour une demande dans l'industrie [31].

Tableau I.4 : les applications de la diatomite.

Propriétés physique	Application	Branche industrielle
-Haute porosité	Aide au filtrage	-l'élaboration de produits chimiques -l'industrie du saccharose -l'industrie de l'alcool et les bières -l'industrie pharmaceutique -l'industrie de la purification de l'eau
-Grande superficie	Chargement et additifs	-l'industrie de la peinture -l'industrie des plastiques -l'industrie du caoutchouc -l'industrie du papier -l'industrie des engrais et des insecticides
-Perméabilité	Matériaux d'isolation	-la production d'isolants thermiques.
-Une capacité d'adsorption élevée	Éléments adsorbants	-fabrication et stockage de produits chimiques dangereux tels que l'acide sulfurique, phosphorique et autres -nitroglycérine (Inhibitrice)
-Faible conductivité	Source de silicium	-l'industrie de la fibre de verre.
-faible abrasion	Abrasifs	- les matériaux destinés au polissage des automobiles et des métaux précieux - dentifrices
-Echange d'ions	L'analyse chromatographique	- l'industrie de la chromatographie

I.5. Matériaux composites

I.5.1. Généralités sur les matériaux composites

L'utilisation des matériaux composites implique des choix restreints conditionnés par les caractéristiques des différents éléments du matériau choisi (résines, fibres, additifs, ...) et par le procédé de mise en œuvre. La connaissance de toutes les caractéristiques de la matière première permet, par la combinaison de leurs performances (physiques, chimiques, mécaniques, ...etc.), de définir celles du produit final.

Pour l'étude du comportement d'un matériau composite et pouvoir ainsi établir ces propriétés, il est impératif de connaître son rôle et sa destination selon un cahier des charges pré établi, comment et par quoi le caractériser [32].

I.5.2. Définition

Les matériaux composites, appelés souvent composites, sont des matériaux solides et multiphasiques. Ils sont une combinaison de matériaux de composition ou de formes différentes et sont constitués d'au moins deux matériaux immiscibles aux caractéristiques complémentaires. La zone de contact entre chacun des matériaux constitue l'interface, dont la qualité dépend des caractéristiques mécaniques et physiques du composite [33]

I.5.3. Structure

Un matériau composite se compose d'une matrice et d'un renfort et d'une charge

- La matrice : Constituée d'une ossature qui est généralement une matière plastique (résine thermoplastique ou thermodurcissable). Elle est facilement déformable et assurant la cohésion de la structure.
- Le renfort : C'est une matière ajoutée à la matrice pour améliorer la résistance mécanique à la traction et la rigidité des matériaux composites et se présente sous forme filamenteuse à très hautes caractéristiques mécaniques.
- Les charges : En général, ces charges sont des microbilles ou des particules. Le rôle de la charge est de renforcer et d'améliorer les caractéristiques mécaniques de la résine ; ou diminuer le coût en conservant les performances de la résine [33]

I.5.4. Propriétés

Les propriétés des matériaux composites dépendent de beaucoup de facteurs et sont différentes selon les divers types de matériaux composites. Ces propriétés résultent :

- ❖ De la quantité des matériaux constitutifs ;
- ❖ Des constituants, de la géométrie et de la distribution du renfort ;
- ❖ De leurs interactions, de la nature de l'interface matrice-renfort, etc.

Les principales caractéristiques des pièces fabriquées en matériaux composites sont :

- ❖ Faible masse ;
- ❖ Bonne tenue en fatigue (durée de vie augmentée) ;
- ❖ Absence de corrosion ;
- ❖ Absence de plasticité (leur limite élastique correspond à la limite de rupture)
- ❖ Vieillessement sous l'action de l'humidité et de la chaleur ;
- ❖ Inertie à certains produits chimiques courants (solvants, peinture, huiles, pétroles...) ;
- ❖ Tenue aux impacts et aux chocs très moyenne ;
- ❖ Très forte anisotropie [33]

I.5.5 Classification des matériaux composites

Le classement des matériaux composites est fait suivant la forme et la nature des constituants (figure I.5)

I.5.5.1. Classification des matériaux composites suivant la forme des constituants [34]

I.5.5.1.1 : Composites à particules : le renfort se trouve sous forme de particules.

I.5.5.1.2: Composites à fibres: le renfort se trouve sous forme de fibres, qui à leur tour se divise en :

✓ **Composites à fibres longues** :

Représentés par un ensemble de fibres continues alignées et immergées dans une matrice qui assure leur cohésion.

✓ **Composites à fibres courtes** :

Le renfort se trouve sous forme de fibres discontinues disposées de façon aléatoire non orientée.

✓ **Composites à renfort tissu** :

Un tissu est constitué de fils tissés dans deux directions perpendiculaires, qui sont la direction de chaîne (associée à la direction longitudinale de la couche composite) et la direction de

trame (associée à la direction transversale de la couche composite). Les tissus diffèrent par le type de fils utilisés et par le mode d'entrecroisement des fils de chaîne et de trame. [34]

I.5.5.2. Classification des matériaux composites suivant la nature des constituants :

En se référant à la matrice, on trouve des matériaux composites à :

- ❖ Matrice organique
- ❖ Matrice métallique
- ❖ Matrice de carbone
- ❖ Matrice céramique

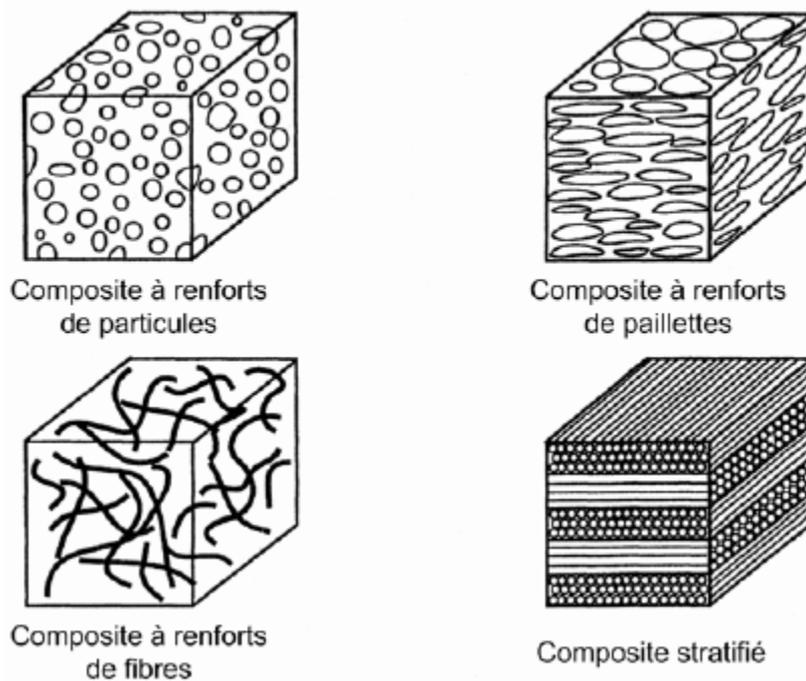


Figure I.5 : Schéma de classification des matériaux composites [34]

I .5.6. Applications

L'intérêt des matériaux composites réside dans leur anisotropie aisément contrôlable par le concepteur qui peut ainsi ajuster la rigidité et la résistance en fonction des sollicitations extérieures. Ainsi l'avantage des matériaux composites est de pouvoir être optimisé pour chaque application : on peut placer le renfort exactement où il est nécessaire. Cette optimisation résulte en une grande performance de ces matériaux, qui sont souvent de loin les plus légers pour une résistance mécanique spécifiée. Cependant ils restent très chers à fabriquer d'où leurs domaines d'application :

- Electricité et électronique ;
- Bâtiment et travaux public ;
- Transports routiers, ferroviaires, maritimes, aériens et spatiaux (notamment militaire) ;
- Santé (instrumentation médicale) ;
- Sports et loisirs (skis, raquette de tennis, planche à voile, surf, club de golf,...) construction navale.... Ainsi, on note que les matériaux composites sont surtout utilisés pour des applications où une haute performance est recherchée et où le prix n'est pas le facteur primordial [32]

I .6. Composites à base de chitosane et à base de diatomite

Plusieurs travaux de recherches ont porté sur la synthèse des composites à base de diatomite ou à base de chitosane, dans le but d'améliorer leurs propriétés et/ou les utiliser dans des applications bien spécifiques ; dans cette partie nous allons citer quelques-uns :

- **Acide polylactique (PLA) / chitosane (CS)**

Le chitosane et le PLA sont généralement mélangés à différents ratios pour préparer des films PLA/CS. Les effets de la composition des mélanges PLA/CS sur la miscibilité, la morphologie et les propriétés thermiques et mécaniques ont été étudiés pour trouver un moyen économique de valoriser l'utilisation du chitosane et améliorer ses propriétés en le mélangeant avec du PLA [35, 36].

Les mélanges PLA/CS présentent une mauvaise adhésion interracial. Ils sont donc sans aucune utilité pratique sans comptabilisation [37, 38]. Dans cette étude, ils ont amélioré la qualité de films biodégradables développés à partir de mélanges de CS et de PLA pour l'emballage alimentaire et promouvoir les propriétés des emballages alimentaires par la présence de CS.

- **Composite charbon actif/diatomite**

Des composites charbons actif /diatomite ont été préparés pour les utiliser dans l'élimination des polluants suivants : le bleu de méthylène (MB), l'orange de méthyle (MO) et le para-nitro-phénol (PNP) en solution aqueuse et des cinétiques de sorption et des isothermes pour MB, MO et PNP ont été réalisées afin de déterminer leur capacité d'adsorption. Les résultats ont montré que : les charges de surface (négatives) et la macroporosité de la diatomite n'ont pas permis l'adsorption de PNP et MO. Cependant, la diatomite modifiée a montré une capacité à éliminer ces polluants, malgré leur nature inorganique dominante. La cinétique de pseudo-second ordre et le modèle de Langmuir décrivent assez bien les données de sorption. L'étude a montré aussi que les matériaux composites peuvent être utilisés comme adsorbants potentiellement efficaces [39].

- **Nano composite carbone/diatomite**

Dans cette étude, ils ont préparé des composites carbone/diatomite et puis l'explorer pour l'élimination du p-crésol d'une solution aqueuse. Les résultats obtenus montrent que : les composites carbone / diatomite présentent une structure poreuse et des surfaces spécifiques modérées (entre 100 et 400 m²/g) en raison de leur forte teneur en minéraux (entre 70 et 90 % en poids). L'adsorption sur les composites carbone / diatomite montrent des capacités d'adsorption similaires à celles des adsorbants conventionnels sur une large gamme de pH. Ces résultats montrent une bonne affinité des molécules de p-crésol envers les composites hybrides inorganiques/organiques et démontrent l'adéquation de ces nouveaux matériaux pour l'élimination des molécules aromatiques (polaires), malgré leur caractère inorganique dominant. [40]

- **Composite Polyacrylamide/diatomite (PAA-D)**

Senol et al, (2019)[41], ont synthétisé un nouvel adsorbant composite avec des structures multifonctionnelles et respectueux de l'environnement à base de diatomite, le composite Polyacrylamide-diatomite (PAA-D) est utilisé comme adsorbant pour l'élimination des ions uranyles dans une solution aqueuse. Des expériences ont été réalisées tels que l'effet du pH de la solution, la concentration initiale, et des cinétiques de sorption afin de déterminer leur capacité d'adsorption.

Les résultats obtenus montrent que :

-L'adsorbant PAA-D est de faible coût, efficace et également performant d'une capacité d'adsorption très élevée ;

- Les données cinétiques ont été mieux interprétées par un modèle de pseudo deuxième ordre pour toutes les concentrations.

- **Composite diatomite / chitosane**

Des composites chitosane/diatomite sont synthétisés par l'incorporation de la diatomite dans le chitosane en solution acide, ces derniers sont utilisés pour l'élimination d'un colorant anionique (le méthyle de l'orange) d'une solution aqueuse. L'étude des paramètres qui influencent l'adsorption tels que l'effet du pH, temps de contact, la cinétique d'adsorption... ont révélé que le composite chitosane/diatomite a également une forte capacité d'absorption et une excellente stabilité.

-L'étude sera utile pour utiliser les nouveaux matériaux synthétisés comme adsorbant à faible coût pour l'élimination du MO des eaux usées.

-L'étude cinétique de la sorption de MO a montré que le modèle de pseudo-second ordre fournit une meilleure corrélation des données de sorption que le modèle de pseudo-premier ordre[42].

I.8. Généralités sur le phénomène d'adsorption

L'adsorption est un phénomène de surface, par lequel des molécules de gaz ou de liquides se fixent sur les surfaces solides des adsorbants. L'adsorption se compose deux types : la chimisorption et la physisorption[43].

On dit généralement « adsorbat » la molécule qui s'adsorbe et « adsorbant » le solide sur lequel s'adsorbe la molécule. L'adsorption joue un rôle majeur dans le comportement des polluants dans les milieux aquatiques. La nature de la surface adsorbante va jouer un rôle essentiel dans ce phénomène [44, 45]

I.8.1. Définition d'adsorption

L'adsorption à l'interface soluté/solide est un phénomène de nature physique ou chimique ; par lequel des molécules présentes dans effluent liquide ou gazeux, se fixent à la surface d'un solide. Elle dépend à la fois de cette interface et des propriétés physico-chimiques de l'adsorbat. Ce phénomène spontané provient de l'existence à la surface du solide de forces non composées, qui sont de nature physique ou chimique.

Ces forces conduisent respectivement à deux types d'adsorption : la chimisorption et la physisorption [46]

I.8.2 Types d'adsorption

I.8.2.1. Adsorption physique ou physisorption

Elle met en jeu des liaisons faibles de type forces de Van der Waals, analogues à celles qui sont impliquées lors de la liquéfaction. Elle se produit bien avant que le gaz n'atteigne une pression égale à sa pression de vapeur saturante, à des températures assez basses et voisines du point d'ébullition de la phase adsorbée. Elle est en général réversible et est favorisée par les basses températures. Ce phénomène est applicable pour les phases liquides[46]

I.8.2.2. Adsorption chimique ou chimisorption

L'adsorption met en jeu des énergies de liaisons importantes. Ce processus s'accompagne d'une profonde modification de la répartition des charges électroniques des molécules adsorbées, les forces mises en jeu sont du même type que celles qui sont impliquées lors de la formation de liaisons chimiques[47]. Elle est souvent irréversible et engendre une couche mono moléculaire[48]

I.8.3. Facteurs influençant l'adsorption

Il existe de nombreux facteurs qui influent l'adsorption dont les plus importants sont [47, 48]:

- La Concentration : Pour les faibles concentrations dissoutes, généralement le taux d'adsorption en fonction de la concentration de substances dissoutes suit différentes lois telle que la loi de Freundlich.
- La Vitesse d'adsorption :

L'adsorption physique en phase liquide est beaucoup moins rapide. La viscosité de la solution doit être un facteur agissant sur la vitesse d'adsorption et il est vraisemblable qu'en diminuant la viscosité par chauffage, on croit la vitesse. C'est une des raisons pour lesquelles on effectue à température élevée la décoloration de solution par les adsorbants solides[47]

- Influence de la température :

Les processus de l'adsorption qui ne se compliquent pas, par des réactions chimiques s'accompagnent toujours de dégagement de chaleur, de sorte qu'une augmentation de la température, le phénomène de désorption devient dominant.

Par contre, pour une adsorption activée (chimisorption), l'équilibre d'adsorption n'est pas atteint rapidement, et l'augmentation de la température favorise l'adsorption[49]

- L'adsorbant :

Son influence peut être liée aux dimensions des pores et aux propriétés de surface. [50]

- Dimension des grains :

Son rôle est plus important lors de l'adsorption des corps dissous, que lors de celle des gaz, du fait que les dimensions des particules des gaz. Ainsi, le bleu de méthylène, composé de molécules volumineuses, est adsorbé quatre fois plus sur un charbon en grain que sur un charbon en poudre [45]

- Nature d'adsorbat :

L'adsorption est aussi influencée par la structure chimique des corps dissous, ainsi :

Les composés aromatiques s'adsorbent mieux par rapport aux composés aliphatiques possédant le même nombre de carbone.

- Effet du temps de contact :

Le temps de contact est nécessaire pour établir l'équilibre d'adsorption entre l'adsorbant et l'adsorbat ainsi pour l'établissement des modèles cinétiques d'adsorption.

- Effet du pH :

Le pH est un facteur important des mécanismes d'adsorption car il conditionne à la fois la charge superficielle de l'adsorbant et éventuellement la structure de l'adsorbat. Cette grandeur

caractérise les eaux et sa valeur dépendra de l'origine de l'effluent. La technique de traitement à adopter dépendra fortement de la valeur du pH.

Références Bibliographiques

- [1] Boudjema H. L., Elaboration de matériaux composites biodégradables issus de ressources renouvelables. Thèse de Doctorat, Université d'Oran, Algérie, (2016)
- [2] Guendouz S., Biosorption des colorants textiles, Ecarlate Solophényl BNLE et Vert Cibacron par la biomasse sèche de lentilles d'eau. Thèse de Doctorat, Université d'Annaba, Algérie, (2014).
- [3] L.Bouzidi ; S.Chanoune, « Elaboration et Caractérisation d'un Composite totalement Biodégradable », Université A. Mira, Bejaia, (2017)
- [4] <https://www.google.com/search?q=biopolymeresorganigramme> (18/03/2019).
- [5] Winterowd JG, sandford PA., Ed Marcel Dekker 13 (1999), P: 441.
- [6] Prajapati, s.k.; Richhaiya, r.; Singh, v.k.; Singh, a.k.; kumar, s.; chaudhary, r.k. formulation and evaluation of once daily sustained release matrix tablet of aceclofenac using natural gums. J. Drug del. Therapeutics. (2012), P: 16-25
- [7] Odeku, O.A. assessment of Albiziazugiagum as a binding agent in tablet formulations. Acta pharm., (2005), P: 263–276
- [8] Bulk density and tapped density of powders. In European pharmacopoeia, 7th Ed.
- [9] Tolaimate A., Desbrieres J, Rhazi M., Alagui A., Contribution to the preparation of chitins and chitosanes, with controlled physico-chemical properti. Polym. (2003), 44 : 7939-7952.
- [10] Slimane, K., Utilisation des biomatériaux dans le traitement des eaux, , Thèse de Doctorat, Université Mouloud Mammeri Tizi Ouzou. (2013)
- [11]. Geol , H ; Kaur , G ; Rana , V . ; Tiwari , A . k .Formulation development of stronger and quick disintegrating tablets ; a crucial effect of chitin .yakugaku zasshi ,(2010) 130, 729-735
- [12]Bough, W.,AL, Influence of manufacturing variables on the characteristics andeffectiveness of chitosan products. I. Chemical composition, viscosity, and molecular-weightdistribution of chitosan products. Biotechnology and Bioengineering, (1978), p. 1931-1943.
- [13] Maghami, G.G. and G.A. Roberts, Evaluation of the viscometric constants forchitosan.Die Makromolekulare Chemie: Macromolecular Chemistry and Physics, (1988) ,p.195-200.

- [14] Taouint Aissa, N., Préparation de chitosanes à partir de la biomasse marine. Application au conditionnement des boues urbaines, Mémoire de Magister, Université mouloud Mammeri Tizi-Ouzou, (2016)
- [15] Aljawish, A., fonctionnalisation enzymatique de chitosane par des composés phénoliques: Evaluation des propriétés biologiques et physico-chimiques de ces nouveaux biopolymères Thèse de Doctorat, Université de Lorraine, (2013).
- [16] W. Wang, ET d. Xu. Viscosity and flow properties of concentrated solutions of chitosane With different degree of déacétylation, int. J. Biol. Macromo, (1994), P: 149-152.
- [17] R. H. Chen. ET M. L. Tsaih. Effect of temperatures on the intrinsic viscosity and conformation of chitosan in dilute HCl solution. Int. J. Biol. Macromol ; (1998), P : 135-141.
- [18] Kumar, M.N.V.R, A review of chitin and chitosan applications. Reactive & functional polymers, (2000) ,P 1–27.
- [19] Hardy, D.J.M.A.J.J.E, applications of functionalized chitosan in catalysis. Ind. Eng. Chem. Res,(2005), P: 8499-8520.
- [20] Guibal, E, interactions of metal ions with chitosan-based sorbents: A review. Separation and purification technology, (2004), P: 43-74
- [21] Guibal, E, Heterogeneous catalysis on chitosan-based materials: A review. Progress in Polymer Science 30(1) (2005),P: 71–109
- [22] E.A.Hilali, géologie et énergie, ministère de l'énergie et des mines, (1981) ,49 ,59-70.
- [23] E.A.Hilali et Nattaf, le Kiesielghure de Rass al Taraf et ses possibilités d'application en génie civil, ministère de l'énergie et des mines 31, (1970),43-62.
- [24] M.Wegmann, B.micchen, T.Graul. nanostructured surface modification of Micro porous ceramics for efficient virus filtration J.eur, Ceram, (2008), soc (18) 1603-1612
- [25] Goren R., Baykarat. Marsoglu M. Effects of purification and heat treatment on pore structure and composition of diatomite. British ceramic transactions,(2002), 101: 177-180.
- [26] Vasconcelos, P. V., labrincha, j. A., & ferreira, j. M. F. Permeability of diatomite layers Processed by different colloidal techniques. Journal of the European ceramic society,(2000), 20(2),P: 201-207.
- [27] Cherrak R. Valorisation d'un catalyseur nano composite et son application dans la dégradation photo catalytique des pollutions organiques, Université de Mostaganem- abdelhamid Ibn Badis).Thèse de doctorat. (2019).
- [28] Hui Hua Peng, Jie Chen, de Yi Jiang , Min Li , Li Feng, Dusan Losic , Fan Dong , Yu Xin Zhang, synergistic effect of manganese dioxide and diatomite for fast decolonization and

high removal capacity of methyl orange 484 , journal of colloid and interface science (2016),1-9.

[29]Belmehdi. Elimination du phosphore sous la forme des phosphates par adsorption sur la diatomite brute et diatomite modifiée au Fer- Fhmd, Mémoire de Master, Université DES SCIENCES ET DE LA TECHNOLOGIE d'ORAN Mohamed Boudiaf (2015).

[30] Entreprise Nationale des produits miniers non –ferreux et des substances utiles groupes ENOF; Sig Octobre(2008).

[31]Borgel Espinoza, I., caracterizacion del yacimiento de diatomita de loma larga,municipio de acatlan, hidalgo y evaluacion de sus aplicaciones alternas,(2007)

[32] Daniel Gay «matériaux composites » 4e édition revue et augmentee, edition hermes.(1997)

[33] Djebloun, Y. Etude de la rupture en mode i d'ouverture des matériaux Composites thèse de doctorat Université Mohamed khider Biskra). (2004).

[34] Jean Marie Berthelot, Matériaux composites, comportement mécanique et Analyse des structures, 4eme Edition, La Voisier.(2005)

[35] E. I. Rabea, M. E.-T. Badawy, C. V Stevens, G. Smaghe, and w. Steurbaut, “chitosan as antimicrobial agent: applications and mode of action,” Biomacromolecules, vol. 4, no. 6, (2003), P. 1457–1465.

[36] K. Sungsanit, N. Kao, and S. N. Bhattacharya, “properties of linear poly (lactic Acid)/polyethylene glycol blends,” Polym. Eng. Sci., vol. 52, no. 1,5, (2012), pp. 108–116.

[37] C. Koning, M. Van Duin, c. Pagnouille, and R. Jerome, “strategies for Compatibilization of polymerblends,” prog.Polym.Sci., vol. 23, no. 4, (1998),P. 707–757.

[38] B. Imre and B. Pukánszky, “Compatibilizationin bio-based and biodegradable Polymer blends,” Eur.Polym., vol. 49, no. 6, (2013), P: 1215–1233.

[39] Nedjma Khelifa, Jean-Philippe Basly, Boualem Hamdi, Michel Baudu, preparation of novel diatomite-based composites: applications in organic effluents sorption, desalination and water treatment ,vol. 57, (27),(2016) ,P: 12443-12452.

[40] H Hadjar, B Hamdi, C O Ania, adsorption of p-cresol on novel diatomite/carbon composites,the national center for biotechnology information, Journal of Hazardous Materials, 188(1-3) (2011), P 304-310

[41] Enol, Z. M., Arslan, D. Ş., &Simşek, Spreparation and characterization of a novel Diatomite-based composite and investigation of its adsorption properties for uranyl Ions.Journal of radioanalytical and nuclear chemistry, (2019),321(3), P: 791-803.

- [42] N Zhao, P., R. Zhang, and J. Wang, adsorption of methyl orange from aqueous solution Using chitosan/diatomite composite. *Water science and technology*, (2017) ,75(7): P: 1633-1642.
- [43] L. Robert. Adsorption, techniques de l'ingénieur, (1996), vol. J 2-1.
- [44] F. Ramade. Dictionnaire encyclopédique des pollutions. Ediscience international, paris, 110, (2000).
- [45] M-A. Madani. Adsorption d'un colorant basique (bleu de méthylène) sur différents adsorbants (charbon actif en poudre, charbon en grain et la bentonite), Mémoire de Master, Université Mohamed khaidar – Biskra. (2014).
- [46] Oubagha. N (décontamination des eaux contenant les colorants textiles et les adjuvants Par des matériaux naturels et synthétique) , Mémoire de magister, université mouloud Mammeri, tizi ousou. (2011)
- [47] C. Chitour. Physico-chimie des surfaces les interfaces gaz - solide et liquide – liquide ». Opu, volume 2. (2004).
- [48] A. Azzouz. Etude comparative de la capacité d'adsorption des matériaux naturels vis-à-vis de certains polluants, mémoire de magister, Université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boudiaf, (2011).
- [49] S. Bendou. Utilisation des argiles traités pour la décoloration des bains de teinture., mémoire de magistère, Université M'Hamed Bougara Boumerdes. (2009).
- [50] D.M. Ruthven. Principal of adsorption process, New York, J, Wiley, (1984).

Chapitre II

Méthodes et matériaux

II. 1. Introduction

Dans ce chapitre , nous aborderons les méthodes de caractérisation utilisées dans ce travail, à savoir : l'analyse chimique, la diffraction de rayon X (DRX), la spectroscopie Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF). Ensuite, nous entamerons la caractérisation des matériaux de départ utilisés dans la synthèse du composite :

→ la diatomite et le chitosane.

II. 2. Methodes

II. 2. 1. Analyse chimique par fluorescence X

La spectrométrie de fluorescence X est une technique de mesure utilisée dans de nombreux domaines en raison de ses avantages qui sont: l'analyse multiélémentaire simultanée et rapide, et la reproductibilité des résultats. La fluorescence de rayons X est une propriété spectrale atomique, très précise pour fournir des informations qualitatives et quantitatives sur la composition chimique de beaucoup des échantillons [1-2]. Les éléments constituant ces deniers sont exprimés en pourcentage d'oxyde par rapport au poids de l'échantillon.

L'appareil utilisé est de type MagiXPRO spectrophotomètre Philips équipé au tube RX. La perte au feu PAF a été déterminée par traitement thermique à 1000 °C.

II. 2. 2. La diffraction de rayons X

La diffraction de rayons X (DRX) est une technique fondamentale pour l'étude des matériaux cristallins. L'application la plus importante en diffractométrie X est l'identification des phases cristallines présentes dans un échantillon et sa structure cristalline. La diffraction de rayons X nous permet donc d'étudier des matériaux constitués d'une multitude de cristaux d'orientation différente. Cette technique est basée sur la diffraction d'un faisceau mono-chromatique de rayon X par les plans réticulaires dans un solide ordonné. La loi de Bragg établit que l'on peut relier la distance inter-réticulaire à l'angle d'incidence du faisceau, selon l'équation :

$$2 d_{hkl} \sin \theta = n \lambda \quad (\text{II.1})$$

tel que :

d: la distance entre deux plans réticulaires (hkl)

θ : demi-angle de diffraction

n: ordre de diffraction

λ : longueur d'onde du faisceau de rayons

Les matériaux ont été analysés par un diffractomètre de type Rigaku MiniFlex 600. Ces solides ont été balayés de $2\theta=2^\circ$ -- 80° avec un pas de $0,01^\circ$ et avec un temps d'acquisition de $2^\circ/\text{min}$.

II. 2. 3. Spectroscopie Infra rouge à Transformée de Fourier

La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FT-IR) est une technique de mesure qui utilise l'interaction de la lumière IR avec les vibrations moléculaires et permet l'acquisition de spectres infrarouges. Le spectre IR est calculé en utilisant la transformée de fourier [1]. Cette méthode fournit des informations sur les molécules d'eau et les groupements fonctionnels des différents matériaux. L'appareil utilisé est de type BRUKER dans l'intervalle de nombre d'onde $[500-4000 \text{ cm}^{-1}]$.

II. 3. Matériaux

Dans notre étude, la diatomite utilisée est une poudre issue du gisement de Sig, ouest de l'Algérie, ce matériau sera désigné par DIS (figure II.1). Le chitosane utilisé est de forme des grains (figure II.2).



Figure II. 1 : Diatomite de SIG (DIS)



Figure II.2 : Chitosane

II.4. Caractérisations des matériaux

II.4.1. Diatomite

II. 4. 1.1. Composition chimique

La composition chimique de la diatomite brute étudiée à été déterminée par fluorescence X, quantifiée sous forme d'oxydes, est reportée dans le tableau II. 1, la composition chimique montre que la diatomite est constituée en grande partie de silice (77,9%) et des impurités principalement la chaux CaO (5,82 %), et l'oxyde d'aluminium Al₂O₃ (3,25 %). Les autres oxydes sont présents en faibles quantités (aluminium, fer, potassium, magnésium, titane, sodium).

Tableau II.1 : Composition chimique de la diatomite brute

Oxyde	Pourcentage massique (%)
SiO ₂	77,9
Al ₂ O ₃	3,25
Fe ₂ O ₃	1,27
TiO ₂	0,20
K ₂ O	0,61
Na ₂ O	0,25
CaO	5,82
MgO	1,09
P ₂ O ₅	0,13
PAF (perte au feu)	9,34

II. 4. 1.2. DRX

L'analyse minéralogique qualitative réalisée par DRX a donné les résultats représentés sur la figure II. 3. Le diffractogramme de poudre de la diatomite brute DIS montre la présence de la calcite avec le pic d'intensité la plus élevée à environ $2\theta = 29^\circ$ et de quartz situé à $2\theta = 27^\circ$. Ces résultats montrent aussi la présence d'une structure amorphe dans une bande large entre $2\theta = 15^\circ$ et 25° caractéristique de la silice de la diatomite

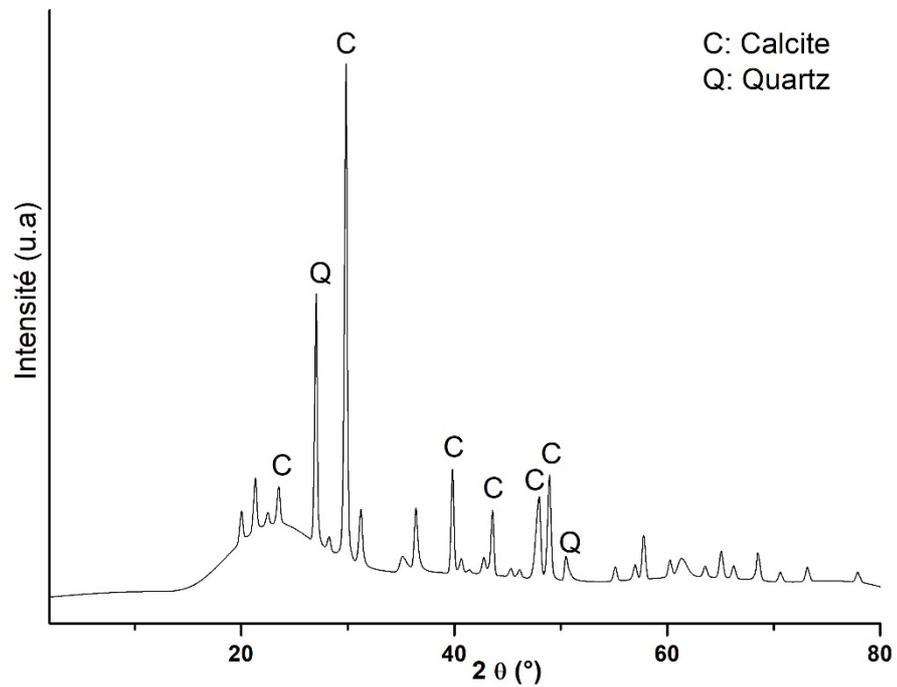


Figure II.3. : Spectre DRX de la diatomite brute (DIS)

II. 4. 1. 3. Spectroscopie IRTF

Le Spectre IRTF de l'échantillon diatomite brute (**figure .II.4.**) montre la présence [3] :

- d'une bande large située à environ 3450 cm^{-1} liée à la vibration d'élongation des groupements hydroxyles OH de constitution.
- d'une bande à environ 1660 cm^{-1} correspond a la vibration de déformation de l'eau.
- d'une bande d'absorption à 1417 cm^{-1} attribué a la vibration de déformation de CO_2 .
- des bandes à 1057 cm^{-1} et 873 cm^{-1} sont dues à la vibration du groupement siloxane Si-O Si
- des bandes à 795 cm^{-1} et 873 cm^{-1} représentent la vibration de déformation de carbonates [4].

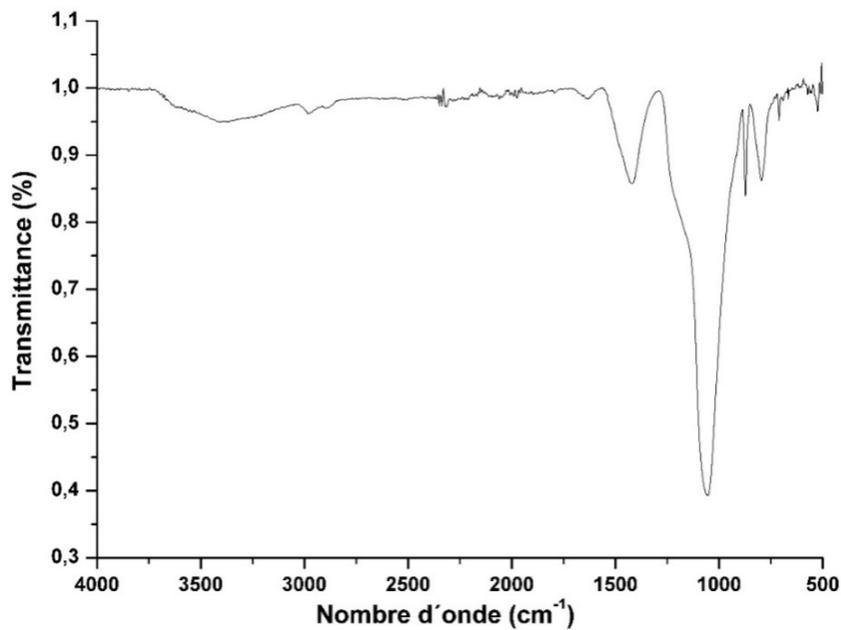


Figure II. 4 : Spectre IR de la diatomite brute.

II. 4. 2. Chitosane

II.4.2.1. DRX

Le diffractogramme de chitosane (Figure II.5) est constitué d'une succession de deux pics situés à $2\theta = 9,66^\circ$ et $20,29^\circ$ caractéristiques de chitosane de forme cristalline I [5,6].

Le spectre DRX montre également que le chitosane est un biopolymère semi-cristallin.

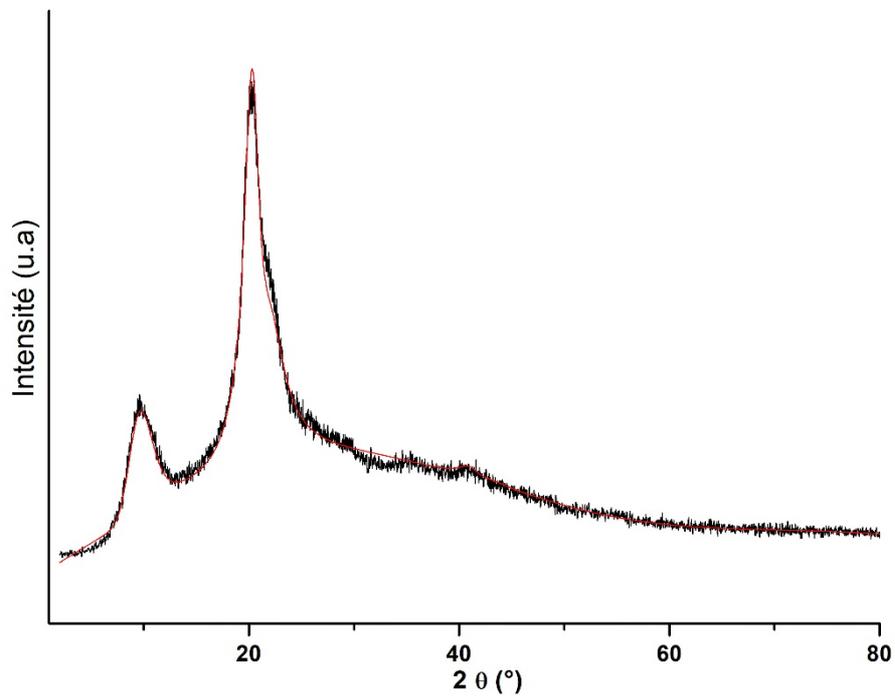


Figure II.5 : Diffractogramme de rayons X du chitosane .

II. 4. 2.2. Spectroscopie IRTF

La figure II.6 présente un spectre IRTF du chitosane, les bandes caractéristiques sont [7] :

- 3339.48 cm^{-1} : large bande caractéristique du groupement OH et /ou NH_2 ;
- 2879.52 cm^{-1} et 2968 cm^{-1} : deux bandes caractéristiques des élongations de C-H ;
- 1640 cm^{-1} et 1585 cm^{-1} : deux bandes moyennes caractéristiques du groupement C=O et NH_2 et/ou NH_3^+ respectivement qui prouvent la présence de fonction amide dans la structure du chitosane ;
- 1375 cm^{-1} : bande caractéristique des groupements C-OH ;
- 1256 cm^{-1} : bande caractéristique de l'élongation asymétrique C-O-C ;
- 1148 cm^{-1} : bande caractéristique des vibrations de C-N
- 1026 cm^{-1} à 1063 cm^{-1} : bande caractéristique des groupements C-O ;
- 1375 cm^{-1} : bande caractéristique des groupements C-OH ;
- 892 cm^{-1} : bande caractéristique d'un composé cyclique [Réf] ;
- 540 cm^{-1} à 623 cm^{-1} : des bandes caractéristiques d'une structure polysaccharide.

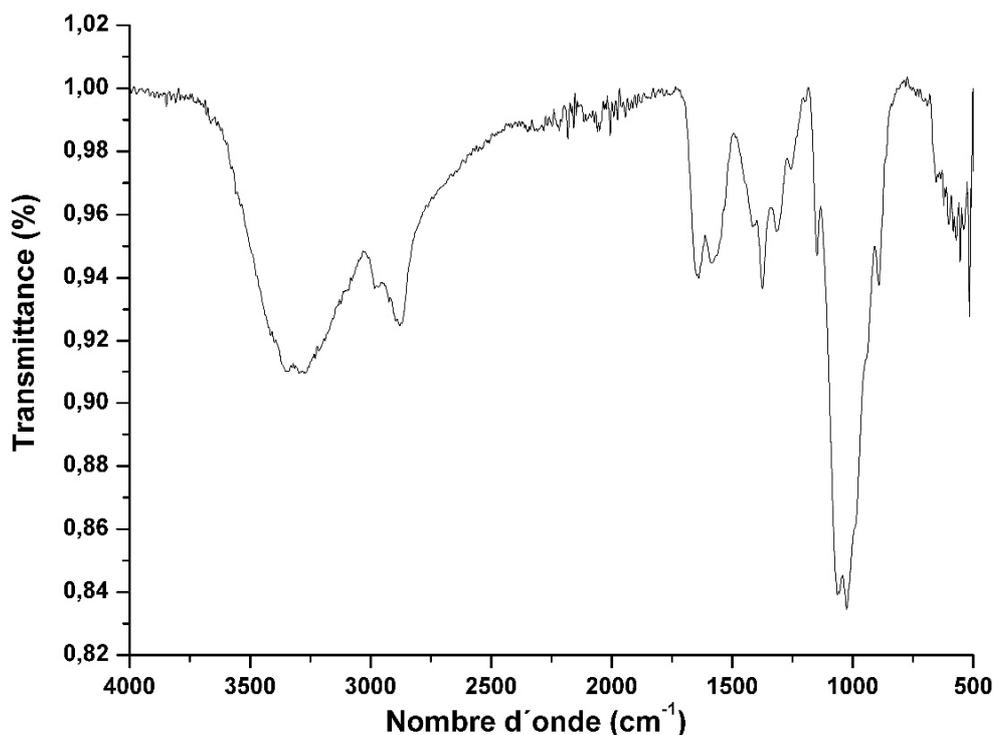


Figure II.6 : Spectre IRTF du chitosane

Références Bibliographiques

- [1] F. Rouessac, A. Rouessac, D. Cruché, G. Ourisson. Analyse chimique : Méthodes et techniques instrumentales modernes. Paris: Dunod (2004), P: 223.
- [2] P. J. Potts, A. T. Ellis, P. Kregsamer, C. Strel, M. West, et P. Wobrauschek, X-ray fluorescence spectrometry, Journal of Analytical Atomic Spectrometry, vol. 14, n° 11,(1999), P: 1773-1799.
- [3] Farmer VC The Infrared Spectra of Minerals. E d. Mineralogical Society (1974), P: 343-349.
- [4] Maglione G, Carn M Spectres infrarouges des minéraux salins et des silicates néoformés dans le bassin Tchadien. Cah. ORSTOM, Géol 7 (1975) P:3-9.
- [5] C. W. Urbanczyk" and B. Lipp-symonowicz , The Influence of Processing Terms of Chitosan Membranes Made of Differently Deacetylated Chitin on the Crystalline Structure of Membranes , Institute of Fiber Physics and Textile Finishing, Technical University, 90-924 Lodz, Poland.
- [6] Samuels ,R .J.J Polym Sci polym phys Ed , Structural relationships in blends of isotactic polypropylene and polymers with aliphatic sequences , journal of polymer ,19 (1981)1081.
- [7] No H,K .,Meyers S ,P , and lee ,K.S..J. Agric .food chem.Bioactive metabolites from macrofungi: Ethnopharmacology, Biological activities, Chemistry.,37(1989) P: 575

Chapitre III

**Synthèse, caractérisation et
Application du composite**

Chapitre III : Synthés caractérisation et application du composite

III.1. Introduction

Historiquement, les chercheurs ont toujours été intéressés par la possibilité de combiner deux matériaux possédants des propriétés différentes, dans le but de créer un nouveau matériau unissant ces propriétés ou en possédant de nouvelles. De ce point de vue ; l'objectif principal de ce travail c'est de synthétiser et caractériser un composite à partir de chitosane et de diatomite. Cette contribution sera suivie par l'adsorption d'un colorant anionique le méthyle d'orange.

III.2. Synthèse

La synthèse du composite consiste à dissoudre le chitosane dans 100 m L d'une solution aqueuse d'acide acétique à 4% (w/v). Une quantité de diatomite est ensuite ajoutée à la solution de chitosane. Le mélange obtenu est maintenu sous agitation jusqu'à l'obtention d'une solution homogène sous forme de gel [1]. Le composite obtenu est séché pendant 24 h à 50 °C (figure III.1)

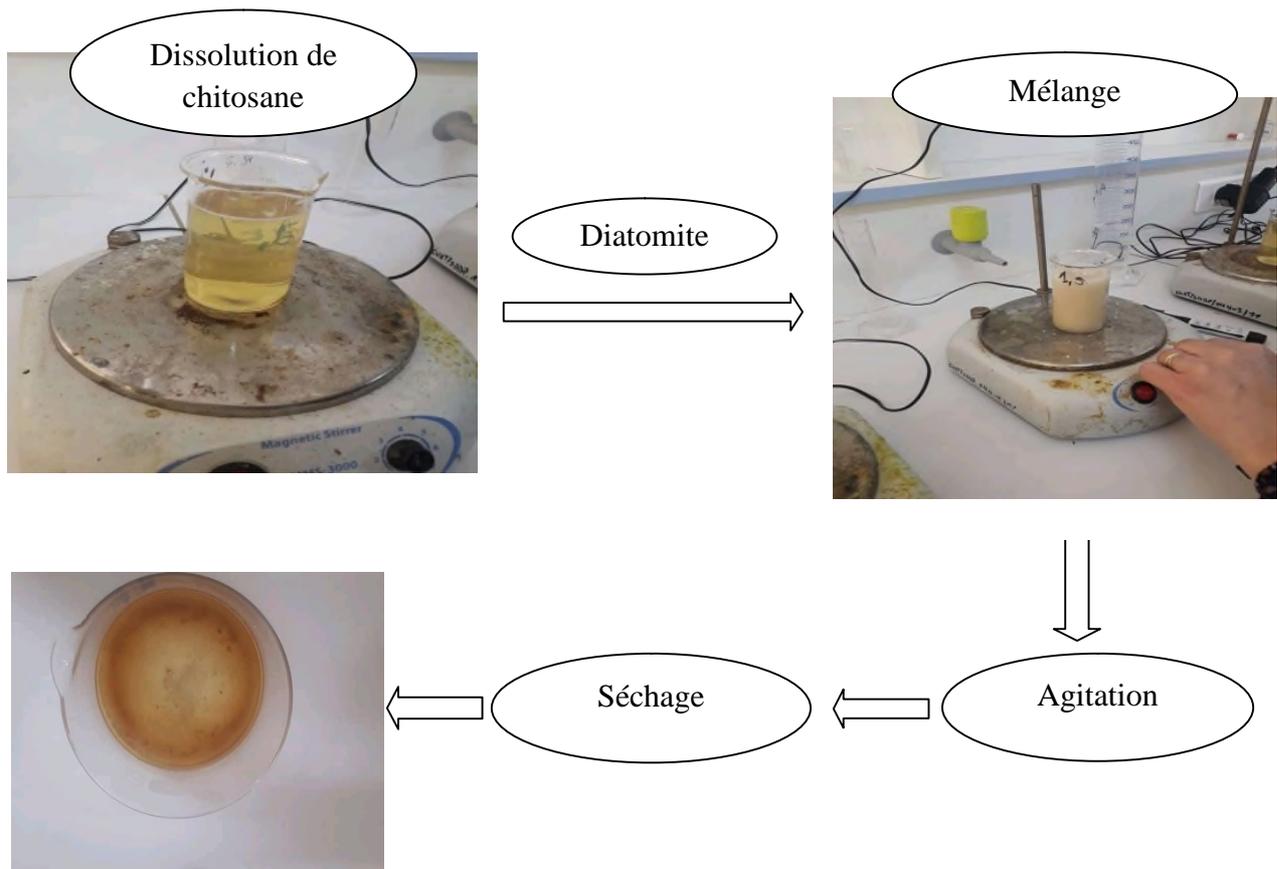


Figure III.1 : Organigramme de la synthèse du composite diatomite-chitosane

III.3. Caractérisations

III.3. 1. DRX

Le diffractogramme DRX (**figure III.2**) du matériau composite présente les mêmes pics caractéristiques du chitosane et de la diatomite, mais d'intensité inférieure. Pour le chitosane on note la diminution du pic de la phase cristalline situé à $2\theta = 9,66^\circ$. Pour la diatomite, on note la disparition des pics caractéristiques de la calcite.

Le spectre DRX du composite montre également l'apparition d'autres nouveaux pics dans l'intervalle de 2θ de 5 à 13° et un pic situé à $25,7^\circ$.

Ces résultats suggèrent la formation d'un nouveau composite suite aux fortes interactions diatomite-chitosane.

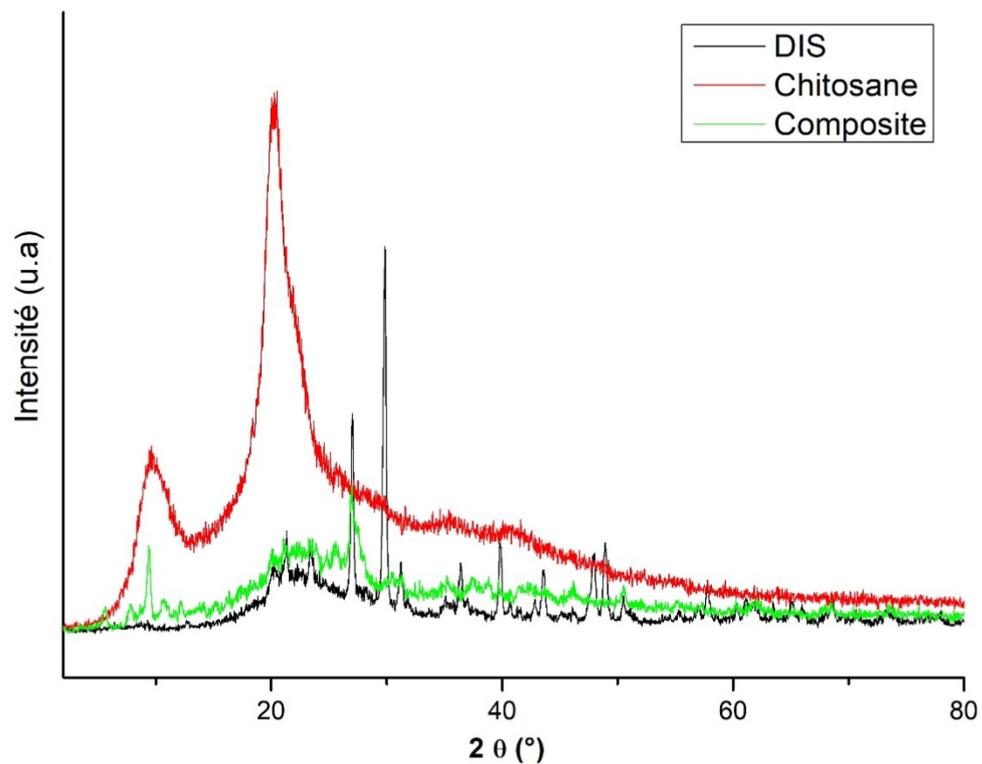


Figure III. 2 : Diffractogramme DRX de chitosane, diatomite et composite

III.3. 2.Spectroscopie IRTF

La spectroscopie IRTF utilisée pour la comparaison des bandes caractéristiques des matériaux de départ (DIS et chitosane) et leur composite (figure III.3).

La bande située à 3400 cm^{-1} s'élargit et s'affaiblit d'intensité du fait du chevauchement entre les vibrations des groupements NH et OH. On note également, la disparition de la bande située à 2870 cm^{-1} attribuée aux vibrations d'élongations de C—H du chitosane.

La bande située à 1585 cm^{-1} caractéristiques du groupement NH_2 et/ou NH_3^+ du chitosane a été décalée vers 1540 cm^{-1} après interaction diatomite-chitosane

On observe également la disparition de la bande des carbonates située à 873 cm^{-1} ce qui confirme les résultats de la DRX (disparition des pics de la calcite).

Le spectre FTIR du composite révèle également la présence des mêmes bandes de la diatomite et du chitosane. Ces dernières sont les suivantes :

- 2938 cm^{-1} : bande caractéristique d'élongation de C-H ;
- 1408 cm^{-1} : bande caractéristique de groupement C-O-C ;
- La bande à 1057 cm^{-1} de la vibration du groupement siloxane Si-O-Si de la diatomite qui chevauche avec celle du chitosane caractéristique des groupements C-O ;
- La bande de déformation de carbonates de la diatomite située à 790 cm^{-1} ;
- Entre 540 cm^{-1} et 623 cm^{-1} : des bandes caractéristiques d'une structure polysaccharide du chitosane.

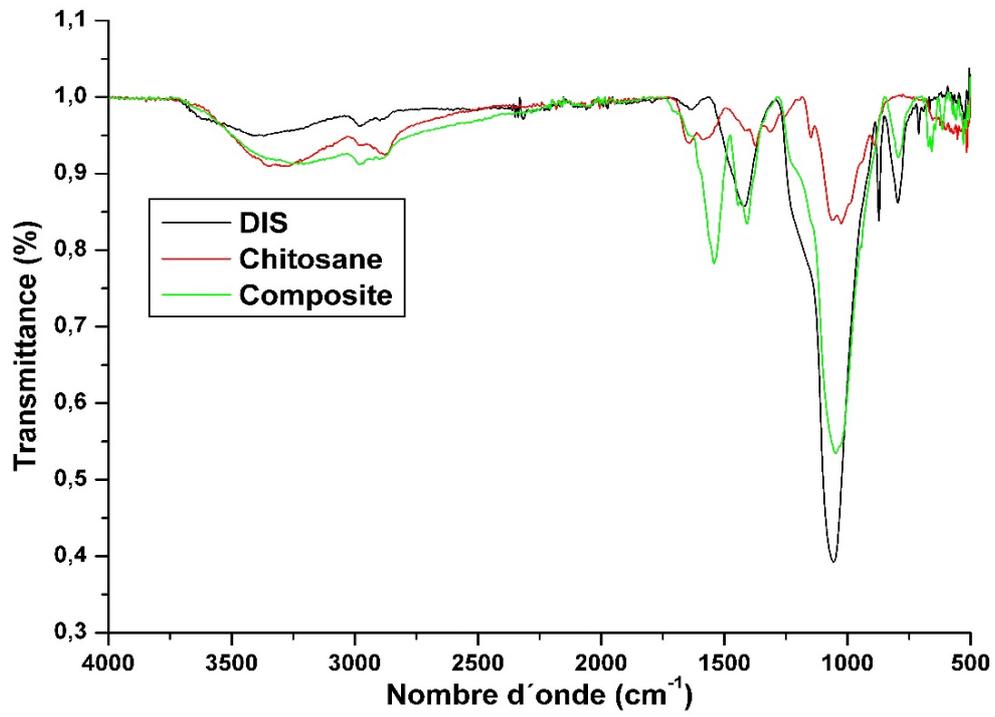


Figure III.3: Spectre IRTF de DIS, chitosane et composite

III.4. Adsorption de l'orange de méthyle

III.4.1. Orange de méthyle

L'orange de méthyle MO, appartient à la famille des colorants azoïques. C'est le 4-[(4-diméthylamino) phényldiazényl] benzène sulfonates de sodium. L'orange de méthyle est un colorant anionique. Il est également appelé C.1. Acide orange 52. Il passe du rouge au jaune orangé à un pH de 3,1 à 4,4. Il est synthétisé par réaction de l'acide sulfonique, nitrite de sodium. Le sel ainsi produit est couplé au diméthyle aniline [2].

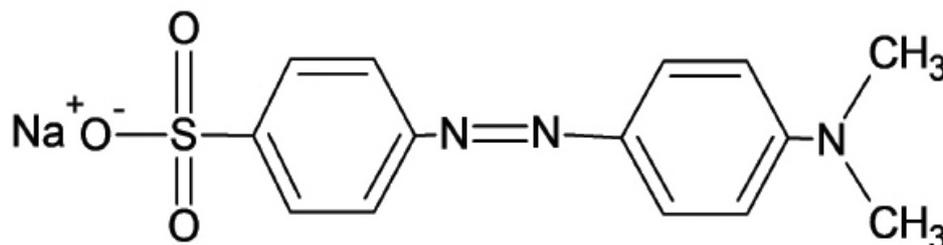


Figure III.4: Structure d'orange de méthyle

Les applications de ce colorant sont beaucoup et différentes :

- L'imprimerie (encre, papier)
- Industrie de textile (cuir, décoration)
- Industrie de matières plastiques
- Industrie du bâtiment (peintures)
- Industrie de pharmaceutique

III.4.2. Adsorbant

L'adsorbant utilisé dans cette étude :

- Composite chitosane-diatomite

III.4.3. Matériels et méthodologie

✓ Produits chimiques

Orange de méthyle, acétone, eau distillée, HCl, NaOH

✓ Matériels

Verrerie courante de laboratoire : fioles jaugées, entonnoirs, béchers, pipettes, éprouvette, pissette, pro- pipette, pipette Pasteur ; agitateur magnétique ; PH-mètre ; spectrophotomètre UV-Visible ; balance ; centrifugeuse.

Chapitre III : Synthés caractérisation et application du composite

✓ Analyse spectroscopique UV /VIS

La loi de Beer –Lambert permet d'établir une relation entre l'atténuation et la lumière du milieu des propriétés que la lumière traverse, L'absorption de la lumière est directement proportionnelle à la fois de la concentration du milieu absorbant et de l'épaisseur de la cuve où se trouve le milieu. La loi de Beer -Lambert s'exprime par :

$$A = \log (I_0/I) = \lambda.C.l \quad \text{III.1}$$

Avec :

A = absorbance (sans unité)

ϵ = coefficient d'absorption molaire ou d'extinction ($L. mol^{-1}. cm^{-1}$)

C = concentration molaire ($mol. L^{-1}$)

l = longueur de la cuve (cm) ou trajet lumineux

Les analyses de spectroscopie UV-VIS ont été effectuées à l'aide d'un spectrophotomètre de type jenway6800UV/VIS. Cet appareil consiste à la mesure directe de l'absorbance de chaque échantillon, ce qui nous permet de déduire sa concentration à partir de la courbe d'étalonnage qui vérifie la loi de Beer-Lambert, et aussi de déterminer la quantité de colorant fixée par gramme d'adsorbant par la relation suivante :

$$Q_e = (C_i - C_e). V/m \quad \text{III.2}$$

Avec :

Q_e : quantité fixée de colorant en mg par gramme d'adsorbant (mg/g)

C_i et C_e : sont respectivement les concentrations initiales et d'équilibre du colorant (mg/l)

V : le volume de la solution (L),

m = la masse de l'adsorbant utilisé (g)

La relation suivante donne également le pourcentage P d'adsorption ou d'élimination du colorant :

$$P = (C_i - C_e) * 100 / C_i \quad \text{III.3}$$

Chapitre III : Synthés caractérisation et application du composite

La première approche consiste à la détermination de λ_{\max} pour laquelle l'absorbance est maximale, et la vérification de loi de Beer-Lambert dans un domaine de concentration bien déterminé et cela avant d'étudier les différents paramètres qui influence le processus d'adsorption du colorant sur le composite.

III.4.4. Détermination de λ_{\max}

Les mesures ont été faites des solutions préparées par dilution à partir de la solution mère du colorant. La figure III.5 montre que l'adsorption maximale correspond à une longueur d'onde maximale $\lambda_{\max} = 470 \text{ nm}$

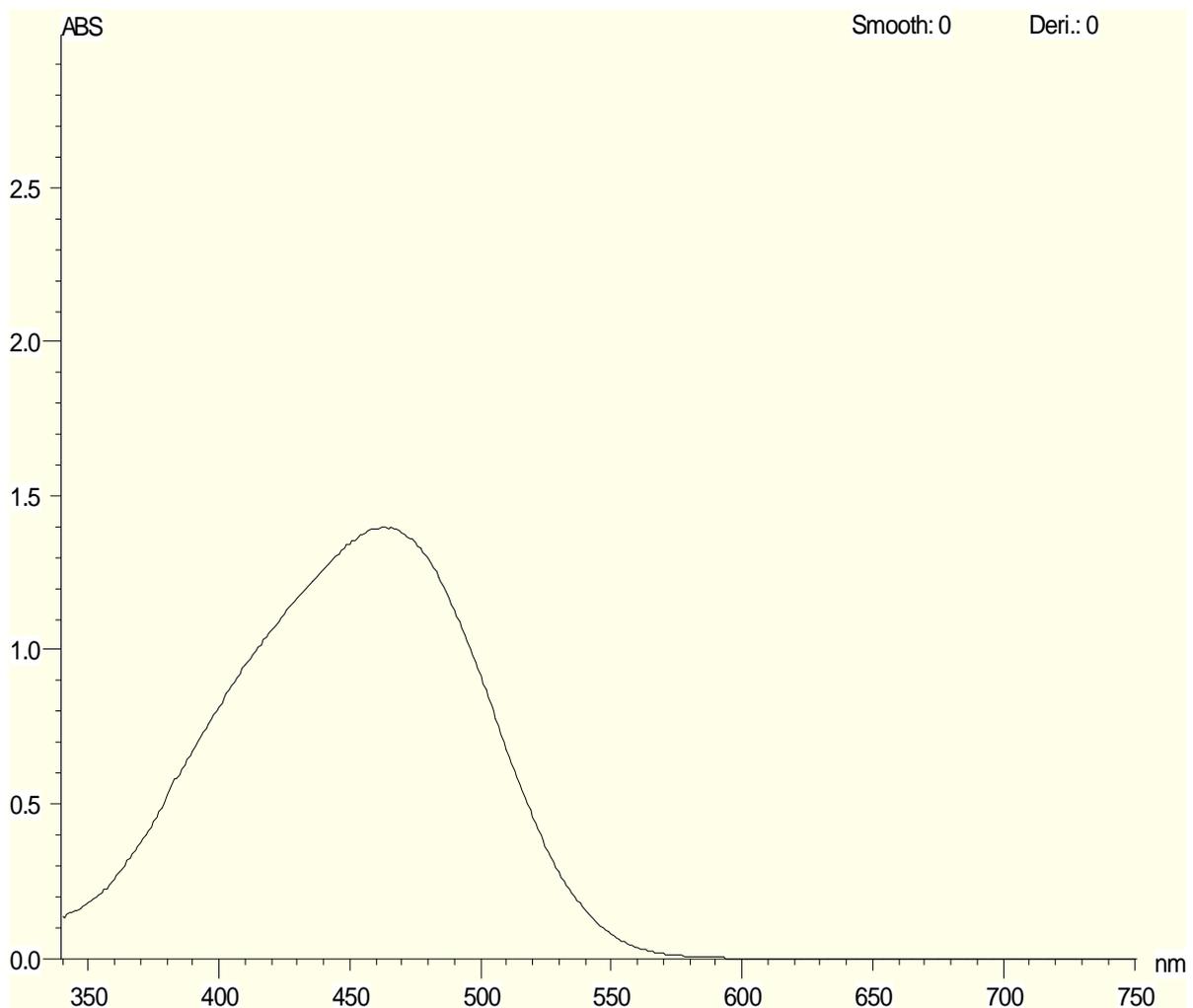


Figure III.5 : Spectre visible de MO

III.4.5. Vérification de la loi de Beer-Lambert

A partir de la solution mère de colorant (orange de méthyle), nous avons préparé des solutions de concentration croissantes pour tracer la courbe d'étalonnage. La variation de l'absorbance en fonction de la concentration du colorant est présentée sur la **figure III.6**

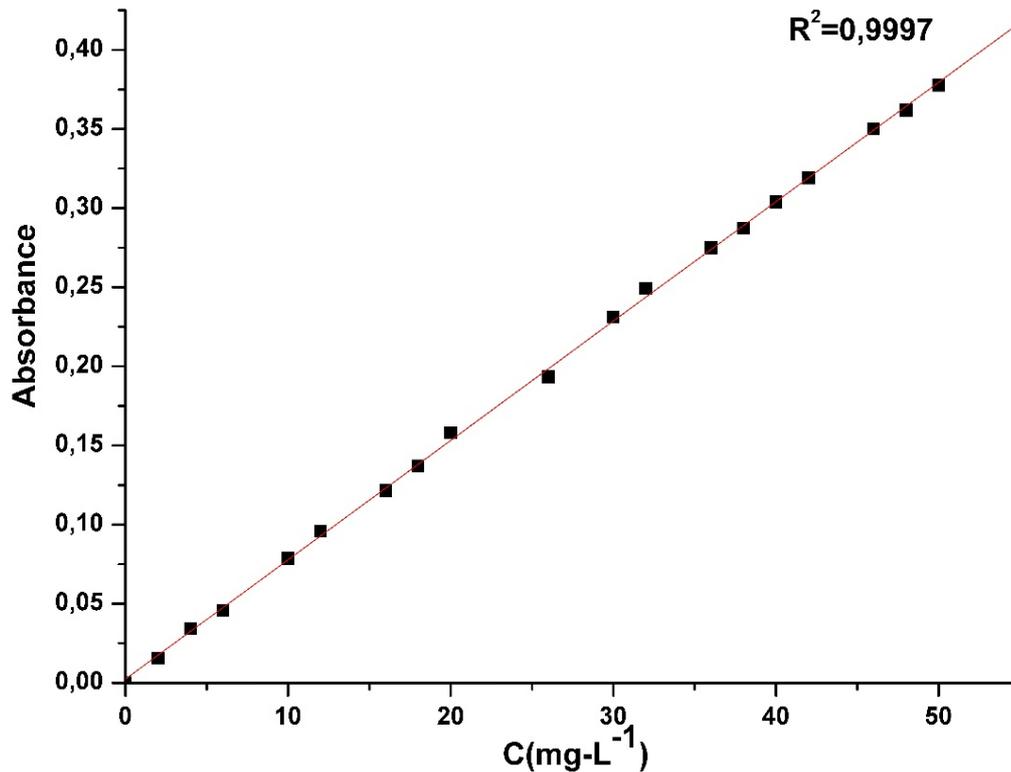


Figure III.6 : Courbe d'étalonnage d'orange de méthyle (MO)

III.4.6. Effet du pH

Le pH est un facteur très important dans toute étude d'adsorption. C'est une variable opérationnel important dans le traitement des eaux usées. Il peut conditionner à la fois la charge superficielle de l'adsorbant ainsi que la structure de l'adsorbat.

Cette grandeur caractérise le milieu et sa valeur dépend de l'origine d'effluent. C'est la raison pour laquelle, dans toute étude relative à l'adsorption, l'optimisation du pH est importante pour déterminer la capacité d'adsorption [3].

Chapitre III : Synthés caractérisation et application du composite

L'influence du pH initial des solutions sur l'adsorption a été étudiée dans l'intervalle de pH=3.5-7.5. Cette étude a été réalisée pour 100 mL d'une solution de concentration 50 mg/L, avec une masse de matériau de 0,2 g au bout de 24 h pour qu'on soit sûr que l'équilibre est atteint.

L'effet de pH sur l'élimination du MO est illustré sur la **figure III.7** ; Il a été constaté que l'adsorption la plus élevée de MO s'est produite à pH =5, avec un pourcentage d'élimination de 42% et une quantité adsorbée de 11 mg/g. Une valeur de pH inférieure ou supérieure à cette valeur, on observe une diminution du taux de l'élimination du MO. Ces résultats sont en accord avec celle reporté dans la littérature [1]. Par conséquent le PH optimal pour l'élimination du MO est 5.

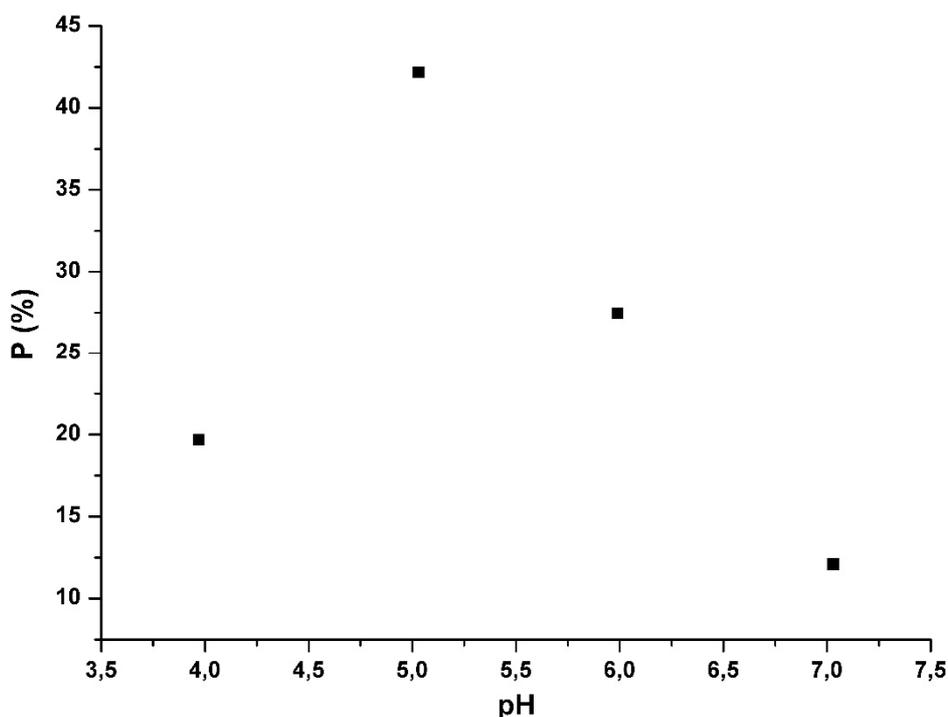


Figure III.7 : Effet du pH sur l'adsorption de MO sur le composite.

III.4.7. Effet de temps

Le temps de contact est nécessaire pour établir l'équilibre d'adsorption entre le colorant et le composite.

L'effet du temps de contact sur le pourcentage d'élimination de MO est illustré sur la **figure III.8** ; L'adsorption de MO par le composite chitosane-diatomite était rapide au cours des 20

Chapitre III : Synthés caractérisation et application du composite

premières minutes. Les variations dans les taux d'élimination du MO après 40 minutes étaient faibles, donc cette durée été choisie comme temps de contact optimal ($P=42\%$ et $Q_e=11$ mg/g).

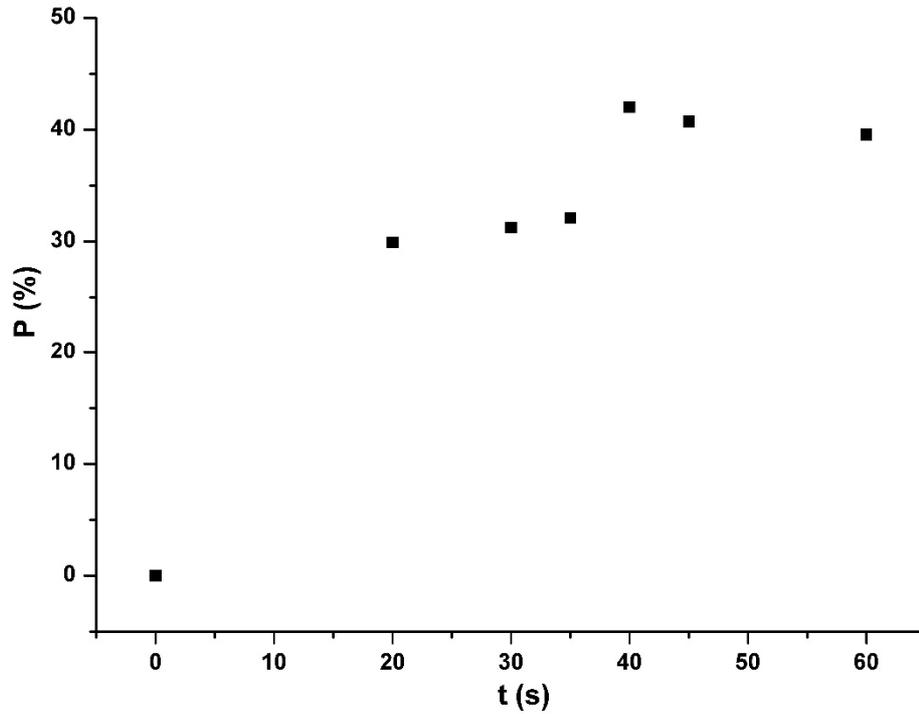


Figure III.8 : Effet du temps de contact sur l'adsorption de MO sur le composite.

References bibliographiques

[1]Peng Zhao, Runhu Zhang and Jianglin Wang,Adsorption of methyl orange from aqueous solution using chitosan/diatomite composite, Water Science &Technology, (2017), p :1-9.

[2] H. Zollinger, Azodyesandand Pigments- color chemistry synthesis, properties and application of organic dyes and pigments, WileyVCH, New York, (1987).

[3] Goswami, Trivedi Y D.M., Block. S.S, Photocatalytic Disinfection of Indoor Air Journal of Solar Energy Engineering. 119, (1997) 92-9

Conclusion générale

L'objectif principal de ce travail était la préparation d'un nouvel composite à base de chitosane et de diatomite algérienne de Sig en vue d'une application dans l'adsorption d'un colorant anionique l'orange de méthyle.

Ainsi le présent travail avait trois principaux axes :

- Synthèse du composite chitosane-diatomite
- Caractérisation des matériaux de départ et du composite par DRX et spectroscopie IRTF
- Adsorption de l'orange de méthyle sur le composite préparé

L'analyse par diffraction de Rayons montre la diminution de la cristallinité du chitosane et l'apparition de nouvelles phases cristallines du composite suite aux fortes interactions diatomite-chitosane.

La spectroscopie IRTF montre les altérations des bandes caractéristiques des groupements NH et CH de chitosane et celle des carbonates de la diatomite confirmant ainsi la formation d'un nouveau composite.

Le composite chitosane-diatomite a été appliqué, ensuite, dans l'adsorption de MO. Les résultats obtenus lors de cette étude ont montré que le matériau composite utilisé a un pouvoir décolorant selon des conditions opératoires bien déterminées :

- ✓ L'adsorption se fait dans un pH=5.
- ✓ L'équilibre est atteint au bout de 40 min de contact.

Afin de mieux comprendre les résultats obtenus d'adsorption et d'améliorer le taux de l'élimination du MO, une étude plus profonde sur les autres paramètres d'adsorption et les propriétés texturales et morphologiques du composite est recommandée.