

الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
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 Génie mécanique .



Projet de Fin d'Etudes
Pour l'obtention du diplôme de Master en : Génie Chimique
Domaine : Génie des procédés des matériaux
Filière : Génie des procédés des matériaux
Spécialité : Génie Chimique
Thème

Elimination de polluant par une argile synthétique modifiée

Présenté Par :
M^{elle} Mohcini Loubna

Devant le jury composé de :

Dr Bachir Cherifa	Pr	UAT.B.B (Ain Temouchent)	Président
Dr. Tabti Affaf	MCA	UAT.B.B (Ain Temouchent)	Examineur
Dr. Berrahou-Harchaoui Ghezlane	M C B	UABT (Tlemcen)	Encadrant
Dr Azzi Hadjer	Pr	UAT.B.B (Ain Temouchent)	Co-Encadrante

Année Universitaire 2025/2026



Remerciement

Louange à Dieu, le Tout-Puissant, qui m'a accordé la patience, la volonté et la persévérance nécessaires pour mener à bien ce travail.

Les travaux expérimentaux de cette recherche ont été réalisés au sein du laboratoire de Catalyse et Synthèse en Chimie Organique (LCSCO). C'est pourquoi je tiens à remercier son directeur le Professeur Ziani Cherfi Chawki de m'avoir accueillie au sein de ce laboratoire.

Je tiens à adresser mes sincères remerciements à Madame Bachir Cherifa, Professeure à l'université d'Ain Témouchent, qu'elle accepte d'examiner mon travail.

Je tiens également à adresser mes sincères remerciements à Madame Tabti Affaf MCA à l'université d'Ain Témouchent, examinateur accepte de juger mon travail .

Je tiens également à adresser mes sincères remerciements à Madame Azzi Hadjer, Professeure à l'université d'Ain Témouchent, pour l'intérêt qu'elle a portée à ce travail en proposant le thème de cette étude.

J'exprime ma profonde gratitude et mon respect le plus sincère à Madame Berrahou-Harchaoui Ghezlane de l'université Abou Bakr Belkaid de Tlemcen et directrice de mon mémoire, pour la qualité exceptionnelle de son encadrement scientifique, pour la richesse de ses orientations académiques, ainsi que pour sa disponibilité, sa bienveillance et la confiance qu'elle m'a accordée durant toute la période de préparation de ce travail. Ses conseils avisés ont constitué un repère fondamental dans l'aboutissement de cette recherche.

Enfin, j'adresse mes remerciements à toute personne ayant contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce travail.





Dédicaces

A mes chers parents

Qui ont été la lumière de mon chemin, la source de ma patience et le soutien inconditionnel qui m'a permis de poursuivre mon parcours avec détermination et courage.

A mon cher frère et à ma chère sœur

*Romissa et Imrane,
Pour leur amour, leur soutien et leurs encouragements constants*

A tous ceux qui m'ont soutenue et accompagnée durant mon parcours académique.

Je dédie ce travail, fruit de mes efforts et de ma persévérance, en témoignage de ma profonde gratitude et de mon immense reconnaissance.





*« L'effort est le chemin de la réussite,
La connaissance est la lumière qui guide l'esprit.
Qui cherche la vérité avec patience
Trouve la grandeur dans la science. »*

Paul Valéry



Table des matières

Introduction générale	11
------------------------------------	-----------

Chapitre I : Synthèse bibliographique **Généralités sur les colorants**

I.1. Historique des colorants	3
I.2. Définition des colorants.....	3
I.3. Classification des colorants.....	5
I.3.1. Classification chimique	5
I.3.2. Classification tinctoriale	6
I.4. Toxicité des colorants azoïques.....	7
I.5. Le colorant model methyl orange.....	7
I.5.1. Aperçu historique sur le méthyle orange	7
I.5.2. Structure du méthyle orange	7
I.5.3. Utilisation.....	8
I.5.4. Toxicité	8
I.6. Procédés de traitement des colorants	8
I.6.1. Procédés physiques.....	8
I.6.2. Procédés chimiques	9
I.6.3. Procédés biologiques	9

Généralités sur les hydroxydes doubles lamellaires

I.7. Historique des hydroxydes double lamellaires	10
I.8. Définition des hydroxydes doubles lamellaires	10
I.9. Propriétés des hydroxydes doubles lamellaires	11
I.10. Synthèse des hydroxydes doubles lamellaires	11
I.11. Application des hydroxydes doubles lamellaires	12

Généralités sur les phénomènes d'adsorption

I.12. Historique de l'adsorption	14
I.13. Définition de l'adsorption	14
I.14. Les différents types d'adsorption	14

Table des matières

I.14.1. Adsorption physique (physiosorption).....	14
I.14.2. Adsorption chimique (chimisorption)	15
I.15. Le mécanisme d'adsorption.....	15
I.16. Les facteurs influençant le phénomène d'adsorption	16
I.16.1. Facteurs liés à l'adsorbant.....	16
I.16.2. Facteurs liés aux molécules adsorbées	17
I.16.3. Facteurs liés aux conditions opératoires	17
I.17. Isotherme d'adsorption	17
I.17.1. classification d'adsorption Gibbs	18
I.17.2. Modèles des isothermes d'adsorption étudiée.....	19
I.17.2.1. Modèle de Langmuir	19
I.17.2.2. Modèle de Freundlich.....	19
I.17.2.3. Modèle de Temkin	20
I.17.2.4. Modèle BET.....	20
I.18. Cinétique d'adsorption	20
I.18.1. Modèle pseudo-premier ordre (Lagergren).....	20
I.18.2. Modèle pseudo-deuxième ordre	21
I.18.3. Modèle de diffusion intraparticulaire (Weber–Morris)	21
I.18.4. Modèle d'Elovich	21
I.19. Conclusion.....	22

Chapitre II : Protocoles expérimentaux et méthodes analytique

II.1. Introduction.....	24
II.2. Produits chimiques	24
II.3. Modification par calcination des phases HDL	26
II.4. Etalonnage du colorant model	27
II.5. Etude isotherme de l'adsorption du colorant par la phases modifiée NiAl.....	29
II.6. Etude cinétique de l'adsorption du colorant par la phase NiAl	29
II.7. Les techniques analytiques	29

Table des matières

II.7.1. Analyse par spectrométrie UV-visible	29
II.7.2. Analyse par infrarouge (IR)	30
<i>Chapitre III : Résultats et discussions</i>	
III.1. Introduction	32
III.2. Isotherme d'adsorption du méthyl orange sur la phase NiAl	32
III.3. Cinétique d'adsorption du MO Sur NiAl non calcine	33
III.4. Isotherme d'adsorption du méthyl orange sur les phases NiAl calcinées	34
III.5. Cinétique d'adsorption du Méthyl orange sur les différents phases HDL calcinées	36
III.6. Modélisation des isothermes d'adsorption.....	39
III.6.1. Modèle de Langmuir	39
III.6.2. Modèle de Freundlich.....	40
III.7. Modélisation des cinétiques d'adsorption	41
III.7.1. Modèle pseudo-premier ordre	41
III.7.2. Modèle pseudo-second ordre	43
III.7.3. Modèle de diffusion intraparticulaire	44
III.8. Analyse FTIR du HDL après adsorption du Méthyl Orange.....	46
III.8.1. Spectre FTIR du HDL non calciné après adsorption de Méthyl Orange.....	46
III.8.2. Spectres FTIR des HDL calcinés après adsorption du Méthyl Orange	47
III.9. Conclusion	48
Conclusion générale	49
Références bibliographiques.....	51
Abstract.....	55
Résumé.....	56

Liste des figures

Figure 1: Structure de méthyle orange (formule chimique : $C_{14}H_{14}N_3SO_3Na$).....	8
Figure 2:Schéma d'hydroxydes Doubles Lamellaires (HDL)	12
Figure 3: Schéma illustratif du phénomène d'adsorption (physisorption).....	15
Figure 4: Schéma illustratif du phénomène d'adsorption (chimisorption).....	16
Figure 5: schéma des étapes du mécanisme d'adsorption.....	17
Figure 6: classification des isothermes d'adsorption selon IUPAC	20
Figure 7: Hydroxyde double lamellaire Nickel-Aluminium.....	26
Figure 8: Méthyle orange.....	26
Figure 9: Four tubulaire horizontal de laboratoire (Carbolite).....	28
Figure 10: NiAl dans un creuset avant calcination	29
Figure 11: NiAl après calcination (2h,4h,6h)	29
Figure 12: Spectre UV-Visible du colorant méthyle orange.....	28
Figure 13: Courbe d'étalonnage du méthyle orange à $\lambda_{max}=464nm$	28
Figure 14: spectrophotomètre SPECORD 200 PLUS – 223E1769C	32
Figure 15: Procédure Appareil de spectroscopie infrarouge FTIR.....	32
Figure 16: Adsorption de méthyle orange par (NiAl non calcinée)	34
Figure 17 : cinétique d'adsorption de méthyle orange par (NiAl non calcinée)	35
Figure 18 : isotherme d'adsorption de méthyle orange par (NiAl calcinée 2h,4h,6h).....	36
Figure 19: cinétique d'adsorption de méthyle orange 25mg/L par (NiAl calciné 2h)	37
Figure 20: cinétique d'adsorption de méthyle orange 100mg/L par (NiAl calciné 4h)	38
Figure 21 : cinétique d'adsorption de méthyle orange 25mg/L par (NiAl calciné 6h)	38
Figure 22: Représentation linéaire du modèle de Langmuir pour l'adsorption du colorant sur les matériaux NiAl non calciné et calciné (2h, 4h et 6h).....	39
Figure 23: isotherme Représentation linéaire du modèle de Freundlich pour l'adsorption du colorant sur les matériaux NiAl non calciné et calciné (2h, 4h et 6h).	40
Figure 24:Modèle pseudo-premier ordre de l'adsorption du méthyl orange sur le NiAl-HDL calciné (2h,4h,6h)	42
Figure 25 : Modèle pseudo-second ordre de l'adsorption du méthyl orange sur le NiAl-HDL calciné (2h,4h,6h)	43
Figure 26: Modèle diffusion intraparticulaire de l'adsorption du méthyl orange sur le NiAl-HDL calciné (2h,4h,6h)	45
Figure 27 : Les spectres infrarouges des HDL non calciné.....	46
Figure 28 : Les spectres infrarouges des HDL calciné 2h/4h/6h.....	48

Liste des tableaux

Tableau 1: Principaux groupes chromophores et leurs structures caractéristiques	4
Tableau 2: les classifications chimiques des colorants	5
Tableau 3: les classifications tinctoriales des colorants.....	6
Tableau 4: comparaison entre l'adsorption physique et chimique.....	16
Tableau 5: Produits chimiques utilisés.....	27
Tableau 6: Valeurs de C_e et de q_e pour les matériaux NiAl/non calciné.....	33
Tableau 7: Valeurs de C_e et de q_e pour les matériaux NiAl/2h, NiAl/4h et NiAl/6h.....	35
Tableau 8: les constants de Langmuir	40
Tableau 9: les constants de Freundlich.....	41
Tableau 10: les constants de pseudo premier ordre	42
Tableau 11: les constants de pseudo deuxième ordre	44
Tableau 12: les constants de diffusion intermoléculaire	46

Liste des abréviations

HDL= (Hydroxyde double lamellaire)

NiAl-HDL/2h= (NiAl calciné à 450C pendant 2 heures)

NiAl-HDL/4h= (NiAl calciné à 450C pendant 4 heures)

NiAl-HDL/6h= (NiAl calciné à 450C pendant 6 heures)

MO= (Méthyl Orange)

NiAl= (Nickel d'aluminium)

UV= (Ultra- violet visible)

FTIR= (Spectroscopie infrarouge par transformée de fourier)

Abs= (Absorbance)

C= (Concentration en colorant (mg/l))

qt= (Quantité adsorbé à l'instant t (mg/g))

Introduction générale

Introduction Générale

L'être humain cherche toujours des moyens pour faciliter sa vie. Il a donc eu recours à l'industrie dans ce but, sans être conscient des effets négatifs que celle-ci peut avoir sur l'environnement et sur les organismes qui l'entourent. Dès l'apparition de la révolution industrielle au XVIIIe siècle, l'industrialisation s'est propagée rapidement au point qu'il n'existe presque aucun pays dépourvu d'activité industrielle.

Le nombre énorme d'entreprises de l'industrie textile dans le monde est très élevé. Rien qu'en Europe, il existe environ 197000 entreprises selon les statistiques de l'année 2024 ¹. Et avec la production croissante, elle est devenue le principal responsable de la pollution de l'eau par les colorants industriels, notamment les colorants azoïques, les plus dangereux de tous, car ils sont chimiquement fortement stables et difficiles à dégrader. Pire encore, certains d'entre eux se transforment en composés aromatiques toxiques et cancérogènes ² lorsque la liaison azoïque se rompt sous l'effet des bactéries ou de la réduction chimique, le plus connu étant le méthyl orange qui donne une couleur orange intense à l'eau, réduisant la pénétration de la lumière à l'intérieur, ce qui empêche le processus de photosynthèse des plantes marines et affecte les poissons et les micro-organismes, perturbant ainsi l'équilibre écologique des systèmes aquatiques ³d'une part et rendant l'eau non potable d'autre part.

C'est pourquoi il était nécessaire d'intervenir pour trouver une solution à ce grave problème à travers des méthodes permettant d'éliminer rapidement les colorants de l'eau. Ainsi, plusieurs méthodes ont été développées pour résoudre ce problème, et la différence entre ces méthodes réside dans les avantages de chacune d'elles, qu'elles soient physiques, chimiques ou biologiques. Parmi ces méthodes, l'adsorption est largement utilisée en raison de son efficacité et de son faible coût. Dans ce procédé précisément, l'argile synthétique est utilisée en raison de son faible coût, de sa disponibilité et de son efficacité. Dans cette étude, le NiAl a été choisi en raison de ses propriétés de surface favorables à l'adsorption des polluants organiques.

Introduction Générale

Cette recherche est structurée en trois chapitres principaux.

- Le premier chapitre constitue une introduction générale aux colorants, notamment le méthyl orange, qui a été choisi comme colorant modèle dans cette étude. Ce chapitre présente également les différentes méthodes de traitement des eaux contaminées, en particulier l'adsorption et consacré à l'étude de l'argile synthétique, et plus précisément au matériau NiAl, qui représente l'axe principal de cette recherche
- Le deuxième chapitre traite de l'ensemble des équipements utilisés dans cette étude, présentés de manière claire et indépendante ainsi que la méthodologie expérimentale réalisée au laboratoire
- Enfin, le troisième chapitre décrit, l'analyse et discussion des résultats.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

Chapitre I : Synthèse bibliographique

Généralités sur les colorants

I.1. Historique des colorants

L'histoire des colorants remonte à l'Antiquité, notamment en Égypte antique (environ 3000 av. J.-C.), où ils ont été utilisés pour colorer les tissus et à créer des fresques murales ⁴, ainsi qu'en Chine pour la coloration de la soie ⁵. Ainsi, avant l'ère de la révolution industrielle toutes les colorations étaient naturelles jusqu'au dix-huitième siècle, comme, l'indigo, un pigment bleu dérivé de la plante *Indigofera tinctoria*, employé pour teindre les étoffes ⁶, le jaune tiré du safran ou le pourpre tyrien obtenu à partir de coquillages marins étaient aussi utilisés ⁷. Ces colorants naturels étaient coûteux du fait de leur rareté, instabilité et la difficulté de les produire en masse.

La véritable industrie des colorants n'a commencé grâce au chimiste britannique William Henry Perkin en 1856, qui a synthétisé, un colorant violet la mauvéine lors de sa tentative de synthèse d'un médicament⁸. À la fin du dix-neuvième siècle, l'industrie chimique s'est fortement développée en Allemagne, en Grande-Bretagne et en France.

En 1858, le chimiste allemand Peter Griess a découvert la réaction de diazotation permettant la formation d'une liaison azo ($-N=N-$) ⁹, caractérisée par une grande stabilité chimique et une faible dégradabilité, ce qui a conduit à la fabrication des colorants azo à haute stabilité et à couleurs intenses et variées. En plus d'être faciles à préparer et peu coûteux, ils ont été produits en grandes quantités. L'expansion industrielle a commencé à partir du vingtième siècle avec le développement de l'industrie textile, du plastique, de l'impression ainsi que de l'industrie alimentaire, ces composés sont devenus une partie intégrante de l'économie mondiale.

I.2. Définition des colorants

Les colorants sont généralement des composés chimiques, majoritairement de nature organique possédant un noyau aromatique et renfermant un chromophore qui est chargé de l'absorption de la lumière.¹⁰

Le chromophore est fondé sur l'interaction des électrons, en particulier les électrons π ou les électrons non liants n . Les électrons π proviennent des orbitales p de chaque atome qui se recouvrent latéralement, ce qui permet leur alignement et entraîne une délocalisation électronique sur l'ensemble du système. On désigne ce phénomène sous le nom de conjugaison électronique.¹¹ Le chromophore est donc la partie structurale du composé responsable de l'absorption sélective de la lumière dans le domaine visible (environ de 380 nm à 750 nm).

Chapitre I : Synthèse bibliographique

La structure chimique du chromophore peut varier d'un composé à un autre, ce qui explique que chaque colorant possède une longueur d'onde maximale d'absorption ($\lambda_{\max}$) caractéristique¹². La longueur d'onde maximale $\lambda_{\max}$ correspond à la probabilité maximale d'absorption des photons et représente la transition électronique la plus probable dans la molécule. L'absorption ne se produit pas à une seule longueur d'onde mais sur un intervalle de longueurs d'onde. La lumière qui n'est pas absorbée est réfléchiée ou transmise vers l'œil, et la partie réfléchiée correspond à la couleur observée du colorant.

Tableau 1: Principaux groupes chromophores et leurs structures caractéristiques ¹³

Groupes chromophores
Azo (-N=N-)
Nitroso (-NO)
Carbonyl (=C=O)
Vinyl (-C=C-)
Nitro (-NO ₂)
Sulfure (C=S)

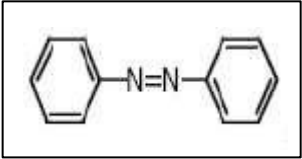
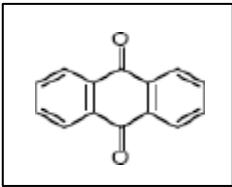
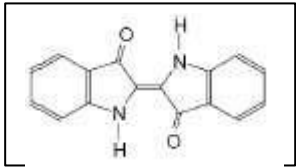
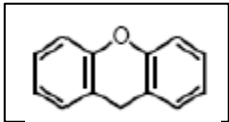
Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.3. Classification des colorants

I.3.1. Classification chimique

Le classement des colorants selon leurs structure chimique repose sur la nature du groupe chromophore (tableau 2)¹⁴.

Tableau 2: les classifications chimiques des colorants¹⁴

Colorants	Définition	structure
azoïques	Un composé organique aromatique contenant un groupe fonctionnel azo (-N=N-) unissant deux groupements alkyles ou aryles identiques ou non (azoïque symétrique et dissymétrique) ¹⁴	
anthraquinoniques	Composé organique aromatique dérivé de l'anthraquinone caractérisé par une structure à trois cycles benzéniques conjugués ¹⁴ .	
indigoïdes	Composé organique aromatique comportant deux noyaux benzéniques reliés par une double liaison C=C conjuguée et des groupes carbonyles (C=O) ¹⁴	
xanthéne	Composé aromatique tricyclique constitué de deux noyaux benzéniques reliés par un anneau central contenant un atome d'oxygène. ¹⁴	

Chapitre I : Synthèse bibliographique

I.3.2. Classification tinctoriale

La classification tinctoriale est la classification des colorants basée sur leur méthode de teinture et leur interaction avec les fibres textiles.

Tableau 3: les classifications tinctoriales des colorants¹⁵

Type de colorant	Définition chimique	Fibres principales
Acides	Composés organiques anioniques contenant des groupes sulfonates ($-\text{SO}_3^-$) qui interagissent électrostatiquement avec les fibres protéiques.	Laine, soie, nylon
Basiques / Cationiques	Composés organiques cationiques contenant des groupes amines protonées ($-\text{NH}_3^+$) se fixant sur des fibres anioniques.	Acrylique, papier
Directs	Composés aromatiques, souvent polyazoïques, solubles dans l'eau, se fixant par liaisons hydrogène et interactions de Van der Waals sur les fibres cellulosiques.	Coton, cellulose
Réactifs	Colorants possédant des groupes réactifs capables de former des liaisons covalentes avec les fibres textiles.	Coton, cellulose, laine
Dispersés	Composés organiques faiblement solubles et peu polaires, dérivés d'azo ou d'anthraquinone.	Polyester, fibres synthétiques
De cuve	Colorants insolubles, souvent dérivés d'anthraquinone ou d'indigo, réduits en milieu alcalin pour devenir solubles avant fixation puis réoxydés sur la fibre.	Coton, fibres cellulosiques
Au soufre	Composés macromoléculaires contenant des ponts polysulfures ($-\text{S}-\text{S}-$), appliqués après réduction.	Coton
Mordants	Colorants nécessitant l'utilisation d'un mordant métallique pour assurer leur fixation sur la fibre.	Laine, soie
Métallifères	Colorants contenant déjà un ion métallique (Cr^{3+} , Co^{3+} , Cu^{2+}) dans leur structure moléculaire.	Laine, soie, polyester

I.4. Toxicité des colorants azoïques

La structure chimique des colorants azoïques, comprend une liaison azoïque $-N=N-$ reliant deux noyaux aromatiques, qui est au cœur de leurs toxicité. Toutefois, certains colorants azoïques ont la capacité de se décomposer dans l'organisme ou dans l'environnement par le biais de bactéries ou d'enzymes, produisant des amines aromatiques comme l'aniline et la benzidine. Ces substances peuvent s'avérer toxiques et cancérigènes, augmentant ainsi le risque de cancer de la vessie et du foie ¹⁶. De plus, ces pigments peuvent entraîner une intoxication des poissons et des êtres aquatiques, freiner la croissance des plantes et des bactéries bénéfiques, tout en perturbant l'équilibre des écosystèmes ¹⁷. Ils peuvent aussi avoir un impact négatif sur la santé humaine en causant des allergies cutanées, des irritations des yeux, des problèmes respiratoires.

I.5. Le colorant model methyl orange

I.5.1. Aperçu historique sur le méthyle orange

Peter Griess, un chimiste allemand, a entrepris ses recherches sur les colorants azoïques en 1873 après avoir découvert la réaction de diazotation. Griess a conçu pour la première fois le Methyl Orange en 1876, en se basant sur cette réaction faisant intervenir des amines aromatiques. L'objectif était de concevoir un pigment durable pour les fibres de coton, qui pourrait ensuite être utilisé comme indicateur de pH dans les titrages chimiques ¹⁸. Au cours du dix-neuvième siècle, l'Orange Méthyl a vu le jour dans l'industrie textile, devenant l'un des premiers colorants azoïques stables utilisés pour les tissus en coton. Il a également été utilisé comme indicateur acido-basique dans les laboratoires de chimie. L'orange méthyl s'est établi comme un indicateur jusqu'aux années 2000.

I.5.2. Structure du méthyle orange

Le Méthyl Orange est un colorant azoïque contenant une liaison azoïque $-N=N-$ qui relie deux cycles aromatiques (benzéniques) et un groupe méthyle ($-CH_3$) attaché à l'un des cycles aromatiques avec un groupe sulfonate SO_3^- qui rend le colorant soluble dans l'eau. La liaison azoïque est responsable de la couleur orange caractéristique du colorant, tandis que le groupe sulfonate assure la solubilité et la stabilité en solution aqueuse. Le Méthyl Orange peut également agir comme indicateur de pH, car la charge sur la liaison azoïque change en milieu acide ou basique ¹⁹.

Methyl Orange

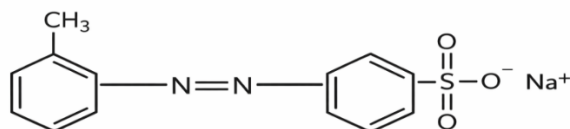


Figure 1: Structure de méthyle orange

I.5.3. Utilisation

Le colorant méthyl orange a été largement utilisé pour la teinture des fibres textiles mais aujourd'hui son usage industriel est limité à cause de l'apparition de colorants plus stables et moins toxiques. Le Méthyl Orange est utilisé comme indicateur acide-base grâce au changement de couleur selon le pH, il est rouge en milieu acide ($\text{pH} < 3,1$). Il est utilisé en histologie, pour la coloration des cellules éosinophiles.

I.5.4. Toxicité

Les études sur les rats et les souris ont montré que la DL₅₀ orale (dose létale pour 50 % des animaux) du Methyl Orange se situe approximativement entre 1250 et 5000 mg/kg de poids corporel.²⁰

I.6. Procédés de traitement des colorants

L'effort pour résoudre le problème de la pollution a mené à l'élaboration de diverses techniques visant à supprimer les effets délétères des teintures.

I.6.1. Procédés physiques

Les procédés physiques de traitement des effluents colorés reposent sur la séparation ou la rétention des molécules de colorants sans modification de leur structure chimique. L'adsorption est l'une des méthodes les plus utilisées ; elle consiste à fixer les molécules de colorants à la surface d'un adsorbant, offrant ainsi une excellente efficacité d'élimination pour une large gamme de colorants. Toutefois, son coût peut être élevé selon la nature de l'adsorbant employé, notamment dans le cas du charbon actif. La filtration membranaire, comprenant la nanofiltration et l'osmose inverse, permet de retenir les colorants grâce à des membranes semi-perméables et assure de très hauts rendements d'épuration. Cependant, cette technique est souvent limitée par le colmatage progressif des membranes.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

La flottation constitue également une alternative intéressante ; elle repose sur l'entraînement des particules colorées vers la surface par des bulles d'air, ce qui permet une séparation rapide, bien qu'elle nécessite généralement l'ajout de réactifs chimiques.

I.6.2. Procédés chimiques

Les procédés chimiques sont basés sur la transformation ou l'élimination des colorants par réaction chimique. La coagulation-floculation consiste à ajouter des réactifs permettant l'agrégation des particules colorées sous forme de floccs facilement séparables par décantation. Cette méthode est simple et économique, mais elle génère une quantité importante de boues à traiter. L'oxydation chimique, utilisant notamment l'ozone ou le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), permet de dégrader les molécules colorantes et d'obtenir une réduction importante de la coloration des effluents. Les procédés d'oxydation avancée (AOPs) reposent sur la production d'espèces très réactives, telles que les radicaux hydroxyles, capables de minéraliser efficacement les polluants organiques. Malgré leur grande efficacité, ces techniques présentent un coût d'exploitation relativement élevé en raison de la consommation d'oxydants et d'énergie.

I.6.3. Procédés biologiques

Les procédés biologiques utilisent l'activité de micro-organismes pour dégrader les molécules colorantes présentes dans les eaux usées. Le traitement bactérien repose sur l'action d'enzymes produites par certaines bactéries capables de transformer ou de décomposer les colorants organiques. Cette méthode est respectueuse de l'environnement, mais sa vitesse de traitement est généralement plus faible que celle des procédés physico-chimiques. Les champignons ligninolytiques représentent une autre voie prometteuse grâce à leur capacité à produire des enzymes oxydatives capables de dégrader efficacement les colorants, notamment les colorants azoïques. Toutefois, leur efficacité dépend fortement des conditions opératoires telles que le pH, la température et la disponibilité des nutriments.

Par comparaison des différentes méthodes de traitement des colorants, il apparaît que l'adsorption est la méthode la plus efficace grâce à sa grande capacité d'élimination des colorants ainsi sa simplicité de mise en œuvre, son efficacité même à faible concentration et son coût relativement faible par rapport à plusieurs autres procédés.

De plus, l'adsorption ne produit généralement pas de sous-produits toxiques et permet l'utilisation d'adsorbants naturels peu coûteux, ce qui la rend la meilleure méthode pour traiter les eaux polluées.

Généralités sur les hydroxydes doubles lamellaires

I.7. Historique des hydroxydes double lamellaires

La découverte de l'hydrotalcite remonte à 1842 en Suède, où ce minéral naturel a été identifié comme un matériau lamellaire présentant une structure proche de celle des argiles. À cette époque, le concept des hydroxydes doubles lamellaires (HDL) n'était pas encore établi et l'hydrotalcite était principalement étudiée dans un contexte géologique.²¹ À partir des années 1950, les recherches ont permis de mieux comprendre sa structure en couches et ses propriétés d'échange ionique, mettant en évidence la présence de feuillets chargés positivement séparés par des anions interfoliaires.²² Entre les années 1970 et 1980, ces avancées ont conduit à l'émergence du concept des HDL en tant que nouvelle famille de matériaux lamellaires. Par la suite, entre 1980 et 2000, les HDL ont suscité un intérêt croissant dans les domaines de l'adsorption, de la catalyse et de l'échange ionique, tandis que diverses méthodes de synthèse, notamment la co-précipitation et la méthode hydrothermale, ont été développées.²³ Depuis les années 2000, les HDL sont considérés comme des matériaux avancés et trouvent de nombreuses applications dans le traitement des eaux, les nanotechnologies ainsi que dans les secteurs médical et pharmaceutique.²⁴

I.8. Définition des hydroxydes doubles lamellaires

Les hydroxydes doubles lamellaires (HDL) sont des matériaux inorganiques de structure stratifiée, constitués d'une matrice hydroxyle renfermant des cations ayant une valence de deux et trois. Ces couches ayant une charge positive sont neutralisées par des anions placés entre elles, généralement en présence de molécules d'eau. Cette structure confère aux HDL une remarquable capacité d'échange ionique et des propriétés d'adsorption hors du commun, les rendant avantageux dans divers domaines scientifiques et industriels.

La Formule générale de ces matériaux est :



- M^{2+} : cation divalent (Mg^{2+} , Ni^{2+} ...)
- M^{3+} : cation trivalent (Al^{3+} , Fe^{3+} ...)
- A^{n-} : anion inter-feuillet (CO_3^{2-} , NO_3^- ...)
- H_2O : molécules d'eau entre les feuillets ²⁵

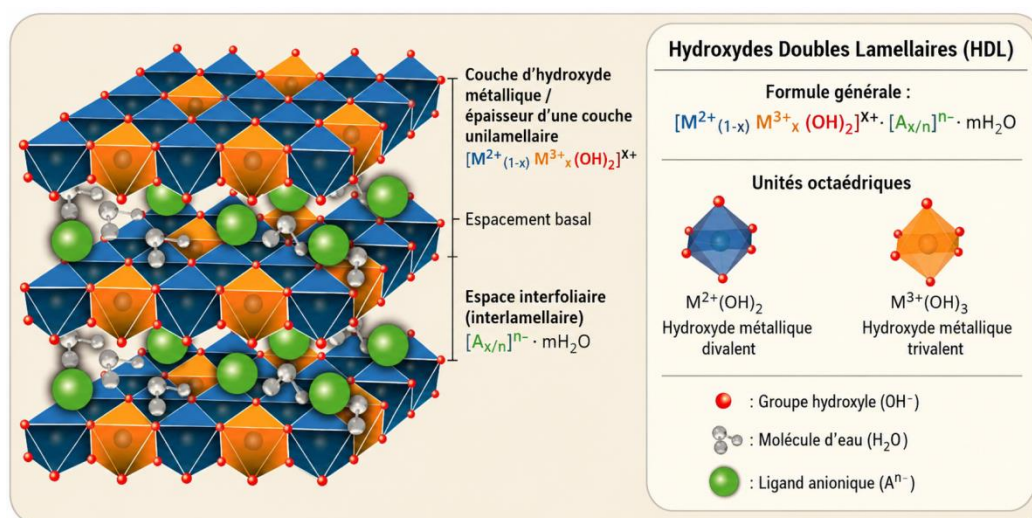


Figure 2 : Schéma d'hydroxydes doubles lamellaires (HDL) ²⁶

I.9. Propriétés des hydroxydes doubles lamellaires

Les HDL possèdent une structure lamellaire constituée de couches chargées positivement, séparées par un espace interfoliaire contenant des anions échangeables et des molécules d'eau. Cette organisation leur confère une importante capacité d'échange ionique, permettant l'insertion ou le remplacement de divers ions et molécules entre les feuillets. Ils présentent également une bonne stabilité thermique et conservent leur structure jusqu'à une certaine température, au-delà de laquelle ils se décomposent pour former des oxydes métalliques.

I.10. Synthèse des hydroxydes doubles lamellaires

Les hydroxydes doubles lamellaires peuvent être préparés en laboratoire par plusieurs méthodes tel que la synthèse hydrothermale, l'échange anionique, la méthode sol-gel et la reconstruction à partir d'oxydes mixtes mais dont la plus courante est la co-précipitation à pH contrôlé en raison de sa simplicité et de son faible coût. Elle consiste à mélanger sous agitation constante des solutions aqueuses contenant les sels des cations divalents (Mg^{2+} , Zn^{2+} , Ni^{2+} , etc.) et trivalents (Al^{3+} , Fe^{3+} , Cr^{3+} , etc.), puis à ajouter une solution basique, généralement de l'hydroxyde de sodium (NaOH) ou un mélange NaOH/ Na_2CO_3 , tout en maintenant un pH constant entre **9 et 10** pour favoriser la formation des feuillets. Sous ces conditions, les cations métalliques précipitent simultanément pour former les feuillets hydroxylés caractéristiques des HDL. Le précipité obtenu est ensuite soumis à une étape de vieillissement par chauffage le mélange à **60–80 °C** pendant plusieurs heures (souvent 12–24 h) pour améliorer la cristallinité, suivie de filtration et de lavage plusieurs fois à l'eau distillée pour éliminer les ions résiduels et enfin de séchage à **60–100 °C** pendant 12 heures. Cette méthode permet d'obtenir des matériaux relativement homogènes et facilement reproductibles.

I.11. Application des hydroxydes doubles lamellaires

Les hydroxydes doubles lamellaires (HDL) suscitent un intérêt croissant en raison de leurs propriétés structurales et physicochimiques remarquables. Grâce à leur structure lamellaire, leur capacité d'échange ionique, leur grande surface spécifique et leur stabilité chimique, ils trouvent des applications dans de nombreux domaines. En catalyse, ils sont utilisés comme catalyseurs ou supports catalytiques dans diverses réactions chimiques. Dans le domaine pharmaceutique, ils servent de vecteurs pour le transport contrôlé de médicaments grâce à leur capacité à intercaler des molécules biologiquement actives. Les HDL sont également employés dans les nanotechnologies pour la préparation de matériaux hybrides et de nanocomposites aux propriétés améliorées. Dans le domaine environnemental, ils sont utilisés pour la capture d'ions métalliques, la récupération des nutriments et surtout pour le traitement des eaux contaminées.

L'une des applications les plus étudiées des HDL est l'adsorption des polluants organiques, notamment les colorants présents dans les effluents textiles. Plusieurs travaux ont montré l'efficacité des matériaux argileux et des matériaux lamellaires dans l'élimination de ces composés.

Kavcı (2021)²⁷ a rapporté une capacité maximale d'adsorption de $156 \text{ mg} \cdot \text{g}^{-1}$ pour le colorant Direct Red 243 sur une argile brute, avec des rendements d'élimination compris entre 85 et 95 % dans une gamme de pH allant de 2 à 9. Açıkyıldız et ses collaborateurs (2023)²⁸ ont obtenu des taux d'élimination de 90 à 95 % pour les colorants Astrazon Red FBL et Astrazon Blue FGRL en utilisant une argile naturelle. Pajak (2021)²⁹ a étudié l'adsorption des colorants Reactive Red 198 et Acid Red 18 sur des smectites naturelles et modifiées et a observé des rendements variant entre 70 et 90 %. Hosseinzadeh et Ramin (2021)³⁰ ont montré que la kaolinite magnétique permettait d'éliminer jusqu'à 98 % du bleu de méthylène dans des conditions proches de la neutralité.

D'autres études ont confirmé l'intérêt des matériaux argileux pour le traitement des effluents colorés. Gupta et Ali (2010)³¹ ont obtenu des rendements de 70 à 85 % pour l'adsorption du Direct Red 80 et du Congo Red sur une argile modifiée par des oxydes de fer. El Haddad et ses collaborateurs (2015)³² ont étudié plusieurs colorants, dont le bleu de méthylène, le vert malachite, le méthyl orange et le Basic Red C, et ont observé des taux d'élimination compris entre 80 et 95 % à l'aide d'argiles marocaines. Eren et Afsi (2010)³³ ont rapporté des rendements de 75 à 90 % pour l'adsorption du Reactive Blue 19 sur une bentonite modifiée. De leur côté, Gupta et Suhas (2018)³⁴ ont montré que le charbon activé pouvait atteindre des rendements de 90 à 99 % pour l'élimination du Direct Red 80 et du Congo Red. Wang et Zhu (2010)³⁵ ont obtenu des rendements compris entre 60 et 80 % pour l'adsorption du Reactive Blue 221 sur la kaolinite.

Chapitre I : Synthèse bibliographique

Tandis que les travaux de Crini réalisés entre 2010 et 2020 ³⁶ ont mis en évidence des taux d'élimination allant de 70 à 95 % pour différents colorants tels que le Crystal Violet sur des matériaux à base de montmorillonite et de kaolinite.

Ces résultats démontrent l'intérêt des matériaux lamellaires et argileux comme adsorbants pour le traitement des eaux contaminées par les colorants. Compte tenu de leurs propriétés d'échange anionique, de leur facilité de synthèse et de leur grande capacité d'adsorption, les hydroxydes doubles lamellaires apparaissent aujourd'hui comme des matériaux particulièrement prometteurs pour l'élimination des polluants organiques présents dans les effluents industriels.

Généralités sur les phénomènes d'adsorption

I.12. Historique de l'adsorption

Vers la fin du dix-neuvième siècle, les chercheurs ont fait la découverte que les gaz et les liquides ont la capacité de se fixer sur des surfaces solides ³⁷. Dans les années 1880, Wilhelm Ostwald et ses recherches ont débuté l'examen de l'adsorption des gaz sur les surfaces. Plus tard, en 1916, Langmuir a élaboré la théorie de l'adsorption (isotherme de Langmuir) qui décrit la quantité de substance adsorbée sur une surface déterminée en relation avec la concentration. L'adsorption a été mise en pratique pour la suppression des odeurs et des colorants présents dans les liquides, et ce, dès le début du vingtième siècle. L'adsorption est aujourd'hui une technique cruciale pour le traitement des eaux industrielles et des contaminants organiques, impliquant l'utilisation de divers matériaux.³⁸

I.13. Définition de l'adsorption

L'adsorption est le processus par lequel des molécules (gaz ou liquide) se fixent uniquement à la surface d'un solide, grâce à des interactions physiques ou chimiques, pouvant former ou pas une liaison chimique entre les molécules et la surface.

Adsorbats : les molécules fixées sur la surface.

Adsorbant : la surface sur laquelle a lieu le processus d'adsorption.

I.14. Les différents types d'adsorption

I.14.1. Adsorption physique (physiosorption)

C'est une adsorption due aux forces physiques faibles (forces de Van der Waals) entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant, sans formation de liaison chimique.

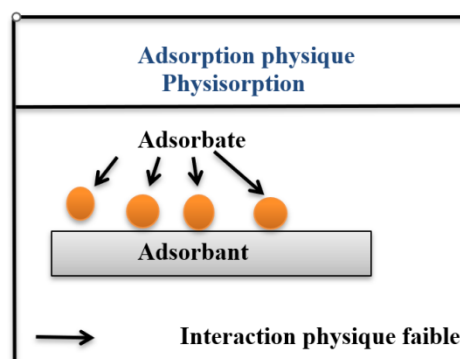


Figure3 : Schéma illustratif du phénomène d'adsorption(Physisorption) ³⁹

I.14.2. Adsorption chimique (chimisorption)

C'est une adsorption qui implique la formation de liaisons chimiques fortes entre les molécules adsorbées et la surface de l'adsorbant.

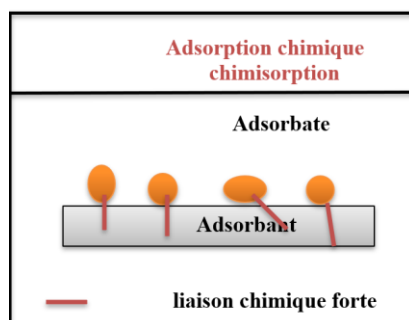


Figure 4 : Schéma illustratif du phénomène d'adsorption (chimisorption) ³⁹

Le tableau suivant présente les principales différences entre ces deux types d'adsorption.

Tableau 4: comparaison entre l'adsorption physique et chimique. ⁴⁰

Critère	Adsorption physique (Physisorption)	Adsorption chimique (chimisorption)
Nature des forces	forces faibles de Van der Waals	Liaisons chimiques fortes
Énergie d'adsorption	Faible ($\approx 5-40$ kJ/mol)	Élevée ($\approx 40-400$ kJ/mol)
Température	Favorisée à basse température	Favorisée à température plus élevée
Nombre de couches	Peut former plusieurs couches (multicouche)	Généralement une seule couche (monocouche)
Spécificité surface	Peu spécifique	Très spécifique à la surface
Réversibilité	Généralement réversible	Souvent irréversible
Vitesse du processus	Rapide	Plus lente

I.15. Le mécanisme d'adsorption

Ce processus est décrit en plusieurs étapes successives, comme illustré ci-dessous ⁴¹

. Transport depuis le milieu vers la surface

Les molécules se déplacent du liquide ou du gaz vers la couche entourant la surface externe de l'adsorbant.

. Transport à travers le film limite :

Les molécules traversent la couche proche de la surface pour atteindre les sites actifs de l'adsorbant.

. Fixation sur la surface :

Les molécules se lient aux sites actifs présents sur la surface, soit par des forces physiques faibles, soit par des liaisons chimiques fortes.

. Diffusion à l'intérieur des pores :

Certaines molécules pénètrent dans les pores ou cavités internes de l'adsorbant, ce qui augmente sa capacité d'adsorption.

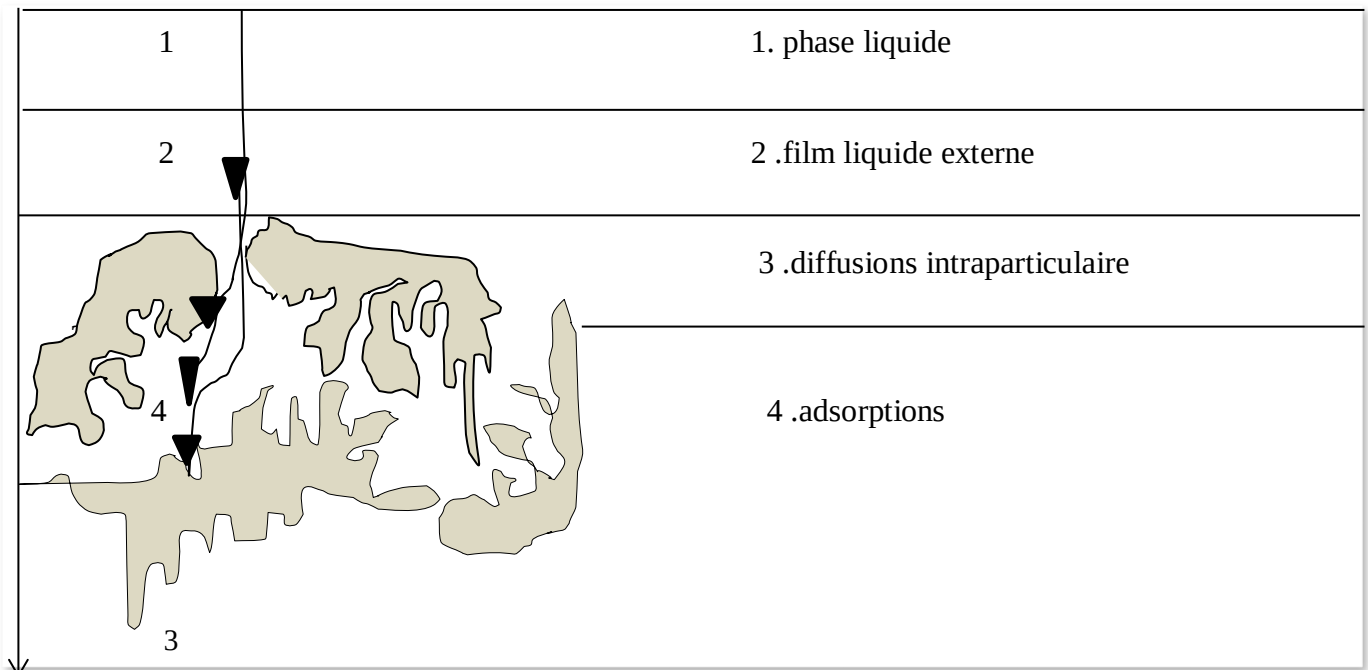


Figure 5 : Schéma des étapes du mécanisme d'adsorption ⁴²

I.16. Les facteurs influençant le phénomène d'adsorption

I.16.1. Facteurs liés à l'adsorbant

La capacité d'adsorption d'un matériau dépend de plusieurs caractéristiques physicochimiques. Une surface spécifique élevée offre un plus grand nombre de sites actifs disponibles pour la fixation des molécules adsorbées, ce qui améliore l'efficacité du processus. De plus, une structure poreuse bien développée facilite l'accès des molécules aux sites d'adsorption et augmente la quantité de polluant pouvant être retenue. Enfin, la nature chimique de la surface joue un rôle essentiel, car la présence de groupes fonctionnels réactifs tels que les groupes hydroxyles ($-OH$) ou carboxyles ($-COOH$) favorise les interactions entre l'adsorbant et les espèces adsorbées, contribuant ainsi à une meilleure capacité d'adsorption.

I.16.2. Facteurs liés aux molécules adsorbées

La taille et la forme des molécules sont déterminantes dans les phénomènes d'adsorption, plus les molécules sont petites plus elles atteignent les sites actifs facilement. La polarité des molécules est prise en compte, les molécules polaires interagissant mieux avec des surfaces polaires, aussi la concentration dans le milieu, plus elle est élevée, plus le taux d'adsorption augmente jusqu'au point de saturation.

I.16.3. Facteurs liés aux conditions opératoires

Plusieurs paramètres influencent le processus d'adsorption et doivent être pris en considération lors des études expérimentales. La température joue un rôle important, car une augmentation de celle-ci tend généralement à diminuer l'adsorption physique, tandis que son effet sur l'adsorption chimique dépend de la nature des interactions mises en jeu. Le pH du milieu constitue également un facteur déterminant puisqu'il modifie à la fois la charge de la surface de l'adsorbant et l'état d'ionisation des molécules adsorbées, influençant ainsi les interactions entre les deux phases. Enfin, le temps de contact affecte directement l'efficacité de l'adsorption, une durée plus longue favorisant l'atteinte de l'équilibre et permettant au matériau adsorbant d'exprimer pleinement sa capacité de rétention.

I.17. Isotherme d'adsorption

La relation entre la quantité de matière adsorbée sur la surface (q) et la concentration de la substance dans le liquide (C) ou la pression du gaz (P) est réalisée à température constante.

La courbe obtenue permet de déterminer la capacité maximale d'adsorption ($q_{\max}$), c'est-à-dire la quantité maximale de molécules pouvant être fixées sur la surface de l'adsorbant.

La forme de l'isotherme permet aussi d'identifier la nature du processus d'adsorption, qu'il soit physique, ou chimique. Par exemple, une courbe indiquant une saturation rapide est souvent associée à une chimisorption, tandis qu'une courbe progressive est généralement liée à une physisorption. De plus, l'étude des isothermes d'adsorption permet de déterminer plusieurs paramètres importants, tels que : la quantité nécessaire d'adsorbant, le temps de contact, et la concentration.

Elle permet également d'analyser la variation de la quantité adsorbée aux différentes concentrations, qu'elles soient faibles ou élevées. Cela est particulièrement important pour vérifier l'efficacité du processus d'adsorption dans les conditions réelles. Enfin, il est possible de comparer plusieurs adsorbants en traçant leurs isothermes sur un même graphique afin d'identifier le matériau le plus efficace.

I.17.1. classification d'adsorption Gibbs

L' International Union of Pure and Applied Chemistry est classées les isothermes d'adsorption en six types représentant la quantité adsorbée (q_e) en fonction de la concentration (C_e) ou de la pression à température constante selon la relation :

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

où :

- **q_e** : quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g)
- **C_0** : concentration initiale du soluté dans la solution (mg/L)
- **C_e** : concentration du soluté à l'équilibre (mg/L)
- **V** : volume de la solution (L)
- **m** : masse de l'adsorbant utilisée (g)

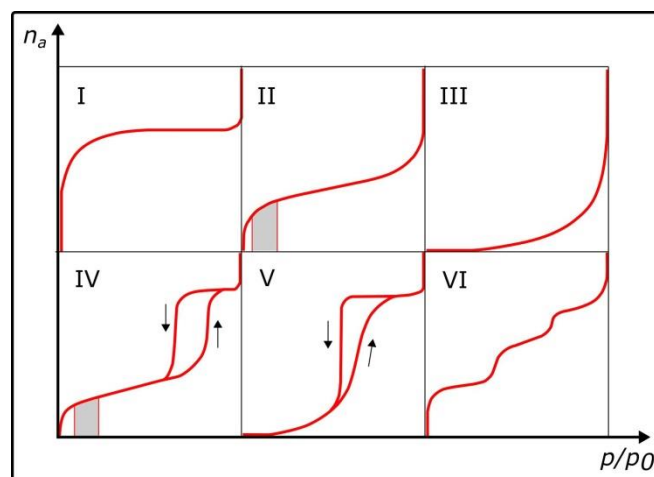


Figure 6 : classification des isothermes d'adsorption selon IUPAC⁴³

Isotherme de type I

Elle est caractéristique des matériaux microporeux. L'adsorption augmente rapidement aux faibles concentrations puis atteint un plateau correspondant à la saturation de la surface.

Isotherme de type II

Elle est observée pour les surfaces non poreuses ou macroporeuses. Elle correspond à la formation d'une monocouche puis d'une multicouche d'adsorbât sur la surface.

Isotherme de type III

L'adsorption augmente sans formation de monocouche, en raison d'interactions faibles entre l'adsorbât et la surface.

Isotherme de type IV

Elle concerne les matériaux mésoporeux. Elle est caractérisée par une formation de monocouche suivie d'une multicouche avec condensation capillaire dans les pores.

Isotherme de type V

Elle est semblable au type III mais se produit dans des matériaux poreux, avec des interactions faibles au début et une condensation capillaire à plus forte pression.

Isotherme de type VI

Elle décrit une adsorption multicouche par paliers sur une surface homogène, où chaque palier correspond à la formation d'une nouvelle couche moléculaire.

I.17.2. Modèles des isothermes d'adsorption étudiée

I.17.2.1. Modèle de Langmuir

Est de type de surface Homogène d'une monocouche et de nature Chimisorption modèle idéal pour surfaces uniformes leur **équation**

$$q = \frac{q_{\max} \cdot K_L \cdot C_e}{1 + K_L \cdot C_e}$$

q (mg/g) : quantité adsorbée

C_e (mg/L) : concentration à l'équilibre

q_{max} (mg/g) : capacité maximale d'adsorption

K_L (L/mg) : constante de Langmuir

I.17.2.2. Modèle de Freundlich

est de type de surface Homogène d'une Multicouche et de nature Physisorption modèle idéal pour surfaces Surfaces irrégulières leur **équation**

$$q = K_F \cdot C_e^{(1/n)}$$

q (mg/g) : quantité adsorbée

C_e (mg/L) : concentration à l'équilibre

K_F ((mg/g)(L/mg)^(1/n)) : constante de Freundlich

n (-) : facteur d'intensité de l'adsorption

I.17.2.3. Modèle de Temkin

Est de type de surface Homogène d'une Multicouche et de nature chimique modèle idéal pour Interactions adsorbant–adsorbat leur **équation**

$$q = \frac{RT}{b} \ln(KT \cdot C_e)$$

R = 8.314 J/mol·K

T (K) : température absolue

b (J/mol) : constante de Temkin

KT (L/mg) : constante de Temkin

I.17.2.4. Modèle BET

Est de type de surface Homogène d'une Multicouche et de nature Physisorption modèle idéal pour Surface spécifique leur **équation**

$$q = \frac{q_{\max} \cdot C \cdot C_e}{(C_s - C_e)(1 + (C - 1)\left(\frac{C_e}{C_s}\right))}$$

Cs (mg/L) : concentration de saturation

C : constante BET

q_{max} (mg/g) : capacité maximale d'adsorption

I.18. Cinétique d'adsorption

La cinétique d'adsorption décrit la vitesse à laquelle un adsorbat est transféré de la phase fluide (liquide ou gazeuse) vers la surface d'un adsorbant, ainsi que les mécanismes qui contrôlent ce processus. Elle constitue un élément essentiel pour comprendre le comportement du système adsorbant/adsorbat et pour optimiser les conditions opératoires.

I.18.1. Modèle pseudo-premier ordre (Lagergren)

Ce modèle suppose que la vitesse d'adsorption est proportionnelle à la différence entre la capacité d'adsorption à l'équilibre et celle à un instant donné. Il est souvent applicable aux systèmes dominés par une adsorption physique

$$\frac{dq}{dt} = k_1(q_e - q_t)$$

où :

- q_t (mg/g) : quantité adsorbée à l'instant t
- q_e (mg/g) : quantité adsorbée à l'équilibre,
- k_1 (min⁻¹) : constante de vitesse du pseudo-premier ordre.

Après intégration, il prend la forme linéaire suivante :

$$q_t = q_e(1 - e^{-k_1 t})$$

I.18.2. Modèle pseudo-deuxième ordre

Ce modèle suppose que l'étape limitant est liée à des interactions chimiques entre l'adsorbat et l'adsorbant. Ce modèle décrit généralement mieux les processus de chimisorption.

$$\frac{dq_t}{dt} = k_2(q_e - q_t)^2$$

Sa forme linéarisée est donnée par :

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{t}{q_e}$$

I.18.3. Modèle de diffusion intraparticulaire (Weber–Morris)

Ce modèle évalue la diffusion interne pendant la cinétique d'adsorption. Si la droite obtenue passe par l'origine, la diffusion intraparticulaire est l'étape limitante du processus. Dans le cas contraire, d'autres mécanismes interviennent.

$$q_t = k_{id} t^{1/2} + C$$

où :

- k_{id} (mg·g⁻¹·min^{-1/2}) : constante de diffusion intraparticulaire,
- C (mg/g) : constante liée à l'épaisseur de la couche limite.

I.18.4. Modèle d'Elovich

Le modèle d'Elovich donne les systèmes d'adsorption sur des surfaces hétérogènes

Chapitre I : Synthèse bibliographique

$$\frac{dq}{dt} = \alpha e^{-\beta q}$$

où :

- α ($\text{mg} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{min}^{-1}$) : vitesse initiale d'adsorption,
- β ($\text{g} \cdot \text{mg}^{-1}$) : constante liée au degré de couverture de la surface et à l'énergie d'activation

$$qt = \frac{1}{\beta} \ln(\alpha\beta) + \frac{1}{\beta} \ln t$$

I.19. Conclusion

L'objectif de ce chapitre est de fournir un aperçu de la littérature concernant les colorants, les méthodes de traitement des eaux et les recherches publiées sur la dégradation des polluants organiques, spécifiquement ceux liés aux teintures textiles. Ces citations bibliographiques mettent en lumière la nécessité de purifier ces eaux usées.

La procédure de gestion adéquate des colorants doit essentiellement fragmenter les molécules jusqu'à leur transformation en minéraux complets pour éviter la formation de sous-produits plus préjudiciables que les composés initiaux, notamment, prévenir la création de substances cancéreuses.

L'utilisation de l'hydroxyde double lamellaire performant permet aux méthodes d'adsorption de répondre à ces critères, en éliminant les colorants et en réduisant la quantité de matière organique non biodégradable, ce qui contribue à la décoloration de la solution.

Chapitre II : Protocoles expérimentaux et méthodes analytique

Chapitre II : Protocoles expérimentaux et méthodes analytiques

II.1. Introduction

Dans ce chapitre, les capacités d'adsorption des hydroxydes doubles lamellaires (HDL) de type NiAl vis-à-vis d'un colorant modèle, le méthyl orange, ont été étudiées. L'objectif principal est d'évaluer les performances adsorbantes du matériau avant calcination (non calciné) et après calcination à différentes durées (2 h, 4 h et 6 h), afin de mettre en évidence l'influence du traitement thermique sur ses propriétés d'adsorption. Pour cela, une étude cinétique a été réalisée afin de déterminer le mécanisme et la vitesse d'adsorption, suivie d'une étude des isothermes d'adsorption permettant de décrire l'équilibre entre le colorant adsorbé et sa concentration résiduelle en solution. Le NiAl non calciné a été considéré comme matériau de référence afin d'évaluer l'effet de la calcination sur les performances d'adsorption. La comparaison des capacités d'adsorption avant et après traitement thermique permet de mettre en évidence les modifications structurales induites par la calcination et leur influence sur l'élimination du méthyl orange. Enfin, une caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) des matériaux après adsorption a été effectuée afin de mettre en évidence les interactions entre le méthyl orange et la structure des HDL ainsi que les éventuelles modifications chimiques induites par le processus d'adsorption.

II.2. Produits chimiques

Les produits chimiques utilisés au cours cette étude sont de qualité analytique. Ils ont été utilisés sans purification préalable. Le colorant utilisé dans cette étude est le méthyle orange et l'argile synthétique modifier est l'hydroxyde double lamellaire NiAl. Les solutions sont préparées en dissolvant les quantités requises du colorant dans de l'eau distillée.



Figure 7: Hydroxyde double lamellaire Nickel-Aluminium



Figure 8 : Méthyl orange

Tableau 5: Produits chimiques utilisés.

Chapitre II : Protocoles expérimentaux et méthodes analytiques

Propriété	Adsorbat : Méthyle orange	Adsorbant : Hydroxyde double lamellaire Ni–Al
Dénomination	Méthyle orange	Hydroxyde double lamellaire Nickel–Aluminium (Ni–Al LDH)
Appellation chimique	4-[(4-diméthylamino)phénylazo]benzènesulfonate de sodium	Hydroxyde double lamellaire Nickel–Aluminium
Famille	Colorant azoïque	Hydroxydes doubles lamellaires (LDH)
Structure	Colorant organique azoïque comportant un groupement sulfonate	Feuillets de type brucite avec des anions intercalés
Formule brute	$C_{14}H_{14}N_3NaO_3S$	$[Ni_{1-x}Al_x(OH)_2]^{x+}(A^{n-})_{x/n} \cdot mH_2O$
Masse molaire (g/mol)	327,33	Variable
Couleur / Aspect	Rouge (acide) → Jaune (basique)	Poudre verte à vert pâle
pH	3,1–4,4	Basique
λ_{max} (nm)	≈ 464	—
pKa	$\approx 3,7$	—
Surface spécifique	—	Élevée
Propriété principale	Indicateur de pH et colorant azoïque	Adsorption et échange d'anions
Décomposition thermique (°C)	≈ 300	200–600
Solubilité dans l'eau	Très soluble	Insoluble mais dispersible

Choix du l'adsorbat : colorant méthyl orange

- Leur solubilité est élevée dans l'eau
- Colorant anionique stable
- Leur structure simple facilite l'interprétation des mécanismes d'adsorption

Choix de l'adsorbant : hydroxyde double lamellaire NiAl

- Structure lamellaire spécifique composée de feuillets chargés positivement favorisant l'adsorption des colorants anioniques comme le méthyl orange.
- Capacité d'échange anionique élevée permet l'intercalation ou l'adsorption des molécules de colorant.
- Surface spécifique importante augmente les sites actifs disponibles pour l'adsorption.
- Bonne stabilité chimique et thermique adapté aux conditions expérimentales.
- Facilité de synthèse et faible coût avantage économique pour les applications environnementales.

Chapitre II : Protocoles expérimentaux et méthodes analytiques

- Efficacité reconnue dans le traitement des eaux (largement utilisé pour l'élimination des polluants organiques).

II.3. Modification par calcination des phases HDL

La calcination constitue une étape essentielle dans le traitement de l'Hydroxyde Double Lamellaire NiAl, visant à transformer la structure lamellaire hydroxylée en oxydes métalliques mixtes présentant des propriétés physico-chimiques améliorées. Le dispositif utilisé est un four tubulaire horizontal de laboratoire de marque Carbolite. L'échantillon a été placé dans un creuset en porcelaine à l'intérieur du four, puis soumis à un programme thermique contrôlé selon les conditions suivantes :

Température finale : 450°C

Vitesse de chauffage : 5°C/min

Temps de traitement : 2 h, 4 h et 6 h



Figure 9 : Four tubulaire horizontal de laboratoire (Carbolite)



Figure 10 : NiAl dans un creuset avant calcination



Figure 11 : NiAl après calcination (2h,4h,6h)

Au cours du chauffage, le matériau subit plusieurs transformations thermiques successives. Dans un premier temps, l'eau physiquement adsorbée est éliminée à basse température ($<200^{\circ}\text{C}$).

Ensuite, une déshydroxylation se produit entre 200 et 350°C , entraînant une déstabilisation progressive de la structure lamellaire. À 450°C , la structure du HDL s'effondre presque complètement, conduisant à la formation d'oxydes métalliques mixtes, principalement l'oxyde de nickel (NiO) et l'oxyde d'aluminium (Al_2O_3).

Le temps de calcination joue un rôle déterminant dans les propriétés du matériau obtenu. Après 2 heures, la transformation en oxydes est amorcée, bien que des traces de la structure initiale puissent subsister, conférant une surface spécifique élevée. En revanche, une calcination prolongée de 6 heures peut entraîner un frittage des particules et une croissance cristalline, provoquant une diminution de la surface spécifique, ainsi que la formation éventuelle de phases plus stables telles que le spinelle NiAl_2O_4 .

En conclusion, la calcination dans ces conditions permet d'obtenir un oxyde métallique mixte (MMO) doté de propriétés structurales et de surface intéressante, adaptées à diverses applications telles que l'adsorption et la catalyse.

II.4. Etalonnage du colorant model

La détermination de la concentration du colorant est effectuée par dosage spectrophotométrie UV-Vis en utilisant la loi de Beer-Lambert :

$$A = \log \frac{I_0}{I} = \xi \cdot L \cdot C$$

Chapitre II : Protocoles expérimentaux et méthodes analytiques

Avec :

A : Absorbance

ξ : Coefficient d'extinction spécifique du soluté ($\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$)

L : Épaisseur de la cellule optique (cm)

C : Concentration du soluté ($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$)

La longueur d'onde d'absorption maximale (λ_{max}) a été obtenue par balayage préliminaire entre 400 et 700 nm ; elle est égale à 464 nm.⁴⁴

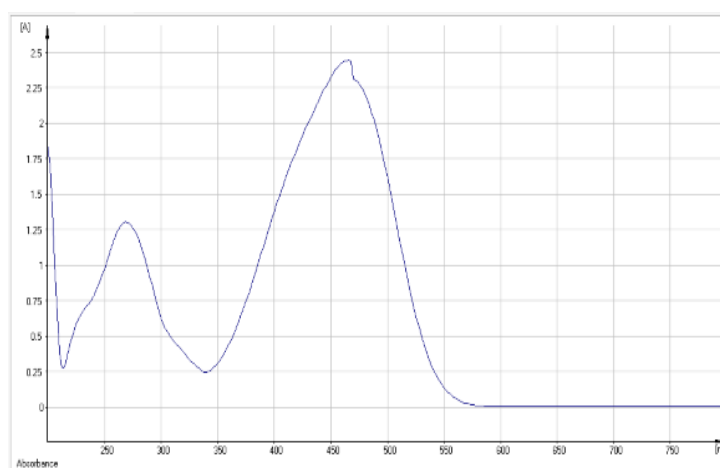


Figure 12: Spectre UV-Visible du colorant méthyle orange

Pour vérifier la loi de Beer-Lambert ($A = \epsilon \cdot l \cdot C$), nous avons tracé une courbe d'étalonnage de l'absorbance en fonction de concentration connue.

Nous avons préparé cinq solutions étalons à partir de solution mère de colorant de 25 mg/L

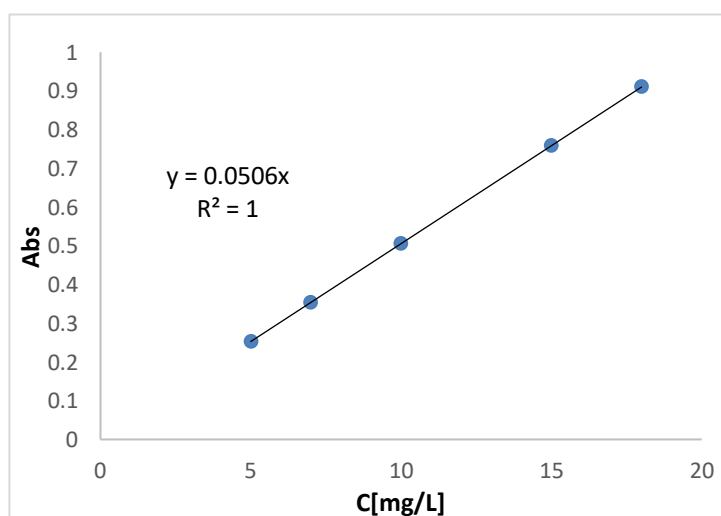


Figure 13 : Courbe d'étalonnage du méthyle orange à $\lambda_{\text{max}}=464\text{nm}$

Chapitre II : Protocoles expérimentaux et méthodes analytiques

L'équation de la droite donnant l'absorbance en fonction de la concentration du méthyle orange est : $A=0.0506x$ avec un coefficient de régression $R^2 = 1$. Cette équation sera utilisée pour calculer la concentration d'une solution donnée (en mg/l).

II.5. Etude d'adsorption du colorant sur les phases NiAl/HDL

Les essais d'adsorption ont été réalisés en utilisant une série de solutions aqueuses de méthyl orange de différentes concentrations initiales. Ces solutions ont été préparées à partir d'une solution mère obtenue par dissolution de 0,075 g de méthyl orange dans une fiole jaugée de 250 mL d'eau distillée. Pour chaque expérience, un volume déterminé de solution a été placé dans un bécher soumis à une agitation magnétique continue, puis une masse de 0,02 g d'adsorbant a été ajoutée. Les tests ont été effectués sur quatre matériaux différents : le NiAl non calciné ainsi que les échantillons de NiAl calcinés pendant 2 h, 4 h et 6 h. Après un temps de contact de 3 heures, un prélèvement de 5 mL a été effectué à l'aide d'une seringue, puis filtré sur une membrane de 0,45 μm afin d'éliminer les particules solides. La concentration résiduelle du méthyl orange dans les filtrats a ensuite été déterminée par spectrophotométrie UV-Visible à une longueur d'onde de 464 nm.

II.6. Etude cinétique de l'adsorption du colorant sur les phases NiAl/HDL

Les essais de cinétique d'adsorption ont été réalisés en mettant une masse déterminée 0.02g de NiAl non calciné et calciné (2h,4h,6h) en contact avec des solutions de méthyl orange de différentes concentrations sous agitation magnétique. Des prélèvements ont été effectués à différents temps de contact afin de suivre l'évolution de l'adsorption au cours du temps. Les échantillons prélevés ont ensuite été dilués, filtrés à l'aide d'un filtre seringue de 0,45 μm puis analysés par spectrophotométrie UV-Visible à 464 nm.

II.7. Les techniques analytiques

II.7.1. Analyse par spectrométrie UV-visible

La solution de méthyle orange a été examinée à l'aide d'un spectrophotomètre SPECORD 200 PLUS. Le pic d'absorbance du colorant se situe à une longueur d'onde de 464 nm.

Chapitre II : Protocoles expérimentaux et méthodes analytiques



Figure 14 : spectrophotomètre SPECORD 200 PLUS – 223E1769

II.7.2. Analyse par infrarouge (IR)

Le spectromètre de marque Agilent Technologies , modèle Cary 640 FTIR est un appareil utilisé pour analyser les matériaux par rayonnement infrarouge. Il permet d'identifier les groupements fonctionnels et les liaisons chimiques présents dans un échantillon solide, liquide ou poudreux.

L'appareil est constitué principalement d'une source infrarouge, d'un interféromètre, d'un porte-échantillon et d'un détecteur relié à un ordinateur pour enregistrer le spectre



Figure 15: Procédure Appareil de spectroscopie infrarouge FTIR

Chapitre III : Résultats et discussions

III.1. Introduction

L'objectif de cette étude était d'évaluer les performances absorbantes des matériaux HDL de type NiAl, non calcinés et calcinés à différentes durées, pour l'élimination du Méthyl Orange en solution aqueuse. Afin de mieux comprendre le comportement de ces matériaux, plusieurs approches complémentaires ont été utilisées, notamment l'étude des isothermes et des cinétiques d'adsorption, la modélisation par différents modèles théoriques ainsi que la caractérisation structurale par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR).

Dans cette partie, les différents résultats expérimentaux seront discutés et comparés afin de mieux comprendre les mécanismes responsables de l'adsorption du Méthyl Orange sur les matériaux NiAl et d'identifier les conditions les plus favorables à l'optimisation de leurs performances absorbantes.

III.2. Adsorption du méthyl orange sur la phase NiAl non calciné

L'isotherme d'adsorption du méthyl orange a différentes concentrations avec NiAl non calciné est représenté dans la figure 15 . Nous remarquons que l'isotherme montre une augmentation rapide de la capacité d'adsorption (q_e) lorsque la concentration à l'équilibre (C_e) augmente, suivie par l'apparition d'un plateau aux fortes concentrations. La capacité d'adsorption atteint une valeur maximale d'environ 160 mg/g, puis varie très légèrement, indiquant que les sites actifs disponibles à la surface du matériau deviennent progressivement saturés.

Cette évolution est caractéristique d'un phénomène d'adsorption favorable, où les molécules de méthyl orange occupent progressivement les sites disponibles jusqu'à l'établissement d'un équilibre entre la phase liquide et la surface de l'adsorbant. Le plateau observé suggère que le NiAl non calciné possède un nombre limité de sites d'adsorption accessibles et que la capacité maximale du matériau est pratiquement atteinte pour les concentrations les plus élevées. Ce comportement est généralement associé à une adsorption en monocouche et pourra être confirmé par la justement des données expérimentales aux modèles d'isothermes de Langmuir et de Freundlich.

Les valeurs de la capacité d'adsorption à l'équilibre (q_e) en fonction de la concentration à l'équilibre (C_e) ont été déterminées expérimentalement afin d'étudier le comportement d'adsorption du méthyle orange sur le NiAl-HDL non calciné. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau suivant et illustrés par la courbe correspondante.

Tableau 6: Valeurs de C_e et de q_e pour les matériaux NiAl/non calciné

C (mg/L)	C_e (mg/L)	q_e (mg/g)
5	0,5	3
20	1	12
100	2	30
800	20	155
1000	140	160
3000	360	156

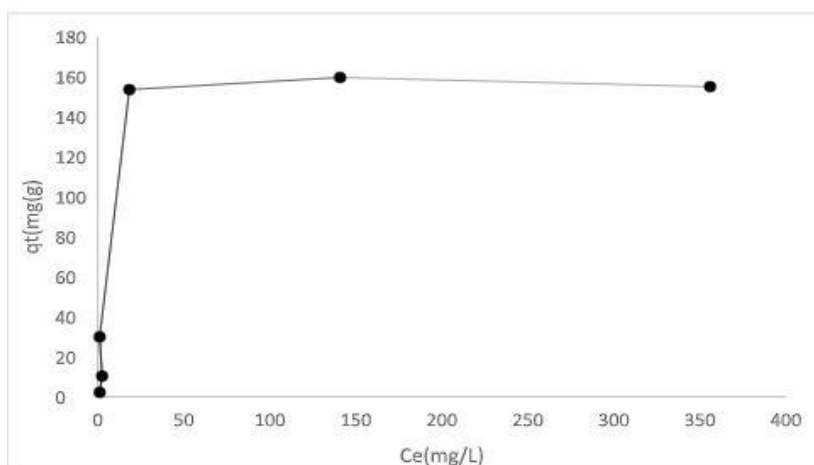


Figure 16: Adsorption de méthyle orange par NiAl non calcinée

III.3. Cinétique d'adsorption du MO Sur NiAl non calcine

La figure 16 présente les cinétiques d'adsorption du méthyle orange par le NiAl non calcine. Le profil cinétique montre une adsorption rapide durant les premières minutes ce qui traduit la disponibilité d'un grand nombre de sites actifs à la surface du matériau, la forme générale des courbes met ainsi en évidence une adsorption favorable du méthyl orange sur le NiAl et justifie le choix d'un temps de contact de 3heurs pour la suite de notre étude . Les rendements d'élimination obtenus sont de 96 % pour la solution de 50 mg/L et de 92 % pour la solution de 100 mg/L. Bien que pour la solution à 50mg/L, la capacité d'adsorption évolue à près de 48 mg/g à l'équilibre, tandis que pour la solution à 100 mg/L, elle atteint une valeur d'environ 92 mg/g. Cette différence montre que l'augmentation de la concentration initiale du méthyl orange accroît la force motrice du transfert de matière entre la solution et la surface de l'adsorbant, conduisant ainsi à une plus grande quantité de colorant adsorbée

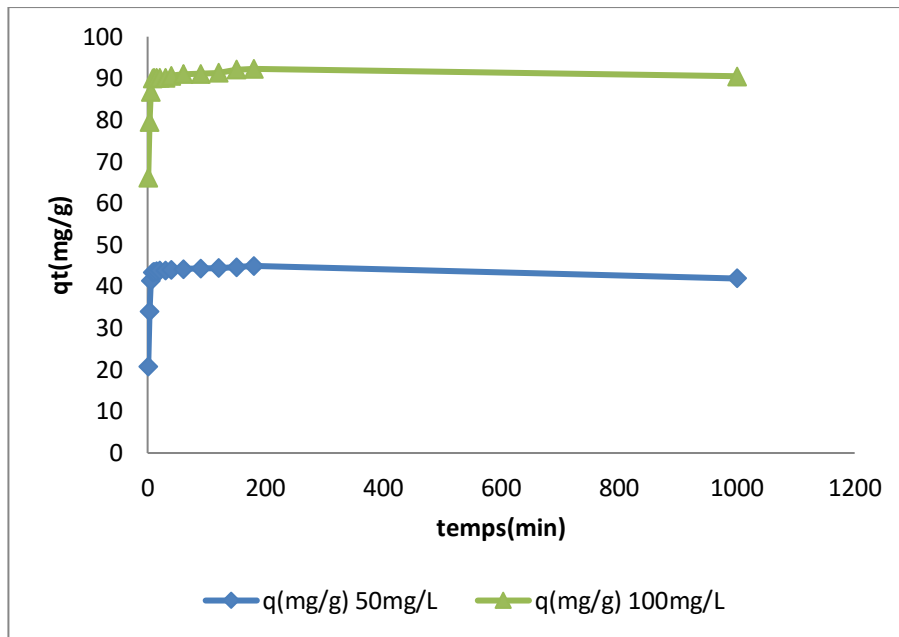


Figure 17: Cinétique d'adsorption de méthyle orange par (NiAl non calcinée)

III.4. Adsorption du méthyl orange sur les phases NiAl calcinées

Afin d'étudier l'influence de la calcination sur les performances d'adsorption du NiAl-HDL, les capacités d'adsorption à l'équilibre (q_e) ont été déterminées en fonction de la concentration à l'équilibre (C_e) pour les matériaux calcinés à 450 °C pendant 2 h, 4 h et 6 h. Les valeurs expérimentales obtenues sont présentées dans les tableaux suivants et illustrées par les graphes correspondants.

La figure 10 présente les isothermes d'adsorption du colorant model a diverses concentrations avec NiAl calcinée à (2h,4h,6h). Nous remarquons que les isothermes ont des allures générales quasiment similaires et l'analyse des isothermes expérimentales montre une augmentation progressive de la capacité d'adsorption q_e avec la concentration d'équilibre C_e , suivie d'une tendance à la saturation présentant une hétérogénéité énergétique des sites actifs.

L'adsorption est favorisée par l'augmentation du temps de contact. La forme des courbes correspond à une isotherme favorable de type I selon la classification IUPAC, traduisant une forte affinité adsorbant/adsorbat. Par ailleurs, la calcination influence significativement les quantités de colorant fixées. Les échantillons calcinés présentent généralement des capacités d'adsorption plus élevées que le matériau non calciné. Ce comportement peut être attribué à la décomposition des anions interfeuilletés et des molécules d'eau lors du traitement thermique, ce qui conduit à une augmentation de la surface spécifique et à la création de nouveaux sites actifs.

De plus, les hydroxydes doubles lamellaires calcinés possèdent la propriété de « mémoire structurale », leur permettant de reconstruire partiellement leur structure initiale en présence

Chapitre III : Résultats et discussion

d'espèces anioniques comme le méthyl orange, favorisant ainsi son adsorption. L'augmentation de la durée de calcination modifie également les performances adsorbantes du matériau. Une calcination modérée améliore généralement la capacité d'adsorption grâce à l'activation de la surface, tandis qu'une calcination prolongée peut entraîner une légère diminution des quantités adsorbées en raison d'une restructuration ou d'une réduction du nombre de sites actifs disponibles. Cette évolution met en évidence l'importance du traitement thermique dans l'optimisation des propriétés adsorbantes des phases NiAl.

Tableau 7: Valeurs de C_e et de q_e pour les matériaux NiAl/2h, NiAl/4h et NiAl/6h.

NiAl/2h

Ce (mg/L)	qe (mg/g)
1	16
8	30
15	4
80	27
110	27
155	30
210	54

NiAl/4h

Ce (mg/L)	qe (mg/g)
1	2
3	9
10	19
20	52
35	62
110	65
160	60

NiAl/6h

Ce (mg/L)	qe (mg/g)
1	0,5
8	5
45	9
70	14
125	17
220	22

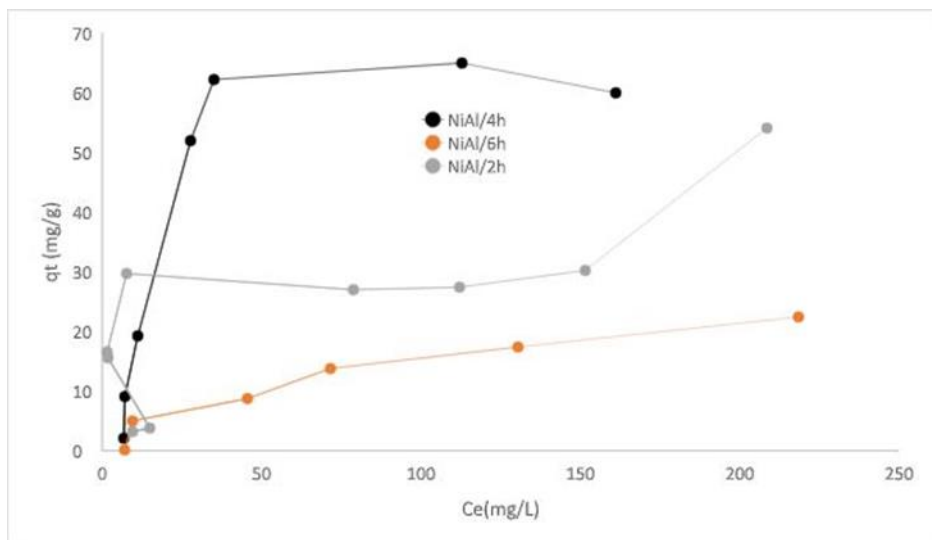


Figure 18: isotherme d'adsorption de méthyle orange par (NiAl calcinée 2h,4h,6h)

III.5. Cinétique d'adsorption du Méthyl orange sur les différents phases HDL calcinées

La Figure 14 montre que l'adsorption du méthyle orange sur le matériau NiAl calciné à 2 h est très rapide durant les premières minutes de contact. Le rendement d'élimination (Q_{exp} %) atteint rapidement une valeur comprise entre 45 et 50 %, ce qui traduit la présence d'un grand nombre de sites actifs disponibles à la surface de l'adsorbant. Après cette étape initiale, les valeurs de Q_{exp} fluctuent légèrement puis augmentent progressivement jusqu'à atteindre environ 52 % après 180 min. Au-delà de ce temps, le rendement reste pratiquement constant, indiquant que l'équilibre d'adsorption est atteint. Cette évolution suggère que le processus d'adsorption se déroule en deux étapes : une adsorption rapide à la surface externe du matériau suivie d'une diffusion plus lente des molécules de colorant vers les pores internes. Le matériau calciné à 2 h présente ainsi la meilleure capacité d'élimination parmi les trois échantillons étudiés.

Pour le matériau NiAl calciné à 4 h, le rendement d'élimination augmente rapidement au début de l'expérience et atteint environ 40–42 % après quelques minutes de contact. Cette augmentation rapide est attribuée à la forte disponibilité des sites d'adsorption en début de processus. Entre 30 et 120 min, les valeurs de Q_{exp} restent pratiquement constantes autour de 40–42 %, traduisant l'établissement progressif de l'équilibre d'adsorption. Cependant, une diminution du rendement est observée après 120 min pour atteindre environ 31 % à 240 min. Cette baisse pourrait être liée à un phénomène de désorption partielle des molécules adsorbées ou à une réorganisation des espèces adsorbées à la surface du solide.

Chapitre III : Résultats et discussion

Elle peut également résulter d'une certaine instabilité des interactions adsorbant–adsorbat au cours du temps. Globalement, cet échantillon présente une efficacité inférieure à celle du NiAl calciné à 2 h.

La Figure 16 indique que le matériau NiAl calciné à 6 h présente également une adsorption très rapide durant les premières minutes. Le rendement atteint un maximum proche de 50 % vers 5 min de contact. Par la suite, une diminution progressive de Q_{exp} est observée avec le temps, les valeurs se stabilisant autour de 30 % après 120 min. Cette diminution peut être attribuée à une désorption partielle du colorant ou à une modification de la structure du matériau provoquée par une calcination prolongée. La durée de calcination élevée peut entraîner une réduction de la surface spécifique ou une diminution du nombre de sites actifs accessibles, ce qui limite la capacité d'adsorption du matériau. L'échantillon calciné à 6 h présente donc un comportement moins favorable que celui calciné à 2 h.

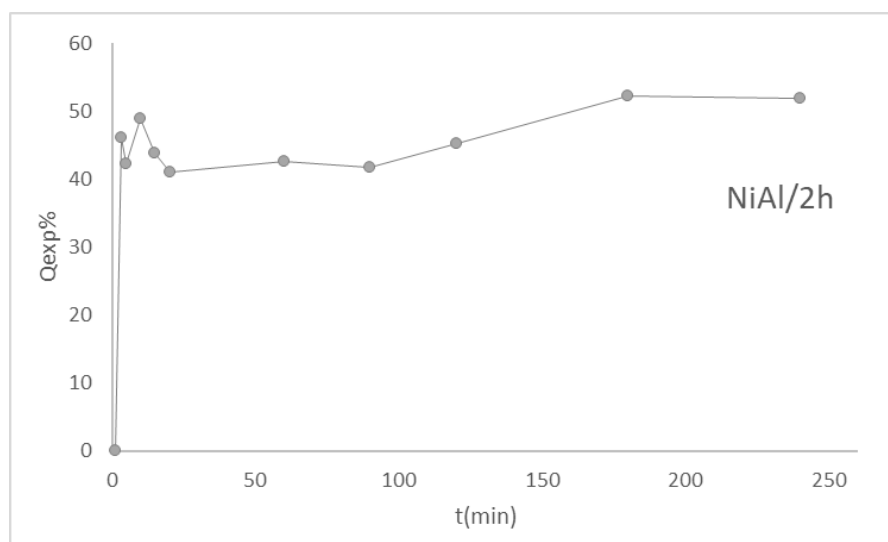


Figure 19: cinétique d'adsorption de méthyle orange 25mg/L par (NiAl calciné 2h)

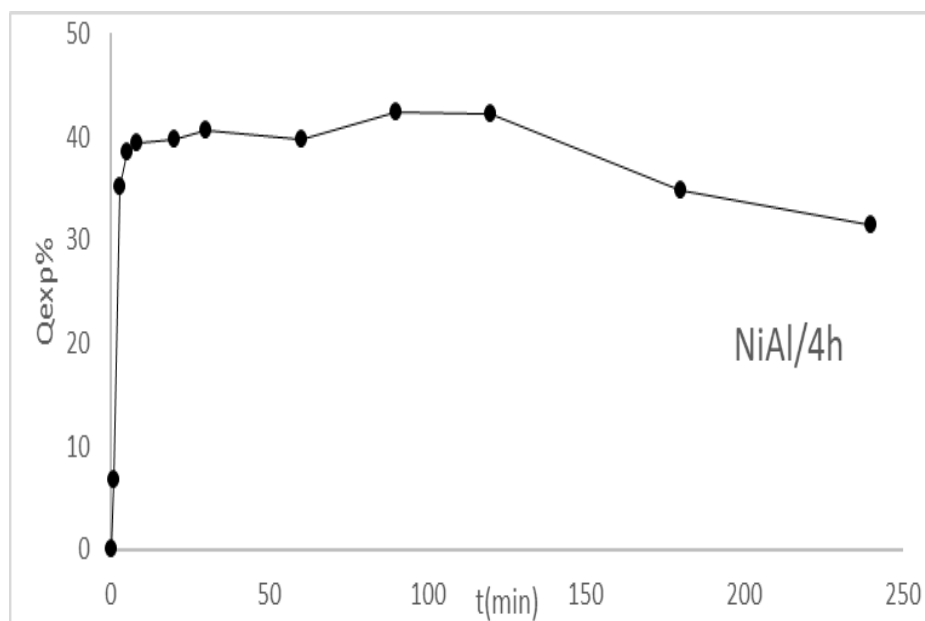


Figure 20: cinétique d'adsorption de méthyle orange 20 mg/L par (NiAl calciné 4h)

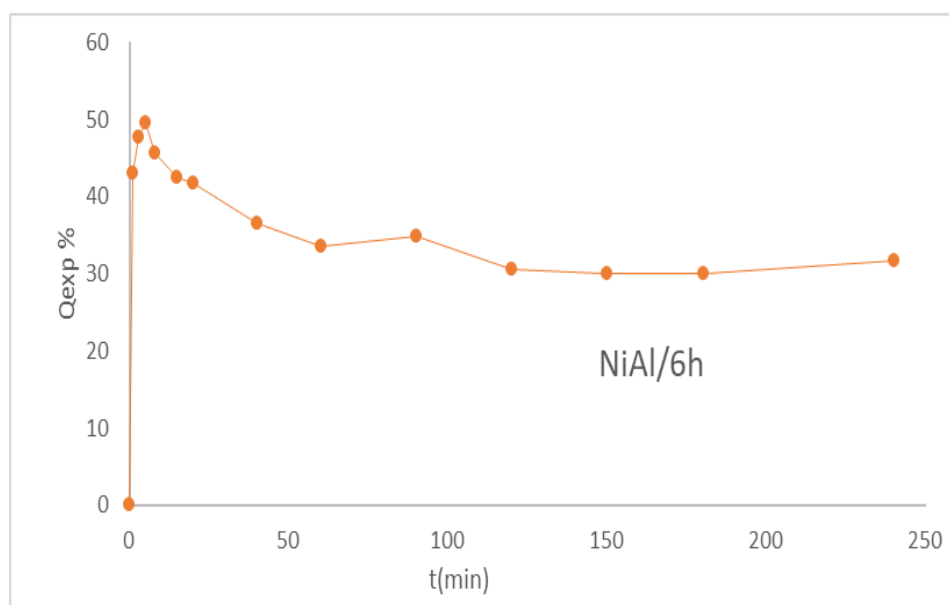


Figure 21: cinétique d'adsorption de méthyle orange 25mg/L par (NiAl calciné 6h)

III.6. Modélisation des isothermes d'adsorption

III.6.1. Modèle de Langmuir

Les constantes de Langmuir sont regroupées dans le tableau 6. Le NiAl non calciné montrent une bonne linéarité, ce qui indique que l'adsorption se fait en monocouche sur une surface homogène. La valeur élevée de $q_{\max}$ confirme la grande capacité d'adsorption du matériau et plus proche au $q_{\max}$ expérimentale et coefficient R^2 plus grand traduit les résultats expérimentaux. La constante KL relativement faible suggère une interaction modérée adsorbant-adsorbat mais suffisante pour assurer une adsorption efficace. Le matériau NiAl/2h montre un ajustement moyen avec une dispersion des points expérimentaux cela indique que l'adsorption ne se fait pas parfaitement en monocouche et la capacité d'adsorption reste modérée, ce qui peut être lié à une surface moins homogène et à un nombre limité de sites actifs disponibles. Le matériau NiAl/4h présente le meilleur ajustement au modèle de Langmuir. La valeur élevée de $q_{\max}$ montre que ce matériau possède une capacité d'adsorption importante et une meilleure affinité adsorbant/adsorbat ainsi le temps de calcination de 4h semble optimal pour améliorer les propriétés adsorbants du matériau. Le NiAl/6h présente une faible corrélation avec le modèle de Langmuir. L'absence d'un plateau bien défini suggère que l'adsorption ne suit pas totalement un mécanisme monocouche cela peut être dû à une modification de la structure de surface

La figure suivante présente la représentation linéaire de l'isotherme de Langmuir obtenue à partir des données expérimentales.

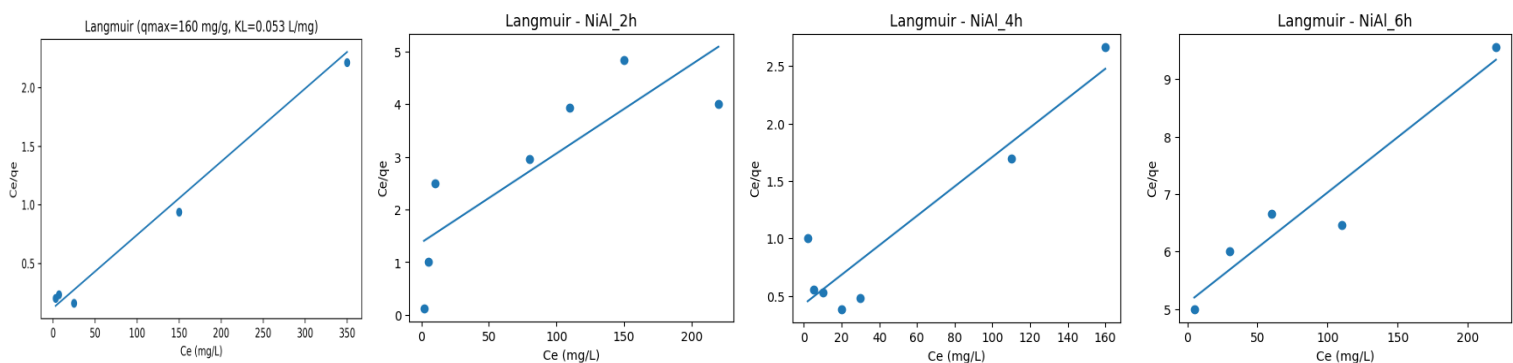


Figure 22: Représentation linéaire du modèle de Langmuir pour l'adsorption du colorant sur les matériaux NiAl non calciné et calciné (2h, 4h et 6h)

Chapitre III : Résultats et discussion

Les constantes du modèle de Langmuir ont été déterminées à partir de la linéarisation des données expérimentales. Les valeurs obtenues, ainsi que le coefficient de corrélation (R^2), sont présentées dans le tableau suivant.

Tableau 8: les constants de Langmuir

Matériau	q _{max} (mg/g)	Q _{max} (mg/g) expérimentale	K _L (L/mg)	R ²
NiAl non calciné	126.5	160	0.061	0.95
NiAl/2h	28.16	55	0.14	0.91
NiAl/4h	32.67	65	3.25	0.95
NiAl/6h	29	25	0.013	0.92

III.6.2. Modèle de Freundlich

La modélisation selon Freundlich (Tableau 7) donne des coefficients de corrélation, et les valeurs de constante K_F correspondent à la quantité fixée par les matériaux à l'équilibre. Ces résultats ne correspondent pas aux quantités fixées expérimentalement, et bien que les coefficients R^2 soient proches de l'unité pour le NiAl/6 le modèle de Freundlich ne traduit pas les résultats expérimentaux. Les faibles valeurs de R^2 obtenues pour les autres matériaux indiquent également un mauvais ajustement du modèle de Freundlich. Malgré des valeurs de n supérieures à 1 pour tous les matériaux, ce qui indique que l'adsorption du Méthyl Orange est favorable mais l'hypothèse d'une adsorption sur une surface hétérogène et multicouche ne semble pas être adaptée au système étudié. Par conséquent, le modèle de Freundlich ne permet pas de représenter convenablement le comportement d'adsorption du Méthyl Orange sur les matériaux NiAl étudiés

La figure suivante présente la représentation linéaire de l'isotherme de Freundlich obtenue à partir des données expérimentales.

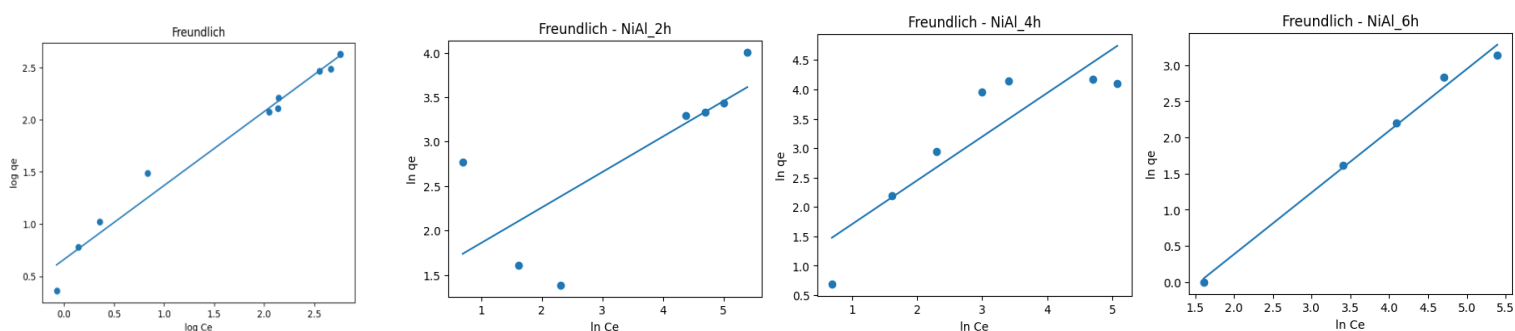


Figure 23: isotherme Représentation linéaire du modèle de Freundlich pour l'adsorption du colorant sur les matériaux NiAl non calciné et calciné (2h, 4h et 6h).

Chapitre III : Résultats et discussion

Les constantes du modèle de Freundlich ont également été calculées à partir de la linéarisation des données expérimentales. Les paramètres obtenus ainsi que le coefficient de corrélation (R^2) sont regroupés dans le tableau suivant.

Tableau 9: les constants de Freundlich

Matériau	$Q_{\max}(\text{mg/g})$ expérimentale	KF	n	R^2
NiAl non calciné	160	2.61	1.83	0.62
NiAl/2h	55	3.42	11.13	0.40
NiAl/4h	65	2.61	3.03	0.33
NiAl/6h	25	1.22	2.04	0.97

III.7. Modélisation des cinétiques d'adsorption

III.7.1. Modèle pseudo-premier ordre

L'application du modèle cinétique du pseudo-premier ordre à l'adsorption du méthyl orange sur le HDL NiAl a permis de déterminer la constante de vitesse k_1 ainsi que les coefficients de corrélation R^2 . Les valeurs de R^2 obtenues varient significativement selon les échantillons. Pour les matériaux non calcinés, notamment à 100 mg/L ($R^2 = 0.9933$), le modèle montre une bonne corrélation avec les données expérimentales, suggérant que ce modèle peut décrire partiellement la phase initiale du processus d'adsorption. En revanche, pour les matériaux calcinés, les valeurs de R^2 (0.42, 0.71 et 0.63) sont relativement faibles, indiquant un mauvais ajustement global du modèle. De plus, les constantes cinétiques k_1 ne présentent pas une évolution cohérente avec les capacités d'adsorption (q_e), ce qui limite l'interprétation physique de ce modèle. Cette absence de corrélation confirme que le modèle du pseudo-premier ordre ne permet pas de décrire l'ensemble du mécanisme d'adsorption. Par comparaison avec le modèle du pseudo-deuxième ordre, qui présente des coefficients de corrélation nettement plus élevés, il apparaît que le pseudo-premier ordre est moins adapté pour représenter la cinétique globale. Ce modèle suppose que la vitesse d'adsorption dépend du nombre de sites libres disponibles, ce qui correspond généralement à une adsorption de type physique dans les premières étapes. Ainsi, le modèle du pseudo-premier ordre peut être associé à la phase initiale rapide de l'adsorption, tandis que le mécanisme global est mieux décrit par le modèle du pseudo-deuxième ordre, impliquant des interactions plus fortes entre l'adsorbant et l'adsorbat. Donc, le modèle du pseudo-premier ordre ne fournit pas une description satisfaisante de la cinétique globale de l'adsorption du méthyl orange sur le HDL NiAl.

Chapitre III : Résultats et discussion

La figure suivante présente la représentation linéaire du modèle cinétique du pseudo-premier ordre obtenue à partir des données expérimentales.

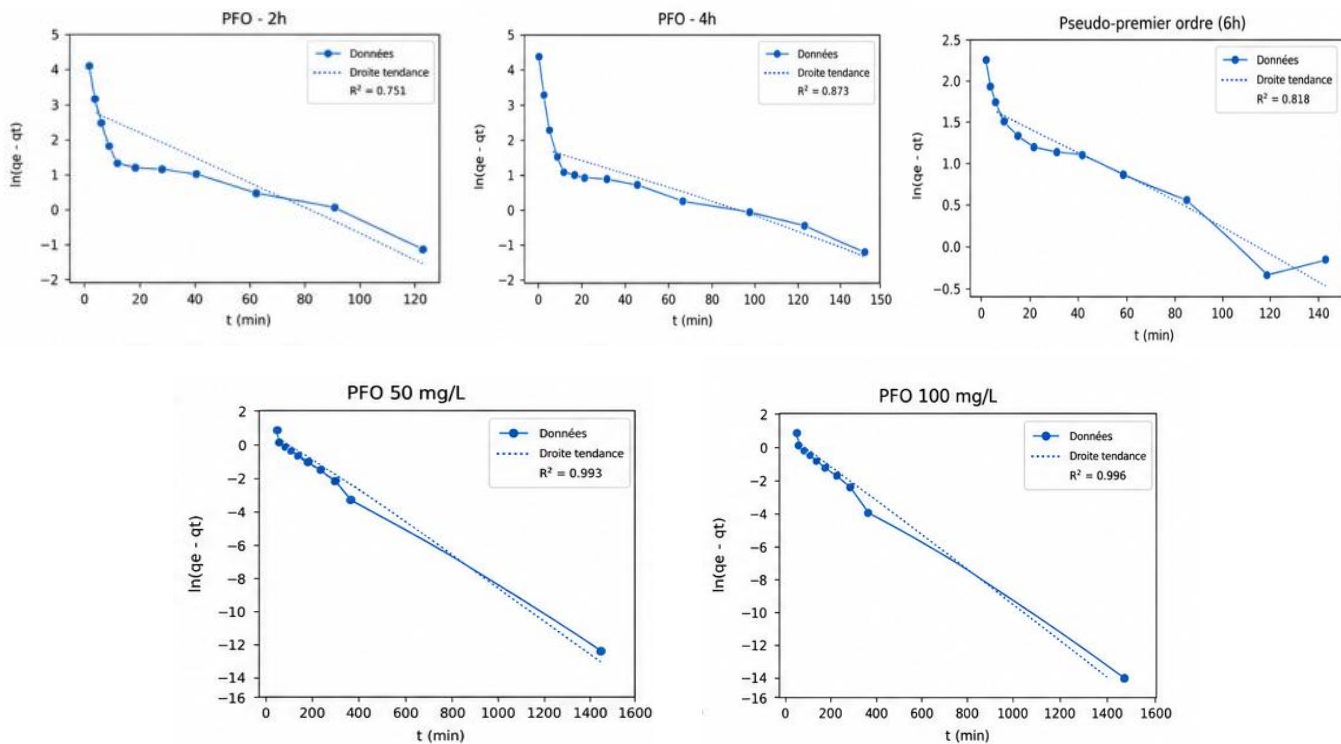


Figure 24: Modèle pseudo-premier ordre de l'adsorption du méthyl orange sur le NiAl-HDL non calciné et calciné (2h,4h,6h)

Les constantes cinétiques du modèle du pseudo-premier ordre, ainsi que le coefficient de corrélation (R^2), sont regroupées dans le tableau suivant.

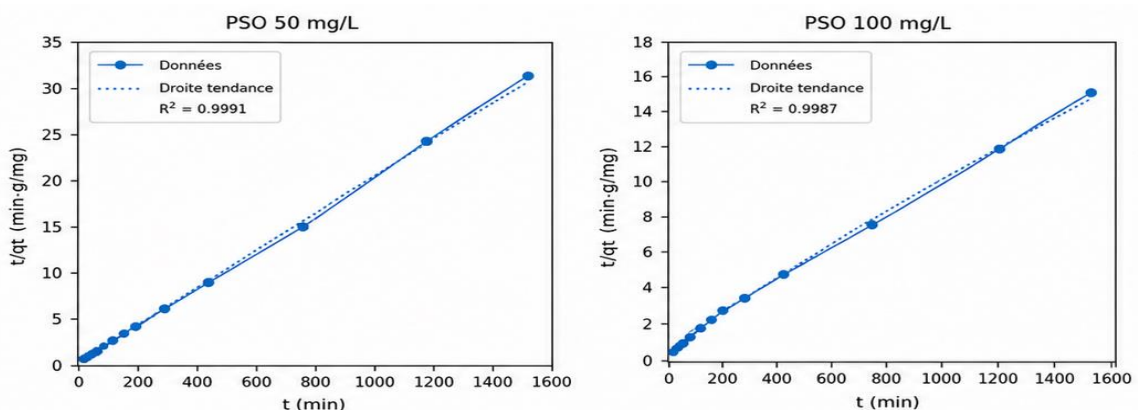
Tableau 10: les constants de pseudo premier ordre

Échantillon HDL	k_1 (min^{-1})	R^2
NiAL non calciné 50 mg/L	0.01007	0.9399
NiAL non calciné 100 mg/L	0.01038	0.9933
NiAL Calciné 2h	0.0104	0.42
NiAL Calciné 4h	0.0187	0.71
NiAL Calciné 6h	0.0152	0.63

III.7.2. Modèle pseudo- deuxième ordre

Le modèle du pseudo-deuxième ordre présente les valeurs de R^2 les plus élevées parmi les modèles étudiés avec des coefficients proches de l'unité (0.991 à 1.000). Cette bonne corrélation entre les données expérimentales et théoriques indique que ce modèle représente correctement le mécanisme d'adsorption du méthyl orange sur le HDL NiAl comme la bonne adéquation du modèle suggère que l'étape limitante de la vitesse est principalement liée aux interactions entre les molécules de colorant et les sites actifs du matériau adsorbant. Le modèle suppose que la vitesse d'adsorption est contrôlée par des interactions entre les molécules de l'adsorbat et les sites actifs de l'adsorbant disponibles et la proximité entre les capacités d'adsorption expérimentales et calculées confirme la validité de ce modèle, tel que les valeurs calculées de (q_e) sont très proches des valeurs expérimentales, ce qui confirme la validité du modèle indique que le mécanisme d'adsorption est principalement chimique et les interactions chimiques existent entre l'adsorbant et l'adsorbat et la vitesse d'adsorption dépend des sites actifs disponibles à la surface et l'échantillon calciné pendant 4 heures présente la constante cinétique (k_2) la plus élevée, ce qui traduit une vitesse d'adsorption plus rapide et une meilleure efficacité d'adsorption. Donc les valeurs très élevées de (R^2) montrent que le modèle pseudo-second ordre représente parfaitement les résultats expérimentaux. Ces résultats indiquent que le mécanisme d'adsorption est dominé par un processus de chimisorption impliquant des interactions chimiques entre le colorant et la surface du matériau. Alors que Le modèle du pseudo-deuxième ordre est le mieux adapté pour décrire la cinétique d'adsorption du méthyl orange sur le HDL NiAl et indique que les interactions adsorbat-adsorbant jouent un rôle important dans le processus d'adsorption.

La figure suivante présente la représentation linéaire du modèle cinétique du pseudo-deuxième ordre obtenue à partir des données expérimentales.



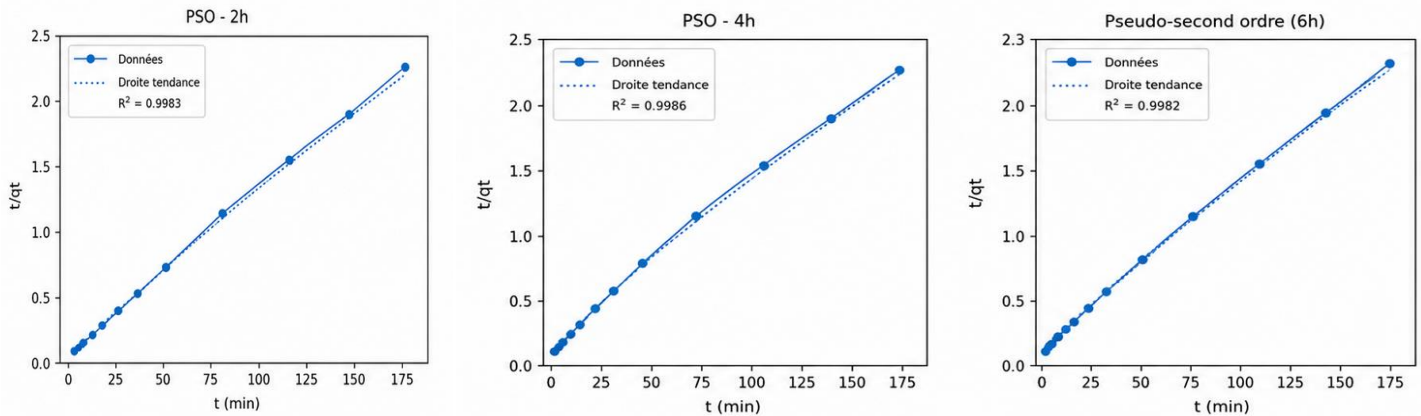


Figure 25 : Modèle pseudo-second ordre de l'adsorption du méthyl orange sur le NiAl-HDL non calciné et calciné (2h,4h,6h)

Les constantes cinétiques du modèle du pseudo-deuxième ordre, ainsi que le coefficient de corrélation (R^2), sont présentées dans le tableau suivant.

Tableau 11: les constants de pseudo deuxième ordre

Échantillon HDL	q_e (mg/g)	K_2 (g.mg ⁻¹ .min ⁻¹)	R^2
NiAL non calciné 50mg/L	44.97	0.036364	1.000
NiAL non calciné 100mg/L	92.49	0.0185	1.000
NiAL Calciné 2h	84.56	0.0031	0.995
NiAL Calciné 4h	85.02	0.0042	0.998
NiAL Calciné 6h	83.11	0.0024	0.991

III.7.3. Modèle de diffusion intraparticulaire

Le modèle de diffusion intraparticulaire de Weber–Morris a été utilisé afin d'évaluer le rôle de la diffusion dans le processus d'adsorption du méthyl orange sur le HDL NiAl. La représentation de q_t en fonction de $\sqrt{t}$ ne donne pas une droite passant par l'origine, ce qui indique que la diffusion intraparticulaire n'est pas l'unique étape limitante du processus. Ainsi que les valeurs de la constante C , toutes positives et relativement élevées, traduisent l'existence d'un effet significatif de la couche limite, confirmant la présence d'une résistance au transfert de matière à la surface externe des particules avant la diffusion dans les pores.

Par ailleurs, les coefficients de corrélation R^2 , notamment faibles pour les échantillons non calcinés (0.30 et 0.58), montrent que ce modèle ne décrit pas parfaitement la cinétique

Chapitre III : Résultats et discussion

globale, ce qui confirme l'intervention d'autres mécanismes dans le processus d'adsorption et l'adsorption se déroule ainsi en plusieurs étapes successives :

1. Migration rapide des molécules depuis la solution vers la surface externe.
2. Diffusion progressive à l'intérieur des pores.
3. Fixation sur les sites actifs jusqu'à l'équilibre.

Cette succession d'étapes est souvent caractérisée par une représentation multi-linéaire, indiquant la contribution de plusieurs mécanismes. Les valeurs de la constante de diffusion intraparticulaire (k_{id}) montrent que l'échantillon calciné à 4h présente la vitesse de diffusion la plus élevée, ce qui peut être attribué à une amélioration de la structure poreuse après calcination. Alors que la diffusion intraparticulaire intervient dans le mécanisme d'adsorption, mais elle n'est pas l'étape limitante unique, d'autres phénomènes tels que la diffusion externe et les interactions adsorbant-adsorbat jouant également un rôle important.

La figure suivante illustre la représentation linéaire du modèle de diffusion intraparticulaire de Weber–Morris obtenue à partir des données expérimentales.

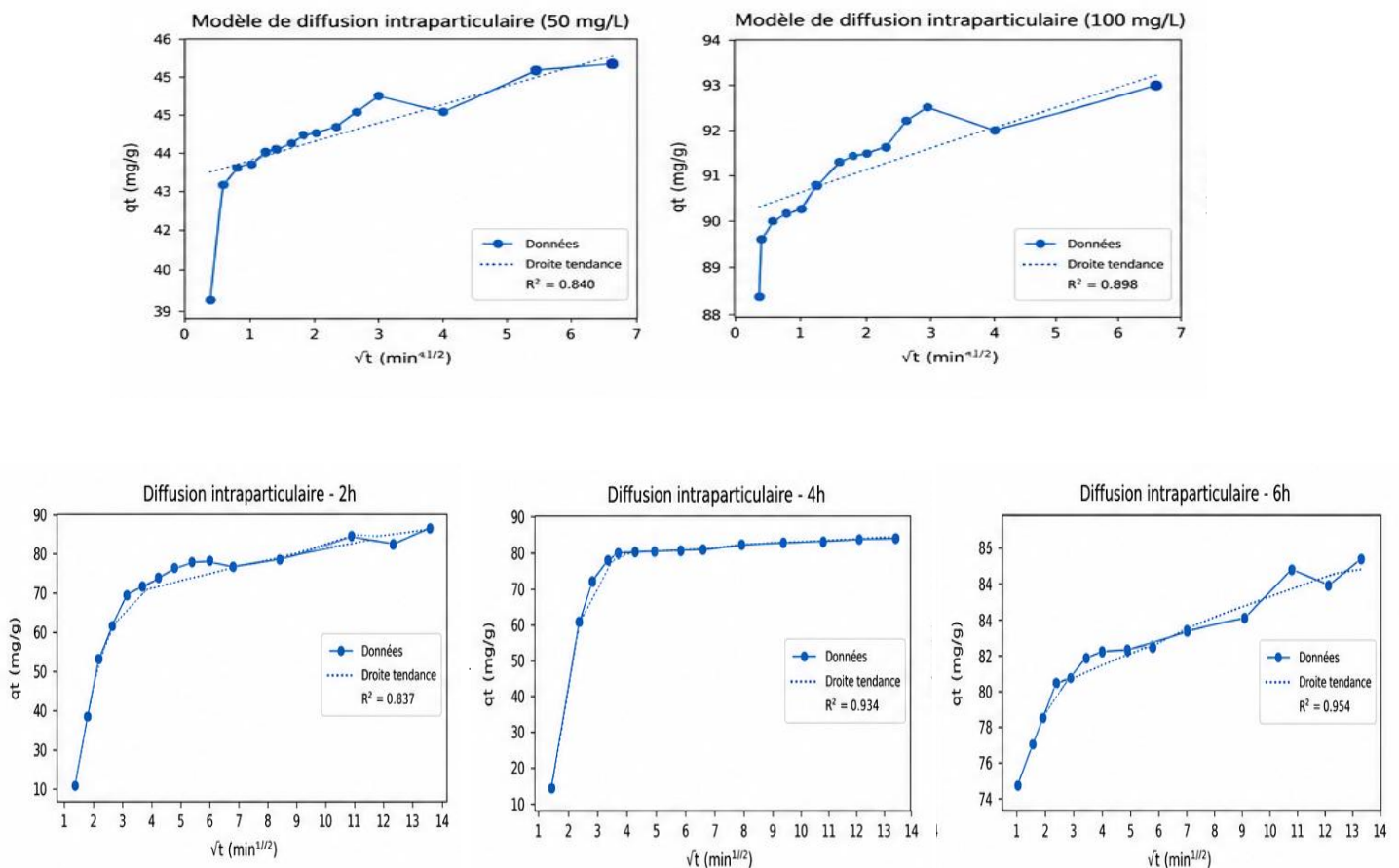


Figure 26 : Modèle diffusion intraparticulaire de l'adsorption du méthyl orange sur le NiAl-HDL non calciné et calciné (2h,4h,6h)

Les paramètres du modèle de diffusion intraparticulaire de Weber–Morris, ainsi que le coefficient de corrélation (R^2), sont présentés dans le tableau suivant.

Tableau 12: les constants de diffusion intraparticulaire

Échantillon HDL	k_{id}	c	R^2
NiAl non calciné 50mg/L	0.0743	43.11	0.3011
NiAl non calciné 100mg/L	0.0972	89.78	0.5898
Calciné 2h	1.35	70.1	0.89
Calciné 4h	1.51	71.8	0.92
Calciné 6h	1.12	68.4	0.86

III.8. Analyse FTIR du HDL après adsorption du Méthyl Orange

III.8.1. NiAl/HDL non calciné après adsorption de Méthyl Orange

Le spectre FTIR du matériau Ni–Al non calciné après adsorption du Méthyl Orange met en évidence à la fois les bandes caractéristiques du support HDL et celles du colorant adsorbé. La large bande observée à 3524 cm^{-1} est attribuée aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles O–H et de l'eau adsorbée. La bande à 1633 cm^{-1} correspond à la déformation de l'eau interfoliaire. La bande à 1378 cm^{-1} est caractéristique des ions carbonates CO_3^{2-} présents dans l'espace interfoliaire. La bande observée à 1524 cm^{-1} est attribuée aux vibrations du groupement azoïque ($-\text{N}=\text{N}-$) du Méthyl Orange, tandis que les bandes comprises entre 1193 et 1007 cm^{-1} sont associées aux vibrations du groupement sulfonate (SO_3^-). Les bandes situées à basse fréquence, notamment vers 633 et 564 cm^{-1} , correspondent aux vibrations des liaisons métalliques Ni–O et Al–O. Ces résultats confirment l'adsorption effective du Méthyl Orange sur le matériau non calciné tout en conservant la structure caractéristique du HDL.

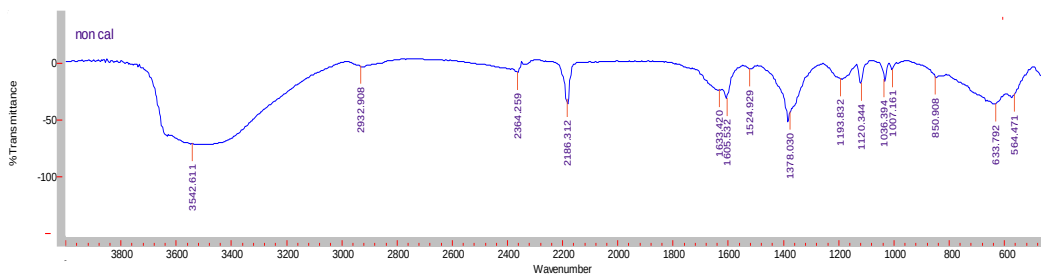


Figure 27 : Les spectres infrarouges des HDL non calciné

III.8.2. NiAl/HDL calcinés après adsorption du Méthyl Orange

Les spectres FTIR des HDL NiAl calcinés pendant 2 h, 4 h et 6 h puis utilisés pour l'adsorption du Méthyl Orange présentent des caractéristiques très similaires, traduisant la présence simultanée du support adsorbant et du colorant fixé. Dans les trois cas, une large bande située entre 3407 et 3477 cm^{-1} est attribuée aux vibrations d'élongation des groupements hydroxyles ($-\text{OH}$) et de l'eau adsorbée, tandis que la bande observée vers 2920 cm^{-1} correspond aux vibrations des liaisons C-H. Les signaux localisés autour de 2360–2363 cm^{-1} indiquent la présence de CO_2 adsorbé à la surface des matériaux. Les bandes comprises entre 1717 et 1600 cm^{-1} sont associées aux vibrations des noyaux aromatiques du Méthyl Orange ainsi qu'aux interactions entre le colorant et la surface du matériau. Les bandes caractéristiques du groupement azoïque ($-\text{N}=\text{N}-$) apparaissent autour de 1510–1517 cm^{-1} , tandis que celles situées entre 1115 et 1034 cm^{-1} correspondent aux vibrations d'élongation des liaisons S-O du groupement sulfonate (SO_3^-). La persistance des bandes vers 1380–1384 cm^{-1} révèle la présence d'ions carbonates résiduels dans la structure. Une bande supplémentaire observée autour de 710 cm^{-1} pour l'échantillon calciné à 4 h est attribuée aux déformations hors plan des cycles aromatiques du colorant. L'ensemble de ces résultats confirme l'adsorption effective du Méthyl Orange sur les matériaux calcinés, la présence persistante des groupements azoïques, aromatiques et sulfonates attestant de la fixation du colorant.

La calcination favorise la réactivité des HDL et l'adsorption du Méthyl Orange s'effectue principalement par interactions électrostatiques et par un mécanisme d'échange anionique, tout en conservant les caractéristiques structurales essentielles du matériau NiAl.

L'analyse FTIR met en évidence la présence simultanée des bandes caractéristiques du support Ni-Al et de celles du Méthyl Orange adsorbé. Les bandes attribuées aux groupements azoïques ($-\text{N}=\text{N}-$), aromatiques et sulfonates (SO_3^-) confirment la fixation du colorant sur les matériaux étudiés. La persistance des bandes liées aux hydroxyles, aux carbonates et aux liaisons métalliques Ni-O et Al-O indique que la structure du support est conservée après adsorption.

Ces résultats suggèrent que l'adsorption du Méthyl Orange implique principalement des interactions électrostatiques ainsi qu'un mécanisme d'échange anionique entre le colorant et les matériaux Ni-Al.

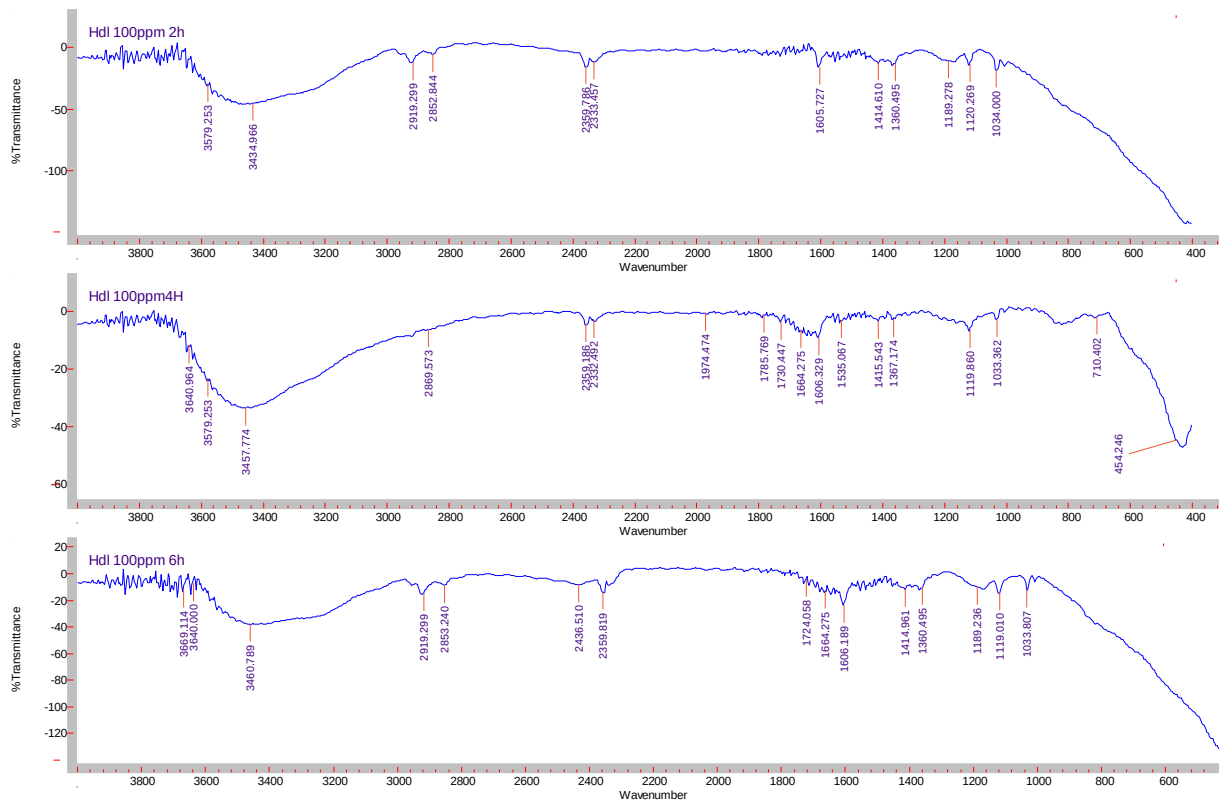


Figure 28 : Les spectres infrarouges des HDL calciné 2h/4h/6h

III.9. Conclusion

Dans ce travail, nous avons étudié l'efficacité d'un matériau argileux synthétisé de type NiAl pour l'élimination du colorant Orange de méthyle en solution aqueuse. Trois échantillons ont été préparés et calcinés à différentes durées (2 h, 4 h et 6 h) afin d'évaluer l'influence des conditions de traitement thermique sur les performances d'adsorption. Les résultats obtenus montrent que le matériau présente une capacité d'adsorption significative vis-à-vis du colorant étudié, ce qui confirme son potentiel en tant qu'adsorbant pour le traitement des eaux contaminées. L'étude comparative entre les trois échantillons a mis en évidence l'effet du temps de calcination sur la structure et, par conséquent, sur l'efficacité d'élimination du polluant.

Conclusion générale

Conclusion générale

L'objectif principal de ce mémoire était de valoriser un matériau argileux synthétisé de type **NiAl** dans le domaine du traitement des eaux, en particulier pour l'élimination des colorants organiques tels que l'Orange de méthyle.

L'ensemble des résultats obtenus à travers les études cinétiques et les essais d'adsorption a démontré que le matériau NiAl possède une bonne capacité d'élimination du colorant, confirmant ainsi son intérêt environnemental. Les différences observées entre les échantillons calcinés pendant 2 h, 4 h et 6 h montrent que les conditions de préparation influencent directement les propriétés absorbantes du matériau.

Ainsi, ce travail met en évidence le potentiel des argiles synthétiques de type NiAl comme adsorbants efficaces, économiques et prometteurs pour la dépollution des eaux usées chargées en colorants. Des études complémentaires pourraient être envisagées afin d'optimiser davantage les conditions de synthèse et d'améliorer encore les performances d'adsorption.

Dans cette perspective, des études futures pourraient être envisagées afin d'optimiser les conditions opératoires, d'approfondir l'étude des isothermes d'adsorption, ainsi que d'évaluer la réutilisation et la stabilité du matériau sur plusieurs cycles de régénération.

Enfin, ce travail ouvre des perspectives intéressantes pour l'utilisation des matériaux de type **NiAl** dans le traitement des eaux polluées par les colorants organiques, contribuant ainsi à la protection de l'environnement et au développement de solutions durables.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

1. Euratex (2024). Facts & Key Figures 2024 – European textile and clothing industry.
2. Brüscheiler BJ, Merlot C, et al. (2014). Identification of non-regulated aromatic amines of toxicological concern which can be cleaved from azo dyes used in textiles. *Regulatory Toxicology and Pharmacology*, 2014.
3. Forgacs, E., Cserhádi, T., & Oros, G. (2004). Removal of synthetic dyes from wastewaters: a review. *Environment International*, 30(7), 953–971.
4. Cardon, D. (2007). *Natural Dyes: Sources, Tradition, Technology and Science*. London: Archetype Publications.
5. Bechtold, T., & Mussak, R. (2009). *Handbook of Natural Colorants*. John Wiley & Sons.
6. Singh, R. et al. (2025). "Indigofera tinctoria: the blue gold of India's sustainable future". *Discover Sustainability*, Springer.
7. Zollinger, H. (2003). *Color Chemistry: Syntheses, Properties and Applications of Organic Dyes and Pigments*. Wiley-VCH.
8. Planck, M. (1901). *On the Theory of the Energy Distribution Law of the Normal Spectrum*. *Annalen der Physik*.
9. Lakowicz, J. R. (2006). *Principles of Fluorescence Spectroscopy* (3rd ed.). Springer.
10. Bruice, P. Y. (2016). *Organic Chemistry* (8th ed.). Pearson Education.
11. Silverstein, R. M., Webster, F. X., & Kiemle, D. J. (2005). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Wiley.
12. Banat, I. M., Nigam, P., Singh, D., & Marchant, R. (1996). Microbial decolorization of textile dye-containing effluents. *Bioresource Technology*, 58(3), 217-227.
13. *Color Chemistry: Syntheses, Properties and Applications of Organic Dyes and Pigments*, 3rd Edition, Wiley-VCH, Weinheim, 2003, pp. 20–35.
14. Zollinger, H., *Color Chemistry: Syntheses, Properties and Applications of Organic Dyes and Pigments*, 3rd ed., Wiley-VCH, Weinheim, 2003.
15. Zollinger, H., *Color Chemistry: Syntheses, Properties and Applications of Organic Dyes and Pigments*, Wiley-VCH, 2003
16. Zollinger, H. *Color Chemistry*. Wiley-VCH, 2003
17. Forgacs, E. et al. *Environment International*, 2004
18. Robinson, T. et al. *Bioresource Technology*, 2001
19. Zollinger, H. *Color Chemistry: Syntheses, Properties and Applications of Organic Dyes and Pigments*. Wiley-VCH, 2003.
20. Hunger, K. *Industrial Dyes: Chemistry, Properties, Applications*. Wiley-VCH, 2003
21. Daisuke Noguchi, *Methyl orange: A brief note on its structural changes*, Zenodo, 2024
22. Sax, N.I., & Lewis, R.J. *Hawley's Condensed Chemical Dictionary*, 15th Edition. Wiley, 2005
23. Robinson, T., McMullan, G., Marchant, R., & Nigam, P. (2001). Remediation of dyes in textile effluent: a critical review. *Bioresource Technology*, 77, 247–255
24. Foo, K.Y., & Hameed, B.H. (2010). *Insights into the modeling of adsorption isotherm systems*. *Chemical Engineering Journal*, 156(1), 2–10.
25. Robinson, T., McMullan, G., Marchant, R., & Nigam, P. (2001). *Remediation of dyes in textile effluent: a critical review*. *Bioresource Technology*, 77, 247–255
26. Rouquerol, F., Rouquerol, J., & Sing, K. (1999). *Adsorption by Powders and Porous Solids*. Academic Press
27. Erbil Kavcı. (2021). *Adsorption of Direct Red 243 dye onto clay: kinetic study and isotherm analysis*. *Desalination and Water Treatment*, 212, 452–461
28. Açıkyıldız, M., et al. (2023). *Adsorption of textile dyes onto natural clay: kinetic, equilibrium and thermodynamic studies*. *Journal of Molecular Liquids*.
29. Pajak, B. (2021). *Adsorption of reactive and acid dyes on natural and modified smectite clays*. *Applied Clay Science*.
30. Hosseinzadeh, H., & Ramin, S. (2021). *Magnetic kaolinite nanocomposite for methylene blue adsorption from aqueous solutions*. *Journal of Environmental Chemical Engineering*.

Références bibliographiques

31. Gupta, V. K., & Ali, I. (2010). *Removal of endosulfan and methylene blue from water by iron oxide coated sand*. Journal of Environmental Management, 90, 2313–2321.
32. El Haddad, M., et al. (2015). *Adsorption of dyes onto Moroccan clays: kinetics and equilibrium studies*. Journal of Materials and Environmental Science.
33. Eren, E., & Afşin, B. (2010). *Adsorption of Reactive Blue 19 dye on modified bentonite*. Journal of Hazardous Materials, 166, 830–835.
34. Gupta, V. K., & Suhas. (2018). *Application of low-cost adsorbents for dye removal – A review*. Journal of Environmental Management, 90, 2313–2342.
35. Wang, S., & Zhu, Z. H. (2010). *Adsorption of dyes on kaolinite clay minerals*. Dyes and Pigments, 75, 306–314.
36. Crini, G. (2019). *Recent developments in polysaccharide-based materials used as adsorbents in wastewater treatment*. Progress in Polymer Science, 30, 38–70.
37. Robens, E., & Jayaweera, S. A. A. (2014). *Early History of Adsorption Measurements*. Adsorption Science & Technology, 32(6), 425–442
38. Frondel, C. (1941). *The hydrotalcite group*. American Mineralogist.
39. Brindley, G. W., & Kikkawa, S. (1979). *A crystal-chemical study of Mg,Al hydrotalcite*. Clays and Clay Minerals.
40. Rouquerol, F., Rouquerol, J., & Sing, K. (1999). *Adsorption by Powders and Porous Solids*. Academic Press p(1-30)
41. Rives, V. (2001). *Layered Double Hydroxides: Present and Future*. Nova Science Publishers.
42. M.Mekhlif ben hafssa fouad. *Fixation de certaines molécules organiques polluantes des eaux(colorant victoria bleu basique) par divers adsorbants (thèse de doctorat) sidi bel abbes : université djilali liabes- sidi bel abbes ;2018-2019*
43. Mishra, G., Dash, B., & Pandey, S. (2018). "Layered double hydroxides: A brief review from fundamentals to application as evolving biomaterials." *Applied Clay Science*, 153, 172–1
44. Robinson, T., McMullan, G., Marchant, R., & Nigam, P. (2001). *Remediation of dyes in textile effluent: a critical review on current treatment technologies*. Bioresource Technology, 77(3), 247–255.

الملخص

تُعدّ صبغات الصناعات النسيجية من أهم الملوثات العضوية التي تهدد البيئة المائية بسبب ثباتها الكيميائي وصعوبة تحللها، مما يستدعي تطوير مواد فعّالة لإزالتها من المياه الملوثة. تهدف هذه الدراسة إلى تقييم قدرة هيدروكسيد مزدوج الطبقات من نوع النيكل-الألمنيوم (NiAl-HDL) على إزالة صبغة الميثيل أورانج من المحاليل المائية باستعمال تقنية الامتزاز، مع دراسة تأثير المعالجة الحرارية (الكلسنة) على أداء المادة المازة.

تمت مقارنة سلوك الامتزاز للمادة غير المكلسة مع عينات مكلسة عند 450 °م لمدة ساعتين وأربع ساعات وست ساعات. أُجريت دراسات الإيزوثرم والحركية لتحديد سعة الامتزاز وآلية انتقال الملوث نحو سطح المادة، كما استُخدمت تقنية الأشعة تحت الحمراء (FTIR) لدراسة التغيرات البنيوية والتفاعلات بين الصبغة والمادة المازة بعد عملية الامتزاز.

أظهرت النتائج أن مادة NiAl تمتلك قابلية جيدة لامتزاز صبغة الميثيل أورانج، وأن الكلسنة تؤثر بشكل ملحوظ على خصائصها السطحية وسلوكها الامتزازي. كما سمحت نماذج الإيزوثرم والحركية المستعملة بفهم طبيعة عملية الامتزاز وتحديد النموذج الأكثر توافقاً مع النتائج التجريبية. تؤكد هذه الدراسة أن هيدروكسيدات الطبقات المزدوجة القائمة على النيكل والألمنيوم تمثل مواد واعدة لمعالجة المياه الملوثة بالأصباغ العضوية.

الكلمات المفتاحية: الامتزاز، الميثيل أورانج، هيدروكسيد مزدوج الطبقات (HDL)، نيكل-ألمنيوم (NiAl)، الكلسنة، معالجة المياه، FTIR

Abstract

Water pollution caused by industrial dyes, particularly azo dyes, represents a major environmental challenge due to their chemical stability and potential toxicity. The present study aims to evaluate the adsorption performance of nickel-aluminum layered double hydroxides (NiAl-LDH) for the removal of Methyl Orange from aqueous solutions and to investigate the effect of calcination on the adsorbent properties.

Adsorption experiments were carried out using non-calcined NiAl and samples calcined at 450 °C for 2 h, 4 h, and 6 h. Adsorption isotherm and kinetic studies were performed to assess the adsorption capacity and to better understand the adsorption mechanism. Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) was employed to characterize the materials after adsorption and to identify the interactions occurring between the dye molecules and the adsorbent surface.

The results demonstrated that NiAl materials exhibit a significant adsorption capacity toward Methyl Orange and that calcination considerably affects their adsorption behavior. The applied isotherm and kinetic models provided valuable information about the adsorption process and enabled the determination of the model that best fits the experimental data. These findings highlight the potential of NiAl layered double hydroxides as promising adsorbent materials for the treatment of dye-contaminated wastewater.

Keywords: Adsorption, Methyl Orange, Layered Double Hydroxide (LDH), NiAl, Calcination, Wastewater Treatment, FTIR.

Résumé

La pollution des eaux par les colorants issus des activités industrielles, notamment les colorants azoïques, constitue un problème environnemental majeur en raison de leur stabilité chimique et de leur toxicité. Dans ce contexte, cette étude a pour objectif d'évaluer l'efficacité des hydroxydes doubles lamellaires de type nickel-aluminium (NiAl-HDL) dans l'élimination du colorant méthyl orange par adsorption, ainsi que d'examiner l'influence de la calcination sur les performances du matériau.

Les essais ont été réalisés sur le matériau NiAl non calciné et sur des échantillons calcinés à 450 °C pendant 2 h, 4 h et 6 h. Les études d'isothermes et de cinétique d'adsorption ont permis d'évaluer la capacité adsorbante du matériau et de mieux comprendre le mécanisme du processus. Une caractérisation par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) a également été effectuée afin d'identifier les interactions entre le méthyl orange et les matériaux après adsorption.

Les résultats obtenus montrent que les matériaux NiAl présentent une bonne aptitude à l'élimination du méthyl orange et que la calcination influence significativement leurs propriétés adsorbantes. Les modèles d'isothermes et de cinétique appliqués ont permis de décrire le comportement du système adsorbant/adsorbat et de déterminer le modèle le plus approprié. Cette étude met ainsi en évidence le potentiel des hydroxydes doubles lamellaires NiAl comme adsorbants prometteurs pour le traitement des eaux contaminées par les colorants organiques.

Mots-clés : Adsorption, Méthyl Orange, Hydroxyde Double Lamellaire (HDL), NiAl, Calcination, Traitement des eaux, FTIR.