

République Algérienne Démocratique et Populaire



Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université Ibn Khaldoun –Tiaret–
Faculté Sciences de la Nature et de la Vie
Département Sciences de la Nature et de la Vie

Mémoire de fin d'études
En vue de l'obtention du diplôme de Master académique
Domaine : Sciences de la Nature et de la Vie
Filière : Biotechnologie

Spécialité : Biotechnologie microbienne

Présenté par :

Saifia Mebarka
Rahmoun Imane

Thème

Elimination d'un colorant par adsorption sur un biofilm

Soutenu le 23 septembre 2021

Jury:

Présidente: Mr kadi samir
Examineur: Fettouhi Khaled

Année universitaire 2020-2021

REMERCIEMENT

Nos profondes gratitudee et nos vifs remerciements vont directement vers notre encadrante M. Sassi MOHAMED qui a bien voulu diriger ce mémoire, pour ses commentaires efficaces et pratiques, sa simplicité et sa patience.

Nos remerciements s'adressent aussi aux membres de jury qui me font l'honneur d'examiner Ce travail.

Nous exprimons nos profonds remerciements à nos enseignants de faculté S.N.V qui ont été toujours là pour nous

Nous adressons nos remerciements à tous ceux qui ont d'une manière ou D'une autre, contribué à la réussite de ce travail et qui n'ont pas pu Être cités ici.

A tous un grand merci



Dédicace

Je dédie ce modeste travail

Ames très chers parents

A mon homme

*A mon fils * AMIR **

Ames frères et mes sœurs

Aek- Aziz – Nazim – Khadija - Serine

A mes amies Hanane- Mebarka

IMANE

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail à:

A mes chers parents que nuls dédicace ne puisse exprime mes sincères sentiments qu'ont vraiment me donner la confiance et le courage pour mener à bien ce travail, et pour etre la aujourd'hui, je leur témoigne mon grand respect ma grande et profonde gratitude que dieu les protèges et les entoure de sa bénédiction .

A mes très chers frères et mes sœurs : sami , imad , mohamed, taher, ali, alaa, samia, imane, arwa, halima, zynoba

A mon fiancé Mestour Mohamed

*A tout la famille Saifia
A mes ames imane, razika*

Recevez mes plus belles reconnaissances, témoignages de mon amour et de mon estime.

MEBARKA

Liste des abréviations :

E coli : Escherichia-coli.

BM : bleu de méthylène.

DO: Densité optique.

UV-visible : Ultra-violet-visible.

ϵ : Coefficient d'extinction molaire.

C : Concentration de la solution.

l : chemin optique, longueur de la cuve d'échantillonnage.

C1 : concentration de la solution mère.

V1 : volume de la solution mère.

C2 : concentration de la solution diluée.

V2 : volume de la solution diluée.

PH : potentiel d'hydrogène.

Qe : quantité de polluant par unité de masse de l'adsorbant.

C_i : concentrations initiale.

C_e : concentrations à l'équilibre.

V : volume de la solution donné en L.

m : masse de l'adsorbant.

K_1 : Constante de vitesse de pseudo-premier ordre.

t : temps de contact.

k_2 : est la constante de vitesse de pseudo-second ordre.

Q_t : la quantité adsorbée à l'équilibre.

K_{id} : est la constante de vitesse de diffusion intra-particulaire.

Q_{max} : capacité maximale d'adsorption théorique.

K_l : constante de l'équilibre thermodynamique d'adsorption.

C_0 : la concentration initiale de l'adsorbat.

K_f : constante tenant compte de l'intensité d'adsorption.

R^2 : coefficient de corrélation.

T : Température absolue.

d : Distance inter réticulaire, c'est à dire la distance entre deux plans cristallographiques.

θ : Angle de Bragg, c'est le demi angle de diffraction des rayons X.

n : Nombre entier représentant l'ordre de diffraction.

λ : Longueur d'onde de la radiation utilisée.

Liste des tableaux :

Tableau II.1 : Matériel, appareils et produits utilisés.

Tableau II.2: Les propriétés physico-chimiques du bleu de méthylène.

Tableau II.3: caractéristiques de la souche bactérienne utilisé.

Tableau III.4: résultat de vérification de la souche bactérienne.



Liste des figures :

Figure III.1 : Observation microscopique d'E. Coli par l'objectif X 100.

Figure III.2 : courbe d'étalonnage du BM.

Figure III.3 : Effet du temps de contact sur la fixation du BM.

Figure III.3 : application du modèle de pseudo premier ordre à l'adsorption du BM par le complexe.

Figure III.4 : Application du modèle de pseudo second ordre à l'adsorption du BM par le complexe.

Figure III.5 : Isotherme d'adsorption du BM par biofilm.

Figure III.6 : application du modèle de Langmuir à l'adsorption du BM pour le complexe.

Figure III.7 : application du modèle de Freundlich à l'adsorption du BM par le complexe.

Figure III.8 : spectre DRX de l'argile.

Figure III.9: spectre DRX du complexe argile-E coli.



Liste des abréviations.

Liste des tableaux.

Liste des Figures.

Sommaire

I. Introduction générale.

Chapitre I : Matériels et méthodes.

II.1. Objectif du travail.

II.2. Date et lieu de travail.

II.3. Matériels et méthodes.

II.3.1. Matériels.

II.3.1.1. Appareillage et produits utilisés.

II.3.1.2. Définition des argiles.

II.3.1.3. Souche bactérienne.

II.3.1.4. Protocole expérimental.

II.3.2. Méthodes.

II.3.2.1. Préparation de la bactérie.

II.3.2.2. Formation du biofilm.

II.3.2.2.1. Standardisation de l'inoculum.

II.3.2.3. Spectrophotomètre UV-VISIBLE.

II.3.2.4. Détermination de la longueur d'onde maximale.

II.3.2.5. Courbe d'étalonnage.

II.3.2.6. Paramètres influençant sur l'adsorption.

II.3.2.6.1. Effet du temps de contact.

II.3.2.6.2. effet de la concentration et de la température.

II.3.2.7. Calcul des quantités adsorbées.

II.3.2.8. Modélisation des cinétiques d'adsorption.

II.3.2.8.a. Le modèle de pseudo premier ordre (PPO).

II.3.2.8.b. Le modèle pseudo-second-ordre (PSO).

II.3.2.8.c. Modèle de diffusion intra-particulaire.

II.3.2.9. Isotherme d'adsorption.

II.3.2.9.a. Modèle de Langmuir.

II.3.2.9.b. Modèle de Freundlich.

II.4. Caractérisation DRX.

Chapitre II : Résultats et discussion.

III.1. Résultats de la vérification de la souche bactérienne utilisée.

III.2. courbe d'étalonnage.

III.3. Cinétique d'adsorption.

III.3.1. Modèle de pseudo premier ordre.

III.3.2. Modèle du pseudo second ordre.

III.3.3. Modèle de la diffusion intra-particulaire.

III.4. Isothermes d'adsorption.

III.4.1. Les types des isothermes.

III.4.a. Modèle de Langmuir.

III.4.b. Modèle de Freundlich.

III.5. Analyse par DRX.

Conclusion

Références bibliographiques

Résumé



Introduction générale :



I. Introduction générale :

L'économie de l'eau pour sauver la planète et pour préserver l'avenir de l'humanité est ce que nous avons besoin maintenant. Avec la croissance de l'humanité, de la science et de la technologie, notre monde atteint de nouveaux horizons mais le coût que nous payerons dans le futur proche va sûrement être trop cher. Parmi les conséquences de cette croissance rapide est le désordre environnemental avec un grand problème de pollution. Sans compter d'autres besoins, la demande en eau a augmenté énormément avec la consommation de l'agriculture, de l'industrie et des secteurs domestiques qui consomment respectivement 70, 22 et 8% de l'eau douce disponible, ceci a eu comme conséquence la génération de grandes quantités d'eau usagées contenant un certain nombre de polluants (V.K. Gupta 2009) .

Les colorants sont parmi polluants importants, une fois dissous dans l'eau, ils seront parfois difficile à traiter car ils ont une origine synthétique et une structure moléculaire complexe ce qui constitue un risque pour notre santé et des nuisances pour notre environnement, donc il est nécessaire de limiter le plus possible ces polluants en mettant en place un moyen de traitement adapté comme une unité de décoloration. (E. Forgacs al 2004 et H.S. Rai al 2005).

Il existe plusieurs méthodes pour décolorer les effluents pollués comme la filtration membranaire, l'oxydation chimique, l'ozonation, l'échange d'ions, les méthodes électrochimiques et l'adsorption (S.Rangabhashiyamal al 2013).

La technique de l'adsorption est la méthode la plus favorable pour l'élimination des colorants. Elle est devenue une méthode analytique de choix, très efficace et simple dans son utilisation (M.J. Ahmed 2012).

Le principe du traitement par adsorption est de piéger les colorants par un matériau solide appelé adsorbant. Il existe, dans la littérature, plusieurs matériaux solides (argiles, zéolites, alumines activées, boue, biomasses, résidus agricoles, sous-produits industriels et charbon actif...) pouvant être utilisés dans des procédés de décoloration des eaux.

Les recherches sont axées sur l'utilisation des adsorbants de faible coût, disponibles localement, adsorbant biodégradable, fabriqué à partir des sources naturelles. Ces dernières années les charbons actifs synthétisés à partir des résidus d'agriculture ont été largement utilisés comme adsorbant pour traiter les effluents colorés en raison de leur structure poreuse très importante, leur grande surface spécifique et leur grande capacité d'adsorption.

La valorisation des résidus d'agriculture, sans générer de polluants est un grand défi et est recommandé pour un développement industriel durable afin de préserver l'environnement.

Tous les matériaux bon marché tels que les déchets de la biomasse : peau de pomme (F. Suárez-García al 2001) , les noyaux des dattes (M.J.Ahmed al 2012) , les noyaux d'olives(M. Berrios al 2012 et R. Ubago-Pérez al 2006) , les noyaux de pêche(A. Attia al 2008) , les épis de maïs (A.-N.A. El-Hendawy al 2001) , les grains de café (M.C Baquero al 2003) et le marc de café (G.Z.Kyzas al 2012 et A.Namane al 2005) , les déchets de thé (E.Yagmur al 2008) , la bagasse(M.Valix al 2004) , la coquille de noix de coco (J.Laine al 1989) et les noyaux d'abricot (O.Yunus 2006) avec une teneur élevée en carbone peuvent être utilisés comme précurseurs pour la production de charbon actif. Ces précurseurs sont moins chers et renouvelables par rapport au charbon actif commercial (A.L.Cazetta al 2011).

Notre travail consiste à tester au niveau du laboratoire la fixation d'un colorant modèle : le bleu de méthylène par un biofilm formé à partir d'une argile (bentonite de Maghnia) et d'une bactérie (*E coli*) et d'étudier l'effet de quelques paramètres sur l'adsorption de ce colorant.



Chapitre I :

Matériels et méthodes

II.1. Objectif du travail :

L'objectif de notre travail est d'évaluer les capacités d'adsorption d'un biofilm , formé par l'interaction entre l'argile brute stérile et *E-coli*, vis-à-vis de bleu de méthylène.

II.2. Date et lieu de travail :

Notre travail a été réalisé au niveau des laboratoires, de microbiologie et d'écologie de la faculté des sciences de la nature et de la vie, durant la période allant du 23 mai au 10 juin 2021.

II.3. Matériels et méthodes :

II.3.1. Matériels :

II.3.1.1. Appareillage et produits utilisés :

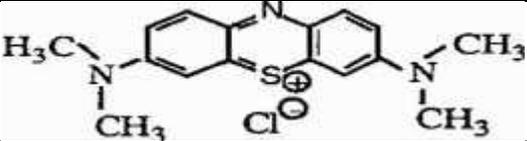
Le matériel, les appareils et les produits utilisés dans notre étude sont présentés dans le tableau (II.1) Matériel, appareils et produits utilisés.

Tableau (II.1) : Matériel, appareils et produits utilisés

Appareils	Produits	Milieu de culture	Matériel biologique	Matière première
Balance	Eau Distillée Stérile	Gélose nutritive	<i>Escherichia coli</i>	Argile de magna
Agitateur		Mac conkey		
Centrifugation	Bleu de Méthylène			
Incubateur	Alcool			
Spectrophotomètre	Huile d'immersion			
Microscope				
Bec bunsen				
Autoclave				

Dans cette étude nous nous sommes intéressés à un colorant cationique : le bleu de méthylène. La structure chimique ainsi que les propriétés physicochimiques sont présentées dans le tableau suivant :(**SAHRAOUI Hamida 2018**)

Tableau (II.2): propriétés physico–chimiques du bleu de méthylène. (SAHRAOUI Hamida 2018)

Dénomination	Bleu de méthylène ou chlorure de Tétraméthylthionine, Basic blue 9 (C.I.)
Appellation chimique	Chlorure de 3,7- bis (diméthylamino) Phénazathionium
Structure	
Apparence	Cristaux bleu foncé
Famille	Colorant basique
Formule brute	C ₁₆ H ₁₈ N ₃ ClS
Masse molaire (mg/l)	319,85
Solubilité dans l'eau (g/l) à 20°C	40
Point de fusion (°C)	180
λ _{max} (nm)	665

II.3.1.2. Définition des argiles :

En latin, l'argile est définie comme une terre grasse, mole, imperméable et résistante quand elle est imbibée d'eau et durcit à la cuisson de façon irréversible.

Les argiles sont des aluminosilicates à structure phylliteuse bidimensionnelle, ou fibreuse monodimensionnelle (S.Caillere et S.Henin Masson-Paris 1982), appartenant au groupe de phyllosilicates .

Ces phyllosilicates sont formés par un empilement de feuillets, chacun étant formé par un arrangement de deux types de couches, l'une tétraédrique (T) à base de silice, et l'autre octaédrique (O) à base d'hydroxyde d'aluminium (Nibambin Siaka Soro Juin 2003.)

Les argiles sont constituées d'un composant minéral de base (kaolinite, Montmorillonite, etc.) et des impuretés tels que le quartz, la cristobalite, la calcite, et les matières organiques (K .Jasmund, G.Lagaly Darmstadt 1992.).

II.3.1.3. Souche bactérienne :

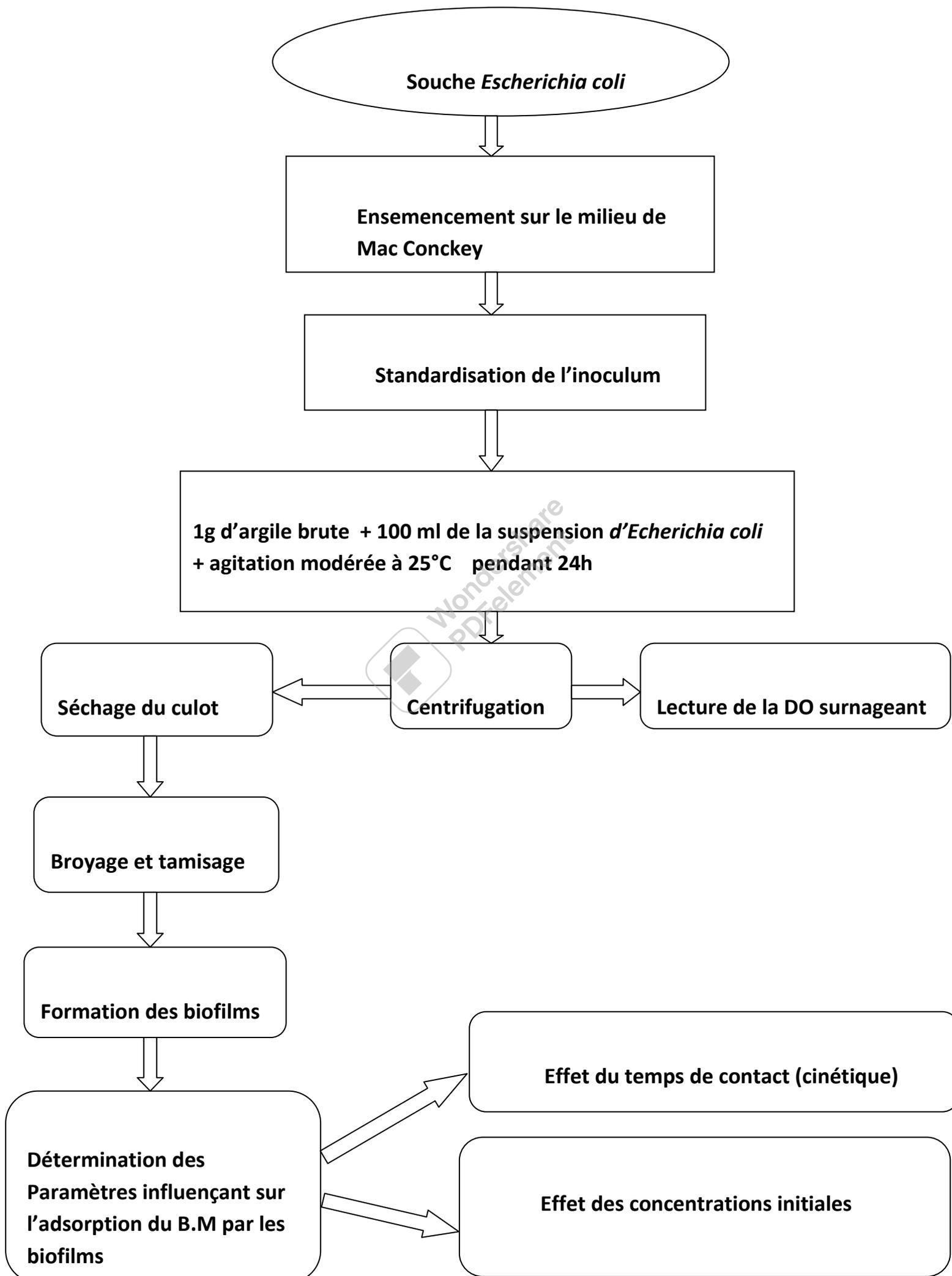
La souche bactérienne utilisée dans notre travail est une bactérie pathogène , il s'agit d'Escherichia-coli d'origine hospitalière, dont les caractéristique sont présentées dans le tableau (II.3).

Tableau(II.3): caractéristiques de la souche bactérienne utilisé.

Souche	ATCC	Coloration-Gramme	Famille
<i>Escherichia coli</i>	11775	Négatif	Entérobactérieaceae

II.3.1.4. Protocole expérimental :





II.3.2. Méthodes :

II.3.2.1 .Préparation de la bactérie :

Le germe a été ensemencé dans la gélose de Mac Conkey et incubé à 37°C pendant 24 heures. Une coloration de Gram et des tests biochimiques ont été réalisés comme étape de vérification et de confirmation. La conservation de la souche était faite sur une gélose nutritive inclinée.

II.3.2.2. Formation du biofilm :

II.3.2.2.1. Standardisation du l'inoculum :

A l'aide d'une pipette pasteur stérile, prélever des colonies bien isolées. Utiliser préférentiellement des cultures jeunes, (18-24 heures) puis les transférer dans des Erlenmeyer contenant de l'eau distillée stérile. Le mélange est soigneusement homogénéisé afin d'avoir des suspensions bactériennes ayant une turbidité équivalente à 0,5 d'étalon de Mac Ferland ou à une D.O de 0,08 à 0,13 lue à 625 nm.

Après la standardisation, la mise en contact de 0,5g d'argile brute avec 100 ml de la suspension de *E coli* sous agitation modérée et une température de 25°C pendant 24h. Après centrifugation (3000 tours/min) le culot est séché à une température ambiante et le surnageant est analysé par spectrophotométrie UV/visible.

II.3.2.3. Spectrophotomètre UV- VISIBLE :

La spectroscopie d'absorption dans l'ultraviolet et le visible est une technique dont l'évolution a été très importante au cours de ces dernières années en vue d'une mise en œuvre nettement plus aisée, plus rapide et plus performante. Elle est relativement simple et n'implique pas beaucoup de moyens complémentaires dans son utilisation, elle est très efficace en analyse qualitative et en analyse quantitative.

Loi de Beer-Lambert :

L'analyse quantitative est basée sur la loi de Beer-Lambert, lorsque la solution contient plusieurs constituants dont les spectres propres sont suffisamment différents, on peut choisir une longueur d'onde pour chacun deux (souvent la position d'un maximum d'absorption). On mesure l'efficacité d'absorber un rayonnement UV-visible par l'absorbance $A(\lambda)$ ou la transmittance $T(\lambda)$:

$$A(\lambda) = \text{Log}(I_0/I) = -\log T(\lambda)$$

Ou :

I_0 et I : sont les intensités des faisceaux incident et transmis.

La détermination de la concentration des colorants est effectuée par dosage spectrophotométrique dans le domaine du visible, en utilisant la loi de Beer-Lambert :

$$A = \text{Log} (I_0 / I) = \epsilon \cdot C \cdot l$$

Ou :

ϵ : Coefficient d'extinction molaire (mol⁻¹.cm⁻¹.L).

C : Concentration de la solution (mol/L)

l : chemin optique, longueur de la cuve d'échantillonnage (cm).

II.3.2.4. Détermination de la longueur d'onde maximale :

Pour déterminer la meilleure longueur d'onde qui donne une bonne absorption du BM, on a préparé d'abord une solution mère de 40mg /L. les analyses sont effectuées par un spectrophotomètre. Le choix de la longueur d'onde est basé sur un balayage de cette dernière.

II.3.2.5. Courbe d'étalonnage :

Pour tracer la courbe d'étalonnage de l'absorbance en fonction de la concentration de la solution du BM, une solution mère de 40mg/l a été préparée, à partir de celle-ci une série de solutions filles sont préparées en appliquant la relation suivante :

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

OU :

C1 : concentration de la solution mère (400mg/l).

V1 : volume de la solution mère.

C2 : concentration de la solution diluée.

V2 : volume de la solution diluée.

II.3.2.6. Paramètres influençant sur l'adsorption :

II.3.2.6.1. Effet du temps de contact :

Nous avons étudié la cinétique d'adsorption d'une solution du BM, (20mg/L) par 0,02g du complexe (*E. coli* et l'argile brute) en fonction du temps (1min, 5min, 10min, 15min, 30min, 45min, 60min, 90min, 120min), sous agitation modérée et à une température de 25°C. Les solutions ont ensuite subi une filtration, suivi d'une analyse du surnageant par UV-visible. Cela a été appliqué pour les différents complexes formés.

II.3.2.6.2. effet de la concentration et de la température :

Après la détermination du temps de contact, les concentrations de BM ont été variées (5mg/l, 10mg/l, 20mg/l, 30mg/l, 40mg/l) et mises en contact avec 20mg du complexe formé sous agitation modérée. Puis ces dernières ont subi une filtration, suivi d'une analyse du surnageant par UV-visible. Cela a été appliqué pour l'ensemble des complexes formés.

II.3.2.7. Calcul des quantités adsorbées :

Un calcul relativement simple permet d'obtenir les quantités de produit fixé. La quantité de produit adsorbée exprimée en (mg) de soluté par gramme de solide adsorbant est donnée par la relation suivante :

$$Q_e = (C_i - C_e) V/m$$

Où:

Q_e : quantité de polluant par unité de masse de l'adsorbant en (mg/g).

C_i : concentrations initiale en (mg/L).

C_e : concentrations à l'équilibre en (mg/L).

V : volume de la solution en (l).

m : masse de l'adsorbant en (g).

II.3.2.8. Modélisation des cinétiques d'adsorption :

Plusieurs modèles de cinétique ont été utilisés afin d'interpréter les données expérimentales, pour donner des informations essentielles sur l'utilisation du biofilm dans le domaine d'adsorption. Nous avons adopté trois modèles de cinétique : ces modèles sont : modèles de pseudo-premier-ordre (PPO), de pseudo-second-ordre (PSO) et la diffusion intra-particulaire.

a- Le modèle de pseudo premier ordre (PPO) :

L'expression est donnée par (S. Lagergren 1898) :

$$dQ_t/dt = k_1(Q_e - Q_t)$$

Où :

Q_e : Quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g).

Q_t : Quantité adsorbée au temps t (mg/g).

K_1 : Constante de vitesse de pseudo-premier ordre (min).

t : temps de contact (min).

Après intégration avec les conditions initiales $q_t = 0$ à $t = 0$, l'équation devient :

$$Q_t = Q_e (1 - e^{-k_1 t})$$

La linéarisation de l'équation précédente donne : $\ln(Q_e - Q_t) = \ln Q_e - K_1 t$

On trace $\ln(Q_e - Q_t) = f(t)$, on obtient une droite qui donne k_1 et Q_e

b- Le modèle pseudo-second ordre (PSO) :

Le modèle pseudo-second ordre (PSO) est donné par l'expression suivante (Y. S. HO, G. Mckay 1998) :

$$dQ_t/dt = k_2(Q_e - Q_t)^2$$

Où :

k_2 : est la constante de vitesse de pseudo-second ordre (g/mg.min).

La linéarisation de l'équation précédente donne :

$$t/Q_t = 1/k_2 Q_e^2 + t/Q_e$$

$h = k_2 Q_e^2$ est la vitesse initiale d'adsorption en (mg /g min).

On trace $t/Q_t = f(t)$, on obtient une droite qui donne k_2 et Q_e .

C – Le modèle de diffusion intra-particulaire :

Le modèle de diffusion intra particulaire est proposé par weber et morris. il est Représenté par l'équation suivante :

$$Q_t = K_{id} \cdot t^{1/2} + I$$

Où :

Q_t : la quantité adsorbée à l'équilibre (mg/g).

t : Le temps de contact (min).

K_{id} : est la constante de vitesse de diffusion intra-particulaire (mg/g.min^{1/2}).

L'ordonnée de l'origine, l , renseigne sur l'épaisseur de la couche limite : une grande valeur de l correspond à une couche limite épaisse.

II.3.2.9. Isotherme d'adsorption :

Plusieurs lois ont été proposées pour l'étude de l'adsorption. Elles expriment la relation entre la quantité adsorbée et la concentration en soluté dans un solvant à une température donnée. Nous rappellerons ci-dessous les principales lois utilisées.

a-Modèle de Langmuir : (H. QiuHong.2007)

Ce modèle est très utile pour l'adsorption mono moléculaire d'un soluté en formant une monocouche à la surface d'un adsorbant, ce modèle est utilisé quand les conditions suivantes sont remplies :

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

Il est décrit par l'expression suivante :

$$Q_e = Q_{\max} \frac{K_l C_e}{1 + K_l C_e}$$

Où :

C_e : Concentration à l'équilibre (mg/l).

Q_e : quantité du produit adsorbé par unité de masse d'adsorbant (mg/g).

Q_{\max} : capacité maximale d'adsorption théorique (mg/g).

K_l : constante de l'équilibre thermodynamique d'adsorption (l/mg).

La linéarisation de l'équation donne :

$$\frac{C_e}{Q_e} = \frac{C_e}{Q_{\max}} + \frac{1}{Q_{\max} K_l}$$

On obtient l'équation d'une droite de pente $(1/Q_{\max})$ et d'ordonnée à l'origine $(1/Q_{\max} K_l)$

L'équation de Langmuir peut être exprimée par un paramètre d'équilibre adimensionnel appelé, R_l défini par (M. A. Ahmad. 2011) :

$$R_l = \frac{1}{1 + k_l C_0}$$

Où :

C_0 : la concentration initiale de l'adsorbat.

Si $RL = 0$ l'isotherme est irréversible ; si $(0 < RL < 1)$ alors elle est favorable, si $(RL = 1)$ elle est linéaire et si $(RL > 1)$ elle est défavorable.

b. Modèle de Freundlich :

Le modèle empirique de Freundlich (**R. Baccar .2012**) est basé sur l'adsorption sur des surfaces hétérogènes

$$Q_e = K_f C_E^{1/nf}$$

Q_e : Quantité adsorbé à l'équilibre (mg/g).

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

K_f : constante tenant compte de l'intensité d'adsorption.

n : constante tenant compte de l'intensité d'adsorption.

Si $n=1$ adsorption linéaire, si $n < 1$ adsorption chimique et si $n > 1$ adsorption physique est favorable.

Lorsque l'adsorption suit le modèle de Freundlich, le tracé de $\ln C_e$ en fonction de C_e est une droite de pente $1/n$ et d'ordonnées de l'origine $\ln K_f$.

II.4. Caractérisation DRX :

La diffraction des rayons X (DRX), est une technique d'analyse fondée sur la diffraction des rayons X sur la matière qui doit être de structure cristalline. Elle permet la détermination des phases minérales mono- et poly cristallines. Le rayonnement incident est donné par la raie $K\alpha$ du Cu ($\lambda=1,54098 \text{ \AA}$) et par la raie $K\alpha$ du Co ($\lambda=1,7903 \text{ \AA}$). L'échantillon à analyser est sous forme de poudre déposée uniformément dans une coupelle, ou bien sous la forme d'une plaquette solide. Un faisceau de rayons X est envoyé sur cet échantillon, ces rayons vont ensuite diffractés par le matériau suivant la loi de Bragg : $2d \sin \theta = n \lambda$.

d : Distance inter réticulaire, c'est à dire la distance entre deux plans cristallographiques.

θ : Angle de Bragg, c'est le demi angle de diffraction des rayons X.

n : Nombre entier représentant l'ordre de diffraction.

λ : Longueur d'onde de la radiation utilisée.

Chapitre II :

Résultats et discussion :



Wondershare
PDFelement

III.1. Résultats de la vérification de la souche bactérienne utilisée :

Le résultat de l'observation microscopique de la souche après coloration de Gram (objectif x 100), elle est présentée dans le tableau III.4.

Tableau (III.4): résultat de vérification de la souche bactérienne.

Souche	Description
<i>Escherichia coli</i>	<i>E. coli</i> est une bactérie Gram négatif, bacille droit, non sporulé, métabolisme respiratoire et fermentaire, oxydase négative, catalase positive.

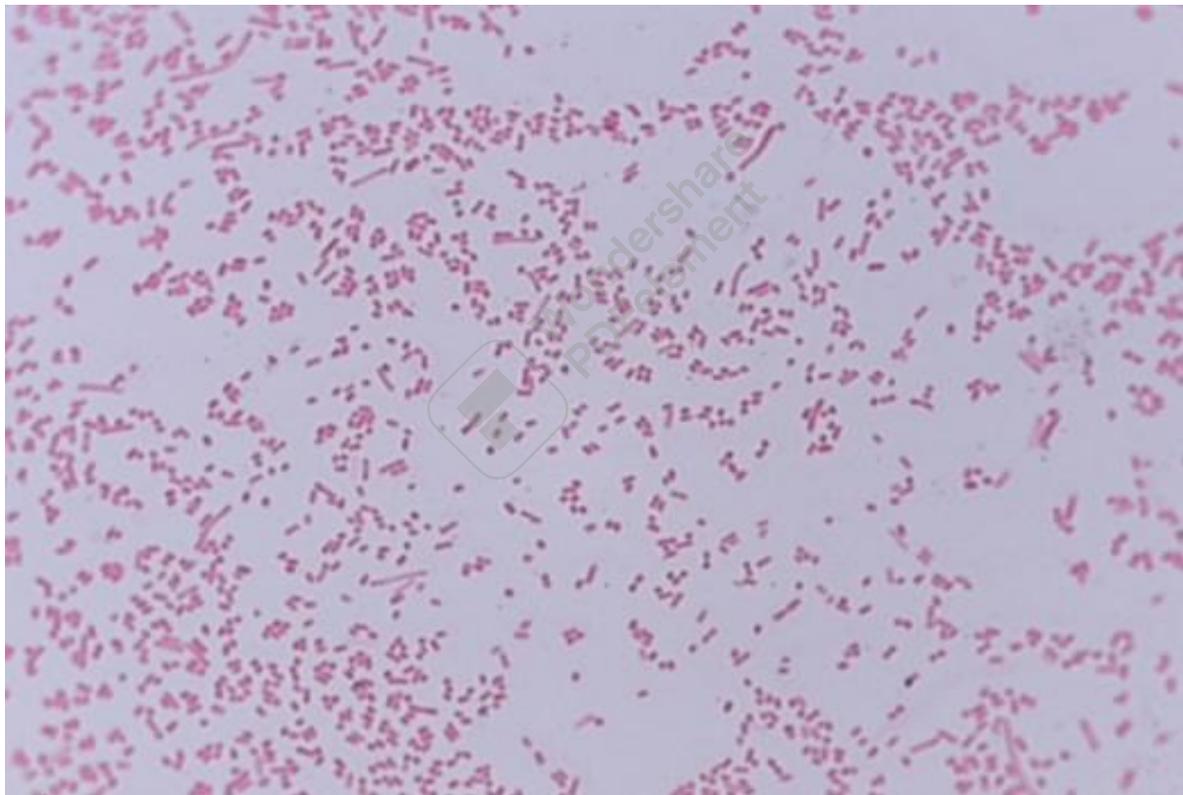


Figure III.1: Observation microscopique d'E. Coli par l'objectif X 100.

III.5. Analyse par DRX:

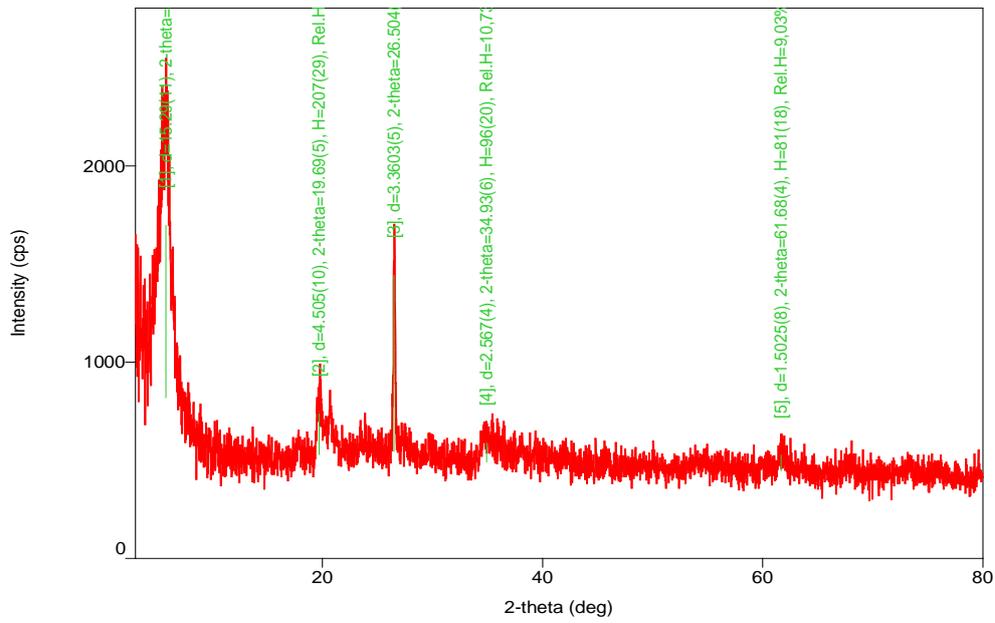


Figure III.9 : spectre DRX du complexe argile-E coli.

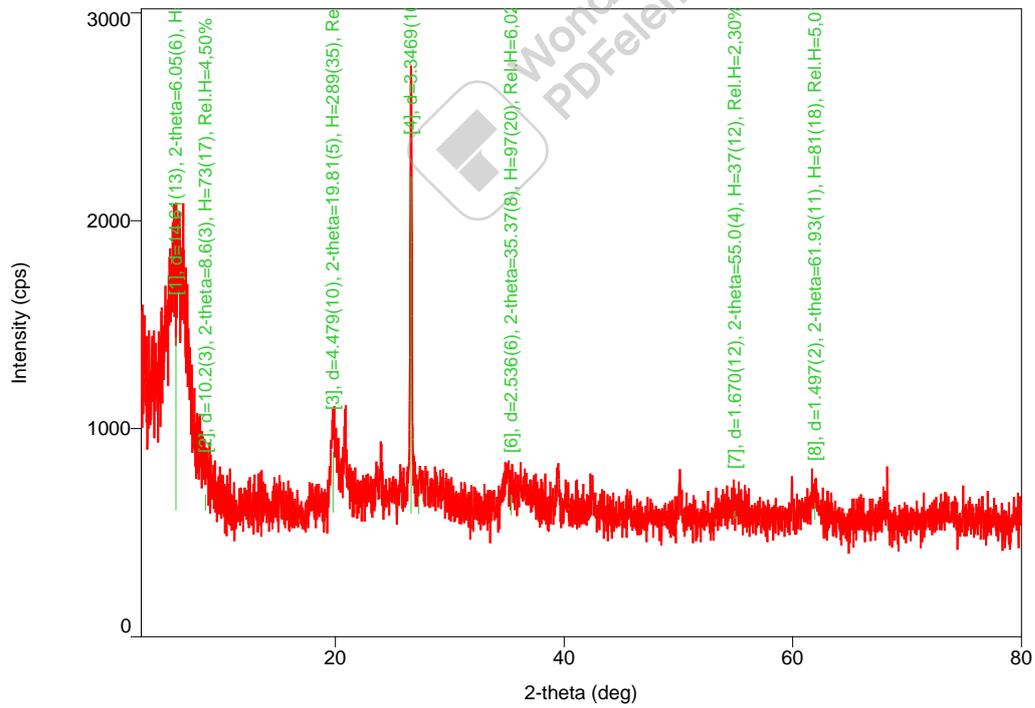


Figure III.8 : spectre DRX de l'argile.

III.2. courbe d'étalonnage :

La courbe d'étalonnage montrant l'évaluation de l'absorbance en fonction de la concentration du BM est représentée dans la figure III.2

Les valeurs obtenues, montrent qu'il y a une variation linéaire entre l'absorbance et la concentration du BM avec un coefficient de corrélation égale à $R^2 = 0,972$ suivant l'équation suivante :

$$Y = 0,133x + 0,005$$

Ou :

Y : Absorbance à $\lambda = 664 \text{ nm}$.

X : Concentration du BM en mg/l.

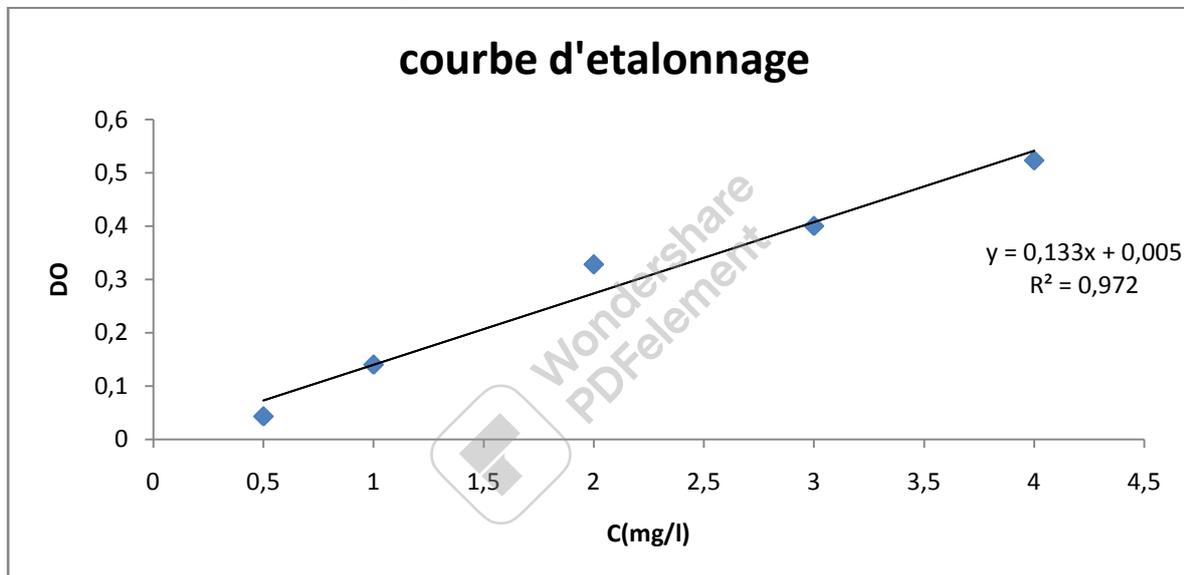


Figure III.2 : courbe d'étalonnage du BM.

III.3. Cinétique d'adsorption :

La figure III.3, représente l'évolution de la quantité adsorbée en fonction du temps.

La cinétique d'adsorption du colorant sur le complexe utilisé caractérisée par une forte adsorption du colorant dès les premières minutes de contact.

La cinétique d'adsorption est rapide pendant les 10 premières minutes de réaction ensuite elle se stabilise et reste maximale.

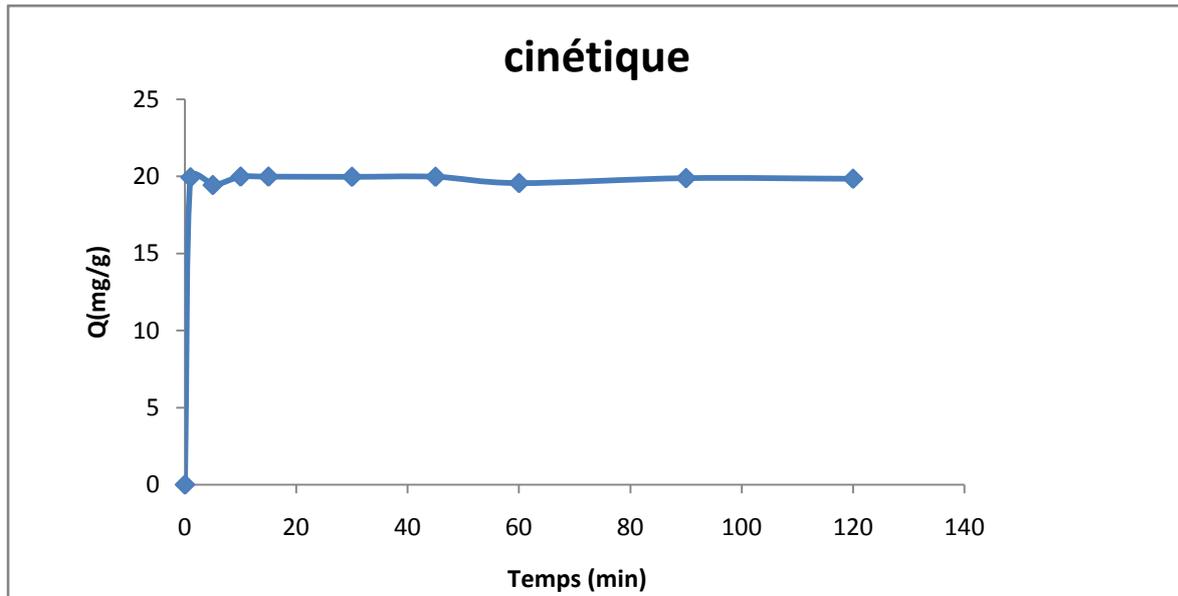


Figure III.3 : Effet du temps de contact sur la fixation du BM.

Condition : $V= 20\text{ml}$, $C=20\text{ mg/l}$, $T= 25^\circ\text{C}$

III.3.1. Modèle de pseudo premier ordre :

Le premier modèle appliqué est celui du pseudo premier ordre dont les résultats sont présentés dans la figure III.3.

Ce modèle ne convient pas dans ce cas. Une différence entre les quantités adsorbées et celles calculées, ainsi que les coefficients de corrélation est inférieur à 10.

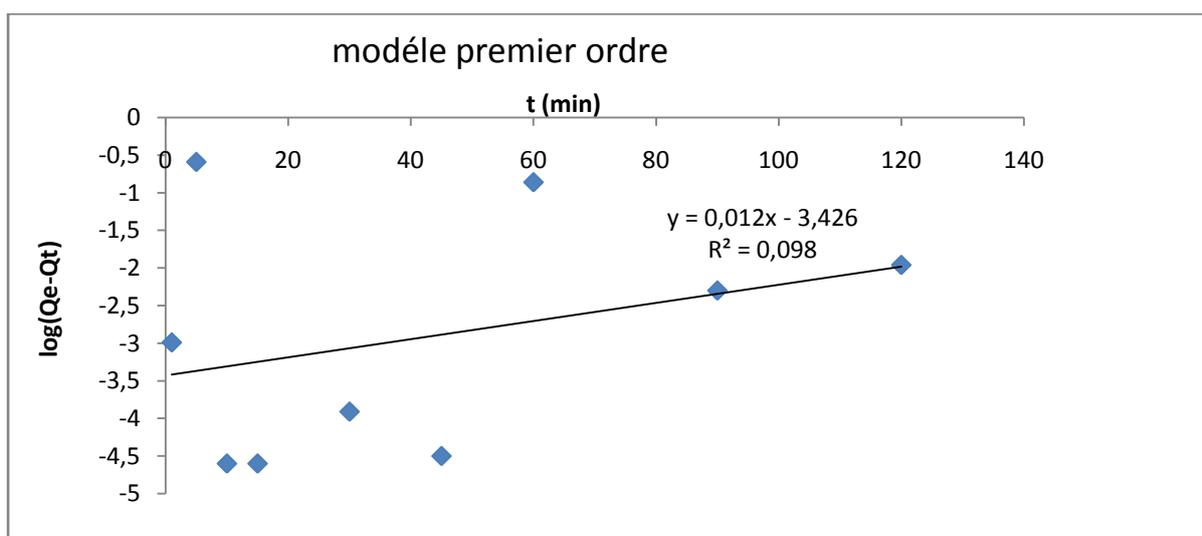


Figure III.3 : application du modèle de pseudo premier ordre à l'adsorption du BM par le complexe.

III.3.2. Modèle du pseudo second ordre :

Le second modèle appliqué est celui du pseudo second ordre dont les résultats sont présentés dans la figure III.4.

Les résultats expérimentaux concernant l'adsorption du BM montrent une bonne adéquation avec le modèle du pseudo second ordre, Le coefficient de corrélation (R^2) est de 0,99.

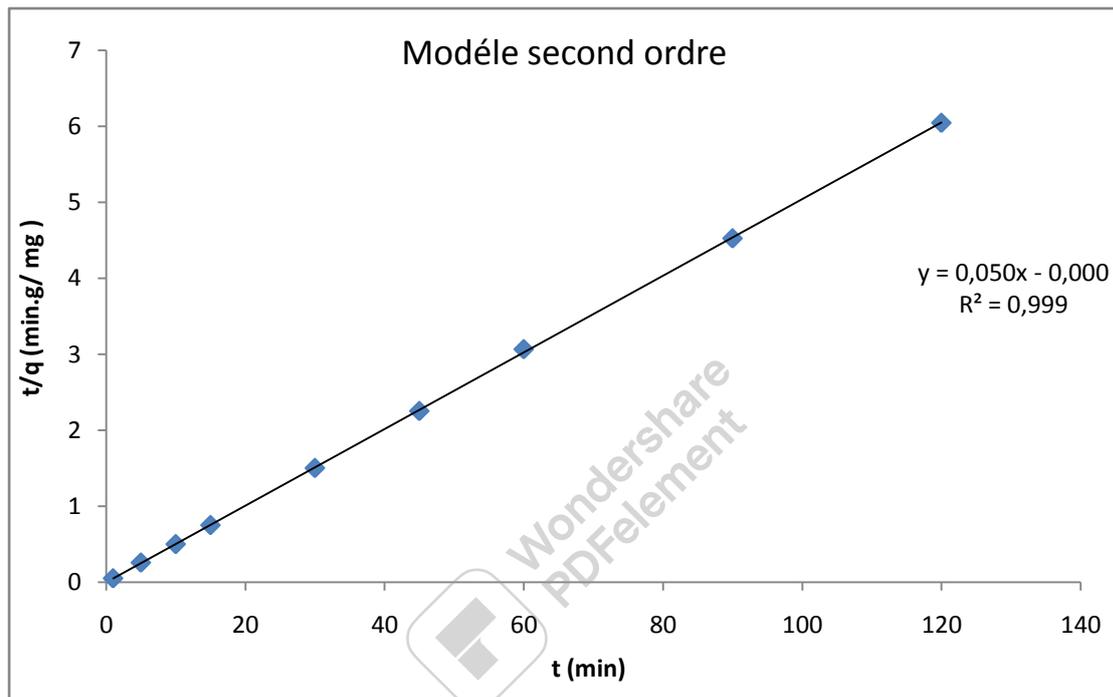


Figure III.4 : Application du modèle de pseudo second ordre à l'adsorption du BM par le complexe.

$$t/Q_t = 1/k_2 Q_e^2 + t/Q_e$$

$$y = 0,000 + 0,050 X$$

La combinaison des deux équations nous permet de déterminer Q_e :

$$1/Q_e = 0,05$$

$$Q_e = 1/0,05$$

$$Q_e = 20 \text{ mg/g}$$

Cette valeur calculée à partir du modèle de second ordre est presque égale à la valeur expérimentale (19 mg/g) ce qui confirme la validité de ce modèle.

III.3.3. Modèle de la diffusion intra-particulaire :

On a testé le modèle de diffusion intra-particulaire pour essayer de comprendre le mécanisme de diffusion du colorant mais ce dernier n'est pas valable (coefficient de corrélation est égale à 0).

III.4. Isothermes d'adsorption :

L'isotherme d'adsorption du BM à température ambiante, par le biofilm formé, est représentée sur la figure III.4, où la quantité adsorbée par gramme d'adsorbant : Q_e (mg/g) est représentée en fonction de la quantité de BM non fixée à l'équilibre.

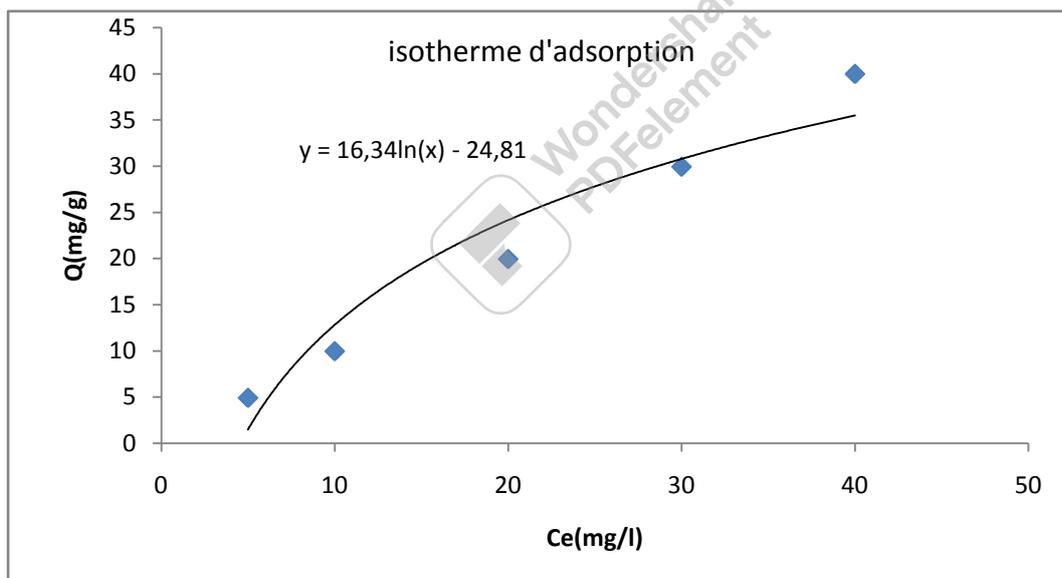


Figure III.5 : Isotherme d'adsorption du BM par biofilm.

On remarque une augmentation de l'adsorption (Q) avec la concentration du BM non fixé à l'équilibre, et d'après la courbe de tendance cette augmentation tend vers un plateau de saturation au-delà de $C_e = 30 \text{ mg/L}$.

III.4.1. Les types des isothermes :

Les isothermes d'adsorption ont été classées par Giles et al(1960) en quatre principale classes, pour les solutions diluées. L'interprétation du mécanisme mis en jeu, associé à ces isothermes, est basée sur leur pente initiale et la forme de se courbe à la forte concentration du soluté. En utilisant classification, l'isothermes expérimentale obtenue est de type L. Ce type d'isotherme est caractérisé par une pente décroissante au fur et à mesure que la concentration à l'équilibre augmente, vraisemblablement à cause de la diminution du nombre de site d'adsorption vacant, suite au recouvrement progressif de la surface du matériau. Dans ce type d'adsorption, il n'existe pas d'interaction entre les molécules adsorbées.

Nous avons testé 02 modèles :

a-Modèle de Langmuir :

La figure III.6 représente le modèle de Langmuir qui est faiblement applicable avec un coefficient de corrélation R^2 de 44,1 %.

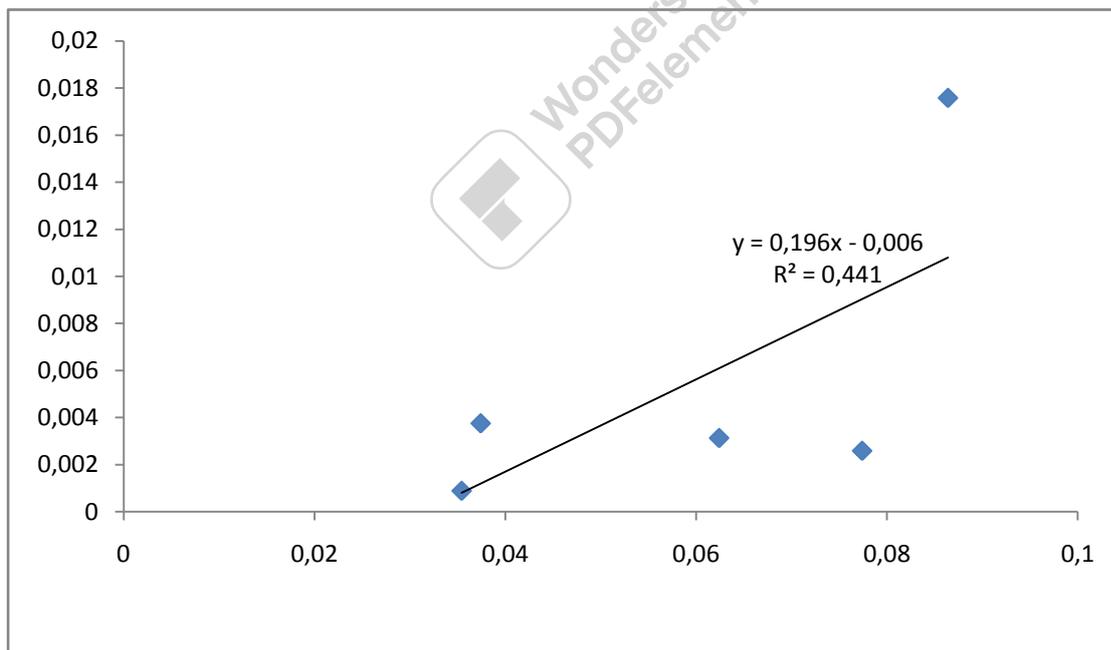


Figure III.6 : application du modèle de Langmuir à l'adsorption du BM par le complexe.

b- Modèle de Freundlich :

Lorsque l'adsorption suit le modèle de Freundlich, le tracé de $\ln Q_e$ en fonction de $\ln C_e$ donne une droite. Les paramètres de linéarisation relatifs à l'isotherme d'adsorption du BM sont représentés dans la figure III.7.

Nous remarquons que le modèle de Freundlich n'est pas applicable, $R^2 = 13,4 \%$.

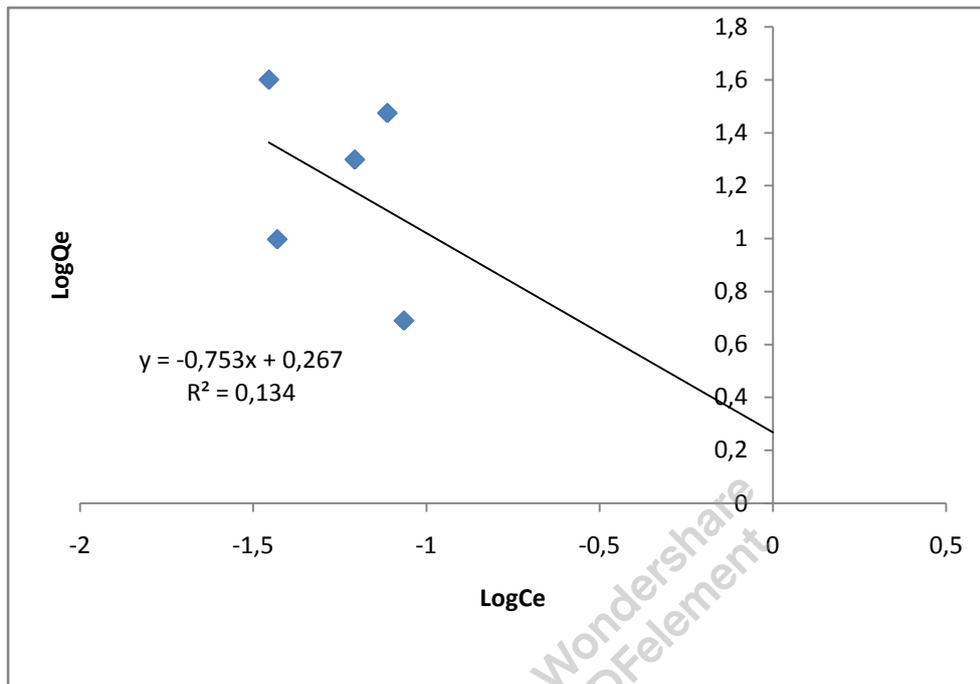


Figure III.7 : application du modèle de Freundlich à l'adsorption du BM par le complexe.

Remarque : nous pouvons dire que nos valeurs expérimentales suivent plutôt le modèle de Langmuir malgré un coefficient de corrélation d'environ 44%.

Conclusion :



Wondershare
PDFelement

Conclusion :

Le contrôle de la pollution de l'eau se présente comme un des domaines majeurs de l'activité scientifique. Les actions engagées se font par une gestion globale des effluents en privilégiant l'action de réduction de la pollution par des colorants, notamment par la mise en place de techniques telles que l'adsorption.

C'est dans cette optique que ce travail s'inscrit, en réalisant l'étude de l'adsorption du colorant cationique ; le bleu méthylène par un complexe formé par un support d'argile brute sur la quelle la bactérie *Escherichia coli* à été fixée.

A fin d'évaluer la capacité de fixation des complexes formés, nous avons exploités les différents paramètres (temps de contact et la concentration du colorant) susceptibles d'influencer sur l'adsorption du bleu méthylène.

Pour déterminer la vitesse et le mécanisme contrôlant le phénomène d'adsorption, trois modèles cinétiques ont été mises à contribution, soient les modèles de pseudo-premier ordre, pseudo-second ordre et diffusion intra-particulaire.

L'étude cinétique montre que la fixation du polluant suit parfaitement le modèle de pseudo-ordre 2. Ce dernier suggère que l'adsorption dépend du couple adsorbat – adsorbant. L'étude de l'isotherme d'équilibre montre que le modèle de Langmuir est relativement applicable par comparaison avec celui de Freundlich.



Références bibliographiques :

Références bibliographiques :

- [1] V.K. Gupta, Suhas. Application of low-cost adsorbents for dye removal – A review. *Journal of Environmental Management* 90 (2009) 2313–2342.
- [2] E. Forgacs, T. Cserhati, G. Oros. Removal of synthetic dyes from wastewaters: a review. *Environ. Int.* 30 (2004) 953–971.
- [3] H.S. Rai, M.S. Bhattacharyya, J. Singh, T.K. Bansal, P.Vats, U.C. Banerjee, Removal of dyes from the effluent of textile and dyestuff manufacturing industry: a review of emerging techniques with reference to biological treatment. *Crit. Rev. Env. Sci. Technol.* 35 (2005) 219–238.
- [4] S. Rangabhashiyam, N. Anu, N. Selvaraju. Sequestration of dye from textile industry wastewater using agricultural waste products as adsorbents. *J. of Envir. Chem. Engin.* 1 (2013) 629-641.
- [5] M.J. Ahmed, S.K. Dhedan. Equilibrium isotherms and Kinetics modeling of methylene blue adsorption on agricultural Wastes-based activated carbons. *Flui. Phas. Equil.* 317 (2012) 9-14.
- [6] F. Suárez-García, A. Martínez-Alonso, J.M.D. Tascón. Porous texture of activated carbons prepared by phosphoric acid activation of apple pulp. *Carbon* 39 (2001) 1103-1116.
- [7] M. Berrios, M. Martin, A. Martin. Treatment of pollutants in wastewater: Adsorption of methylene blue onto olive-based activated carbon. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 18 (2012) 780-784.
- [8] R. Ubago-Pérez, F. Carrasco-Marin, D. Fairén- Jiménez, C. Moreno-castilla. Granular and monolithic activated carbons from KOH-activation of olive stones. *Microporous Mesoporous Mater.* 92 (2006) 64-70.
- [9] A. Attia, B.S. Girgis, N.A. Fathy. Removal of methylene blue by carbons derived from peach stones by H₃PO₄ activation: batch and column studies, *Dyes Pigments*, 76 (2008) 282 -289.
- [10] A.-N.A. El-Hendawy, S.E. Samara, B.S. Girgis. Adsorption characteristics of activated carbons obtained from corncobs, *Colloids Surf. Physicochem. Eng. Aspects.* 180 (2001) 209– 221. [11] M.C. Baquero, L. Giraldo, J.C. Moreno, F. Suarez-Garcia, A. Martinez-

- Alonso, J.M.D. Tascon. Activated carbons by pyrolysis of coffee bean husks in presence of phosphoric acid. *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, 70 (2003) 779-784.
- [12] G.Z. Kyzas, N.K. Lazaridis, A.Ch. Mitropoulos. Removal of dyes from aqueous solution with untreated coffee residues as potential low-cost adsorbents: Equilibrium, reuse and thermodynamic approach. *Chem. Eng. J.* 189 (2012) 148-159.
- [13] A. Namane, A. Mekarzia, K. Benrachedi, N. Belhaneche-Bensemra, A. Hellal. Determination of the adsorption capacity of activated carbon made from coffee grounds by chemical activation with ZnCl₂ and H₃PO₄. *J. Hazard. Mater.* B119 (2005) 189-194.
- [14] E. Yagmur, M. Ozmak, Z. Aktas. A novel method for production of activated carbon from waste tea by chemical activation with microwave, energy. *Fuel*. 87 (2008) 3278–3285.
- [15] M. Valix, W.H. Cheung, G. McKay. Preparation of activated carbon using low temperature carbonization and physical activation of high ash raw bagasse for acid dye adsorption, *Chemosphere*. 56 (2004) 493–501.
- [16] J. Laine, A. Calafat, M. Labady. Preparation and characterization of activated carbons from coconut shell impregnated. *Carbon* 27 (1989) 191-195.
- [17] O.Yunus, Kinetics of adsorption of dyes from aqueous solution using activated carbon prepared from waste apricot. *J. Hazard. Mater.* B 137 (2006) 1719-1728.
- [18] A. L. Cazetta, A. M.M. Vargas, E. M. Nogami, M. H. Kunita M. R. Guilherme, A. C. Martins, T. L. Silva, J. C. G. Moraes, V. C. Almeida. NaOH-activated carbon of high surface area produced from coconut shell: kinetics and equilibrium studies from the methylene blue adsorption. *Chem. Eng. J.* 174 (2011) 117-125.
- [19] S. Langergren, Zur theorie der sogenannten adsorption geloster stoffe. *Kungliga svenska, vetenskapsakademiens Handlingar*, 24 (1898) 1-39.
- [20] Y. S. HO, G. Mckay. Sorption of dye from aqueous solution by peat. *Chem. Eng. J.* 70 (1998) 115-154.
- [21] H. Qihong, X. Zhiping, Q. Shizhang, F. Haghserht, G. Michael-Wilson, L. Qing. A novel color removal adsorbent from heterocoagulation of cationic and anionic clays, *J. Colloid. Inter. Sci.*, 308 (2007) 191-199.

- [22] M. A. Ahmad, N. K. Rahman. Equilibrium, Kinetics and thermodynamic of Remazol Brilliant Orange 3R dye adsorption on coffee husk-based activated carbon. Chem. Eng. J. 170(2011)154-161.
- [23] R. Baccar, M. Sarra, J. Bouzid, M. Feki, P. Blanquez. Removal of pharmaceutical compounds by activated carbon prepared from agricultural by-product. Chem. Eng. J. 211-212 (2012) 310-317.



Résumé

La demande croissante des adsorbants utilisés dans les procédés de protection de l'environnement fait que leur prix coûte de plus en plus cher ce qui suscite une recherche complémentaire pour la fabrication de nouveaux matériaux adsorbant moins coûteux à partir de matières qui ne sont pas classiques, concrètement à partir de la biomasse.

Dans ce travail, nous avons étudié l'adsorption du colorant organique, BM sur des biofilms synthétisés à partir de l'argile brute et sur la quelle la bactérie *Escherichia coli* a été fixée. La première partie concerne la vérification de la souche bactérienne, la caractérisation du biofilm formé par DRX ainsi que la détermination de la courbe d'étalonnage du colorant. En second lieu une série d'expérience a été réalisée afin d'étudier l'influence de certains paramètres sur la capacité d'adsorption tels que : la concentration initiale du colorant et l'étude cinétique de sa fixation. Les résultats obtenus montrent que la cinétique d'adsorption est bien décrite par le modèle de pseudo second ordre et le modèle de Langmuir est relativement applicable.

التلخيص

أدى الطلب المتزايد على الممتزات المستخدمة في عمليات حماية البيئة إلى جعل سعرها أعلى وأكثر تكلفة ، مما يستدعي إجراء المزيد من الأبحاث لتصنيع مواد ماصة جديدة وأقل تكلفة من مواد غير تقليدية ، وتحديدًا من الكتلة الحيوية. على الأغشية الحيوية المركبة من الطين الخام والتي تم تثبيت بكتيريا BM درسنا في هذا العمل امتزاز الصبغة العضوية عليها ، وتم إجراء سلسلة من التجارب لدراسة تأثير بعض المتغيرات على الامتزاز. السعة *Escherichia coli* مثل: كتلة المادة الماصة ، ودرجة الحموضة ، ووقت التلامس ، ودرجة الحرارة والتركيز الأولي للصبغة. وأظهرت النتائج التي تم الحصول عليها أن حركية الامتزاز موصوفة جيدًا بواسطة نموذج الدرجة الثانية الزائفة.

Summary

The growing demand for adsorbents used in environmental protection processes has made their price more and more expensive, which prompts additional research for the manufacture of new, less expensive adsorbent materials from materials that are not conventional. , specifically from biomass. In this work, we studied the adsorption of the organic dye, BM on biofilms synthesized from the radClay and on which the bacterium *Escherichia coli* was fixed. A series of experiments was carried out in order to study the influence of certain parameters on the adsorption capacity such as: the mass of adsorbent, ph, the contact time, the temperature and the initial concentration of the dey. The résultat

obstine show That the adsorption kinetics are Wells described by the pseudo second order model.



