

République Algérienne  
Démocratique & Populaire

Ecole Normale Supérieure  
De L'Enseignement  
Technologique  
-Skikda-



Ministère De L'Enseignement Supérieure  
& De La Recherche Scientifique



Département De Technologie  
Génie Des Procédés

Mémoire présenté en vue de l'obtention  
Du Diplôme de P.E.S.T.

# BIOSORPTION Du Colorant Violet De Méthyle (MV2B) En Milieux Aqueux Par les Fibres de Jute Alcalinisées: OPTIMISATION Des Facteurs Influentes Par Un Plan Factoriel Complet

Thème

Présenté Par.



BENHASSINE Ouassima.  
DERROUICH Rayane.



Jury de Soutenance.

Pr. KHORIEF Abd el malek. \_\_\_\_\_ (Président)  
Dr. ALOUI Amel. \_\_\_\_\_ (Encadrante)  
Dr. BOULEMCHÉ Hakima. \_\_\_\_\_ (examinatrice)  
Dr. DJILALI iméne. \_\_\_\_\_ (Examinatrice)



Juin 2024

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ  
وَالْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ

قَالَ قَرَأَ الْقُرْآنَ  
وَأَتَى الْبَيْتَ الْحَرَامَ  
وَأَتَى الْمَسْجِدَ الْحَرَامَ  
وَأَتَى الْمَسْجِدَ الْحَرَامَ

# Remerciement.



﴿دَعَاهُمْ فِيهَا سُبْحَانَكَ اللَّهُمَّ وَتَحِيَّتُهُمْ فِيهَا سَلَامٌ ۖ وَأٰخِرُ دَعْوَاهُمْ أَنِ الْحَمْدُ لِلَّهِ رَبِّ الْعَالَمِينَ﴾

*Tout d'abord, nous voulons remercier le **Dieu** le tout-puissant de nous accorder santé, force, volonté et détermination afin d'accomplir ce modeste travail.*

*Nous tenons à exprimer notre profonde gratitude à **Mme Aloui Amel** pour avoir accepté de nous encadrer et de nous guider tout au long de ce travail. Nous la remercions sincèrement pour sa disponibilité, son sérieux, ses précieux conseils, ainsi que pour son aide et sa patience dans la réalisation de ce mémoire.*

*Nous remercions vont également les membres du jury :*

- *Pr. Khorief Abd el malek (président)*
- *Dr. Boulemche Hakima (examinatrice)*
- *Dr. Djilali iméne (examinatrice)*

*D'avoir accepté présider et évaluer notre modeste travail.*

*Nos remerciements vont également à toute l'**équipe de laboratoire** de chimie d'ENSET Azzaba **Fares** et **mohamed** qui nous a facilité la tâche pratique pour mener à bien ce travail.*

*Nos vifs remerciements vont également à nos enseignants pendant tout notre parcours qui ont perfectionné notre connaissance théorique et pratique durant les cinq ans, et spécialement **Dr. BENDJAFALL HACENE** et sa femme **Mamine Hadjer** et **Dr. kram khirredine** pour leur aide, leurs conseils et leurs précieuses informations.*

*Et sans oublier de remercier le directeur de l'école supérieure Normale d'enseignement technologique Skikda monsieur **BOUDJAADAR DJAMEL** et le chef de département de technologie **Dr. RAHMOUNI SALIH** et son personnel administratif **DJAMEL, MERIEM** et **CHAHRA***

*Nos **parents**, pour leur soutien constant et leurs encouragements.*

*Enfin nous exprimons notre reconnaissance envers les amis et les collègues qui nous ont apporté leur soutien moral et intellectuel tout au long de notre démarche.*

*Enfin nous exprimons notre reconnaissance à **toute personne** qui a contribué de près ou de loin au bon déroulement de ce travail.*

# Dédicace.



*Je dédie du profond de mon cœur ce mémoire :*

*A mon père **Omar**, je tiens à te dire merci du fond du cœur pour ton soutien inconditionnel tout au long de mon parcours. Autant de phrases et d'expressions aussi éloquentes soit-elle ne sauraient exprimer ma gratitude et ma reconnaissance. Tes encouragements constants, tes sages conseils et la présence rassurante ont été pour moi des sources d'inspiration et de motivation sans pareil. Tu as su m'inculquer le sens de la responsabilité, de l'optimisme et de la confiance en soi face aux difficultés de la vie. Tes conseils ont toujours guidé mes pas vers la réussite. Ta patience sans fin, ta compréhension et ton encouragement sont pour moi le soutien indispensable que tu as toujours su m'apporter. Je te dois ce que je suis aujourd'hui et ce que je serai demain et je ferai toujours de mon mieux pour rester ta fierté et ne jamais te décevoir. Que Dieu le tout puissant te préserve, t'accorde santé, bonheur, quiétude de l'esprit et te protège de tout mal.*

*A ma chère mère **Leïla** je souhaite te témoigner toute ma gratitude pour ta présence soutenante et ton amour indéfectible qui ont illuminé mon parcours, cette réussite est autant la tienne pas la mienne, car c'est grâce à toi que j'ai pu aller au bout de mes rêves, merci maman.*

*A mes grands-parents (**Mouhoub, Fadila, El-Cherif, Hasna, Sakina et Yamina**) que dieu les bénisse, et en particulier à mon grand père paternel, à qui j'aurais tant souhaité que dieu prolonge sa vie pour voir sa première petite fille diplômée.*

*A mes chères sœurs **Meriem, Insaf et sérine** merci d'avoir toujours été là pour moi dans les moments de joie comme les moments de difficulté.*

*A mes tentes (**Samia, Nabila et Karima**) et mes oncles (spécialement **Ala, Oussama** et sa femme **tata Thouraya**) sans oublier l'épouse de mon oncle maternel **Souad** et toute la famille que je m'estime chanceuse d'avoir.*

*A tous les employés de la résidence universitaire Azzaba 2 qui ont été pour nous comme une seconde famille, j'adresse mes sincères remerciements à madame **Salima boukaf**.*

*A ma compagne d'âme **Hadjer**, mon pilier et mon soutien fidèle qui a toujours été à mes côtés en toutes circonstances merci pour tous surtout pour le réconfort moral que tu m'as apporté.*

*A mon cher binôme et ma copine de chambre **Rayane** et toute sa famille merci pour ta compagnie agréable.*

*A mes amies qui ont toujours été à mes côtés **Selma, Chayma, Maroua, Nihal, Hasna, Mayssoun, lina, Basma, Chourouk, Aya et Nada** et l'autre **Nada** (ma professeure de coran) qui je souhaite plus de succès.*

*A tous ceux que j'aime...*

*Quassima.*

## Dédicace.

{وَأَنْ لَّيْسَ لِلْإِنْسَانِ إِلَّا مَا سَعَى}

*En premier lieu, je remercie le Dieu tout-puissant de m'avoir donné la force de surmonter toutes les difficultés. Je dédie humblement ce travail :*

*A Mes chers parents **Abd Elrazek** et **Rafika kamboua**, qui ont été les piliers de ma vie. A **mon père**, pour sa force inébranlable et ses précieux conseils, et à **ma mère**, pour son amour infini et son soutien infaillible. Leurs sacrifices et leurs prières ont été ma lumière dans les moments sombres, Que Dieu les protège.*

*A Ma grande sœur **Dr. Sarah**, pour sa compréhension profonde et sa grande tendresse.*

*A Mon seul frère **Achraf**, mon fidèle compagnon qui reste toujours à mes côtés.*

*A Ma petite sœur **Loudjaine**, pour son amour et son innocence.*

*A Mon enseignante du Coran **Nada Messikh**, qui a été comme un soleil éclairant mon chemin.*

*A Ma précieuse binôme et copine de chambre **Wassima**, pour sa patience et sa compréhension au cours de ces trois années, et également pour sa merveilleuse **famille**.*

*A Mes amis proches **Selma, Chayma, Rayane et Aya** merci d'être toujours là pour moi.*

*A toutes mes amies et tous ceux qui sont proches de mon cœur : **Maroua, Nihal, Mays, Hasna, Lina, Chaima, Nada, Aya, Aya, Aya** et **Ahlem**.*

*A toutes les amies du cercle Coranique "**نسمات الذكر**".*

*A tous qui m'ont **encouragé** tout au long de mes études.*

*Je vous aime...*

*Rayane.*

## ملخص.

تعد مشكلة تلوث المياه بالملونات أخطر القضايا البيئية التي تواجه العالم اليوم، متطلبة بذلك تقنيات جديدة لإزالتها.

في هذا السياق تم التطرق الى إزالة صبغة الميثيل البنفسجي (MV2B) من الأوساط المائية باستخدام الياف الخيش (jute) المعالج بقاعدة قوية كدمص طبيعي، بحيث تهدف هذه الدراسة لتحديد الشروط المثلى للعوامل المؤثرة لظاهرة الادمصاص، ولتعيين فعالية وتفاعلية أربعة عوامل متمثلة أساسا في التركيز الابتدائي للميثيل البنفسجي، درجة حموضة المحلول، الزمن اللازم للاحتكاك وكذا كمية الخيش. قمنا باستعمال التصميم التفاضلي الكلي (PFC).

كما قمنا بحساب مردود ظاهرة الادمصاص (R%) لتقييم مردودية هذا التفاعل ولقد اظهر تحليل التباين (ANOVA) ان النموذج المطبق ملائم لوصف النتائج التجريبية احصائيا من خلال حساب معامل التعديل ومعامل التحديد ( $R^2_{adj} = 97,83\%$ ) و ( $R^2 = 98,92\%$ ) على الترتيب، كما اثبت الخطأ الموجود بين النتائج التجريبية والنتائج النظرية المتحصل عليها من النموذج المطبق هذا التطابق.

ان تحسين الشروط المثلى بواسطة دالة الرغبة المركبة ( $D = 1$ ) أدى الى الحصول على اقصى مردود للادمصاص ( $R = 98,9713\%$ ) تم الحصول على هذه القيمة الأخيرة انطلاقا من زمن احتكاك = 30 دقيقة، تركيز ابتدائي = 300 مغ/ل، ودرجة الحموضة = 3، وقدرت كتلة الخيش المستعملة بـ 1 غ.

لقد تم التطرق الى الية تفاعل تفسر سلوك جزيئات (MV2B) باتجاه الياف الخيش (مركب السيليلوز) باحتمالية وجود ظاهرة الادمصاص الكيميائي.

**الكلمات المفتاحية:** ادمصاص، الميثيل البنفسجي، الياف الخيش، التصميم التفاضلي الكلي، معامل التعديل، معامل التحديد، الرغبة المركبة.

## Résumé.

Le problème de la pollution de l'eau par les colorants est l'un des enjeux environnementaux les plus graves auxquelles le monde est confronté aujourd'hui, nécessitant le développement de nouvelles techniques pour les éliminer. Dans ce contexte, l'utilisation de fibres de jute traitées avec une forte base a été abordée comme un adsorbant naturel pour éliminer le violet de méthyle (**MV2B**) des milieux aqueux. Cette étude vise à déterminer les conditions optimales des facteurs influençant le phénomène d'adsorption et pour évaluer l'efficacité et la réactivité de quatre facteurs principaux à savoir : la concentration initiale de violet de méthyle, le pH de la solution, le temps de contact et la quantité de jute, on a utilisé un plan factoriel complet (**PFC**).

Pour évaluer le rendement de cette réaction, nous avons calculé le rendement de l'adsorption (**R%**), l'analyse de la variance (**ANOVA**) a montré que le modèle appliqué est adéquat pour décrire les résultats expérimentaux statistiquement à travers le calcul du coefficient de détermination ajusté ( $R^2_{\text{aju}} = 97,83\%$ ) et du coefficient de détermination ( $R^2 = 98,92\%$ ).

De plus l'erreur entre les résultats expérimentaux et les résultats théoriques obtenus à partir du modèle appliqué a été confirmée, ce qui renforce la fiabilité des conclusions tirées de cette étude.

L'optimisation des conditions par la fonction de désirabilité composite (**D = 1**) a conduit à un rendement maximal d'adsorption (**R = 98,9713%**). Cette valeur a été obtenue avec un temps de contact de 30 minutes, une concentration initiale de 300 mg/L, un pH de 3 et une masse de jute de 1 g.

Le mécanisme de réaction expliquant le comportement des molécules de (**MV2B**) en direction des fibres de jute (composé de cellulose) a été abordé, suggérant la possibilité d'une adsorption chimique.

**Mots-clés** : Adsorption, Violet de méthyle, fibres de jute, Plan Factoriel Complet, Coefficient de Détermination Ajusté, Coefficient de Détermination, résidu, Désirabilité composite.

## Abstract.

The problem of water pollution by dyes is one of the most serious environmental issues facing the world today, requiring the development of new techniques to remove them. In this context, the use of jute fibers treated with a strong base has been addressed as a natural adsorbent to remove methyl violet (**MV2B**) from aqueous media. This study aims to determine the optimal conditions of factors influencing the adsorption phenomenon and evaluate the efficiency and reactivity of four main factors, namely: the initial concentration of methyl violet, solution pH, contact time, and jute quantity, using a full factorial design (**FFD**).


To evaluate the efficiency of this reaction, we calculated the adsorption yield (**R%**). The analysis of variance (**ANOVA**) showed that the applied model is adequate to statistically describe the experimental results, as evidenced by the calculation of the adjusted determination coefficient ( $R^2_{\text{adj}} = 97.83\%$ ) and the determination coefficient ( $R^2 = 98.92\%$ ), as well as the residuals confirmed this perfect correlation between the experimental and theoretical data.

Optimizing conditions using the composite desirability function (**D = 1**) led to the maximum adsorption yield (**R = 98.9713%**). This value was achieved with a contact time of 30 minutes, an initial concentration of 300 mg/L, a pH of 3, and a jute mass of 1 g.

The reaction mechanism explaining the behavior of (**MV2B**) molecules towards jute fibers (composed of cellulose) has been addressed, suggesting the possibility of chemical adsorption.

**Keywords:** Adsorption, Violet methyl, Jute fibers, Full Factorial Design, ANOVA, Adjusted determination coefficient, Determination coefficient, Residual, Composite Desirability.

# Le Sommaire.

<b>Introduction générale.</b>	1
	
<b>Chapitre I. Synthèse bibliographique.</b>	
<b>Introduction.</b>	4
<b>I.1. Adsorption.</b>	4
<b>I.1.1. Définition.</b>	4
<b>I.1.2. Les types d'adsorption.</b>	5
I.1.2.1. Adsorption physique (Vander Walls).	5
I.1.2.2. Adsorption chimique (chimisorption).	5
<b>I.1.3. Types d'adsorbant.</b>	6
I.1.3.1. Charbon actif.	6
I.1.3.2. Argiles.	7
I.1.3.3. Zéolithes.	7
I.1.3.4. Alumines activées.	7
I.1.3.5. Gels de silice.	8
I.1.3.6. Tamis moléculaire carbonés.	8
I.1.3.7. Adsorbants à base de polymère.	8
I.1.3.8. Adsorbants Naturels.	9
<b>I.1.4. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption.</b>	9
I.1.4.1. Surface spécifique.	9
I.1.4.2. Température.	10
I.1.4.3. Nature de l'adsorbat et d'adsorbant.	10
I.1.4.4. Solubilité.	10
I.1.4.5. Effet de pH.	10
I.1.4.6. Effet de concentration.	10
I.1.4.7. Distribution des pores.	10
I.1.4.8. Agitation.	10
<b>I.1.5. Avantages et inconvénients d'adsorption.</b>	11
<b>I.1.6. Impact de l'adsorption sur l'environnement et la santé humaine.</b>	11
<b>I.1.7. Domaines industriels d'exploitation.</b>	12
<b>I.1.8. Description du mécanisme d'adsorption.</b>	13
<b>I.2. Les colorants.</b>	15
<b>I.2.1. Définition des pollutions de l'eau.</b>	15
<b>I.2.2. Types de pollution des eaux.</b>	15
<b>I.2.3. Principaux polluants présents dans l'eau.</b>	16
<b>I.2.4. Définition des colorants.</b>	16
<b>I.2.5. Classification standard des colorants.</b>	17
I.2.5.1. Colorants Naturels.	17
I.2.5.2. Colorants synthétiques.	17
I.2.5.2.1. Classification chimique.	17
I.2.5.2.2. Classification tinctoriale.	21
<b>I.2.6. L'application des colorants.</b>	22
<b>I.2.7. La toxicité des colorants.</b>	22
I.2.7.1. Les dangers évidents.	23
I.2.7.1.1. Eutrophisation.	23
I.2.7.1.2. Sous-oxygénation.	23
I.2.7.1.3. Couleur turbidité odeur.	23
I.2.7.2. Les dangers à long terme.	23
I.2.7.2.1. La persistance.	23
I.2.7.2.2. La bioaccumulation.	24

I.2.7.2.3. Le cancer.	24
I.2.7.2.4. Sous-produits de chloration (SPC).	24
<b>I.2.8. Techniques d'élimination des colorants dans les eaux usées.</b>	24
I.2.8.1. Traitement biologique.	25
I.2.8.2. Traitement chimique.	25
I.2.8.3. Traitement physique.	25
<b>I.2.9. Adsorbant utilisé (Le jute).</b>	26
I.2.9.1. Morphologie de jute.	27
I.2.9.2. La composition chimique.	29
I.2.9.3. Propriétés physico-chimiques de jute.	31
I.2.9.4. Usage de jute.	32
<b>I.2.10. Adsorbant utilisé. (Méthyle violet MV2B)</b>	32
<b>I.3. Plans d'expérience.</b>	34
<b>I.3.1. Historique.</b>	34
<b>I.3.2. Définition.</b>	34
<b>I.3.3. Terminologie des plans d'expérience.</b>	35
I.3.3.1. Facteurs.	35
I.3.3.2. Réponses.	37
I.3.3.3. Domaine expérimental et domaine d'étude.	37
I.3.3.4. Points expérimentaux.	37
I.3.3.5. Effet d'un facteur.	38
I.3.3.6. Surface de réponse.	38
I.3.3.7. Interaction.	38
<b>I.3.4. Objectif et principe et domaines d'application des plans d'expérience.</b>	39
<b>I.3.5. Processus d'acquisition des connaissances.</b>	40
I.3.5.1. Choix de la méthode d'expérimentation.	41
I.3.5.2. Analyse des résultats.	41
I.3.5.3. Acquisition progressive de la connaissance.	41
<b>I.3.6. Types des plans d'expérience.</b>	41
I.3.6.1. Plans de criblage.	41
I.3.6.1.1. Plans factoriels complet à k facteurs à 2 niveaux.	42
I.3.6.1.2. Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux $2^{(k-q)}$ .	42
I.3.6.1.3. Plans de Plackett-Burman.	43
I.3.6.2. Plans de mélanges.	43
I.3.6.3. Plans d'optimisations.	44
I.3.6.3.1. Plans composites centrés.	44
I.3.6.3.2. Plans de Box-Behnken.	45
<b>I.3.7. Notions de modélisation mathématique.</b>	46
<b>I.3.8. Système d'équations.</b>	47
<b>I.3.9. Fonction de désirabilité.</b>	47
<b>I.3.10. Avantages et inconvénients des plans d'expérience.</b>	48
<b>I.3.11. Travaux antérieurs.</b>	48
<b>Conclusion.</b>	50

## **Chapitre II. Méthodes et Matériels.**

<b>Introduction.</b>	52
<b>II.1. Réactifs et préparation des solutions.</b>	52
<b>II.2. Préparation des fibres de jute.</b>	52
<b>II.3. Dispositifs d'adsorption (réacteur statique).</b>	53
<b>II.4. Spectrophotométrie d'adsorption UV-Visible.</b>	53
<b>II.5. Méthodologie d'analyse de colorant étudié.</b>	53
<b>II.6. Méthode de caractérisation.</b>	54
II.6.1. Détermination de point de charge zéro.	54
II.6.2. Spectroscopie infrarouge.	54
II.6.3. Diffraction des rayons X (DRX).	55

<b>II.7. Protocole opératoire d'adsorption.</b>	56
<b>II.8. Planification du plan d'expérience.</b>	57
A/. Objectifs.	57
B/. Réponses.	57
<b>II.9. Choix du plan d'expérience.</b>	57
<b>II.10. Détermination des facteurs influents et du domaine d'étude.</b>	58
<b>II.11. Réalisation du plan factoriel complet 2<sup>4</sup>.</b>	59
<b>II.12. Logiciel Minitab.</b>	59
<b>Conclusion.</b>	59

### Chapitre III. Résultats et Discussions

<b>Introduction.</b>	62
<b>III.1. Caractérisation de fibre de jute.</b>	62
III.1.1. Analyse par spectroscopie infrarouge.	62
III.1.2. Analyse par diffraction des rayons X (DRX).	63
III.1.3. Détermination de point de la charge zéro pH <sub>pcz</sub> .	63
III.1.4. La surface spécifique S <sub>BET</sub> .	64
<b>III.2. Diagramme de Pareto.</b>	64
<b>III.3. Effets principaux.</b>	65
<b>III.4. Interactions des effets influents.</b>	66
<b>III.5. Modélisation et analyse de variance (ANOVA).</b>	68
<b>III.6. Optimisation des facteurs influents par la méthodologie de surface de réponse.</b>	69
a/. Cas des facteurs pH et C (mg/l).	69
b/. Cas des facteurs pH et m (g).	69
c/. Cas des facteur C <sub>(mg/l)</sub> et m (g).	70
d/. Cas des facteurs C (mg/l). et t (min).	71
e/. Cas des facteurs m (g). et t (min).	71
f/. Cas des facteurs pH et t (min).	72
<b>III.7. Signification des coefficients.</b>	72
<b>III.8. Modèle mathématique non codé.</b>	73
<b>III.9. Résidus.</b>	73
<b>III.10. Désirabilité.</b>	76
<b>III.11. Test de confirmation.</b>	77
<b>III.12. Mécanisme réactionnel d'adsorption proposé.</b>	77
<b>Conclusion.</b>	79
<b>Conclusion générale.</b>	80
<b>Références bibliographiques.</b>	

# Liste des figures.

## Chapitre I. Synthèse bibliographique.

<b>Figure I.1.</b>	Différence entre absorption et adsorption. ....	5
<b>Figure I.2.</b>	Structure du charbon actif vu sous Un microscope électronique. ....	7
<b>Figure I.3.</b>	Domaines d'existence d'un soluté lors de L'adsorption sur un matériau microporeux. ....	13
<b>Figure I.4.</b>	Mécanisme de phénomène d'adsorption. ....	14
<b>Figure I.5.</b>	Formule chimique d'azoïque. ....	18
<b>Figure I.6.</b>	Structure moléculaire d'un colorant anthraquinonique. ....	18
<b>Figure I.7.</b>	Structure moléculaire de l'indigo. ....	18
<b>Figure I.8.</b>	Structure de Xanthéne. ....	19
<b>Figure I.9.</b>	Structure du phtalocyanines. ....	19
<b>Figure I.10.</b>	Structure moléculaire d'un colorant Nitrés et nitrosés. ....	20
<b>Figure I.11.</b>	Structure moléculaire d'un colorant triphénylméthane. ....	20
<b>Figure I.12.</b>	Le jute. ....	26
<b>Figure I.13.</b>	Bulletin statistique de la production du jute au monde. ....	26
<b>Figure I.14.</b>	Les plantes de jute. ....	27
<b>Figure I.15.</b>	Fibre de jute. ....	28
<b>Figure I.16.</b>	Structure macroscopique de la fibre de jute. ....	28
<b>Figure I.17.</b>	Structure microscopique de la fibre de jute. ....	28
<b>Figure I.18.</b>	Montre le motif de distribution des cellules dans La coupe transversale de la fibre de Jute. ....	28
<b>Figure I.19.</b>	Distribution des cellules de fibres dans la section transversale de différents géotypes. ....	29
<b>Figure I.20.</b>	Structure de jute. ....	30
<b>Figure I.21.</b>	Structure moléculaire de la cellulose. ....	30
<b>Figure I.22.</b>	Structure moléculaire de l'Hémicellulose. ....	30
<b>Figure I.23.</b>	Structure moléculaire de la lignine. ....	30
<b>Figure I.24.</b>	Le colorant Violet de méthyle 2B. ....	33
<b>Figure I.25.</b>	Plan d'expérience. ....	35
<b>Figure I.26.</b>	Domaine de variation du facteur. ....	35
<b>Figure I.27.</b>	Facteurs étudiés dans un plan d'expérience. ....	36
<b>Figure I.28.</b>	Domaine d'étude. ....	37
<b>Figure I.29.</b>	Les points expérimentaux. ....	37
<b>Figure I.30.</b>	Effet d'un facteur. ....	38
<b>Figure I.31.</b>	La surface de réponse. ....	38
<b>Figure I.32.</b>	Illustration d'une interaction. ....	39
<b>Figure I.33.</b>	Système de boîte noire. ....	40
<b>Figure I.34.</b>	Schéma d'acquisition des connaissances. ....	40
<b>Figure I.35.</b>	Un plan composite a deux facteurs. ....	45
<b>Figure I.36.</b>	Un plan composite centré a trois facteurs. ....	45
<b>Figure I.37.</b>	Plan de Box- Behnken pour trois facteurs. ....	46

---

## **Chapitre II. Méthodes et Matériels.**

<b>Figure II.1.</b>	(a) des fibres de <i>jute</i> , (b) des fragments de <i>jute</i> , (c) les fragments de <i>jute</i> dans le NaOH 4g/l, (d) les fibres de <i>jute</i> après rinçage avec de l'eau distillé, (e) les fragments de <i>jute</i> dans l'étuve, (f) les fibres de <i>jute</i> après traitement. ....	52
<b>Figure II.2.</b>	Spectrophotomètre UV-Visible utilisé pour mesurer l'absorbance. ....	53
<b>Figure II.3.</b>	Spectrophotomètre infrarouge FT/IR (FTIR) Jasco 4600. ....	55
<b>Figure II.4.</b>	Le diffractomètre à rayons X Equinox 100. ....	56
<b>Figure II.5.</b>	Un schéma explicatif des diverses phases impliquées dans le traitement de notre colorant (MV2B) sur <i>le jute</i> . ....	56

---

## **Chapitre III. Résultats et Discussions.**

<b>Figure III.1.</b>	Spectre infrarouge. ....	62
<b>Figure III.2.</b>	Diffractogramme DRX. ....	63
<b>Figure III.3.</b>	Graphe du point de la charge zéro de <i>jute</i> traité. ....	64
<b>Figure III.4.</b>	Le diagramme de Pareto. ....	65
<b>Figure III.5.</b>	Le diagramme des effets principaux. ....	66
<b>Figure III.6.</b>	Diagramme des interactions de MV2B. ....	67
<b>Figure III.7.</b>	Diagramme de contour et de surface de réponse (3D) de R% de MV2B fonction de pH et C <sub>(mg/l)</sub> . ....	69
<b>Figure III.8.</b>	Diagramme de contour et de surface de réponse (3D) de R% de MV2B fonction de pH et m <sub>(g)</sub> . ....	70
<b>Figure III.9.</b>	Diagramme de contour et de surface de réponse (3D) de R% de MV2B fonction de C <sub>(mg/l)</sub> et m <sub>(g)</sub> . ....	70
<b>Figure III.10.</b>	Diagramme de contour et de surface de réponse (3D) de R% de MV2B fonction de C <sub>(mg/l)</sub> et t <sub>(min)</sub> . ....	71
<b>Figure III.11.</b>	Diagramme de contour et de surface de réponse (3D) de R% de MV2B fonction de m <sub>(g)</sub> et t <sub>(min)</sub> . ....	71
<b>Figure III.12.</b>	Diagramme de contour et de surface de réponse (3D) de R% de MV2B fonction de pH et t <sub>(min)</sub> . ....	72
<b>Figure III.13.</b>	Les Diagrammes des résidus. ....	74
<b>Figure III.14.</b>	La réponse théorique en fonction de la réponse ajustée. ....	76
<b>Figure III.15.</b>	Diagramme de la fonction de Désirabilité en fonction de R% et les facteurs Influent. ....	77
<b>Figure III.16.</b>	Mécanisme d'interaction entre MV2B et la cellulose en milieu acide. ....	78

---

# Liste des Tableaux.



## Chapitre I. Synthèse bibliographique.

<b>Tableau I.1.</b>	Principales différences entre L'adsorption Physique et chimique. ....	6
<b>Tableau I.2.</b>	Principaux groupes chromophore et auxochrome. ....	17
<b>Tableau I.3.</b>	La composition chimique de la fibre de jute. ....	29
<b>Tableau I.4.</b>	Propriétés physiques de jute. ....	31
<b>Tableau I.5.</b>	Les propriétés physico-chimiques du MV2B. ....	33



## Chapitre II. Méthodes et Matériels.

<b>Tableau II.1.</b>	Facteurs influents et domaine d'étude du plan factoriel complet. ....	58
<b>Tableau II.2.</b>	Plan factoriel complet à quatre facteurs $2^4$ . ....	59



## Chapitre III. Résultats et Discussions.

<b>Tableau III.1.</b>	Analyse des variances du modèle (ANOVA). ....	68
<b>Tableau III.2.</b>	Les coefficients du modèle codé. ....	72
<b>Tableau III.3.</b>	Valeurs de R% en fonction des valeurs de R ajustées. ....	75

## Symboles et Abréviations.

**A** : densité optique, nombre sans dimension.

**$A_i$**  : Absorption Initiale de la solution de violet de méthyle en mg/L.

**$A_f$**  : Absorption Finale de la solution de violet de méthyle en mg/L.

**ANOVA** : Modélisation et Analyse de la variance.

**a** : vecteur des coefficients.

**$a_0, a_i, a_{ij}, a_{ii}$**  : sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori.

**C** : concentration initiale de l'espèce à doser.

**$C_0$**  : Le nombre de points centraux.

**$C_{MV2B}$**  : La concentration de MV2B (mg/l).

**D** : désirabilité composite.

**DF** : La fonction de désirabilité.

**DL** : degré de liberté.

**DRX** : Diffraction des rayons X.

**d** : la distance entre les plans atomiques.

**di** : réponse individuelle.

**e** : vecteur des écarts.

**F** : test de Fisher.

**IR** : Infrarouge.

**K** : Le nombre de facteurs.

**l** : longueur de la cuve.

**$m_{jute}$**  : La quantité de jute(g).

**MV2B** : le violet de méthyle 2B.

**n** : est un entier (ordre de diffraction).

**N** : Le nombre total d'essais.

**$N_0$**  : Les points au centre du domaine d'étude.

**$N_a$**  : distance  $a$  du centre du domaine.

**$N_f$**  : Les points aux sommets.

**$S_{BET}$**  : surface de Brunauer, Emmett et Teller.

**P** : probabilité.

**PCC** : Plans composites centrés.

**PFC** : plan factoriel complet.

**pH** : potentiel hydrogène.

**$pH_{pcz}$**  : pH du point de charge zéro.

**R** : Rendement de l'élimination de MV2B en (%).

**$R^2$**  : Coefficient de détermination.

**$R_{aju}^2$**  : Coefficient de détermination ajustée.

**U** : la réponse.

**UV** : ultra-violet.

**UV-Visible** : Ultraviolet- Visible.

**t** : Le temps.

**t** : test de Student.

**X** : matrice de calcul, ou matrice du modèle.

**$x_i$**  : représente le niveau attribué au facteur  $i$  par l'expérimentateur pour réaliser un essai.

**y** : réponse ou la grandeur d'intérêt.

**Y** : vecteur des réponses.

**$\epsilon$**  : Coefficient d'extinction molaire.

**$\lambda$**  : est la longueur d'onde des rayons X.

**$\lambda_{max}$**  : longueur d'onde du maximum d'émission.

**$\theta$**  : est l'angle d'incidence

# Introduction générale.

L'eau est l'élément central de tous les processus socio-économiques, quel que soit le degré de développement de la société, il recouvre plus des deux tiers de la surface de la Terre. <sup>[1]</sup>

L'industrie textile est largement reconnue comme l'une des principales sources de pollution à l'échelle mondiale, avec des rejets annuels dépassant souvent les cent millions de mètres cubes. <sup>[2]</sup>

La pollution des eaux et des sols, accidentellement et/ou volontairement, par certains produits chimiques d'origine industrielle (métaux lourds, Hydrocarbures, ...) ou agricole (pesticides, engrais, ...) constitue une source de dégradation de l'environnement et suscite à l'heure actuelle un intérêt particulier à l'échelle internationale. <sup>[3,4]</sup>

Elle est le résultat de l'utilisation massive de substances polluantes. Ainsi, les colorants synthétiques employés dans l'industrie textile, représentent ce type de contaminants. Leur toxicité est accrue par la présence de substituant sur le noyau aromatique, notamment des groupes hydroxyyles et halogènes, particulièrement le chlore. <sup>[5]</sup>

Plusieurs auteurs ont rapporté que ces substances persistent dans l'environnement et sont toxiques pour les humains et pour la vie aquatique. <sup>[6,7,8]</sup>

Afin de préserver et d'améliorer la qualité des eaux et des sols, des techniques de traitements classiques ont été déjà mises en œuvre. La décoloration des effluents de l'industrie textile peut être assurés par les procédés d'ultrafiltration, osmose inverse, traitement biologique, oxydation, ou procédés membranaires qui se sont révélés efficaces mais, dans la plupart des cas, ils se sont avérées très onéreuses, Ou bien l'adsorption qui a été confirmée comme la méthode la plus utilisée et favorisée pour l'élimination des xénobiotiques à l'aide d'un adsorbant naturel (d'origine animale ou végétale). <sup>[9,5,10]</sup>

Plusieurs paramètres importants affectent le phénomène d'adsorption notamment la concentration initiale du polluant, la masse de l'adsorbant, le pH, la granulométrie de l'adsorbant, le temps ..., qui peuvent augmenter ou diminuer son efficacité.

Dans cette étude l'accent est mis sur l'utilisation des fibres de jute pour éliminer un colorant textile à savoir le méthyle violet (MV2B) des milieux aqueux. Pour se faire, l'optimisation des conditions opératoires doit être précieuse et exacte. Cela nous a poussés d'intervenir la méthodologie des plans d'expériences pour cerner les facteurs influents et montrer leurs interactions. Donc, le choix d'un plan factoriel complet est assez bien pour compléter cette tâche.

En se concentrant sur la structure de la composition des fibres de jute, la structure de MV2B et le pH du milieu, une réaction a été réalisée pour décrire le comportement de la molécule polluante vis-à-vis de la principale composante du jute, la cellulose. Cette réaction fournit des informations sur le type possible d'adsorption, qui est probablement chimique.

Le manuscrit est divisé en trois chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique donnant une vue générale sur, le procédé d'adsorption, et les colorants textiles, ainsi que les plans d'expériences.

Le deuxième chapitre décrit les méthodes expérimentales employées pour l'analyse, ainsi que les protocoles suivis pour la préparation des matériaux.

Le troisième et le dernier chapitre rassemble les résultats et les discussions obtenus lors de cette recherche.

On clôture cette étude par une conclusion générale qui englobe tous les aboutissements puis des perspectives qui ont été proposées.





**Chapitre I.**



**Synthèse Bibliographique.**

# I. Synthèse Bibliographique.

## Introduction.

La pollution de nos eaux est devenue l'une des préoccupations majeures de notre époque. Les activités humaines, qu'elles soient industrielles, agricoles ou domestiques, génèrent une grande quantité de déchets et de contaminants qui se retrouvent souvent dans les eaux usées. Cela peut avoir des conséquences dévastatrices sur notre environnement, menaçant la santé des écosystèmes aquatiques et mettant en péril la qualité de nos sources d'eau potable. C'est pourquoi le traitement des eaux usées est indispensable : il permet de purifier ces eaux polluées, de préserver nos ressources naturelles et de protéger la santé publique. Dans ce chapitre, on a mis l'accent sur le phénomène d'adsorption dont il présente l'outil d'élimination des xénobiotiques à savoir les colorant textiles sur les fibres de jute et en faisant rappeler à la méthodologie des plans d'expériences aux fins d'optimiser les facteurs opératoires.

## I.1. Adsorption.

L'adsorption est un procédé de traitement, pour éliminer une très grande diversité de composés toxiques dans notre environnement. <sup>[11]</sup>

Ce phénomène joue un rôle crucial dans divers domaines tels que la purification de l'eau, la catalyse et l'adsorption de gaz. <sup>[12,13]</sup>

### I.1.1. Définition.

L'adsorption est un processus physique où des molécules, atomes ou ions d'une substance (appelée adsorbât) sont piégés ou retenus à la surface d'un matériau solide ou liquide (appelé adsorbant). Ce phénomène se produit généralement à l'interface entre la phase adsorbant et la phase adsorbée ça veut dire c'est un phénomène de surface.

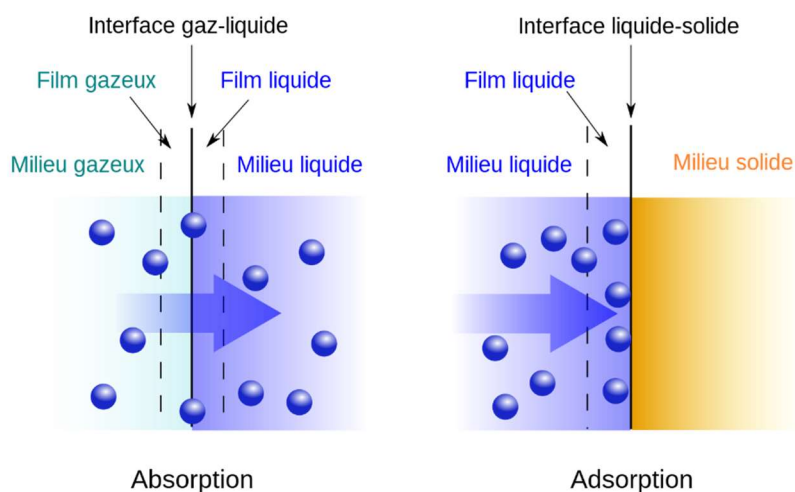
#### Terminologie :

1. **Adsorbant** : Il s'agit du matériau sur lequel l'adsorption se produit. Cela peut être un solide poreux, un liquide ou même une surface liquide.
2. **Adsorbat** : C'est la substance qui est adsorbée sur la surface de l'adsorbant. Les propriétés de l'adsorption dépendent des caractéristiques spécifiques de l'adsorbât.
3. **Interactions** : Les forces intermoléculaires entre l'adsorbant et l'adsorbât sont cruciales dans le processus d'adsorption. Ces interactions peuvent inclure des forces de Van der Waals, des liaisons hydrogène, ou d'autres interactions spécifiques entre les molécules.
4. **Phase a adsorbée** : Lorsque les molécules sont piégées à la surface de l'adsorbant, elles forment une phase plus dense appelée phase adsorbée. Cette phase peut différer des propriétés de la phase en vrac de l'adsorbât.

Le processus inverse se nomme la désorption, ce dernier implique l'application de chaleur à l'adsorbant chargé d'adsorbât afin de libérer les molécules adsorbées. <sup>[14,15,16]</sup>

L'absorption et l'adsorption se différencient par les processus physiques ou chimiques impliqués. <sup>[17]</sup> L'absorption est le phénomène de remplissage d'un corps par un autre, où une substance est dissoute par un liquide ou un solide.

En revanche, l'adsorption est le processus qui fixe des molécules à la surface d'un solide. <sup>[18]</sup>



**Figure I.1.** Différence entre absorption et adsorption.

## I.1.2. Les types d'adsorption.

L'adsorption peut être distinguée en deux types principaux en fonction de la nature des liaisons formées entre l'adsorbant (solide) et l'adsorbant (molécule) ainsi que de la quantité d'énergie dégagée lors de la rétention. <sup>[19,20]</sup>

### I.1.2.1. Adsorption physique (Vander Waals).

L'adsorption physique appelée également physisorption se produit à des températures basses. Les molécules s'adsorbent sur plusieurs couches (multicouches) avec des chaleurs d'adsorption souvent inférieures à 20 Kcal/mole.

Les interactions entre les molécules du soluté (adsorbant) et la surface du solide (adsorbant) sont assurées par des forces électrostatiques type dipôles, liaison hydrogène ou Van der Waals.

La physisorption est rapide, réversible et n'entraînant pas de modification des molécules Adsorbées. <sup>[21]</sup>

### I.1.2.2. Adsorption chimique (Chimisorption).

L'adsorption chimique est également connue sous le nom d'adsorption activée, qui en résulte d'un lien chimique (des liaisons chimique ou atomiques) entre l'adsorbant et l'adsorbant, c'est pourquoi elle est spécifique et irréversible et les propriétés chimique et électronique de l'adsorbant sont modifiées. La liaison entre l'adsorbant et l'adsorbant par liaisons covalentes est appelée adsorption chimique faible, et celle par les liaisons ioniques est appelée adsorption chimique forte. <sup>[22,23]</sup>

Généralisant ainsi de fortes énergies d'adsorption ( $>40 \text{ Kcal.mol}^{-1}$ ) à haute température. [24]

**Tableau I.1.** Principales différences entre L'adsorption Physique et chimique.

Propriétés	Adsorption physique	Adsorption chimique
Energie d'adsorption.	5 à 10 Kcal/mole.	20 à 100 Kcal/mole.
Température de Processus.	Inférieure à la température d'ébullition de l'adsorbat.	Elevée.
Type de liaison.	Physique (Van der Waals).	Chimique.
La désorption.	Plus ou moins parfaite.	Difficile.
Energie d'activation.	Non appréciable.	Peut être mise en jeu.
La cinétique.	Très rapide.	Lente.
Etat de surface.	Formation de multicouches.	Conduit tout ou plus à une Monocouche.
La vitesse d'adsorption.	Rapide.	Lente
La nature d'adsorbat.	La quantité d'adsorbat élevée dépend davantage de l'adsorbat que sur l'adsorbant.	Dépend de l'adsorbant et de l'adsorbat.
Prise de saturation.	Phénomène multicouches.	Phénomène monocouches.
La distance entre les molécules et la surface de solide.	Grande.	Petite.
Les énergies de liaisons	0 et 40 KJ/mole.	$>40\text{KJ/mole}$ .

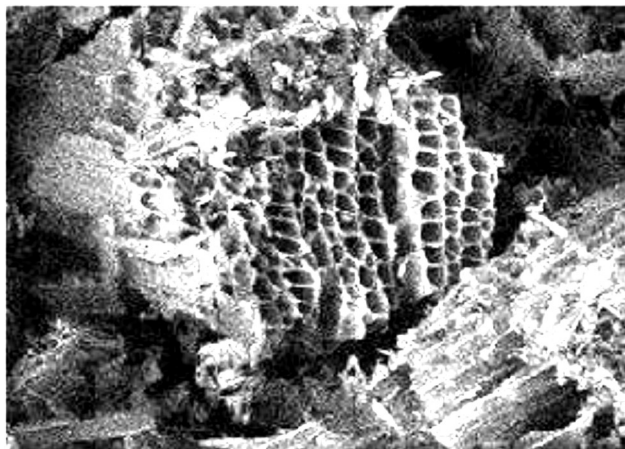
### I.1.3. Types d'adsorbants.

Les adsorbants sont des substances qui sont utilisées pour adsorber d'autres substances, c'est-à-dire les retenir à leur surface. Les adsorbants peuvent être d'origine organique ou minérale.

#### I.1.3.1. Le charbon actif.

Les charbons actifs sont de loin les adsorbants les plus fabriqués et utilisés industriellement. Ils peuvent être obtenus à partir d'un grand nombre de matériaux organiques (bois, charbon, noix de coco, etc.) carbonisés, puis activés (dégagement des cavités remplies de goudron lors de la carbonisation) pour créer une structure microporeuse.

Le charbon actif peut être obtenu soit sous forme de poudre avec des pores de quelques  $\mu\text{m}$  de dimension, soit sous forme de grain. [25,26]



**Figure I.2.** Structure du charbon actif vu sous Un microscope électronique.

### I.1.3.2. Les Argiles.

Les argiles sont des minéraux du groupe des aluminosilicates, composés principalement d'aluminium, de silicium et d'oxygène, avec d'autres éléments pouvant également être présents. Les argiles naturelles ont une structure en feuillet, et elles sont souvent utilisées comme adsorbants en raison de leur capacité à adsorber diverses substances. Exemple : la bentonite. [27]

### I.1.3.3. Les zéolithes.

Les zéolithes sont en effet des matériaux microporeux qui présentent une structure cristalline tridimensionnelle. Leur composition générale est souvent décrite par la formule  $(\text{AlO}_2\text{M}, n\text{SiO}_2)$ , où M représente généralement un métal alcalin ou alcalino-terreux. Ces matériaux sont constitués de tétraèdres liés, formant un réseau tridimensionnel. Les tétraèdres peuvent être composés de silicium (Si) et d'aluminium (Al), d'où le terme aluminosilicate. [27]

Les zéolithes possèdent une grande variété de structures cristallines, chacune caractérisée par une disposition spécifique des tétraèdres. En raison de leur structure poreuse, les zéolithes ont la capacité d'adsorber des molécules, ce qui les rend utiles dans diverses applications industrielles.

### I.1.3.4. Les alumines activées.

Les alumines activées sont obtenues par thermolyse du tri hydroxyde d'aluminium  $(\text{Al}(\text{OH})_3)$ , qui conduit à un produit de composition approximative  $\text{Al}_2\text{O}_3, 0,5 \text{H}_2\text{O}$ .

Ce produit présente une structure poreuse, ce qui signifie qu'il contient des pores à sa surface.

La surface des pores est couverte de groupements Al-OH. Ces groupements sont susceptibles de participer à des liaisons hydrogène. [28]

L'adsorption, le processus par lequel des molécules ou des ions sont retenus à la surface d'un matériau, se produit préférentiellement par liaison hydrogène sur la surface des alumines activées.

#### **I.1.3.5. Les Gels de silice.**

Les gels de silice sont préparés à partir de  $\text{Si}(\text{OH})_4$  en phase aqueuse, obtenus par acidification d'un silicate de sodium, ou bien à partir d'un sol de silice. [29]

Selon les réactions chimiques suivantes :

Formation à partir de  $\text{Si}(\text{OH})_4$  en phase aqueuse :



Acidification d'un silicate de sodium :



Les groupements Si-OH conduisent à des liaisons hydrogène. Il existe deux types de gels de silice : les microporeux, assez hydrophiles, et les macroporeux, versatiles, qui diffèrent par la taille des pores comme le nom l'indique. [29]

#### **I.1.3.6. Les tamis moléculaire carbone.**

Les tamis moléculaires carbonés sont des matériaux solides à base de carbone obtenus par un processus similaire à celui du charbon actif. Ils sont généralement fabriqués en carbonisant des matières premières riches en carbone à des températures élevées, suivi d'un traitement thermique de surface spécifique pour ajuster la distribution de la taille des pores. [30]

Cette distribution fine de la taille des pores est primordiale pour les applications des tamis moléculaires carbonés, car elle leur confère des propriétés d'adsorption sélective et de séparation moléculaire. Ces matériaux sont utilisés dans divers domaines, notamment la purification de gaz, la séparation de composés chimiques, et d'autres applications où la sélectivité en fonction de la taille des molécules est importante.

#### **I.1.3.7. Les Adsorbants à base de polymère.**

Une caractéristique clé de ces adsorbants est leur hydrophobicité marquée, ce qui signifie qu'ils ont une forte affinité pour les composés non polaires et repoussent l'eau. Cette propriété hydrophobe peut être avantageuse dans des applications où la sélectivité vis-à-vis des composés hydrophobes est nécessaire.

Bien que ces adsorbants soient actuellement utilisés dans des applications très spécifiques et limitées, leur développement continu ouvre la voie à de nouvelles possibilités d'utilisation dans différents domaines. Les caractéristiques de porosité et d'hydrophobicité rendent ces matériaux prometteurs pour des applications telles que la purification de gaz, la séparation de composés chimiques spécifiques et d'autres processus nécessitant une adsorption sélective. [31]

#### **I.1.3.8. Les Adsorbants Naturels.**

La demande croissante de matériaux plus efficaces, économiques et respectueux de l'environnement pour traiter les produits toxiques présents dans les effluents aqueux a suscité un intérêt significatif ces dernières années. Dans ce contexte, l'utilisation de matériaux d'origine végétale a gagné en crédibilité. [32]

Les propriétés naturelles des matériaux végétaux, combinées à leur disponibilité générale, en font des candidats attrayants pour des applications de dépollution des eaux. Ces matériaux peuvent être dérivés de diverses sources végétales, telles que :

- Déchets de fruits : les noyaux d'olives ; les coquilles d'amandes ; d'abricot et de pêche ; la peau de grenade et d'orange.
- Déchets agricoles : ont utilisé la feuille de lotus pour l'élimination de bleu de méthylène.
- Déchets industriels : tels que le charbon dérivé du caoutchoute de pneu ; les boues de traitements ; la moelle de bagasse (qui est un déchet significatif de l'industrie de canne à sucre).
- Déchets d'algues et de fruits de mer : tels que les algues vertes ; la chitine qui est trouvé dans la paroi cellulaire de quelques champignons. [32]

### **I.1.4. Facteurs influençant le phénomène d'adsorption.**

#### **I.1.4.1. La surface spécifique.**

La surface spécifique est une caractéristique clé dans l'étude des solides et des matériaux poreux, en particulier dans le domaine de l'adsorption. La surface spécifique d'un matériau mesure la quantité de surface accessible par unité de poids ou de volume de ce matériau. Elle est essentielle dans divers domaines tels que la catalyse, la séparation, l'adsorption et d'autres processus liés aux interactions entre les matériaux et les substances qui les entourent.

#### **I.1.4.2. La Température.**

L'effet de la température sur l'adsorption dépend du type d'adsorption (physique ou activé) et des interactions spécifiques impliquées dans le système particulier étudié, L'adsorption physique est exothermique, de ce fait le taux d'adsorption est meilleur à basse température. Lorsque la chimisorption est endothermique, une température élevée est favorable pour le déroulement du processus. [33]

#### **I.1.4.3. La Nature d'adsorbat et d'adsorbant.**

Les substances polaires ont tendance à être adsorbées plus fortement sur des surfaces polaires. Pour qu'il y ait une bonne adsorption il faut qu'il y ait d'abord une affinité entre le solide et le soluté. [34]

#### **I.1.4.4. La solubilité.**

Dans de nombreux cas, une diminution de la solubilité d'un composé peut être associée à une augmentation des constantes d'adsorption. [33]

#### **I.1.4.5. Effet de pH.**

Le pH est une mesure de l'acidité ou de la basicité d'une solution et peut avoir un impact significatif sur les processus d'adsorption. Selon les résultats de recherche, le taux d'adsorption est maximal au point isoélectrique de l'adsorbant. [35]

#### **I.1.4.6. Effet de concentration.**

L'adsorption de substances ou ions augmente avec l'augmentation de leur concentration initiale dans la solution.

Cependant, cet accroissement n'est pas proportionnel à cette concentration initiale et se produit plus lentement, où la vitesse d'adsorption augmente rapidement au début, puis ralentit à mesure que la surface de l'adsorbant se sature. À un certain point, l'adsorption atteint un plateau où la quantité d'adsorbant est constante. Ce point est appelé la capacité d'adsorption maximale de l'adsorbant. [35]

#### **I.1.4.7. Distribution des pores.**

La taille et la forme des pores déterminent la surface spécifique de l'adsorbant, qui est la surface totale disponible pour l'adsorption. Les pores de petite taille ont une surface spécifique plus élevée, car ils offrent plus de surface par unité de volume. Par conséquent, la distribution des pores doit être adaptée à la taille et à la forme des molécules d'adsorbat pour maximiser la capacité d'adsorption.

#### **I.1.4.8. L'agitation.**

L'agitation est souvent bénéfique dans le phénomène d'adsorption en favorisant des conditions plus dynamiques, une meilleure diffusion des espèces, et une interaction plus efficace entre la solution et la surface de l'adsorbant. [35]

## I.1.5. Avantages et Inconvénients.

### 1.1.5.1. Avantages.

Les avantages du phénomène d'adsorption sont nombreux et variés :

- Séparation des gaz et purification des gaz et liquides. [36]
- Capture des polluants. [37]
- L'adsorption est également utilisée dans des processus de catalyse.
- Réduction des coûts de fonctionnement (réutilisation des adsorbants).
- Traitement de substances toxiques.

### 1.1.5.2. Inconvénients.

Bien que l'adsorption présente de nombreux avantages, il y a également des inconvénients à prendre en compte :

- **Coût** : Les coûts associés à l'adsorption peuvent être élevés, en particulier pour les matériaux d'adsorption spécifiques et les équipements nécessaires pour les utiliser. [36]
- **Sélectivité** : L'adsorption peut être sélective, ce qui signifie que certains composants peuvent être préférentiellement adsorbés par rapport à d'autres, Cela peut être un inconvénient si l'on souhaite éliminer tous les composants d'un mélange. [37]
- **Saturation** : Les adsorbants ont une capacité limitée et peuvent se saturer, ce qui signifie qu'ils ne peuvent plus adsorber de composants supplémentaires. [37]
- Les autres espèces présentes dans le milieu peuvent également s'adsorber sur le solide, ce qui peut affecter la capacité d'adsorption d'un polluant. [37]
- **Désorption** : La désorption peut être difficile et nécessiter des conditions spécifiques, telles que des températures élevées ou des pressions basses.

## I.1.6. Impact de l'adsorption sur l'environnement et la santé humaine.

L'adsorption peut avoir des impacts tant positifs que négatifs sur l'environnement et la santé humaine, ces impacts spécifiques dépendent largement des matériaux adsorbants utilisés, des conditions d'application et du type de substances adsorbées.

- **Traitement des eaux usées** : pour éliminer les polluants tels que les métaux lourds, les produits chimiques organiques et les colorants. [38]
- **Dépollution des sols** : L'adsorption peut être appliquée pour dépolluer les sols contaminés en adsorbant les substances toxiques.

- **Capture du carbone :** Certains matériaux adsorbants, tels que les zéolithes et les charbons activés, sont étudiés pour la capture du dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) émis par les industries. (Effet de serre). <sup>[37]</sup>
- **Déversements de produits chimiques :** En cas de déversements accidentels de produits nuisibles, l'adsorption peut être utilisée pour limiter la propagation des substances toxiques dans l'environnement.
- **Impacts sur la biodiversité :** L'utilisation excessive de matériaux adsorbants peut avoir des conséquences sur la biodiversité aquatique ou terrestre. Les substances adsorbées peuvent parfois affecter les organismes vivants, notamment les microorganismes, les plantes et les animaux.
- **Gestion des déchets :** Les matériaux adsorbants saturés peuvent devenir des déchets potentiellement dangereux s'ils contiennent des substances toxiques.

### I.1.7. Domaines industriels d'exploitation.

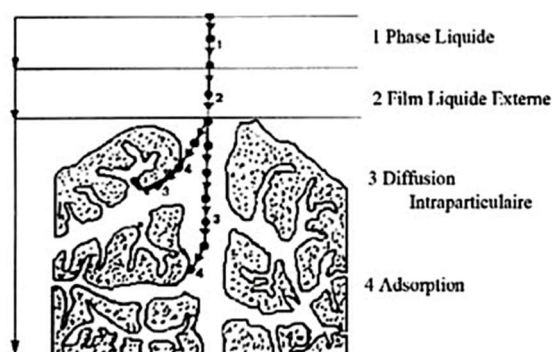
Dans ce paragraphe on va montrer la polyvalence de ce phénomène dans différents domaines.

- **Climatisation et Refroidisseurs d'Adsorption :** L'adsorption est utilisée dans les systèmes de climatisation et les refroidisseurs d'adsorption, offrant l'avantage de ne pas nécessiter de pièces mobiles, ce qui les rend silencieux.
- **Résine Synthétique :** L'adsorption joue un rôle dans la production de résines synthétiques, probablement en tant que processus de purification ou de séparation.
- **Purification de l'Eau :** L'adsorption est largement employée dans les technologies de purification de l'eau, où des matériaux adsorbants sont utilisés pour éliminer les contaminants de l'eau.
- **Industrie Pharmaceutique :** Dans ce domaine, l'adsorption est exploitée pour prolonger l'exposition neurologique à des médicaments spécifiques, démontrant son rôle dans le développement de formulations de médicaments.
- **Revêtements Antiadhésifs :** L'adsorption de molécules sur des surfaces de polymère est utilisée dans le développement de revêtements antiadhésifs, trouvant des applications dans divers secteurs industriels.
- **Dispositifs Biomédicaux :** L'utilisation de l'adsorption dans divers dispositifs biomédicaux souligne son importance dans le domaine de la biotechnologie et de la médecine, où il peut être utilisé pour différentes fonctions, de la séparation de substances à la délivrance de médicaments. <sup>[39]</sup>

### I.1.8. Description du mécanisme d'adsorption.

L'adsorption se produit principalement en quatre étapes.

La **Figure (I.3.)** qui illustre les différentes étapes de l'adsorption ainsi que les domaines où les molécules peuvent interagir avec le solide

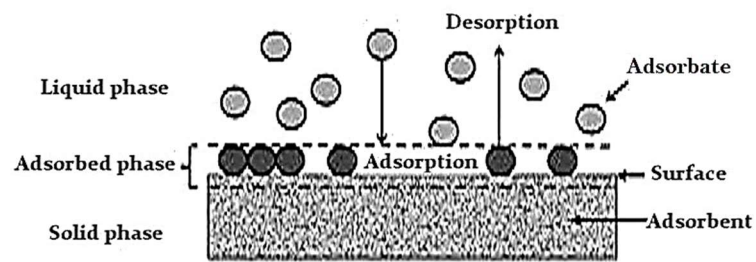


**Figure I.3.** Domaines d'existence d'un soluté lors de l'adsorption Sur un matériau microporeux.

1. Diffusion de l'adsorbât de la phase liquide externe vers celle située au voisinage de la surface de l'adsorbant : Au début du processus, les molécules d'adsorbât se déplacent de la phase liquide environnante vers la région adjacente à la surface de l'adsorbant. C'est une phase préliminaire où les molécules se rapprochent de la surface sur laquelle l'adsorption va se produire.
2. Diffusion extra granulaire de la matière (transfert du soluté à travers le film liquide vers la surface des grains) : Les molécules continuent leur déplacement à travers le film liquide qui entoure les grains d'adsorbant. Ce processus implique le transfert du soluté à travers la couche liquide qui entoure les particules solides.
3. Transfert intra granulaire de la matière (transfert de la matière dans la structure poreuse de la surface des grains) : Une fois que les molécules ont atteint la surface des grains d'adsorbant, elles peuvent pénétrer dans la structure poreuse des grains. Ce transfert intra granulaire consiste à déplacer la matière à l'intérieur des pores du matériau solide.
4. Réaction d'adsorption au contact des sites actifs, une fois adsorbée, la molécule est considérée comme immobile : À ce stade, les molécules d'adsorbât réagissent avec les sites actifs présents à la surface de l'adsorbant. Lorsque la molécule est adsorbée, elle est fixée à la surface et est considérée comme immobile, formant ainsi une phase adsorbée. <sup>[40]</sup>

Ces étapes illustrent le chemin parcouru par les molécules d'adsorbât depuis la phase liquide externe jusqu'à leur fixation sur la surface de l'adsorbant.

Pour mieux comprendre voici une autre visualisation.



**Figure I.4.** Mécanisme de phénomène d'adsorption.

En résumé, l'adsorption a un impact positif sur l'environnement et la santé humaine en contribuant à l'élimination des polluants de l'air et de l'eau, ce qui aide à réduire l'exposition humaine à des substances potentiellement dangereuses et à protéger la qualité de l'air et de l'eau.

## I.2. Les colorants.

La pollution se caractérise par l'introduction de substances étrangères nocives dans un écosystème composant de l'air, de l'eau ou du sol.

### I.2.1. Définition de pollution de l'eau.

La pollution des eaux souvent causée par les activités humaines, altère les caractéristiques physico-chimiques et biologiques des ressources en eau. Cette altération dans l'eau résulte de présence de substances indésirables dans les eaux affectant des environnements et les eaux souterraines. <sup>[41]</sup>

Les sources de pollution de l'eau sont diverses, comprenant à la fois des éléments d'origine naturelle et humaine.

Parmi les sources naturelles, on compte les écoulements minéraux, les émissions volcaniques, l'érosion naturelle du sol, et les matières organiques provenant de la décomposition des végétaux. Du côté des sources d'origine humaine, la pollution de l'eau résulte souvent des déversements industriels, Les rejets domestiques, des rejets agricoles contenant des pesticides et des engrais, des déchets urbains et des eaux usées non traitées. La compréhension et la gestion de ces sources sont fondamentaux pour préserver la qualité de l'eau et la santé des écosystèmes aquatiques. <sup>[42]</sup>

### I.2.2. Types de pollution des eaux.

En général il existe trois types de pollution des eaux :

- La pollution Chimique : résulte en substances toxiques telles que les produits chimiques industriels.
- La pollution biologique : provient de microorganismes comme les bactéries fécales.
- La pollution physique : implique des altérations physiques du milieu comme les déchets plastiques.

Nous nous intéresserons plus particulièrement dans notre mémoire à la pollution chimique de l'environnement.

### I.2.3. Principaux polluant chimiques présents dans l'eau.

Les polluants chimiques présents dans l'eau peuvent varier en fonction de la source d'eau et des activités humaines à proximité. Certains polluants courants comprennent : <sup>[43]</sup>

- Métaux lourds : Plomb, mercure, cadmium.
- Produits chimiques industriels : Polychlorobiphényles (PCB), solvants, les colorants produits chimiques utilisés dans les processus industriels.
- Pesticides et herbicides : Dichlorodiphényltrichloroéthane (DDT), glyphosate, atrazine.
- Composés organiques persistants : Hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP), dioxines.
- Nutriments en excès : Nitrates, phosphates provenant des engrais et des déchets agricoles. (Pollution de l'eau et risque de cancer)
- Produits pharmaceutiques et produits chimiques personnels : Résidus de médicaments et de produits de soins personnels.

La présence de ces polluants dépend de facteurs géographiques, industriels et agricoles, ainsi que des pratiques de gestion de l'eau.

Notre mémoire se concentre principalement sur la pollution de l'eau causée par les colorants.

### I.2.4. Définition des colorants.

Les matières colorantes se caractérisent par leur capacité à absorber les rayonnements lumineux dans le spectre visible (de 380 à 750nm).

La transformation de la lumière blanche en lumière colorée par réflexion sur un corps, ou par transmission ou diffusion.

Cette substance apporte sa couleur de la présence de groupes chromophores et auxochromes de structures aromatiques conjuguées. <sup>[44]</sup>

- Groupes Chromophores : sont des groupements chimiques covalents insaturés responsables de l'absorption de la lumière visible.
- Groupes Auxochromes : sont des groupes saturés liés à un chromophore, provoquent des changements dans la longueur d'onde maximale et l'intensité du pic d'adsorption.

**Tableau I.2.** Principaux groupes chromophore et auxochrome.

Groupes chromophore	Groupes auxochrome
Azo (-N=N-)	Amine tertiaire (Diméthylamino (-N(CH <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ))
Carbonyle (>C=O)	Alkoxy (-OR)
Nitro (-NO <sub>2</sub> Ou =NO-OH)	Amine secondaire (Méthylamino -NHCH <sub>3</sub> )
Vinyl (-C=C-)	Groupes donneurs d'électrons NH <sub>3</sub> , -COOH
Thiocarbonyle (>C=S)	Hydroxyl (-OH)
Méthine (-CH=, -CR=)	Chloro (Cl <sup>-</sup> )
Azométhine (-CH=NH)	Iodi (I <sup>-</sup> )
Iodi (I <sup>-</sup> )	Bromo (Br <sup>-</sup> )
Azométhine N substitué (-CH=N-)	

## I.2.5. Classification standard des colorants.

### I.2.5.1. Les Colorants Naturels.

Ce sont des colorants dérivés de sources naturelles telles que des plantes, des animaux ou des minéraux. Par exemple, le curcuma est un colorant naturel jaune extrait de la racine de curcuma, Les colorants naturels forment une gamme très étendue de nuances allant du jaune au bleu, en passant par le vert et même le noir.

Les plus connus sont les chlorophylles qui donnent la couleur verte (E 140), la betterave rouge (E 162), le charbon médicinal végétal qui donne la couleur noire (E 153), et la riboflavine (E 101) donne aux beurres et margarines blanches leur couleur jaune etc...

### I.2.5.2. Les Colorants synthétiques.

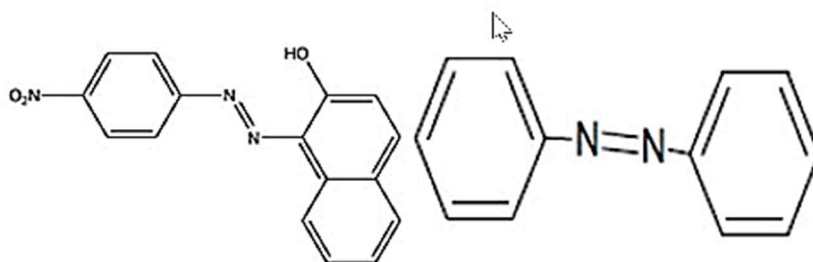
Ces colorants sont fabriqués chimiquement en laboratoire. Ils sont souvent utilisés dans l'industrie alimentaire, pharmaceutique et textile. Les colorants synthétiques offrent une plus grande variété de couleurs et sont généralement plus stables que les colorants naturels, et ils sont classés selon leur structure chimique et leur méthode d'application sur différents substrats.

#### I.2.5.2.1. Classification chimique.

Cette classification dépend de leur structure moléculaire et de leurs groupes fonctionnels.

##### I.2.5.2.1.1. Colorants azoïques.

Les colorants azoïques sont des composés caractérisés par le groupement fonctionnel azo N=N reliant deux noyaux benzéniques. Ce sont les plus répandus puisqu'ils représentent 50% de la production mondiale des colorants. <sup>[45]</sup>

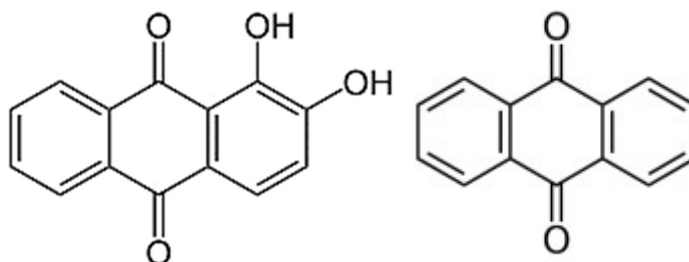


**Figure I.5.** Formule chimique d'azoïque.

#### I.2.5.2.1.2. Les colorants anthraquinoniques :

Ces colorants contiennent la structure anthraquinone comme partie intégrante de leur structure moléculaire, Ce sont les dérivés de 9,10-anthraquinone. <sup>[45]</sup>

Ce sont les plus importants du point de vue commercial, Leur formule générale dérivée de l'antracène montre que le chromophore est un noyau quinonique qui est un groupe caractéristique responsable de la couleur sur lequel peuvent s'attacher à des groupes hydroxyles ou amino (auxochromes). <sup>[46]</sup>

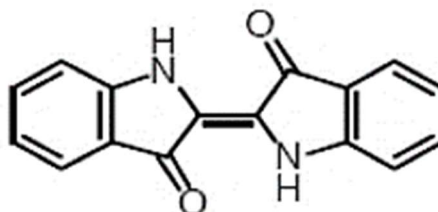


**Figure I.6.** Structure moléculaire d'un colorant anthraquinonique.

#### I.2.5.2.1.3. Les colorants indigoïdes.

Ces colorants ont un principe actif basé sur la structure de l'indole, un composé bicyclique que l'on trouve dans certains escargots de mer et dans la plante indigo.

La structure chimique de ces colorants est caractérisée par un système conjugué de liaisons doubles qui confère la couleur bleue caractéristique. <sup>[47]</sup> Il est Utilisé comme additifs en produits pharmaceutiques, la confiserie, ainsi que dans des diagnostics médicales et dans l'industrie de textile. <sup>[48,49]</sup>



**Figure I.7.** Structure moléculaire de l'indigo.

#### I.2.5.2.1.4. Les colorants xanthènes.

Ces colorants sont la base d'une famille de colorants tels que la fluorescéine. Les colorants fluorescents ont la propriété d'émettre de la lumière lorsqu'ils sont exposés à une certaine longueur d'onde, généralement dans la gamme ultraviolette (UV). Cela les rend utiles dans divers domaines, y compris comme marqueurs ou traceurs ; marqueurs lors d'accidents maritimes ou de traceurs d'écoulement pour des rivières souterraines. <sup>[50]</sup>

Les colorants fluorescents sont également utilisés dans des domaines tels que la biologie cellulaire, la microscopie à fluorescence et d'autres applications de marquage et d'imagerie.

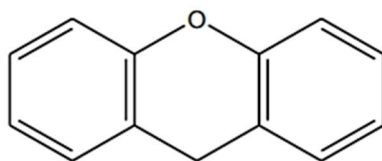


Figure I.8. Structure de Xanthène.

#### I.2.5.2.1.5. Les colorants phtalocyanines.

Ces colorants ont une structure basée sur l'atome central de cuivre ou d'un autre métal de transition comme le nickel (Ni), le cobalt (Co), le platine (Pt), etc.

La synthèse de ces colorants est liée à la synthèse des phtalocyanines ; réaction de dicyanobenzène en présence d'un halogénure métallique (métal de transition). Cette réaction de condensation est réalisée en présence d'une base, conduit à la formation du cycle phtalocyanine. <sup>[50]</sup>

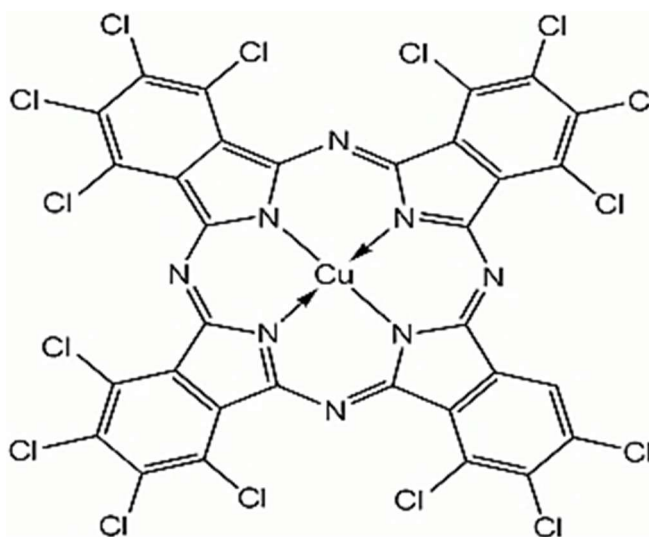
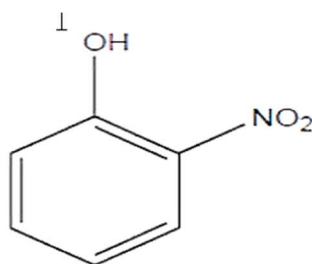


Figure I.9. Structure du phtalocyanines.

#### I.2.5.2.1.6. Les colorants nitrés et nitrosés.

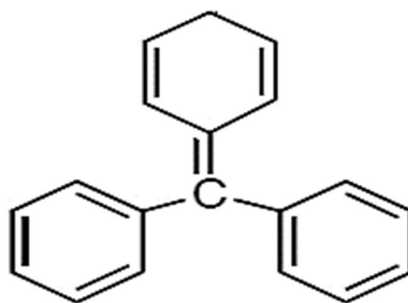
Cette catégorie de colorants est assez restreinte en termes de diversité et possède une origine relativement ancienne. Malgré cela, ils continuent d'être employés aujourd'hui en raison de leur coût abordable, attribuable à la simplicité de leur structure moléculaire. Cette structure est caractérisée par la présence d'un groupe nitro (-NO<sub>2</sub>) positionné ortho par rapport à un groupement électrodonneur, tel qu'un hydroxyle ou des groupes aminés. Cette configuration spécifique contribue à leurs propriétés et confère aux colorants une application économique, les rendant ainsi toujours pertinents dans certains processus industriels. <sup>[51]</sup>



**Figure I.10.** Structure moléculaire d'un colorant Nitrés et nitrosés.

#### I.2.5.2.1.7. Les colorants triphénylméthanés.

Ces colorants trouvent leur origine dans le triphénylméthane, qui est un hydrocarbure constitué de trois cycles phényles liés à un carbone central. Cette structure de base est présentée dans de nombreux composés organiques colorés. Les colorants triphénylméthanés et leurs dérivés hétérocycliques représentent la plus ancienne catégorie de colorants synthétiques. Bien que leur importance soit actuellement moindre par rapport aux colorants azoïques et anthraquinoniques, ils conservent une valeur commerciale en offrant une palette complète de nuances. Les triphénylméthanés sont largement utilisés dans les secteurs papetier et textile pour la teinture de matières telles que le nylon, la laine, la soie et le coton. Leur application ne se limite pas à l'industrie, car on les retrouve également dans le domaine médical en tant que marqueurs biologiques et agents antifongiques, notamment chez les poissons et la volaille. <sup>[52]</sup>



**Figure I.11.** Structure moléculaire d'un colorant triphénylméthane.

### **I.2.5.2.2. Classification tinctoriale.**

Cette catégorie offre aux experts de l'industrie, tels que les teinturiers, une compréhension approfondie des caractéristiques spécifiques de chaque colorant. Des informations essentielles, telles que la solubilité dans la solution de teinture, l'affinité envers les fibres sélectionnées, et la méthode de fixation, sont essentielles dans ce secteur d'activité. Les diverses classes tinctoriales de ces colorants sont définies par leurs auxochromes, se présentant fondamentalement comme suit :

#### **I.2.5.2.2.1. Colorants acides ou anioniques.**

Ces colorants sont hydrosolubles en raison de la présence de groupements sulfonates  $\text{NaSO}_3$  ou carboxylates  $\text{NaCOO}^-$ . Ils sont ainsi désignés parce qu'ils permettent la teinture des fibres animales (comme la laine et la soie) ainsi que certaines fibres acryliques modifiées (nylon, polyamide) dans un bain légèrement acide. L'affinité entre le colorant et la fibre résulte de liaisons ioniques entre la partie acide sulfonique du colorant et les groupements « amino » présents dans les fibres textiles. <sup>[53]</sup>

#### **I.2.5.2.2.2. Colorants basiques ou cationiques.**

Les colorants cationiques ou basiques sont reconnus pour leurs nuances brillantes et sont essentiellement constitués de sels d'amines organiques, ce qui leur confère une solubilité accrue dans l'eau. Les liaisons se forment entre les sites cationiques des colorants et les sites anioniques des fibres. <sup>[54]</sup>

Cependant, leur résistance à l'action de la lumière est limitée, les rendant inappropriés pour la teinture des fibres naturelles. Bien qu'ils aient tendance à disparaître de l'utilisation dans la teinture de la laine et de la soie, ces colorants ont suscité un regain d'intérêt avec l'avènement des fibres acryliques. Sur ces dernières, ils permettent d'obtenir des teintes très vives et résistantes. <sup>[55]</sup>

#### **I.2.5.2.2.3. Colorants à mordants.**

Ces colorants comprennent habituellement un ligand fonctionnel capable de réagir de manière significative avec un sel d'aluminium, de chrome, de cobalt, de cuivre, de nickel ou de fer, formant ainsi divers complexes colorés avec le textile. <sup>[51]</sup> Ce type teint les fibres beaucoup plus solidement que les colorants acides, et sont habituellement utilisés pour la teinture de coton, de laine ou d'autres fibres protéiques.

#### **I.2.5.2.2.4. Les pigments.**

Les colorants pigments sont des substances colorées utilisées pour colorer divers matériaux, tels que des peintures, des encres, des plastiques, des textiles, des cosmétiques et d'autres produits. Contrairement aux colorants qui se dissolvent dans le matériau, les pigments restent souvent sous forme de particules insolubles dans le milieu où ils sont appliqués, ce qui nécessite d'ajouter des liants pour assurer la cohésion avec le support. <sup>[56]</sup>

#### **I.2.5.2.2.5. Les colorants de cuve.**

Les colorants de cuve, également appelés colorants à cuve, sont une classe de colorants qui ont la particularité de ne pas être solubles dans l'eau à température ambiante, mais qui deviennent solubles lorsqu'ils sont chauffés. Ces colorants sont principalement utilisés dans la teinture des fibres synthétiques telles que le polyester, le polyamide (nylon), et parfois le coton. <sup>[57]</sup>

Le processus de teinture en cuve implique généralement le chauffage des colorants insolubles dans l'eau à des températures élevées, ce qui les rend solubles. Les fibres à teindre sont ensuite immergées dans cette solution de colorant. Une fois les fibres ont absorbé la couleur, elles sont retirées de la cuve et le colorant est fixé sur les fibres par un traitement ultérieur. Il est important de noter que la teinture en cuve est souvent utilisée pour obtenir des couleurs durables sur des fibres synthétiques. <sup>[56]</sup>

#### **I.2.5.2.2.6. Les colorants dispersés.**

Les colorants dispersés offrent des teintures résistantes à la lumière, aux acides, au formaldéhyde et aux variations thermiques. Ils sont de nature non-ionique, employés pour la coloration sous forme de dispersion aqueuse, principalement utilisés pour teindre les fibres artificielles et synthétiques. <sup>[57]</sup> Ces colorants sont pratiquement insolubles dans l'eau, mais ils se dissolvent dans la phase organique des fibres qui ne possèdent pas de groupements acides ou basiques (telles que le polyester, le polyamide, le poly acrylonitrile, etc.) <sup>[56]</sup>

#### **I.2.5.2.2.7. Les colorants réactifs.**

Ils renferment des groupes chromophores et leur nom est associé à la présence d'une fonction chimique réactive qui favorise la création d'une liaison covalente robuste avec les fibres.

### **I.2.6. L'application des colorants.**

Pour apprécier l'influence des matières colorantes, il est instructif d'analyser la composition des produits manufacturés dans divers secteurs d'activité. Par exemple, les textiles représentent 60%, les papiers 10%, les matières plastiques et élastomères 10%, le cuir et les fourrures 3%. Les autres applications englobent les produits alimentaires, le bois et la photographie. <sup>[58]</sup>

### **I.2.7. Toxicité des colorants.**

Les colorants, largement utilisés pour conférer des teintes attrayantes à une gamme de produits, suscitent un intérêt croissant en raison de leurs effets potentiels sur la santé humaine et l'environnement. Alors que ces composés jouent un rôle essentiel dans la vie quotidienne, leur impact toxique sur l'environnement et la santé humaine soulève des questions sur les méthodes de production, d'utilisation et d'élimination. Cette introduction explore les risques associés à la toxicité des colorants, mettant en évidence la nécessité d'une vigilance accrue et de normes réglementaires pour assurer une utilisation sûre et durable de ces substances colorantes.

### **I.2.7.1. Les dangers évidents.**

#### **I.2.7.1.1. Eutrophisation.**

L'eutrophisation des environnements aquatiques résulte de l'augmentation de la concentration des nitrates et des phosphates dans le milieu. La décomposition des colorants sous l'influence des microorganismes génère des nitrates et des phosphates dans l'environnement naturel. L'apport excessif de ces ions minéraux peut devenir nocif pour la faune aquatique et compromettre la production d'eau potable. Leur absorption par les plantes aquatiques accélère leur croissance débridée, entraînant un appauvrissement en oxygène par inhibition de la photosynthèse dans les couches les plus profondes des cours d'eau et des eaux stagnantes. <sup>[59]</sup>

#### **I.2.7.1.2. Sous-oxygénation.**

La sous-oxygénation, également connue sous le terme d'hypoxie, se réfère à une situation où la quantité d'oxygène dissous dans un milieu, comme l'eau d'un cours d'eau, d'un lac ou d'un réservoir, est insuffisante pour répondre aux besoins des organismes vivants ; ne parviennent plus à compenser la demande en oxygène due à l'activité bactérienne. En d'autres termes, il y a un déficit d'oxygène dans l'environnement aquatique.

Selon les estimations de Manahan, la décomposition de 7 à 8 mg de matière organique par des micro-organismes est suffisante pour absorber l'oxygène contenu dans un litre d'eau. <sup>[60]</sup>

#### **I.2.7.1.3. Couleur turbidité odeur.**

L'utilisation de colorants dans l'eau peut influencer significativement sa couleur, sa turbidité, et potentiellement, dans certains cas, son odeur. La teinte de l'eau dépend du type et de la concentration des colorants utilisés, avec des concentrations élevées pouvant altérer considérablement la couleur naturelle de l'eau. La turbidité peut également être affectée, surtout si les colorants forment des particules en suspension. En général, l'odeur de l'eau n'est pas significativement impactée par l'utilisation de colorants, à moins que des composés chimiques spécifiques ne soient présents en concentration élevée. Il est essentiel d'utiliser ces colorants de manière responsable pour éviter des perturbations écologiques indésirables dans les écosystèmes aquatiques.

### **I.2.7.2. Les dangers à long terme.**

#### **I.2.7.2.1. La persistance.**

La persistance dans le contexte de la toxicité des colorants fait référence à la durée pendant laquelle les colorants restent présents dans l'environnement après avoir été introduits. Un colorant persistant est celui qui ne se décompose pas facilement et qui peut rester présent dans l'eau ou dans d'autres milieux environnementaux pendant une période prolongée. <sup>[61]</sup>

La durabilité de ces colorants est étroitement liée à leur réactivité chimique. Il convient également de noter que, par exemple, les composés insaturés présentent une persistance moindre par rapport aux composés saturés, et les alcanes sont moins persistants que les composés aromatiques.

#### **I.2.7.2.2. La Bioaccumulation.**

La bioaccumulation fait référence au processus par lequel des substances chimiques, y compris des colorants, s'accumulent progressivement dans les tissus des organismes vivants au fil du temps. Lorsqu'un organisme est exposé à des colorants persistants dans son environnement, ces substances peuvent être absorbées par l'organisme et stockées dans ses tissus. [47]

Le problème de la bioaccumulation réside dans le fait que la concentration (inférieure à 1 mg par litre) des substances chimiques, y compris des éventuels composés toxiques présents dans les colorants, peut atteindre des niveaux plus élevés à chaque niveau de la chaîne alimentaire. Par exemple, si un organisme aquatique absorbe des colorants persistants, un prédateur qui se nourrit de cet organisme peut accumuler une concentration encore plus élevée de ces substances. Cela peut se poursuivre à chaque échelon de la chaîne alimentaire, conduisant à des concentrations potentiellement toxiques chez les prédateurs supérieurs.

#### **I.2.7.2.3. Le Cancer.**

Certains colorants peuvent présenter des risques cancérigènes lorsqu'ils sont dégradés en métabolites spécifiques. [62] Par exemple, les colorants azoïques peuvent générer des amines cancérigènes pendant leur dégradation. [63] De plus, les dérivés leuco des triphénylméthanes, issus de la dégradation d'autres types de colorants, sont également associés à des risques cancérigènes. [65] Il est important de noter que ces effets dépendent du type de colorant, de ses métabolites et des conditions spécifiques de son utilisation et de sa dégradation dans l'environnement. La recherche scientifique continue à évaluer ces risques et à élaborer des normes pour minimiser les impacts potentiels sur la santé humaine.

#### **I.2.7.2.4. Sous-produits de chloration.**

La réaction du chlore, employé pour éliminer les microorganismes pathogènes, avec la matière organique engendre la formation de trihalométhanes (THM) [66], pouvant atteindre des concentrations de plusieurs dizaines de milligrammes par litre. Ces composés organochlorés sont associés au développement de cancers tels que celui du foie, des poumons, des reins et de la peau chez l'homme [67,68].

### **I.2.8. Techniques d'élimination des colorants dans les eaux usées.**

Le processus de traitement des eaux contaminées s'articule en trois phases successives. Dans un premier temps, on procède à l'élimination des polluants insolubles au moyen de prétraitements tels que le dégrillage, le dessablage et le déshuilage, ainsi que par des procédés de séparation solide-liquide à travers des traitements physico-chimiques. La deuxième étape se décline en trois catégories, et aussi une étape de désinfection. Nous nous occuperons de la deuxième étape.

### I.2.8.1. Traitement biologique.

C'est la technique la plus utilisée dans le traitement des effluents colorés, elle a été utilisée pendant plus de 150 années. Cette technique implique l'utilisation d'organismes vivants, tels que des bactéries, des champignons, ou des micro-organismes, pour décomposer les colorants présents dans l'eau. Il y a deux types de traitement biologique, l'aérobie a besoin de l'air (l'oxygène) pour que les bactéries effectuent le processus de dégradation sur la boue activée, tandis que les bactéries anaérobiques fonctionnent en absence d'air. [69]

### I.2.8.2. Traitement chimique.

Le traitement chimique des colorants dans les eaux usées implique l'utilisation de réactifs chimiques spécifiques pour décomposer ou neutraliser les colorants présents. Deux approches courantes sont l'utilisation d'agents de floculation et l'oxydation chimique.

1. **Agent de Floculation** : L'utilisation d'agents de floculation est une méthode classique. Des substances telles que les ions ferriques ( $\text{Fe}^{+3}$ ) ou d'aluminium ( $\text{Al}^{+3}$ ) sont ajoutées à l'effluent. Ces agents réagissent avec les colorants pour former des floes, des agrégats de particules, qui peuvent être facilement éliminés par décantation ou filtration. Cette méthode est efficace pour éliminer les colorants sous forme de particules en suspension.
2. **Oxydation Chimique** : L'oxydation chimique est une méthode plus avancée qui utilise des oxydants forts tels que l'ozone ( $\text{O}_3$ ), le peroxyde d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), le chlore ( $\text{Cl}_2$ ), ou le permanganate de potassium ( $\text{KMnO}_4$ ). Ces oxydants réagissent avec les colorants, provoquant leur décomposition ou conversion en produits moins colorés. L'ozone, par exemple, est souvent utilisé pour traiter les colorants organiques résistants. Cette méthode est particulièrement efficace pour traiter les colorants qui ne peuvent pas être facilement éliminés par d'autres moyens. [69]

### I.2.8.3. Traitement physique.

Le traitement physique, axé sur des méthodes de séparation et d'élimination mécaniques, offre une approche vitale pour répondre à cette problématique. Parmi les diverses techniques utilisées, la filtration, l'adsorption, l'ultrafiltration, les techniques membranaires et d'autres méthodes émergent comme des outils essentiels pour débarrasser les eaux usées des substances colorées indésirables. [70]

Dans cette étude, nous traiterons l'eau des colorants en utilisant la méthode d'adsorption, comme mentionné précédemment c'est un procédé qui consiste à transférer le polluant de son milieu d'origine vers la surface de l'adsorbant. Et à ce stade, nous allons parler en détail du matériau adsorbant et de la substance adsorbée.

### I.2.9. Adsorbant utilisé (le jute).

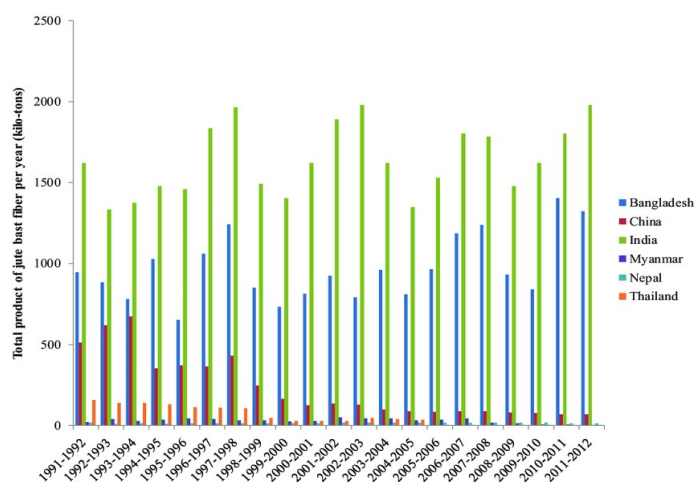
Le *jute* est une fibre végétale naturelle obtenue à partir des tiges des plantes de *jute*, est à la fois biodégradable et recyclable, dérivant de la tige d'une plante pouvant être transformée en une fibre utilisée dans divers produits. Principalement issu des plantes de *jute* blanc (*Corchorus capsularis*) et de *jute* tossa (*Corchorus olitorius*). [71]

Le *jute*, surnommé la "fibre d'or" pour ses reflets dorés, se distingue par sa résistance, durabilité, polyvalence, et esthétique, tout en demandant une vigilance accrue en raison de sa sensibilité à l'humidité. [72]



Figure I.12. Le jute.

Les principaux pays producteurs de *jute* sont l'Inde, le Bangladesh, la Chine, le Népal et la Thaïlande, qui représentent environ 95% de la production mondiale. L'Inde et le Bangladesh sont les principaux producteurs mondiaux de *jute*, suivis de la Chine. La production est concentrée dans le delta du Gange en Inde et au Bangladesh, avec plus de 40% de la production mondiale dans chaque pays. [73]



Production en tonnes. Chiffres 2003-2004				
Données de FAOSTAT (FAO)				
Inde	1789000	65 %	1789000	65 %
Bangladesh	792000	29 %	800000	29 %
Chine	56000	2 %	68000	2 %
Birmanie	50000	2 %	50000	2 %
Autres pays	62747	2 %	66642	2 %
<b>Total</b>	<b>2749747</b>	<b>100 %</b>	<b>2773642</b>	<b>100 %</b>

Figure I.13. Bulletin statistique de la production du jute au monde.

### I.2.9.1. Morphologie de jute.

#### A/ Plante de jute :

- Les plantes de *jute* sont des herbes annuelles qui poussent dans les régions tropicales et subtropicales.
- Elles ont des tiges longues et minces qui peuvent atteindre jusqu'à 4 mètres de hauteur.
- Les feuilles sont ovales et dentelées, avec une texture rugueuse.
- Les fleurs de *jute* sont petites, jaunes et regroupées en grappes.
- Les fruits sont des capsules contenant des graines, d'où provient la fibre de *jute*. [74]



**Figure I.14.** Les plantes de jute.

#### B/ Les fibres de jute :

- Les fibres de *jute* sont longues et fines, mesurant généralement entre 1 et 4 mètres de longueur. Elles ont un diamètre d'environ 20 à 30 micromètres, ce qui les classe parmi les fibres textiles les plus fines.
- À un niveau macroscopique, les fibres de *jute* ressemblent à des faisceaux et des rubans, Ces faisceaux sont formés par des cellules individuelles de jute maintenues ensemble par une substance adhésive naturelle appelée pectine.
- Les fibres de *jute* sont linéaires et flexibles, avec une texture légèrement rugueuse. Elles sont généralement de couleur beige à brun clair, bien que des variétés teintées puissent également être produites. [74]



Figure I.15. Fibre de jute.

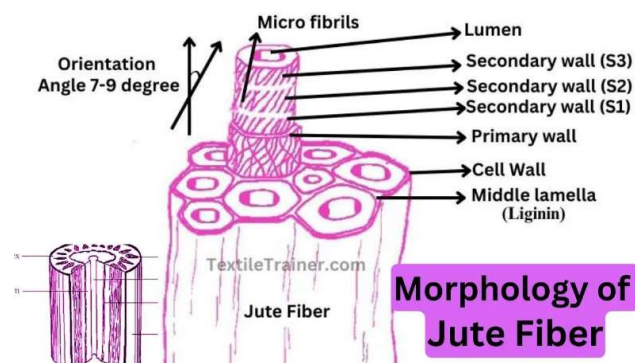


Figure I.16. Structure macroscopique De la fibre de jute.

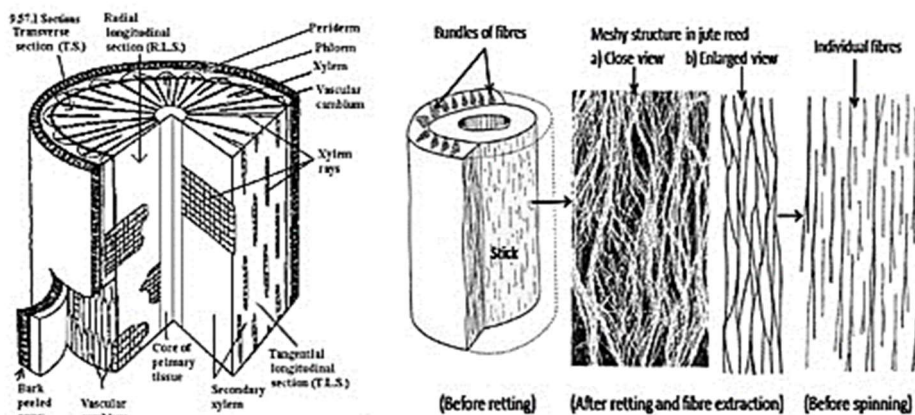


Figure I.17. Structure microscopique de la fibre de jute.

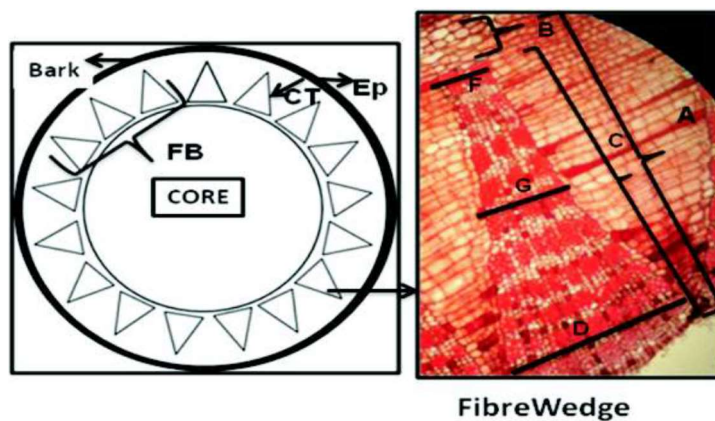
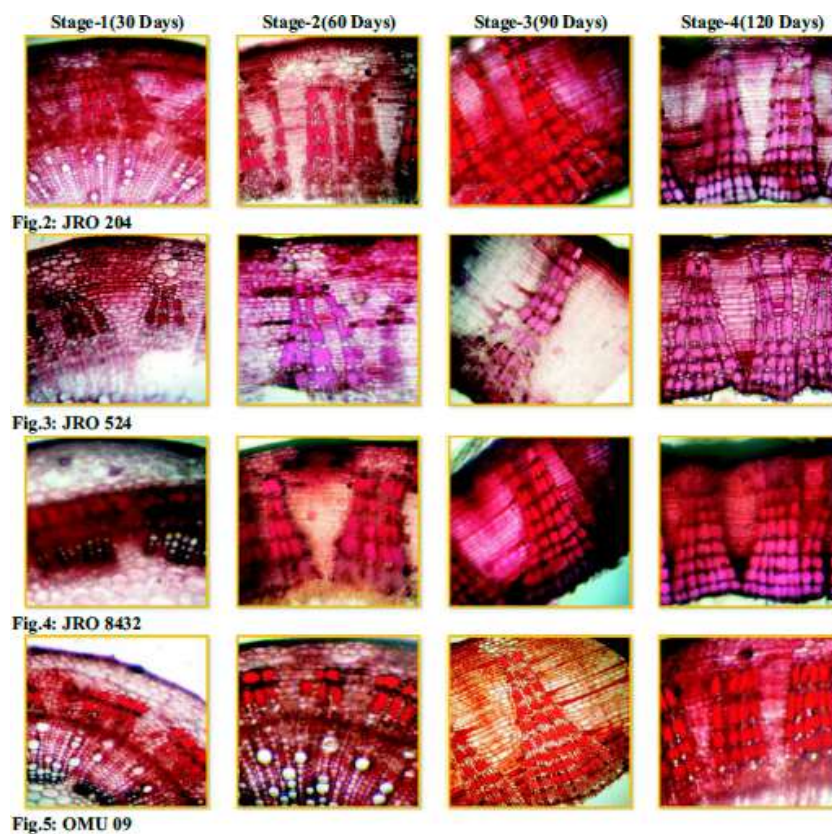


Figure I.18. Montre le motif de distribution des cellules dans La coupe transversale de la fibre de jute.

**FB** = Faisceau de fibres, **Ep** = Épiderme, **CT** = Cortex, **A** = Diamètre total de l'écorce, **B** = Différence entre l'extrémité de la pointe des fibres, **C** = Longueur moyenne de la cale de cellules de fibre, **D** = Largeur moyenne de la cale de cellules de fibre à la base, **F** = Largeur moyenne de la cale de cellules de fibre en haut, **G** = Largeur moyenne de la cale de cellules de fibre au milieu.



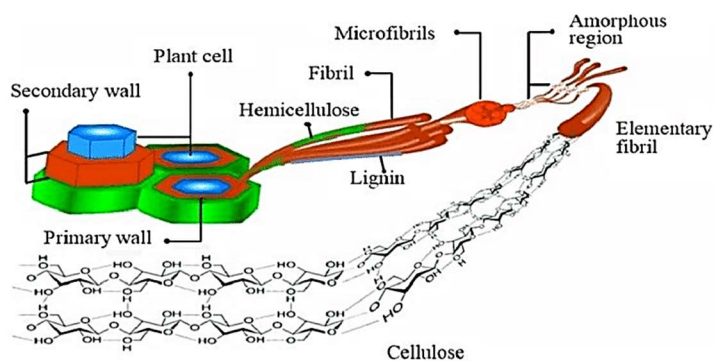
**Figure I.19.** Distribution des cellules de fibres dans la section transversale De différents génotypes.

### I.2.9.2. La composition chimique.

La composition chimique de *jute* comprend principalement de la cellulose, qui est le composant principal de toutes les fibres végétales. Les fibres de *jute* contiennent également d'autres composants tels que la lignine, les hémicelluloses, les pectines, les cires, les graisses, les sucres, les protéines, les sels minéraux, et des colorants naturels. La composition exacte peut varier en fonction du type de fibre et de son traitement. [75]

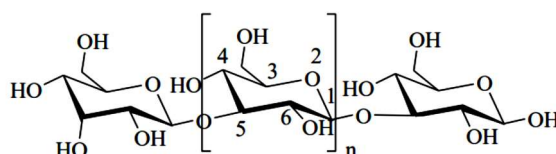
**Tableau I.3.** La composition chimique de la fibre de jute.

Composition chimique	Fraction en %
Cellulose	65.2 %
Hémicelluloses	22.2 %
Lignine	10.8 %
Pectine	00.2 %
Matière soluble dans l'eau	01.5 %
Graisses et cire	00.3 %



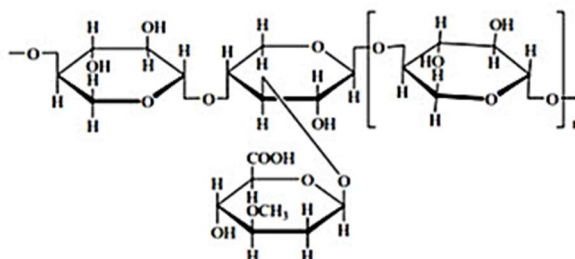
**Figure I.20.** Structure de jute.

La cellulose  $(C_6H_{10}O_5)_n$  est un polysaccharide linéaire polymère constitué par le monosaccharide de glucose  $(C_6H_{12}O_6)$ .



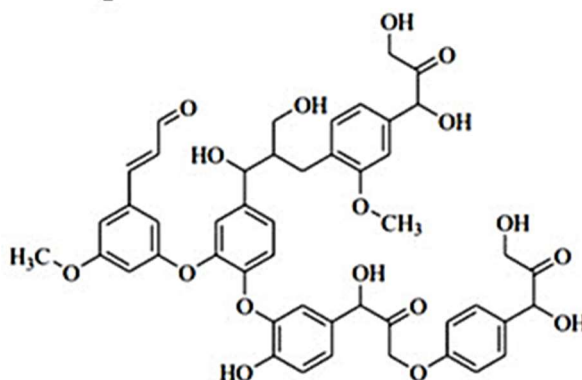
**Figure I.21.** Structure moléculaire de la cellulose.

L'hémicellulose; les polysaccharides et les poly-uranides isotropes à courtes chaînes amorphes, souvent des sucres très assimilés, par exemple galactose et mannose rarement si toujours cristallin. L'hémicellulose de polysaccharide sont chimiquement jointes ou en partie mélangées et installées avec des molécules de cellulose.



**Figure I.22.** Structure moléculaire de l'Hémicellulose.

La lignine est isotrope et non cristalline à chaîne courte composée des éléments du phenylpropane.



**Figure I.23.** Structure moléculaire de la lignine.

### I.2.9.3. Propriétés physico-chimiques de jute.

#### A/ Propriétés physiques.

**Tableau I.4.** Propriétés physiques de jute.

Longueur ultime	1.5-4 mm
Diamètre ultime	15-20 mm
Nombre d'ultimes dans la section transversale de X	6-10
Couleur	Blanc, blanc cassé, jaune, marron, gris, doré
Allongement	1,7 % à la rupture
Densité relative (Gravité spécifique)	1,5
Regain d'humidité	13.75%
Résilience	Mauvaise
Stabilité dimensionnelle	Bonne
Résistance à l'abrasion	Moyenne
Effet de la lumière et de la chaleur	Moyen
Effet des micro-organismes	Bonne (meilleure que le coton)

**Remarque :** Regain d'humidité (ou le taux d'humidité récupérable) est la quantité d'humidité qu'un matériau peut absorber de l'air ambiant à une certaine température et humidité relative.

#### B/ Propriétés chimiques.

- **Effet des Acides :** Facilement endommagé par des acides chauds dilués et des acides froids concentrés.
- **Effet des Alcalis :** Les fibres sont endommagées par les forts alcalis. Les fibres perdent du poids lorsqu'elles sont chauffées avec de la soude caustique.
- **Effet des Blanchissants :** Résistant aux agents de blanchiment (agent de blanchiment, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, NaOCl, NaClO<sub>2</sub>, Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, CH<sub>3</sub>COOH, KMnO<sub>4</sub>, etc.).
- **Effet de la Lumière :** La couleur change légèrement en présence de lumière du soleil. Cela se produit en raison de la présence de lignine dans la fibre.
- **Effet de la Moisissure :** La capacité de prévention est meilleure que le coton et le lin.
- **Capacité de teinture :** Facile à teindre. Un colorant basique est utilisé pour colorer la fibre de jute. <sup>[75]</sup>

#### I.2.9.4. Usages de jute.

Les fibres de *jute* sont utilisées pour divers types de produits en *jute*. Les qualités plus fines de *jute* sont transformées en rideaux et en tissus d'ameublement. Le *jute* peut être mélangé avec de la laine pour la production de fils et de tissus de qualité fine.

##### Utilisations courantes :

- Emballage : sacs, sachets, matériaux d'emballage comme les sacs en coton et les sacs en laine.
- Géotextiles : couverture de décharges, renforcement de digues.
- Tresses et sangles.
- Remplissage de câbles.
- Corde.
- Meubles.
- Lits de camp.
- Tissus filtrants.
- Sacs à main.
- Tissus de revêtement. <sup>[75]</sup>

#### I.2.10. Adsorbat utilisé. (Méthyle violet MV2B)

Le méthyle violet 2B (MV2B) est un colorant basique de la classe des triphénylméthanes, se présentant sous forme de solide vert foncé et se dissolvant dans l'eau pour former une teinte violette intense.

Cependant, ce colorant présente des risques pour la santé, pouvant provoquer des irritations cutanées, oculaires et respiratoires sévères. Sa forte pigmentation signifie qu'une petite quantité dans l'eau peut entraîner une coloration notable, soulignant ainsi la nécessité de disposer de méthodes efficaces pour son élimination. <sup>[76]</sup>

Le MV2B est utilisé comme indicateur de pH (à un pH base, le MV2B apparaît jaune et lorsque le pH augmente vers 3,2 sa couleur vire au violet), aussi il est utilisé dans divers secteurs tels que la peinture, l'industrie textile (notamment pour le coton et la soie) ainsi que dans l'encre d'impression. <sup>[77]</sup>



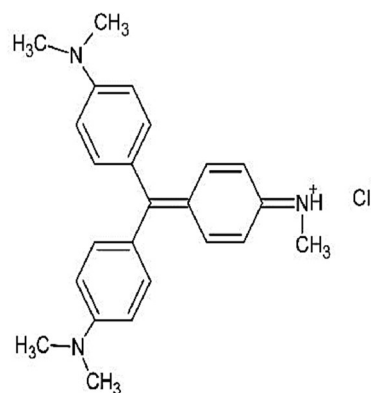
**Figure I.24.** Le colorant Violet de méthyle 2B.

Les principales caractéristiques physicochimiques du méthyle violet 2B sont présentées dans le tableau ci-dessous.

**Tableau I.5.** Les propriétés physico-chimiques du MV2B.

Propriété	MV2B
Formule chimique	$C_{24}H_{28}N_3Cl$
Masse molaire	393.96 g/mol
Masse volumique	1,21 à 1,24 g/cm <sup>3</sup>
Solubilité dans l'eau	soluble dans l'eau et l'éthanol
Point de fusion	137°C
$\lambda_{max}$	580 nm

La structure chimique



## I.3. Plan d'expérience.

Dans divers domaines, il est fréquent de chercher à examiner un phénomène qui dépend de plusieurs paramètres. Cependant, l'approche spontanée n'est pas toujours la plus efficace. Elle implique souvent de fixer les niveaux de toutes les variables sauf une, puis de mesurer la réponse pour différentes valeurs de la variable. Si plusieurs paramètres doivent être étudiés, cette méthode doit être répétée pour chaque paramètre. Par exemple, pour étudier 7 paramètres avec 4 niveaux de chacun, il serait nécessaire de réaliser 16384 ( $4^7$ ) expériences. Ce nombre d'expériences représente un effort énorme et souvent hors de portée et irréalisable.

Pour résoudre cette problématique, il est nécessaire de réduire le nombre d'expériences à effectuer sans compromettre la qualité des résultats recherchés. L'utilisation d'un plan d'expériences offre une stratégie pour choisir les méthodes d'expérimentation. Leur succès dans la recherche et l'industrie est étroitement lié à la nécessité de compétitivité des entreprises, car ils permettent une amélioration de la qualité et une réduction des coûts.

L'objectif fondamental de l'expérimentation est d'établir la relation qui existe entre une grandeur d'intérêt, représentée par  $y$ , et des variables  $x_i$  de la forme :  $y = f(x_i)$ .

### I.3.1. Historique.

Les approches rigoureuses de l'expérimentation, fondées sur l'utilisation de plans d'expériences, trouvent leur origine dans les travaux de Sir Ronald Fisher (1890-1962). Cet éminent mathématicien, particulièrement prolifique en statistiques, s'est engagé dans l'étude des techniques d'expérimentation lors de son emploi en 1919 à la "Rothamsted Experimental Station". Les contributions de Fisher comprennent des concepts clés tels que la répétition, la constitution de blocs, les expériences factorielles, la confusion entre les interactions et les effets principaux, ainsi que les expériences en parcelles divisées. Les idées novatrices de Fisher ont été adoptées par des experts en sciences agronomiques.

En 1931, Frank Yates (1902-1993) rejoint Fisher à Rothamsted. Leur collaboration engendre de nouveaux développements, notamment dans le domaine des expériences factorielles, ainsi que des concepts tels que les expériences en blocs aléatoires incomplets et les expériences factorielles fractionnaires. À partir des années 1935-1940, les concepts d'expérimentation, initialement développés et appliqués principalement dans le secteur agronomique, font leur entrée dans le secteur industriel. De nouvelles idées émergentes à cette époque, telles que les plans de Plackett et Burman, la notion de surfaces de réponse, et l'application de cette notion aux mélanges, ainsi que les plans optimaux. <sup>[78]</sup>

### I.3.2. Définition.

La méthode des plans d'expériences repose sur des fondements statistiques. Sa principale distinction par rapport à la méthode classique, où l'on fixe généralement le niveau de toutes les variables sauf une et mesure la réponse pour plusieurs valeurs de cette variable mobile, réside dans le fait que tous les niveaux sont modifiés simultanément à chaque

expérience. Cette approche permet de mettre en place un plan expérimental nécessitant un minimum d'essais, tout en assurant une précision maximale dans les résultats. [79]

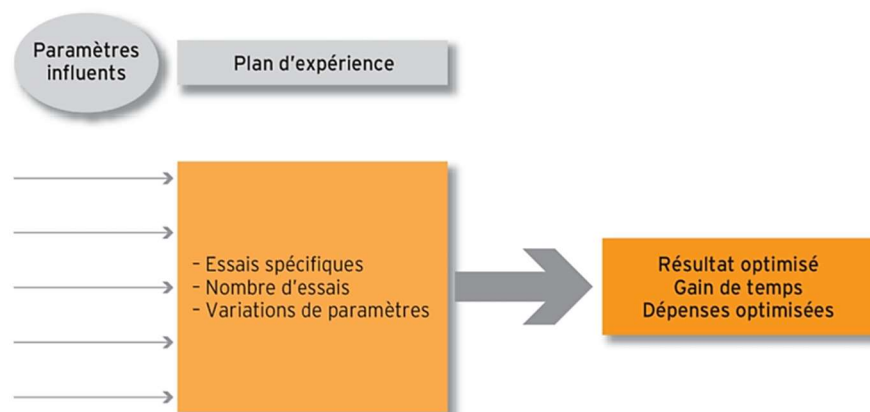


Figure I.25. Plan d'expérience.

### I.3.3. Terminologie des plans d'expérience.

Dans l'élaboration des plans d'expérience, des termes sont employés qu'il est nécessaire de définir et d'explicitier leur signification.

#### I.3.3.1. Facteurs.

Un facteur représente toute variable nécessairement maîtrisable qui a un impact sur la réponse observée. La distinction fondamentale entre les termes "variable" et "facteur" réside dans la capacité à modifier un facteur sans difficulté. La valeur assignée à un facteur pour la réalisation d'une expérience est appelée niveau. [80]

Un facteur peut être représenté par un axe gradué et orienté, comme illustré dans la Figure (I.26.) La valeur attribuée à un facteur pour la réalisation d'un essai est appelée niveau. Lorsque l'on étudie l'influence d'un facteur, ses variations sont généralement limitées entre deux bornes :

- La borne inférieure correspond au niveau bas.
- La borne supérieure correspond au niveau haut.

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut est appelé le domaine de variation du facteur, ou plus simplement, le domaine du facteur. Il est courant de noter le niveau bas par -1 et le niveau haut par +1. [81]

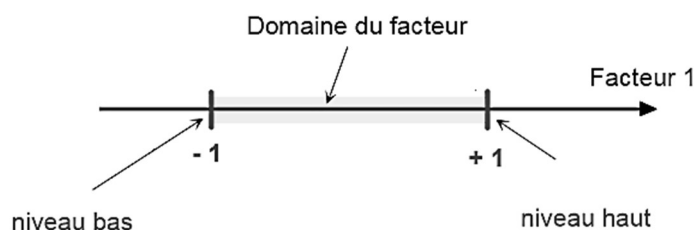
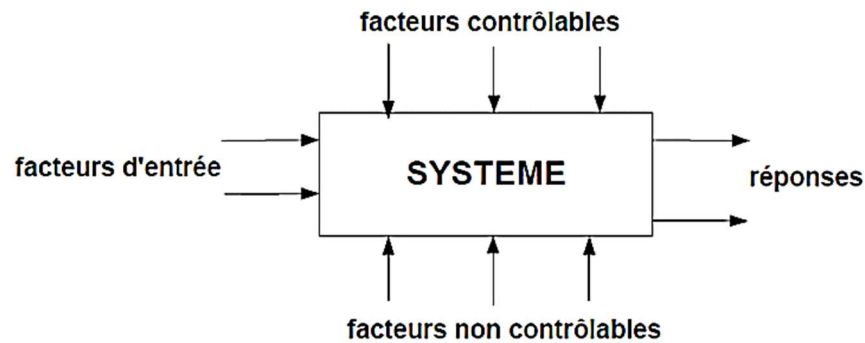


Figure I.26. Domaine de variation du facteur.

### I.3.3.1.1. Les différents types de facteurs.

Les facteurs peuvent se manifester de différentes manières, qu'ils soient quantitatifs, qualitatifs, contrôlables, incontrôlables, continus, discrets, ordonnables ou booléens.<sup>[80]</sup>



**Figure I.27.** Facteurs étudiés dans un plan d'expérience.

- **Facteurs quantitatifs** : Un facteur quantitatif se définit comme un paramètre expérimental exprimé numériquement, avec ses niveaux correspondant aux différentes valeurs sélectionnées par l'expérimentateur.<sup>[82]</sup>
- **Facteurs qualitatifs** : Un facteur qualitatif se caractérise par un ensemble d'états discontinus, désignés comme modalités ou niveaux, choisis lors de l'expérimentation.<sup>[82]</sup>
- **Facteurs contrôlables** : Les variables sous contrôle sont directement liées aux choix du technicien, englobant des éléments tels que la pression, la température et le matériau utilisé.<sup>[83]</sup>
- **Facteurs incontrôlables** : Les variables hors contrôle évoluent indépendamment des choix du technicien, incluant des aspects comme les conditions climatiques et l'environnement d'utilisation.<sup>[83]</sup>
- **Facteurs continus** : Les facteurs continus, tels que la pression, la longueur, la concentration et la température, offrent une gamme complète de valeurs dans un intervalle spécifique, toutes représentées par des nombres continus.<sup>[84]</sup>
- **Facteurs discrets** : Les facteurs discrets se restreignent à des valeurs spécifiques qui ne sont pas nécessairement numériques. Un facteur discret peut se matérialiser par un nom, une lettre, une propriété, voire un nombre dépourvu de valeur numérique intrinsèque mais doté d'une signification. Par exemple, les couleurs d'un produit, comme le bleu et le rouge sont des facteurs discrets.<sup>[84]</sup>
- **Facteurs ordonnables** : Les facteurs ordonnables sont des éléments discrets pouvant être arrangés dans un ordre logique, comme premier, deuxième...<sup>[85]</sup>
- **Facteurs booléens** : Les facteurs booléens, quant à eux, sont des éléments discrets limités à deux valeurs, par exemple noir ou blanc, ouvert ou fermé, haut ou bas...<sup>[85]</sup>

### I.3.3.2. Réponses.

La réponse représente une mesure effectuée à chaque expérience par l'expérimentateur. Le choix de la réponse est influencé par les objectifs, les enjeux et les contraintes de l'étude, ce qui conduit à déterminer la réponse appropriée. [86]

### I.3.3.3. Domaine expérimental et domaine d'étude.

Une interprétation géométrique offre une meilleure compréhension de la conception des plans d'expériences et une interprétation plus précise des résultats. Lorsqu'il y a  $n$  facteurs, la réflexion se fait dans des espaces à  $n$  dimensions. Pour illustrer, prenons l'exemple de deux facteurs  $x$  et  $y$ , chacun avec deux niveaux (+1) et (-1). Le domaine expérimental est représenté par le plan  $x$ - $y$  où toutes les valeurs de  $x$  et  $y$  sont envisageables. Toutefois, généralement, un expérimentateur restreint les variations des facteurs étudiés. Le domaine d'étude englobe tous les points de la surface délimitée par les niveaux bas et haut de chaque facteur. [86]

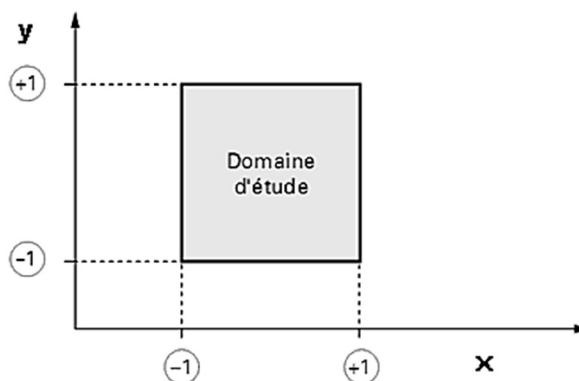


Figure I.28. Domaine d'étude.

### I.3.3.4. Points expérimentaux.

Les valeurs des niveaux du facteur 1 et du facteur 2 peuvent être interprétées comme les coordonnées d'un point situé dans le domaine expérimental. Chaque expérience individuelle est ainsi représentée par un point dans ce système d'axes. Un plan d'expériences est caractérisé par un ensemble de points expérimentaux. [86]

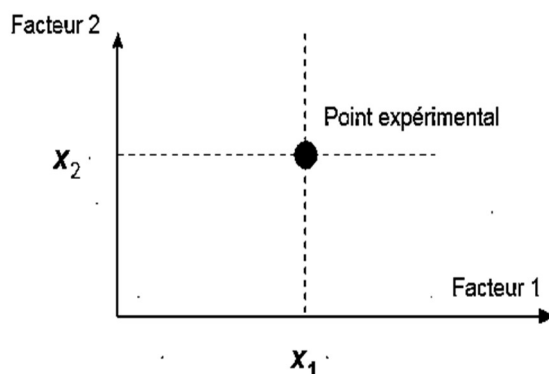


Figure I.29. Les points expérimentaux.

### I.3.3.5. Effet d'un facteur.

L'effet d'un facteur  $x$  se manifeste par la variation de la réponse  $y$  lorsque  $x$  passe d'une valeur au niveau  $-1$  à une autre valeur au niveau  $+1$ . [87]

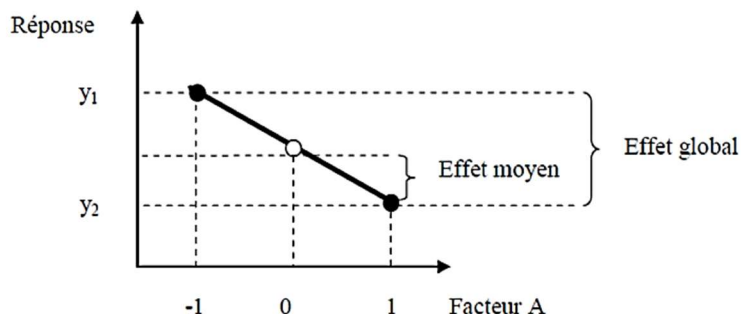


Figure I.30. Effet d'un facteur.

### I.3.3.6. Surfaces de réponse.

Chaque point dans le domaine d'étude est associé à une réponse. L'ensemble de tous les points du domaine d'étude forme un ensemble de réponses qui sont situées sur une surface appelée la surface de réponse. Le nombre et l'emplacement des points expérimentaux constituent le problème fondamental des plans d'expériences. L'objectif est d'atteindre la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en minimisant le nombre d'expériences. [88]

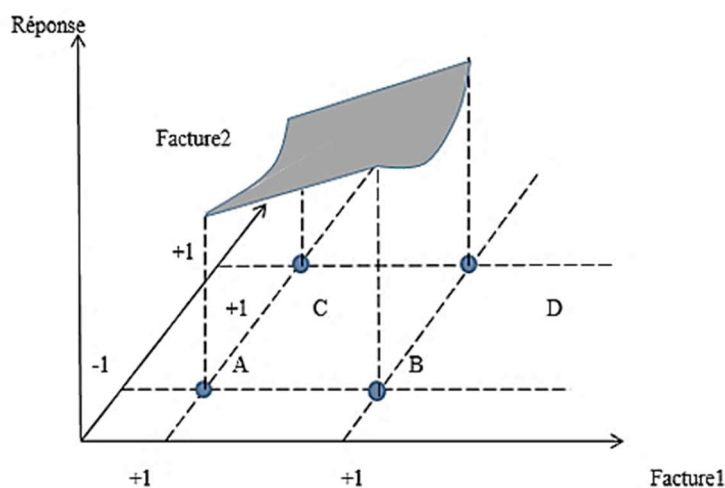
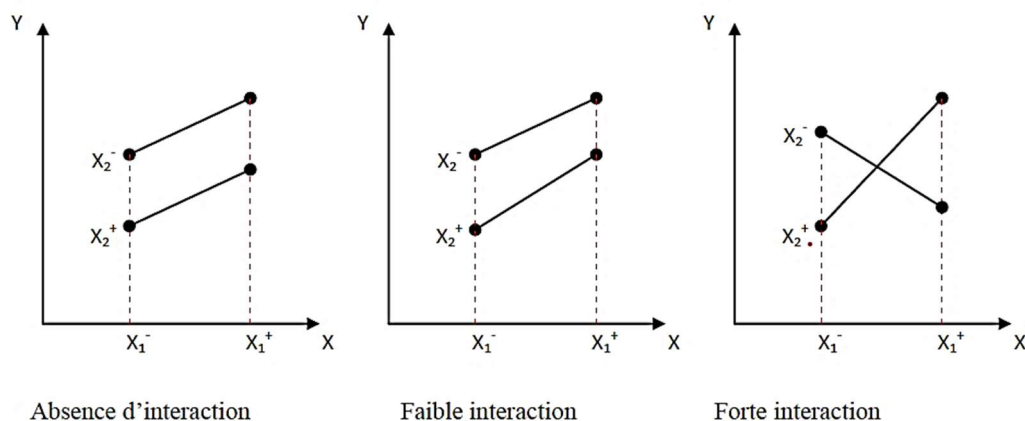


Figure I.31. La surface de réponse.

### I.3.3.7. Interaction.

L'interaction, dans le contexte de l'expérimentation, se réfère à l'effet d'un facteur qui dépend de la valeur prise par un autre facteur. Cette interaction devient visuellement apparente sur un graphique **Figure (I.32.)**, où l'on observe que les deux droites ne sont pas parallèles. Plus la divergence entre ces droites est prononcée, plus le niveau d'interaction entre les facteurs est élevé. [89]



**Figure I.32.** Illustration d'une interaction.

### I.3.4. Objectif et principe et domaine d'application de plans d'expérience.

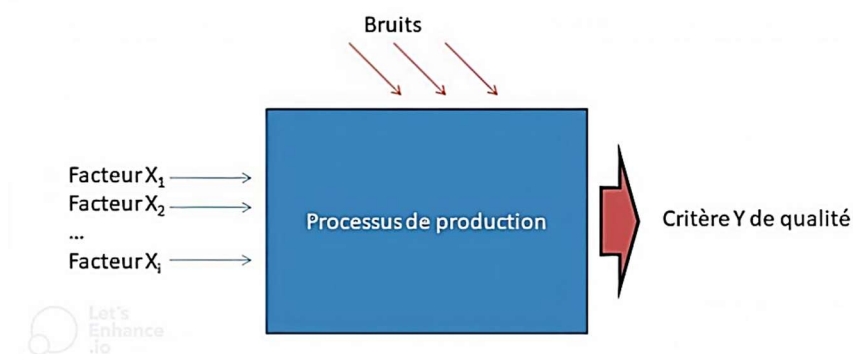
L'intérêt majeur des plans d'expérience réside dans l'optimisation de nombre d'expérimentations à réaliser lors de la phase d'essais, en déterminant au préalable les réels facteurs ou combinaisons de facteurs influents sur la réponse du système à étudier. <sup>[90,91]</sup>

L'objectif des plans d'expériences consiste à :

- Minimiser le nombre des essais sans toutefois sacrifier la qualité.
- Détermination des facteurs clés dans la conception d'un nouveau produit ou d'un nouveau procédé.
- Optimisation des réglages d'un procédé de fabrication ou d'un appareil de mesure.
- Prédiction par modélisation du comportement d'un procédé.

Cependant, leur principe repose sur la variation simultanée des niveaux d'un ou plusieurs facteurs à chaque essai. Cette approche présente deux avantages majeurs :

- Premièrement, elle permet de considérablement réduire le nombre d'expériences nécessaires tout en augmentant le nombre de facteurs examinés.
- Deuxièmement, elle facilite la détection des interactions entre les facteurs, permettant ainsi de déterminer leurs réglages optimaux en fonction de la réponse prédite.
- Et aussi l'objectif et le principe sous-jacent des plans d'expériences mettent en lumière la nécessité de suivre une méthodologie rigoureuse, organisée autour d'une séquence d'étapes visant à mener à bien l'étude en cours. Ce processus débute par la formalisation du problème, impliquant la collecte exhaustive d'informations relatives au processus examiné. Ensuite, l'étape de la planification intervient, ayant pour objectif de définir la liste des essais expérimentaux et de déterminer l'ordre de leur réalisation conformément au plan établi. Cette étape prépare le terrain pour l'expérimentation, au cours de laquelle des données sont collectées. Enfin, ces résultats font l'objet d'une analyse, d'une modélisation, et enfin, d'une optimisation. <sup>[90,92]</sup>



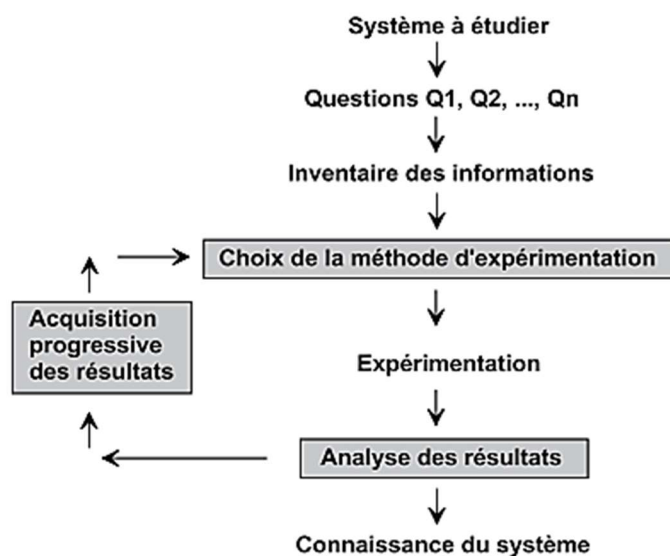
**Figure I.33.** Système de boîte noire.

Les plans d'expériences trouvent leur application dans une diversité de domaines scientifiques et industriels, englobant les secteurs des industries chimiques, pétrochimiques et pharmaceutiques, mécaniques et automobiles, métallurgiques, ainsi que les sciences humaines, l'agronomie, la biologie, le calcul numérique, l'électronique, le marketing, la physique, et bien d'autres encore.

### I.3.5. Processus d'acquisition des connaissances.

Les trois étapes principales des plans d'expériences sont les suivantes : <sup>[93]</sup>

- Le choix de la méthode d'expérimentation.
- L'analyse des résultats.
- L'acquisition progressive de la connaissance.



**Figure I.34.** Schéma d'acquisition des connaissances.

L'examen approfondi de ces trois aspects facilite l'exploitation des données provenant d'expériences méthodiquement organisées, permettant ainsi une acquisition graduelle des résultats pertinents. <sup>[93]</sup>

#### **I.3.5.1. Choix de la méthode d'expérimentation.**

Le choix de la méthode d'expérimentation doit simplifier la compréhension des résultats et réduire le nombre d'essais tout en préservant la qualité. La théorie des plans d'expériences garantit les conditions permettant d'atteindre la meilleure précision possible avec le minimum d'essais. Ainsi, on parvient à une efficacité maximale avec un nombre d'expériences minimal, ce qui se traduit par des coûts réduits. <sup>[93]</sup>

#### **I.3.5.2. Analyse des résultats.**

Le choix judicieux des expériences initiales simplifie l'analyse des résultats. Des expériences bien préparées conduisent à des résultats facilement interprétables et riches d'enseignements. Grâce aux ordinateurs et aux logiciels, la conception des plans d'expériences et les calculs nécessaires à leur interprétation sont devenus très simples. Ces outils facilitent également la création de représentations graphiques qui mettent en lumière de manière spectaculaire les résultats, contribuant ainsi à une meilleure compréhension des phénomènes. <sup>[93]</sup>

#### **I.3.5.3. Acquisition progressive de la connaissance.**

Lorsqu'un expérimentateur entreprend une étude, les résultats sont inconnus, ce qui justifie une approche progressive. Cette démarche permet d'ajuster les essais en fonction des premiers résultats et d'orienter de manière plus précise les expériences vers les aspects pertinents de l'étude, en abandonnant les voies qui ne semblent pas fructueuses.

La première série d'expériences offre des conclusions provisoires, guidant ainsi le lancement d'une nouvelle série d'essais en fonction de ces premières conclusions. L'ensemble des deux séries d'expériences est ensuite utilisé pour définir de manière précise les contours des résultats de l'étude. De cette manière, l'expérimentateur accumule uniquement les résultats nécessaires, et il met fin à l'étude dès qu'il a obtenu ce qu'il recherche. <sup>[93]</sup>

### **I.3.6. Types des plans d'expériences.**

Il existe trois grandes familles de plans d'expériences, plans de criblage, plans de mélange et plans de modélisation ou surfaces de réponses (optimisation).

#### **I.3.6.1. Plans de criblage.**

Ils permettent de cribler un grand nombre de facteurs en un nombre minimal d'essais. C'est le type le plus basique. L'objectif est de déterminer les facteurs les plus influents sur une réponse donnée avec le moins d'expérimentations possible, afin

d'obtenir une optimisation qui révèle davantage les relations entre les variables les plus importantes et la réponse. Ce type de plan englobe les facteurs indépendants. Parmi ces plans, on peut distinguer les plans factoriels, qui revêtent une importance pratique considérable, que ce soit sous forme de plans complets ou de plans fractionnaires, ainsi que les plans de Plackett-Burman. <sup>[93]</sup>

### **I.3.6.1.1. Plans factoriels complet à k facteurs qui à 2 niveaux.**

Les plans factoriels complets en tant que plans d'expériences sont issus des travaux de R.A. Fischer, ils sont utilisés aussi bien pour le criblage que pour la modélisation.

Ces plans ne permettent qu'une modélisation du premier degré avec ou sans interactions.

Un plan factoriel permet d'estimer, non seulement les effets des facteurs (A, B, C...), mais également toutes leurs interactions deux à deux, trois à trois, ..., jusqu'à A.B.C.D.E..., qui fait intervenir les k facteurs de l'étude. <sup>[94]</sup>

Un plan comportant k facteurs à deux niveaux est noté ( $2^k$ ).

- Le k en exposant signifie qu'il y a k facteurs étudiés.
- Le 2 indique le nombre de niveaux par facteur.

On remarquera que cette notation indique également le nombre d'essais à réaliser, ce nombre devient rapidement très important. Pour seulement 7 facteurs, il faudrait exécuter 128 essais.

Pour diminuer le nombre des essais en conservant la possibilité d'étudier tous les facteurs, les plans factoriels fractionnaires à deux niveaux ont été introduits. <sup>[95]</sup>

Les plans factoriels complets offrent une multitude d'avantages, et nous ne mentionnerons que les points essentiels : <sup>[95]</sup>

- Étant donné que chaque facteur ne possède que deux niveaux, la gestion des essais est simplifiée, réduisant ainsi au minimum les risques d'erreurs.
- Les plans factoriels complets représentent des stratégies expérimentales optimales, explorant toutes les combinaisons possibles des niveaux des facteurs traités, garantissant ainsi des résultats optimaux.
- La modélisation mathématique peut être réalisée de manière immédiate.
- Les résultats obtenus lors d'un premier plan peuvent être partiellement ou entièrement utilisés, que ce soit pour explorer une zone spécifique du domaine expérimental ou pour établir un modèle mathématique degré supérieur.

### **I.3.6.1.2. Plans factoriels fractionnaires à deux niveaux $2^{(k-q)}$ .**

Un plan factoriel fractionnaire à 2 fois moins, ou 4 fois moins ou  $2q$  fois moins d'essais que le factoriel complet correspondant.

A la fin d'un plan factoriel fractionnaire, on a un système de n équations à p coefficients inconnus avec p plus grand que n. On ne sait pas résoudre un tel système.

Comme on ne peut pas augmenter le nombre d'équations, il faut diminuer le nombre d'inconnues. On y arrive en utilisant un artifice : on regroupe les coefficients de telle manière qu'il y ait  $n$  inconnues. On résout donc un système de  $n$  équations à  $n$  groupes de coefficients. On appelle ces groupes de coefficients, des contrastes ou des alaises et on dit que les coefficients sont alaisés dans les contrastes. <sup>[94]</sup>

- Pour  $k$  facteurs prenant deux niveaux le plan complet est noté  $2k$ .
- Le plan fractionnaire, moitié du plan complet possède  $\frac{1}{2} \times 2k$  ou  $2(k-1)$  essais.
- Le  $k$  signifie qu'il y a  $k$  facteurs étudiés.
- Le 2 signifie que chaque facteur prend deux niveaux.
- Le 1 signifie que le nombre d'essais du plan a été divisé par 2.

Un plan  $2k-q$  permet d'étudier  $k$  facteurs prenant chacun deux niveaux. Le plan complet a été divisé par  $2^q$ . <sup>[95]</sup>

### **1.3.6.1.3. Plans de Plackett-Burman.**

Il s'agit des plans factoriels fractionnaires à deux niveaux développés par Plackett et Burman en 1946, encore plus simplifiés, qui ne permettent de déterminer que les effets principaux des facteurs. Ils ne permettent pas d'évaluer les interactions. Toutes les interactions sont donc supposées nulles avant même l'expérimentation. <sup>[96]</sup>

Leurs principes sont basés sur le calcul de la différence entre la moyenne des mesures effectuées au niveau haut (+1) et la moyenne des mesures effectuées au niveau bas (-1) du facteur. Ils permettent d'estimer les effets principaux de  $k$  facteurs sur une propriété donnée (réponse) afin de distinguer les facteurs réellement influents, L'interprétation de ces plans est donc très délicate. <sup>[97,98]</sup>

### **1.3.6.2. Plans de mélanges.**

Les plans de mélanges ont d'abord été étudiés par des américains (Claringbold, Sheffé, Cornell Snee, Marquadt, Crozier, etc.)

Les plans de mélanges sont des plans particuliers d'un plan factoriel complet adaptés aux facteurs dépendants, ils traitent les cas où certaines propriétés que l'on cherche à modéliser sont dépendantes des proportions des composants intervenant dans le mélange, les facteurs d'étude des plans de mélanges sont les proportions des constituants du mélange. Or, ces constituants ne sont pas indépendants les uns des autres. <sup>[94]</sup>

La somme des proportions d'un mélange est toujours égale à 100%. Le pourcentage du dernier constituant est imposé par la somme des pourcentages des premiers composés. C'est la raison pour laquelle les plans de mélanges sont traités à part.

Les plans de mélanges sont aussi caractérisés par de nombreuses contraintes qui peuvent peser sur le choix des proportions des constituants. Par exemple, la concentration d'un produit doit être au moins de  $x$  pour-cent ou cette concentration ne peut excéder une valeur donnée. En fonction de ces contraintes la planification de l'étude est modifiée et elle doit être adaptée à chaque cas. <sup>[99]</sup>

### I.3.6.3. Plans d'optimisations.

On les appelle également plan de modélisation ; plan de surface de réponse ou Les plans du second degré ; permettent d'établir des modèles mathématiques du second degré. Ils sont utilisés pour les variables continues.

Ils ont pour objectif de trouver la relation mathématique qui lie les réponses aux facteurs. Les plans factoriels complets et fractionnaires ainsi que les plans pour surfaces de réponses font partie de cette famille. <sup>[100]</sup>

Il existe plusieurs types de plans du second degré, les plus employés sont :

- Les plans composites centrés.
- Les plans de Box-Behnken.

#### I.3.6.3.1. Plans composites centrés.

Les plans composites centrés (PCC) consistent à réaliser les essais d'un plan factoriel (complet ou fractionnaire), complété par des expériences au centre du domaine d'étude et des essais en étoile.

Ils ont été proposés par Box et Wilson (1951) en vue d'estimer avec un maximum de précision des surfaces de réponse quadratiques, et par leur intermédiaire des conditions optimales d'une étude. <sup>[101,102]</sup>

Le nombre total d'essais (N) à réaliser est la somme de :

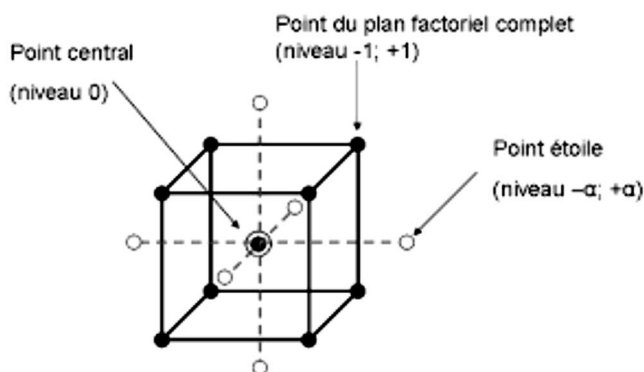
- Les points aux sommets (points du plan factoriel) :  $N_f = 2k$ .
- Les points au centre du domaine d'étude :  $N_0$ .
- Les points axiaux  $\alpha$  (en étoiles) à une distance  $\alpha$  du centre du domaine :  $N_a = 2k$ .

$$N = N_f + N_0 + N_a$$

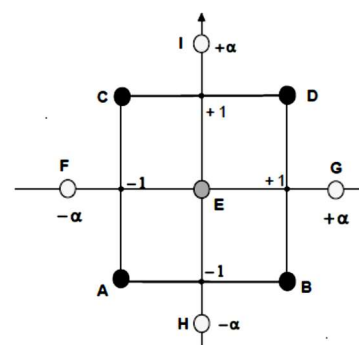
Un plan composite est constitué de trois parties :

1. Un plan factoriel dont les facteurs prennent deux niveaux.
2. Au moins un point expérimental situé au centre du domaine d'étude.
3. Des points axiaux. Ces points expérimentaux sont situés sur les axes de chacun des facteurs.

La **Figure (I.35)** représente un plan composite pour deux facteurs. Les points A, B, C et D sont les points expérimentaux d'un plan  $2^2$ . Le point E est le point central. Ce point peut avoir été répliqué une ou plusieurs fois. Les points F, G, H et I sont les points axiaux. Ces quatre derniers points forment ce que l'on appelle le plan en étoile. On réalise 9 essais et 6 coefficients doivent être déterminés. Il faut donc résoudre un système de 9 équations à 6 inconnues. <sup>[94]</sup>



**Figure I.35.** Un plan composite  
A deux facteurs.



**Figure I.36.** Un plan composite centré  
A trois facteurs.

Les plans composites prennent facilement la suite d'un premier plan factoriel dont les résultats sont insuffisamment expliqués par un modèle du premier degré. Il suffit d'effectuer les expériences correspondant aux points en étoile et de faire les calculs sur l'ensemble de toutes les expériences. Les plans composites sont parfaitement adaptés à une acquisition progressive des résultats.

Les (PCC) ont l'avantage de nécessiter moins d'essais que les (PFC), et aussi de pouvoir mener les expériences séquentiellement. Mais, cependant ils présentent l'inconvénient d'exiger cinq niveaux différents ( $-\alpha$ ,  $-1$ ,  $0$ ,  $+1$ ,  $+\alpha$ ) pour chacun des facteurs au lieu de trois ( $-1$ ,  $0$ ,  $+1$ ) dans les (PFC).<sup>[101,102]</sup>

### I.3.6.3.2. Plans de Box-Behnken.

Box et Behnken se sont une classe des (PCC) ; plans qui permettent d'établir directement des modèles du second degré, Ces plans sont faciles à mettre en œuvre et possèdent la propriété de séquentialité.

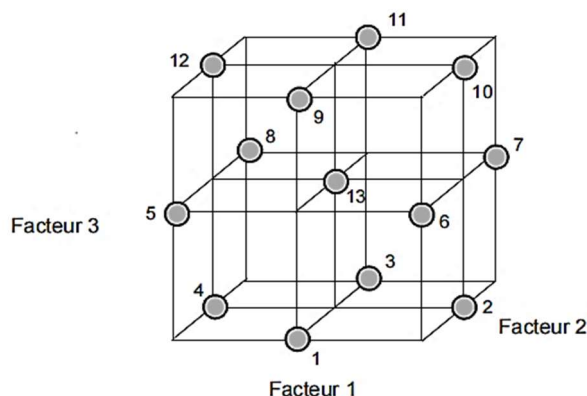
Tous les facteurs ont trois niveaux :  $-1$ ,  $0$  et  $+1$ , On peut entreprendre l'étude des  $k$  premiers facteurs en se réservant la possibilité d'en ajouter de nouveaux sans perdre les résultats des essais déjà effectués.

Le nombre d'expériences  $N$  est donné par :  $N = 2K(k-1) + C_0$

Où :  $k$  est le nombre de facteurs,

$C_0$  le nombre de points centraux.<sup>[103]</sup>

Le plan de Box-Behnken pour trois facteurs est construit sur un cube. Pour quatre facteurs ce plan est construit sur un hyper cube à quatre dimensions. On place les points expérimentaux non pas aux sommets du cube ou de l'hyper cube, mais au milieu des arêtes ou au centre des faces (carrés) ou au centre des cubes. Cette disposition a pour conséquence de répartir tous les points expérimentaux à égale distance du centre du domaine d'étude, donc sur une sphère ou sur une hyper sphère suivant le nombre de dimensions. On ajoute des points au centre du domaine d'étude.<sup>[94]</sup>



**Figure I.37.** Plan de Box- Behnken pour trois facteurs.

Ce plan comporte douze essais auxquels on peut ajouter un (ou plusieurs) point central. Dans la pratique on réalise souvent 3 ou 4 points au centre.

Les plans de Box-Behnken répondent à un critère d'optimisation particulier : l'erreur de prévision des réponses est la même pour tous les points d'une sphère (ou une hyper sphère) centrée à l'origine du domaine expérimental.

C'est le critère d'isovariance par rotation. Le plus connu des plans de Box-Behnken est celui qui permet d'étudier trois facteurs. [104]

### I.3.7. Notion de modélisation mathématique.

On choisit a priori une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs. On prend un développement limité de la série de Taylor-Mac Laurin. Les dérivées sont supposées constantes et le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé.

$$y = \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ij} x_j^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z \quad (1)$$

Où

- $y$  est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée.
- $x_i$  représente le niveau attribué au facteur  $i$  par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue. On suppose même que ce niveau est déterminé sans erreur (hypothèse classique de la régression).
- $a_0, a_i, a_{ij}, a_{ii}$  sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences. L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences.

Ce modèle est appelé "modèle postulé" ou "modèle a priori". Deux compléments doivent être apportés au modèle précédemment décrit, ces deux écarts, manque d'ajustement et erreur expérimentale, sont souvent réunis dans un seul écart, notée  $e$ . Le modèle utilisé par l'expérimentateur s'écrit alors : [105]

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z + e \quad (2)$$

### I.3.8. Système d'équations.

Chaque point expérimental permet d'obtenir une valeur de la réponse.

A la fin du plan d'expériences, on a un système de  $n$  équations (s'il y a  $n$  essais) à  $p$  inconnues (s'il y a  $p$  coefficients dans le modèle choisi a priori). Ce système s'écrit d'une manière simple en notation matricielle :

$$y = Xa + e \quad (3)$$

$Y$  : est le vecteur des réponses.

$X$  : est la matrice de calcul, ou matrice du modèle, qui dépend des points expérimentaux choisis. Pour exécuter le plan et du modèle postulé.

$a$  : est le vecteur des coefficients.

$e$  : est le vecteur des écarts.

Ce système possède un nombre d'équations inférieur au nombre d'inconnues. Il y a  $n$  équations et  $(p+n)$  inconnues. Pour le résoudre, on utilise une méthode de régression basée sur le critère des moindres carrés. On obtient ainsi les estimations des coefficients que l'on note :  $a'$

Le résultat de ce calcul est :

$$a' = (X' X)^{-1} X' y \quad (4)$$

Formule dans laquelle la matrice  $X'$ , est la matrice transposée de  $X$ . De nombreux logiciels exécutent ce calcul et donnent directement les valeurs des coefficients. Deux matrices interviennent constamment dans la théorie des plans d'expériences :

- La matrice d'information  $X' X$ .
- La matrice de dispersion  $(X' X)^{-1}$ . [105]

### I.3.9. Fonction de désirabilité.

La fonction de désirabilité (DF) est une technique courante établie pour découvrir les conditions optimales globales. Cette dernière distingue et crée une fonction pour chaque réponse individuelle ( $d_i$ ).

Enfin, DF détermine une fonction globale ( $D$ ) qui devrait être maximale après la sélection de la valeur globale des facteurs influents en tenant compte de leurs interactions. Le principal avantage de cette fonction est la capacité d'obtenir des réponses qualitatives et quantitatives par une simple et rapide transformation des différentes réponses pour une mesure. On doit tout d'abord convertir la réponse ( $U$ ) en une fonction particulière de la désirabilité dans l'intervalle  $[0-1]$ , où la valeur limite est un (1). Quand la valeur de la désirabilité vaut zéro (0), aucune désirabilité n'est obtenue, ou bien cette situation représente le minimum d'applicabilité de cette fonction. [106]

### I.3.10. Avantages et inconvénients des plans d'expérience.

#### Avantages.

Les plans d'expériences offrent plusieurs avantages dans le processus de recherche et de développement, ainsi que dans l'optimisation des processus. Voici quelques-uns des principaux avantages :

- Diminution du nombre d'essais.
- Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs.
- Détection des interactions entre les facteurs.
- Modélisation des réponses étudiées (conception d'un modèle mathématique).
- Identification des facteurs clés
- Précision optimale des résultats. <sup>[107]</sup>

#### Inconvénients.

Bien que les plans d'expériences présentent de nombreux avantages, il est important de reconnaître qu'ils ne sont pas toujours la meilleure solution dans toutes les situations. Voici quelques inconvénients potentiels associés à l'utilisation des plans d'expériences :

- Le nombre de niveaux testés pour chaque variable d'entrée est en général faible.
- Les points se situent souvent sur les bords du domaine expérimental. <sup>[108]</sup>

### I.3.11. Travaux Antérieurs.

#### RABINDRA Nath Thakura et al 2019.

Le géotextile en *jute* est considéré comme l'un des matériaux de construction essentiels. Il est également considéré comme un matériau respectueux de l'environnement, mais présente une faible résistance à la biodégradation. Dans la présente étude, une émulsion de bitume a été sélectionnée pour le traitement du géotextile en jute, car elle prolonge la durée de vie du géotextile en jute. Un échantillon de compost a été préparé en mélangeant du sol fertile de jardin, du fumier de vache et du sable dans la proportion de 2 :1 :1. Après l'application du compost sur le géotextile en jute, les échantillons préparés ont été enterrés sous-sol pendant 21 jours. Il a été constaté que le géotextile en jute traité à l'émulsion de bitume aux taux de 0,6 kg/m<sup>2</sup> et 0,5 kg/m<sup>2</sup> présentait respectivement une réduction de 14,49 % et 17,03 % de résistance par rapport aux échantillons non biodégradables. En plus, le géotextile en jute traité à l'émulsion de bitume (BET) avec un taux d'application de 0,6 kg/m<sup>2</sup> a été sélectionné pour des travaux de recherche ultérieurs. Une analyse par microscopie électronique à balayage (MEB) a également été réalisée, et il a été constaté qu'il y avait une amélioration de la structure interne du géotextile en jute BET par rapport à celui non traité. Le géotextile en jute BET en deux couches a considérablement réduit l'indice de fragilité (IB). Cette méthodologie peut être utilisée dans les zones de séisme sévère pour réduire la possibilité de dommages énormes. <sup>[109]</sup>

### □ **BENDJEFFAL H. et AL 2022.**

L'acide *diphenylphosphinique* est utilisé comme catalyseur efficace et simple pour la synthèse des  $\alpha$ -amino-phosphonates par réaction multicomposants de Kabachnik-Fields en une seule étape d'aldéhyde aromatique, d'aniline et de diéthylphosphite. Trois facteurs physico-chimiques, notamment la quantité de catalyseur, le temps de réaction et la température du milieu, ont été optimisés à l'aide d'un plan d'expérience factoriel complet (PFC). De plus, un modèle de régression polynomiale quadratique a été appliqué pour l'analyse des données expérimentales à un niveau de confiance de 95 % avec des valeurs de  $p < 0,05$ . L'importance significative du temps de réaction et de la température du milieu sur la synthèse des  $\alpha$ -amino-phosphonates a été confirmée par l'analyse statistique. De plus, la quantité d'acide diphenylphosphinique montre un effet sur le rendement de la réaction. L'analyse de variance (ANOVA) montre que le coefficient de détermination de ce modèle atteint jusqu'à 99,25 %. Cette procédure respectueuse de l'environnement a été étendue à la préparation d'une série d' $\alpha$ -amino-phosphonates dans de l'éthanol comme solvant vert, donnant les produits désirés avec des rendements chimiques élevés allant jusqu'à 90 %.

Les réactions ont été suivies par chromatographie sur couche mince (CCM) et effectuée sur des plaques de gel de silice Merck (60F-254) de 0,25 mm. Les spectres RMN ont été enregistrés avec des spectromètres Bruker fonctionnant à (400 MHz, 360 MHz, 300 MHz et 250 MHz pour  $^1\text{H}$ , 90 MHz, 75 MHz ou 63 MHz pour  $^{13}\text{C}$ , et 162 MHz, 101 MHz ou 121 MHz pour  $^{31}\text{P}$ ). Le déplacement chimique des pics de référence des solvants utilisés était  $\text{CDCl}_3$  ( $\delta = 7,26$  ppm) pour les spectres RMN du  $^1\text{H}$  et ( $\delta = 77$  ppm) pour les spectres RMN du  $^{13}\text{C}$ , tandis que  $\text{H}_3\text{PO}_4$  était utilisé comme étalon externe pour les références de déplacement chimique pour la RMN du  $^{31}\text{P}$ . Les constantes de couplage (J) sont données en Hz, avec les abréviations suivantes pour la multiplicité : s = singulet, d = doublet, t = triplet, q = quartet, m = multiplet, br = signal large. Les spectres de masse ont été obtenus à l'aide d'un spectromètre MicroTOF-Q Bruker utilisant l'ionisation par électrospray (ESI). Les points de fusion ont été mesurés à l'aide du point de fusion Buchi B-545. <sup>[110]</sup>

### □ **KRELIL Nor El Houda et LAKHAL Amina 2021.**

L'objectif principal de cette étude était de déterminer l'efficacité de l'élimination du colorant textile *violet de méthyle* (VM) par adsorption sur un biosorbant, en l'occurrence les coques d'amandes.

L'étude se divise en deux parties distinctes : tout d'abord, la caractérisation des coques d'amandes par analyse infrarouge à transformée de Fourier a été entreprise. Cette analyse a révélé que les coques d'amandes étaient principalement composées de polysaccharides.

Dans la seconde partie, ils ont examiné l'impact de certains paramètres (temps, dose et pH) sur l'adsorption du colorant VM par les coques d'amandes. Les résultats ont montré que les meilleurs taux d'élimination ont été obtenus avec un temps de contact adsorbat/adsorbant de 2 heures, une dose de biosorbant de 3g/L et une solution de VM à un pH basique de 11.

Le modèle d'isotherme qui a décrit le mieux est le modèle de Langmuir, avec un coefficient de détermination  $R^2$  supérieur à 0,99. La capacité maximale d'adsorption des coques d'amandes pour le violet de méthyle a été établie à 68 mg/g. <sup>[111]</sup>

## Conclusion.

Dans ce chapitre, nous avons exploré les principes fondamentaux de l'adsorption, en mettant en avant les définitions et la méthodologie du plan d'expériences. Nous avons également examiné des études réalisées par différents auteurs qui ont appliqué cette technique avec succès pour éliminer divers polluants ; notamment les colorants.

Parmi les plans d'expériences, on cite d'une manière particulière le plan factoriel complet pour l'appliquer dans l'optimisation des différents paramètres réactionnels affectant le processus d'adsorption de méthyle violet sur les fibres de *jute*.





**Chapitre II.**



**Méthodes et matériels.**

## II. Méthodes et matériels.

### Introduction.

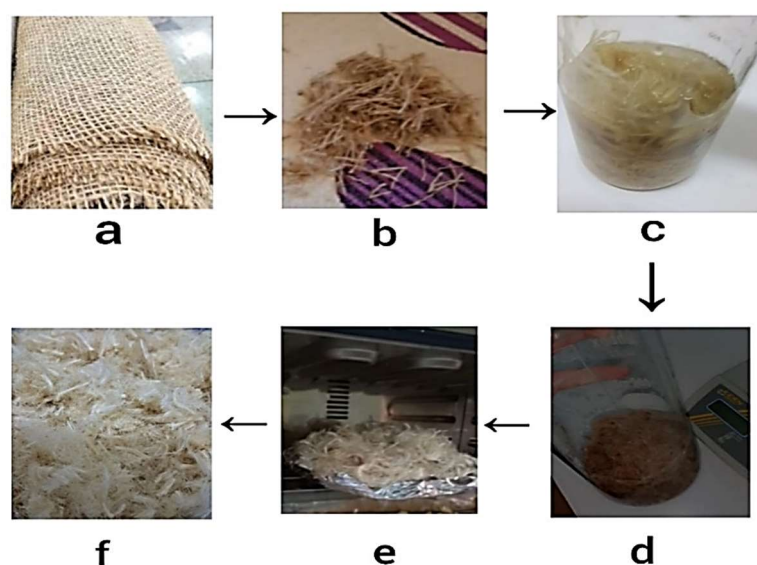
Ce chapitre se consacre à la présentation des protocoles expérimentaux, ainsi qu'aux méthodes d'analyse relatives à la préparation, à la caractérisation et à l'utilisation des fibres de jute comme adsorbant pour éliminer un colorant spécifique ; le méthyle violet (MV2B), d'une solution aqueuse. Il exposera également les différentes étapes nécessaires à la mise en œuvre de la méthodologie des plans d'expériences, en mettant particulièrement en avant le plan factoriel complet et la stratégie d'optimisation pour améliorer les conditions opérationnelles.

### II.1. Réactifs et préparation des solutions.

Les expériences d'adsorption ont été réalisées en utilisant le colorant violet de méthyle MV2B. Les principales caractéristiques physico-chimiques sont rassemblées dans (Chapitre1§Tableau5). Les solutions ont été préparées en utilisant de l'eau distillée.

### II.2. Préparation des fibres de jute.

Une partie des fibres de jute brutes a été coupées en de très petits morceaux, puis soigneusement lavée à l'eau distillée pour éliminer toute trace de poussière. Ensuite, ces fibres ont été immergées dans 1 litre de peroxyde d'hydrogène ( $H_2O_2$ ) pendant une période de 72 heures (3 jours) afin de débarrasser les impuretés qui y étaient adhérentes. Par la suite, elles ont été plongées dans une solution d'hydroxyde de sodium NaOH (0,1M, 1L) pendant 6 heures afin d'élargir leurs pores et d'augmenter leur capacité d'adsorption. Après cette étape, les fibres ont été rincées à l'eau distillée. Enfin, elles ont été séchées dans une étuve à 70°C pendant 4 heures pour assurer leur complète préparation avant leur utilisation dans les expériences d'adsorption.



**Figure II.1.**

- (a) des fibres de jute,
- (b) des fragments de jute,
- (c) les fragments de jute dans le NaOH 4g/l,
- (d) les fibres de jute après rinçage avec de l'eau distillée,
- (e) les fragments de jute dans l'étuve,
- (f) les fibres de jute après traitement.

### II.3. Dispositifs d'adsorption (réacteur statique).

Toutes les expériences d'adsorption du méthyle violet (MV2B) par les fibres de jute se déroulent dans une fiole de 100 ml. La solution est agitée par un agitateur magnétique pendant quelques minutes pour assurer une dispersion uniforme du colorant et une interaction efficace avec les fibres de jute.

### II.4. Spectrophotométrie d'adsorption UV-Visible.

La spectrophotométrie UV-visible analyse les variations d'absorption de la lumière par un milieu en relation avec la concentration initiale de l'élément étudié. Cette méthode repose sur la loi de Beer Lambert, formulée par l'équation (1), où l'absorbance est directement proportionnelle à la concentration initiale de l'élément à doser.

$$A_s = \text{Log} \frac{I_0}{I} = \varepsilon.l.C \quad (1)$$

Avec :

A : densité optique, nombre sans dimension.

$\varepsilon$  : Coefficient d'extinction molaire ( $\text{mol}^{-1}.\text{l.cm}^{-1}$ ).

$l$  : Longueur de la cuve, dans notre cas  $l = 1 \text{ cm}$ .

C : concentration initiale de l'espèce à doser.

Le principe implique l'introduction de la solution à analyser dans une cuve, dont la longueur d'onde maximale a été préalablement déterminée selon le même principe, puis placée dans le spectrophotomètre. L'échantillon est ensuite exposé à un rayonnement lumineux d'une longueur d'onde comprise entre 200 et 800 nm (590 nm dans notre cas). Les photons de ce rayonnement transmettent de l'énergie au composé analysé, provoquant l'excitation des molécules, atomes ou ions traversés.<sup>[112]</sup>

### II.5. Méthodologie d'analyse de colorant étudié.

La solution mère a été préparée en dissolvant 200 mg de colorant dans 500mL d'eau distillée. Par la suite, les solutions filles de diverses concentrations initiales ont été obtenues par dilution de la solution mère. Les valeurs d'absorbance ont été ensuite relevées à l'aide d'un spectrophotomètre UV-Visible de la marque SECOMAM.



Figure II.2. Spectrophotomètre UV-Visible utilisé pour mesurer l'absorbance.

## II.6. Méthodes de caractérisation.

Après son élaboration, les petits morceaux de jute sont caractérisés par la détermination du pH du point de la charge zéro, l'analyse par la spectroscopie infrarouge, et la diffraction des rayons X ont été également réalisées.

### II.6.1. Détermination de point de la charge zéro.

Pour comprendre l'influence de la charge nette sur la surface de l'adsorbant dans la fixation des colorants, nous avons étudié le point de charge zéro ( $\text{pH}_{\text{PCZ}}$ ). Ce point correspond au pH où les charges positives et négatives sur la surface se neutralisent (charge nette nulle). Le  $\text{pH}_{\text{PCZ}}$  est très important dans le processus d'adsorption, notamment lorsque les forces électrostatiques interviennent dans les mécanismes de rétention.

La méthode pour déterminer le  $\text{pH}_{\text{PCZ}}$  est simple et rapide. Nous avons utilisé des flacons fermés contenant  $50 \text{ cm}^3$  de solution de NaCl à 0,1 M, et nous avons ajusté le pH de chaque flacon en ajoutant une solution de NaOH ou de HCl à 0,1M. Dans chaque flacon, nous avons également ajouté 0,15 g de fibres de jute alcalinisées. Les suspensions ainsi obtenues ont été agitées en continu à température ambiante pendant 24 heures pour déterminer le pH final de chaque solution. Le point de charge nulle est atteint lorsque le pH final reste constant après le contact avec les fibres de jute.

### II.6.2. Spectroscopie Infrarouge.

L'analyse infrarouge (IR) est une technique puissante pour déterminer les structures moléculaires en mesurant l'absorption de la lumière infrarouge par les liaisons chimiques des molécules dans un échantillon, cette absorption se produisant à des fréquences spécifiques correspondant aux vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, ce qui permet d'obtenir un spectre IR unique pour chaque type de liaison et environnement moléculaire, facilitant ainsi l'identification et la caractérisation des substances présentes. Pour nos analyses, nous avons utilisé le spectromètre Shimadzu FT/IR-6300 type A, reconnu pour sa précision et sa sensibilité, équipé de l'accessoire ATR PRO450-S avec un angle d'incidence de 45 degrés, qui utilise la technique de réflectance totale atténuée (ATR) particulièrement efficace pour analyser les échantillons solides et liquides.

L'appareil dispose d'une source lumineuse standard et d'un détecteur TGS (Tri-Glycine Sulfate), réputé pour sa haute sensibilité aux rayonnements infrarouges, avec une accumulation automatique réglée sur 230 scans pour améliorer le rapport signal/bruit. La résolution est de  $4 \text{ cm}^{-1}$  offrant un compromis optimal entre la précision spectrale et la rapidité des mesures, et le zéro filling est activé, une technique numérique qui augmente la résolution apparente du spectre, tandis que l'apodisation est de type cosinus, utilisée pour traiter les données spectrales et réduire les effets des bords des intervalles de mesure. Ces caractéristiques permettent une analyse précise des échantillons de fibres de jute, tant avant qu'après des traitements spécifiques comme l'alcalinisation et l'adsorption de colorants comme le MV2B, nous permettant ainsi de détecter et d'analyser les modifications structurales et les interactions moléculaires résultant de ces traitements.



**Figure II.3.** Spectrophotomètre infrarouge FT/IR (FTIR) Jasco 4600.

### II.6.3. Diffraction des rayons X (DRX).

La diffraction aux rayons X est l'une des méthodes classiques les plus utilisées pour l'étude de la structure des solides, plus précisément la structure cristalline des matériaux. Les rayons X sont des radiations électromagnétiques avec des longueurs d'onde de l'ordre de quelques angströms, comparables aux distances interatomiques dans les cristaux. Lorsqu'un faisceau de rayons X frappe un cristal, les ondes lumineuses sont diffractées par les plans atomiques du cristal. Les conditions de diffraction sont décrites par la loi de Bragg, qui est donnée par l'équation suivante :

$$n.\lambda = 2.d.\sin(\theta) \quad (2)$$

Où :  $n$  est un entier (ordre de diffraction).

$\lambda$  est la longueur d'onde des rayons X.

$d$  est la distance entre les plans atomiques.

$\theta$  est l'angle d'incidence.

La diffraction produit un spectre caractéristique de pics, chaque pic correspondant à une réflexion des rayons X par un ensemble particulier de plans atomiques. L'intensité et la position de ces pics dépendent de la structure cristalline du matériau.

Dans cette étude, l'analyse a été réalisée à l'aide d'un diffractomètre automatique Equinox 100 est conçu pour offrir des analyses structurales précises et rapides. Le générateur de rayons X, intégré dans le tube à rayons X, produit des rayons X caractéristiques grâce à une anode en cuivre (Cu) avec une tension de 30 à 50 kV et un courant de 0 à 1 mA. Les rayons X passent ensuite à travers un collimateur de 1 mm de diamètre et un monochromateur de graphite, sélectionnant la longueur d'onde spécifique nécessaire. L'échantillon est placé dans un porte-échantillon rotatif monté sur un goniomètre à cercle unique, permettant des mesures angulaires précises entre  $0^\circ$  et  $120^\circ$  avec une résolution angulaire de  $0,01^\circ$ . Le détecteur à position sensible (CPS 120) capture les rayons X diffractés avec une résolution de  $0,03^\circ$  en  $2\theta$ , couvrant un intervalle angulaire de  $120^\circ$ . Les données

sont transmises au logiciel de contrôle D4 Endeavor, qui offre des capacités avancées d'analyse et de traitement des données, incluant la comparaison avec des bases de données de phases connues pour l'identification des matériaux. L'appareil est refroidi par un système de circulation d'eau intégré, assurant une température stable pour des mesures précises.

Nous avons effectué une analyse de diffraction des rayons X (DRX) sur deux échantillons : l'un de jute alcalinisé et l'autre de jute après adsorption de MV2B.



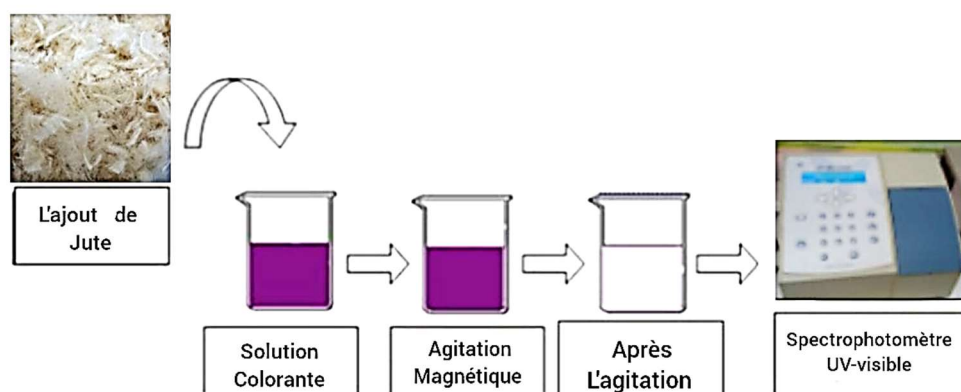
**Figure II.4.** Le diffractomètre à rayons X Equinox 100.

## II.7. Protocole opératoire d'adsorption.

Les étapes à suivre pour réaliser le processus d'adsorption de MV2B par les fibres de jute traitées par une forte base sont :

1. Préparation de la solution colorante par dilution de la solution mère.
2. Ajout d'une masse connue de jute traité à la solution.
3. Agitation par agitateur magnétique pendant la durée de l'expérience.
4. Observation de la dégradation de la couleur après agitation.
5. Filtration de la solution en suspension pour mesure de l'absorbance par spectrophotométrie.

Toutes les étapes précédemment mentionnées sont illustrées dans la figure jointe.



**Figure II.5.** Un schéma explicatif des diverses phases impliquées dans le traitement de notre colorant (MV2B) sur le jute.

## II.8. Planification du plan d'expérience.

Dans cette section, on va énoncer le problème à résoudre qui réside dans la présence de plusieurs paramètres qui influent, d'une façon ou d'une autre, sur le phénomène d'adsorption de méthyle violet étudiés en milieu aqueux par les fibres de jute, en tenant compte de leur interaction.

Notre but est de confirmer l'influence des paramètres jugés intéressants et la relation entre eux. Ces paramètres devront répondre à notre objectif défini par l'obtention de la quantité adsorbée la plus élevée en réalisant peu d'expériences et en exploitant moins de variables.

On va planifier la conception avec laquelle le processus se déroulera en identifiant l'objectif, les facteurs à considérer et la réponse choisie.

### A/ Objectif.

On cherche à déterminer les paramètres influents le processus d'adsorption de MV2B par les fibres jute utilisées et à envisager l'interaction entre ces paramètres ainsi que l'application d'une stratégie d'optimisation pour aboutir à des optimums de facteurs donnant les rendements maximaux d'adsorption.

### B/ Réponses.

Notre objectif essentiel est d'éliminer la plus grande quantité d'adsorbat par un procédé non-destructif (adsorption) en milieux aqueux. La réponse se présente donc par le rendement maximal d'adsorption de MV2B sur sisal. Cette réponse est calculée à l'aide de l'équation suivante :

$$R = \frac{(A_i - A_f)}{A_i} \times 100 \quad (3)$$

R : Rendement de l'élimination de MV2B en (%).

$A_i$  : Absorption Initiale de la solution de violet de méthyle en mg/L.

$A_f$  : Absorption Finale de la solution de violet de méthyle en mg/L.

## II.9. Choix du plan d'expérience.

Dans cette étude, nous avons choisi de travailler sur les plans factoriels complets (PFC). Cette approche implique la variation simultanée de toutes les variables expérimentales afin d'évaluer l'impact de chacune sur la réponse étudiée. En d'autres termes, nous cherchons à comprendre comment l'effet d'un facteur évolue en fonction des niveaux des autres facteurs dans la réponse observée. Les plans factoriels offrent plusieurs avantages, notamment leur faible coût, le nombre restreint d'expériences nécessaires et la capacité à explorer de manière approfondie les interactions potentielles entre les variables.

Le plan factoriel complet (PFC) consiste en une série d'expériences comprenant toutes les combinaisons possibles des niveaux de chaque facteur, ce qui en fait un outil précieux pour les études préliminaires et l'optimisation des processus. Cependant, dans le cas où le nombre de facteurs est important, les plans fractionnaires deviennent souvent nécessaires pour réduire la complexité expérimentale.

Dans le cadre de notre étude, un plan factoriel complet de  $2^4$  essais a été utilisé pour évaluer l'impact de la concentration initiale du substrat (MV2B), de la quantité d'adsorbant, du temps et du pH du milieu réactionnel sur les capacités d'adsorption. Pour garantir la validité des résultats, les essais ont été randomisés afin de minimiser l'influence de facteurs perturbateurs non identifiés qui pourraient être corrélés avec l'ordre des expériences. <sup>[113]</sup>

## II.10. Détermination des facteurs influents et du domaine d'étude.

La connaissance du processus d'adsorption de MV2B sur les fibres de jute a conduit au choix des quatre facteurs qui semblent avoir une influence sur le rendement de l'élimination de méthyle violet.

- La concentration initiale de MV2B (C) : On a réalisé des essais des plans d'expériences dans une gamme de concentration initiale de MV2B allant de 20 à 300 (mg/l).
- Le pH : Dans ce travail, nous avons étudié l'efficacité d'adsorption de MV2B, en variant le pH de 3 à 7 à l'aide d'une solution d'acide chlorhydrique HCl ou de la soude NaOH selon le pH voulu.
- La dose de *jute* (m) : est un facteur très important pour le processus d'adsorption, afin d'étudier l'effet de ce paramètre, nous avons choisi 1 g comme valeur minimale et 2 g comme valeur maximale.
- Le temps (t) : Pour étudier l'effet de ce paramètre, nous avons choisi 5 min comme valeur minimale et 30 min comme valeur maximale.

**Tableau II.1.** Facteurs influents et domaine d'étude  
Du plan factoriel complet.

Facteurs	Valeur min	Valeur max
C <sub>MV2B</sub> (mg/l)	20	300
m <sub>jute</sub> (g)	1	2
pH	3	7
t (min)	5	30

## II.11. Réalisation du plan factoriel complet 2<sup>4</sup>.

Pour ce type de plan, les essais effectués exigent 16 essais basés sur la variation des quatre facteurs choisis. L'ordre des essais de ce plan et la modalité de leur application sont illustrés dans le **Tableau (II.2.)**.

**Tableau II.2.** Plan factoriel complet à quatre facteurs 2<sup>4</sup>

Ordre d'essai	pH	m <sub>jute</sub> (g)	C <sub>MV2B</sub> (mg/l)	t(min)	R% <sub>calculé</sub>	R% <sub>ajusté</sub>
1	7	1	300	30	89.12	92,27
2	7	2	20	30	35.69	33,67
3	3	1	300	5	90.47	92,18
4	3	2	20	30	76.43	81,61
5	7	2	300	30	89.81	87,93
6	3	2	300	5	97.05	96,61
7	7	1	300	5	87.23	85,48
8	7	2	20	5	42.44	46,27
9	3	2	20	5	98.09	94,21
10	7	1	20	5	41.80	41,84
11	3	2	300	30	95.91	94,63
12	3	1	20	5	90.02	89,78
13	3	1	20	30	87.26	85,95
14	3	1	300	30	98.96	98,97
15	7	1	20	30	39.87	38,01
16	7	2	300	5	89.43	87,91

## II.12. Logiciel Minitab.

Il est préférable d'opter pour un logiciel spécialisé qui non seulement calcule les coefficients, mais également réalise tous les calculs statistiques nécessaires pour évaluer la qualité du modèle mathématique (telles que le coefficient de détermination, les écarts-types des réponses et des coefficients, les valeurs p, etc.). Ces logiciels dédiés aux plans d'expériences sont conçus pour générer des réponses sur l'ensemble du domaine étudié, effectuer des analyses de variance, tracer des courbes d'iso-réponses, construire des surfaces de réponse et identifier les zones d'intérêt.

Cette gamme étendue de fonctionnalités permet de mener rapidement une multitude d'analyses et d'examiner les données sous différents angles. Ainsi, il est possible d'extraire efficacement toute l'information contenue dans les résultats d'un plan d'expériences en peu de temps. Ces logiciels sont devenus essentiels pour élaborer des plans d'expériences complexes et interpréter de manière approfondie leurs résultats.

Le logiciel Minitab utilisé dans cette étude est un logiciel de statistique dans lequel une partie est consacrée aux plans d'expériences. La version 18 existe en plusieurs langues : anglais, français, etc. <sup>[95]</sup>

## **Conclusion.**

Dans ce chapitre on a exposé les protocoles expérimentaux utilisés pour l'élimination de MV2B par les fibres de jute alcalinisées. Un plan factoriel complet à quatre facteurs a été adapté afin d'optimiser les conditions opératoires nécessaires à la réalisation de ce processus à l'aide d'un logiciel Minitab version 18.





**Chapitre III.**



**Résultats et Discussions.**

## III. Résultats et Discussions.

### Introduction.

Ce chapitre est consacré à l'interprétation des résultats obtenus dans cette étude qui a pour but l'optimisation des conditions opératoires affectant le processus d'adsorption du MV2B sur les fibres de *jute*.

Nous avons choisi d'adopter la méthode des plans d'expériences afin d'identifier les multiples paramètres impactant le taux d'élimination du colorant. Cette approche s'est appuyée sur l'utilisation d'un plan factoriel complet.

### III.1. Caractérisation de fibre de jute.

Le *jute* est composé comme il est déjà mentionné dans le chapitre I de : 65.2% de cellulose, 22.2% d'hémicellulose et 10.8% de lignine. Les fibres de *jute* modifiées par NaOH ont été caractérisées par les différentes techniques de caractérisations. Les principales caractéristiques des fibres de *jute* sont récapitulées comme suit :

#### III.1.1. Analyse par spectroscopie Infrarouge.

L'analyse spectroscopique des fibres de *jute* avant et après adsorption a révélé la présence de plusieurs groupes fonctionnels. Parmi ceux-ci, on trouve les groupes hydroxyles (O-H) à  $3445\text{ cm}^{-1}$ , les groupes méthyle et méthylène ( $\text{CH}_3$ - et  $-\text{CH}_2$ -) dans la plage de  $2800$  à  $3000\text{ cm}^{-1}$ , de plus les fibres présentent une bande caractéristique des liaisons carbonyle ( $\text{C}=\text{O}$ ) à  $1730\text{ cm}^{-1}$ , indiquant la présence de pectine. La présence de cycles aromatiques, typiques de la lignine, est identifiée par des bandes dans la région de  $1500$  à  $1600\text{ cm}^{-1}$ , et les groupes nitrile (C-N) entre  $1020$  et  $1230\text{ cm}^{-1}$ . Enfin, les groupes éther (C-O), caractéristiques de la cellulose, apparaissent à  $1057\text{ cm}^{-1}$ . Ces résultats confirment la composition complexe des fibres de *jute*, incluant des composants comme la cellulose, la lignine et la pectine, et montrent les changements éventuels après le processus d'adsorption.

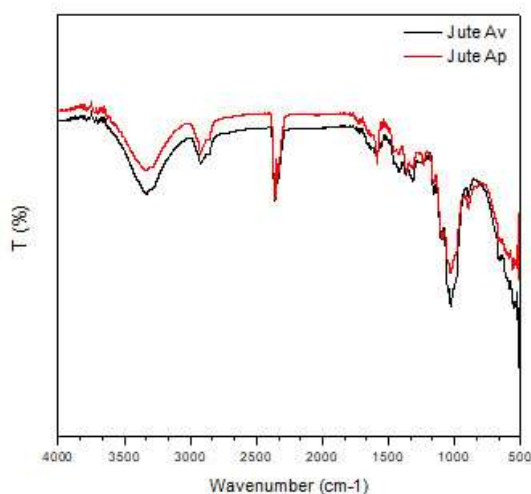
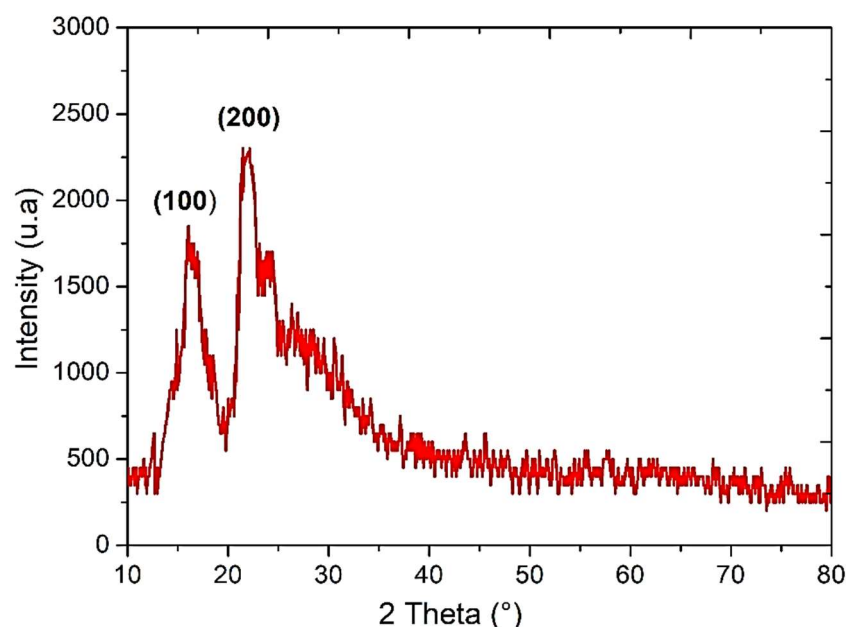


Figure III.1. Spectre infrarouge.

### III.1.2. Analyse par Diffraction des rayons X (DRX).

La détermination de la structure cristalline et de l'espacement atomique d'un adsorbant est considérée comme un paramètre important généralement utilisé pour étudier les phénomènes de sorption, ce qui peut être réalisé en utilisant la technique DRX. La **Figure (III.2.)** montre le diffractogramme DRX des fibres de *jute* utilisées. On voit clairement que les fibres de *jute* ont une structure amorphe, ce qui peut s'expliquer par la présence de composés cellulosiques dans la structure de *jute*. En effet, les larges pics situés à 16,8 ° et 22,9 ° sont attribués aux plans indexés (100) et (200), respectivement, correspondant à la présence de composés cellulosiques (carte ICDD N°00-003-0226) dans la structure des fibres de *jute* utilisées.



**Figure III.2.** Diffractogramme DRX.

### III.1.3. Détermination de point de la charge zéro $pH_{pcz}$ .

Suite à la mise en œuvre du protocole expérimental (mentionné dans le chapitre II), nous avons déterminé que le point de charge zéro (pcz) se situe à un pH de 7,52, marqué par l'intersection entre le pH initial et le pH final des solutions.

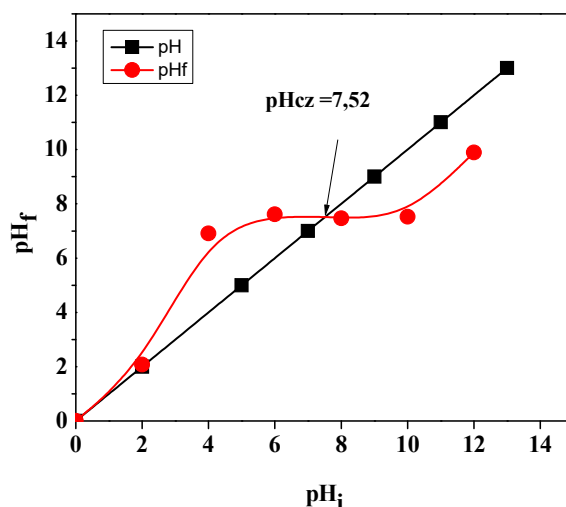


Figure III.3. Graphe du point de la charge zéro de *jute* traité.

### III.1.4. La surface spécifique $S_{BET}$ .

Il a été déterminé que la surface spécifique BET de l'échantillon est de  $1,73 \text{ m}^2/\text{g}$ .<sup>[114]</sup>

## III.2. Diagramme de Pareto.

On utilise le diagramme ou carte de Pareto des effets pour comparer la valeur relative et la signification statistique des effets principaux qui contribuent le plus à la variabilité de la réponse. Dans ce contexte, le test *t* de Student est également effectué pour déterminer si les effets calculés sont significativement différents de zéro ou non.<sup>[115]</sup>

Les valeurs de chaque effet sont présentées sur le diagramme de Pareto par des colonnes horizontales<sup>[116]</sup> et la ligne verticale dans le diagramme indique la valeur de *t*. Les effets qui sont inférieurs à la valeur *t* sont statistiquement non significatifs.<sup>[117,118]</sup>

Dans le cas de l'étude des performances des fibres de *jute* comme adsorbant pour l'élimination d'un colorant textile MV2B de la solution, l'importance de la carte de Pareto a été mise en évidence **Figure (III.4)**. La valeur *t* est de **1.89**.

Pour la **Figure (III.4)**, tous les facteurs et leurs interactions, à l'exception de la dose d'adsorbant, ont un impact principal sur la réponse recherchée. Dans cette étude, un facteur est considéré comme ayant un effet significatif sur la réponse lorsque la ligne de référence passe par sa barre respective sur le graphique. Par conséquent, le pH, le temps et la concentration de la molécule polluante sont statistiquement significatifs car la ligne de référence (1,89) les traverse.

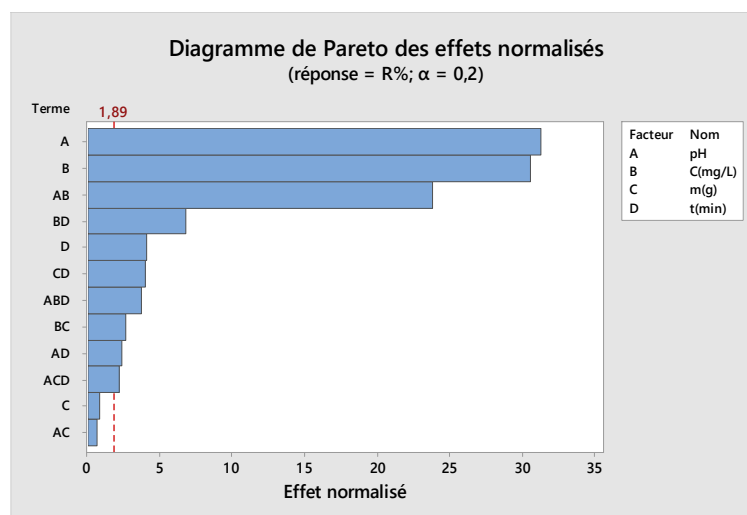
L'interprétation de diagramme de Pareto, nous pouvons voir que le pH représentait l'effet le plus significatif sur la réponse R% qui a la plus grande barre (supérieure à 30).

Suivi par l'effet de la concentration initiale de colorant, ensuite on peut remarquer que l'effet de l'interaction entre le pH et la concentration initiale de MV2B a eu des effets aussi

importants sur le rendement R%, puis l'effet de l'interaction entre la concentration initiale de MV2B et le temps par la suite l'effet de temps.

Les barres qui ensuite nous montrent la différence de l'effet de l'interaction entre les paramètres (le temps, le pH, la concentration initiale de MV2B et la dose de *jute*) les unes par rapport aux autres.

L'interaction entre les quatre facteurs désignés pour ce procédé (ABCD) n'apparaît pas sur le diagramme, cela signifie qu'ils n'ont pas un effet statistiquement significatif.



**Figure III.4.** Le diagramme de Pareto.

### III.3. Effets principaux.

Les principaux effets de chaque paramètre sur l'adsorption du colorant sont présentés dans la **Figure (III.5.)**.

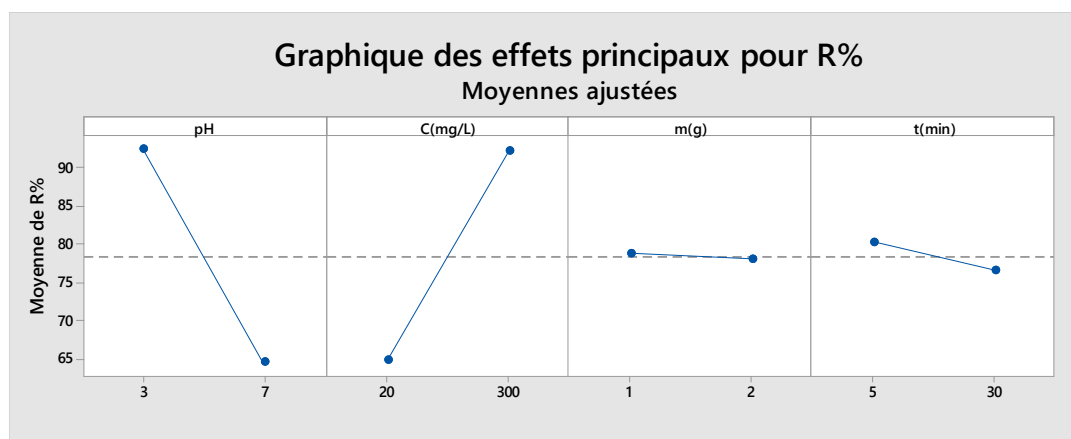
Les diagrammes des effets principaux ont été générés pour représenter les résultats de l'analyse de régression. Il ne montre que les facteurs qui étaient significatifs à l'intervalle de confiance de 95 %. Les principaux effets représentent les écarts de la moyenne entre les niveaux haut et bas pour chaque facteur. Lorsque l'effet d'un facteur est positif, R% augmente à mesure que le facteur passe d'un niveau faible à un niveau élevé. En revanche, si les effets sont négatifs, une diminution de R% se produit pour un niveau élevé du même facteur.

On en déduit que plus la ligne verticale est grande, plus le changement de R% lors du passage du niveau -1 au niveau +1. Il convient de souligner que la signification statistique d'un facteur est directement liée à la longueur de la ligne verticale. <sup>[119]</sup>

Dans le diagramme des effets principaux **Figure (III.5.)**, on remarque que l'effet principal est désigné ici par la pente de la droite de chaque facteur. Plus la pente est raide plus la valeur de l'effet principal est élevée.

Du diagramme, nous pouvons noter :

- L'effet principal de pH et de concentration (C) sont les plus considérables car la pente de leurs lignes est la plus raide.
- L'effet du facteur de pH est négatif, c'est-à-dire une diminution de R% est observée lorsque le facteur passe de bas à haut. Ceci s'explique par le fait que, dans le milieu acide, le MV2B qui a un pH acide tend à se lier à la surface plus que sa tendance à se lier aux molécules de solvant, et donc l'affinité de surface augmente, ce qui conduit à une augmentation de l'adsorption du colorant avec la surface.
- L'effet de facteur de concentration initiale de MV2B est positif, où les meilleurs rendements sont obtenus pour les valeurs maximales de concentration initiale cela est expliqué par : à des concentrations initiales plus élevées de colorant, il y a plus de molécules de colorant disponibles pour être adsorbées sur la surface de *jute*. Par conséquent, la surface de *jute* est plus efficacement saturée en molécules de MV2B.
- La dose de *jute* presque n'a pas d'impact sur la valeur de rendement, ce qui est observé dans le graphe **Figure (III.5.)**, presque horizontal, et confirmé par les résultats obtenus à partir du diagramme Pareto **Figure(III.4.)**.
- Contrairement au facteur de la concentration de MV2B ou l'effet est remarquablement positif. En outre, le rendement d'adsorption est maximal quand la valeur de temps est au bas niveau (5 min).



**Figure III.5.** Le diagramme des effets principaux.

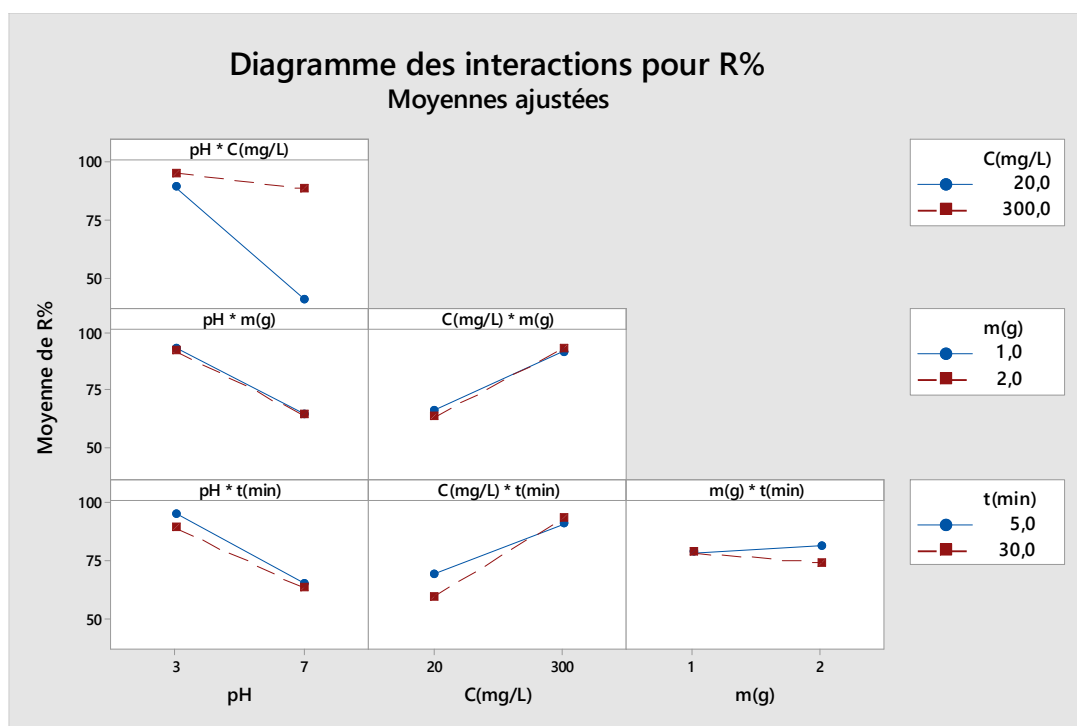
### III.4. Interactions des effets influents.

L'intérêt d'une étude d'optimisation serait de déterminer, parmi tous les facteurs susceptibles d'influer sur le processus d'adsorption (c'est à dire sur la ou les réponses mesurées du processus), lesquels ont une influence significative, de quantifier leur influence et de prouver l'existence ou non des interactions entre ces facteurs.

Une interaction est dite efficace lorsque la variation de la réponse d'un niveau faible à un niveau élevé d'un facteur dépend du niveau d'un second facteur, c'est-à-dire lorsque les lignes ne sont pas parallèles. Les diagrammes d'interaction ont également été générés avec ANOVA. [119]

La **Figure (III.6).** Montre les interactions significatives entre les paramètres (pH\*C, pH\*m, C\*m, pH\*t, C\*t et m\*t).

- Lorsque les parcelles des interactions sont parallèles, cela indique qu'il n'y a pas d'interaction significative entre les facteurs étudiés. Chaque facteur agit de manière indépendante sur l'adsorption de MV2B sur les fibres de *jute* et c'est le cas pour l'interaction pH\*m et pH\*t dans ce cas, l'effet de chaque facteur peut être évalué individuellement sans tenir compte de l'effet de l'autre facteur.
- Ces graphiques indiquent clairement que l'interaction entre la concentration initiale de colorant et le temps est la plus forte interaction à cause de l'intersection des deux parcelles, Il y a aussi une interaction entre la concentration initiale de colorant et la dose de jute plus forte qu'entre la dose de jute et le temps, et la dernière interaction entre le pH et la concentration initiale de colorant est la plus faible que les autres.



**Figure III.6.** Diagramme des interactions de MV2B.

### III.5. Modélisation et analyse de variance (ANOVA).

Les résultats de l'ANOVA sont récapitulés dans le **Tableau (III.1.)**. Ce dernier fournit la différence de variance. L'analyse de la variance (ANOVA) a été utilisée pour évaluer la signification statistique du modèle quadratique du produit traité.

Les résultats de l'ANOVA ont été effectués à partir des modèles quadratiques calculés pour la réponse expliquée par le modèle mathématique du processus d'adsorption du produit traité par les fibres de *jute*.

La signification du modèle a été évaluée à l'aide d'une analyse de variance. Les résultats de l'analyse sont résumés dans le **Tableau (III.1.)**.

**Tableau III.1.** Analyse des variances du modèle (ANOVA).

Source	DL	Som Car ajust	CM ajust	Valeur F	Valeur de p
Modèle	7	7973,68	1139,10	91,32	0,000
Linéaires	4	6227,94	1556,99	124,82	0,000
pH	1	2653,86	2653,86	212,75	0,000
C <sub>(mg/L)</sub>	1	2853,08	2853,08	228,72	0,000
m <sub>(g)</sub>	1	0,01	0,01	0,00	0,982
t <sub>(min)</sub>	1	30,01	30,01	2,41	0,165
Interactions à 2 facteurs(s)	3	1721,81	573,94	46,01	0,000
pH*C <sub>(mg/L)</sub>	1	1511,81	1511,81	121,20	0,000
C <sub>(mg/L)</sub> *t <sub>(min)</sub>	1	100,26	100,26	8,04	0,025
m <sub>(g)</sub> *t <sub>(min)</sub>	1	68,44	68,44	5,49	0,052
Erreur	7	87,32	12,47		
<b>Total</b>	<b>14</b>	<b>8061,00</b>			

On remarque que la régression était statistiquement significative à la valeur **F** de 91,32 et la valeur de probabilité **p** = 0,00.

La valeur de probabilité **p** (= 0,00 < 0,05), ce qui suggère que le modèle linéaire avec interactions décrit bien le procédé d'adsorption sur les fibres de *jute*.

La valeur de **F** (test de Fisher) de produit n'est pas nulle, **F** (91,32). Cette valeur indique une bonne adéquation et une signification élevée pour le modèle statistique.

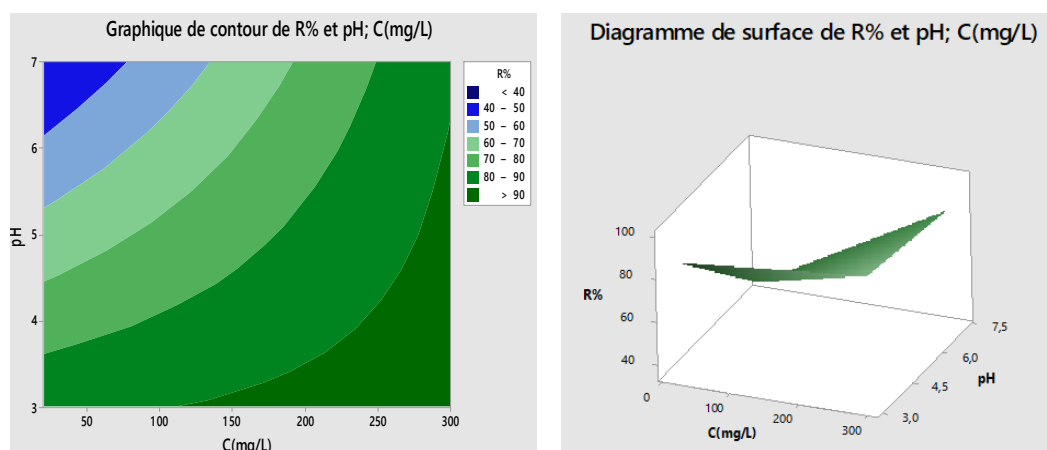
Également, les valeurs élevées du coefficient de corrélation ( $R^2 = 98,92\%$ ) et du coefficient de corrélation ajusté ( $R^2_{\text{aju}} = 97,83\%$ ), montrent que le modèle proposé explique plus de 99% des variations de réponse expérimentale. Ces valeurs indiquent une bonne adéquation et une signification élevée pour le modèle statistique.

### III.6. Optimisation des facteurs influents par la méthodologie de Surface de réponse.

Cette technique a pour objectif de quantifier les variations de la fonction de réponse en fonction des facteurs ayant une influence significative. Dans cette section, nous analysons et discutons l'effet de ces facteurs sur la variation de la réponse, notamment l'élimination du soluté. Pour ce faire, nous avons choisi d'utiliser cette méthodologie. La procédure consiste à représenter la variation de la réponse en fonction de deux facteurs uniquement, les autres étant maintenus constants.

#### a/ Cas des facteurs pH et C (mg/l).

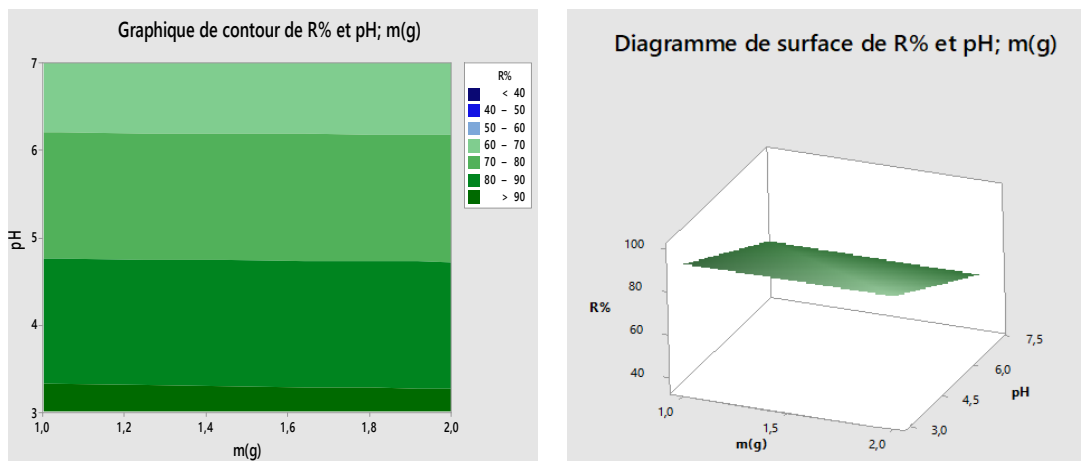
D'après les diagrammes de contour et la surfaces de réponse illustrées dans la **Figure (III.7.)**, il est évident que le taux de rétention des molécules de MV2B par les fibres de *jute* alcalinisées dépasse 95% lorsque le pH est de 3 et que la concentration atteint sa valeur maximale 300 mg/L.



**Figure III.7.** Diagramme de contour et de surface de réponse (3D) De R% de MV2B fonction de pH et C (mg/l).

#### b / Cas des facteurs pH et m (g).

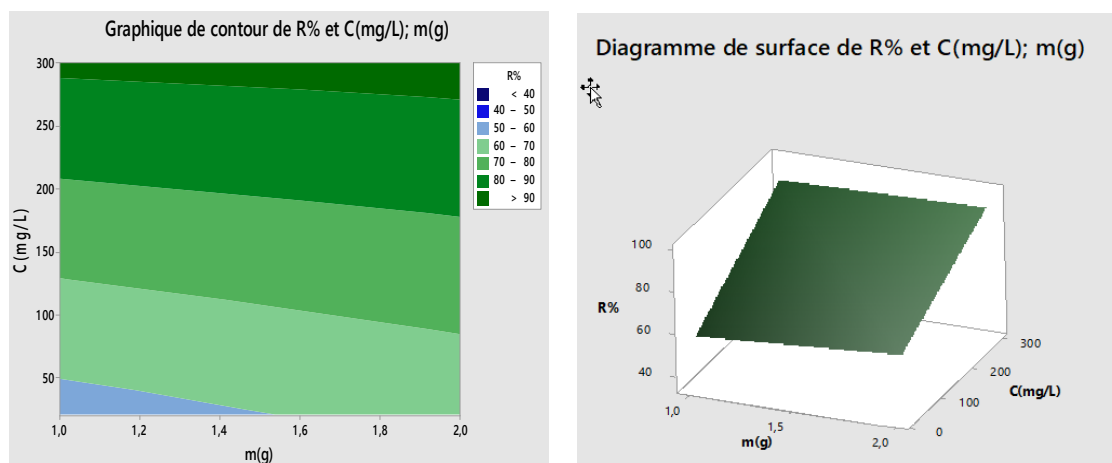
D'après le diagramme de Pareto **Figure (III.4.)**, et le diagramme des effets principaux **Figure (III.5.)**, il a été conclu que la dose de *jute* a une influence négligeable sur le processus d'adsorption de MV2B sur les fibres de *jute* dans le domaine d'étude choisi. Cette conclusion a été confirmée par les diagrammes de contour et de surface de réponse **Figure (III.8.)**, qui indiquent que la meilleure adsorption se produit à un pH de 3 avec une dose minimale de *jute* (1g).



**Figure III.8.** Diagramme de contour et de surface de réponse (3D)  
De R% de MV2B fonction de pH et m (g).

### c / Cas des facteurs C (mg/l) et m (g).

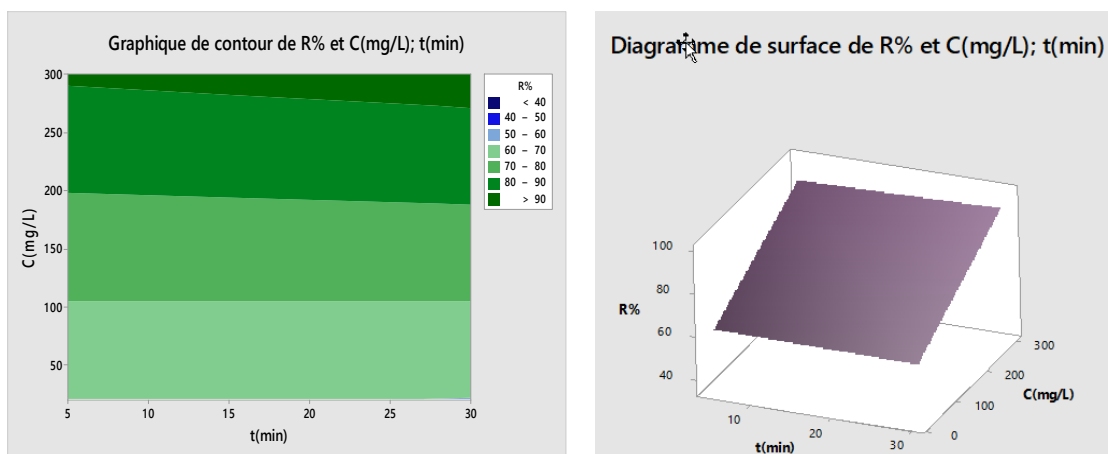
D'après les diagrammes représentés sur la **Figure (III.9.)**, nous avons constaté que l'élimination de MV2B est maximale avec des doses fortes d'adsorbant (2g de jute) et des concentrations élevées en adsorbant (300 mg/l de MV2B).



**Figure III.9.** Diagramme de contour et de surface de réponse (3D)  
De R% de MV2B en fonction de C (mg/l) et m (g).

### d / Cas des facteurs $C$ (mg/l) et $t$ (min).

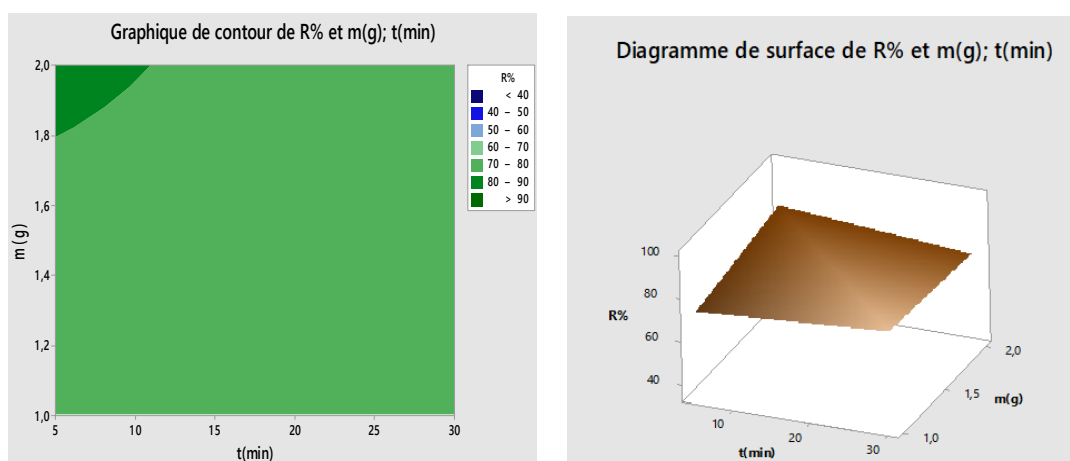
Dans ce cas, la **Figure (III.10.)** montre que le rendement maximal est observé à une concentration élevée et après un temps de 30 minutes. Cependant, il n'y a pas de grande différence entre les rendements obtenus après 5 minutes et 30 minutes.



**Figure III.10.** Diagramme de contour et de surface de réponse (3D)  
De R% de MV2B fonction de  $C$  (mg/l) et  $t$  (min).

### e/ Cas des facteurs $m$ (g) et $t$ (min).

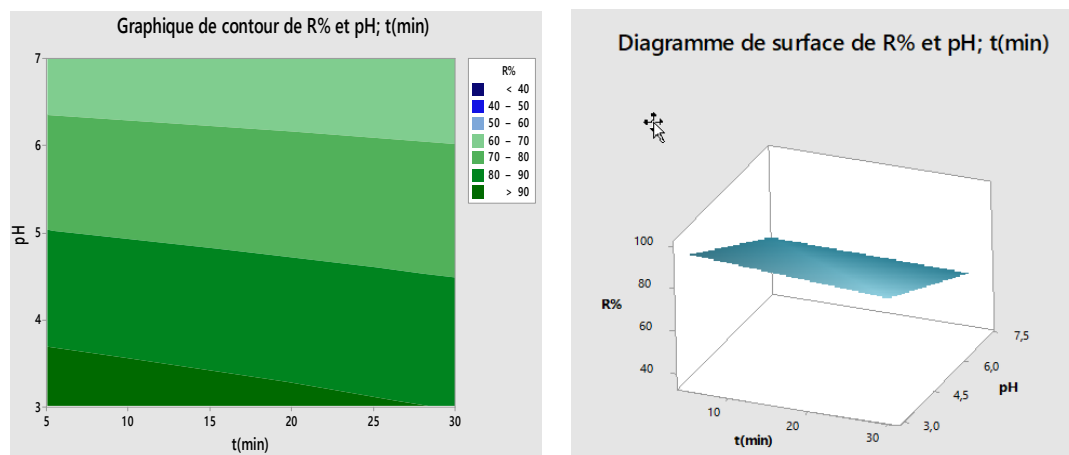
D'après le diagramme présenté dans la **Figure (III.11.)**, nous avons déterminé que, en maintenant les autres facteurs constants, le rendement maximal est atteint avec un temps de 5 minutes et une dose de 2g d'adsorbant.



**Figure III.11.** Diagramme de contour et de surface de réponse (3D)  
De R% de MV2B fonction de  $m$  (g) et  $t$  (min).

### f/ Cas des facteurs pH et t (min).

Les diagrammes de la **Figure (III.12.)**. Montrent qu'une valeur maximale de réponse est obtenue à un pH d'environ 3 et un temps minimum de 5 minutes.



**Figure III.12.** Diagramme de contour et de surface de réponse (3D) De R% de MV2B fonction de pH et t (min).

## III.7. Signification des coefficients.

La signification des coefficients de régression a été déterminée en appliquant un test de Student **t** indiqué dans le **Tableau (III.2.)**, qui présente l'effet des principaux facteurs, l'effet d'interaction des facteurs, les coefficients du modèle codé, l'écart type de chaque coefficient et la probabilité ainsi que les valeurs du test **t** de Student pour chaque effet pour le plan factoriel complet.

La lecture minutieuse de ce tableau apporte une information sur la signification des facteurs qui est déterminée par la valeur de **p** (probabilité). Cette dernière doit être inférieure ou égale à ( $p \leq 0,05$ ), pour que le facteur puisse être statistiquement significatif.

**Tableau III.2.** Les coefficients du modèle codé.

Terme	Coeff	Coef ErT	Valeur de T	Valeur de p	FIV
Constante	78,084	0,937	83,38	0,000	
pH <sub>3</sub>	13,660	0,937	14,59	0,000	1,05
C <sub>(mg/L)</sub> <sub>20</sub>	-14,164	0,937	-15,12	0,000	1,05
m <sub>(g)</sub> <sub>1</sub>	-0,022	0,937	-0,02	0,982	1,05
t <sub>(min)</sub> <sub>5</sub>	1,453	0,937	1,55	0,165	1,05
pH*C <sub>(mg/L)</sub> <sub>3 20</sub>	10,310	0,937	11,01	0,000	1,05
C <sub>(mg/L)</sub> *t <sub>(min)</sub> <sub>20 5</sub>	2,655	0,937	2,84	0,025	1,05
m <sub>(g)</sub> *t <sub>(min)</sub> <sub>1 5</sub>	-2,194	0,937	-2,34	0,052	1,05

D'après le tableau récapitulatif on remarque, que pour un degré de confiance de 95 %, l'effet de pH et de la concentration initiale du MV2B et leur interaction sur le rendement d'élimination du colorant sont très significatifs, la valeur de probabilité de chacun de ces deux facteurs est 0,000 inférieures au seuil de signification (0,05). Donc, on peut en conclure que la variation de ces deux facteurs entraîne une variation de la variable de réponse.

La dose de *jute* et le temps n'ont pas une influence statistiquement importante sur le rendement d'élimination de colorant sur les fibres de *jute* puisque la valeur de  $p$  de ces deux variables est supérieure à 0,05.

### III.8. Modèle mathématique non codé.

La formation de l'équation du modèle mathématique reliant la réponse R% avec les quatre facteurs choisis dans cette étude revient à trouver la relation simplifiée entre la réponse et les coefficients de régression cités dans le **Tableau (III.3.)**. Le classement de ces coefficients se fait selon le diagramme de Pareto.

$$R\% = 78,084 + 13,660 \text{ pH} - 14,164 \text{ C} - 0,022 \text{ m} + 1,453 \text{ t} + 10,310 \text{ pH} \cdot \text{C} + 2,655 \text{ C} \cdot \text{t} - 2,194 \text{ m} \cdot \text{t}.$$

Le modèle explique 98,92% de la variation du rendement de l'élimination du colorant par le *jute* c'est-à-dire que 1,08 % uniquement de la variation totale ne peut pas être interprété par le modèle empirique. <sup>[120]</sup>

La valeur de  $R^2_{\text{aju}} = 97,83\%$  est inférieure à la valeur de  $R^2$  car il contient un nombre plus de degré de liberté (DL).

### III.9. Résidus.

L'analyse des résidus, un outil essentiel pour évaluer la qualité et les imperfections d'un modèle, permet de détecter la présence de défauts dans les résidus :

- Un bon modèle, ayant un pouvoir explicatif élevé, se caractérise par des résidus sans structures spécifiques, c'est-à-dire des "restes" sans intérêt particulier.
- En revanche, toute information intéressante contenue dans les résidus indique que le modèle n'a pas correctement pris en compte certains aspects. <sup>[121]</sup>

L'analyse des résidus complète l'analyse statistique, les diagrammes de résidu permettent de vérifier les hypothèses de base du modèle, d'identifier les problèmes potentiels et d'orienter les ajustements nécessaires pour améliorer la précision et la fiabilité du modèle statistique. **Figure (III.13.)**.

En analysant ces diagrammes, nous pouvons prendre des décisions éclairées pour modifier ou transformer nos données et ainsi obtenir un modèle plus exact.

- ☐ **Diagramme des Résidus versus les valeurs ajustées Figure (III.13.a) :**
  - Points aléatoirement dispersés ; cela suggère que les résidus ont une variance constante et que le modèle est approprié.
- ☐ **Diagramme des Résidus versus l'ordre des données Figure (III.13.b) :**
  - Les résidus doivent être répartis de manière aléatoire autour de la ligne zéro et ne doivent pas montrer de tendance (croissante ou décroissante), une tendance peut indiquer une autocorrélation. Dans ce cas, une analyse de la séquence ou des méthodes de correction d'autocorrélation peuvent être nécessaires.
- ☐ **Histogramme des Résidus Figure (III.13.c) :**
  - L'histogramme des résidus doit suivre une distribution normale (forme de cloche), la présence d'une asymétrie et c'est notre cas indique que les résidus ne suivent pas une distribution normale. Dans ce cas on peut utiliser des transformations (logarithmique, racine carrée) pour normaliser les résidus.
- ☐ **Diagramme de Probabilité Normale des Résidus (droite de Henry) Figure (III.13.d) :**
  - Lorsque les points ne présentent pas de déviation par rapport à la ligne, cela indique une conformité à la normalité. En d'autres termes, l'absence de déviation suggère que les données suivent une distribution normale.

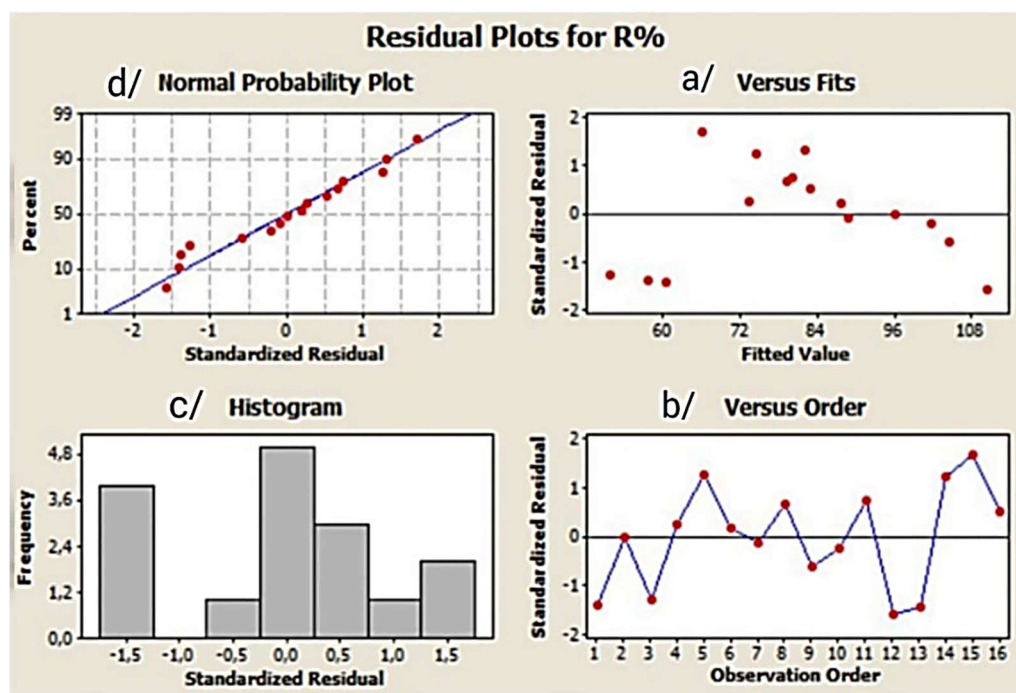


Figure III.13. Les Diagrammes des résidus.

Le **Tableau (III.3.)**. Récapitule le pourcentage de rendement expliqué par le modèle mathématique à comparer avec le rendement obtenu par les résultats expérimentaux. D'après les résultats de ce tableau, l'analyse brute des résidus n'a apporté que peu d'informations. Nous constatons que, dans le domaine d'étude, les valeurs de réponse calculées par le modèle sont en parfait accord avec celles des réponses mesurées. Cependant, nous remarquons des forts résidus avec les essais 1, 4, 8 et 9, ce qui peut donc témoigner de l'incohérence des valeurs obtenues. Il est à souligner dans ce cas, que la manière dont ont été obtenues les valeurs expérimentales exclut toute possibilité d'erreur de manipulation. <sup>[121]</sup>

L'information représentée par les résidus doit donc être interprétée très prudemment par le choix du domaine d'étude. Ce dernier semble convenir à la bonne qualité d'ajustement du modèle de MV2B.

Il est ainsi possible de juger de la validité globale d'un modèle d'une manière plus simple et plus explicite qu'en comparant de manière ponctuelle quelques points expérimentaux avec les valeurs fournies par le modèle. Compte tenu des valeurs du coefficient de détermination de produits.

( $R^2 = 98,88\%$ ) et de détermination ajustée ( $R_{\text{aju}}^2 = 97,83\%$ ) le modèle mathématique postulé s'avère être convenable aux données expérimentales **Figure( III.13.)**.

**Tableau III.3.** Valeurs de R% en fonction des valeurs de R ajustées.

Observation	R <sub>calculé</sub>	R <sub>ajusté</sub>	Résidu
1	89,12	92,2713	-3,15125
2	35,69	33,6709	2,1906
3	90,47	92,1791	-1,70906
4	76,43	81,6116	-5,18156
5	89,81	87,9288	1,88125
6	97,05	96,6109	0,43906
7	87,23	85,4791	1,75094
8	42,44	46,2738	-3,83375
9	98,09	94,2144	3,87562
10	41,80	41,8419	-0,04188
11	95,91	94,6288	1,28125
12	90,02	89,7825	0,2375
13	87,26	85,9541	1,30594
14	98,96	98,9713	-0,01125
15	39,87	38,0134	1,85656
16	89,43	87,9109	-0,48094

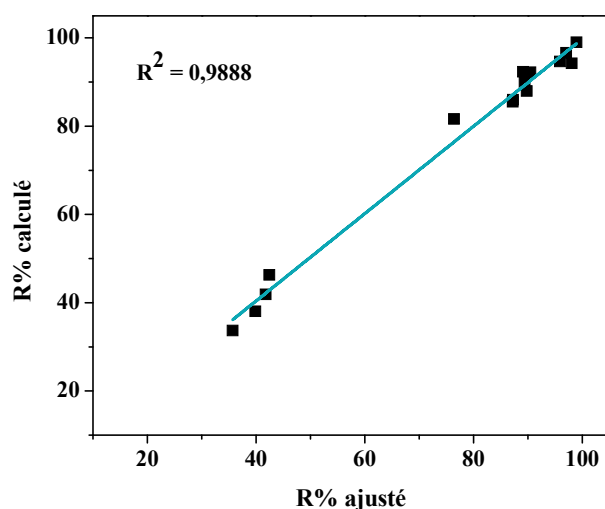


Figure III.14. La réponse théorique en fonction de la réponse ajustée.

### III.10. Désirabilité.

La fonction de désirabilité est une relation qui regroupe et combine les réponses prévues d'une ou plusieurs variables dépendantes avec la désirabilité de ces réponses. En pratique, il est fortement recommandé de commencer par définir la fonction de désirabilité pour chaque variable dépendante. Pour ce faire, une valeur comprise entre 0 (indésirable) et 1 (très désirable) est attribuée aux valeurs prévues. Ensuite, on calcule la moyenne géométrique à partir de la synthèse de la désirabilité individuelle des valeurs prévues pour chaque variable dépendante. Pour l'optimisation numérique, nous tenons compte de l'objectif souhaité pour chaque facteur et de la réponse correspondante.<sup>[122]</sup> Dans cette étude, nos objectifs sont :

- ✓ La valeur de pH.
- ✓ La concentration initiale des produits étudiés.
- ✓ La dose de l'adsorbant (fibres de *jute*).
- ✓ Le temps nécessaire à l'adsorption.

Nous devons donc calculer les paramètres optimaux des variables, ainsi que les valeurs de désirabilité, pour indiquer dans quelle mesure ces paramètres atteignent les cibles de réponse, le but est d'avoir une valeur de désirabilité, proche ou égale à l'unité, correspondant à la valeur maximale du taux de rendement du processus d'adsorption de MV2B sur les fibres de *jute*.

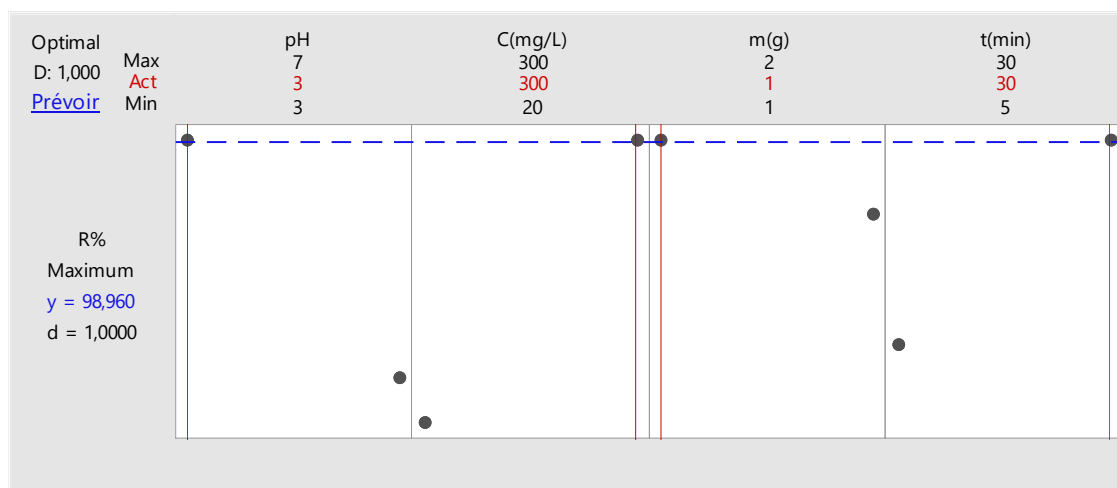
Notons enfin, qu'une méthode de réponse multiple a été appliquée, à l'aide du logiciel Minitab 18, pour optimiser toute combinaison de nos objectifs et que l'optimisation est atteinte au point qui, encore une fois, maximise la désirabilité composite.

Les différents profils de désirabilité obtenus sont donnés par les graphiques de la **Figure (III.15.)**. Chaque graphique est constitué de quatre colonnes correspondant aux valeurs de réponse de chaque niveau de la concentration initiale de l'adsorbant (MV2B), de la masse de l'adsorbant (*jute*) et du paramètre pH de la solution aqueuse et le temps (min).

Dans notre cas, les paramètres des variables actuels optimisés sont :

$$C \text{ (mg/l)} = 300, m \text{ (g)} = 1, t \text{ (min)} = 30 \text{ et } \text{pH} = 3.$$

La valeur de désirabilité composite optimisée de la réponse est de ( $D=1$ ), est égale à la désirabilité individuelle ( $d=1$ ) respectivement, cela signifie que le modèle a trouvé une solution optimale où toutes les variables dépendantes atteignent leurs niveaux de désirabilité maximale. Il est à noter que le rendement d'élimination de MV2B était de **98,960 %**.



**Figure III.15.** Diagramme de la fonction de Désirabilité en fonction De R% et les facteurs Influents.

### III.11. Test de confirmation.

Après avoir effectué un test de confirmation, il a été confirmé que les conditions optimales précédemment définies, incluant le pH (3), la concentration initiale de MV2B (300mg/l), la dose d'adsorbant (1 g) et le temps de réaction (30 min), conduisent bien au meilleur rendement. Ce rendement, évalué à 97,9%, se situe dans une fourchette d'erreur de  $\pm 1,06\%$ , considérée comme acceptable. Cette validation expérimentale souligne l'importance critique du contrôle précis des conditions de réaction pour garantir des performances maximales en termes de rendement d'adsorption, tout en tenant compte de la marge d'erreur acceptable pour des résultats fiables et reproductibles.

### III.12. Mécanisme réactionnel d'adsorption proposé.

L'étude du mécanisme réactionnel d'adsorption est également importante pour déterminer le type d'adsorption, qu'elle soit physique ou chimique.

Ainsi, l'objectif de cette partie de notre travail était de bien comprendre le comportement des fibres de *jute* en présence du produit étudié (MV2B) dans un milieu acide (pH optimal de 3) afin d'élucider plus clairement les mécanismes d'adsorption.

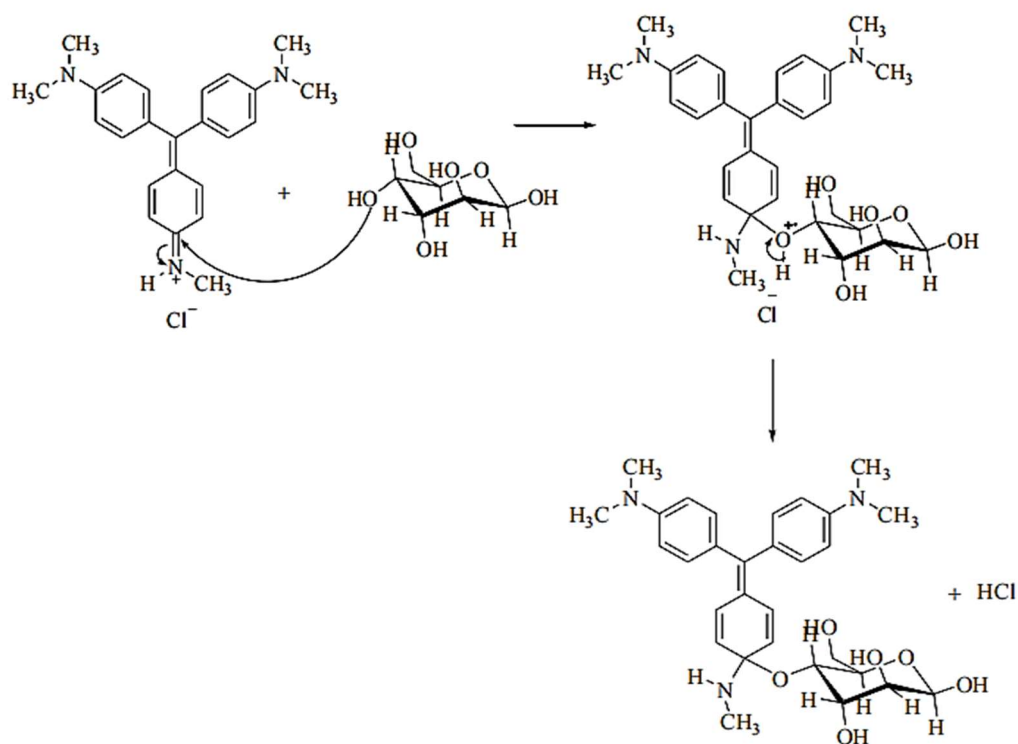
Sachant que Chimiquement, les fibres de *jute* contiennent principalement 65,2 % de la cellulose (**Voir chapitre 1§ adsorbant**), le mécanisme proposé de processus d'adsorption de composés de violet de méthyle sur ces fibres est donné ci-dessous.

Les étapes à suivre pour ce mécanisme sont :

Il s'agit d'une réaction d'addition nucléophile de groupement hydroxyle sur le carbone du groupement d'iminium, le mécanisme de cette réaction se décrit en deux étapes :

- ✓ La première étape réside dans la récupération de l'azote de son doublet électronique non liant en formant un carbocation ensuite le doublet de l'oxygène de groupement hydroxyle attaque le carbone du groupement d'iminium.
- ✓ La deuxième étape, l'oxygène libère un proton  $H^+$  pour récupérer son doublet électronique non liant et la génération d'une nouvelle fonction éther et la formation de HCl.

Ce mécanisme a donné lieu probablement à une adsorption chimique.



**Figure III.16.** Mécanisme d'interaction entre MV2B et la cellulose en milieu acide.

## Conclusion.

Dans cette étude, nous avons pu évaluer l'effet des conditions opératoires et leur optimisation sur le rendement d'élimination du MV2B par les fibres de *jute* par le phénomène d'adsorption en utilisant comme stratégie la méthodologie des plans d'expériences.

La chose la plus importante que nous ayons atteinte dans ce chapitre à l'aide du plan factoriel complet que le rendement d'élimination du MV2B par le *jute* est affectée par les facteurs qui sont : le temps, la concentration initiale de MV2B, pH.

Alors que les diagrammes de Pareto et des effets principaux, et du l'interaction des effets influents, montrent que tous les facteurs étudiés ont un effet principal sur le processus d'adsorption à l'exception de la dose d'adsorbant. L'ANOVA, le test Student t et les tests de Fisher ainsi que la probabilité **p** ont montré que toutes les interactions des facteurs influents sont statistiquement significatives lors de la détermination de la réponse R%.

L'optimisation de type surface de réponse nous a permis de cerner la zone où se trouve l'optimum et celle effectuée par le logiciel Minitab 18 nous a apporté les valeurs optimales de chaque facteurs ( $C = 300$  mg/l,  $m = 1.0$  g,  $pH = 3$  et  $t = 30$  min) agissant sur le rendement d'une manière d'avoir la valeur maximale ( $R = 98.960\%$ ) avec une désirabilité la plus élevée **D = 1**.



## Conclusion générale.

Un large éventail de techniques de **plans d'expériences** est à la disposition de l'expérimentateur pour résoudre les problèmes rencontrés lors de la réalisation d'une expérience. Ces techniques permettent soit de sélectionner les paramètres ayant le plus grand impact sur le processus étudié, soit d'optimiser ces paramètres afin d'obtenir des résultats satisfaisants. Toutefois, le choix approprié du plan et l'optimisation optimale dépendent également de la mise en œuvre de l'expérimentation.

Dans cette recherche on a pu éliminer le méthyle violet (**MV2B**) par une technique simple et facile connue par l'**adsorption** en utilisant un adsorbant naturel, économique et ami à la nature qui est les **fibres de jute** alcalinisés par une base forte ensuite, caractérisées par plusieurs techniques de caractérisation à savoir : **IR**, **DRX**, et la détermination de son point de la charge zéro **pH<sub>pcz</sub>**.

Dans cette étude, nous avons appliqué le plan de Factoriel Complet (**PFC**) à quatre facteurs **2<sup>4</sup>** pour optimiser les facteurs ayant une influence sur l'adsorption de MV2B sur les fibres de **jute** traitées. Les prédicteurs choisis sont : la **concentration de MV2B** (20-300 mg/l), la **masse de jute** (1-2 g), le **pH de la solution** (3-7) et le **temps de contact** (5-30 min). Tous ces facteurs et leurs interactions ont un effet principal sur la réponse désirée, Ils sont considérés statistiquement significatifs, à l'exception de la dose d'adsorbant.

La modélisation et l'optimisation par cette méthodologie ont été effectuées à l'aide d'un logiciel **MINITAB 18** qui nous a apporté une grande facilité à non seulement de calculer les coefficients du modèle de la régression mais également à effectuer tous les calculs statistiques permettant d'évaluer la qualité du modèle mathématique ( $R^2$ ,  $R_{aju}^2$ , la valeur de P, valeur de F...etc.), Il nous a permis aussi d'effectuer des analyses de variance (ANOVA) , de tracer les courbes de réponses, de construire les surfaces de réponse et d'optimiser les conditions opératoires pour avoir le rendement d'élimination le plus élevé.

Le diagramme de Pareto, nous a permis de sélectionner les deux facteurs les plus influents sur le procédé étudié et qui sont statistiquement significatifs à savoir le pH de la solution et la concentration initiale en adsorbat. Les autres paramètres sont moins efficaces à propos de leur signification des effets.

Les résultats obtenus par ce plan ont donné un rendement de **98.9713 %**, avec une désirabilité de **D = 1** est obtenue pour les conditions optimales qui sont : la concentration initiale en MV2B de 300 mg/l, la masse du *jute* de 1g, le temps de 30 min, et le pH 3.

La validation du plan est expliquée par le tracé des valeurs théoriques de la réponse (**le rendement R%**) en fonction des valeurs expérimentales assure la bonne régression par le coefficient de corrélation ( $R^2 = 98,88\%$ ) et par le coefficient de détermination ajustée ( $R_{aju}^2 = 97,83\%$ ) ce qui veut dire que le modèle amélioré statistiquement a bien décrit nos résultats expérimentaux.

On a également réalisé un test de confirmation où nous avons trouvé une valeur de rendement égale à 97,9%, cette dernière se situe dans une fourchette d'erreur de  $\pm 1,06\%$ , considérée comme acceptable.

Un mécanisme réactionnel a été proposé, il semble probablement que l'adsorption est chimique,

Dans le cadre de cette étude, nous envisageons plusieurs perspectives pour améliorer l'adsorption des colorants textiles :

- Premièrement, l'utilisation d'un mélange d'adsorbants naturels lignocellulosiques tels que *luffa cylindrica* et *le sisal*.
- Le traitement des effluents industriels, en particulier ceux des industries textiles, est essentiel pour évaluer la performance des adsorbants dans des conditions réelles et variées.
- Un changement de la méthode d'optimisation est proposé, impliquant la substitution du plan factoriel complet par un plan centré par exemple ou d'autres plans expérimentaux, afin d'identifier plus efficacement les paramètres influents et d'optimiser les conditions d'adsorption pour obtenir un rendement maximal.
- En complément des approches pratiques, l'adaptation d'une méthodologie de simulation, telle que la théorie de la fonctionnelle de la densité (DFT), permettra d'approfondir la compréhension des mécanismes d'adsorption à l'échelle moléculaire.



## Références Bibliographiques.

- [1] E.O.Aluyor, O.A.Badmus, COD removal from industrial wastewater using activated carbon prepared from animal horns. *African Journal of Biotechnology*. 7.21, 3887, (2008).
- [2] R.Kant, Textile dyeing industry an environmental hazard, *Nat, Sci*, 4, pp 22-26, (2012).
- [3] O.Bouras, Thèse de doctorat, Ecole Doctorale Sciences Technologie et Santé, Faculté des Sciences et Techniques, Université de Limoge, (2003).
- [4] G.Mimanne, K.Benhabib, A.Benghalem, S.Taleb, Etude de l'Adsorption des Métaux Lourds (Pb et Cd) en Solution Aqueuse sur Charbon Actif et Montmorillonite Sodée de l'Ouest Algérien. *J. Mater. Environ. Sci.* 5, pp 1298-1307, (2014).
- [5] H.Ben Mansour, O.Boughzala, D.Dridi, D.Barillier, L.Chekir-Ghedira, R.Mosrati, Les colorants textiles sources de contamination de l'eau : CRIBLAGE de la toxicité et des méthodes de traitement. *Journal of Water Science*, 24, 209-238, (2011).
- [6] K.Golka, S.Kopps, Z.W.Myslak, Carcinogenicity of azo colorants: influence of solubility and bioavailability. *Toxicology Letters*, 151, 203-210. *Water Research*. 28, pp 1051-1057, (2004).
- [7] S.Hammami, Étude de dégradation des colorants de textile par les procédés d'oxydation avancée. Application à la dépollution des rejets industriels. Thèse de Doctorat de l'Université Paris-Est et Tunis El Manar, (2008).
- [8] P.V.Thitame, S.R.Shukla, Adsorptive removal of reactive dyes from aqueous solution using activated carbon synthesized from waste biomass materials. *Int. J. Environ. Sci. Technol.* 13, pp 561-570, 2016.
- [9] U.Pagga, K.Taegar, Development of a method for adsorption of dyestuffs on activated sludge. *Water Research* .28 , pp 1051-1057, (1994).
- [10] M.C.Ncibi, B.Mahjoub, M.Seffen, Adsorption de colorant métallifère par les fibres de *Posidonia oceanica*. (Use of *posidonia oceanica* fibers in textile dye). *Journal of Environmental Engineering and Science*, 7, pp645-650, (2008).
- [11] D.W.Green, M.Z.Southard, *Perry's chemical engineers' handbook*, McGraw-Hill Education, (2019).
- [12] R.Desjardins, *Le traitement des eaux*, 2eme édition revue, (1990).
- [13] M.Arias, M.T.Barral, J.C Mejuto, *Chemosphere*, (2002).
- [14] A.Chabot-Tremblay, Réfrigération par adsorption : étude de la concentration optimale d'un composite de chlorure de calcium et de zéolite 13x pour le transport de vaccins, Mémoire de Maitrise, Université de Sherbrooke-Québec-, (2022).
- [15] A.O.Sanchez, Propriétés d'adsorption de différents substrats microporeux appliqués à la séparation de gaz : caractérisation, modélisation et méthodologie sélection, Thèse de Doctorat, Université de Pau et des pays de l'Adour, (2019).
- [16] G.Crini, E.Lichtfouse, L.D.Wilson, N.Morin-crini, *Green adsorbents for pollutant removal*, In Springer eBooks, (2018).
- [17] [www.agua-de-sol.com](http://www.agua-de-sol.com) consulté le 08/11/2023.
- [18] [www.futura-sciences.com](http://www.futura-sciences.com) consulté le 08/11/2023.

- [19] M.H Rachidi, Etude de l'adsorption de l'Octaéthylporphyrine de Nickel sur les apatites phosphocalciques, Mémoire de CEA, (1994).
- [20] S.Bertrand, Développement de la bio-adsorption pour décontaminer des effluents de rejets industriels : abattement chimique et gain environnemental, Ecologie, Environnement, Thèse de doctorat, Université de Franche-Comté, pp 116, (2011).
- [21] M.Faiza, Etude qualitative et quantitative de l'adsorption d'un colorant organique, Département des Sciences de la Matière, Université Med Khider Biskra, pp 10, (2014).
- [22] B.M Zenasni, Caractérisation et valorisation d'un gisement d'argile kaolinique de la région de Bechar : Application à la dépollution des eaux, Thèse de doctorat de l'université Djilali Liabes de Sidi Bel Abbes, Algérie, (2014).
- [23] F.M.Elham, Removal of organic compounds from water by adsorption and photocatalytic oxidation, Thèse de doctorat de l'université de Toulouse, pp 6, (2011).
- [24] M.Mekaoui, Etude de l'adsorption de la persistance et de la photo de gradation du (TBM) dans le sol et l'eau, (2001).
- [25] N.Bouchloukh, I.Bouziane, A.A. Serradj, Elimination du tramadol par adsorption sur le charbon actif en solution aqueuse : application de l'isotherme de Redlich Peterson, ENSET, Skikda, (2017).
- [26] N.Zerazhi, Phénomène d'adsorption : Etude cinétique, thermodynamique et isothermes à deux et à trois paramètres, ENSET, Skikda, (2017).
- [27] R.M.Barrer, Zeolites and clay minerals as sorbents and molecular sieves, Academic press, (1978).
- [28] Suffet, H.Irwin, Activated carbon adsorption of organics from the aqueous phase, (1980).
- [29] C.Moreno-Castilla, Adsorption of organic molecules from aqueous solutions on carbon materials, Carbon 42.1, pp 83-94, (2004).
- [30] M.I. Monarrez, Rétention de pesticides dans les sols des dispositifs tampon, enherbés et boisés rôle des matières organiques, Thèse doctorat, institue agronomique Paris- Grignon, (2004).
- [31] L.Robert, F.Dardel, Adsorption J 2730, Traité Génie des procédés, (1988).
- [32] H.Demir, A.Top, D.Balkose, S.Ülkü, Dye adsorption behavior of Luffa cylindrica fibers, Journal of Hazardous Materials, (2008).
- [33] N.Bouchloukh, A.Serradj and I.Bouziane, Elimination du Tramadol par Adsorption sur le Charbon Actif en Solution Aqueuse : Application de l'Isotherme de Redlich Peterson, ENSET- SKIKDA, (2017).
- [34] A.ZENNAKI, Préparation de composites argiles/polymère, Application à l'adsorption des colorants, Mémoire de Master, Université Tlemcen, (1985).
- [35] A.K.Degba, M.Koriko, S.Tchegueni, E.Aziable, I.Tchakala, M.Hafidi, M.El Meray, G.Tchangbedji, Biosorption of methylene blue solution : Comparative study of the cactus (*Opuntia ficusindica*) of Lmé (CL) and Marrakech (CM), J Mater Environ Sci, (2016).
- [36] [www.culturesciences.chimie.ens.fr](http://www.culturesciences.chimie.ens.fr) consulté le 14/11/2023.
- [37] [www.inrs.fr](http://www.inrs.fr) consulté le 14/11/2023.
- [38] [www.e-biblio.univ-mosta.dz](http://www.e-biblio.univ-mosta.dz) consulté le 14/11/2023.

- [39] F.AL MARDINI, Etude de l'adsorption du pesticide Bromacil sur charbon actif en poudre en milieu aqueux effet compétiteur des matières organiques naturelles, école supérieure d'ingénieurs de Poitiers, (2008).
- [40] J.F.LEPAGE, catalyse de contact-conception, préparation et mise en œuvre des catalyseurs industriels, Edition technique, (1978).
- [41] N.Benson, Encyclopedia of Global Warming and Climate Change, ThousandOaks, Thèse de doctorat, Ed.S.Philander, 3, (2008).
- [42] P.Cunningham William, Environmental Encyclopedia, Vol 2, 3rd ed Farmington Hills, MI: Gale, 2, p: 1480-1482, (2003).
- [43] N.OUBAGHA, Décontamination des eaux contenant les colorants textiles et les adjuvants par des matériaux naturels et synthétiques, Mémoire magister, (2011).
- [44] F.CHOUAT, M.LABOUBI, Etude de l'adsorption du bleu méthylène par charbon actif, Mémoire de Master, Université Mohamed Khaider-Biskra, Juin 2013.
- [45] F.Zahra Saidi, Elimination du Bleu de Méthylène par des Procédés d'Oxydation Avancée, Université Abou Bakr Belkaid – Tlemcen, (2013).
- [46] T.Hassen, Etude de la dégradabilité et de la toxicité des colorants par ozonation et photocatalyse, Thèse de doctorat de l'université de Monastir, Tunisie, (2014).
- [47] E.Zawlotzki Guivarch, Traitement des polluants organiques en milieu aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée, électro-fenton, application à la minéralisation des colorants synthétiques, thèse de Doctorat, Université de Marne- La- Vallée, (2004).
- [48] S.GUETTARI, K.BENKHATOU, Elimination D'un Mélange De Colorants Par Les procédés D'oxydation Avancée, Mémoire De Master, Université des Sciences et de la technologie D'Oran-Mohamed Boudiaf-, (2013/2014).
- [49] M.SALLEH. K.MAHMOUD, W.A.KARIM, A.IDRIS, Cationic and anionic dye adsorption by agricultural solid wastes: a comprehensive review, Desalination, Vol 280, (2011).
- [50] O.Baghriche, Contribution de méthodes destructives (Photolyse et P.O.A's) et non destructives à l'élimination de deux colorants (Bleu de méthylène et rouge Congo) en solution aqueuse, mémoire pour l'obtention du diplôme de magistère, université Mentouri Constantine, (2005).
- [51] C.Galindo, P.Jacques, A.J.Kalt, Photochem, Photochem, A.Chem, 141, pp 47-56 ; (2001).
- [52] A.Benomara, Elimination sonochimique du Méthyl Violet 2B Couplage avec la photolyse et la photocatalyse, Thèse Doctorat, UNIVERSITE ABOU-BEKR BELKAID – TLEMEN, (2019).
- [53] A.BOULAL, M.BOUACHEMA, Etude cinétique de la dégradation d'un colorant par oxydation Mémoire de Master, Université des sciences et de la technologie d'Oran Mohamed Boua (2013/2014).
- [54] K.T.Chung, C.E.Cerniglia, Mutagenicity of azo dyes: structure-activity relationships, Mutation Research/Reviews in Genetic Toxicology, 277.3, pp 201-220, (1992).
- [55] B.Gouarir, Elimination d'un colorant par adsorption sur support solide et par procédés photochimiques en milieu aqueux, mémoire de magister, université Constantine, pp 8.
- [56] C.Djelloul, experimentation, modelisation et optimisation de l'adsorption des effluents textiles, Université Mohamed Khiderde Biskra, (2014).

- [57] K.Venkataraman, The analytical chemistry of synthetic dyes, National Chemistry Laboratory, Poona, India ISBN 0-471-90575-5, (1901).
- [58] E.Guivarch, Traitement des polluants organiques en milieux aqueux par procédé électrochimique d'oxydation avancée" Electro-Fenton", application à la minéralisation des colorants synthétiques, Diss, Marne-la-Vallée, (2004).
- [59] A.REFFAS, Etude de l'adsorption de colorants organique (rouge nylosan et bleu de méthylène) sur des charbons actifs préparés à partir du marc de café, Thèse de Doctorat, Université MentouriConstantine-, (2010).
- [60] I.Gulkaya, G.A.Surucu, F.B.Dilek, Importance of H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>/ Fe<sup>2+</sup> ratio in Fenton's treatment of a carpet dyeing wastewater, J. Hazardous Materials, 136, pp 763-769, (2006).
- [61] S.E.Manahan, Environmental chemistry, 6ème Ed, U.S.A, Lewis publisher, (1994).
- [62] U.Pagga, D.Brown, The degradation of dyestuffs part II: behaviour of dyestuffs in aerobic biodegradation tests, Chemosphere, 15, 4, pp 479-491, (1986).
- [63] R.Ganesh, Fate of azodye insludges. Th: Chim. Virginia Polytechnic Institute and State University, pp 193, (1992).
- [64] A.M.Brown, S.C.Devito, Critical review in Environ, Sc.Techn, 12(3), pp 405- 414, (1993).
- [65] S.J.Culp, A.BelandF, R.H.Heflich, Mutation research (506/507), pp 55-63, (2002).
- [66] Santé Canada, Chloration de l'eau, votre santé et vous, (1999).
- [67] Santé Canada, Sous-produits de désinfection (SPCD), Groupe de travail sur les SPCD, (1999).
- [68] C.Mills, R.J.Bull, K.P.Cantor, rapport d'un groupe d'experts, Maladie chronique au Canada, 19, pp 3, (1998).
- [69] K.HUNGER, Industrialo dyes: chymistrial, proprieties, applications, Edition: Wileyvc, Book, 43, (2003).
- [70] T.Norseth, The carcinogenicity of chromium, Environmental health perspectives 40, pp 121-130, (1981).
- [71] [www.thegoodgoods.fr](http://www.thegoodgoods.fr) consulté le 20/01/2024.
- [72] [www.testertextile.com](http://www.testertextile.com) consulté le 20/01/2024.
- [73] [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com) consulté le 14/03/2024.
- [74] B.C.Krishi Viswavidyalaya, Anatomical and morphological characteristics of nine jute genotypes, Crop and Weed, pp 334-339 (2014).
- [75] [www.textilestudycenter.com](http://www.textilestudycenter.com) consulté le 15/03/2024.
- [76] M.Khairud Dahri, M.Raziq RahimiKooh, L.B.L.Lim, Adsorption of Toxic Methyl Violet 2B Dye from Aqueous Solution Using Artocarpus heterophyllus (Jackfruit) Seed as an Adsorbent, American Chemical Science Journal 15 (2), pp 1-12, (2016).
- [77] E.Horakova, V.Vyskocil, J.Barek, Interaction study of methyl violet 2B with DNA and voltammetric determination of DNA in aqueous solutions, Monatsheftefür Chemie - Chemical Monthly 147.1, pp 119–126, (2016). Plans

- [78] Boudjeniba, Bouzaouit, Etude par simulations numériques de la réactivité dans la réaction d'acylation enzymatique de substrats osidiques, Université badji mokhtar, Annaba, (2012).
- [79] Benoit-Cervantes, La boîte à outils de l'innovation (Dunod, Ed), (2008).
- [80] F. Boudissa, Influence des radiations micro-onde sur l'extraction de l'huile de grignon d'olive imprégné de margine, Thèse de magister, chimie de l'environnement. Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, (2011).
- [81] J. Goupy, Modélisation par les plans d'expériences, (Techniques de L'ingénieur, Ed.), (2000).
- [82] Cours et énoncés d'exercices Claude HOINARD, Faculté des Sciences Pharmaceutiques de Tours, (Mai 2009).
- [83] J. Goupy, Plans d'expériences, Techniques de l'ingénieur. Traité Analyse Chimique et Caractérisation, (1992).
- [84] M. Ajhoub, Traitement d'une eau polluée : modélisation par plan d'expériences, Mémoire de Master, Université Abdelhamid Ibn Badis – Mostaganem, (2018).
- [85] G. Sado, M. C. Sado, Les plans d'expériences : de l'expérimentation à l'assurance qualité, Afnor (2000).
- [86] N. Hamaidi Née Maouche, Modélisation Optimisation du Procédé d'adsorption du Phénol dans un Réacteur Batch par les Plans D'expériences. Thèse de Doctorat en Sciences, (2012)
- [87] «Handbook, Engineering Statistics» process improvement, [En ligne]. Available: <http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/pri.htm>.
- [88] J. Goupy, LES PLANS D'EXPERIENCES, Revue MODULAD, (2006).
- [89] R. Ghanem, D. Higdon, H. Owhadi, Handbook of Uncertainty Quantification, Springer International Publishing, Switzerland (2017).
- [90] Salmi, Belabbes, Analyse et prédiction de la tension de claquage d'un système d'électrodes à champ non uniforme polluée sous Minitab [Mémoire de Master, Université de Msila Msila], (2022).
- [91] R. Linder, Les plans d'expériences : un outil indispensable à l'expérimentateur (Presses des Ponts, Ed.) (2005).
- [92] F. Arkam, N. Kalem, Modélisation Du Procédé D'adsorption De La Tétracycline Et De L'amoxicilline Par Le Charbon Actif Via Les Plans D'expériences, Mémoire de Master, Université Akli Mohand Oulhadj – Bouira, (2018).
- [93] J. Goupy, Introduction aux Plans d'expériences, Dunod, (2001).
- [94] J. Goupy, Etude comparative de divers plans d'expériences, Revue statistiques appliquées, (1990).
- [95] J. Goupy, LES PLANS D'EXPERIENCES, Revue MODULAD, (2006).
- [96] S. Fares, M. Oumesaad, Modélisation de conception de mélange Pour évaluer l'effet de la nature de sable sur les propriétés physico mécanique de béton, Mémoire de de Master, Université Ziane Achour - Djelfa, p9-11, (2017).
- [97] M. Fadil, A. Farah, B. Ihssane, T. Haloui, S. Rachiq. Application de plan de Plackett Et Burman dans le criblage des paramètres agissants sur le processus d'hydrodistillation de Thym du Maroc (Thymus vulgaris), International Journal of Innovation and Applied Studies, 6.3, pp530-540, (2014).

- [98] F.RAIS, A.KAMOUN, M.CHAABOUNI, M.CLAEYS-BRUNO, R.P.T. LUU, M. SERGENT. Étude par plans d'expériences de la robustesse d'un procédé de préparation de sulfateamide des acides gras de l'huile de grignons d'olives. *Journal de la Société Chimique de Tunisie*, 13, pp191-202, (2011).
- [99] C. J.A, *Experiment with Mixture*. John Wiley and Sons, New -York, (1981).
- [100] A.Adjal, S.Lamari, Modélisation par les plans d'expériences du procédé D'oxydation électrochimique du phénol sur une électrode à base de films MnO<sub>2</sub>, Mémoire de Master, Université Abderrahmane Mira- Bejaïa], (2021).
- [101] P.Dagnelie, *Principes d'expérimentation. Planification des expériences et analyse de leurs résultats*. Ed les presses agronomiques de Gembloux, A.S.B.L, chap2, pp 40, (2003).
- [102] K.Kimouche, *Etude de quelques plans d'expériences associées aux surfaces de réponse*. Mémoire de magister, université de Constantine, (2008)
- [103] S.L.C.Ferreira , R.E.Bruns , H.S.Ferreira , G.D.Matos , J.M. David , G.C. Brandao , E.G.P. da Silva, L.A. Portugal , P.S. Dos Reis , A.S. Souza , W.N.L. Dos Santos, Box-Behnken design, An alternative for the optimization of analytical methods. *Analytica Chimica Acta*, 597, pp 179–186, (2007).
- [104] B. G. a. B. D. W, Some new three level designs for the study of quantitative variables, *Technometrics*, pp 455 – 475, (1960).
- [105] J. Goupy, *Plans d'expériences, Techniques de l'Ingénieur, Analyse et Caractérisation*, (1998).
- [106] J.Goupy, *Plans d'expériences, (Techniques de L'ingénieur, Ed.)*, (2020).
- [107] L.Makhloof, S.Touazi, Modélisation par plans d'expériences d'un réacteur agité ouvert : Application à la cémentation du cuivre sur poudre de zinc, Mémoire de Master, Université de Bejaïa – Bejaïa, (2011).
- [108] K.Benzaoui, *Elaboration et caractérisation de matériaux poreux à base d'argile modifiée. Application à la rétention de polluants*. [Mémoire de Master, Université Mustapha Stambouli Mascara- Mascara], (2018).
- [109] R.N.Thakur, S.K.Gupta, A.Sinha, S.Chawla, S.S.Vadavadagi, A Durability Study of Jute Geotextile Treated with Bitumen Emulsion, *Journal of Natural Fibers*, DOI: 10.1080/15440478.2019.1623749, (2019).
- [110] M.FARREH, S.GUEZANE-LAKOUD, H.BENDJEFFA et all, Full factorial optimization of  $\alpha$ -aminophosphonates synthesis using diphenylphosphinic acid as efficient Organocatalyst, Reaction kinetics, mechanisms and catalysis, DOI: 10.1007/s11144-022-02329-0, pp.165-183, (2023).
- [111] N.KRELIL, A.LAKHAL, Adsorption du violet de méthyle par les coques d'amandes, mémoire de fin d'études de master académique, Abdel Hamid Ibn Badis Université – Mostaganem, (2021).
- [112] I.Lansari, *Elimination des colorants textiles par des sorbants naturels*, Thèses doctorat, université abou-bekr belkaid – tlemcen, (2021).
- [113] A.Aloui, *Biosorption de produits pharmaceutiques par les Fibres de Luffa Cylindrica en milieu aqueux. Application de la forme linéaire de l'isotherme de Redlich- Peterson et optimisation par le plan factoriel complet*. Thèse doctorat, Université Frères Mentouri – Constantine 1, (2021).
- [114] F.B.Mezioud, *Adsorption de différents colorants sur différents types de biomasses*, Ecole nationale polytechnique, (2017).
- [115] F.A.Batzias, D.K.Sidiras, Dye adsorption by prehydrolysed beech sawdust in batch and fixed bed systems, *Bioresource Technology* 98.6, pp 1208-1217, (2007).

- [116] V.Ponnusami, V.Krithika, R.Madhuram, S.N.Srivastava, Biosorption de réactif colorant utilisant de la balle de riz traitée à l'acide : analyse de conception factorielle. *J. Hazard. Mater.* 142, pp 397– 403, (2007).
- [117] D.C.Montgomery, *Design and Analysis of Experiments*, 8th edition. John Wiley and Sons New York, (2012).
- [118] M.E.R.Carmona, M.A.P. Da Silva, S.G.F. Leite, Biosorption of chromium using factorial experimental design. *Process Biochem*, 40.2, 779-788, (2005).
- [119] D.Bingölun, N.Tekinun, M.Alcanb, Adsorption du colorant jaune brillant sur la sépiolite à l'aide d'un plan factoriel complet. *Science appliquée de l'argile*, 50, 315-321, (2010).
- [120] N.B.Bouzaouit, Etude par simulations numériques de la réactivité dans la réaction d'acylation enzymatique de substrats osidiques, Annaba : Université Badji Mokhtar, Faculté des Sciences Exacte, Département de Chimie, (2012).
- [121] V.Javanbakht, S.M.Ghoreishi, Application of response surface methodology for optimization of lead removal from an aqueous solution by a novel super-paramagnetic nano-composite. *Adsorption Science & Technology*, (2017).
- [122] M.Roosta, M.Ghaedi, A.Daneshfar, R.Sahraei, A.Asghari. Optimization of the ultrasonic assisted removal of methylene blue by gold nanoparticles loaded on activated carbon using experimental design methodology, *Ultrasonics Sonochemistry*, (2014).

