

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR  
ET DE LA RECHERSCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE CONSTANTINE 3**



**FACULTE DE GENIE DES PROCÉDES  
DEPARTEMENT DE GENIE PHARMACEUTIQUE**

N° d'ordre:...

Série :... ..

**Mémoire de Master**

Filière : Génie des procédés

Spécialité : Génie pharmaceutique

**Etude Expérimentale de la Rétention d'un Colorant à Usage  
Pharmaceutique. Application « Rose Bengale »**

Dirigé par:

**Dr S. LAROUS**

**Grade : MCA**

Présenté par :

**Dounia BARKAT**

**Ilhem LAIMECHE**

Année Universitaire 2021/2022.

Session : (juin)

# Sommaire

## SOMMAIRE

Liste des figures .....	
Liste des tableaux .....	
Liste des abréviations .....	
Introduction générale .....	1
<b>CHAPITRE I : Etude bibliographique</b>	
I.1 Introduction.....	3
I.2 Les colorants .....	3
1.2.1 Définition et structure.....	3
I.2.2 Classification des colorants .....	4
I.2.2.1 Classification chimique .....	4
I.2.2.2 Classification tinctoriale .....	5
I.2.3 Rose Bengale.....	6
I.2.4 Toxicité des colorants .....	7
I.3 Généralités sur l'adsorption .....	8
I.3.1 Définition .....	8
I.3.2 Types d'adsorption .....	8
I.3.2.1 Adsorption physique .....	8
I.3.2.2 Adsorption chimique.....	8
I.3.3 Mécanisme de l'adsorption .....	9
I.3.4 Facteurs influençant l'adsorption .....	10
I.3.4.1 Surface spécifique .....	10

## Sommaire

I.3.4.2 Nature de l'adsorbat.....	10
I.3.4.3 Nature de l'adsorbant .....	10
I.3.4.4 pH de la solution .....	10
I.3.4.5 Température .....	10
I.3.5 Capacité d'adsorption .....	10
I.3.6 Cinétique d'adsorption .....	11
I.3.6.1 Modèle cinétique du pseudo premier ordre (Lagergren) .....	11
I.3.6.2 Modèle cinétique du pseudo second ordre .....	11
I.3.6.3 Modèle de diffusion intraparticulaire .....	12
I.3.7 Isothermes d'adsorption .....	12
I.3.7.1 Classification des isothermes d'adsorption .....	12
I.3.7.2 Modèles d'isothermes .....	13
a. Modèle de Langmuir .....	14
b. Modèle de Freundlich .....	14
c. Modèle de Dubinin-Radushkevich (D-R) .....	15
d. Modèle de Temkin .....	16
e. Modèle de Brunauer, Emmett, Teller (BET ) .....	16

## CHAPITRE II : Procédures expérimentales

II.1 Introduction .....	18
II.2 Matériaux et réactifs.....	18
II.2.1 Matériaux : Support .....	18
II.2.2 Préparation de l'adsorbant .....	19
II.2.2.1 Prétraitement des coquilles d'œufs.....	19
II.2.2.2 Activation chimique des coquilles d'œufs .....	19
II.2.2.3 Calcination .....	19

## Sommaire

II.2.3 Réactifs .....	21
II.3 Caractérisation du matériau .....	21
II.3.1 Détermination de la Surface spécifique (par la méthode de bleu de méthylène) .....	21
I.3.2 Détermination du pH point de charge zéro ( $\text{pH}_{\text{pzc}}$ ) .....	23
II.3.3 Analyse des fonctions de surface par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	23
II.4 Procédure expérimentale suivie lors de l'adsorption du RB.....	24
II.5 Méthode d'analyse.....	24
II.5.1 Spectrophotomètre UV-VISIBLE .....	24
II.5.2 Loi de Beer Lambert.....	24
<b>CHAPITRE III : Résultats et discussion</b>	
III.1.Introduction.....	27
III.2 Résultats de la caractérisation du matériau .....	27
III.2.1 Détermination de la Surface spécifique (par la méthode de bleu de méthylène)	27
III.2.2 Détermination du pH point de charge zéro ( $\text{pH}_{\text{pzc}}$ ) .....	28
III.2.3 Analyse des fonctions de surface par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (IRTF).....	28
III.3 Effet des paramètres physico-chimiques .....	30
III.3.1 Effet du temps de contact .....	31
III.3.2 Effet du rapport solide/liquide.....	32
III.3.3 Effet de la concentration initiale .....	32
III.3.4 Effet du pH .....	33
III.3.5 Effet de la température .....	34
III.3.6 Etude cinétique.....	35
III.3.6.1 Modèle cinétique du pseudo premier ordre.....	36

## Sommaire

<b>III.3.6.2</b>	<b>Modèle cinétique du pseudo deuxième ordre .....</b>	<b>36</b>
<b>III.3.6.3</b>	<b>Modèle de la diffusion intra-particulaire .....</b>	<b>37</b>
<b>III.3.7</b>	<b>Isothermes d'adsorption .....</b>	<b>39</b>
<b>III.3.7.1</b>	<b>Type d'isotherme .....</b>	<b>39</b>
<b>III.3.7.2</b>	<b>Modèles isothermes .....</b>	<b>40</b>
<b>a.</b>	<b>Isotherme de Freundlich .....</b>	<b>40</b>
<b>b.</b>	<b>Isotherme de Dubinin-Radushkevich (D-R) .....</b>	<b>41</b>
<b>c.</b>	<b>Isotherme de Temkin .....</b>	<b>42</b>
<b>d.</b>	<b>Isotherme de BET .....</b>	<b>42</b>
	<b>Conclusion Générale .....</b>	<b>44</b>
	<b>Référence bibliographiques.....</b>	<b>46</b>

## Résumé

L'adsorption est une technique prometteuse due à la facilité d'emploi et au faible coût comparée à d'autres applications dans le processus de traitement des composés biorécalcitrants tels que les colorants acides, particulièrement si l'adsorbant est peu coûteux et aisément disponible. Dans cette étude, nous nous sommes proposés d'appliquer le procédé d'adsorption sur un matériau naturel d'un colorant anionique, à savoir le Rose Bengale. Le matériau adsorbant choisi est un produit agroalimentaire, les coquilles d'œufs. La première étape consistait à préparer et à déterminer les caractéristiques physicochimiques du matériau. Les essais d'adsorption en mode batch nous ont permis de constater que la capacité d'adsorption est influencée par divers paramètres liés au milieu et à l'adsorbant, tels que : le temps de contact, la température, la concentration initiale en colorant, le pH et le rapport solide/liquide. Les résultats ont montré que la rétention du RB est très rapide où l'équilibre est atteint au bout 10 minutes. La cinétique est bien adaptée au modèle du pseudo deuxième ordre qui est contrôlée par une diffusion intraparticulaire mais qui n'est le seul mécanisme réactionnel qui régit l'adsorption du RB. L'isotherme d'adsorption a été aussi examinée, elle est du type S selon la classification de Gilles et elle est mieux décrite par le modèle de Dubinin-Raduskevich.

**Mots clés :** Coquilles d'œufs, Rétention, Rose Bengale, Adsorption, Isotherme, Cinétique.

## Abstract

Adsorption is a promising technique due to ease of use and low cost compared to other applications in the process of treating biorecalcitrant compounds such as acid dyes, especially if the adsorbent is inexpensive and easily available. In this study, we proposed to apply the adsorption process on a natural material of an anionic dye, namely Rose Bengal. The adsorbent material chosen is an agri-food product, eggshells. The first step was to prepare and determine the physicochemical characteristics of the material. The adsorption tests were conducted in batch mode; It was found that the adsorption capacity is influenced by various parameters related to the system adsorbate/ adsorbent, such as: contact time, temperature, initial dye concentration, pH and solid/liquid ratio. The results showed that the retention of RB is very fast where equilibrium is reached after 10 minutes. The kinetics is well suited to the pseudo second order model which is controlled by intraparticle diffusion but is not the only limiting step that governs the adsorption of RB. The adsorption isotherm was also examined, it is type S according to the Gilles classification and it is best described by the Dubinin-Raduskevich model.

**Keywords:** Eggshells, Retention, Rose Bengal, Adsorption, Isotherm, Kinetics.

## ملخص

يعد الادمصاص تقنية واعدة نظراً لسهولة الاستخدام وقلة التكلفة مقارنة بالطرق الأخرى في عملية معالجة المركبات العضوية المقاومة مثل الملونات الحمضية، خاصة إذا كانت المادة المستخدمة في الادمصاص غير مكلفة ومتوفرة بسهولة. في هذه الدراسة، اقترحنا تطبيق عملية الادمصاص على مادة طبيعية لملون أنيوني، وهو روز البنغال. المادة المدمصصة التي تم اختيارها هي منتج غذائي زراعي، قشر البيض. المرحلة الأولى تتطلب تحضير وتحديد الخصائص الفيزيائية والكيميائية للمواد. سمحت لنا اختبارات الادمصاص في معاميل مغلق بملاحظة أن قدرة الادمصاص تتأثر بالعديد من العوامل المتعلقة بالوسط والمادة المدمصصة مثل: وقت التلامس، درجة الحرارة، تركيز الأولي للملون، درجة الحموضة والنسبة الصلبة / السائلة. أظهرت النتائج أن الاحتفاظ بالروز بنغال سريع جداً حيث يتم الوصول إلى التوازن بعد 10 دقائق. الحركية مناسبة تماماً لنموذج الدرجة الثانية المحدد عن طريق الانتشار داخل الجسيمات ولكنها ليست آلية التفاعل الوحيدة التي تحكم ادمصاص الروز بنغال. تم فحص ايزوترام الادمصاص أيضاً وهو من النوع S وفقاً لتصنيف Gilles وأفضل وصف له هو نموذج Dubinin-Raduskevich.

**الكلمات المفتاحية :** قشر البيض، الاحتفاظ، روز البنغال، الادمصاص، ايزوترام، الخواص الحركية