

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTRE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE
SCIENTIFIQUE**

UNIVERSITE CONSTANTINE 3 SALAH BOUBNIDER



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

N° d'ordre:.....
Série:.....

Mémoire de Master

Filière : Génie des procédés

Spécialité: Génie pharmaceutique

**APPLICATION DE LA METHODE DES SURFACES DE
REPONSE POUR L'OPTIMISATION DE LA METHODE DE
REGENERATION D'UN DECHET PROVENANT D'UNE
RAFFINERIE D'HUILE ALIMENTAIRE**

Dirigé par :

Dr. Chafika MEZITI

Grade : Maitre de conférences classe B

Présenté par :

ATTRAOUI Boutheina

BOUCHAIR Nihed

HABCHI Ines

Année Universitaire: 2022/2023

Session : Juin

TABLE DES MATIERES

Liste des figures	I
Liste des tableaux	III
Liste des Abréviations	IV
INTRODUCTION GENERALE	1

CHAPITRE I

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Régénération et application d'un déchet provenant de la raffinerie d'huile alimentaire (terre décolorante usée)	3
I.1.1. Etape de décoloration des huiles alimentaires	3
I.1.2. Terre décolorante	4
I.1.3. Rejets des terres décolorantes usées et leur impact sur l'environnement	5
I.1.4. Régénération de la terre décolorante usée	6
I.1.5. Application de la terre décolorante usée régénérée comme adsorbant dans l'élimination des colorants en solution	7
I.1.5.1. Généralités sur le phénomène d'adsorption	8
I.1.5.2. Quelques travaux de la littérature relatifs à l'élimination des colorants par la terre décolorante usée régénérée (TDUR)	13
I.2. Méthode des plans d'expériences	14
I.2.1. Termes et concepts communs des plans d'expériences	14
I.2.1.1. Facteurs et réponses	14
I.2.1.2. Effet d'un facteur	15
I.2.1.3. Variables centrées réduites (variables codées)	16
I.2.1.4. Modélisation	16
I.2.2. Optimisation de la réponse par la méthodologie de la surface de réponse	17
I.2.3. Plan Box-Behnken	18

CHAPITRE II

MATERIELS ET METHODES

II.1. Matériel utilisé	19
II.2. Réactifs	19
II.3. Méthode de régénération de la terre décolorante usée	21
II.4. Modélisation et optimisation de la méthode de régénération par le plan de Box- Behnken	22
II.5. Détermination du pH point de charge zéro (pH_{PCZ}) du matériau préparé dans les conditions Optimales	23
II.6. Etude cinétique	24
II.6.1. Paramètres étudiés	24
II.6.1.1. Effet du pH de la solution	24
II.6.1.2. Effet du temps de contact et de la concentration initiale	24
II.6.1.3. Effet de la température du milieu	25
II.6.2. Courbe d'étalonnage	25
II.6.3. Calcul de la quantité adsorbée	25
II.6.4. Modélisation de la cinétique d'adsorption	26
II.7. Isotherme d'adsorption	26
II.8. Etude thermodynamique	27

CHAPITRE III

RESULTATS ET DISCUSSION

III.1. Processus d'optimisation	28
III.1.1. Analyse statistique	29
III.1.2. Analyse graphique	31
III.1.3. Optimisation des conditions de régénération de la TDU	33
III.2. Etude d'adsorption du bleu de méthylène par le matériau régénérée	34
III.2.1. Etude cinétique	34
III.2.1.1. Etude de l'influence de quelques paramètres sur l'adsorption du bleu de méthylène	34
III.2.1.2. Modélisation de la cinétique d'adsorption	38
III.2.2. Isotherme d'adsorption	43
III.2.2.1. Type d'isotherme d'adsorption	43
III.2.2.2. Modélisation des isothermes d'adsorption	43
III.2.3. Etude thermodynamique	47

CONCLUSION GENERALE

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

الملخص

تم تحضير مركب مكون من طين و كربون منشط انطلاقا من نفايات تربة التبييض المستعملة في تكرير زيت الطعام، عن طريق تفعيلها كيميائيا بواسطة كربونات البوتاسيوم متبوعا بالمعالجة الحرارية ثم تم اختبارها في القضاء على الأزرق الميثيلين بواسطة عملية الامتزاز. تم تحسين معلمات تجديد هذه النفايات باستخدام طريقة بوكس بانكن. الظروف المثلى لعملية التجديد هي كالآتي: كتلة كربونات البوتاسيوم/كتلة نفاية تربة التبييض تبلغ 1.28، درجة حرارة الفرن تبلغ 761.3 درجة مئوية و مدة المعالجة الحرارية تساوي 213.8 دقيقة، حيث حققت المادة المحسنة إزالة 100 % من الأزرق الميثيلي. أظهر تطبيق النموذج الحركي أن عملية امتزاز هذا الملون بواسطة المادة المحسنة تتبع حركية الدرجة الثانية. يوصف نموذج لانجموير ظاهرة الامتزاز التي تحكم هذه العملية. القدرة القصوى للمادة المحسنة لامتزاز ازرق الميثيلي تقدر ب 208.33 مغ/غ عند 25 درجة مئوية. أظهرت المعلمات الديناميكية الحرارية أن عملية امتزاز الازرق الميثيلي على المادة المجددة عبارة عن تحلل تلقائي وممتص للحرارة. كل هذه النتائج تشير إلى إمكانية استعمال المادة المجددة في امتزاز الأصباغ.

الكلمات المفتاحية : تربة التبييض المستعملة، المعالجة الحرارية، كربونات البوتاسيوم، الامتزاز، الأزرق الميثيلي، طريقة بوكس بانكن.

Résumé

Un composite de charbon actif et d'argile a été préparé à partir d'un déchet de terre décolorante usée provenant d'une raffinerie d'huile alimentaire, par imprégnation au K_2CO_3 suivie d'une carbonisation. L'efficacité d'adsorption et d'élimination du bleu de méthylène (BM) par le matériau préparé a été examinée. Le processus de régénération a été optimisé à l'aide d'un plan Box-Behnken. Les conditions optimales étaient un rapport d'imprégnation de K_2CO_3 de 1,28, une température de carbonisation de 761,3 °C et une durée de carbonisation de 213,8 min, dans lesquelles le matériau optimisé a permis d'éliminer 100 % de bleu de méthylène. Les modèles du pseudo-second ordre et de Langmuir correspondent le mieux à la cinétique d'adsorption et aux données expérimentales de l'isotherme. La capacité maximale d'adsorption monocouche du matériau optimisé était de 208,33 mg/g pour le BM, à 25 °C. Les paramètres thermodynamiques ont montré que le processus d'adsorption du BM sur le matériau régénéré est une physisorption spontanée et endothermique. Tous ces résultats indiquent l'application potentielle du composite de charbon actif et d'argile dans l'adsorption de colorants.

Mots clés : Terre décolorante usée, carbonisation K_2CO_3 , adsorption, bleu de méthylène, Plan Box - Behnken.

Abstract

A composite of activated carbon and clay was prepared from waste bleaching earth from an edible oil refinery, by impregnation with K_2CO_3 followed by carbonization. The adsorption and removal efficiency of methylene blue (BM) by the prepared material was examined. The regeneration process was optimized using a box-behnken design. Optimum conditions were of 1.28, a carbonization temperature of $761.3^\circ C$ and a carbonization time of 213.8 min., in which the optimized material removed 100% methylene blue. The pseudo-second-order and Langmuir models correspond best to the adsorption kinetics and experimental data of the isotherm. The maximum monolayer adsorption 208.33 mg/g for BM, at $25^\circ C$. The thermodynamic parameters showed that the adsorption of BM on the regenerated material is a spontaneous and endothermic physisorption of the activated carbon in dye adsorption.

Key words : spent bleaching earth, K_2CO_3 , carbonization, adsorption, methylene blue, plan box-behnken.