

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

UNIVERSITE LARBI BEN M'HIDI OUM EL BOUAGHI

FACULTE DES SCIENCES EXACTES ET SCIENCES

DE LA NATURE ET DE LA VIE

DEPARTEMENT SCIENCE DE LA MATIERE



N°d'ordre: M...../2020

MEMOIRE

Pour l'obtention du diplôme de master en chimie

Option : Chimie Analytique

# Etude de l'adsorption de dodecylamine sur le quartz

Présenté Par : - KachkouchWidad

-Tebib Iman

Sous la direction du : Pr. BouchemmaAhcene

Soutenu le :

Devant le jury de soutenance suivant :

Bouhenguel Mustapha	Pr	Université Larbi Ben M'hidi Oum Bouaghi
BouchemmaAhcene	Pr	Université Larbi Ben M'hidi Oum Bauaghi
Chebbah Mahmoud	MCB	Université Larbi Ben M'hidi Oum Bouaghi

2019/2020

# ***Remerciements***

*Un grand merci à Allahet à celui qui m'a aidée à réaliser ce travail*

*M<sup>r</sup> BOUCHEMMA AHCENE avec disponibilité son savoir-faire,*

*ses conseils, son guide, sa patience et tolérance et sa gentillesse, elle*

*m'a permis de réaliser cette mémoire dans les meilleures conditions.*

*Sa compétence, sa patience, son enthousiasme et l'attention*

*particulière avec laquelle elle a suivi et dirigé ce travail ont permis*

*son aboutissement à temps. J'ai acquis une méthodologie de*

*travail bien organisée afin de ne pas se tromper de chemine*

*Nous remercions*

# Dédicaces

*Avant toute chose je remercie ALLAH Tout Puissant de m'avoir donné le courage et la patience pour accomplir cet humble travail, fruit de mes années de dur labeur.*

*Je dédie ce modeste travail à :*

*A mon cher père qui surveillait mon confort et cherchait mon succès  
« merci papa je promets que je ne vous décevrai jamais »*

*La lumière qui me montre le chemin quand je me sens perdue, Ma très chère mère ; Puisse DIEU la garder.*

*\* Ma chère sœur chahra.*

*\* Mes chers frères : Mouhamed Amine et Abde El Raoufe qui m'ont toujours encouragé et qui étaient toujours présents pour moi.*

*\* Ma très chère grande mère Charifa Puisse DIEU la garder.*

*\* Toute ma famille, et mes amis surtout, Iman, Asma.*

*\* Tous ceux qui m'ont soutenue de près ou de loin.*

*\* « Soyons reconnaissants aux personnes qui nous donnent du bonheur*

*Elles sont les charmants jardiniers par qui nos âmes sont fleuries ».*

*Widad*

*J'ai le grand honneur de dédier ce modeste travail :*

*A ceux qui m'ont encouragée et soutenue  
Moralement et matériellement pendant les moments les plus difficiles  
et durant toute ma vie.*

*A mon très cher père et ma très chère mère qui m'ont donné la  
possibilité d'arriver là où je suis.*

*A mes très chers frères et ma très chère Sœur*

*A tous mes amis surtout Asma, Widad, Bouthaina, Kharwa*

*et à tous les étudiants «science de la matière chimie et physique*

*«2015-2020».*

*Iman*

# Sommaire

Introduction générale.....	1
<b>CHAPITRE I : PROCÉDE D'ADSORPTION ET LA FLOTTATION</b>	
I-A-l'adsorption .....	2
I-A-1- Introduction .....	2
I-A-2 -Définition .....	2
I-A-3 - Types d'adsorption .....	3
I-A-3-1- L'adsorption chimique .....	3
I-A-3-2- L'adsorption physique .....	3
I-A-4-Comment l'adsorption a-t-elle lieu ?.....	5
I-A-5-Cinétique d'adsorption .....	6
I-A-6- Facteurs influencent l'adsorption .....	6
I-A-6-1- Facteurs liés à l'adsorbant .....	6
I-A-6-2- Facteurs liés à l'adsorbat .....	6
I-A-6-3- factures liés aux conditions opératoires .....	7
I-A-7- Les adsorbants .....	7
I-A-7-1- Critères de choix d'adsorbants industriels .....	7
I-A-7-2 - Principaux types d'adsorbants .....	7
I-A-7-2-1-Définition .....	7
a) Charbon actif .....	8
b) La zéolithe .....	9
c) Le gel de silice .....	10
d) L'argile .....	10
e) Adsorbants à base de polymère .....	10
f) Les alumines activées.....	10
I-A-8- Isothermes d'adsorption.....	11
I-A-9 -Classification des isothermes d'adsorption .....	11
I-A-10- Modèles d'isothermes .....	12
I-A-10-1 Modèle de Langmuir.....	12
I-A-10-2 Modèle de Freundlich .....	13
I-A-11 Avantages et inconvénients de l'adsorption.....	14
I-B-La flottation.....	14

I-B-1-Définition.....	14
I-B-2-Le principe de la flottation .....	14
I-B-3-les réactifs de flottation .....	15
a) Les collecteurs.....	15
b) Les Moussants .....	16
c) Les modificateurs de pH .....	16
d) Les activant et les déprimants .....	17

## CHAPITRE II: GENERALITE SUR LES AMINES ET LE QUARTZ

### CHAPITRE II.A: LES AMINES

II-A-1-Introduction.....	18
II-A-2-Définition .....	18
II- A-.3- nomenclature.....	18
a) Les amines primaires.....	18
b) Les amines secondaires et tertiaires.....	19
II-A-4- Quelques propriétés des amines.....	19
II-A-5-Effets des amines sur la santé.....	20
II- A-6-Dodecylamine.....	21
II- A-6-1-Définition.....	21
II- A-4 -2- Principaux synonymes.....	21
II- A-4 -3-Propriétés de dodécylamine.....	21

### CHAPITRE II.B: QUARZ

II-B -1-Structure cristalline.....	22
II-B-2- Propriétés du quartz.....	23
1- Composition chimique de quartz.....	23
2- Solubilité du quartz.....	23
3- Propriétés physiques.....	23
4-Propriétés piézoélectrique.....	23
5- Propriétés optiques.....	24
II-B-3-flottation du quartz.....	24
II-B-4-utilisation de quartz.....	24

## **CHAPITRE III : NOTIONS FONDAMENTALES SUR LA SPECTROSCOPIE INFRAROUGE ET LA SPECTROPHOTOMETRIE ULTRA-VIOLET-VISIBLE**

III -Introduction.....	27
III-1-la spectroscopie infrarouge .....	27
III-1-1-Définition.....	27
III-1-2-Principe de la spectroscopie infrarouge .....	28
III-1-3- Appareillage .....	28
III-1-4- Les modes de vibration.....	29
III-1-4-1Élongation .....	29
III-1-4-2 Déformations dans le plan et hors du plan.....	30
III-1-5-préparation des échantillons.....	30
• LES LIQUIDES .....	30
• LES SOLIDES.....	31
• LES PASTILLES.....	31
III-1-6 -Avantages de la spectroscopie IR .....	31
III-1-7- Domaine applications de la spectroscopie IRFT.....	32
III-2- La spectrophotométrie Ultra-violet Visible .....	32
III-2-1- Définition .....	32
III-2-2- Principe.....	32
III-2-3- Appareillage .....	33
III-2-4- Principe de la loi de Béer-Lambert.....	34

## **CHAPITRE IV : RESULTAT ET DISCUSSIONS**

IV- introduction.....	36
IV -1- Caractérisation de quartz pur par spectroscopie infrarouge.....	38
IV -2- Caractérisation du dodécylamine en qualité de collecteur pour le quartz par spectroscopie infrarouge .....	39
IV -2-1 Interprétation spectrale par infrarouge des pics caractéristique de dodécylamine..	39
IV -3- Etude qualitative de l'adsorption des collecteurs à base d'amine par spectroscopie infrarouge .....	40
IV -3-1 Interprétation spectrale par infrarouge IR de quartz traité par un collecteur cationique à base d'amine.....	41

**Conclusion générale**.....

**Résumé**.....

**Références**.....

.



## LISTE DES FIGURES

### CHAPITRE I : PROCEDE D'ADSORPTION ET LA FLOTTATION

<b>Figure I.A.1:</b> Phénomène d'adsorption .....	3
<b>Figure I.A.2 :</b> Schéma de l'adsorption physique.....	4
<b>Figure I.A. 3:</b> Le mécanisme d'adsorption .....	5
<b>Figure I .A.4 :</b> Charbons actifs .....	9
<b>Figure I.A.5 :</b> Structure élémentaire des zéolithes .....	9
<b>Figure I.A.6 :</b> Allures des isothermes d'adsorption selon Gille.....	12
<b>Figure I.A.7 :</b> Isotherme d'adsorption : <b>modèle de Langmuir</b> .....	13
<b>Figure I.A.8 :</b> Isotherme d'adsorption : <b>modèle de Freundlich</b> .....	14
<b>Figure I.B.3.1:</b> Classification des collecteurs.....	16

### CHAPITRE II: GENERALITE SUR LES AMINES ET LE QUARTZ

<b>Figure II.A.1 :</b> structure chimique de dodécylamine.....	21
<b>Figure II.B.1 :</b> Structure quartz $\beta$ .....	22
<b>Figure II.B.2:</b> phénomène de piézoélectrique.....	24

### CHAPITRE III : NOTIONS FONDAMENTALES SUR LA SPECTROSCOPIE INFRAROUGE ET LA SPECTROPHOTOMETRIE ULTRA-VIOLET-VISIBLE

<b>Figure III.1</b> Spectre électromagnétique.....	27
<b>Figure III.2</b> Schéma représentant les principaux éléments d'un spectromètre.....	28
<b>Figure III. 3</b> Schéma représentant les vibrations d'élongation (stretching).....	29
<b>Figure III. 4</b> Schéma représentant les vibrations de déformation hors du le Plan notée (h.p).....	30
<b>Figure III. 5</b> Schéma représentant Les vibrations de déformation dans le plan notée (d.p).....	33
<b>Figure III.6:</b> Spectre électromagnétique.....	33
<b>FigureIII.7:</b> Le Spectrophotomètre UV-Vis.....	33
<b>Figure III.8:</b> La loi de Béer Lambert.....	35

### CHAPITRE IV : RESULTAT ET DISCUSSIONS

<b>Figure IV.1:</b> Spectre IR de quartz pur.....	38
<b>FigureIV.2 :</b> Spectre IR de dodécylamine.....	39
<b>FigureIV.3 :</b> Spectre IR de quartz traité par un collecteur cationique à base dodécylamine.....	41

## **LISTE DES TABLEAUX**

### **CHAPITRE I : PROCEDE D'ADSORPTION ET LA FLOTTATION**

**Tableau I.A.1** : principales différences entre l'adsorption physique et l'adsorption

Chimique..... 4

**Tableau I.A.2** : Caractéristiques des principaux adsorbants..... 8

### **CHAPITRE II: GENERALITE SUR LES AMINES ET LE QUARTZ**

**Tableau II.A.1** : Les différents types d'amines..... 18

**Tableau II.A.2** : Valeurs de pkb pour quelques amines usuelles..... 20

**Tableau II.B.1** : Les différentes densités des minéraux de SiO<sub>2</sub>..... 23

### **CHAPITRE IV : RESULTAT ET DISCUSSIONS**

**Tableau.IV** : les absorptions IR des différents groupes fonctionnel.....36

# ***INTRODUCTION GENERALE***

## Introduction

L'adsorption des amines à différentes surfaces minérales est largement étudiée. Les monoamines primaires sont utilisées depuis longtemps et étudiées comme collecteurs de flottation pour le quartz. Dans le passé, plusieurs mécanismes ont été proposés pour expliquer la manière dont les amines s'adsorbent et rendent le minéral hydrophobe et donc flottable[1].

L'adsorption des ions sur les surfaces minérales est un phénomène auquel on a recours en flottation pour modifier les propriétés des surfaces[2].

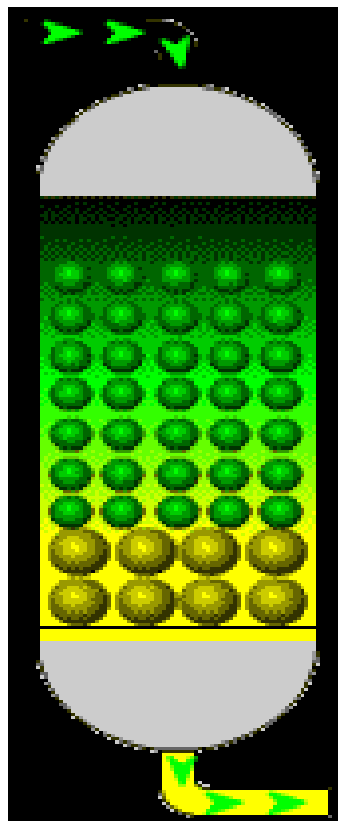
En flottation, lorsqu'une particule du minéral utile, en suspension dans une solution aqueuse, est naturellement hydrophobe ou bien rendue hydrophobe par l'adsorption d'un collecteur, elle peut adhérer à une bulle d'air provenant de l'injection d'air dans la pulpe[3].

Le projet de ce mémoire repose sur l'étude de l'adsorption de dodecylamine sur le quartz. et comporte quatre chapitres :

- ✓ Dans le premier chapitre nous allons exposer les notions générales portées sur le procédé d'adsorption en se basant sur les différents mécanismes, les paramètres influençant l'adsorption et les équilibres d'adsorption. Nous allons aussi parler du procédé d'adsorption en mode dynamique avec quelques modèles. Enfin quelques avantages de l'adsorption. Dans la deuxième partie, on traite en général le phénomène de flottation (principe et réactifs).
- ✓ Nous avons présenté dans le deuxième chapitre quelques propriétés usuelles du quartz et de la dodecylamine.
- ✓ Quant au troisième chapitre nous avons traité les notions générales portées sur la spectroscopie infrarouge et la spectrophotométrie UV visible.
- ✓ La discussion des résultats, est la partie essentielle du quatrième chapitre consacré à la caractérisation de dodecylamine et le quartz par spectroscopie infrarouge.
- ✓ Enfin, une conclusion générale qui récapitule les principaux résultats obtenus au cours de ce travail.

# **CHAPITRE I : PROCÉDÉ D'ADSORPTION**

## **ET FLOTTATION**



# Chapitre I : Procédé d'adsorption et la flottation

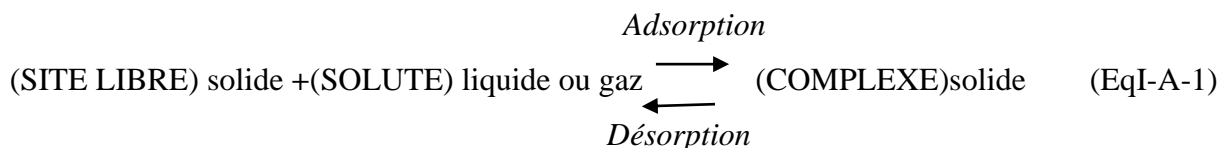
## I-Adsorption:

### I-A-1-Introduction:

La technique de traitement des effluents par adsorption constitue aujourd'hui une des technologies de séparation les plus importantes, dans des domaines très variés allant des industries pétrolières, pétrochimiques et chimiques, aux applications environnementales et pharmaceutiques[4]. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et de l'air[5-7]. Les interactions entre adsorbant et adsorbat sont le plus souvent de nature électrostatique, donc faible et réversible on parle alors de physisorption par opposition à la chimisorption phénomène généralement irréversible qui fixe par liaison covalente l'adsorbate à l'adsorbant [8]. L'étude des équilibres d'adsorption permet de connaître le degré maximal de séparation susceptible d'être obtenu dans des conditions thermodynamiques données [9].

### I-A-2-Définition :

L'adsorption est un phénomène physico-chimique se traduisant en particulier par une modification de concentration à l'interface de deux phases non miscibles[10]. C'est un phénomène de surface par lequel des molécules de gaz ou de liquides se fixent sur les surfaces solides des adsorbants selon divers processus plus ou moins intenses : on distingue souvent la chimisorption et la physisorption. Le solide est appelé **adsorbant** et la substance qui s'adsorbe est l'**adsorbate** que nous appelons plus couramment soluté afin d'éviter toute confusion avec l'adsorbant [11]. La sorption d'un composé chimique (organique ou minéral) à la surface d'un solide (sol, charbon actif, zéolithe, oxyde métallique, résidus divers) est un équilibre entre une réaction d'adsorption et la réaction inverse de désorption, qui peut être schématisé par :[12]



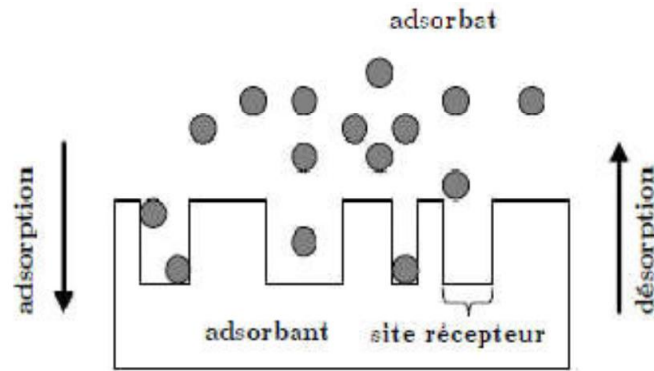


Figure I.A.1: Phénomène d'adsorption [13]

### I-A-3-Types d'adsorption :

La nature des liaisons formées ainsi que la quantité d'énergie dégagée lors de la rétention d'une molécule à la surface d'un solide permettent de distinguer deux types d'adsorption : adsorption physique et adsorption chimique [6].

#### I-A-3-1- L'adsorption chimique ou chimisorption

L'adsorption chimique ou chimisorption est essentiellement irréversible et lente. Très spécifique, elle s'accompagne d'une forte variation d'énergie d'activation. L'adsorption chimique résulte d'une profonde modification de la répartition des charges électroniques de la molécule adsorbée : les forces de liaison sont du même type que celles qui sont impliquées lors de la formation des liaisons chimiques.

L'énergie d'adsorption est supérieure à  $80 \text{ kJ.mol}^{-1}$  : la désorption est difficile. L'adsorption physique peut se faire en monocouche ou multicouches, alors que l'adsorption chimique est uniquement mono-moléculaire car la présence des liaisons de valence entre l'adsorbate et l'adsorbant exclut la possibilité de couches multi moléculaires[14].

#### I-A-3-2- L'adsorption physique ou physisorption :

L'adsorption physique ou physisorption met en jeu de très faibles interactions entre entités moléculaires comme les forces d'attraction de van der Waals et des forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation.

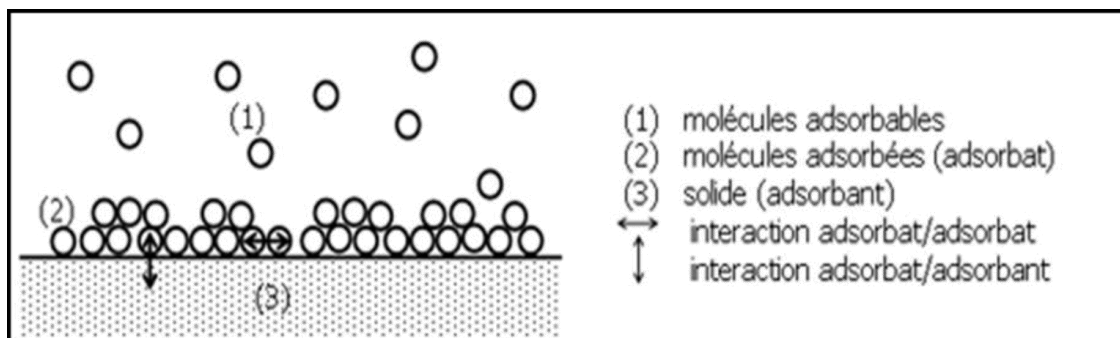


Figure I-A-2 : Schéma de l'adsorption physique [15]

Elle est réversible et peu spécifique. L'adsorption physique est rapide et généralement limitée par les phénomènes de diffusion. La force des interactions mises en jeu peut être estimée par l'énergie d'adsorption qui est comprise entre 5 et 40 kJ.mol<sup>-1</sup> et considérée comme faible : la désorption peut donc être totale [14]

Tableau I-A-1 : Principales différences entre l'adsorption physique et l'adsorption Chimique [16]

Propriété	Adsorption physique	Adsorption chimique
Chaleur d'adsorption	Environ 5Kcal/mol	Environ 10Kcal/mol
Température de processus	Relativement basse	Plus élevée
Liaison entre gaz – solide	Physique	Chimique
Spécificité cristallographique	Processus non spécifique (pratiquement indépendant de la géométrie atomique extérieure)	Processus spécifique
Désorption	Facile	Difficile
La distance entre les molécules et la surface de solide	Grande	Petite
la vitesse d'adsorption	Rapide	Lente
Les énergies de liaison	0 et 40 KJ/mol	> 40 KJ/mol
Prise de saturation	Phénomènes multicouches	Phénomènes monocouches
Nature de l'adsorbat	La quantité d'adsorbat enlevée dépend davantage de l'adsorbat que sur l'adsorbant	Dépend de l'adsorbant et de l'adsorbat

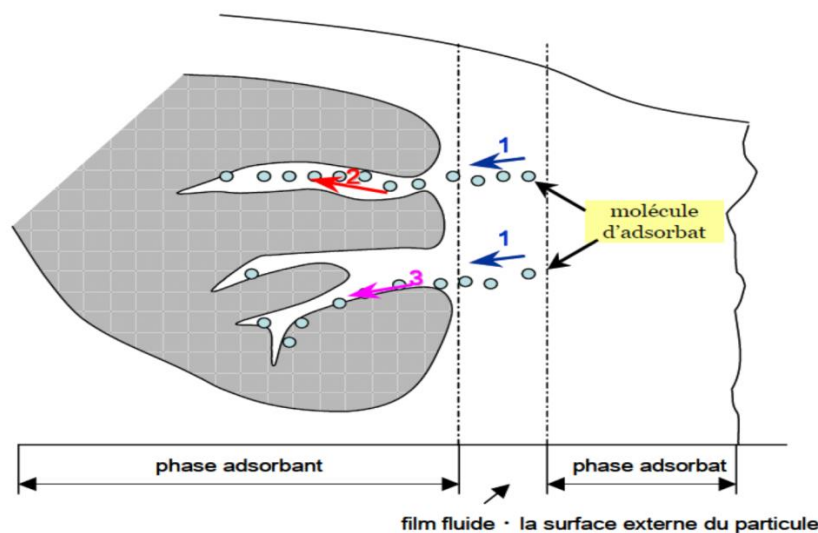


**I-A-4 Comment l'adsorption a-t-elle lieu ? :**

Le terme « adsorption » est utilisé pour décrire les phénomènes de transport du composé dans la phase gazeuse, de transfert dans la porosité et l'interaction avec le solide [17]. Il existe plusieurs mécanismes d'adsorption d'un soluté sur la surface d'un solide. Parmi ces mécanismes, nous pouvons citer :

- ❖ L'adsorption par échange d'ions ;
- ❖ L'adsorption mettant en jeu une paire d'électrons ;
- ❖ L'adsorption par polarisation des ponts d'hydrogène [18].

Le transfert d'une phase liquide contenant l'adsorbat, vers une phase solide avec rétention de soluté à la surface de l'adsorbant se fait en plusieurs étapes :



1-diffusion externe; 2-diffusion interne (dans les pores); 3-migration en surface.

**Figure I-A. 3:** Le mécanisme d'adsorption [19].

- ❖ **Étape 01** : Transfert de masse externe (diffusion externe) qui correspond au transfert du soluté (molécules de la phase liquide) du sein de la solution à la surface externe des particules.
- ❖ **Étape 02** : Transfert de masse interne dans les pores (diffusion interne) qui a lieu dans le fluide remplissant les pores, les molécules se propagent de la surface des grains vers leur centre à travers les pores.
- ❖ **Étape 03**: Diffusion de surface pour certains adsorbants, il peut exister également une contribution de la diffusion des molécules adsorbées le long des surfaces des pores à l'échelle d'un grain d'adsorbant [20].

**I-A-5 - Cinétique d'adsorption :**

La cinétique d'adsorption est définie par l'évolution de la quantité adsorbée en fonction du temps de contact adsorbant/adsorbat [21].

La vitesse d'adsorption des molécules à la surface d'un adsorbant est généralement si élevée que la cinétique globale d'adsorption sur un grain est contrôlée par la résistance au transfert de matière plutôt que par la cinétique d'adsorption intrinsèque [22].

**I-A-6- Facteurs influençant l'adsorption :**

Le processus d'adsorption peut être influencé par différents facteurs liés soit à l'adsorbant, l'adsorbat ou aux conditions opératoires, dont les principaux sont décrits ci-après :

**I-A-6-1 Facteurs liés à l'adsorbant :**

- La nature des groupements fonctionnels : l'adsorption va être fortement influencée par les dimensions du composé à piéger (surface, volume), mais aussi par les groupements fonctionnels de la molécule (alcools, aldéhydes, cétones, acides carboxyliques, amines, soufre, halogène...) induisant des effets de polarisabilité plus ou moins marqués.
- La surface spécifique : La surface spécifique est une donnée essentielle de la caractérisation des solides et des matériaux poreux. Par définition, la surface spécifique d'un adsorbant est une surface par unité de masse (en  $m^2.g^{-1}$ ). Son estimation est conventionnellement fondée sur des mesures de la capacité d'adsorption monocouche «  $q_m$  » de l'adsorbant pour un adsorbat donné de surface connue et acceptable.
- La distribution des diamètres des pores
- La masse de l'adsorbant

**I-A-6-2 Facteurs liés à l'adsorbat :**

- La solubilité de l'adsorbat
- La polarité : Pour qu'il y ait une bonne adsorption il faut qu'il y ait d'abord une affinité entre le solide et le soluté. En règle générale, les solides polaires, adsorbent préférentiellement d'autres corps polaires. Par contre les solides non polaires, adsorbent préférentiellement des substances non polaires.
- La taille des particules

**I-A-6-3 Facteurs liés aux conditions opératoires :**

- Le pH : Les phénomènes de surface sont très sensibles au pH de la solution. Le pH initial de la solution est un paramètre très important, car il a un grand effet sur la quantité adsorbée. Il peut changer la charge de la surface de l'adsorbant, le degré d'ionisation de l'adsorbat et le degré de dissociation des groupes fonctionnels des sites actifs de l'adsorbant.
- La température du milieu : L'adsorption est un phénomène endothermique ou exothermique suivant le matériau adsorbant et la nature des molécules adsorbées. De nombreuses valeurs d'enthalpie d'adsorption sont présentées dans la littérature qui attestent de la variabilité des processus thermodynamiques.
- La vitesse d'agitation du milieu réactionnel
- La compétition entre les espèces présentes dans le milieu
- Le temps de contact entre l'adsorbat et l'adsorbant [12, 23-28] ;

**I-A-7 Les adsorbants :****I-A-7-1 Critères de choix d'adsorbants industriels :**

Les adsorbants industriels doivent répondre à un certain nombre de critères dont les plus importants sont :

1. Une haute capacité d'adsorption ;
2. Une grande efficacité pour adsorber des substances de faible concentration ;
- 3- Une sélectivité élevée ;
- 4- Une aptitude à être facilement régénéré et utilisé de nouveau ;
- 5- Une grande inertie chimique ;
- 6- Un prix peu élevé ;
- 7- Résistance physique ; [29].

**I-A-7-2- Principaux types d'adsorbants :****I-A-7-2-1- Définition :**

Les matériaux adsorbants représentent le cœur des technologies de séparation par

Adsorption[30]. Sont des solides microporeux présentant des surfaces par unité de masse importantes (de 100 m<sup>2</sup>/g et jusqu'à plus de 1000 m<sup>2</sup>/g) afin de maximiser la capacité d'adsorption (quantité de composé adsorbé par unité de masse d'adsorbant) [31].

Tous les adsorbants sont caractérisés par un certain nombre de propriétés physiques ;

- \* Porosité interne ;
- \* Masse volumique de La particule ;
- \* Masse volumique réelle ;
- \* Surface spécifique des pores ;
- \* Rayon moyen des pores ;

Le tableau suivant résume les propriétés de quelques adsorbants [32].

**Tableau I-A- 2 : Caractéristiques des principaux adsorbants.**

Adsorbant	Surfaces spécifique (m <sup>2</sup> .g <sup>-1</sup> )	Taille des pores (nm)	Porosité Interne	Masse volumique Apparente (kg.m <sup>-3</sup> )
Charbons actifs	400 à 2000	1,0 à4,0	0,4 à 0,8	300 à 600
Tamis moléculaires Carbonés	300 à 600	0,3 à0,8	0,35 à 0,5	500 à700
Zéolites	500 à 800	0,3 à0,8	0,3 à 0,4	600 à 750
Gels de silice	600 à 800	2,0 à 5,0	0,4 à 0,5	700 à 800
Alumines activées	200 à 400	1,0 à6,0	0,3 à 0,6	800 à 950
Adsorbant à base de Polymère	100 à 700	4,0 à 20	0,4 à 0,6	400 à700

Les adsorbants industriels les plus courants sont les suivants : les charbons actifs, les zéolites, les gels de silice, les argiles, les alumines activées et les adsorbants à base depolymère ;

**a) Charbons actifs :**

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 carbonés (bois, charbon, noix de coco, résidus pétroliers, etc.), par des processus de carbonisation suivis des processus d'activation dûment contrôlés [33].

La granulométrie du charbon actif est un paramètre très important et joue un rôle optimal dans le processus d'adsorption. Le charbon actif est très utilisé dans le domaine de l'adsorption. Ses différentes caractéristiques peuvent expliquer son large spectre d'application incluant les traitements d'eau et d'air. Il est utilisé comme matériau adsorbant dans les usines de préparation de l'eau potable. [34].



Figure I-A.4 : Charbons actifs

**b) Les zéolithes :**

Les zéolithes sont des adsorbants de squelette cristallin aluminosilicatetridimensionnel constitué de tétraèdres  $\text{SiO}_4$  et  $\text{AlO}_4$ , de formule globale  $(\text{AlO}_2\text{M}, n\text{SiO}_2)$  où M représente le plus souvent un métal alcalin ou alcalino-terreux. Il existe plus de 100 espèces de zéolithes, différant par la valeur de n et la structure cristallographique. Ils ont une structure microporeuse faite de cavités et de canaux qui leur confèrent des propriétés adsorbâtes. Ils sont sous forme de poudre, granulés ou extrudés. La surface spécifique ne dépasse pas  $900 \text{ m}^2/\text{g}$  mais, ils présentent une bonne sélectivité [35].

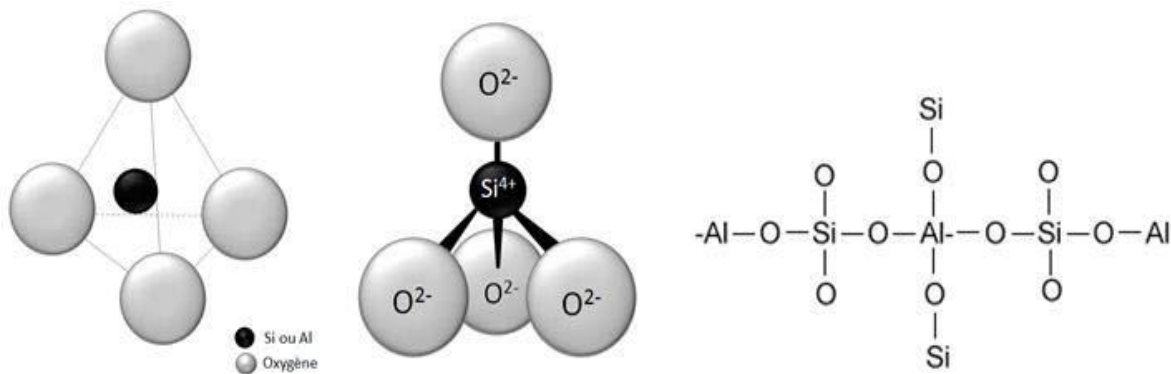


Figure I-A-5 : Structure élémentaire des zéolithes [36].

**c) Les gels de silice :**

Les gels de silice sont préparés à partir de  $\text{Si}(\text{OH})_4$  en phase aqueuse, obtenu par acidification d'un silicate de sodium, ou bien à partir d'un sol de silice. 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. Leur surface spécifique peut être de 300 à 800  $\text{m}^2/\text{g}$  [37].

**d) L'argile :**

L'argile est une roche sédimentaire, composée pour une large part de minéraux spécifiques, silicates en général d'aluminium plus ou moins hydratés, à structure feuilletée (phyllosilicates) ou structure fibreuse (sépiolite et palygorskite) qui explique leurs qualités d'absorption et leur plasticité [38]. L'argile est essentiellement constituée de silicates d'alumine hydratés, dans lesquels sont imbriqués des éléments minéraux qui lui donnent sa coloration. Ces éléments présents en quantités réduites sont des oxydes d'alumine, de titane, de calcium, de magnésium, de potassium et de sodium [39]. Sa formule générale ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{XSiO}_2$ ,  $\text{YH}_2\text{O}$ ).

**e) Adsorbants à base de polymère :**

Ce sont pour la plupart des produits en développement qui n'ont actuellement que des applications très spécifiques et peu nombreuses. Le plus répandu est un copolymère de styrène et de di-vinylbenzène : le polystyrène forme des chaînes reliées entre elles par des ponts de di-vinylbenzène, ce qui confère une porosité inter-chaînes à la structure.

Une caractéristique importante de ces adsorbants est qu'ils sont très hydrophobes. Ces produits peuvent être utilisés tels qu'ils sont ou subir une carbonisation.

On obtient alors des adsorbants voisins des charbons actifs. Si le polymère initial est préparé en fibres, on peut le tisser et obtenir des tissus de charbon actif.

Le diamètre de fibre étant de l'ordre de 10 microns, le temps de transfert est beaucoup plus rapide que pour tous les autres adsorbants. Sa surface spécifique peut atteindre pour les tissus de charbon actif 2000  $\text{m}^2/\text{g}$  [40].

**f) Les alumines activées :**

Les oxydes d'aluminium ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ), fabriqués à partir de bauxite par traitement thermique, sont des corps extrêmement poreux, amorphes et partiellement hydratés. Ils sont

couramment employés pour le séchage des gaz et l'élimination de l'eau dans les liquides et la séparation des composés aromatiques [11].

### I-A-8 Isothermes d'adsorption :

Une isotherme d'adsorption est la variation de la quantité adsorbée  $q_e$  (mg/g) ou  $X/m$  sur un solide en fonction de la concentration  $C_e$  (mg/L) du composé adsorbable à l'équilibre ( $q_e = f(C_e)$ ), à une température donnée. La quantité adsorbée à l'équilibre peut s'exprimer dans différentes unités ; on utilise principalement dans le cas d'adsorption en phase aqueuse la mole d'adsorbat par masse de solide ou la masse d'adsorbat par masse de solide [41].

La quantité de soluté adsorbé est calculée à l'aide de l'équation :

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e)}{m} = \frac{X}{m} \quad (\text{Eq I-A-2})$$

Où :

$C_0$  : concentration initiale de soluté (mg/L) ;

$C_e$ : concentration de soluté à l'équilibre (mg/L) ;

$q_e$ : quantité de soluté adsorbé à l'équilibre par unité de poids de l'adsorbant (mg/g) ;

$X$  : quantité de soluté adsorbé à l'équilibre (mg) ;

$$X = (C_0 - C_e) \cdot V \quad (\text{Eq I-A-3})$$

$m$  : masse d'adsorbant (g) ;

$V$ : volume de la solution (L) ;

Certains auteurs ont compilé de nombreuses isothermes de Langmuir et ont constaté qu'elles présentaient 4 types, qui ont été reliés assez précisément à divers modes de fixation [5].

### I-A-9 Classification des isothermes d'adsorption

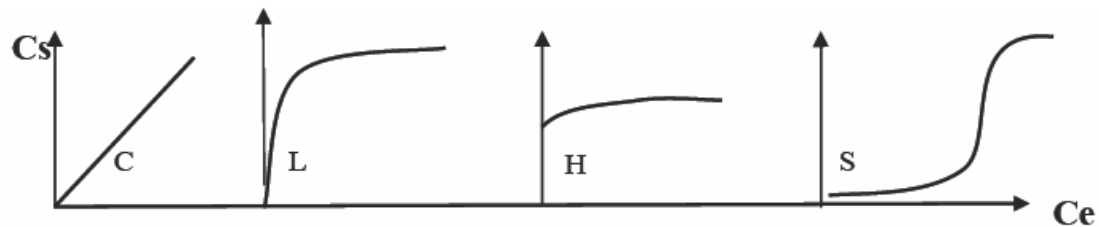
Plusieurs auteurs, dont GILES *et al.* (1974)[42], ont proposé une classification des isothermes de sorption basée sur leur forme et sur leur pente initiale [12].

Cette classification tient compte entre autres d'un certain nombre d'hypothèses :

- Le solvant s'adsorbe sur les mêmes sites que le soluté. Ceci implique l'existence d'une compétition d'adsorption entre le solvant et le soluté ;
- Le nombre de sites susceptibles d'accueillir les molécules de soluté à la surface du solide diminue quand la quantité adsorbée augmente ;
- L'orientation des molécules à la surface. On peut citer le cas où les molécules sont adsorbées verticalement ou horizontalement sur la surface ;

- Enfin, les interactions attractives ou répulsives entre les molécules adsorbées se manifestent d'une façon notable dans le phénomène d'adsorption [43].

Expérimentalement, on distingue quatre classes principales nommées : **S** (Sigmoide), **L** (Langmuir), **H** (Haute affinité) et **C** (partition Constante). La **figure I-A-6** illustre la forme de chaque type d'isothermes.



**Figure I-A-6:** Allures des isothermes d'adsorption selon Gille[44].

Les formes « **L** » et « **H** » sont les plus observées, notamment dans le cas de l'adsorption de composés organiques en solution aqueuse sur des charbons actifs ;

- **Type L**, montre l'affinité relativement élevée entre l'adsorbant et l'adsorbant ;
- **Type S**, indique une croissance de l'adsorption avec la concentration de l'adsorbant ;
- **Type C**, est signe d'une partition constante entre l'adsorbant et l'adsorbant. L'adsorption est proportionnelle à la concentration ;
- **type H**, indique une très grande affinité entre le substrat et le support[45].

### I-A-10 Modèles d'isothermes :

Plusieurs lois ont été proposées pour l'étude de l'adsorption. Elles expriment la relation entre la quantité adsorbée et la concentration en soluté dans un solvant à une température donnée.

Nous présentons dans cette partie bibliographique deux types d'isothermes les plus fréquemment utilisées pour expliquer les phénomènes d'adsorption sur une surface solide. Il s'agit des isothermes de Langmuir et Freundlich.

Les modèles classiques de Freundlich et de Langmuir caractérisant la formation d'une monocouche seront utilisés pour leur simplicité de mise en œuvre.

#### I-A-10-1 Modèle de Langmuir :

C'est un modèle largement utilisé. Il décrit la plupart des réactions d'adsorption. Il est basé sur les hypothèses suivantes :

- ❖ Les sites d'adsorption sur la surface solide sont homogènes d'un point de vue énergétique : on parle de « surface d'adsorption homogène ».



- ❖ Chacun de ces sites peut adsorber une seule molécule, et une seule couche de molécules peut se former.
- ❖ Chacun des sites a la même affinité pour les molécules en solution.
- ❖ Il n'y a pas d'interactions entre les molécules adsorbées.

Le modèle de Langmuir suppose que l'adsorption a lieu sur les sites de même énergie et qu'il n'y a pas d'interaction entre les molécules adsorbées [46].

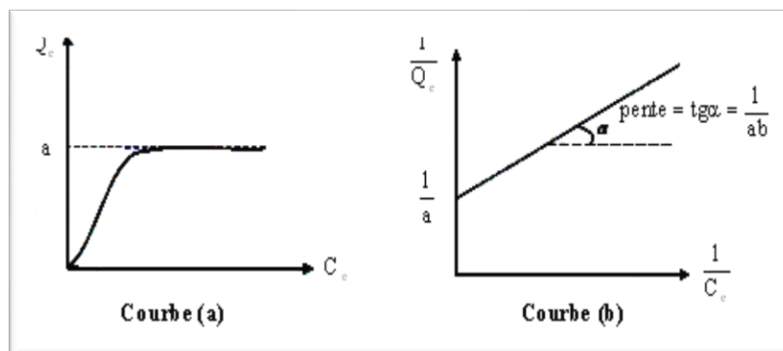
L'équation de l'isotherme de Langmuir est la suivante :

$$q_e = \frac{q_m \cdot k_L \cdot C_e}{1 + k_L C_e} \quad \text{(Equation I-A-4)}$$

La forme linéaire de cette équation s'écrit comme suit :

$$\frac{1}{q_e} = \frac{1}{C_e} \frac{k_L}{q_m} + \frac{1}{q_m} \quad \text{(Equation I-A-5)}$$

En traçant la droite  $1/q_e = f(1/C_e)$ , on détermine la valeur de la capacité maximum d'adsorption de la monocouche  $q_m$  et la constante de Langmuir  $k_L$  [47].



a) Courbe expérimentale, b) Modélisation

Figure I-A.7 : Isotherme d'adsorption : modèle de Langmuir

### I-10-2 Modèle de Freundlich

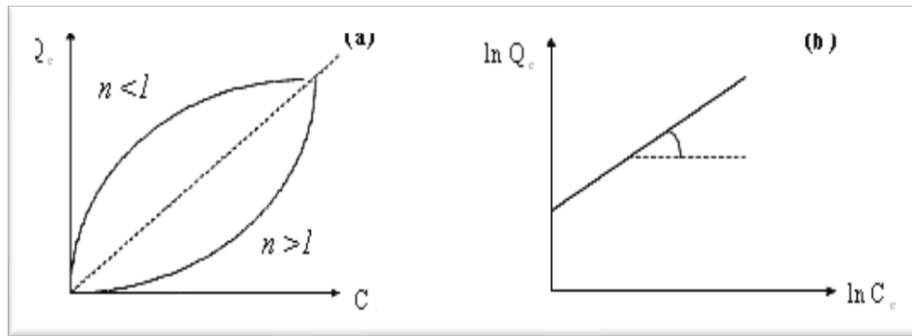
C'est un modèle empirique largement utilisé pour la représentation expérimentale de l'équilibre d'adsorption. L'isotherme se présente sous la forme :

$$q_e = K_f C_e^{1/n} \quad \text{(Equation I-A-6)}$$

La transformée linéaire permettant de vérifier la validité de ce modèle :

$$\ln q_e = \ln K_f + \frac{1}{n} \ln C_e \quad \text{(Equation I-A-7)}$$

En traçant  $\ln q_e$  en fonction de  $\ln C_e$ , on obtient une droite de pente  $1/n$  et d'ordonnée à l'origine  $\ln K_f$  [48].



a) Courbe expérimentale      b) modélisation

**Figure I-A-8 : Isotherme d'adsorption : modèle de Freundlich**

### I-A-11 Avantages et inconvénients de l'adsorption :

- ❖ L'adsorption présente l'avantage de pouvoir être appliquée au traitement des sources à débit presque nul ainsi qu'aux concentrations très faibles ou fluctuantes. L'adsorption permet d'apporter des réponses aux exigences réglementaires tant pour l'environnement que pour l'hygiène du travail.
- ❖ La physisorption est une technique non destructive. Elle trouve donc tout son intérêt, technique et économique, dans les applications d'épuration avec récupération des produits.
- ❖ On retiendra comme inconvénient principal la difficulté de détecter comme simplement le dysfonctionnement d'un adsorbant du fait de sa saturation, notamment sur les systèmes passifs [8].

### I-B-La flottation :

#### I-B-1 Définition :

La flottation est un procédé physicochimique de séparation des matières solides en pulpe. Ce procédé permet de concentrer les minéraux valorisables en les séparant de la gangue en utilisant des réactifs tensioactifs appelés collecteurs[49].

#### I-B-2 Principe de flottation :

Les particules solides sont mises en suspension dans l'eau, le mélange solide-eau « appelé pulpe » est traité avec certains réactifs « appelés collecteurs ou surfactants » dont le rôle est de rendre hydrophobe la surface de certains solides afin de lui conférer une affinité plus grande pour l'air que pour l'eau.

A la fin de la phase de conditionnement, les surfaces des particules constituées de la phase solide que l'on désire séparer est la seule devenue hydrophobe, ce qui permet de réaliser une flottation sélective.

La pulpe conditionnée est alors introduite dans des cellules de flottation munit d'agitateurs qui dispersent et engendrent des bulles d'air dans la suspension, les bulles d'air vont se fixer sur les particules dont la surface est hydrophobe et sous l'action de la poussée d'Archimède résultante, l'ensemble bulle-minéraux flotte à la surface de la cellule.

La flottation peut être décomposée en un certain nombre d'opérations élémentaires :

- a- Adsorption de surfactants à l'interface solide/liquide afin de lui conférer une hydrophobicité suffisante à l'interface .
- b- Contact de l'agglomérat élémentaire particule – bulle d'air .
- c- Transfert de l'agglomérat élémentaire particules- bulle dans l'écume [50] .

Enfin de la chaîne de traitement, la pulpe de minerai concentrée est épaissie et séchée [51].

### **I-B-3 Les réactifs de flottation :**

Les réactifs de flottation représentent une partie importante des coûts du processus de traitement et sont utilisés à différentes étapes du procédé pour assurer la séparation. Selon la composition du minerai à traiter, les stratégies d'addition des réactifs peuvent être très différentes.

La flottation fait appel à cinq types de réactifs : le collecteur, l'activant, le déprimant, le régulateur du pH qui agit à la surface des minéraux et le moussant agit sur l'hydrodynamique du système pulpe-écume.

#### **I-B-3-1-Les collecteurs :**

Les collecteurs sont des substances organiques qui, en s'absorbant sélectivement sur la surface de certains minéraux, les rendent hydrophobes. Ils contiennent un groupe hydrocarboné non polaire aérophile et un groupe polaire qui se fixe sur le minéral à collecter [49].

Les collecteurs sont regroupés en 3 grandes catégories à savoir : les collecteurs anioniques, les collecteurs cationiques et ceux non ioniques.

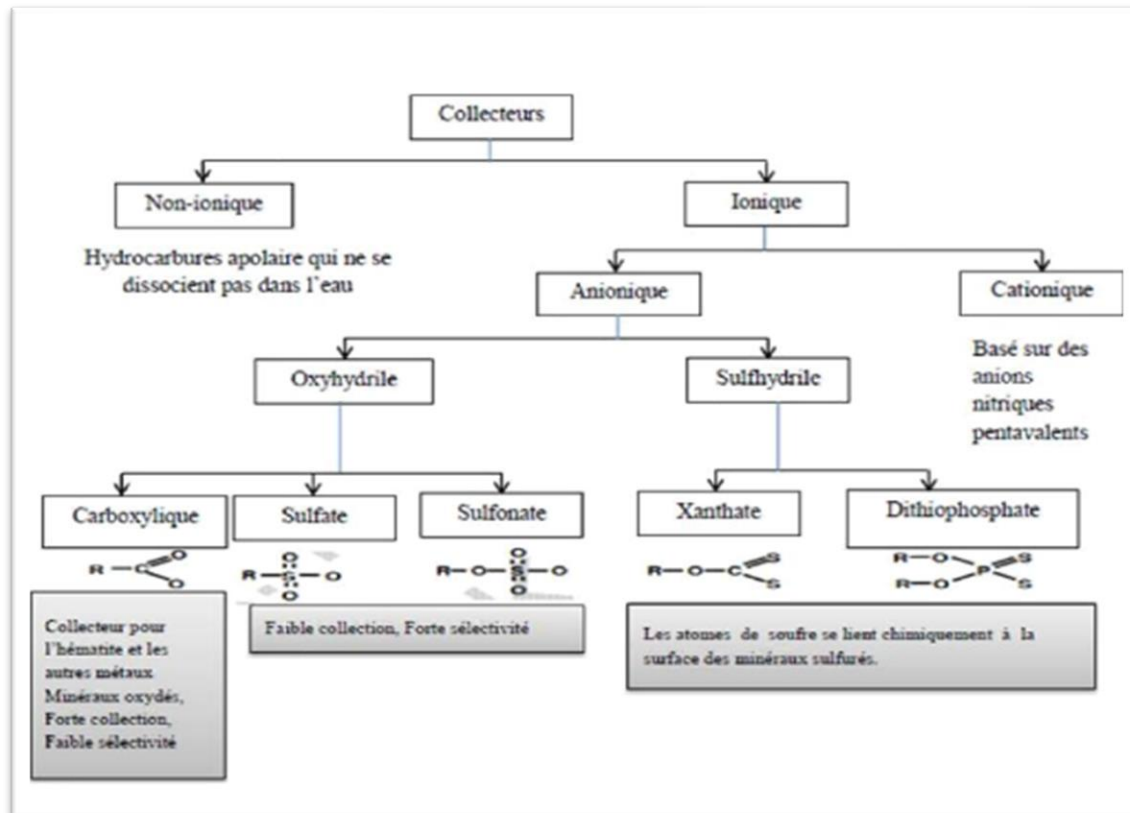


Figure I.B.3.1: Classification des collecteurs.

### I.B.3.2. Les Moussants :

Les moussants sont généralement des composés organiques, avec un groupe polaire hydrophile et une chaîne aliphatique hydrophobe. Ils s'adsorbent à l'interface eau-gaz des bulles. En solution, les molécules d'eau hydratent le groupe polaire, alors que la chaîne aliphatique a tendance à se positionner dans la phase gazeuse. La bulle de gaz est stabilisée par réduction de la tension de la surface eau-gaz par présence de moussant. Les principaux moussants de la flottation appartiennent principalement à la famille des alcools et des polyéthers [2].

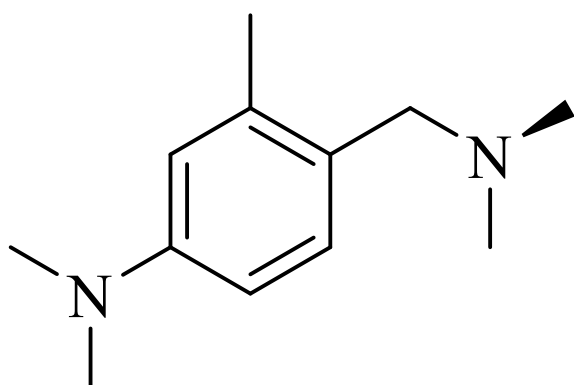
### I.B.3.3. Les modificateurs de pH :

Les modificateurs de pH font partie des produits utilisés pour modifier les interactions minéraux/collecteur. Selon l'alcalinité de la pulpe de nouveaux composés se forment à la surface des minéraux et réduisent ou activent l'adsorption des collecteurs. La chaux et le bicarbonate de sodium sont fréquemment utilisés comme modificateurs de pH [52].

### **I.B.3.4. Les activateurs et les déprimeurs :**

Sont utilisés pour modifier la réactivité de la particule à la surface vis-à-vis du collecteur. Lorsque le collecteur ne réagit plus avec la surface des minéraux ciblés, la séparation devient quasiment impossible. Un activateur permet de modifier la nature chimique de la surface de ce minéral favorisant l'adsorption du collecteur [3].

**CHAPITRE II**  
**GENERALITES SUR LES AMINES ET LE QUARTZ**



## Chapitre II : généralité sur les amines et le quartz

### II - A- Les amines :

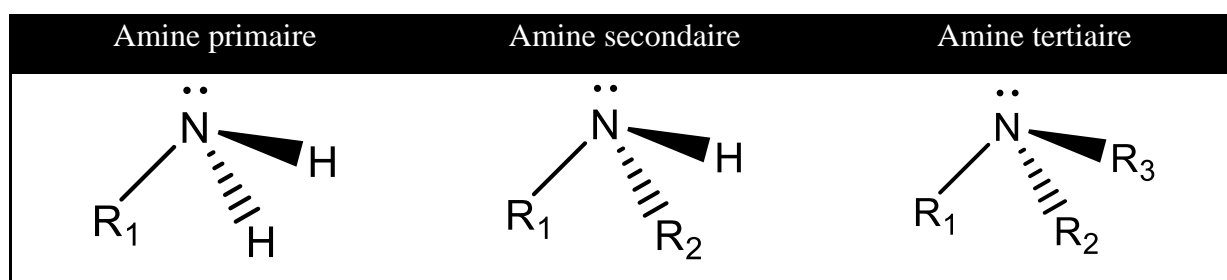
#### II – A-1- Introduction :

Découvertes par WURTZ en 1849, les amines furent initialement appelées alcaloïdes artificiels [53]. Les amines sont des composés très répandus dans les substances bioactives, 90% des médicaments contiennent au moins un atome d'azote [54]. Les autres à fonction complexe ont une grande activité physiologique, ainsi ils sont très répandus dans la nature sous forme de protéines, d'alcaloïdes et de vitamines [55]. Dans cette partie on étudie les amines aliphatiques (dodécylamine).

#### II- A - 2- Définition :

On appelle amines, les composés obtenus à partir de la molécule d'ammoniac  $\text{NH}_3$  [56], par remplacement d'un, de deux ou trois atomes d'hydrogène par autant de groupes hydrocarbonés (alkyle, aryle) et désignés respectivement par amines primaire, secondaire ou tertiaire. [53].

Tableau II. A. 1 : Les différents types d'amines



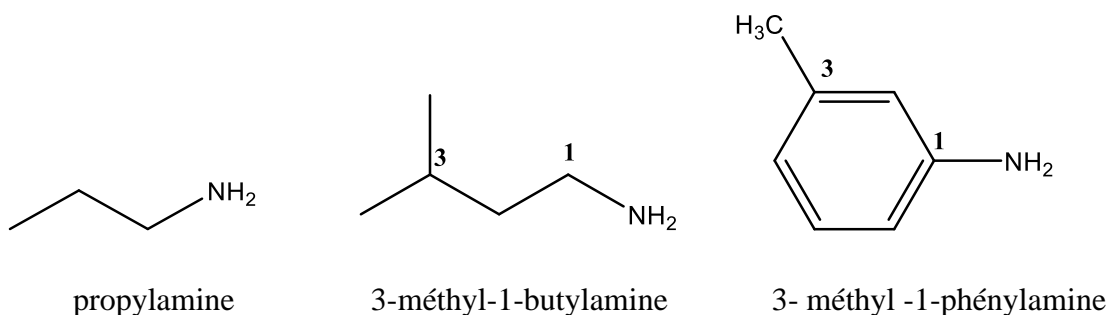
#### II - A - 3- NOMENCLATURE :

##### ➤ Les amines primaires :

Dans les amines primaires, que l'un des atomes d'hydrogène dans la molécule d'ammoniac a été remplacé, cela signifie que la formule de l'amine primaire est  $\text{RNH}_2$  sera le cas "R" est groupe alkyle [57]. On ajoute la terminaison amine au nom du groupe lié à l'atome d'azote, l'atome de carbone lié à l'azote porte le numéro 1 [58].

## Chapitre II : généralité sur les amines et le quartz

Exemples :



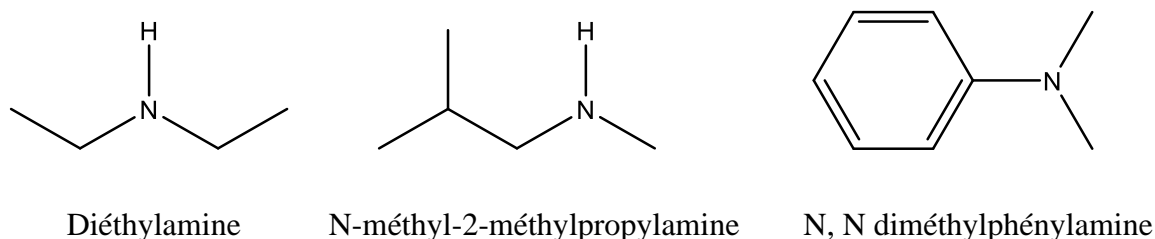
### ➤ Les amines secondaires et tertiaires :

Dans une amine secondaire, deux des hydrogènes dans une molécule d'ammoniac ont été remplacés par des groupes hydrocarbonés. La formule de l'amine secondaire est RR<sub>1</sub>NH, R est un groupement alkyle [59].

Dans une amine tertiaire, tous les atomes d'hydrogène dans une molécule d'ammoniac ont été remplacés par des groupes hydrocarbonés. La formule de l'amine tertiaire RR<sub>1</sub>R<sub>2</sub>N est un groupe alkyle ou aryle [60].

Les amines secondaires ou tertiaires symétriques sont désignées en indiquant l'occurrence des groupes substituant fixés sur l'azote par le préfixe "di-" ou "tri-". en cas d'asymétrie, on considère qu'il s'agit d'une amine primaire N – substituée ou N, N-di substituée. si d'autres groupes fonctionnels de priorité supérieure sont présent, on utilise le préfixe "amino-" (-NH<sub>2</sub>)[56].

Exemples :



### II- A -4- Quelques propriétés des amines :

- La présence de l'atome d'azote est la cause des propriétés des amines. Cet atome présente un doublet non liant, ce qui donne aux amines un caractère basique et nucléophile[61].



## Chapitre II : généralité sur les amines et le quartz

- Les liaisons C – N et N – H sont polarisées à cause de l'électronégativité de l'azote. L'ensemble des propriétés chimiques est la conséquence de la présence d'un doublet d'électrons apparié sur un atome peu électronégatif. Il en résulte un comportement nucléophile ou basique [62].
- Les amines sont caractérisées par une forte odeur désagréable (putrescine, Cadavérine).
- Les amines légères sont solubles dans l'eau et avec de nombreux solvants organiques [63].
- La spectroscopie infrarouge constitue une méthode de choix pour l'identification des structures azotées. Les amines primaires et secondaires peuvent en général être distinguées car elles possèdent des spectres assez caractéristiques [64].
- Les amines sont considérées comme des bases faibles.

Le Tableau II. A .2 rassemble les valeurs de  $pK_b$  pour quelques amines usuelles.

**Tableau II. A .2** : Valeurs de  $pK_b$  pour quelques amines usuelles [65].

Nom	Formule	$pK_b$
Méthylamine	$CH_3NH_2$	3.35
éthylamine	$C_2H_5NH_2$	3.25
n-propylamine	$CH_3(CH_2)_2NH_2$	3.29
n-butylamine	$CH_3(CH_2)_3NH_2$	3.23
Diméthylamine	$CH_3-NH-CH_3$	3.27
Diéthylamine	$C_2H_5-NH-C_2H_5$	3.5
Triméthylamine	$CH_3-N(CH_3)_2$	4.19
Triéthylamine	$C_2H_5-N(C_2H_5)_2$	2.99

### II-A-5- Effets des amines sur la santé :

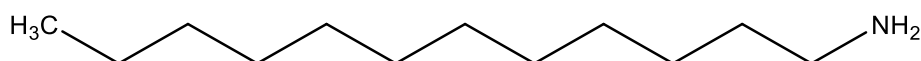
Les amines sont à la base de plusieurs problèmes de santé chez les sujets qui y sont exposés. Elles peuvent causer des irritations cutanées, respiratoires et oculaires étant donné leur caractère basique. Certaines amines aromatiques sont mutagènes ou exercent une action cancérigène, principalement sur la vessie [66].

## Chapitre II : généralité sur les amines et le quartz

### II- A-6- Dodécylamine :

#### II- A - 6-1- Définition :

Dodécylamine ( $C_{12}H_{27}N$ ) est un composé chimique appartenant au groupe des amines aliphatiques. Ce composé agit comme un agent intercalant la dodécylamine qui est utilisée pour la synthèse de tensioactifs. Elle est utilisée, également comme inhibiteur de corrosion des surfaces métalliques. D'après l'institut national des standards et technologies (NIST), la structure de dodécylamine est reportée sur la figure II.A.1.



**Figure II .A.1:** structure chimique de dodecylamine

La poudre est récupérée après plusieurs lavages par l'acétone afin d'enlever l'excès de DDA séchée et broyée, le matériau ainsi obtenu désigné par Zrp-R-DDA est stocké dans les conditions du laboratoire pour subir les différentes caractérisations ultérieures [67].

DDA : Dodecylamine

#### II-A- 6-2- Principaux synonymes $C_{12}H_{27}N$ :

Dodécylamine , 1-dodécylamine , laurylamine , 1-aminododécane , n-dodécylamine, dodécylamine , 1-dodécylamine , lauramine , n-laurylamine , alamine[68].

#### II-A- 6-3- Propriétés de dodécylamine :

- **Nom chimique :** Dodécylamine.
- **Formule moléculaire :**  $C_{12}H_{27}N$ .
- **Nombre d'atomes :** 40.
- **Sourires :** CCCCCCCCCCCCN.
- **Poids moléculaire (g / mol) :** 185.3495.
- **Forme physique :** Cristal Poudre à 20 ° C.
- **Couleur :** blanc.
- **Point d'ébullition :** 259 ° C.
- **Pureté en pourcentage :**  $\geq 97,0\%$ .
- **Point de fusion :** 27-29 ° C.
- **Densité :** 0,806 g / ml à 25 ° C.
- **Température de stockage :** Conserver en dessous de + 30 ° C.

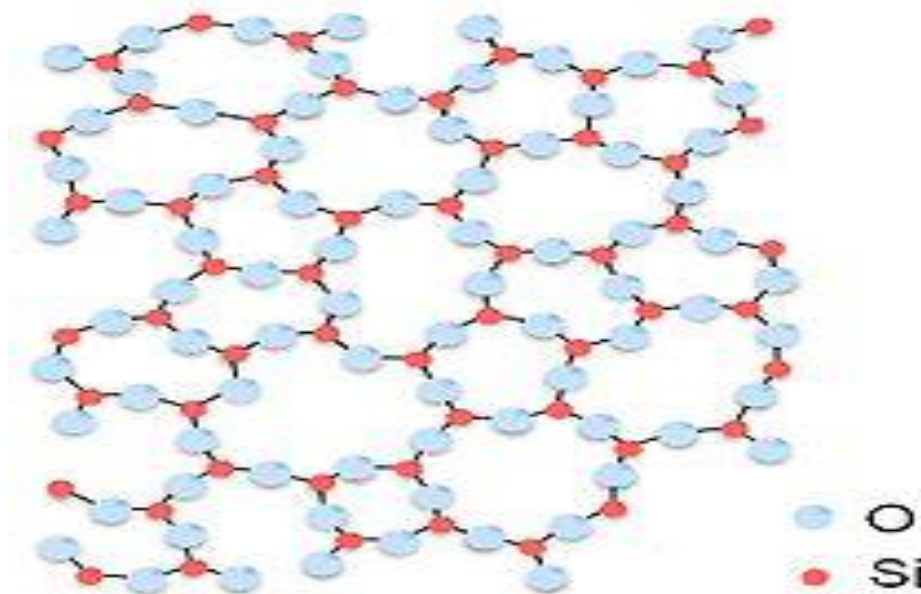
## Chapitre II : généralité sur les amines et le quartz

- **pka:**10.63 (à 25).
- **Stabilité:**Stable. Combustible. Incompatible avec les chlorures d'acide, les acides, les anhydrides d'acide, les agents oxydants.
- **Classe de danger :** 8 [68].

### II.B. Le quartz :

#### II-B-1 -Structure cristalline :

Le quartz est une forme cristalline de la silice. Sa forme cristalline courante est dite forme  $\alpha$ , c'est la forme stable du quartz pour des températures inférieures à 573 °C et à pression ordinaire. Pour des températures supérieures à 573 °C on obtient la forme  $\beta$  ou quartz  $\beta$  qui cristallise dans le système hexagonal. Ce dernier est constitué d'un assemblage de tétraèdres  $\text{SiO}_4$  agencés de manière à ce que chaque oxygène des sommets des tétraèdres soit partagé avec les tétraèdres voisins (Figure II.B.1). Cette forme est stable jusqu'à 870°C et elle est réversible. Au delà de 870°C, le quartz  $\beta$  se transforme en tridymite, forme stable jusqu'à 1470°C, puis en cristobalite entre 1470°C et 1723°C, température de fusion de la silice.



**Figure II.B.1:** Structure cristalline du quartz de forme  $\beta$ .

Au sein du quartz, les liaisons Si-O n'ont pas toutes la même longueur : chaque atome de silicium est entouré de quatre atomes d'oxygène, deux d'entre eux étant situés à une distance de 1,605 Å et les deux autres étant situés à une distance de 1.613 Å [61].

## Chapitre II : généralité sur les amines et le quartz

### II-B-2- Propriétés du quartz :

#### 1- Compositions chimiques de quartz :

$\text{SiO}_2$  : [46,75%→Si, 53,24%→O].

Le reste représente les éléments en faible teneur : Li, Na, Al, H, K, Rb, Ca, Mn, Ti, Cs, Pb, Ag, Sn, Cu, Zn, V, Cr, Et U[69].

#### 2- Solubilité du quartz :

Le quartz résiste à l'action des acides, se dissout seulement dans les acides en ébullition, de même comparativement se dissout dans les solutions basiques. La solubilité du quartz dans l'eau dépend de la pression, la température et l'existence d'autres composants dans la solution [70].

#### 3- Propriétés physiques :

Le quartz est habituellement incolore et transparent. Sa dureté est de 7 sur l'échelle de Mohs et son poids spécifique est de 2.65 g/cm<sup>3</sup>. A température ordinaire il est quasiment insoluble dans la plupart des agents chimiques. Toutefois, l'eau à haute température et à forte pression a la capacité de dissoudre un peu de silice. Son indice de réfraction moyen peu élevé ( $n = 1.54$ ), lui confère un éclat vitreux [69].

**Tableau II.B.1** : Les différentes densités des minéraux de  $\text{SiO}_2$ [71].

Minéral	Température C°	Densité (g/cm <sup>3</sup> )
Quartz $\alpha$	575	2,648
Quartz $\beta$	867	2,533
Tridymite $\alpha$	Ambiante	2 ,655
Tridymite $\beta$	1470	2,192
Cristobalite $\alpha$	1710	2,334
Cristobalite $\beta$	2600	2,194

#### 4- Propriétés piézoélectriques :

La faible symétrie et l'absence d'un centre d'inversion confère au quartz des propriétés piézoélectriques. Cela signifie qu'une plaquette de quartz soumise à une pression mécanique voit apparaître sur chacune de ses faces des charges électriques de signe opposé.

## Chapitre II : généralité sur les amines et le quartz

Réciproquement, l'application à chacune de ses faces de charges électriques designe opposé, déforme légèrement la plaquette – c'est l'effet piézoélectrique(Figure II.B.2) [69].

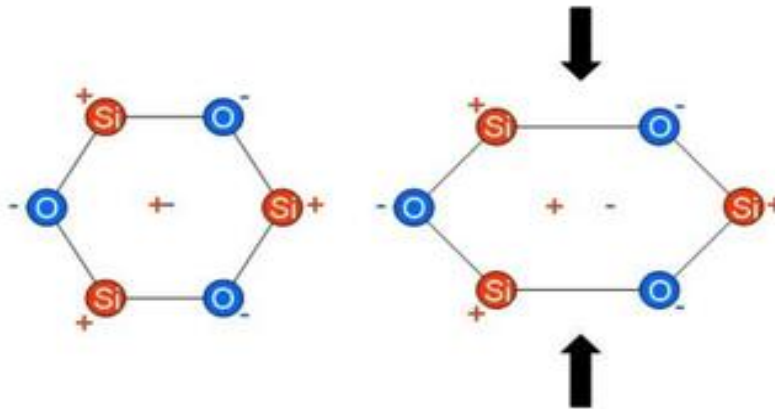


Figure II.B.2: Phénomène de piézoélectrique

### 5-Propriétés optiques :

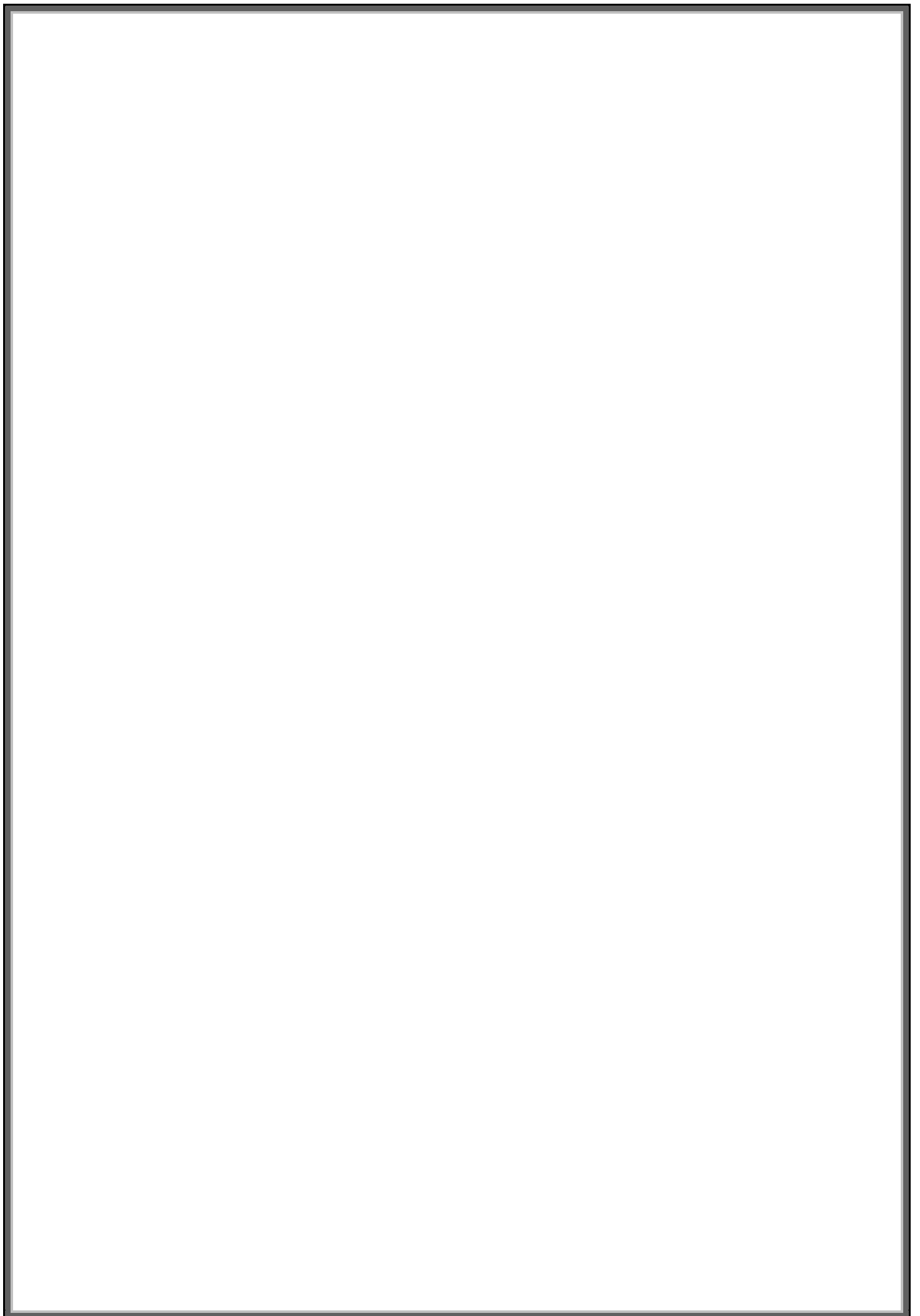
Le quartz peut présenter une fluorescence en fonction des impuretés qui le composent. Il peut également présenter les phénomènes de triboluminescence. On utilise le quartz pour fabriquer les cuves pour mesurer l'absorbance de molécules qui absorbent dans l'UV (ADN par exemple). Les cristaux de quartz sont biréfringents, et présentent une activité optique [72].

### II-B-3- Flottation du quartz :

D'après une recherche bibliographique, le quartz flotte bien en milieu neutre ou faiblement basique pH=7-8,5. Les mesures du la potentiel électrocinétique de la surface minérale du quartz ont montré que ce dernier possède une charge négative en milieu neutre ou faiblement basique pouvant atteindre moins 18 Mv en présence de la chaux en qualité de régulateur de milieu  $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca}(\text{OH})_2$ . Les essais de flottation sur une fraction monominérale pure de quartz, dans l'eau distillée et pH crée par l'acide phosphorique et la chaux, ont montré que le quartz possède une activité de flottation nettement apparente en pH=7-8,5 par comparaison avec celle du phosphate [73].

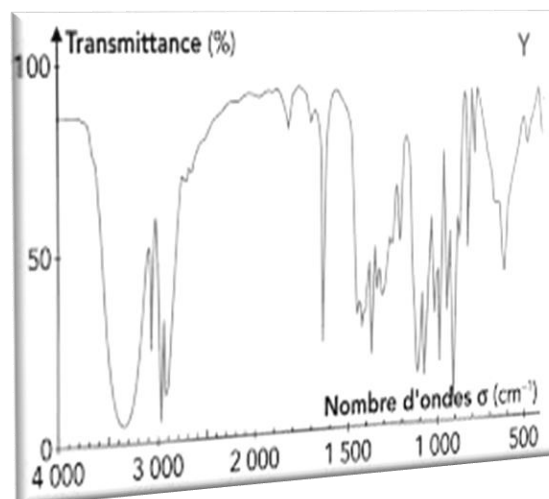
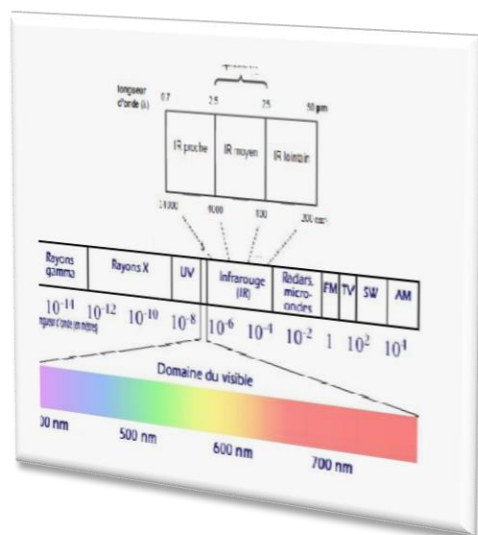
### II-B-5- Utilisation de quartz :

Le quartz est utilisé dans différents domaines de l'industrie. Le sable quartzueux est utilisé dans la production de verre et briques réfractaires, et aussi dans l'industrie chimique, la haute dureté permet également son utilisation en qualité d'abrasif. Le quartz peut être employé, tout comme le silex, pour démarrer un feu : l'étincelle produite par la percussion d'une lame en acier permet d'enflammer un matériau combustible tel l'amadou[72].



## CHAPITRE III

# NOTIONS FONDAMENTALES SUR LA SPECTROSCOPIE INFRA-ROUGE ET LA SPECTROPHOTOMÉTRIE ULTRA-VIOLET-VISIBLE



## Infrarouge et la spectrophotométrie Ultra- Violet-Visible

## III-1-INTRODUCTION :

L'analyse quantitative a pour objet le dosage de divers composés contenus dans un mélange. Les méthodes utilisées peuvent être physiques ou chimiques [74]. L'analyse peut être faite par des méthodes spectroscopiques, qui nous permettent de connaître la composition chimique beaucoup plus rapidement que les dosages classiques, et de faire des analyses simultanées de divers composants avec une grande rapidité, sur une faible quantité d'échantillon [75].

## III-2-LA SPECTROSCOPIE INFRAROUGE :

## III-2-1-Définition:

La technique de la spectroscopie vibrationnelle infrarouge (IR) est devenue aujourd'hui un outil indispensable dans le milieu de la recherche, elle a l'avantage d'être une technique non destructive de l'échantillon. Cette technique est non seulement complémentaire à d'autres méthodes de caractérisation de la matière (par exemple la spectroscopie de masse, la résonance magnétique nucléaire (RMN)), mais fournit aussi des informations, inaccessibles par d'autres techniques, sur la structure, la composition moléculaire et les interactions au sein d'un échantillon. Cette technique est de plus en plus utilisée dans le domaine de l'industrie notamment pour reconstituer la nature chimique d'un produit minéral par identification de bandes d'absorption présentes sur un spectre [22].

L'infrarouge est subdivisé en:

- a. **IR proche** (PIR : de  $0,78 \mu\text{m}$  à  $2,5 \mu\text{m}$ ),
- b. **IR moyen** (MIR : de  $2,5$  à  $50 \mu\text{m}$ )
- c. **IR lointain** (de  $50 \mu\text{m}$  à  $1\ 000 \mu\text{m}$ ) [76].

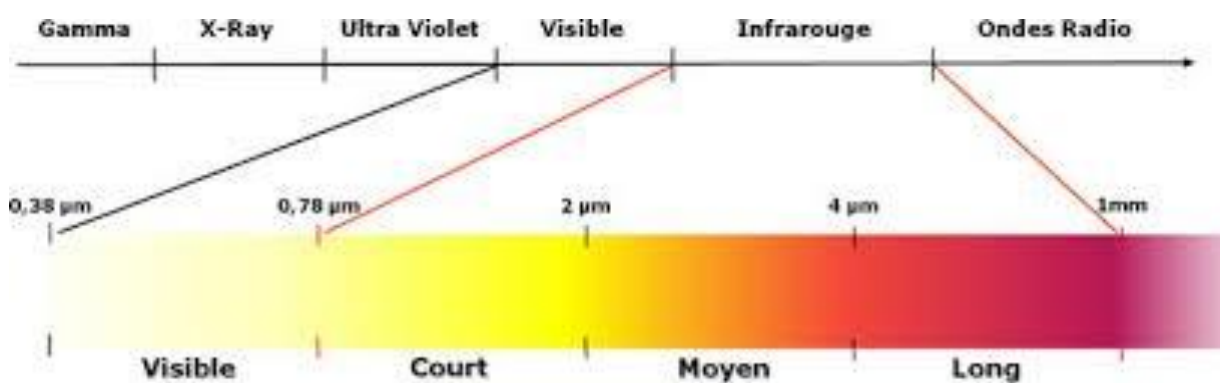


Figure III.1. Spectre électromagnétique



**III-2-2-Principe de la spectroscopie infrarouge :**

La méthode consiste à irradier l'échantillon par un rayonnement infrarouge. Quand la fréquence du rayonnement correspond à une fréquence de vibration des molécules exposées, il se produit un phénomène d'absorption. Ceci se traduit par un pic d'absorption sur le spectre en absorbance [77].

Les spectres obtenus présentent de nombreuses bandes d'absorption qui sont spécifiques à divers groupements atomiques. L'axe des abscisses du spectre infrarouge représente la longueur ou le numéro d'onde et l'axe des ordonnées représente l'intensité ou la transmittance (**T**) qui est le rapport entre le radiant de l'énergie transmise par l'échantillon (**I**) et le radiant de l'énergie incidente (**I<sub>0</sub>**). L'absorbance (**A**) est le logarithme décimal de l'inverse de la transmittance :

$$A = \log_{10}(1/T), A = -\log_{10}(I/I_0)$$

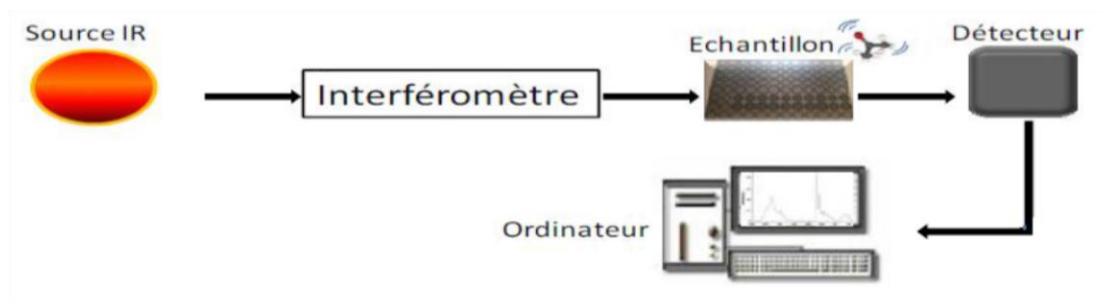
Le spectre de transmittance fournit un meilleur contraste entre les intensités des fortes et les faibles liaisons puisque elle varie entre 0 et 100%, contrairement à l'absorbance qui varie de l'infinité vers zéro [76].

**III-2-3- Appareillage :**

L'appareillage est relativement simple, compact et peu coûteux. Il nécessite :

- ✓ Une lampe émettant un faisceau de lumière infrarouge ;
- ✓ Un interféromètre, permettant de s'affranchir d'un échantillon référence ;
- ✓ Une cellule réceptionnant l'échantillon ;
- ✓ Un détecteur.

Le tout est relié à un ordinateur permettant le traitement du signal obtenu ainsi que le paramétrage de l'analyse [78].



**Figure III- 2 :** Schéma représentant les principaux éléments d'un spectromètre.

**III-2-4- Les modes de vibration**

Dans une molécule, les positions relatives des atomes varient en permanence. Ce phénomène est le résultat du grand nombre de modes de vibration et de rotation autour des liaisons de la molécule. Dans le cas d'une molécule diatomique ou triatomique simple, il est facile de définir le nombre et la nature de ces vibrations et de les relier aux énergies d'absorption. Ce type d'analyse devient difficile, sinon impossible, pour les molécules contenant un plus grand nombre d'atomes. Les grosses molécules possèdent un grand nombre de centres de vibration ; de plus, il faut tenir compte des interactions pouvant se manifester entre ceux-ci [79].

Les vibrations simples peuvent être classées en deux grands groupes : les vibrations d'élongation (stretching) et les vibrations de déformation (bending) et qui se déclinent en

fonction de leur symétrie.

**III-2-4-1- Élongation :**

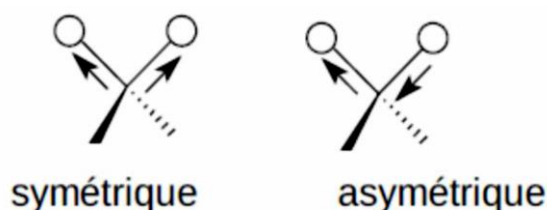
Appelé aussi vibration de valence ou "stretching", ce mode concerne la vibration de la molécule le long de l'axe des liaisons. Ce mouvement implique une variation de la distance interatomique.

Les vibrations d'élongation sont représentées par « $\nu$ ». Ce mode de vibration peut être symétrique ou asymétrique.

**1. *Vibration symétrique ( $\nu_s$ )*** : c'est une vibration avec conservation de la symétrie moléculaire.

**2. *Vibration asymétrique ( $\nu_{as}$ )*** : c'est une vibration avec une perte d'un ou plusieurs éléments de symétrie de la molécule ce qui exige plus d'énergie.

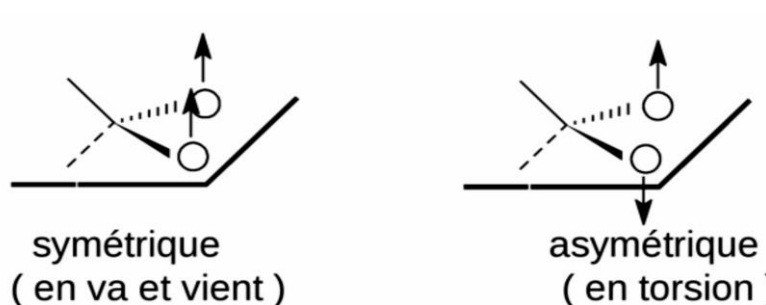
$$\nu_{as} > \nu_s$$



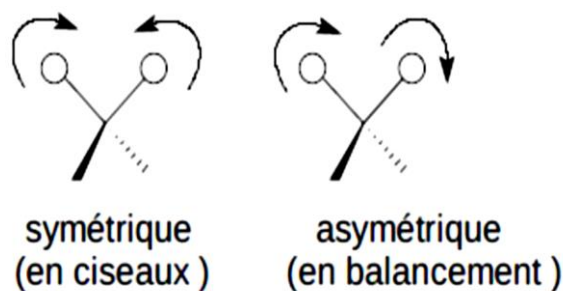
**Figure III- 3** Schéma représentant les vibrations d'élongation (stretching)

**III-2-4-2- Déformations dans le plan et hors du plan :**

En plus de la vibration d'élongation, l'angle des liaisons peut varier : il y a flexion ou déformation. Lors de ce mouvement, la distance interatomique reste constante. Ces déformations peuvent avoir lieu dans le plan des deux liaisons concernées ou hors du plan. Elle est dénotée par le symbole grec  $\Sigma$  suivi du groupement pour les vibrations dans le plan alors que celles qui sont en dehors du plan sont dénotées par  $\gamma$  [80].



**Figure III- 4** Schéma représentant les vibrations de déformation hors du plan notée (*h.p*)



**Figure III- 5** Schéma représentant les vibrations de déformation dans le plan notée (*d.p*)

**III-2-5-Préparation des échantillons :**

- **Les liquides :**

Quand on dispose de peu d'échantillon liquide ou en l'absence de solvant approprié, il est courant de mesurer le spectre du liquide pur. Dans ce cas le film doit être suffisamment mince pour obtenir un spectre satisfaisant. En général, on presse une goutte du liquide déshydraté entre deux lames de sel gemme ; on obtient ainsi une couche dont l'épaisseur est égale ou inférieure à 0,01 mm. Les deux lames collées par capillarité sont ensuite placées dans le faisceau. Il est clair que cette méthode ne conduit pas à des résultats très reproductibles ; les spectres obtenus conviennent néanmoins aux études qualitatives. Les liquides, même

déshydratés, peuvent encore contenir suffisamment d'eau pour dépolir les lames de sel qui doivent être repolies à intervalles réguliers.

- **Les solides :**

La plupart des composés organiques présentent de nombreux pics d'absorption dans l'infrarouge moyen. Dès lors, il est souvent impossible de trouver un solvant qui n'interfère pas et l'on est donc souvent amené à disperser le solide dans une matrice solide ou liquide pour en mesurer le spectre. L'utilisation de cette technique implique le broyage du solide jusqu'à l'obtention de particules dont les dimensions sont inférieures à la longueur d'onde du rayonnement utilisé afin d'éviter les effets de diffusion du rayonnement [79].

- **Les pastilles :**

Pour utiliser cette technique, on mélange environ 1 mg de l'échantillon à analyser finement broyer avec 100 mg d'une poudre sèche de bromure de potassium kbr. Le mélange peut être effectué dans un mortier à l'aide d'un pilon ou mieux, dans un petit broyeur à boucles. Le mélange est alors pressé dans un moule spécial sous une pression de 5 à 8 tonnes par centimètre carré jusqu'à l'obtention d'un disque transparent. On place alors le disque dans le spectromètre, puis le spectre est enregistré en suivant les instructions sur l'appareil [81].

### **III-2-6- Avantages de la spectroscopie IR :**

La spectroscopie infrarouge offre plusieurs avantages d'analyse en comparaison avec les méthodes dispersives :

- Rapide et avec une précision élevée ;
- Auto-calibration interne automatique ;
- Bonne résolution spectrale ;
- La fente d'entrée est remplacée par une iris ce qui fournit un meilleur signal au détecteur qui reçoit plus d'énergie (avantage du multiplexage) ;
- Les longueurs d'onde sont calculées avec une grande précision ;
- Précision sur la fréquence supérieure à 0.01  $\text{cm}^{-1}$  ;
- Très rapide (<60 sec/spectre) ;
- Elle permet d'analyser aussi bien les matériaux organiques que les matériaux inorganiques.

**III-2-7- Domaine applications de la spectroscopie IRFT :**

La spectroscopie infrarouge est très répandue dans la recherche académique et l'industrie en tant que technique simple et sûre de mesure, de contrôle de qualité et de mesure dynamique. Elle est sans doute la technique de spectroscopie appliquée la plus utilisée.

Elle est, par exemple, utilisée en :

- Médecine légale : identification des composés ;
- Industrie de la micro-électronique : pour la caractérisation des matériaux ;
- Environnement : pour la caractérisation de polluants ou de contaminants ;
- Pharmacie : pour la caractérisation des composés et notamment la répartition du principe actif ;
- Géologie : pour l'analyse de minéraux par micro-spectrométrie infrarouge ;
- Agroalimentaire : pour l'identification de contaminants (champignons, bactéries) [22].

**III-3 La spectrophotométrie Ultra-violet et Visible :****III-3-1 Définition :**

La spectroscopie ultraviolet-visible ou spectrométrie ultraviolet-visible est une technique de spectroscopie mettant en jeu les photons dont les longueurs d'onde sont dans le domaine de l'ultraviolet (200 nm – 400 nm), du visible (400 nm – 750 nm) ou du proche infrarouge (750 nm -1 400 nm). Soumis à un rayonnement dans cette gamme de longueurs d'onde, les molécules, les ions ou les complexes sont susceptibles de subir une ou plusieurs transitions électroniques. Les substrats analysés sont le plus souvent en solution, mais peuvent également être en phase gazeuse et plus rarement à l'état solide. Le spectre électronique est la fonction qui relie l'intensité lumineuse absorbée par l'échantillon analysé en fonction de la longueur d'onde [82].

**III-3-2 Principe**

La spectrophotométrie UV-Visible est basée sur l'interaction des radiations lumineuses et de la matière dans le domaine du proche ultraviolet (UV) au très proche infrarouge (IR), soit entre 180 et 1100 nm.

Infrarouge et la spectrophotométrie Ultra- Violet-Visible

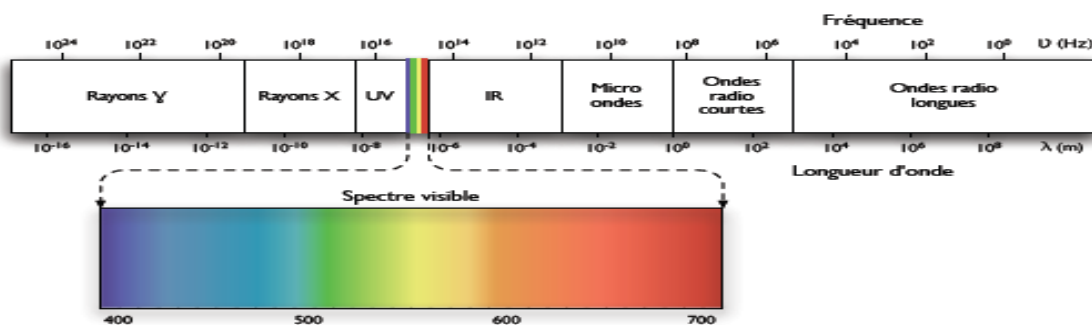


Figure III.6: Spectre électromagnétique

Cette partie du spectre apporte peu d'informations structurales, mais a beaucoup d'importance en analyse quantitative. Les calculs d'absorbance des composés dans le proche UV et le visible par application de la loi de B er-Lambert constituent la base de la m thode connue sous le terme g n ral de colorim trie pour tout spectre enregistr  dans le visible.

III-3-3- Appareillage :

Un spectrophotom tre est constitu  de la r union de trois parties distinctes : la source, le syst me dispersif et le d tecteur. L' chantillon est intercal  sur le trajet optique avant ou apr s le syst me dispersif.

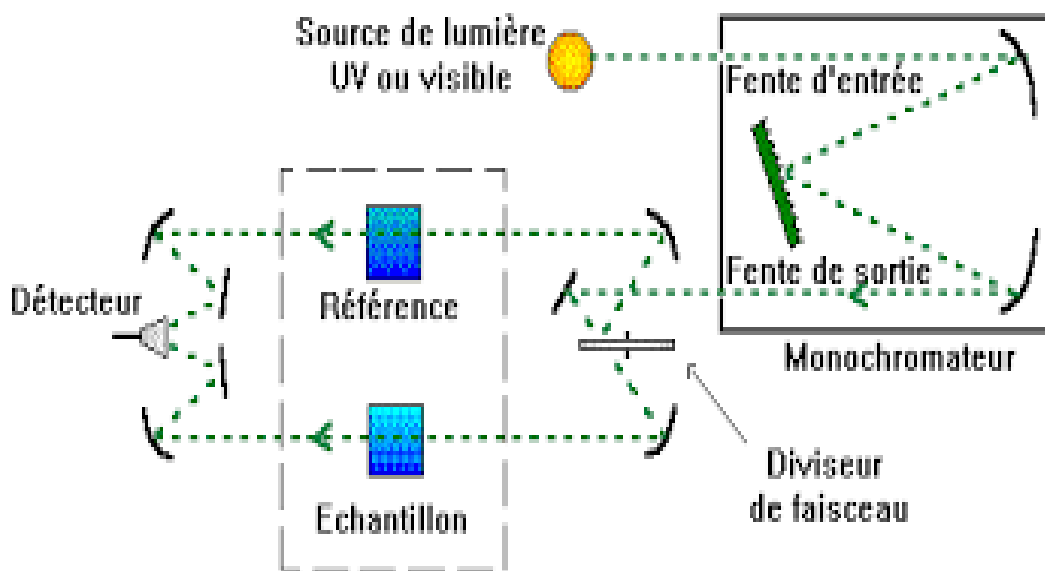


Figure III-7: Le Spectrophotom tre UV-Visible.

- a) **Source lumineuse** :elle est constitu e par une lampe   d charge au deut rium utilis e dans le Domaine de longueurs d'onde inf rieures   350 nm et, pour la partie visible de spectre, par une lampe   filament de tungst ne.

- b) **Monochromateur** :l'élément de base est un prisme, un réseau ou un filtre coloré. Le rôle du monochromateur est d'isoler le rayonnement sur lequel on fait la mesure. Il est composé principalement d'un système dispersif, d'une fente d'entrée et d'une fente de sortie.
- c) **Cuve** :elle contient soit l'échantillon soit la référence. Elle doit être transparente aux radiations étudiées. Dans le domaine de l'UV, les cuves sont en quartz, elles ne peuvent être ni en verre ni en plastique.
- d) **Détecteur** :il est composé par une photodiode (semi-conducteur), une barrette de diodes ou un photomultiplicateur. Le domaine spectral de l'UV-Visible est largement exploité en analyse quantitative.Les mesures reposent sur la loi de Béeer-Lambert qui relie, moyennant certaines conditions, l'absorption de la lumière par un composé à sa concentration [78].

#### III-3-4 Principe de la loi de Béeer-Lambert :

La spectrophotométrie est une technique d'analyse dans laquelle des radiations lumineuses d'intensité ( $I_0$ ) traversent l'échantillon à analyser et cela provoque des transmissions électroniques entre les différents niveaux d'énergie des molécules. Une partie de ces radiations est absorbée par l'échantillon et une partie est transmise ( $I$ ) [83].

Pour étudier la relation entre  $I_0$  et  $I$ , on se base sur la loi de Béeer - Lambert :

$$A = \epsilon c l = \log I_0 / I$$

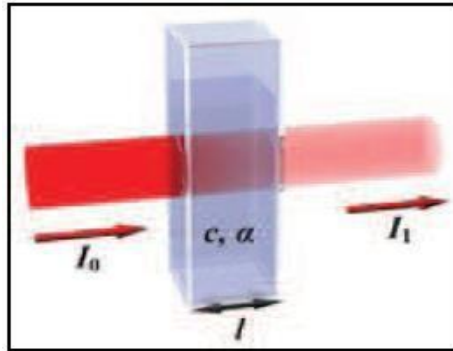
$I_0 / I$ : Transmittance de la solution.

$I_0$  : l'intensité du rayon incident.  $I$  : l'intensité du rayon transmis.

$\epsilon$ : coefficient d'absorption ;  $c$ 'est une caractéristique de la substance étudiée à une longueur d'onde donnée (en **L.mol<sup>-1</sup>.cm<sup>-1</sup>**).

$l$ : épaisseur de la cuve (en **cm**).

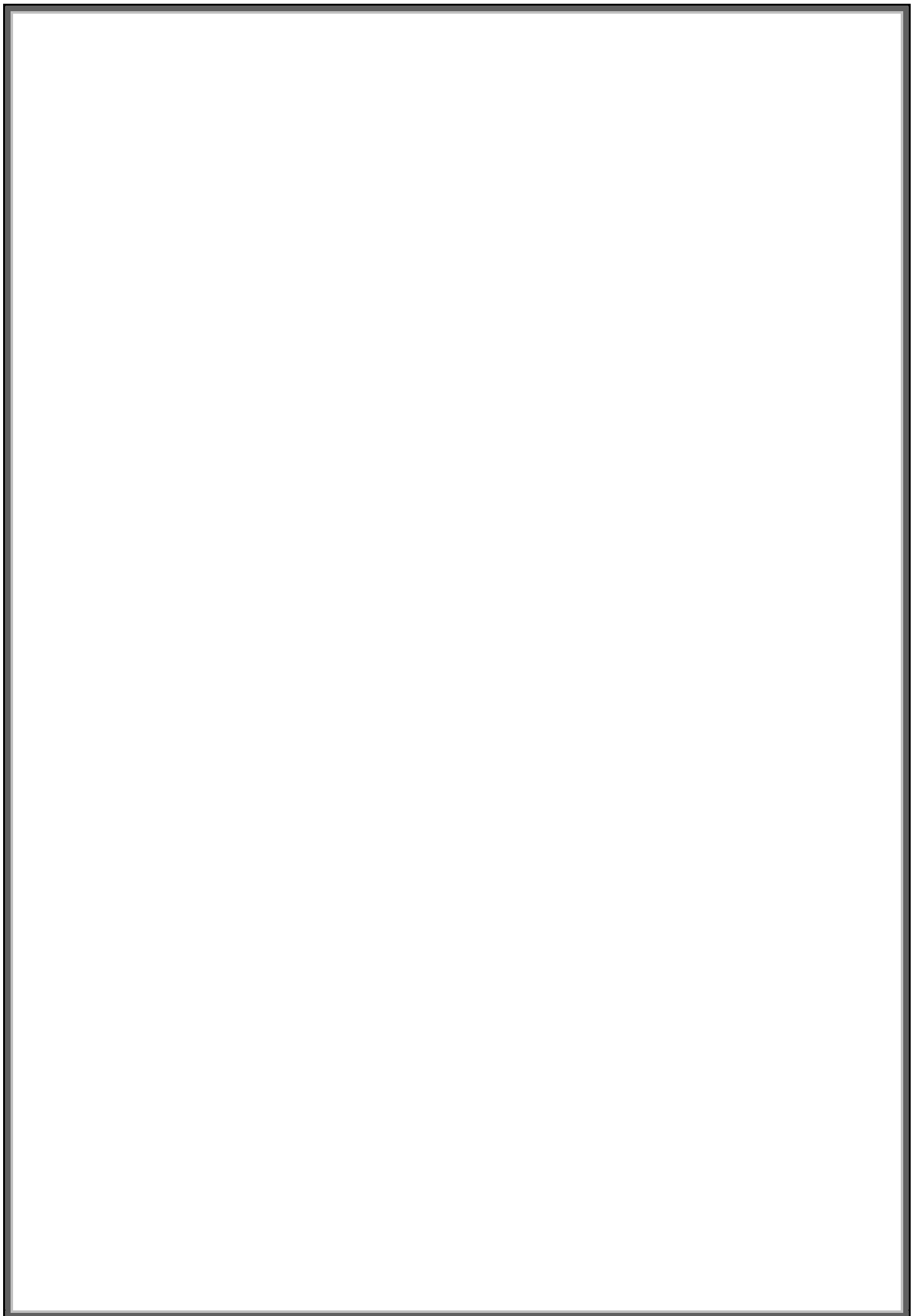
$c$ : concentration du soluté (en **mg/L**)[84].



FigureIII-8 : La loi de B er Lambert

L'absorbance varie avec la longueur d'onde de la lumi re : elle passe par un maximum qui correspond   une longueur d'onde pour laquelle la sensibilit  est maximale [85].





## **CHAPITRE IV : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS**



**Introduction :**

Nos travaux visent l'étude qualitative d'une adsorption de collecteur sur la surface du quartz par spectroscopie IR. L'étude qualitative de l'adsorption des collecteurs sur les surfaces minérales est un facteur essentiel pour l'élaboration d'une technologie d'enrichissement et de concentration des minerais par flottation [86, 87].

L'interprétation des spectres infrarouges nécessite de connaître les bandes d'absorption. La table IR ci-dessous indique avec précision les absorptions IR des différents groupes fonctionnels en indiquant la liaison concernée, le type de vibration, la plage de nombre d'onde et l'intensité.

- Les **vibrations de valence** sont notées  $\nu$  et celles d'**élongation**  $\delta$ .
- Notation pour l'intensité: **F** pour forte et **M** pour moyenne [88].

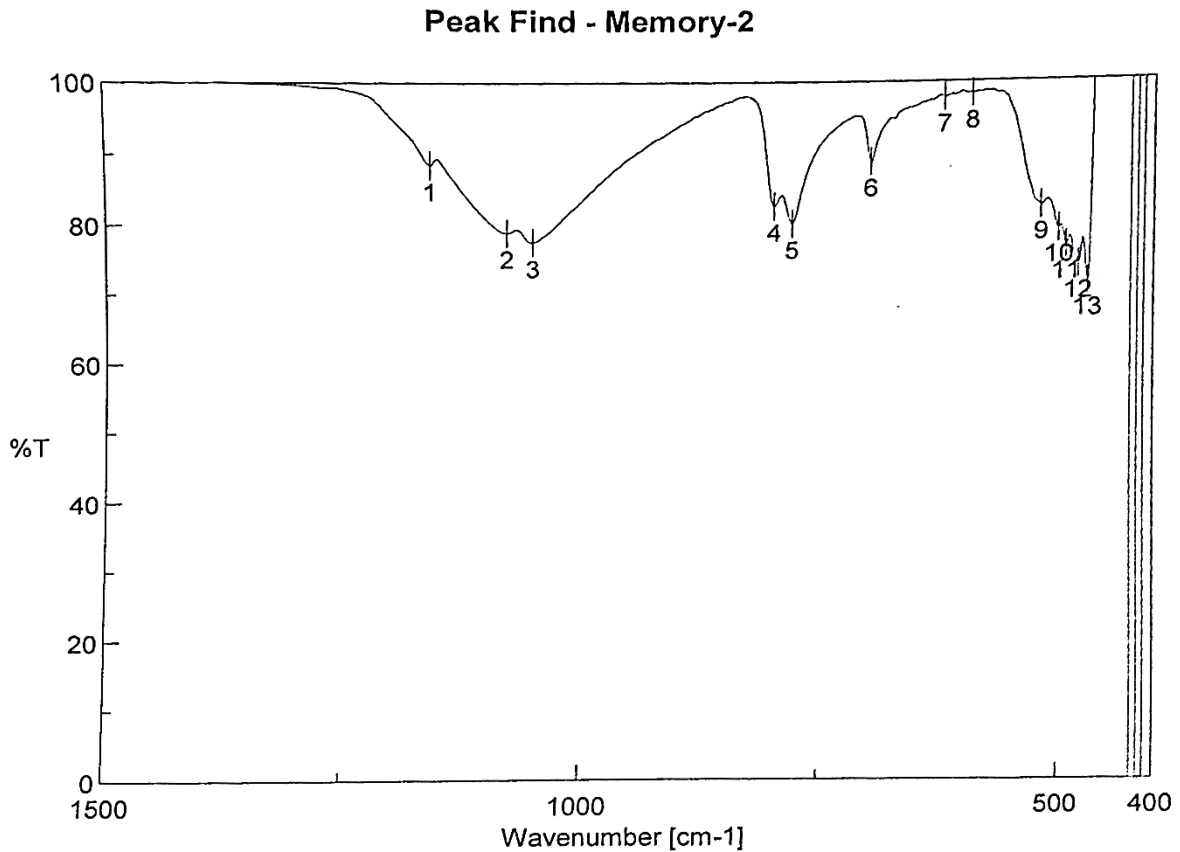
**Tableau-IV :** Les absorptions IR des différents groupes fonctionnel.

Liaisons	Vibration	Nombre d'onde	Intensité	Commentaires
<b>Liaison C-H</b>	$\nu$ Csp <sup>3</sup> -H	de 2850 à 3000 cm <sup>-1</sup>	F	Plusieurs bandes
	$\delta$ Csp <sup>3</sup> -H dans le plan	autour de 1400 cm <sup>-1</sup>	F	Plusieurs bandes
<b>liaison C-H de CH<sub>2</sub></b>	$\delta$ Csp <sup>3</sup> -H hors du plan	vers 730 cm <sup>-1</sup>	M	si chaîne de CH <sub>2</sub> supérieure à 4
<b>liaison C-H</b>	$\nu$ Csp <sup>2</sup> -H	vers 3050 cm <sup>-1</sup>	M	si 1 on a un proton sur un Csp <sup>2</sup>
<b>liaison C-H</b>	$\delta$ Csp <sup>2</sup> -H	985 et 910 cm <sup>-1</sup>	M à F	2 bandes
<b>liaison O-H des acides carboxyliques</b>	$\nu$ O-H	entre 2900 et 3300 cm <sup>-1</sup>	F	bande large
<b>liaison C-O des acides carboxyliques</b>	$\nu$ C-O	entre 1200 et 1320 cm <sup>-1</sup>	F	
<b>liaison O-H des acides carboxyliques</b>	$\delta$ O-H	entre 1350 et 1450 cm <sup>-1</sup>	M	1 bande supplémentaire entre 850 et 950 éventuellement
		2ème bande entre 1400 et	F	

		1450 cm <sup>-1</sup>		
<b>liaison N-H des amides</b>	vN-H	entre 3050 et 3500 cm <sup>-1</sup>	M	2 bandes larges
<b>liaison N-H des amides substituées</b>	vN-H	entre 3050 et 3400 cm <sup>-1</sup>	M	1 seule bande large
<b>liaison C=O des amides</b>	vC=O	entre 1630 et 1710 cm <sup>-1</sup>	F	
<b>liaison N-H des amides</b>	γN-H	entre 600 et 700 cm <sup>-1</sup>	M à F	1 bande large
<b>liaison N-H des amides</b>	δN-H	vers 1640 cm <sup>-1</sup>		recouverte par celle du C=O
<b>liaison C-N</b>	vC-N	entre 1020 et 1220 cm <sup>-1</sup>	M	
<b>liaison N-H des amines primaires</b>	vN-H	1ère bande entre 3300 et 3500 cm <sup>-1</sup>	M	
		2ème bande entre 3200 et 3400 cm <sup>-1</sup>	M	
<b>liaison N-H des amines secondaires</b>	vN-H	entre 3100 et 3500 cm <sup>-1</sup>	M	
<b>liaison N-H des amines primaires</b>	δN-H	1ere bande entre 1550 et 1650 cm <sup>-1</sup>	F	
		2ème bande entre 650 et 900 cm <sup>-1</sup>	M	bande large
<b>liaison N-H des amines secondaires</b>	δN-H	1ere bande entre 1500 et 1600 cm <sup>-1</sup>		pas toujours visible
		2ème bande entre 650 et 900 cm <sup>-1</sup>	M	bande large
<b>amines aromatiques</b>		entre 1250 et 1350 cm <sup>-1</sup>		
<b>triple liaison des nitriles</b>		entre 2200 et 2400 cm <sup>-1</sup>		
<b>groupement nitro (NO<sub>2</sub>)</b>		1ère bande entre 1500 et 1570 cm <sup>-1</sup>		
		2ème bande entre 1300 et 1370 cm <sup>-1</sup>		

### IV-1 Caractérisation de quartz pur par spectroscopie infrarouge :

Le quartz utilisé dans cette étude est sous forme de poudre blanche.

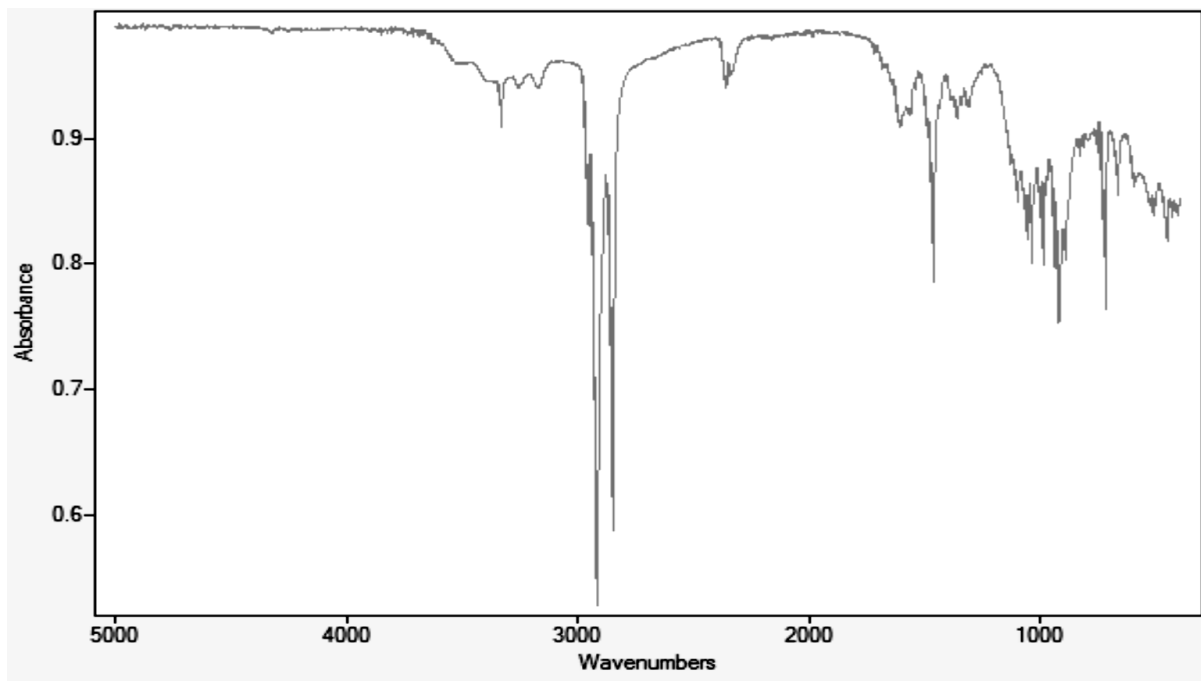


**FigureIV-1:** Spectre IR de quartz pur

- A **1163.83 cm<sup>-1</sup>** une bande large très très faible provient de vibration d'élongation symétrique et asymétrique ( $\nu_s$  et  $\nu_{as}$ ) de SiO<sub>2</sub> du domaine [1100\_ 1300cm<sup>-1</sup>].
- Deux bandes d'aspect très large, d'intensité faible au voisinage de **1081.87cm<sup>-1</sup>** et à **1054.87cm<sup>-1</sup>** dû aux vibrations d'élongation des liaisons Si-O symétriques et asymétriques ( $\nu_s$  et  $\nu_{as}$ ) de groupement SiO<sub>4</sub>.
- Deux bandes, d'aspect large voisins, très faibles à **777.172** et **796.457cm<sup>-1</sup>** caractéristique des vibrations d'élongation de liaisons O-Si symétriques et asymétriques du groupement Si-O-Si.

- A  $694.248 \text{ cm}^{-1}$  une bande mois large très faible, peut être résulte a vibration d'élongation du groupement fonctionnelle OH (la fonction hydroxyde OH).
- A  $467.653 \text{ cm}^{-1}$  une bande d'aspect fine faible provient aux modes vibrationnels de déformation du système tétraédrique  $\text{SiO}_4$ .

#### IV-2 Caractérisation du dodécylamine en qualité de collecteur pour le quartz par spectroscopie infrarouge :



FigureIV-2 :Spectre IR de dodécylamine.

##### IV-2-1 Interprétation spectrale par infrarouge des pics caractéristique de dodécylamine

Le spectre infrarouge du composé cité ci-dessus révèle les bandes d'adsorption suivantes :

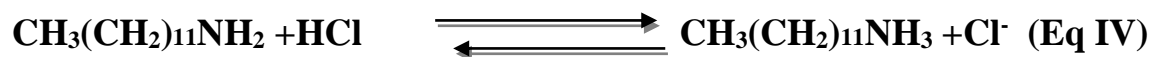
- Deux bandes proches fines intenses à  $2912\text{-}2843 \text{ cm}^{-1}$ , due à la vibration d'élongation asymétrique du groupe méthylène ( $\nu_{\text{Csp}^3\text{-H}}$ ) donc les deux bandes caractérisent le groupe  $\text{CH}_2$ .
- Une bande faible moins large à  $1607 \text{ cm}^{-1}$  due à la vibration de déformation symétrique dans le plan ( $\delta_{\text{N-H}}$ ) des liaisons NH du groupement  $\text{NH}_2$ .

- A **1462 cm<sup>-1</sup>** une bande fine faible due à la vibration de déformation symétrique (**δCsp<sup>3</sup>-H**) dans le plan des groupements CH<sub>2</sub>.
- Une bande très large à **1190- 838 cm<sup>-1</sup>** due à la vibration de déformation νN-H hors plan (**h.p**) des liaisons NH du groupement NH<sub>2</sub>.
- A **719 cm<sup>-1</sup>** une bande d'aspect fine moyenne due à la vibration de déformation asymétrique δCsp<sup>3</sup>-H hors du plan, liaison C-H du groupement CH<sub>2</sub>.

#### IV-3 Etude qualitative de l'adsorption des collecteurs à base d'amine par spectroscopie infrarouge :

La détermination qualitative de l'adsorption de collecteur cationique à base d'amine sur la surface minérale de quartz a été effectuée par spectroscopie infrarouge.

Afin de préparer le collecteur, la réaction de l'acide (HCL) avec l'amine (dodecylamine) selon la réaction suivante :



#### Le mode opératoire :

- ✓ Préparation de la solution diluée de HCL (10.169M /100ml) :

Dans une fiole de 100ml, nous mettons un peu d'eau pour éviter la volatilisation de l'acide, puis mettons une quantité de 1ml d'acide concentré et secouons, puis ajoutons l'eau à la moitié du volume en agitant continuellement, et complétons le volume de la ligne de calibre avec de l'eau.

- ✓ Le volume de HCL correspondant à un volume de 30 mg de dodecylamine M(C12)=185g /mol :

$$\begin{array}{l} 185\text{g} \quad 1\text{mol} \quad \longrightarrow \quad 1\text{mol} \\ 30 \cdot 10^{-3}\text{g} \quad \longrightarrow \quad n \text{ mol} \end{array}$$

$$n_{\text{C12}} = (30 \cdot 10^{-3} \cdot 1) / 185 = 162 \cdot 10^{-4} \text{mol}$$

$$V_{\text{HCl}} = (1.62 \cdot 10^{-4} \cdot 1000) / 0.1 = 1.62 \text{ml}$$

- ✓ Préparation de la première solution (S1) :

-Dans une fiole de 50ml, nous mettons une quantité de 30mg de dodecylamine (en ajoute quelque ml de éthanol pour la solubilité de l'amine), puis mettons 1.62ml de HCL (solution diluée), et complétons le volume de la ligne de calibre avec de l'eau.

✓ Préparation de la deuxième solution (S2) :

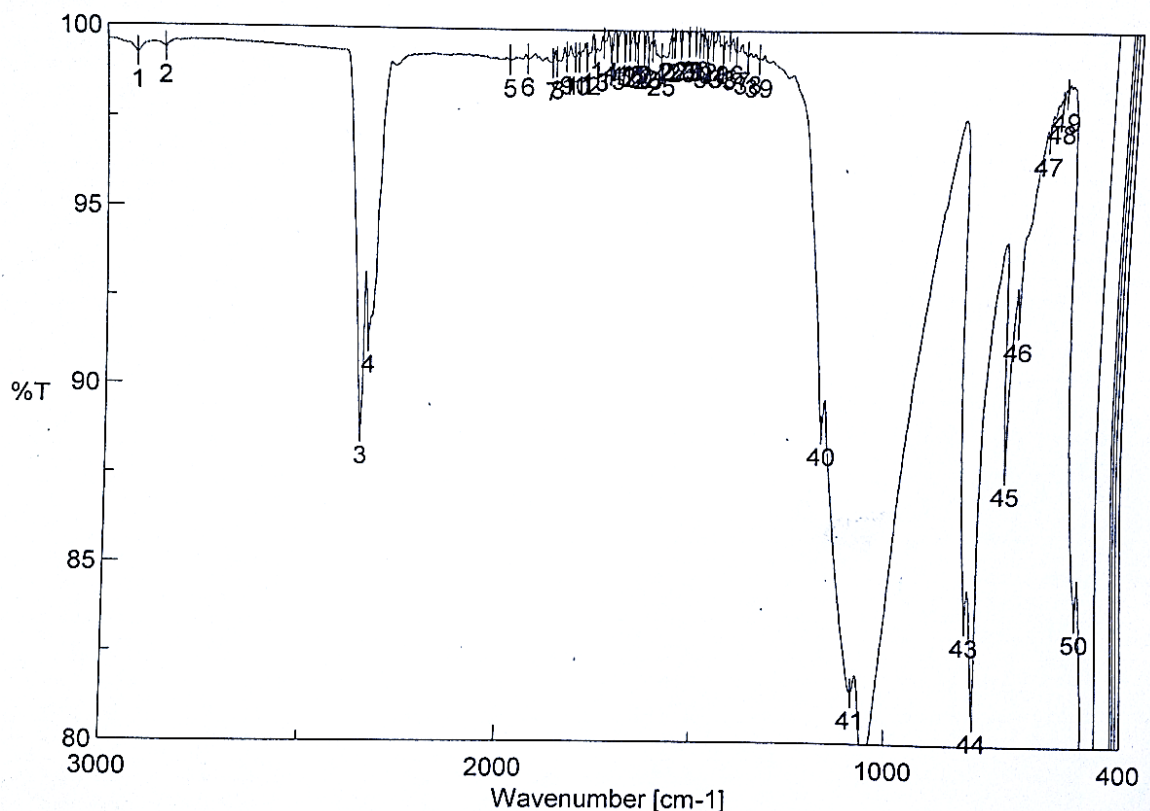
-Dans une fiole de 50ml, nous mettons une quantité de 0.5g de quartz, et en ajoute l'eau, puis on ajoute quelques gouttes de la solution d'oxyde de calcium ( $\text{Ca(OH)}_2$ ) à 5% ( $\text{CaO} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{Ca(OH)}_2$ ), pour assurer un pH entre 7,8-8,5, après agitation du mélange durant 1 à 2 minutes.

-Le quartz ne se dissout pas dans l'eau, mais donne plutôt une solution d'émulsion.

✓ Préparation de la mélange de quartz traité par un collecteur cationique à base d'amine :

-Dans un bécher de 200 ml, on met les deux solutions sous un agitateur magnétique pendant deux minutes, puis on laisse reposer le mélange pendant 5 minutes, enfin ce dernier étant filtré avec du papier filtre et laissé sécher à une température ambiante à l'air libre.

**IV-3-1- Interprétation spectrale par infrarouge IR de quartz traité par un collecteur cationique à base d'amine :**



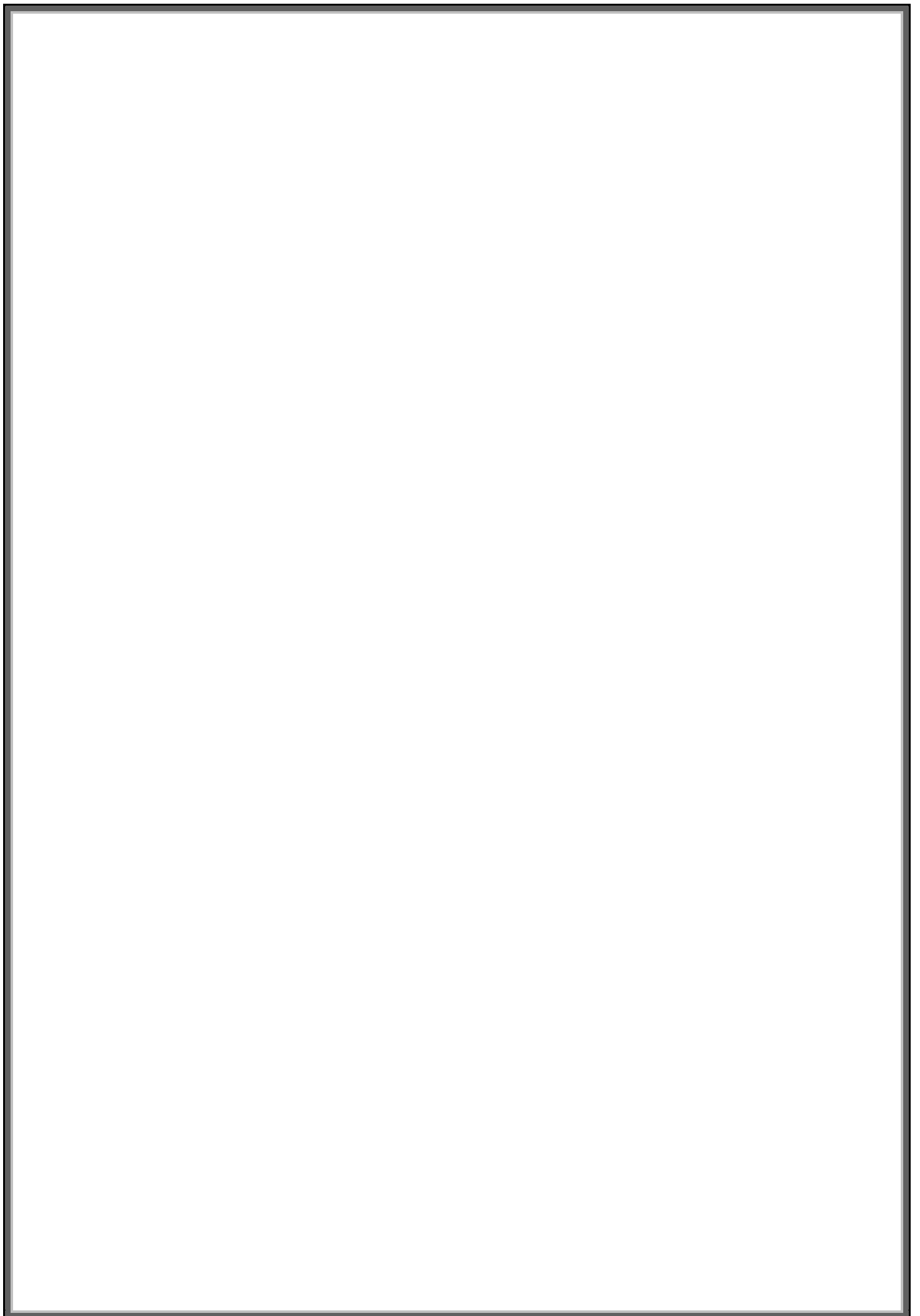
**Figure.IV.3 :** Spectre IR de quartz traité par un collecteur cationique à base dodécylamine:

L'analyse spectrale par IR du quartz traité par un collecteur cationique à base d'amine (C12),



Confirme une adsorption certaine traité révèle les bandes suivantes :

- ❖ A **2924,52 cm<sup>-1</sup>** et **2853,17 cm<sup>-1</sup>** : deux bandes larges très faibles due à la vibration d'élongation asymétrique des liaisons C-H ( $\nu_{Csp^3-H}$ ) du groupement (-CH<sub>2</sub>) ;
- ❖ Une bande fine faible d'intensité moyenne à **2956 cm<sup>-1</sup>** due à la vibration d'élongation asymétrique du groupement fonctionnel méthyle CH<sub>3</sub> CH<sub>3</sub>-(CH<sub>2</sub>)-NH<sub>2</sub> ;
- ❖ La dernière bande dans l'intervalle **2850—3000 cm<sup>-1</sup>** caractéristique des groupements alkyles CH<sub>2</sub> et CH<sub>3</sub> ;
- ❖ Une bande moyenne à **2852 cm<sup>-1</sup>** due à la vibration symétrique du groupement fonctionnelle CH<sub>2</sub>.



## ***CONCLUSION GÉNÉRALE***

## Conclusion générale

### Conclusion générale :

L'objectif de ce travail était l'étude de l'adsorption d'une amine sur le quartz decouté qualitative, par la préparation d'un sel d'amine à partir d'une réaction simple entre un acide forte (HCl) et une amine aliphatique primaire (dodecylamine).

La synthèse des résultats obtenus se résume dans les points suivants :

- De bons résultats obtenus d'adsorption de l'amine sur le quartz sont révélés par la méthode d'analyse essentielle la spectroscopie infrarouge.
- Les deux bandes dans l'intervalle **2850-3000 cm<sup>-1</sup>**interpréter indiquent clairement laprésence de l'adsorption (collecteur).

## Résumé

L'objectif de notre travail est l'étude qualitative de l'adsorption d'un collecteur (dodecylamine) sur la surface de quartz. L'étude qualitative, réalisée à l'aide de spectroscopie IR, a montré une bonne superposition du dodécylamine sur l'adsorbant en question. Cette adsorption est traduite, bien entendu, par l'apparition des bandes caractéristiques de l'adsorbat.

**Mots clés :** adsorption, Quartz, dodecylamine, spectroscopie FTIR.

## الملخص

الهدف من عملنا هو الدراسة النوعية لاممتاز المجمع (دوديسيلامين) على سطح الكوارتز. أظهرت الدراسة النوعية، التي أجريت باستخدام التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء، تراكبًا جيدًا للدوديسيلامين على المادة الماصة المعنية. ينعكس هذا الامتزاز، بالطبع، من خلال ظهور العصابات المميزة لاممتاز الكلمات المفتاحية: الامتزاز، الكوارتز، الدوديسيلامين، التحليل الطيفي للأشعة تحت الحمراء.

## Abstract

The objective of our work is the qualitative study of the adsorption of a collector (dodecylamine) on the surface of quartz. The qualitative study, conducted using IR spectroscopy, showed a good overlay of dodylamine on the adsorbant in question. This adsorption is translated, of course, by the appearance of the characteristic bands of the adsorbat

**Keywords:** adsorption , Quartz, dodecylamine, spectroscopy IRTF

# ***RÉFÉRENCE***

## référence

1. Smith, R.W. and J. L Scott, *Mechanisms of Dodecylamine Flotation of Quartz*. Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, 1990. **7**(2): p. 81-94.
2. Blazy, P., *Essai de synthèse sur les modes d'adsorption ionique en flottation*. Mineralium Deposita, 1966. **1**(1): p. 67-71.
3. Ilunga, G.K., *Amélioration du rendement de récupération du cobalt en fractionnant le booster et le tall-oil comme activant*. 2015, Université de Kolwezi.
4. Knani, S., *Contribution à l'étude de la gustation des molécules sucrées à travers un processus d'adsorption. Modélisation par la physique statistique*. Thèse de Doctorat, 2007.
5. Desjardins, R., *Le traitement des eaux*. 1997: Presses internationales Polytechnique.
6. Azzouzi, M. *Persistance, mobilité et photodégradation de l'imazapyr dans le sol et l'eau*. 1999.
7. Arias, M., M. Barral, and J. Mejuto, *Enhancement of copper and cadmium adsorption on kaolin by the presence of humic acids*. Chemosphere, 2002. **48**(10): p. 1081-1088.
8. Marsteau, S., *Traitement des gaz dangereux captés sur les lieux de travail (institut national de recherche et de sécurité inrs)*. Département Ingénierie des procédés, 2005.
9. SEDIRA, N., *Etude de l'adsorption des métaux lourds sur un charbon actif issu de noyaux de dattes*. 2013, University of Souk Ahras.
10. Tognonvi, M.T., *Physico-chimie de la gélification du silicate de sodium en milieu basique*. 2009, Limoges.
11. Hemati, M., *Notes de cours de : L'adsorption Industrielle*. Toulouse INP-ENSIACET (A7).
12. Al Mardini, F., *Etude de l'adsorption du pesticide Bromacil sur charbon actif en poudre en milieu aqueux Effet compétiteur des matières organiques naturelles*. Université de Poitiers (France), 2008.
13. Rachidi, M., *Etude de l'adsorption de l'Octaéthylporphyrine de Nickel sur les apatites phosphocalciques*. Mémoire de CEA, 1994.
14. CHOUCANE, T., *Synthèse, caractérisation et application de matériaux catalytiques*. 2010, Université Badji Mokhtar de Annaba.
15. Koller, E., *Aide-mémoire Génie chimique. 2ème édition DUNOD*. 2001, Paris.
16. BOUAZZA, F., *Adsorption des polluants organiques par des argiles modifiées par la cellulose*. 19-06-2019.

## référence

17. Meunier, F. and L.-M. Sun, *Adsorption aspects théoriques*. Techniques de l'ingénieur Procédés de traitement des eaux potables, industrielles et urbaines base documentaire: TIB318DUO (ref. article: j2730), 2003.
18. de FLORA, S., *Mechanism of chromium (VI) metabolism and genotoxicity*. Life Chem. Rep., 1989. **7**: p. 169-244.
19. Yahiaoui, N., *Etude de l'adsorption des composés phénoliques des margines d'olive sur carbonate de calcium, hydroxyapatite et charbon actif*. mémoire de magister, université de Tizi Ouzou, 2012.
20. BOUGHAITA, M.I., *Essais de dépollution des eaux contaminées par un composé organique par l'utilisation de nouveaux biosorbants*. 2018.
21. Guignard, D., *L'essentiel de la cinétique et de la thermodynamique chimique: à travers les problèmes de concours*. 1992.
22. BOURAHLA, S., *Etude des phénomènes d'adsorption par la spectroscopie IRTF*, in *Sciences de la Matière*. 2018, Abdelhamid Ibn Badis-Mostaganem.
23. Bouchelkia, N., *Etude de l'élimination du plomb, du zinc et du cadmium par adsorption sur un charbone actif préparé à base des noyaux de jujuba*. 2015, Université Abderrahmane Mira- Bejaia.
24. El M'Rabet, M., *Contribution à l'étude de l'adsorption du carbofuran et du phénamiphos par les complexes argilo-humiques et par les sols et de la biodégradation du carbofuran*. These, Université Ibn-Tofail, Ké nitra, 2002.
25. Seiber, J.N., *Principles Governing Environmental Mobility and Fate*, in *Pesticides*. 1987, American Chemical Society. p. 88-105.
26. Hamane, D., *Adsorption des ions pb+ 2 en solutions aqueuses par la bentonite et la sciure de bois d'eucalyptus*. 2005, Université des Sciences et de la Technologie « Houari Boumediene ».
27. Nandi, B.K., A. Goswami, and M.K. Purkait, *Adsorption characteristics of brilliant green dye on kaolin*. Journal of Hazardous Materials, 2009. **161**(1): p. 387-395.
28. Errais, E., *Réactivité de surface d'argiles naturelles: Etude de l'adsorption de colorants anioniques*. 2011, Université De Strasbourg.
29. Meunier, F. and L.-M. Sun, *Adsorption aspects théoriques*. Techniques de l'ingénieur Procédés de traitement des eaux potables, industrielles et urbaines base documentaire: TIB318DUO (ref. article: J 2 730v2), 2016.
30. Kloutse Ayevide, F., *Séparation et purification des gaz par adsorption: études expérimentales et théoriques*. 2019, Université du Québec à Trois-Rivières.
31. Clause, M., *Étude d'un procédé d'adsorption TSA (Temperature Swing Adsorption) à chauffage et refroidissement indirects*. 2003, Conservatoire national des arts et metiers - CNAM: INSA-Lyon.



## référence

32. Lagherie, C., *Notes de cours d'adsorption*. ENSIGC de Toulouse, France, 1993.
33. Manole Creanga, C., *Procédé AD-OX d'élimination de polluants organiques non biodégradables: par adsorption puis oxydation catalytique*. 2007, L'institut National Polytechnique De Toulouse.
34. Slama, H.G.B., *Préparation et modification de carbones activés pour l'adsorption de polluants organiques émergents: molécules pharmaceutiques et liquides ioniques*. 2015, Université de Tunis El Manar.
35. Fiani, E., *Adsorption de polluants gazeux sur des filtres de charbon actif. Modélisation des échanges couples de matière et de chaleur*. 2000, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne.
36. Bounif, R., *Conception d'une colonne à lit fixe au charbon actif granulé appliquée à l'étude dynamique de l'adsorption de bleu de méthylène*. 2017, Université Akli Mohand Oulhadj - Bouira.
37. Misra, C., *Industrial Alumina Chemicals* A.T. Center, Editor. 1986, ACS Monograph Washington, DC, .
38. Caillère, S., S. Hénin, and M. Rautureau, *Minéralogie des argiles*. 1982: Masson.
39. Dextreit, R., *L'argile qui guérit, Mémento de Médecine Naturelle*. 1997: Terran.
40. Moreno-Castilla, C., *Adsorption of organic molecules from aqueous solutions on carbon materials*. Carbon, 2004. **42**(1): p. 83-94.
41. Brunauer, S., P.H. Emmett, and E. Teller, *Adsorption of gases in multimolecular layers*. Journal of the American chemical society, 1938. **60**(2): p. 309-319.
42. C.H., G., S. D., and H. A., *A general treatment and classification of the solute adsorption isotherm I Theoretical*, Colloid Interface Science, 1974. **47**: p. 755-765. .
43. Norseth, T., *The carcinogenicity of chromium*. Environmental health perspectives, 1981. **40**: p. 121-130.
44. Boualla, N. and A. Benziane, *Étude expérimentale sur l'élimination des nitrates par adsorption sur des argiles activées et non activées de la sebkha d'Oran*. Afrique Science: Revue Internationale des Sciences et Technologie, 2011. **7**(2).
45. Bouziane, N., *Elimination du 2-mercaptobenzothiazole par voie photochimique et par adsorption sur la bentonite et le charbon actif en poudre*. 2007.
46. Lin, H.F., R. Ravikrishna, and K.T. Valsaraj, *Reusable adsorbents for dilute solution separation. 6. Batch and continuous reactors for the adsorption and degradation of 1,2-dichlorobenzene from dilute wastewater streams using titania as a photocatalyst*. Separation and Purification Technology, 2002. **28**(2): p. 87-102.

## référence

47. Noureddine, B., *Etude comparative des propriétés d'adsorption de quelques micro-polluants sur les phosphates naturels et le charbon actif.*, in *Faculté des Sciences d'Agadir*. 2004, Université Ibn Zohr, Agadir: maroc.
48. Bougdah, N., *Etude de l'adsorption de micropolluants organiques sur la bentonite*. 2007, Université 20 Août 55, Skikda.
49. Alid'or, M.S., *Etude du recyclage d'eau résiduaire dans la flottation des minerais sulfures de luiswishi au NCK* in *Ecole Supérieure Des Ingénieurs Industriels*. 2015, Université De Lubumbashi.
50. Barbery, G., *Flottation, Mécanismes et réactifs*. Techniques de l'ingénieur, 1981. **Réf : A5350 v1**.
51. Blazy, P. and E.-A. Jdid, *Flottation. Mécanismes et réactifs*. Techniques de l'ingénieur. Génie des procédés, 2000. **3(J3350)**: p. J3350. 1-J3350. 22.
52. Proulx, M., *Amélioration du rendement des particules grossières par la stratégie d'addition des réactifs dans un banc de flottation*. 2000, Université Laval.
53. Aubry, A. and J. Bersain, *Amines*, in *Encyclopedia Univarsalis*. V.2. . 1996: paris. p. 205-206.
54. Kowalczyk, I., *Synthesis, molecular structure and spectral properties of quaternary ammonium derivatives of 1, 1-dimethyl-1, 3-propylenediamine*. *Molecules*, 2008. **13(2)**: p. 379-390.
55. Allinger, N.L., *Chimie organique. 3, Applications*, ed. McGraw-Hill. Vol. 3. 1976, New York. 991 pages.
56. Depovere, P., *Aide-mémoire de chimie organique*. 2010: Dunod.
57. Stoker, H.S., *General, organic, and biological chemistry*. 2012: Nelson Education.
58. Wilkinson., I.C.b.A.D.M.a.A., *Compendium of Chemical Terminology, 2nd ed. (the "Gold Book")*. . Blackwell Scientific Publications, Oxford 1997.
59. Briggs, G.G., R.K. Freeman, and S.J. Yaffe, *Drugs in pregnancy and lactation: a reference guide to fetal and neonatal risk*. 2012: Lippincott Williams & Wilkins.
60. Topliss, J.G., *Chapter 6. Antihypertensive Agents*, in *Annual Reports in Medicinal Chemistry*, C.K. Cain, Editor. 1967, Academic Press. p. 48-58.
61. Froideval, A., *Chimie de l'uranium (VI) à l'interface solution/minéraux (quartz et hydroxyde d'aluminium): expériences et caractérisations spectroscopiques*. 2004.
62. McMurry, J., C. Darcel, and J. Uziel, *Chimie organique: les grands principes*. 2003: Dunod.
63. Jullien, M.L., *Document d'accompagnement de chimie organique, partie 2. Réactivité C.O.E. d'accompagnement*, Editor. 2005: Université Pierre et Marie Curie, LC 204.

## référence

64. Dupuis, G., *Amines et composés apparentés*. 2014: Lycée Faidherbe de Lille.
65. Houssier, C., *Amines (Caractère basique) - Les bases de la chimie organique (2ème partie)*. 2011-2012, Association des Chimistes de l'Université de Liège: Université de Liège.
66. Lesagea, J., et al., *Développement Et Validation D'une Nouvelle Stratégie Pour L'évaluation Des Amines Présentes Dans Les Milieux De Travail*.
67. Bouali, I., *Étude d'inhibiteurs de corrosion métallique à base d'orthophosphates de zirconium lamellaires fonctionnalisés: synthèse, caractérisations et applications*. 2018.
68. CSID:12994. *Laurylamine*. (accessed 16:17, Nov 14, 2020); Available from: <http://www.chemspider.com/Chemical-Structure.12994.html>
69. Deferne, J. *Presque tout sur le Quartz*. 2015; Available from: <https://coursgeologie.com/ebooks-geology/136/presque-tout-sur-le-quartz/>.
70. Zarzycki, J., *Les oxydes* Technique de l'ingénieur. , 1989. **AF3. 236**.
71. beautiful-stones. *Le quartz et son histoire*. 2009 samedi 19 novembre 2016 samedi 08 juillet 2017 ]; Available from: [http://www.beautiful-stones.fr/catalog/def\\_quartz.php](http://www.beautiful-stones.fr/catalog/def_quartz.php).
72. Wikipédia, C.d. *Quartz (minéral)*. Wikipédia, l'encyclopédie libre (Page consultée le septembre 6, 2020). Available from: [https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Quartz\\_\(min%C3%A9ral\)&oldid=174490160](https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Quartz_(min%C3%A9ral)&oldid=174490160).
73. Zoubida, B., *Synthèse de collecteurs de type 1, 3, 5-TRI (Substites)-1, 3, 5-Triazacyclohexanes et étude de leur adsorption sur le quartz*. 2002, Thèse de majester, Université d'Oum Bouaghi, P 21, 22, 23, 24.
74. Danielle BAYLOCQ, A. BAILLET-GUFFROY, and F. PELLERIN, *Méthodes générales d'analyse quantitative. Introduction*. Techniques De L'ingenieur, 1985. **Réf : P300 v1**.
75. SAIDI.F, *Extraction liquide – solide de Cadmium(II) par une résine organophosphorée*. 2011, Université Abou Bekr Belkaid Tlemcen.
76. Benamraoui, F., *Élimination des colorants cationiques par des charbons actifs synthétisés à partir des résidus de l'agriculture*. 2018.
77. Lynch, J., *Analyse physico-chimique des catalyseurs industriels: manuel pratique de caractérisation*. 2001: Editions technip.
78. ROUESSAC, F. and A. ROUESSAC, *Analyse chimique, méthodes et techniques instrumentales modernes, 6 ème édition*. 1997, DUNOD.
79. Ceylan, H., et al., *The investigation of the adsorption of propylamine, dipropylamine and threepropylamine on sepiolite specimens by infrared spectroscopy*. 1999.

## référence

80. Daudon, M. and L. Estepa-Maurice, *Domaines d'analyse de la spectrophotométrie infrarouge et techniques d'échantillonnage*. L'Eurobiologiste (Paris), 1996. **30**(223): p. 249-257.
81. Skoog, D.A., F.J. Holler, and T.A. Nieman, *Principes d'analyse instrumentale*. 2003: DeBoeck-Université.
82. HAMRI, S., *Etude thermophysique de la diffusion de molécules de bas poids moléculaire dans des réseaux de polymères acryliques*. 2013, Université Abou Bekr Belkaïd De Tlemcen.
83. Lynda, K. and S. Sabrina, *Etude Cinétique et Thermodynamique de l'adsorption du Noir Eriochrome T sur le Charbon*. 2016, Université A. MIRA - Béjaïa.
84. Abdallah, A., M. Bouguerra, and Z.E. Sfaksi, *Elimination du chrome hexavalent Par adsorption sur le charbon actif obtenu à partir de liège*. 2019, Université de Jijel.
85. Williams, D. and I. Fleming, *Spectroscopic method in organic chemistry*. John Wiley. New York, 1973.
86. Grund, *Encyclopédie du jardinier*. 2ème tirage. ed, ed. C. Bohm. 1987, Paris.
87. منشأة: (2000) ed. ع.ا.ع.ا. عمر, النباتات الطبية والعطرية كيمياؤها - انتاجها - فوائدها. الطبعة: 1. هيكلم. ا. المعارف بالإسكندرية 515 صفحة.
88. lachimie.fr. *Table infrarouge - IR*. 2008-2020; Available from: <https://www.lachimie.fr/analytique/infrarouge/table-infra-rouge.php>.