

**UNIVERSITE ABOU BEKR BELKAID – TLEMCEM**

**FACULTE DES SCIENCES**

**DEPARTEMENT DE CHIMIE**

**Laboratoire de Chimie Inorganique et Environnement**

## **MÉMOIRE**

*En vue de l'obtention du*

### **DIPLOME DE MASTER**

**Spécialité : Chimie**

**Option : Chimie Inorganique et Environnement**

### **Thème**

**Elimination des métaux lourds par complexation-  
adsorption en utilisant un ligand organique**

**Présenté par : Benghenima Abdellatif**

*Soutenu le 16/06/2015*

*devant le jury composé de :*

<b>Présidente</b>	Mme Guellil fatema zohra	Maître de Conférences U.A. B. B. Tlemcen
<b>Examineurs</b>	Mr BENGUELLA Belkacem	Maître de Conférences U.A.B.B. Tlemcen
<b>Rapporteur</b>	Mme LOUHIBI Samira	Maître de conférences U.A.B.B. Tlemcen

# *Remerciements*

*Le travail présenté dans ce mémoire a été réalisé au Laboratoire de Chimie Inorganique et Environnement de Tlemcen*

*Je tiens à remercier très sincèrement madame **LOUHIBI Samira** Maître de conférences de l'université de Tlemcen, de m'avoir accueillie dans son équipe. Je lui exprime toute ma reconnaissance pour avoir suivi avec intérêt et enthousiasme l'avancement de mes travaux, pour m'avoir aidé, soutenu tout au long de ce semestre.*

*Mes remerciements s'adressent également à Melle **MOKHTARI Malika**, Professeur à l'Université AboubekrBelkaid de Tlemcen et directrice du laboratoire LCIE pour ses encouragements et sa sympathie.*

*Mes vifs remerciements s'adressent à madame **Guellil Chiboub-Fellah Fatima Zohra**, Maître de Conférences à l'Université de Tlemcen, pour m'avoir honoré de présider le jury de ce mémoire.*

*Je remercie vraiment Monsieur **BENGUELLA Belkacem**, Maître de Conférences à l'Université AboubekrBelkaid de Tlemcen, pour l'honneur qu'elle me fait d'examiner ce travail.*

*Je remercie également monsieur **Houari Benayad** pour sa assistance dans mon travail*

# *DEDICACES*

*Dieu je vous remercie*

\*A mes tés chers parents pour leurs sacrifices et leurs encouragements du toutes mes études.

\* mon frère et mes sueurs

\* mes collègues et mes amies

## Sommaire

Liste abrégations

Liste des tableaux

Liste des figures

<b>Introduction générale.....</b>	<b>1</b>
Introduction générale.....	2
<b>Chapitre I : I Synthèse bibliographique.....</b>	<b>4</b>
I- ligand amide .....	5
I.1. Introduction.....	5
I.2. Présentation d'un ligand amide .....	6
I.2.1 Définitions.....	6
I.2.2. classe des amides.....	6
I.2.3 Sous classe des amides .....	7
I.2.4 Préparation des amides.....	7
I.2.5 Propriétés acido-basiques.....	8
I.2.5.1 Basicité .....	8
I.2.5.2 Acidité .....	9
I.2.5.3 Tautomérie iminol-amide .....	9
I.2. 6. Les liaisons hydrogène.....	10
I.3. Les complexes métalliques de la Triéthylènetétramine .....	11
I.3.1. Complexes dinucléaires , mononucléaires+ avec un ligand amide tétradent pentadenté et hexadenté.....	11
1.3.2. Complexes dinucléaires avec un ligand amide bidenté .....	12
1.3.3. Complexes mononucléaires avec un ligand amide monodenté.....	14

I.4. Application des Amide.....	14
I.5. Conclusion.....	15
II- Métaux et environnement.....	15
II-1 Introduction.....	15
II-2 Définition.....	16
II.2.1 Métaux essentiels.....	16
II.2.2. Métaux toxiques.....	17
II.3. Dangers des métaux lourds.....	17
II.4. Normes.....	18
II.5. Le plomb.....	19
II.5.1. Définition.....	19
II.5.2. Utilisation du plomb.....	19
II.5.3. Impact sur l'environnement .....	20
II.5.4.Toxicité.....	21
a)Effets physiologiques.....	21
b) Effets neurologiques.....	21
II.6. Le chrome.....	22
II.6.1. Définition.....	22
II.7. Procèdes d'élimination des métaux lourds.....	22
a) Chélation-complexation.....	22
a.1. Définition.....	23
a.2. Sphère de coordination et de complexation.....	24
a. 3. Types de ligands et complexe.....	25
a.4. Influence de la nature des cations et des ligands sur la stabilité des complexes .....	27
a) Echange d'ions.....	28
b) Electrolyse.....	29
II.8.2. Procédés de transfert membranaire.....	29
a) Osmose inverse.....	29
b) Electrodialyse.....	29
II.8.3. Procédés biologiques.....	29

II.9. Adsorption.....	30
II.9.1. classification des phénomènes d'adsorption.....	30
a) Adsorption chimique (chimisorption).....	30
b) Adsorption physique (physioption).....	30
II.10. Paramètres physico- chimiques de l'eau.....	31
a) Température.....	31
b) Le potentiel d'Hydrogène (pH).....	31
<b>Chapitre II : Matériels et Méthodes.....</b>	<b>32</b>
II.1. Synthèse du ligand utilisé comme complexant ( <b>EDEH</b> ).....	33
II.2. Mode opératoire utilisé pour l'étude de la cinétique d'adsorption.....	33
II. 3. Méthodes de caractérisation.....	34
II.3.1. analyses spectrales.....	34
II.3.1.1. Spectroscopie Infra-Rouge.....	34
Analyse IR du monocristal.....	35
II.3.1. 2. Spectroscopie de résonance magnétique nucléaire RMN.....	36
Analyse RMN du monocristal.....	36
II.3.1.3. Spectrophotométrie d'absorption atomique.....	36
II.3.1.3. 1. Avantages de la méthode.....	37
II.3.1.3. 2. Détermination du pourcentage de métaux.....	38
II.3.1.4. Analyse élémentaire.....	38
Analyse élémentaire du monocristal.....	38
<b>Chapitre III : Résultats et discussions.....</b>	<b>39</b>
III.1 - Isolation et caractérisation du ligand .....	40
III.2 Résultats de l'analyse élémentaire du ligand EDEH.....	40
III.3 Résultats d'études spectrales du ligand EDEH.....	41

III.2.1. Analyse du spectre RMN $^1\text{H}$ .....	41
III.3 cinétique de complexation des métaux lourds sur le ligand EDEH étudié ...	45
II.3.1 Effet du temps de contact.....	45
II.3.2. Cinétiques d'adsorption / complexation du plomb(II) et Chrome (II) par le ligand EDEH.....	47
III.3.3. détermination des constantes de vitesse.....	50
III.3-4 Influence de la température.....	53
III.3.5. Détermination des paramètres thermodynamiques.....	56
III.3.6- Effet du pH.....	59
Conclusion.....	62

## Liste abrégations

**EDEH** : ligand N,N'-(2,2'-(ethane-1,2-diylbis(azanediyl))bis(ethane-2,1 – diyl))bis(2- hydroxy-3methoxybenzamide

IR : Infrarouge

UV-vis : Ultra-violet visible

RMN 1H : Résonance magnétique nucléaire du proton

DMSO : Diméthylsulfoxyde

CHCl<sub>3</sub> : Chloroforme

MeOH : Méthanol

Exp : Expérimentale

s : Singulet,

d : Doublet,

t : Triplet,

q : Quadruplet,

ppm : Partie par million.



## Liste des Tableaux

<b>Tableau 1 ;</b> les classe des amide.....	6
<b>Tableau 2 :</b> Normes de rejets industriels en Algérie.....	18
<b>Tableau 3 :</b> Normes de rejets industriels de quelques pays industriels.....	18
<b>Tableau 4 :</b> Propriétés physiques des ligands <b>EDEH</b> .....	40
<b>Tableau 5 :</b> résultats d'analyse élémentaire du ligand <b>EDEH</b> .....	40
<b>Tableau 6:</b> Données du spectre RMN 1H pour le ligand <b>EDEH</b> .....	41
<b>Tableau 7:</b> Bandes principales d'absorption IR (cm-1) du ligand <b>EDEH</b> .....	42
<b>Tableau 8 :</b> Résultats obtenus à l'équilibre.....	49
<b>Tableau 9 :</b> ions métalliques (acides) et ligands (bases) durs et mous.....	49
<b>Tableau 10:</b> Constantes des vitesses de tous les ordres.....	52
<b>Tableau 11 :</b> Comparaison de la quantité absorbée des différents métaux à l'équilibre par le ligand synthétisé entre l'expérience et les modèles utilisés.....	53
<b>Tableau 12:</b> Quantités adsorbée des métaux lourds à 10 et 50°C.....	56
<b>Tableau 13:</b> paramètres thermodynamiques de l'adsorption des métaux lourds par le Ligand <b>EDEH</b> .....	72

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure 1 :</b> Amide.....	5
<b>Figure 2 :</b> Une vue de la structure de (I), Les lignes pointillées représentent des liaisons hydrogène intramoléculaires .....	11
<b>Figure 3 :</b> (1) tétradendate,(2) pentadendate et (3) hexadendate.....	12
<b>Figure 4</b> Structure du complexe <b>4</b> .....	13
<b>Figure 5 :</b> a)EDTAM (ethylenediamine-N,N,N',N'-tetraactamide) et b) NATM (nitrilotiacetotriamide).....	13
<b>Figure 6.</b> complexe de cuivre(II) dérivé du ligand N-(2-chloro-pyrid-3-yl)-4-Chlorobenzamide.....	14
<b>Figure 7 :</b> Sphère de coordination et de complexation.....	24
<b>Figure 8 :</b> N,N'-(2,2'-(ethane-1,2-diylbis(azanediyl))bis(ethane-2,1 -diyl))bis(2-hydroxy-3methoxybenzamide).....	33
<b>Figure 9 :</b> domaine de l'IR dans le spectre électromagnétique.....	35
<b>Figure 10 :</b> Structure du ligand <b>EDEH</b> .....	41
<b>Figure 11 :</b> Spectre RMN du ligand <b>EDEH</b> .....	42
<b>Figure 12 :</b> Spectre IR du ligand <b>EDEH</b> .....	45
<b>Figure 13 :</b> Cinétiques de complexation du Pb(II) sur le ligand <b>EDEH</b> .....	46
<b>Figure 14 :</b> Cinétiques de complexation du Cr(II) sur le ligand <b>EDEH</b> .....	47
<b>Figure 15 :</b> Cinétiques de complexation de Pb(II) et Cr(II) sur le ligand <b>EDEH</b> .....	48
<b>Figure 16:</b> Détermination des constantes de vitesse du premier ordre d'adsorption des métaux lourds par le ligand <b>EDEH</b> .....	51
<b>Figure 17 :</b> Détermination des constantes de vitesse du pseudo second ordre d'adsorption des métaux lourds par le ligand <b>EDEH</b> .....	51
<b>Figure 18 :</b> Détermination des constantes de vitesse du second ordre d'adsorption des métaux lourds par le ligand.....	52

<b>Figure 19:</b> Effet de température sur les cinétiques de complexation du Pb(II) Par le ligand <b>EDEH</b> .....	54
<b>Figure 20:</b> Effet de température sur les cinétiques de complexation du Cr(II) Par le ligand <b>EDEH</b> .....	54
<b>Figure 21:</b> Effet de température sur la quantité de complexation des métaux lourds à l'équilibre par le ligand <b>EDEH</b> . ....	55
<b>Figure 22:</b> Détermination des enthalpies et des entropies de complexation des métaux lourds par le ligand <b>EDEH</b> .....	57
<b>Figure 23:</b> Effet de pH sur les cinétiques de complexation du chrome(II) par le ligand <b>EDEH</b> .....	59
<b>Figure 24:</b> Effet de pH sur les cinétiques de complexation du Plomb(II) par le ligand <b>EDEH</b> .....	60
<b>Figure 25 :</b> Effet du pH sur la quantité de complexation des métaux lourds à l'équilibre par le ligand <b>EDEH</b> .....	61

## LISTE DES SCHEMA

<b>Schéma 1 :</b> (a) Tertiaires aliphatiques Amide , (b) Anilide secondaire ( Benzamide ), (c) Lactame ( amide cyclique ).....	7
<b>Schéma 2 :</b> formation des amide 1 .....	7
<b>Schéma 3 :</b> formation des amide 2.....	8
<b>Schéma 4 :</b> protonation des amide.....	8
<b>Schéma 5 :</b> acidité et basicité des amide.....	9
<b>Schéma 8 :</b> (a) liaison hydrogène (association polymère ), (b) liaison hydrogène ( de la formation de dimères ).....	10

# INTRODUCTION

L'eau constitue un élément fondamental en matière de pollution, puisque dans le cas des métaux, comme pour d'autres composés, elle favorise de nombreuses réactions chimiques. L'eau transporte les métaux lourds, et les insère dans les chaînes alimentaires (algues, poisson, etc.). Même si les métaux lourds sont le plus souvent présents à l'état de trace, ils n'en restent pas moins très dangereux, puisque leur toxicité se développe et leur nature est non dégradable.

Devant cette situation de nombreuses méthodes ont été développées pour éliminer les métaux toxiques présents dans l'eau. Parmi les différents procédés utilisés, l'adsorption, la précipitation, l'électrolyse, l'échange d'ions, la séparation par membranes, l'extraction avec des solvants, la séparation biologique et les procédés d'oxydation.

Plusieurs méthodes d'adsorption tels que l'extraction, l'utilisation des charbons actifs, le gel de silice, les zéolithes, les algues, la chitine, le chitosane, les matériaux argileux et la complexation, permettant l'élimination de polluants des cours d'eau, tels que les métaux lourds et les colorants réactifs, ont été utilisés avec succès jusqu'à ce jour.

Parmi ces méthodes, la complexation présente un intérêt pour la décontamination de l'eau des métaux lourds.

Pour améliorer les possibilités de récupérations et élimination des polluants, peu de recherches ont porté sur l'utilisation de la complexation comme méthode de dépollution métallifère.

# INTRODUCTION

Dans l'optique de pouvoir fixer des ions métalliques sur des supports synthétiques type ligands inorganiques, nous nous sommes intéressés à la possibilité d'élimination de trois métaux par complexation.

L'objectif de notre travail est :

- Synthétiser un nouveau ligand organique dans le but de l'utiliser dans des applications dans l'environnement.
- De tester une nouvelle méthode de décontamination de l'eau par complexation des métaux en utilisant un ligand synthétique.

Le présent manuscrit est composé de trois parties :

La première partie consiste en une synthèse bibliographique sur les ligands amides, puis sur les métaux lourds et leur impact sur l'environnement.

La deuxième partie est consacrée à la synthèse d'un nouveau ligand amide, à sa caractérisation par différentes méthodes d'analyse et son utilisation comme (complexant) des métaux en étudiant plusieurs paramètres expérimentaux tels que la température, la concentration de ligand utilisé et le pH dans l'étude cinétique.

La troisième partie est réservée à l'interprétation des différents résultats obtenus sur la complexation des différents métaux par le nouveau ligand synthétisé suivie d'une conclusion générale.

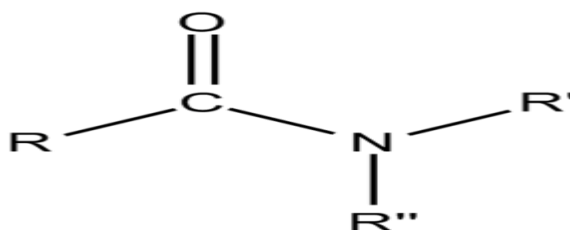
**CHAPITRE I**  
**SYNTHÈSE**  
**BIBLIOGRAPHIQUE**



## I- ligand amide

### I.1. Introduction

La chimie de coordination des amides organiques est une partie importante d'un certain nombre de problèmes chimiques actuels [1-2]. Un intérêt considérable est l'abaissement de potentiels de réduction les couples de métaux , à savoir , la stabilisation des états d'oxydation élevés qui accompagne la coordination de l'azote du ligand amide.[1-3]



**Figure 1 :** Amide.

Le groupe amide possède deux sites de liaison potentiels pour la complexation, à savoir l'oxygène et l'azote avec des protons ou des ions métalliques. Il est admis généralement qu'en milieu basique, la réactivité de l'azote amide primaire ou secondaire est accrue, impliquant sa coordination avec l'ion métallique [4,5]

En milieu neutre, le pouvoir complexant est dû au fait qu'elles manifestent leur fonction basique, au sens de Lewis, lors de la formation d'un complexe, à cause du doublet libre de l'atome d'azote et/ou la fonction C=O amide, que possède cette structure.

L'existence de différents atomes donneurs dans ces molécules, assure la stabilité de leurs complexes : principalement l'atome d'azote de la fonction amide et celui de l'oxygène de la fonction cétoamide ainsi que d'autres atomes à caractère donneur provenant de la chaîne du ligand.

## I.2. Présentation d'un ligand amide

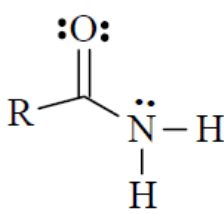
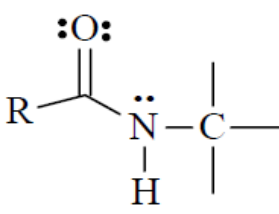
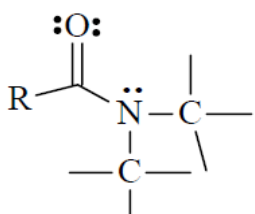
### I.2.1 Définitions

Les amides sont des dérivés d'acides carboxyliques, dans lequel un groupe d'azote ( $-NH_2$ ) remplace le groupe  $-OH$  d'acides carboxyliques.

### I.2.2. classe des amides

Les amides sont divisés en trois classes selon le nombre de groupes acyles portés par l'atome d'azote [6]. **Tableau 1**

**Tableau 1 ; les classe des amide**

<b>Formule</b>			
<b>Classe</b>	primaire	secondaire	tertiaire

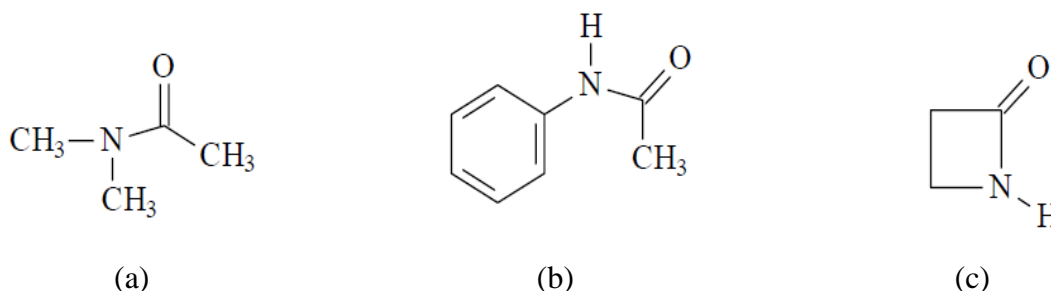
Il faut faire attention de ne pas confondre l'appartenance à une classe et le degré de substitution de l'atome d'azote par un groupe alkyle [7]. Les amides primaires peuvent être :

- non substitués à l'azote ;
- monosubstitués (amides N-substitués) ;

- disubstitués (amides N, N-disubstitués.

### I.2.3 Sous classe des amides

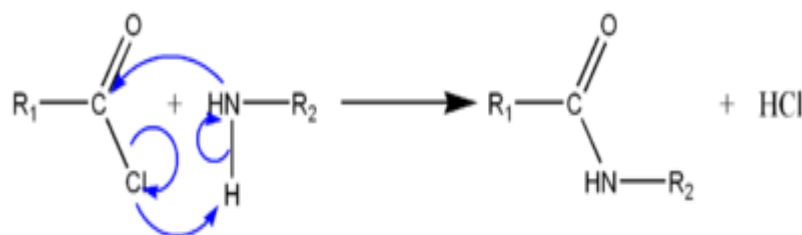
Les amides peuvent également être sous- classé aliphatiques, aromatiques (anilides ou benzamides ) ou cyclique ( lactames ), sur la base de la nature des substituants de l'azote et de la structure globale . Les amides aliphatiques possèdent des substituants hydrocarbonés simples (groupes alkyles), tandis que les amides aromatiques ayant au moins un substituant cyclique aromatique comme le montre l' exemple ci-dessous . Les lactames contiennent un groupe amide en tant que partie d'un cyclique structure [8] (schéma 1)



**Schéma 1** : (a) Tertiaires aliphatiques Amide , (b) Anilide secondaire ( Benzamide ), (c) Lactame ( amide cyclique )

### I.2.4 Préparation des amides

Les amides sont généralement formés à partir d'un acide carboxylique ou d'un anhydride d'acide et d'une amine (schémas 2,3).



**Schéma 2** : formation des amide 1

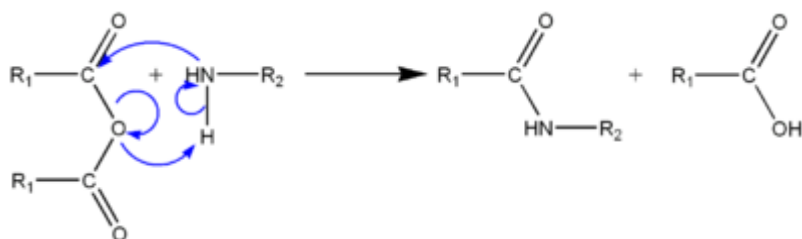
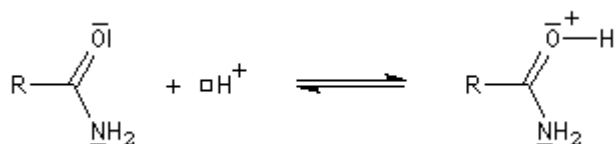


Schéma 3 : formation des amide 2

## I.2.5 Propriétés acido-basiques

### I.2.5.1 Basicité

Les amides sont des bases très faibles, beaucoup plus faible que les amines. Cela peut s'expliquer par le fait que le doublet de l'atome d'azote est délocalisé sur plusieurs atomes. La protonation s'effectue de préférence au niveau de l'atome d'oxygène. La protonation sur l'atome d'azote détruit la conjugaison.(schéma 4)



(1)



(2)

Schéma 4 ; protonation des amide

### I.2.5.2 Acidité

Les amides sont des acides très faibles ( $pK \sim 16$ ), mais notablement plus acides que l'ammoniac ( $pK = 33$ ). L'anion amidate est stabilisé par résonance.

Les amides peuvent agir comme une base, en présence d'un acide fort (protonation) et comme un acide en présence d'une base forte (élimination d'hydrogène). Cette réactivité est prise profit dans des réactions telles que l'hydrolyse chimique et les réactions de N-alkylation [8] (schéma 5)

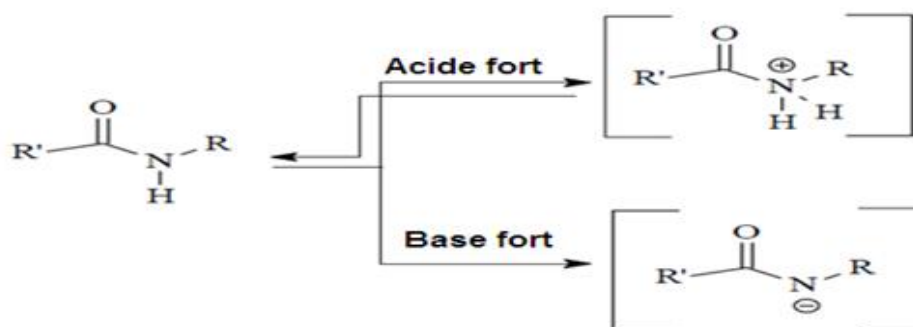
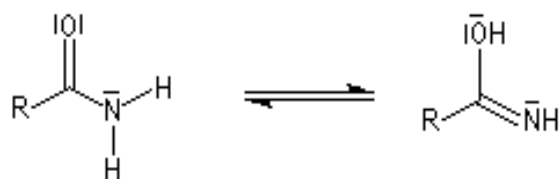


Schéma 5 :acidité et basicité des amide

### I.2.5.3 Tautomérie iminol-amide

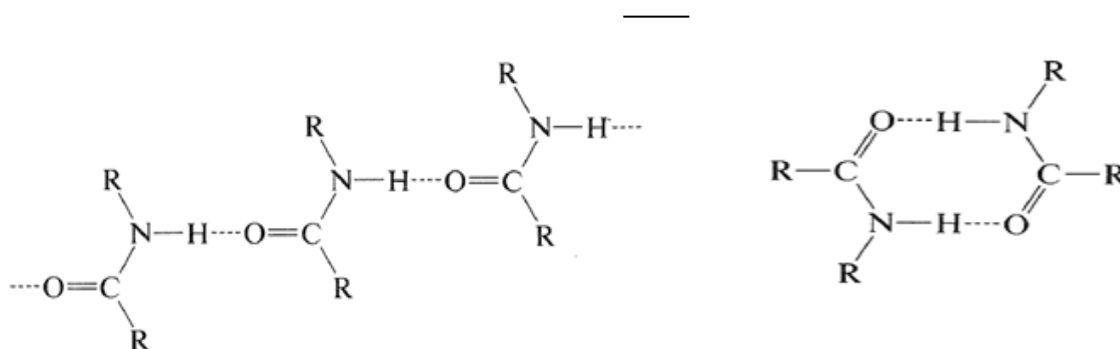
Chez les amides qui possèdent au moins un atome d'hydrogène sur l'atome d'azote (schéma 6), la mobilité protonique se manifeste par la tautomérie amide-iminol. L'équilibre est en faveur de l'amide, thermodynamiquement plus stable que l'iminol du fait de la grande énergie de liaison du carbonyle et de la conjugaison entre le doublet non liant de l'azote et le carbonyle dans l'amide formé.



**Schéma 6 :** Tautomérie iminol-amide

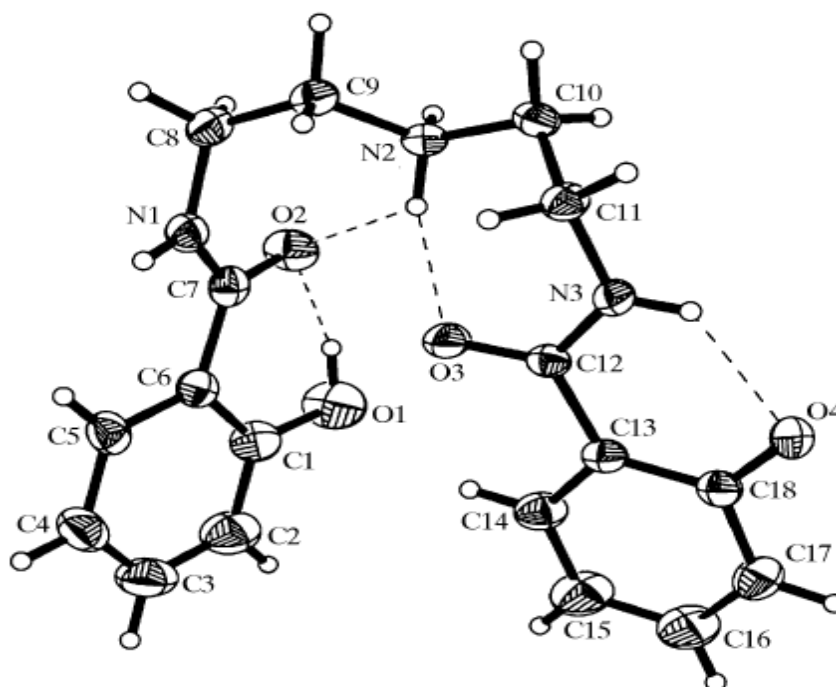
### I.2. 6. Les liaisons hydrogène

Une autre conséquence très importante de la structure de l'amide est l'association moléculaire d'amides par liaison hydrogène [9] (Schéma 8):



**(a) (b)**

**Schéma 8 :** (a) liaison hydrogène (association polymère ), (b) liaison hydrogène ( de la formation de dimères )



**Figure 2 :** Une vue de la structure de (I), Les lignes pointillées représentent des liaisons hydrogène intramoléculaires .

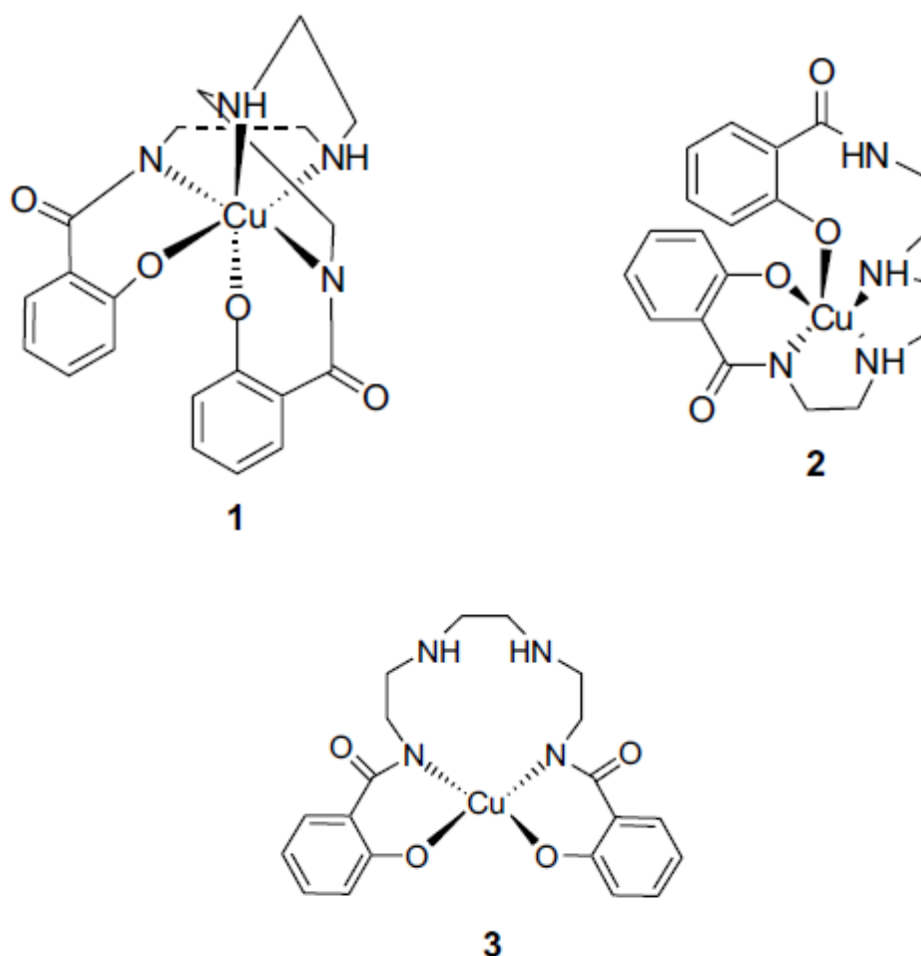
Les amides avec cinq atomes de carbone sont solubles dans l'eau, car ils peuvent former des liaisons hydrogène avec des molécules d'eau. Les effets de liaison Hydrogène diminuent lorsque le nombre d'atome de carbone est supérieur à 5, ce qui réduit par conséquent la solubilité.

### I.3. Les complexes métalliques de la Triéthylènetétramine

#### I.3.1. Complexes dinucléaires , mononucléaires avec un ligand amide tétradent pentadenté et hexadenté.

La triéthylènetétramine est un ligand tétradenté dans la chimie de coordination , où il est désigné sous triène [10]. des complexes octaédriques de type M ( triène ) Cl3 peuvent adopter plusieurs structures diastéréoisomères , dont la plupart sont chiral [11].

Kumar et Debashis ont trouvé que le ligand 1,8-bis(2- hydroxybenzamido)-3,6-diazaoctane) peut se complexer de différentes manières selon le milieu réactionnel, pour donner une coordination tétradenté, pentadenté et hexadenté, respectivement pour une géométrie plan carré, pyramidale à base carré et octaédrique [12] représentée dans la (figure 3).

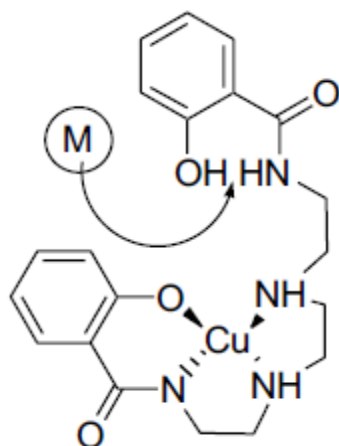


**Figure 3** : (1) pentadendate ,(2) tétradendate et (3) hexadendate

### 1.3.2. Complexes dinucléaires avec un ligand amide bidenté

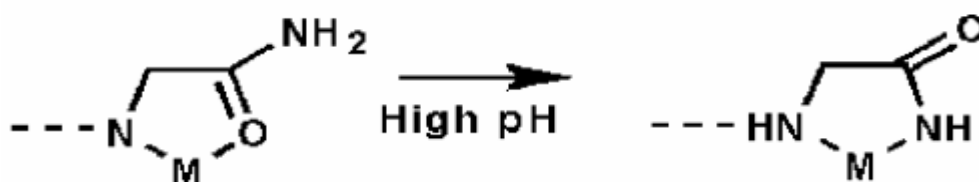
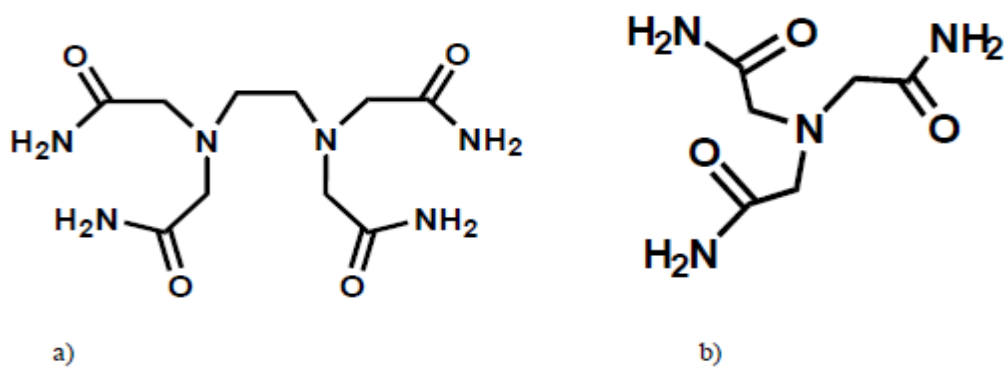
Dans la même étude, le complexe **4** a été préparé à partir d'une coordination bidentate du ligand avec le métal (figure 4) dans le but de contrôler la formation des complexes dinucléaires type  $[Cu_2(LH-4) (bpy)]$  [12].





**Figure 4** Structure du complexe 4

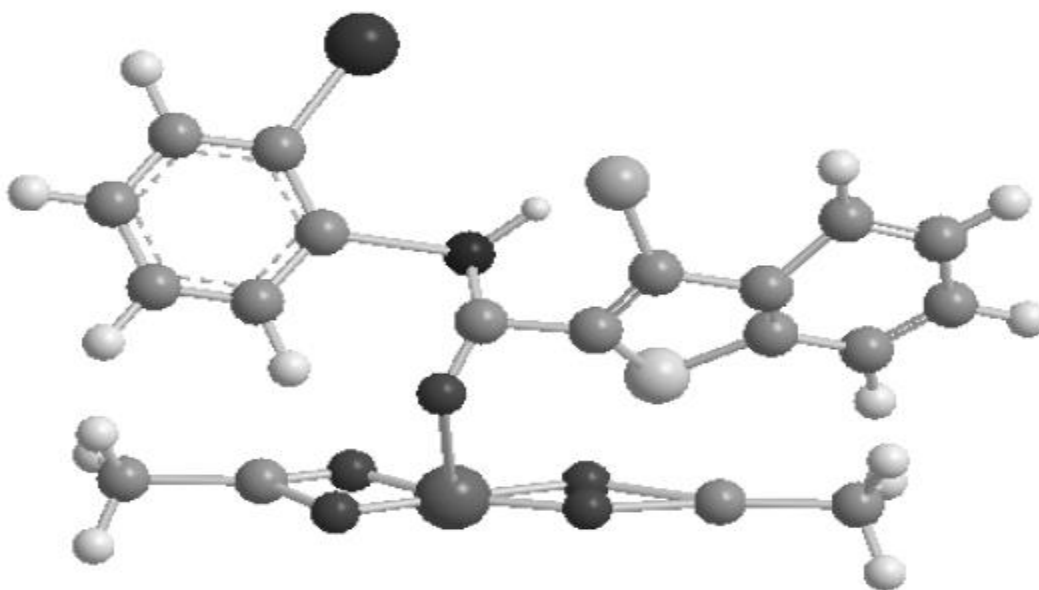
Dans le but de synthétiser des complexes mononucléaires de métaux de transitions, Chynthia a complexé des ligands amides bidentates [13] tels que l'éthylenèdiamine-N, N, N', N'-tetraacétamide (figure 5)



**Figure 5** : a) EDTAM (ethylenediamine-N,N,N',N'-tetraactamide) et b) NATM (nitrilotriacetotriamide)

### 1.3.3. Complexes mononucléaires avec un ligand amide monodenté

La coordination monodentate est possible dans le cas où le ligand présente un seul atome coordinateur. Ces complexes sont généralement du type ML. C'est le cas du complexe de cuivre(II) dérivé du ligand N-(2-chloro-pyrid-3-yl)-4-chlorobenzamide (figure 6) [14]



**Figure 6.** complexe de cuivre(II) dérivé du ligand N-(2-chloro-pyrid-3-yl)-4-chlorobenzamide

## I.4. Application des Amide

Les amides représentent une classe importante de composés à atomes donneurs azote / oxygène , en particulier pour les ions de métaux de transition [15].on appel la chimie de coordination Ces derniers, possèdent un rôles important dans systèmes biologiques , dans les questions environnementales , et dans le domaine de la médecine et catalysis.[16,17]

### I.5. Conclusion

L'analyse des travaux réalisés sur quelques amide , et leurs complexes nous a montré que le comportement de ces groupements fonctionnels vis-à-vis de la complexation de cations métalliques est très varié. Il dépend de la nature du sel métallique et de celle du ligand selon sa configuration, sa taille, sa forme tautomère et la nature de la partie liée au groupement (hétérocycle, cycle aromatique et autres motifs).

Enfin, les différents modes de complexation des amides mononucléaire monodenté, diucléaire bidenté, dinucléaires , monucléaires, tétradent pentadenté et hexadenté existants, montrent le pouvoir complexant de ces ligands du à la présence de sites potentiels donneurs, facilitant leur coordination avec les métaux.

C'est dans ce contexte que nous nous sommes proposés de mettre en évidence de nouveaux ligands amide caractérisés avec une étude analytique, spectroscopique et structurale puis de les tester pour l'utilisation de pièges ion metalique par **complexation,**

## II- Métaux et environnement

### II-1 Introduction

Parmi les substances chimiques susceptibles d'être à l'origine de la dégradation de la qualité des eaux, les métaux lourds, composés stables et hautement persistants, sont des contaminants de l'environnement qui peuvent être accumulés et transférés aux organismes supérieurs des réseaux trophiques.

Ils se distinguent des autres polluants chimiques, par leur non biodégradabilité et leur important pouvoir de bioaccumulation le long de la chaîne trophique. Entraînant de sérieux problèmes écologiques et de santé publique [18].

### II-2 Définition

Le terme "métaux" lourds est un mot ambigu et dont la définition varie d'une source à l'autre. L'utilisation de ce terme ne fait pas référence à une gamme de concentration donnée, mais à une propriété physique qui est la densité [19, 20]. Elle désigne les éléments métalliques naturelles, métaux ou dans certains cas métalloïdes, caractérisés par une masse volumique supérieur à  $5\text{g/cm}^3$ .

Bien que courante, l'appellation « métaux lourds » ne repose cependant sur aucun fondement scientifique. Elle fut d'ailleurs souvent discutée car elle regroupait certains métaux aux propriétés toxiques, tels que le zinc, dont la masse volumique n'est pas supérieure à  $5\text{g/cm}^3$ , ou encore des éléments toxiques qui ne sont pas définis comme étant des métaux (l'arsenic par exemple est un métalloïde).

Selon Nieboer et Richardson, les métaux lourds peuvent être classés en catégories selon leur aptitude à la complexation par un ligand donné [21].

En fonction des effets physiologiques et toxiques, on distingue deux types de métaux : métaux essentiels et métaux toxiques.

#### II.2.1 Métaux essentiels

Certains métaux sont indispensables à l'état trace pour les organismes, et qui se trouvent en proportion très faible pour les tissus biologiques, ils sont dits « essentiels », bien qu'à des fortes concentrations, ils peuvent être nocifs pour les organismes.

Parmi ces éléments qui sont essentiels (micronutriments), et dont l'absence entrave le fonctionnement ou empêche le développement d'un organisme, on trouve Fe, Mn, Zn et Cu pour les plantes et les animaux. Par ailleurs, Co, Cr et Se sont essentiels seulement pour les animaux, alors que Mo est un micronutriment pour les végétaux. Ces éléments constituent des enzymes et protéines qui sont très importantes dans les processus métaboliques des organismes. Toutefois, si ces éléments essentiels se trouvent être en fortes concentrations, ils peuvent devenir toxiques pour les organismes, c'est pourquoi ils existent des guides pour la qualité des eaux et des sédiments.

### **II.2.2. Métaux toxiques**

Les métaux toxiques ont un caractère polluant avec des effets toxiques pour les organismes vivants même à faible concentration.

### **II.3. Dangers des métaux lourds**

- Les métaux lourds catalysent la réaction de l'oxydation et favorisent la création des radicaux libres.
- La contamination aux métaux lourds diminue les minéraux et les éléments traces du partage d'enzyme. Cela provoque le blocus du métabolisme.
- Les contaminations chroniques aux métaux lourds peuvent structurer les enzymes et de cette façon créer des mutations dans notre système immunitaire.
- Les structures de graisses qui sont présentes dans toutes nos cellules peuvent changer de telle façon que l'apport en nutriments serait déstabilisé.

## II.4. Normes

La surveillance de la qualité de l'eau impose des problèmes de plus en plus difficiles à résoudre parce-que l'augmentation de la quantité de l'eau utilisée en économie a déterminé l'augmentation du volume de l'eau usée restitué aux ressources naturelles, en provoquant la détérioration de sa qualité.

Ainsi, la décontamination de l'eau des métaux lourds existants dans les eaux usées constitue un objectif majeur, en tenant compte que ceux-ci sont des éléments les plus nocives, pour l'environnement, à cause de la toxicité et de la non biodégradabilité [22]

**Tableau 2 : Normes de rejets industriels en Algérie [23]**

Métal	Al	Cd	CrIII	Fe	Mg	Hg	Ni	Pb	Cu	Zn
Concentration mg/l	5	0.2	3	5	1	0.01	5	1	3	5

Pour quelques pays industriels, les normes adoptées sont représentés dans le tableau suivant :

**Tableau 3 : Normes de rejets industriels de quelques pays industriels [24]**

Métal \ Pays	Fe	Cu	Ni	Zn	Cd	Pb	Al	Sr	Cr	Hg
CCE	5	2	5	5	0.2	1	5	2	3	0.05
France	5	0.5	0.5	0.5	0.2	0.5	5	2	0.5	0.005
Belgique	2	2	3	5	1	1	2	--	2	0.1
Allemagne	3	0.5	0.5	1	0.2	0.5	3	1	0.5	--
Suisse	1	1	2	2	1	1	10	--	2	0.1

### II.5. Le plomb

#### II.5.1. Définition

Le plomb est un élément chimique de la famille des cristallogènes, de symbole Pb et de numéro atomique 82. C'est un métal noir grisâtre, blanchissant lentement en s'oxydant, malléable, de forte densité qui émet des vapeurs dès 600°C. Le mot et le symbole du plomb viennent du latin plumbum.

Le plomb est un produit naturel de la désintégration de l'uranium. Le Plomb natif est rare, cependant il se trouve associé au gisement de sulfures ; Il est extrait de sa source minérale principale, la galène (PbS) qui en contient 86.6% en poids, mais aussi des minerais associés aux Zn (la sphalérite), à l'argent et le plus abondamment au cuivre [25]. D'autres variétés communes sont la cérusite (PbCO<sub>3</sub>) et l'anglésite (PbSO<sub>4</sub>) [26].

#### II.5.2. Utilisation du plomb

Le plomb est utilisé dans :

- l'imprimerie et dans la métallurgie (fonderie).
- La fabrication des accumulateurs au plomb.
- Dans certains pigments utilisés dans les peintures.
- Certains traitements de surface et dans la fabrication de certains verres (cristal mais aussi verres optiques de précision pour lasers, rayons X et fibres optiques)
- Le carbonate de plomb est utilisé pour la fabrication des ciments, mastics et céramiques.
- Le carbonate basique de plomb sert de catalyseur dans la préparation des polyesters, de constituant des céramiques vitreuses et des graisses lubrifiantes.
- De pigments dans les encres thermosensibles.

- De stabilisant dans les polymères [27].
- Le plomb est également présent dans certains carburants [28].
- Le plomb avec l'arsenic et l'antimoine sont utilisés encore dans la fabrication de munitions de guerre ou de chasse.
- En 2004, les batteries au plomb, destinées à l'automobile ou à l'industrie, représentent 72 % de la consommation de plomb.

### II.5.3. Impact sur l'environnement

Dans l'environnement, le plomb est majoritairement présent dans le compartiment atmosphérique et provient des fonderies, des industries de la métallurgie, de la combustion du charbon, de l'incinération des déchets et des gaz d'échappement des véhicules. C'est pourquoi le flux le plus important de plomb à l'océan provient de l'atmosphère. L'utilisation des essences sans plomb a été un des facteurs de la décroissance de l'exposition au plomb dans l'environnement.

Les constitutions du sol sont perturbées par l'intervention du plomb, spécialement près des autoroutes et des terres agricoles, où des concentrations extrêmes peuvent être présentes. Les organismes du sol souffrent alors aussi de l'empoisonnement au plomb.

Le plomb peut se retrouver dans l'eau et les sols lors de la corrosion des tuyauteries en plomb des systèmes de transport d'eau et lors de l'usure des peintures au plomb.

Le plomb s'accumule dans le corps des organismes aquatiques et ceux du sol. Ils souffrent des conséquences d'un empoisonnement au plomb. Chez les crustacés ces effets se font ressentir même si de très petites concentrations de plomb sont présentes.



Le plomb est un produit chimique particulièrement dangereux car il peut s'accumuler dans des organismes individuels, mais aussi dans la chaîne alimentaire tout entière. Le plomb est un contaminant de l'environnement, toxique et écotoxique dès les faibles doses.

### **II.5.4. Toxicité**

Les effets pathologiques d'une intoxication au Pb sont nombreux et peuvent être séparés en deux catégories : effets physiologiques et neurologiques [29].

#### **a) Effets physiologiques**

- Une augmentation de la tension artérielle et l'apparition de dommages vasculaires et intestinaux.
- Des troubles au niveau des reins (néphropathie saturnine). Chez l'enfant le plomb peut remplacer Ca dans les os, ce qui est facilement détectable à travers les radiographies.
- Des cas de stérilité détectés quand l'exposition est prolongée au Pb
- Il a en effet été classé comme potentiellement cancérigène en 1980 puis comme probablement cancérigène pour l'homme et l'animal en 2004 [30].

#### **b) Effets neurologiques**

- Affections des systèmes centrales et périphérique (empoisonnement du cerveau au Pb), les symptômes le plus fréquents sont les pertes de mémoire et des perturbations des fonctions cognitives et comportementales, [31-34].
- Les enfants exposés de manière prolongée à de faibles doses de plomb peuvent développer le saturnisme (maladie caractérisée par divers troubles : croissance,

développement du système nerveux central, développement intellectuel et comportement).

- A fortes doses, apparition des troubles de la reproduction chez les adultes, des insuffisances rénales, et des encéphalopathies.

◆◆ La directive européenne propose une limite temporaire à 25 µg/l. Des réglementations plus strictes imposeraient le renouvellement de l'intégralité des systèmes d'alimentation en eau potable

## II.6. Le chrome

### II.6.1. Définition

Le chrome, est utilisé sous forme de chromite ( $\text{FeOCrO}_2$ ) dans l'industrie métallurgique et dans l'industrie chimique. On le trouve également sous la forme de ferrochrome, utilisé pour la production d'aciers inoxydables et d'alliages divers. Le chrome est également employé comme pigment pour la peinture, le caoutchouc, le papier, l'encre d'imprimerie, ou encore pour le tannage des peaux. Réalisé industriellement depuis 1920, le chromage est utilisé pour donner un aspect décoratif et assurer une bonne résistance à la corrosion atmosphérique.

## II.7. Procèdes d'élimination des métaux lourds

### b) Chélation-complexation

Cette méthode consiste à former des complexes organométalliques stables par l'intermédiaire de ligands organiques (complexants) de faible poids moléculaire, généralement les acides humiques et fulviques. La forte affinité des métaux lourds pour ces composés est liée à l'existence des groupes fonctionnels (carbonyle, carboxyle, hydroxyle...). Cette stabilité croit dans l'ordre suivant :

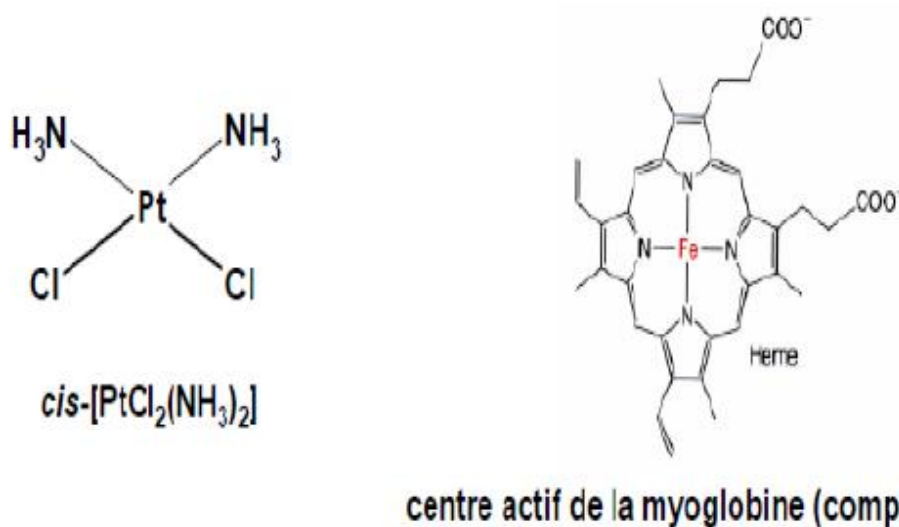
$\text{Cu}^{2+} > \text{Fe}^{2+} > \text{Pb}^{2+} > \text{Ni}^{2+} > \text{Co}^{2+} > \text{Mn}^{2+} > \text{Zn}^{2+}$  [35, 36].

### a.1. Définition

Un complexe (ion ou molécule de coordination) est une molécule constituée d'un ou de plusieurs atome(s) central (aux) (ion métallique) lié(s) à un certain nombre de ligands ou coordinats.

L'atome central est un acide de Lewis, il possède plusieurs lacunes électroniques (orbitales atomiques vides). Les ligands sont des bases de Lewis, ils possèdent un ou plusieurs doublets d'électrons libres pour pouvoir se lier au cation central. Ils peuvent être des atomes (O, Cl, ...etc.) ou molécules, neutres ou chargés (NH<sub>3</sub>, PR<sub>3</sub>, R<sub>2</sub>C=CR<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, ...etc.).

Exemple :



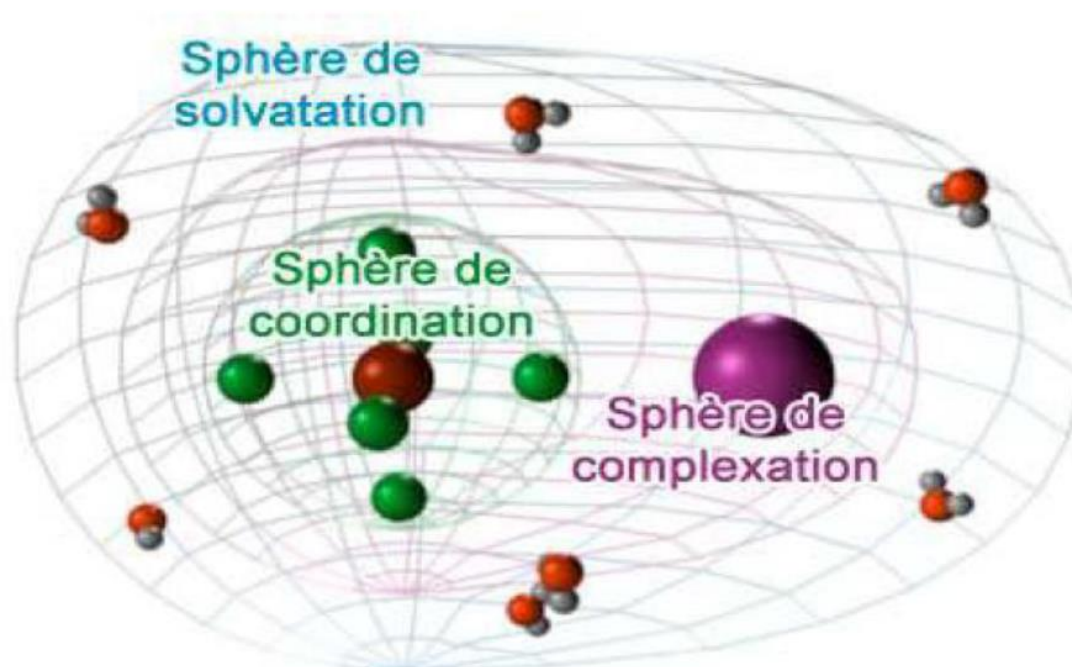
Les métaux possèdent deux types de valence, la valence primaire qui correspond à la formation de l'ion et une valence secondaire, qui correspond au nombre de groupements fixés sur l'ion métallique.

- ♦ La valence primaire correspond au nombre d'oxydation
- ♦ La valeur secondaire correspond au nombre de coordination.

## a. 2. Sphère de coordination et de complexation

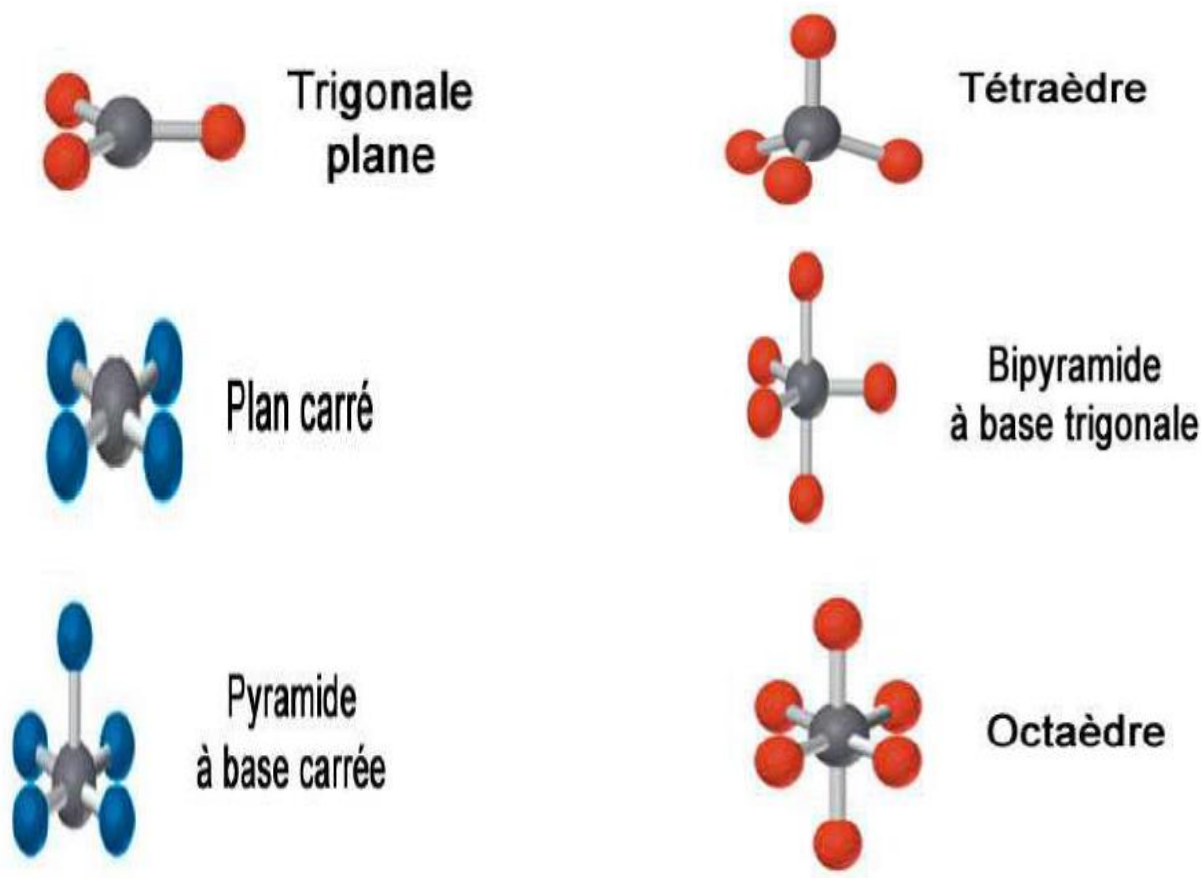
La sphère de coordination est constituée par les ligands tandis que la sphère de électrostatique. Autour de la sphère de coordination, le solvant forme la sphère de solvation qui stabilise et isole le complexe.

Exemple :  $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]^{3+}, 3\text{Cl}^-$  dans  $\text{H}_2\text{O}$



**Figure 7 :** Sphère de coordination et de complexation

Un complexe est caractérisé par sa géométrie qui dépend de son nombre de coordination. Les géométries les plus répandues sont l'octaèdre (pour six ligands) et le plan carré (pour quatre ligands).



### a. 3. Types de ligands et complexes

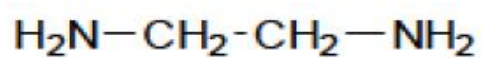
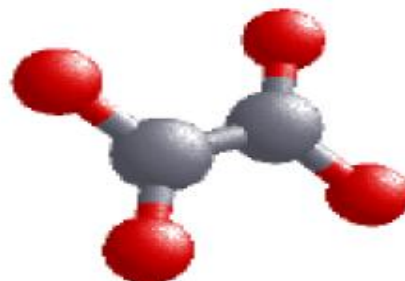
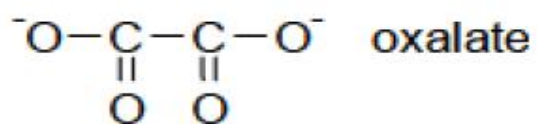
La classification des complexes se base sur le nombre d'ions (ou d'atomes) centraux qu'ils comportent. Ils sont appelés complexes monométalliques ou mononucléaires dans le cas de l'existence d'un seul ion métallique. Si l'entité complexe comporte deux ou plusieurs ions métalliques on la désigne par les termes bimétalliques (binucléaire), trimétallique (trinucléaire), et polymétallique (polynucléaire).

Les ligands sont classés selon leur structure et le nombre d'atomes donneurs.

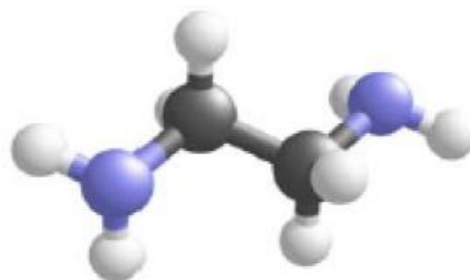
Exemples :

- ligands monodentés :  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CH}_3\text{OH}$ ,  $\text{OH}^-$ ,  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NCS}^-$

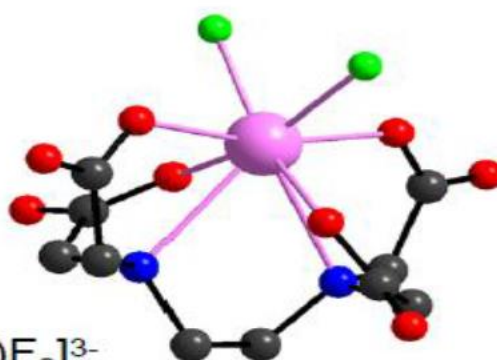
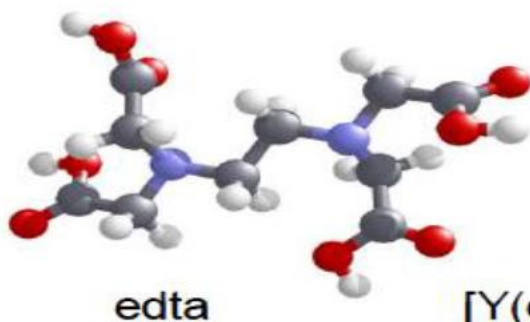
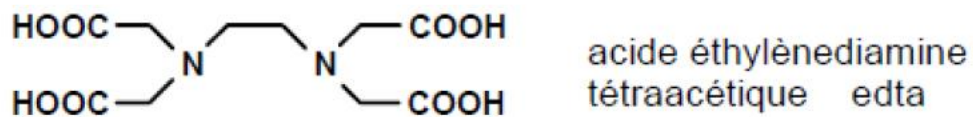
- ligands bidentés :



1,2-diaminoéthane  
(éthylènediamine, en)



- ♦ ligands polydentés:



#### a. 4. Influence de la nature des cations et des ligands sur la stabilité des complexes

Ahrland, Chatt et Davies ont proposé une classification empirique des ions métalliques selon trois groupes : classes A, B et « frontière ». Cette classification est basée sur l'affinité de ces ions pour des ligands possédant des atomes donateurs des groupes V A (N, P), VI A (O, S) et VII A (halogènes).

Les classes A et B correspondent à la notion d'acides respectivement durs (A) et mous (B) de Pearson [37].

**Les acides durs** : sont caractérisés par une faible électronégativité ( $\chi$ ) de l'atome donneur, une valeur entre 0.7 et 1.6 est caractéristique des acides durs, ils sont relativement petits, relativement chargé ( $\geq 3+$ ). Les ions les plus chargés du côté gauche du bloc d,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ , et  $\text{Al}^{3+}$  sont des exemples d'acides durs.

**Les bases dures** : sont caractérisées par un atome donneur petit, ayant une électronégativité ( $\chi$ ) très élevée (entre 3.4 et 4) ces deux facteurs implique un nuage électronique non polarisable de l'atome donneur. Les deux seuls atomes donateurs avec des électronégativités dans l'éventail spécifié sont l'oxygène et le fluor. Donc les bases dures sont ceux dont l'atome donneur est soit O ou F. Des exemples de bases durs sont  $\text{O}_2^-$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{OH}^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$  et  $\text{PO}_4^{3-}$ .

**Les acides mous** : sont caractérisés par un atome donneur: Gros, ayant une électronégativité ( $\chi$ ) intermédiaire jusqu'à élevée (entre 1.9 et 2.5) et faiblement chargé (+1, +2). Des exemples d'acides doux incluent  $\text{Cu}^+$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Au}^+$ ,  $\text{Ag}^+$ , et  $\text{Pb}^{2+}$ , ces métaux sont tous rassemblés dans la même région du tableau périodique.

**Les bases molles** : sont caractérisées par un atome donneur dont l'électronégativité est intermédiaire à élevée (2.1-3.0) , le volume est grand menant à la polarisabilité. Les exemples de bases molles sont  $S^{2-}$ ,  $PEt_3$ ,  $RSe^-$ ,  $I^-$ , et  $Br^-$ , ceux-ci se trouve dans les groupes 15-17 dans les périodes avec  $n \geq 3$ .

**Les acides limites** : qui sont intermédiaires entre acides durs et doux. Donc ils ont tendance à avoir une charge moins faible et un volume un peu plus grand que les acides durs, et plus chargé et un volume un peu plus petit que les acides doux. Les ions  $2+$  du bloc d, tel que  $Fe^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ , et  $Zn^{2+}$ , sont des acides limites.

**Les bases limites** : qui sont intermédiaires entre les bases dures et molles. Elles ont tendance à être plus grosses et moins électronégatives que les bases dures, plus petites, et plus électronégatives que les bases molles. Les bases dont l'atome donneur est N ou Cl tel que  $NH_3$ ,  $Cl^-$ ,  $R-Cl$ , et la pyridine sont des bases limites.

### b) Echange d'ions

L'échange ionique consiste à remplacer les cations complexés d'une solution (cations métalliques) par la même quantité d'équivalents grammes d'autres ions libérés par le complexant [38]. L'argile bentonite, la glauconite et des gels de silice conditionnés, entre autres, ont été évalués pour leurs propriétés d'échangeurs ioniques minéraux naturels et les zéolites puis les résines, pour ceux synthétiques. Cependant, ce traitement est limité par la présence des impuretés dissoutes et les matières organiques ainsi que les alcalino-terreux qui entrent en compétition avec les métaux lourds [39]



### b) Electrolyse

L'élimination des métaux est effectuée par dépôt du métal sur une cathode de réaction. L'inconvénient de ce procédé est la présence des réactions parasites d'oxydoréduction qui peuvent se produire et créer des surtensions au niveau des électrodes [40].

### II.8.2. Procédés de transfert membranaire

#### a) Osmose inverse

Cette technique est utilisée pour le dessalement des eaux de mer, des eaux saumâtres et pour la production d'eau ultra pure. Elle consiste en un transfert de solvant d'une solution concentrée vers une solution diluée par application d'une pression supérieure à la pression osmotique à travers une membrane semi-perméable en acétate de cellulose, en polyamide ou en polypropylène [41,42].

#### b) Electrodialyse

Ce procédé est utilisé pour récupérer de l'Argent, le Nickel et le Cuivre dans des bains de traitement de surface [43]. Il permet le transfert des ions métalliques d'une solution, sous l'effet d'un courant électrique à travers une membrane de dialyse [44].

### II.8.3. Procédés biologiques

Les procédés biologiques exploitent certains mécanismes (oxydation ou réduction) de résistance développés par les micro-organismes : bactéries, Algues, champignons et levures qui sont capables de fixer et d'accumuler les métaux lourds.

D'une manière générale, les métaux peuvent être retenus par les bactéries soit par une adhérence à la paroi de leurs cellules, soit par pénétration puis accumulation à

l'intérieur des cellules. Les adsorptions sont généralement décrites par l'isotherme de Langmuir pour l'adsorption linéaire ou de Freundlich pour l'adsorption non linéaire [45-48]

## II.9. Adsorption

L'adsorption à l'interface soluté/solide est un phénomène de nature physique ou chimique par lequel des molécules présentes dans effluent liquide ou gazeux, se fixent à la surface d'un solide [49].

### II.9.1. Classification des phénomènes d'adsorption

L'adsorption est divisée en deux types :

#### a) Adsorption chimique (ou chimisorption)

- Elle met en jeu une ou plusieurs liaisons chimiques covalentes ou ioniques entre l'adsorbat et l'adsorbant.
- Elle est généralement irréversible, produisant une modification des molécules adsorbées.
- Seules, les molécules directement liées au solide, sont concernées par ce type d'adsorption [50].
- La plupart des phénomènes chimiques correspondent à des réactions acidobasiques (transfert de proton), d'oxydo-réduction (transfert d'électron), ou de complexation.

#### b) Adsorption physique (ou physisorption) :

- l'adsorption physique se produit à des températures basses.
- Les molécules s'adsorbent sur une ou plusieurs couches (multicouches) avec des chaleurs d'adsorption souvent inférieure à 20 kcal/mol [51,52].

- Les interactions entre les molécules du soluté (adsorbât) et a la surface du solide (adsorbant) sont assurées par des forces électrostatiques de types dipôlesdipôles, liaison hydrogène ou de van der waals [53,54].
- La physisorption est rapide, réversible et n'entraîne pas de modification des molécules adsorbées.

### II.10. Paramètres physico- chimiques de l'eau

#### a) Température

Une température élevée accélère la plupart des réactions physico-chimiques et biologiques dans le réseau, influence la croissance bactérienne, dissipe l'effet du désinfectant résiduel en agissant sur les constantes d'équilibre et accélère la corrosion [55].

#### b) Le potentiel d'Hydrogène (pH)

Le pH caractérise la concentration d'une eau ou d'une solution aqueuse en ions hydronium ( $H_3O^+$ ). Plus simplement, il mesure l'acidité ou l'alcalinité d'une eau.

Une eau acide et agressive ( $0 < \text{pH} < 7$ ) corrode les parties métalliques des canalisations de distribution. Le risque sanitaire est alors fonction des métaux qui passent en solution dans l'eau (comme le plomb par exemple : risque de saturnisme hydrique). De plus la pérennité des installations est en jeu, surtout sur les circuits d'eau chaude, où la température accentue la corrosion.

Une eau basique ou alcaline ( $7 < \text{pH} < 14$ ) diminue l'efficacité de la désinfection au chlore. Au-dessus de 9 unités pH, il est conseillé de ne pas utiliser cette eau pour la toilette. En effet cette eau peut provoquer des irritations oculaires et une aggravation des affections cutanées [56].

**Normes :** entre **6.5** et **8.5**

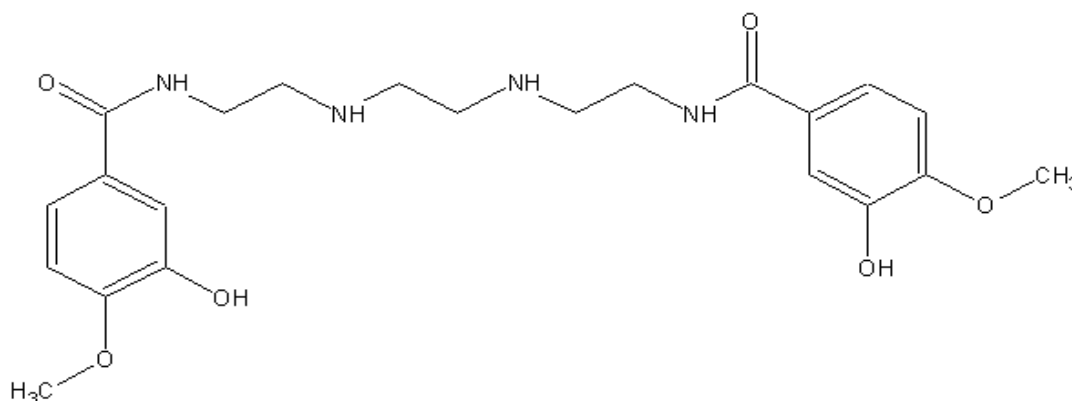
# **CHAPITRE II :**

# **MATÉRIELS ET**

# **MÉTHODES**

## II.1. Synthèse du ligand utilisé comme complexant (EDEH):

N,N'-(2,2'-(ethane-1,2-diylbis(azanediyl))bis(ethane-2,1 -diyl))bis(2-hydroxy-3-methoxybenzamide) (**EDEH**)



**Figure 8 :** N,N'-(2,2'-(ethane-1,2-diylbis(azanediyl))bis(ethane-2,1 -diyl))bis(2-hydroxy-3-methoxybenzamide)

Le ligand amide (**EDEH**) est synthétisée à partir d'un mélange 1 : 1 : 2 molaire (9mmol ; 0.146g) de Triéthylentetramine et Methyl 3-methoxysalicylate (18mmol ; 0.364 g) dans un solvant (10ml )(2-porpanol), en présence de (0.2g triéthylamine). Sous agitation, le mélange est porté à reflux pendant six heures [57] .Des monocristaux jaunes sous forme d'aiguilles sont obtenus par évaporation lente du solvant.

## II.2. Mode opératoire utilisé pour l'étude de la cinétique d'adsorption

Dans un bécher, on introduit un volume de 27 ml de la solution métallique  $\text{Cr}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  ;  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  de concentration 100 ppm, avec 0.0913g du (**EDEH**) .Une agitation magnétique à température  $T=25^\circ\text{C}$ , permet d'assurer un bon contact et une grande homogénéisation de la solution. Des prélèvements d'échantillons de la

solution exempts de complexes formés, à des intervalles de temps déterminés sont effectués.

La quantité du métal adsorbée à l'équilibre par le ligand est déterminée comme suit :

$$q_{t=}. \frac{(C_e - C_t) \cdot V \cdot 10^{-3} \cdot}{m}$$

Où :

- $C_e$  et  $C_t$  sont respectivement les concentrations initiales et instantanées du métal à l'équilibre (mg/l).
- $V$  : est le volume de la solution (ml)
- $m$  : est la masse de l'adsorbant.(g)

## II. 3. Méthodes de caractérisation

Les méthodes de caractérisations utilisées dans notre présent travail sont : Spectroscopie de résonance magnétique nucléaire du proton RMN 1H, la spectrophotométrie d'absorption atomique et la spectroscopie Infra –Rouge.

### II.3.1. ANALYSES SPECTRALES

#### II.3.1.1. Spectroscopie Infra-Rouge

La spectroscopie infrarouge (IR) est une classe de spectroscopie qui est employée pour l'identification de composés. Elle est basée sur l'absorption du rayonnement électromagnétique par l'échantillon. Chaque type de liaison (e.g. C=C ; C=O ; C-O) présente une absorption du rayonnement électromagnétique

dans une bande de longueur d'onde relativement étroite. Cette dernière peut être légèrement modifiée par l'environnement de la liaison. Les radiations infrarouges sont situées entre la région du spectre visible et des ondes hertziennes. Le domaine infrarouge s'étend de  $12500\text{ cm}^{-1}$  à  $10\text{ cm}^{-1}$ . Le domaine d'infrarouge est arbitrairement divisé en 3 catégories [55], le proche infrarouge  $12500\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ , le moyen infrarouge  $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$  et le lointain infrarouge soit  $400\text{-}10\text{ cm}^{-1}$  (Figure 15). Les absorptions dans le domaine du moyen infrarouge constituent une signature des composés examinés et permettent de déduire des particularités de structure [58].

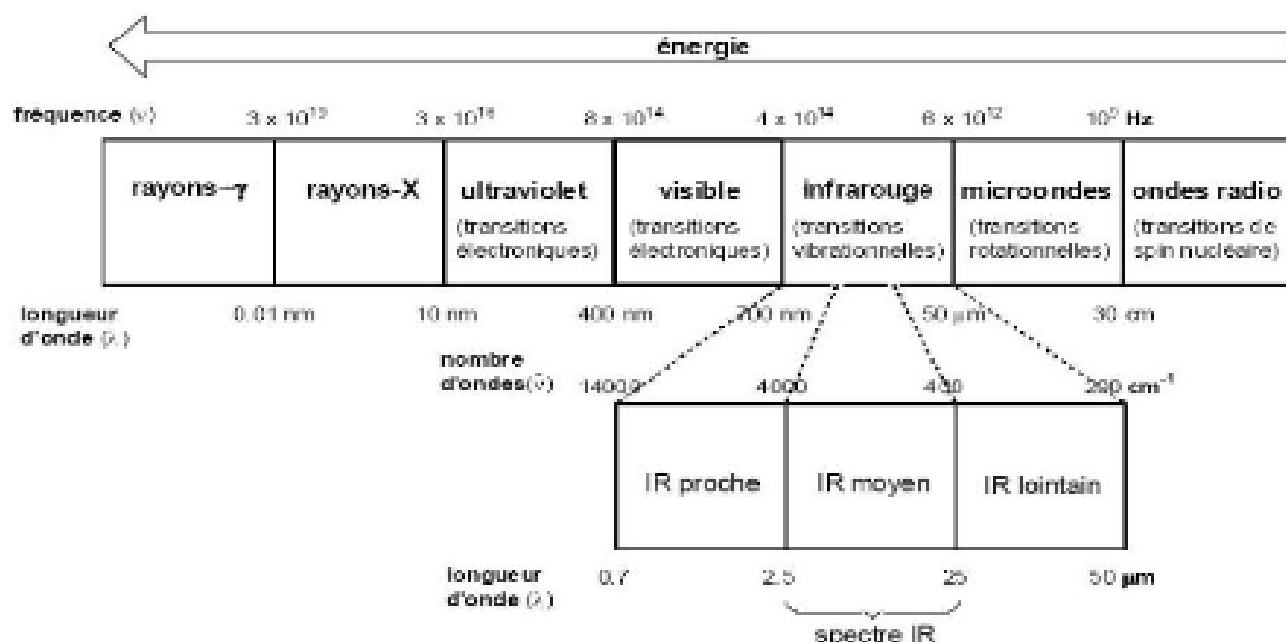


Figure 9 : domaine de l'IR dans le spectre électromagnétique

### Analyse IR du monocristal

Les spectres infrarouges (I.R) du ligand ont été enregistrés dans le domaine ( $400 - 4000$ )  $\text{cm}^{-1}$  à l'état solide sur un spectrophotomètre Perkin-Elmer 9800 à Transformé de Fourier (FTIR), au laboratoire de chimie inorganique et environnement (LCIE) à l'université de Tlemcen.

## **II.3.1. 2. Spectroscopie de résonance magnétique nucléaire RMN**

La résonance magnétique nucléaire (RMN) est fondée sur la mesure de l'absorption de la radiation de radiofréquence (onde électromagnétique dont la fréquence est inférieure à 300 GHz) par un noyau atomique placé dans un champ magnétique fort.

La spectroscopie RMN consiste à observer les transitions entre 2 niveaux d'énergie très proches d'un noyau soumis à un champ magnétique.

Le signal d'un proton est donc caractérisé par son déplacement chimique d'exprimé en ppm de la valeur du champ magnétique), qui dépend essentiellement de la nature de l'atome qui le porte (carbone, azote ou oxygène le plus souvent) et des autres substituants portés par ce dernier et les atomes adjacents.

La spectroscopie par résonance magnétique nucléaire (RMN) constitue l'un des plus puissants instruments de détermination de la structure des espèces organiques aussi bien qu'inorganiques.

### **Analyse RMN du monocristal**

Les spectres de résonance magnétique nucléaire du proton (RMN  $^1\text{H}$ ) du ligand ont été réalisés sur l'appareil Bruker Ac 250FT dans le DMSO au centre d'analyse de Fès.

### **II.3.1.3. Spectrophotométrie d'absorption atomique**

L'absorption atomique est basée sur le fait que les états de l'atome sont définis par les niveaux d'énergies quantifiés dans lequel il se trouve. Tout corps



chimique peut absorber les radiations qu'il émet lui-même dans des conditions déterminées. Les atomes, à la température ordinaire, sont au niveau d'énergie fondamentale. Le passage à l'état excité se fait lorsque l'atome absorbe un photon de fréquence caractéristique de

l'atome qui lui permet de passer à un niveau d'énergie quantifié supérieur. Lorsqu'une solution est pulvérisée dans une flamme, l'eau s'évapore; les sels et leurs produits de décomposition sont dissociés à l'état d'atomes ou radicaux. Ceux –ci sont excités par l'énergie thermique de la flamme; leur retour à l'état fondamental s'accompagne de l'émission d'une radiation de fréquence caractéristique de l'élément mis en solution et dont l'intensité est fonction de sa concentration [59]. L'absorption atomique consiste donc à la mesure de l'absorption des radiations photoniques spécifiques par des atomes en phase vapeur. L'absorption est liée à la concentration de l'élément par la relation de Beer -Lambert.

$$A = \log \frac{I_0}{I} = \varepsilon \cdot L \cdot C$$

A : l'absorbance.

$I_0$  : Intensité de la radiation incidente.

I : Intensité de la radiation après la traversée de la source thermique.

$\varepsilon$  : Coefficient d'absorption molaire (l /mole.cm),

L : Longueur du chemin optique (cm).

C : Concentration de l'élément (mol.l<sup>-1</sup>).

### **II.3.1.3. 1. Avantages de la méthode**

- 1- C'est une méthode sélective et universelle.
- 2- Elle utilise de faibles concentrations de l'ordre de quelques ppm.
- 3- L'analyse est rapide dotée d'une bonne précision

### **II.3.1.3. 2. Détermination du pourcentage de métaux**

Le taux du métal complexé par le ligand (**EDEH**) , a été déterminé sur l'appareil d'absorption atomique: AURORA AI 1200 ou niveaux de laboratoire de chimie inorganique et environnement .

### **II.3.1.4. Analyse élémentaire**

L'analyse élémentaire consiste à déterminer les proportions d'atomes de chaque élément chimique dans la composition d'une substance.

Les techniques actuelles permettent de déterminer avec précision des teneurs pouvant aller jusqu'à des proportions de  $10^{-9}$  avec des appareils commerciaux et des méthodes de routine.

L'action consistant à déterminer une composition élémentaire commence donc dès l'instant où on va échantillonner le milieu que l'on veut étudier (stratégie de prélèvement), se poursuit avec les transformations chimiques et physiques appliquées à cet l'échantillon tout en préservant sa composition élémentaire (préparation de l'échantillon), continue lorsque l'échantillon est traité par l'instrument de mesure ("analyse") et se termine lorsque, grâce à différents calculs, la série de nombres sortant de l'appareil est transformée en une valeur associée à son incertitude (traitement des résultats).

### **Analyse élémentaire du monocristal**

Les analyses élémentaires du carbone, hydrogène et azote ont été effectuées sur l'analyseur Perkin Elmer 2400, au centre d'analyse CNRST, Rabat, Maroc.

# CHAPITRE III : RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

### III.1 - Isolation et caractérisation du ligand

La triéthylènetétramine, le méthyl 3-méthoxysalicylate, l'isopropanol, la triéthylamine, le nitrate de plomb et le nitrate de Chrome, produits commerciaux (Aldrich), sont utilisés comme produits de départ dans la synthèse de ce ligand et l'étude cinétique de la complexation.

Le ligand amide (**EDEH**) préparé dans notre présent travail a été isolé à l'état de monocristaux. Il est stable à l'air, de point de fusion **123**, sa caractérisation a été faite à partir d'analyse élémentaire et d'études spectrales.

Les propriétés physiques de ce ligand, sont rassemblées dans le **tableau 4** suivant :

**Tableau 4** : propriétés physiques de ligand **EDEH**

Ligand	formule	couleur	F° C	solubilité					
				H <sub>2</sub> O	MeOH	DMF	CHCl <sub>3</sub>	Acétone	DMSO
<b>EDEH</b>	<b>C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>N<sub>4</sub>O<sub>6</sub></b>	<b>Jaune</b>	<b>123</b>	<b>S</b>	<b>S</b>	<b>S</b>	<b>inc</b>	<b>S</b>	<b>S<sub>c</sub></b>

### III.2 Résultats de l'analyse élémentaire du ligand EDEH

Les résultats d'analyse élémentaire (**Tableau 5**) montrent que le ligand est pur.

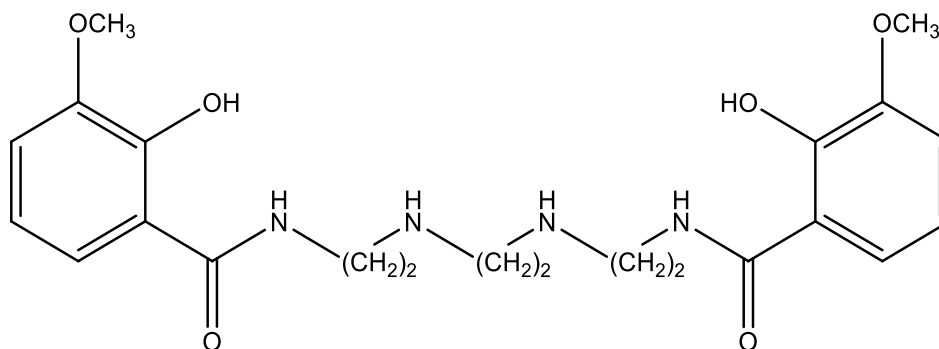
**Tableau 5** : résultats d'analyse élémentaire du ligand **EDEH**

Ligand <b>EDEH</b>	<b>C</b>	<b>H</b>	<b>N</b>
% calculé	59,1	6,7	12,5
% Exp	<b>59,4</b>	<b>6,1</b>	<b>12,5</b>

### III.3 Résultats d'études spectrales du ligand EDEH

#### III.2.1. Analyse du spectre RMN $^1\text{H}$

L'enregistrement du spectre de résonance magnétique nucléaire du proton (RMN  $^1\text{H}$ ), nous a permis de tirer les informations suivantes sur la structure du ligand **EDEH** (tableau 6).



**Figure 10** : Structure du ligand **EDEH**

**Tableau 6**: Données du spectre RMN  $^1\text{H}$  pour le ligand **EDEH**.

Spectre RMN $^1\text{H}$ (déplacement chimique)	
$\delta\text{H}_{\text{O-CH}_3} = 3,96 \text{ ppm}$	$\delta\text{H}_{\text{C}(2)\text{H}} = 7,42 \text{ ppm}$
$\delta\text{H}_{\text{N-H amine}} = 3,95 \text{ ppm}$	$\delta\text{H}_{\text{C}(3)\text{H}} = 7,39 \text{ ppm}$
$\delta\text{H}_{\text{NH-CH}_2} = 2,56 \text{ ppm}$	$\delta\text{H}_{\text{C}(4)\text{H}} = 6,96 \text{ ppm}$
$\delta\text{H}_{\text{NH-CH}_2} = 3,52 \text{ ppm}$	

Le spectre RMN  $^1\text{H}$  du ligand **EDEH**, confirme cette structure par le signal des différents protons (tableau 6), qui sont manquants pour la triéthylènetétramine. L'absence du signal du proton amide, est probablement due à sa participation dans les liaisons hydrogènes [58]

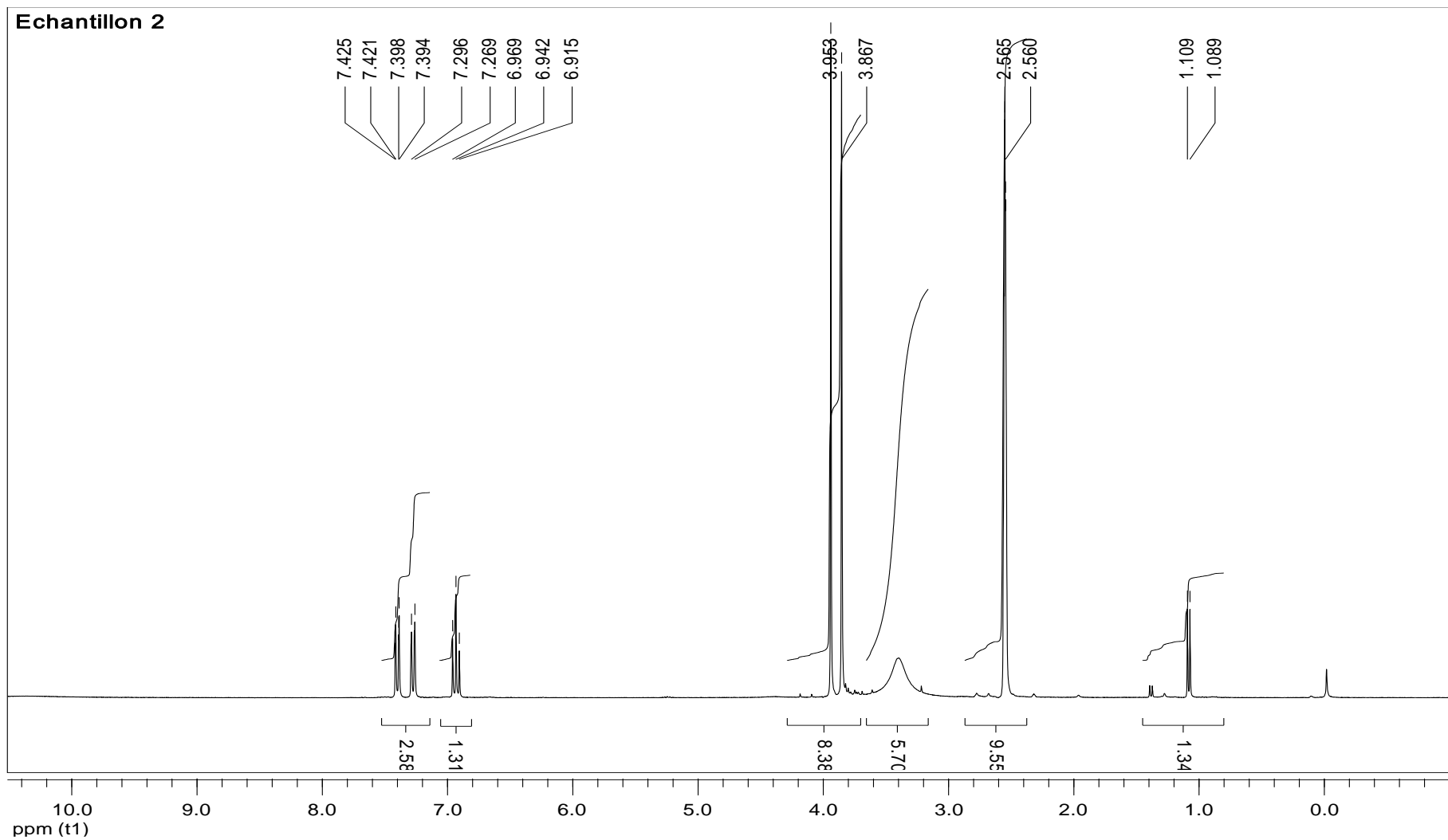


Figure 11 : Spectre RMN du ligand EDEH

Le spectre infrarouge du ligand **EDEH**, à l'état solide, dans le KBr (**figure 12**) présente un ensemble des bandes qui sont indiquées dans le **tableau7**

**Tableau 7:** Bandes principales d'absorption IR (cm<sup>-1</sup>) du ligand **EDEH**

<b>Spectre infrarouge</b>	
$\nu(\text{OH})$	3446
$\nu(\text{C-H})_{\text{aliphatique, aromatique}}$	2880 2958
$\nu(\text{C=O})_{\text{amide}}$	1698
$\nu(\text{C=C})$	1472
$\nu(\text{C-N})$	1217
	1439
$\nu_{\text{C-H 4H Adjacent}}$	747
$\nu(\text{CO})_{(\phi)}$	1259
	1344
$\sigma_{\text{OH}}(\phi)$	1212
$\nu(\text{NH})_{\text{amide}}$	3446
$\nu(\text{NH})_{\text{amine}}$	3222
$\sigma(\text{NH})_{\text{amide, amine}}$	1650, 1590

La formation de la fonction amide est mise en évidence par la disparition de la bande d'absorption caractéristique de la fonction carbonyle  $\nu_{\text{C=O}}$  à 1700 cm<sup>-1</sup> de la Methyl 3-methoxysalicylate ainsi que la bande d'absorption

caractéristique de la fonction de  $\text{NH}_2$  à  $3250 \text{ cm}^{-1}$  de la triéthylène tétramine et par la présence de la bande

d'absorption caractéristique de la vibration d'élongation de la fonction  $\text{C}=\text{O}$  amide à  $1698 \text{ cm}^{-1}$  [58].

Le spectre I R d'EDEH présente deux bandes d'absorption à  $3446$  et à  $3222 \text{ cm}^{-1}$ . La première étant large, elle est attribuée à  $\nu_{\text{OH}}$  phénolique et  $\nu_{\text{N-H}}$  amine [59], la deuxième correspond à  $\nu_{\text{N-H}}$  amide [60,61]. Les bandes correspondantes aux vibrations de déformation des fonctions N-H amine et amide apparaissent respectivement à  $1650$  et  $1580 \text{ cm}^{-1}$ [62].

Trois bandes d'absorption situées à  $1344$ , à  $1259$  et à  $1217 \text{ cm}^{-1}$  caractérisent la fonction phénol [63]. Les deux premières sont associées à la vibration d'élongation de la liaison  $\text{C}-\text{O}$ , la troisième aux vibrations de déformation des groupements OH [57-64].

Les vibrations d'élongation  $\nu_{\text{C-N}}$  sont observables à  $1149 \text{ cm}^{-1}$  [65].

L'indentification du cycle aromatique est caractérisé par la présence de deux bandes d'absorption caractéristiques d'une vibration d'élongation  $\nu_{\text{C}=\text{C}}$  à  $1472$  et  $1439 \text{ cm}^{-1}$  [66]. Les absorptions correspondant aux vibrations de déformation hors du plan des liaisons  $\text{C}-\text{H}$  des cycles aromatiques sont situées à  $747 \text{ cm}^{-1}$ . Elles sont fines et intenses et apparaissent dans ce domaine pour un noyau aromatique triisubstitué [67].

Les bandes d'absorption associées aux élongations des liaisons  $\text{C}-\text{H}$  aliphatiques et aromatiques qui apparaissent normalement entre  $3020$  et  $2870 \text{ cm}^{-1}$



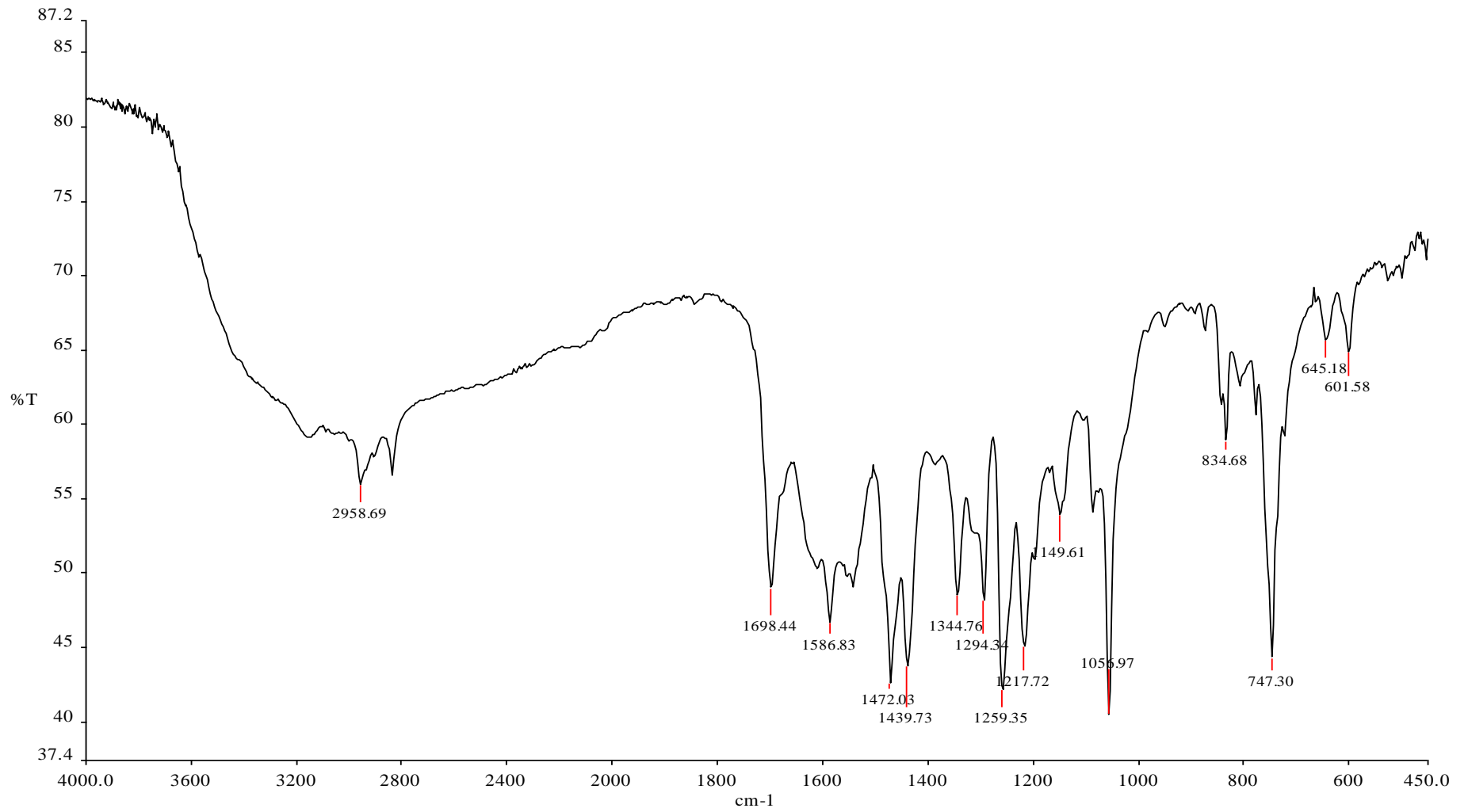
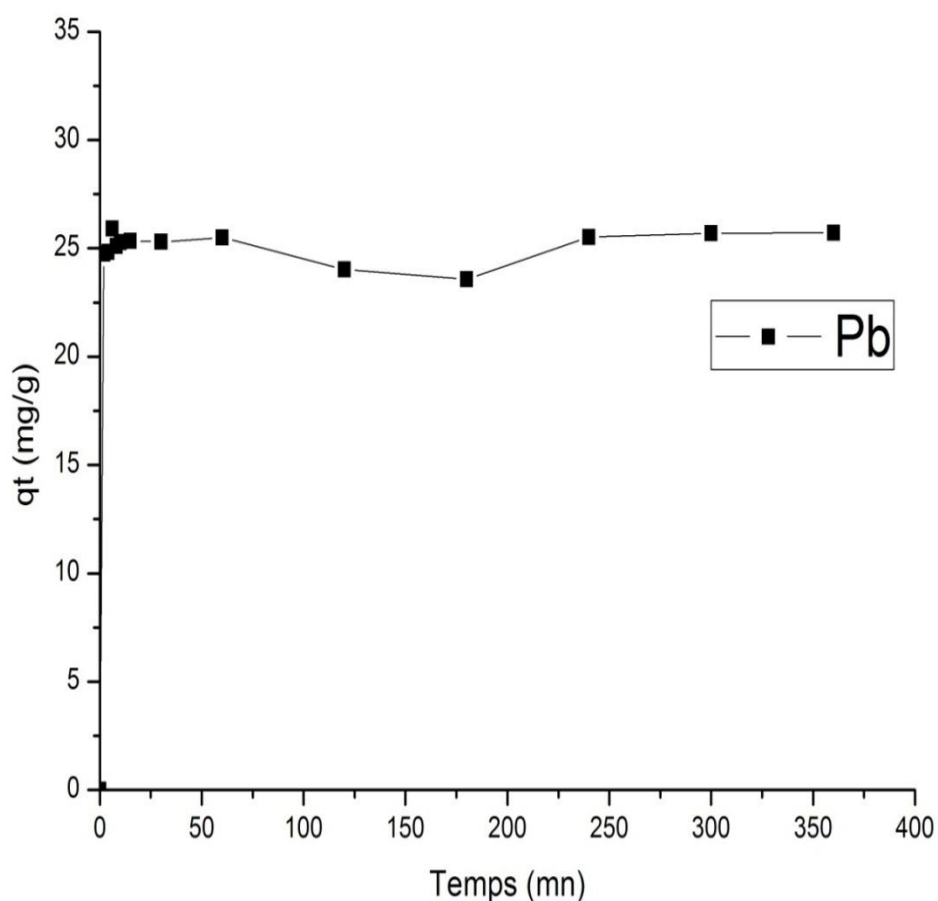


Figure 12 : Spectre IR du 1

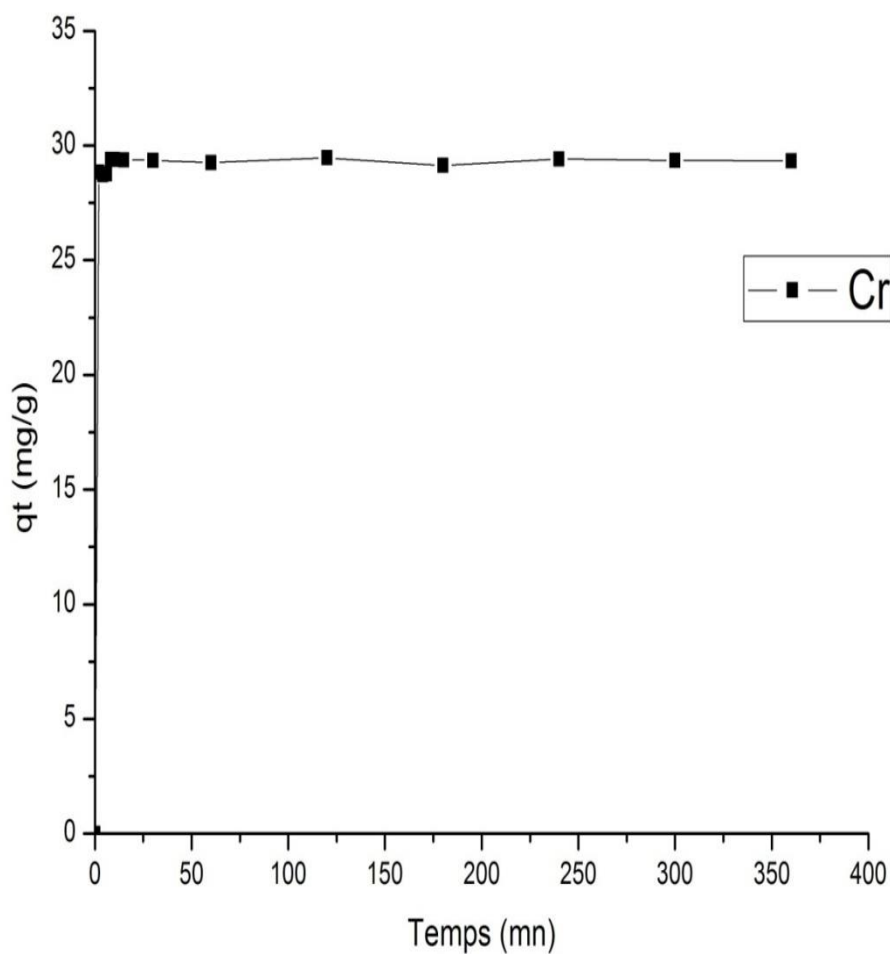
### III.3 cinétique de complexation des métaux lourds sur le ligand EDEH étudié

#### III.3.1 Effet du temps de contact

Les figures **13** et **14** représentent respectivement, l'évolution de la quantité de plomb(II) et de chrome(II) complexée par le ligand **EDEH** en fonction du temps. Ces dernières montrent une allure caractérisée par une forte adsorption des métaux dès les deux premières minutes de contact métal-ligand, suivie de l'équilibre. Ceci peut être expliqué par la nature polydentate du ligand **EDEH**.



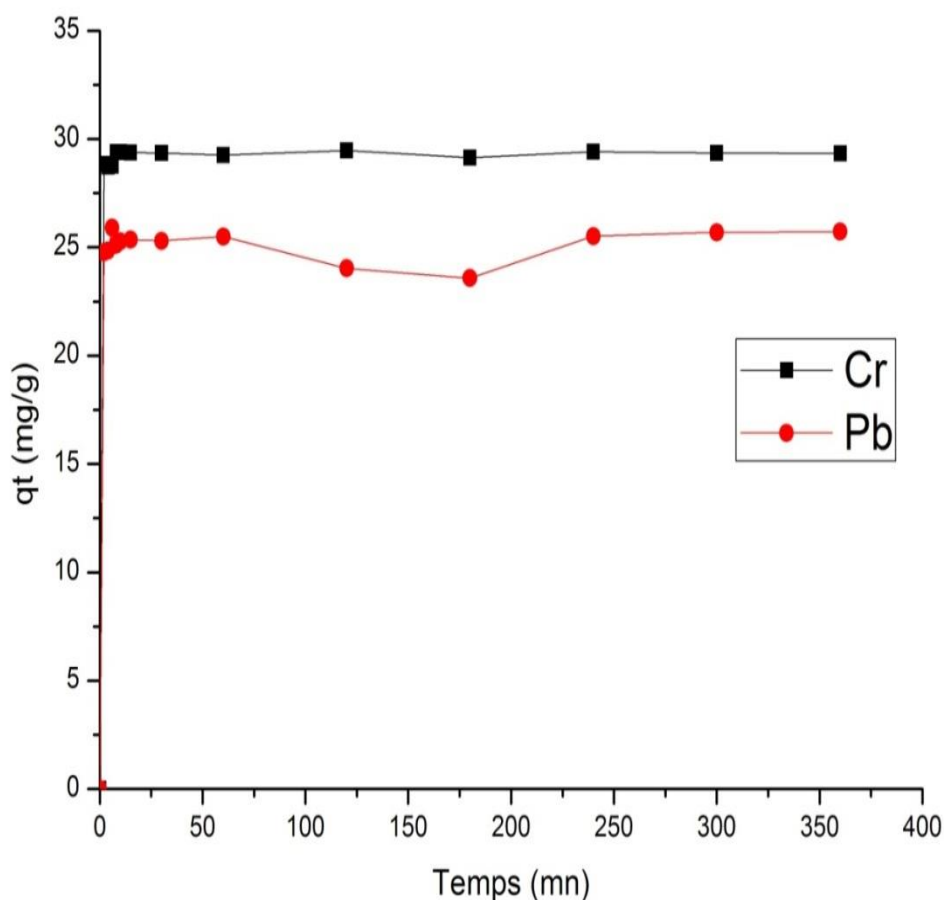
**Figure 13** : Cinétiques de complexation du Pb(II) sur le ligand **EDEH**.



**Figure 14** : Cinétiques de complexation du Cr(III) sur le ligand EDEH.

### II.3.2. Cinétiques d'adsorption / complexation du plomb(II) et Chrome (II) par le ligand EDEH.

Pour déterminer l'affinité de notre adsorbant vis-à-vis des deux métaux étudiés séparément, nous avons tracé les cinétiques d'adsorption du plomb, et du chrome par le ligand EDEH (figure 15).



**Figure 15** : Cinétiques de complexation de Pb(II) et Cr(III) sur le ligand **EDEH**.

La figure 15, montre des allures relevant une petite différence caractérisée par une forte augmentation de la quantité d'adsorption de métal (**tableau 8**) avec un temps d'équilibre pour le Chrome et pour le plomb, avec une diminution de qt entre 60 et 200mn pour le plomb. Ce ci est probablement du a compétition avec les ions  $H_3O^+$

Nous pouvons ainsi caractériser le ligand **EDEH** comme un bon adsorbant intervenant dans la complexation avec l'ordre d'affinité suivant : Chrome(III) > Plomb(II) .

**Tableau 8** : Résultats obtenus à l'équilibre.

Métal	Quantité fixé à l'équilibre (mg/g)	Temps d'équilibre (min)
<b>Pb</b>	25.51	8
<b>Cr</b>	<b>29.39</b>	<b>8</b>

Afin d'expliquer cet ordre d'affinité, nous avons essayé de voir des paramètres propres aux métaux et aux ligands qui interviennent dans la l'adsorption et/ou complexation et qui sont représentés dans le **tableau 9** suivant:

**Tableau 9** : propriété physique des atomes

Métal	Cr(VI)	Pb(II)
Masse atomique (g)	52	207
Rayon atomique (A°)	0,35	1,54
Charge	3	2

En raison de sa plus petite la taille et sa charge plus élevée, le chrome est plus facilement adsorbé par le ligand.

### III.3.3. détermination des constantes de vitesse

La constante de la vitesse d'adsorption est déduite à partir du modèle établi par LAGERGREEN [68] et développé par HO [69]. Ce modèle mathématique a été choisi pour sa simplicité et son application dans le domaine d'adsorption des composés organiques sur les différents adsorbants.

1°) Pour le premier ordre, la constante de vitesse d'adsorption  $K_v$  est donnée par la relation suivante :

$$\text{Log } (q_e - q_t)/q_e = - K_v \cdot t / 2,3$$

La valeur de  $K_v$  est déterminée à partir de la courbe  $\text{Log } (q_e - q_t)/q_e$  en fonction du **temps**.

2°) Pour le pseudo second ordre, la constante de vitesse  $K$  est donnée par la relation suivante:

$$t/q_t = K \cdot q_e^2/2 + t/q_e$$

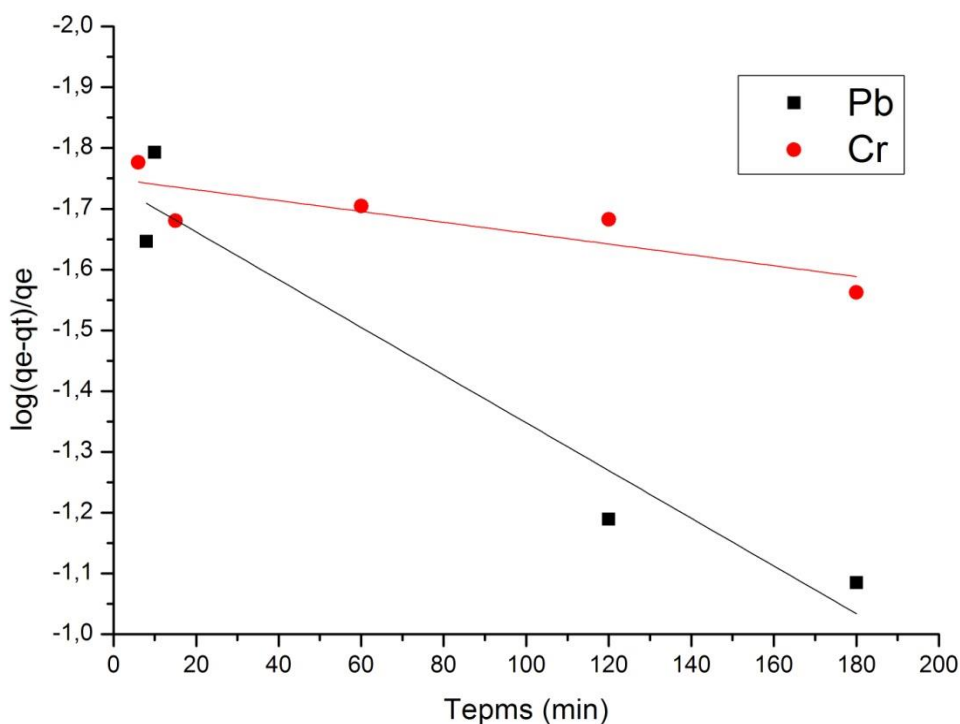
La valeur de  $K_v$  est déterminée à partir de la courbe  $t/q_t$  en fonction du **temps**.

3°) Pour le second ordre, la constante de vitesse d'adsorption ( $k$ ) est donnée par la relation suivante :

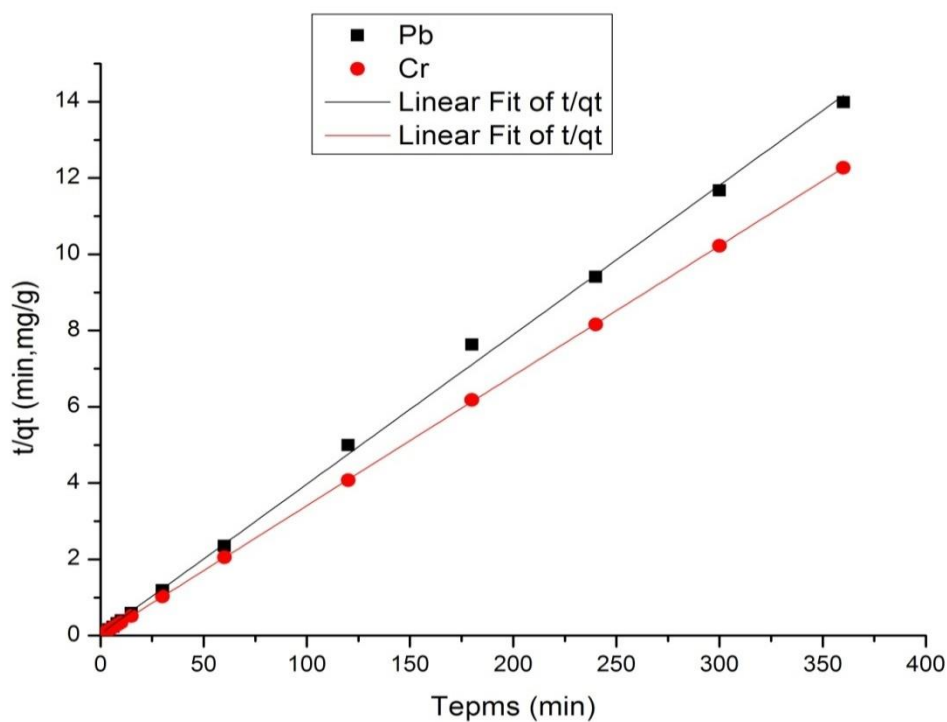
$$1/ (q_e - q_t) = 1/q_e + kt$$

Ou  $K_v$  est déterminée à partir de la courbe  $1/ (q_e - q_t)$  en fonction du **temps**.

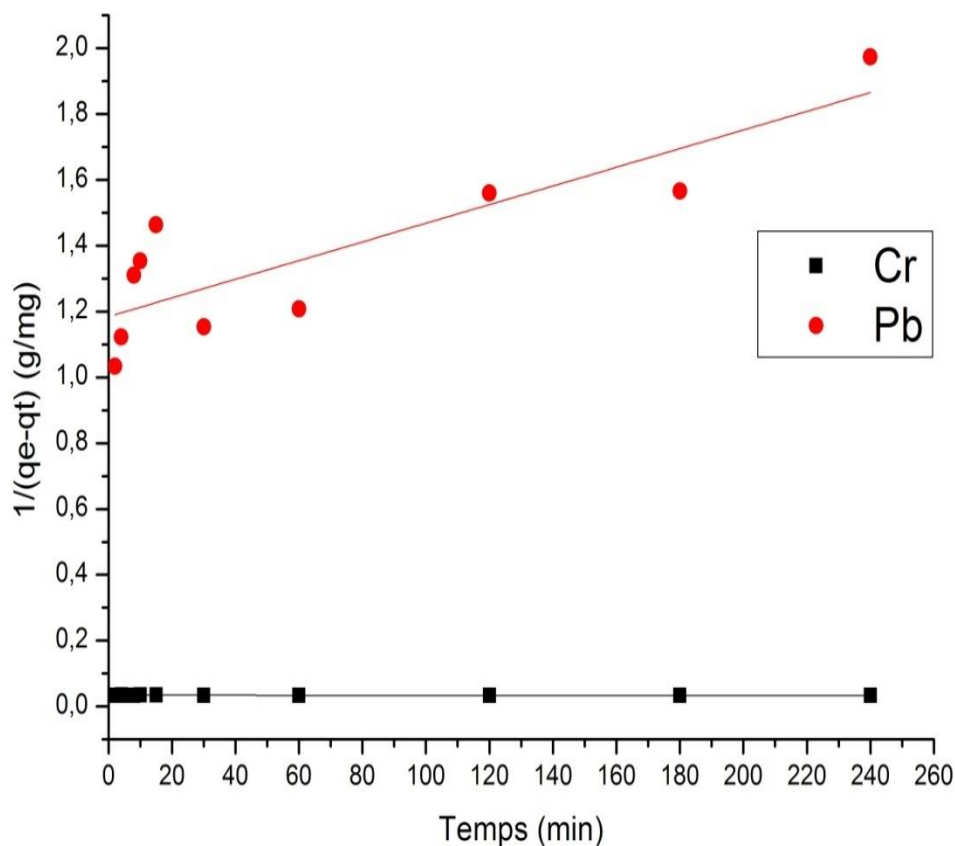
Les résultats ainsi obtenus sont présentés dans les figures 16, 17 et 18 respectivement pour le premier ordre, pseudo-second ordre et second ordre.



**Figure 16:** Détermination des constantes de vitesse du premier ordre d'adsorption des métaux lourds par le ligand **EDEH**.



**Figure 17 :** Détermination des constantes de vitesse du pseudo second ordre d'adsorption des métaux lourds par le ligand **EDEH**.



**Figure 18** : Détermination des constantes de vitesse du second ordre d’adsorption des métaux lourds par le ligand

**Tableau 10:** Constantes des vitesses de tous les ordres

	Premier ordre		Pseudo second ordre			second ordre		
	$R^2$	$K_v$ ( $\text{min}^{-1}$ )	$q_e$ (mg/g)	$K'$ ( $\text{min}^{-1} \cdot \text{g}/\text{mg}$ )	$R^2$	$q_e$ (mg/g)	$K$ ( $\text{min}^{-1} \cdot \text{g}/\text{mg}$ )	$R^2$
Pb	<b>0.72</b>	$3,41 \times 10^{-4}$	26.59	$7,82 \times 10^{-6}$	<b>0.98</b>	26.28	9.42	<b>0.69</b>
Cr	<b>0.85</b>	$7,61 \times 10^{-4}$	28.73	$4,27 \times 10^{-7}$	<b>1</b>	11.50	3.24	<b>1</b>



**Tableau 11:** Comparaison de la quantité absorbée des différents métaux à l'équilibre par le ligand synthétisé entre l'expérience et les modèles utilisés.

métal	$q_e$ exp (mg/g)	$q_e$ cal (mg/g) pseudo seconde ordre	$q_e$ cal (mg/g) second ordre
Pb	<b>25,72</b>	<b>26.59</b>	<b>26..28</b>
Cr	<b>29,34</b>	<b>28.73</b>	<b>11.50</b>

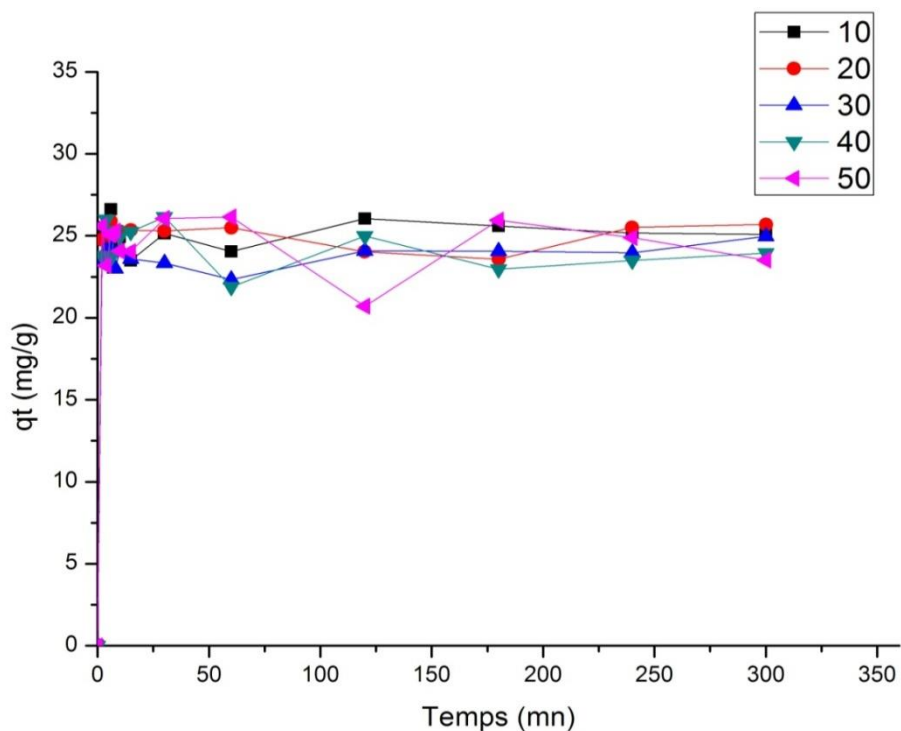
Les résultats obtenus sont indiqués sur le tableau 10. La comparaison de ces derniers montrent que le modèle de pseudo seconde ordre est le plus fiable pour la détermination de l'ordre des cinétiques d'adsorption des différents métaux lourds par le ligand synthétisé et représente un bon coefficient de corrélation ( $R^2=0,99$ ).

De même, le tableau 11 montre que la valeur de  $q_e$  calculée par le modèle de pseudo second ordre est proche de celle déterminée expérimentalement, ce que justifie encore que les cinétiques d'adsorption des métaux lourds utilisés par le ligand **EDEH** sont de pseudo second ordre.

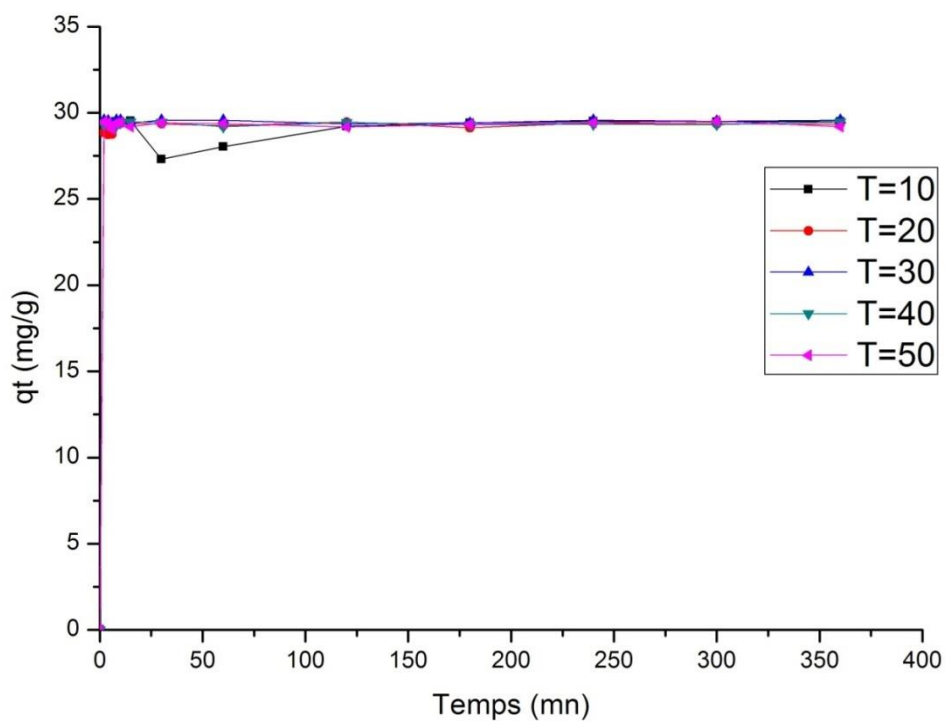
### III.3-4 Influence de la température :

Pour étudier l'effet de la température sur les cinétiques d'adsorption des métaux lourds par le ligand étudié, nous avons choisi les températures suivantes : 10, 20, 30,40, 50 °C.

Les résultats obtenus sont présentés sur les figures 19 et 20 respectivement pour le Pb(II) et le Cr(III). Ces dernières, indiquent qu'une augmentation de la température provoque une diminution dans la capacité d'adsorption (complexation) du métal à l'équilibre.

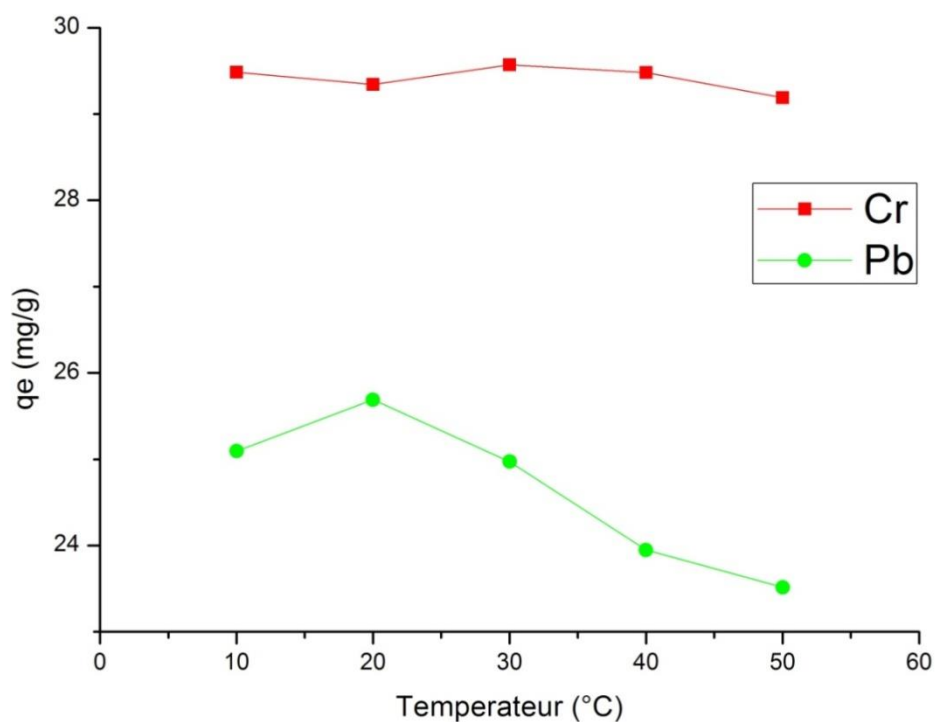


**Figure 19:** Effet de température sur les cinétiques de complexation du Pb(II) Par le ligand **EDEH**.



**Figure 20:** Effet de température sur les cinétiques de complexation du Cr(III) Par le ligand **EDEH**.

Pour mieux voir l'influence de ce paramètre sur la quantité des adsorbats sur le ligand synthétisé à l'équilibre, nous avons tracé la quantité  $q_e$  à l'équilibre en fonction de la température de 10°C à 50°C (**figure 21**).



**Figure 21:** Effet de température sur la quantité de complexation des métaux lourds à l'équilibre par le ligand **EDEH**.

D'après la **figure 21** nous remarquons une diminution de l'adsorption du plomb et du chrome à l'équilibre dans l'intervalle de température 10 à 50°C. Ceci signifie que cette adsorption sur le ligand **EDEH** est exothermique.

Les valeurs des quantités adsorbées à 10°C et 50°C à l'équilibre des métaux lourds par le ligand **EDEH**, sont données dans le tableau suivant :

**Tableau 12:** Quantités des métaux lourds adsorbée à 10 et 50°C

Métal	Ligand	
	$q_e$ (mg/g) à 10°C	$q_e$ (mg/g) à 50°C
Pb (II)	25,09	23,51
Cr (II)	29,48	29,18

### III.3.5. Détermination des paramètres thermodynamiques

Un phénomène d'adsorption est toujours accompagné d'un processus thermique [86] :

- endothermique si  $\Delta H > 0$
- exothermique si  $\Delta H < 0$

Le type d'adsorption étudié peut être connu à partir de la valeur de  $\Delta H$ , cette dernière est calculée à partir de la relation de Gibbs-Helmholtz :

$$\Delta G = -RT \ln K_c$$

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S$$

$$\ln K_c = \frac{\Delta S}{R} - \frac{\Delta H}{RT}$$

Avec:

$$K_c = C_e / (C_0 - C_e)$$

Où :

$K_c$  : Constante d'équilibre

$\Delta G$  : l'enthalpie libre (joule/mole)

$\Delta H$  : L'enthalpie (joule/mole)

$\Delta S$  : L'entropie (joule/mole.K)

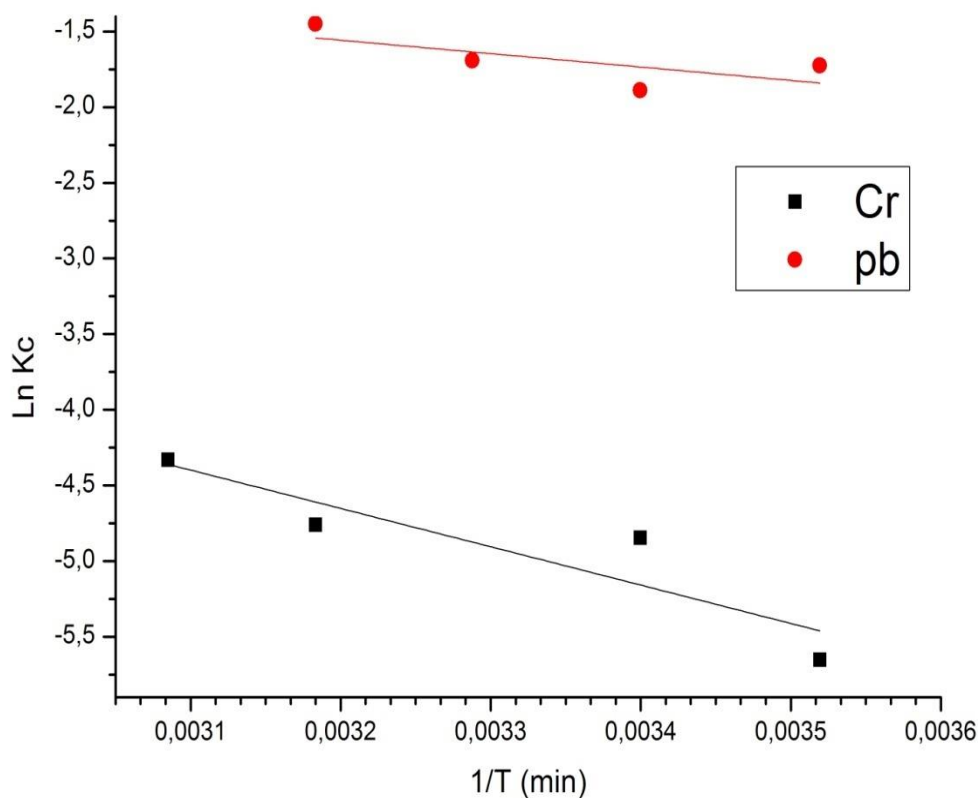
T : Température absolue (K)

$C_o$  : Concentration initiale de l'adsorbat

$C_e$  : Concentration à l'équilibre de l'adsorbat

R : constante des gaz parfaits (8.314 Joule/mole K)

Les chaleurs d'adsorption des métaux lourds sur le ligand **EDEH** synthétisé, sont déterminées graphiquement en portant  $\ln K_c$  en fonction de l'inverse de la température du milieu en degré Kelvin.  $\Delta H$  représente la pente et  $\Delta S$  est déterminé à partir de l'ordonnée à l'origine (**figure 22**).



**Figure 22:** Détermination des enthalpies et des entropies de complexation des métaux lourds par le ligand **EDE**

La figure 22 montre des droites, obtenues avec un bon coefficient de corrélation  $R^2$ , ce qui nous permet de calculer les valeurs de  $\Delta H$  d'adsorption des métaux lourds par le ligand **EDEH**.

Les résultats des paramètres thermodynamiques sont regroupés dans le **tableau 13**.

**Tableau 13:** paramètres thermodynamiques de complexation des métaux lourds par le ligand **EDEH**

Métal	Ligand		
	$\Delta H$ (KJ/mole)	$\Delta S$ (KJ/mole/K)	$R^2$
Pb	-36.531	-15416.56	0.93
Cr	-11.152	-16189.68	0.81

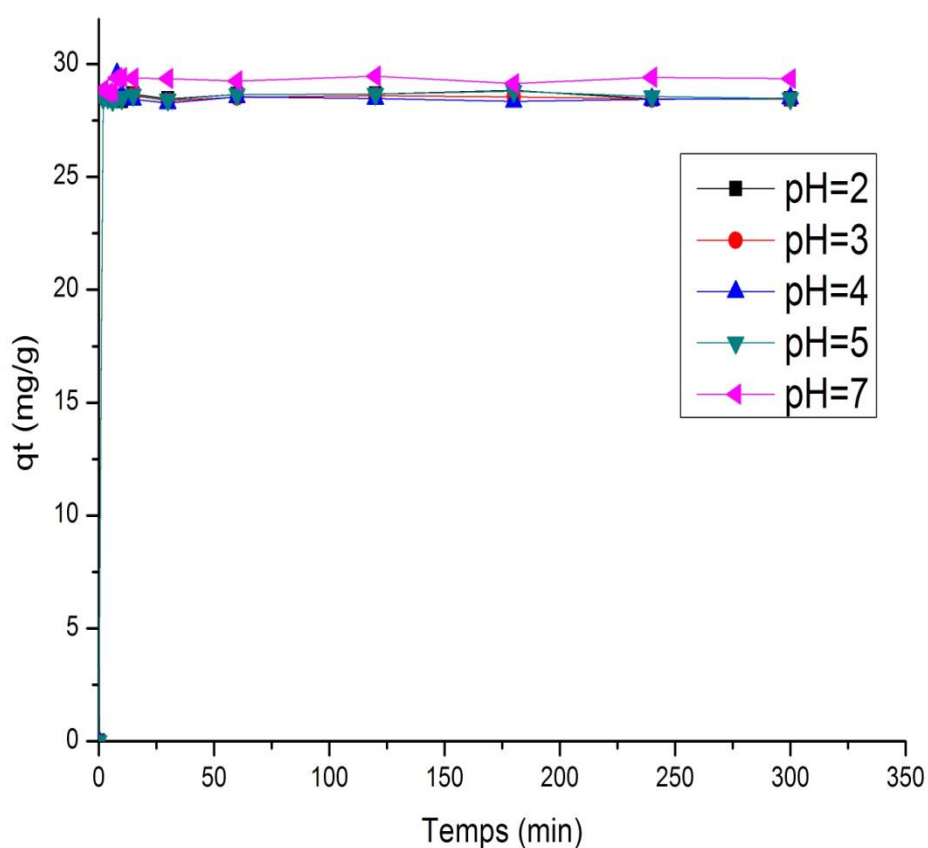
Les valeurs négatives de  $\Delta H$  (Tableau 15), confirment que l'adsorption des métaux plomb et chrome sur le ligand **EDEH**, est un processus exothermique.

Les faibles valeurs de cette chaleur ( $\Delta H < 40$  KJoule/mole), suggèrent l'existence d'une adsorption physique mettant en jeu, des forces d'attraction types Van Der Wals.

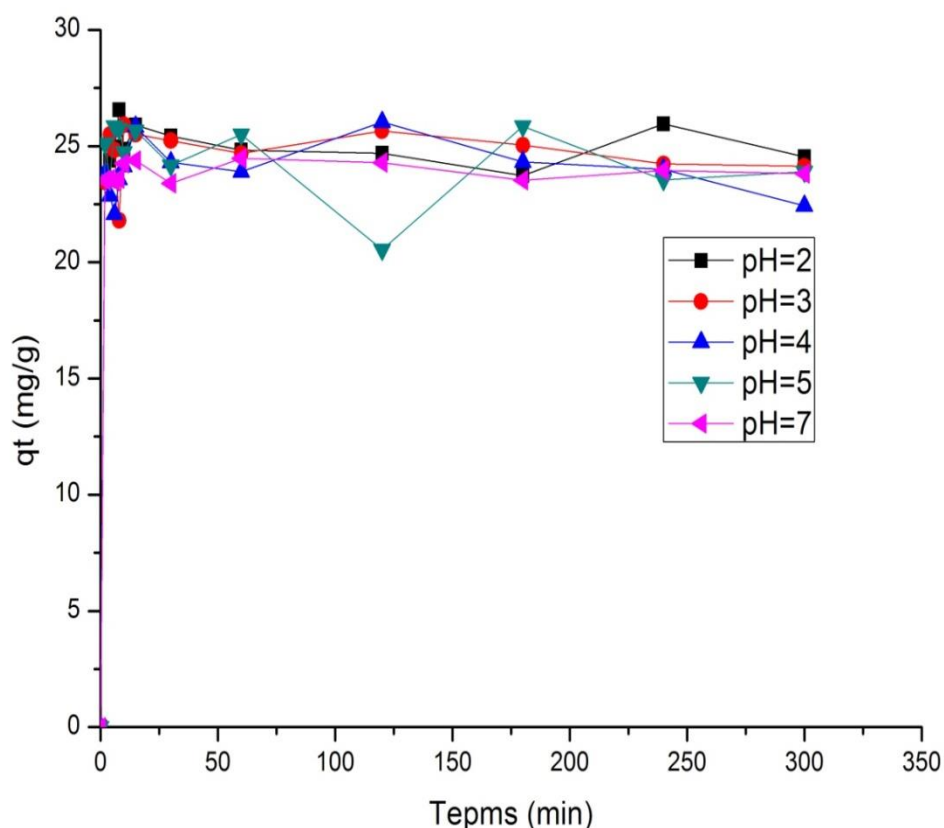
Les valeurs négative de l'entropie (**tableau 13**), montrent que l'adsorption de ces métaux sur le ligand **EDEH** étudié, est souvent un mécanisme associatif auquel deux partenaires en réaction forment un seul complexe activé [70]

### III.3.6- Effet du pH :

Pour étudier l'influence du pH sur les cinétiques d'adsorption des métaux lourds par le ligand **EDEH** synthétisé, nous avons choisi les pH suivants : 2, 3, 4, 5, 7 pour le plomb et pour le chrome (figure 23, 24).



**Figure 23:** Effet de pH sur les cinétiques de complexation du chrome(II) par le ligand **EDEH**.



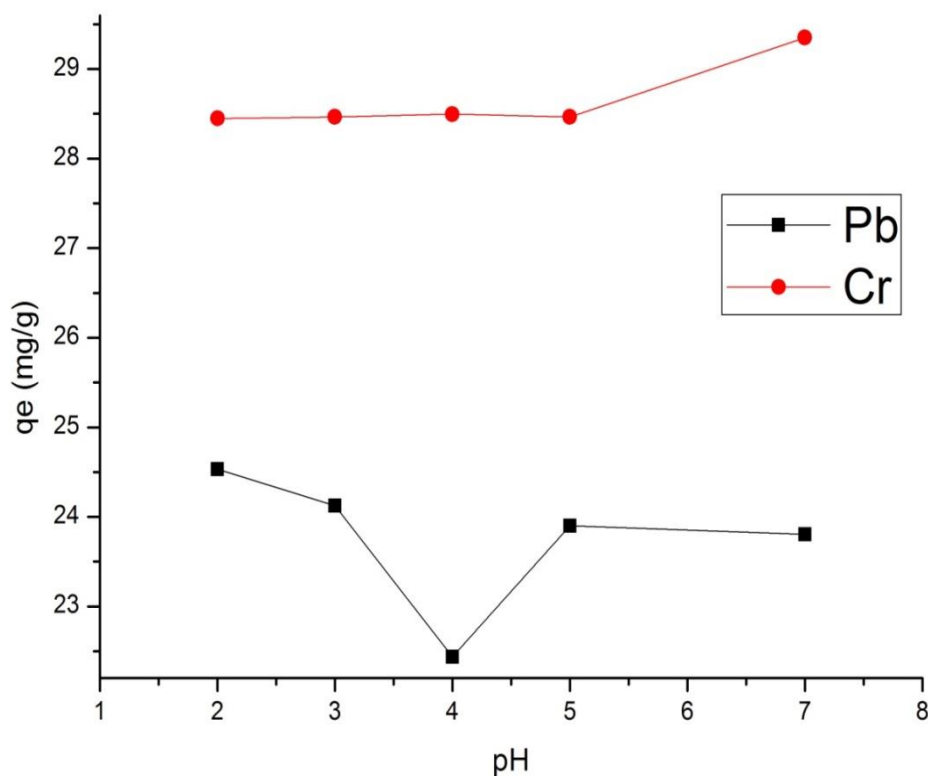
**Figure 24:** Effet de pH sur les cinétiques de complexation du Plomb(II) par le ligand **EDEH**.

Les figures **23** et **24** représentent respectivement, l'évolution de la quantité de chrome(III), et plomb(II) adsorbé et /ou complexée par le ligand **EDEH** en fonction du pH. Ces dernières montrent une allure caractérisée par une forte adsorption des métaux dès les cinq premières minutes de contact métal-ligand, suivie d'un équilibre.

Pour mieux voir l'influence du paramètre pH sur la quantité des métaux adsorbée sur le ligand **EDEH** synthétisé, nous avons tracé la quantité  $q_e$  à l'équilibre, en fonction du pH de 2 à 7 (figure 25). Notons que les valeurs  $q_e$  des métaux Cr et Pb trouvées suite à l'étude cinétique, ont montré des chiffres négatifs, ce qui explique qu'en milieu basique, ces métaux ne sont pas adsorbés. Ceci peut être expliqué par une



coordination des ions métalliques avec les ions  $\text{OH}^-$  (compétition entre les ions  $\text{OH}^-$  et les sites négatifs du ligand).



**Figure 25** : Effet du pH sur la quantité de complexation des métaux lourds à l'équilibre par le ligand **EDEH**.

D'après ces résultats, il ressort que l'adsorption /complexation du Chrome par le ligand **EDEH** est stable et maximale à pH acide et augmente à pH basique. Cependant pour l'ion plomb(II), la quantité de ces ions adsorbée diminue quand la valeur du pH augmente. Ceci confirme l'explication reliée aux résultats du **tableau 9**.

# CONCLUSION

L'objectif principal de notre travail, est d'essayer de fixer des ions métalliques sur de nouveaux supports synthétiques. Pour cela, nous nous sommes intéressés à la possibilité d'élimination de deux métaux tels que le plomb et le chrome et ceci par complexation en utilisant un ligand organique, N,N'-(2,2'-(ethane-1,2-diylbis(azanediyl))bis(ethane-2,1-diyl))bis(2-hydroxy-3-methoxybenzamide) (**EDEH**) comme adsorbant. Le choix du ligand **EDEH** a été effectué vu sa structure tétradentée, possédant plusieurs sites potentiels donneurs susceptible de chélater les métaux lourds dans l'eau.

Différentes méthodes de caractérisation telle que la spectroscopie infrarouge, la résonance magnétique nucléaire ainsi que l'analyse élémentaire ont permis de mettre en évidence sa structure.

Les résultats obtenus par la spectroscopie infrarouge nous ont permis de montrer les bandes d'adsorption caractéristiques des fonctions intervenant dans la complexation telle que la fonction amine et amide et la fonction phénol.

Les cinétiques d'adsorption sur le ligand **EDEH**, montrent que ce ligand est un bon adsorbant des polluants en solution aqueuse. Ces cinétiques sont influencées par les paramètres étudiés, la température et le pH. Ces cinétiques sont de même ordre (pseudo second ordre).

Les études cinétiques d'adsorption du plomb et de chrome, pris séparément, par le ligand **EDEH**, ont montré que ce dernier a, à peu près la même affinité pour le plomb (~ 25.5 mg/g), et le chrome (~ 29 mg/g), d'où sa capacité potentielle à chélater les métaux.

Enfin, les cinétiques d'adsorption dans les solution métallique en plomb et en chrome montrée que la quantité maximale de plomb et du cuivre fixée par le ligand

amide **EDEH** est important qui signifie que le ligand **EDEH** est un bon complexant des métaux lourds, spécialement pour le chrome

Ce travail se place dans une problématique de recherche pluridisciplinaire, associant la chimie inorganique, la chimie analytique, structurale et environnementale.

Ce mémoire ouvre des perspectives intéressantes en termes de confirmation de nos résultats expérimentaux, d'étude d'autres méthodes d'adsorption et enfin d'applications de cette classe de ligands dans d'autres domaines autre que la dépollution.

[C:\Program Files \(x86\)\PDFConverter\temp\NVDC\05BADFAA-CF80-4E38-84D8-BF0A2823F8FC\abstract.docx](C:\Program Files (x86)\PDFConverter\temp\NVDC\05BADFAA-CF80-4E38-84D8-BF0A2823F8FC\abstract.docx)